



**HAL**  
open science

# Caractérisation et prévision des structures en bandes dans les aciers Dual-Phase : lien avec les propriétés d'endommagement

Benoit Krebs

► **To cite this version:**

Benoit Krebs. Caractérisation et prévision des structures en bandes dans les aciers Dual-Phase : lien avec les propriétés d'endommagement. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2009. Français. NNT : 2009METZ053S . tel-01752922

**HAL Id: tel-01752922**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752922>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

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

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

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

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

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

---

# THESE

---

Présentée à



---

L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

---

Par

**Benoit KREBS**

Pour l'obtention du grade de :  
**Docteur de l'Université de Metz**

*SPECIALITE* : Sciences des matériaux  
*OPTION* : Physique

**Caractérisation et prévision des structures en bandes  
dans les aciers Dual-Phase.  
Lien avec les propriétés d'endommagement**

Soutenue le 22 octobre 2009 à Metz, devant le jury composé de :

Alexis DESCHAMPS	Professeur, INPG de Grenoble	Président
Michel PEREZ	Maitre de conférences HDR, INSA de Lyon	Rapporteur
Stefan ZAEFFERER	Chercheur, Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf	Rapporteur
Benoit APPOLAIRE	Maitre de conférences, Ecole des Mines de Nancy	Examineur
Mohamed GOUNE	Ingénieur de recherche, ArcelorMittal Research	Examineur
Alain HAZOTTE	Professeur, Université Paul Verlaine de Metz	Directeur de thèse
Lionel GERMAIN	Maitre de conférences, Université Paul Verlaine de Metz	Co-encadrant



# Remerciements

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Alexis DESCHAMPS pour l'honneur qu'il m'a fait de présider mon jury, ainsi qu'à Michel PEREZ et Stefan ZAEFFERER pour avoir accepté, malgré les délais imposés, la tâche de rapporter ce mémoire de thèse. Leurs remarques ont permis d'améliorer la qualité de ce mémoire. Je remercie également Benoit APPOLAIRE pour sa participation au jury et pour les suggestions d'amélioration du mémoire.

Je tiens à remercier particulièrement Sébastien ALLAIN pour sa collaboration dans la réalisation des simulations et pour son aide à la rédaction du Chapitre V.

Je remercie mes encadrants de m'avoir suivi continuellement. Alain HAZOTTE et Mohamed GOUNE m'ont d'abord encadré lors de mon stage Master, et m'ont ensuite donné l'opportunité de continuer en thèse. Puis, Lionel GERMAIN m'a fait l'honneur d'être son premier thésard. L'équipe encadrante ainsi formée s'est montrée disponible, efficace, humaine et solidaire. Merci à vous trois pour votre engagement et l'intérêt que vous avez porté à ce travail.

J'ai effectué ma thèse au sein du Laboratoire d'Etudes des Textures et Application aux Matériaux. Je remercie chaleureusement tous les membres de ce laboratoire pour m'avoir accueilli, aidé et soutenu durant la thèse. Je remercie Francis WAGNER, ancien directeur du laboratoire (remplacé par Alain HAZOTTE), de m'avoir donné les moyens de réaliser cette thèse dans les meilleures conditions possibles. Je remercie également les équipes d'ARSA qui m'ont apporté l'aide et la disponibilité nécessaire à la bonne réalisation de mes travaux.

Merci à tous les stagiaires, doctorants, et post-doctorants que je rencontré durant ces années.

Merci à ma famille et à Isabel Cristina (une bien jolie rencontre...) qui m'ont toujours soutenu et encouragé.

Merci au CNRS, à la région Lorraine et à ARCELORMITTAL d'avoir cofinancé ces travaux de recherche.



*Je voudrais pas crever*

**Boris VIAN**

(NDR : si je devais choisir une version, je  
choiserais celle interprétée par EIFFEL,  
Les yeux fermés, CD 2, piste 5)





## **Résumé**

Les aciers Dual-Phase constituent plus de 50% du poids des automobiles récentes. Ils associent une très bonne formabilité à une haute limite à rupture. Cet excellent compromis mécanique résulte de leur microstructure biphasée, constituée d'une phase martensitique dure englobée dans une matrice ferritique ductile. Ces aciers contiennent principalement du carbone et du manganèse. Les ségrégations chimiques formées lors de la coulée créent, à l'issue des traitements thermo-mécaniques ultérieurs, des structures en bandes ferrito-martensitiques néfastes aux propriétés d'endommagement. Les principaux objectifs de cette thèse étaient de comprendre les mécanismes de formation des bandes, et de relier leurs caractéristiques (intensité, topologie...) aux paramètres du procédé. Des cycles thermiques inspirés du procédé industriel ont été réalisés sur des échantillons d'une nuance représentative (Fe-0.15%C-1.5%Mn). Plusieurs techniques expérimentales (dilatométrie, microscopies, sonde électronique, EBSD...) ont été mises en œuvre pour comprendre les mécanismes de développement des microstructures. Des outils de visualisation et de quantification de la topologie bidimensionnelle et tridimensionnelle des microstructures ont été développés, permettant d'évaluer l'influence des paramètres du traitement thermique sur la microstructure finale. Pour différentes topologies, les champs de contraintes locaux responsables de l'endommagement ont été estimés à l'aide de simulations par éléments finis. Les informations recueillies permettront d'alimenter des modélisations numériques visant à reproduire la genèse des microstructures et à prévoir leur comportement mécanique en grande déformation.

Mots-clés : structures en bandes, acier Dual-Phase, caractérisation tridimensionnelle, modélisation

## **Abstract**

Modern cars are composed in weight of more than 50% of Dual-Phase steels. They combine a very good formability and high level of strength. This excellent mechanical accommodation is due to their two-phase microstructure, composed of hard martensite phase in a ductile ferrite matrix. These steels contain principally carbon and manganese. Chemical segregations developed during the casting create, after subsequent thermo-mechanical treatment, banded structures of ferrite and martensite unfavorable for damaging properties. Main objectives of this thesis were to understand mechanism of bands formation, and link their characteristic (intensity, topology...) to the process parameters. Some heat treatment routes derived of the industrial process were realized on sample of representative grade (Fe-0.15%C-1.5%Mn). Several experimental techniques (dilatometry, microscopy, electronic probe, EBSD...) were operating to understand mechanism of microstructures development. Some tool of visualization and quantification of the two-dimensional and three-dimensional were developed, enable to evaluate the influence of heat treatment parameters on the final microstructure. For different topologies, the local stress fields liable of damaging were estimated with the support of finite elements simulations. The collected information will allow loading numerical modeling with the purpose to reproduce microstructures genesis and to predict their mechanical behavior in high strain.

Key-words: banded structures, Dual-Phase steels, three-dimensional characterization, simulation



---

# Table des matières

---

<b>TABLE DES MATIERES .....</b>	<b>9</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE I .....</b>	<b>15</b>
<b>ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>15</b>
I.1. INTRODUCTION .....	17
I.2. GENERALITES SUR LES ACIERS DUAL PHASE .....	17
I.2.1. <i>L'élaboration des aciers Dual Phase</i> .....	17
I.2.2. <i>Principales propriétés et applications</i> .....	18
I.3. MICROSTRUCTURE.....	20
I.3.1. <i>Ferrite allotriomorphe</i> .....	20
I.3.2. <i>Ferrite aciculaire</i> .....	21
I.3.3. <i>Martensite</i> .....	23
I.4. GENESE DES MICROSTRUCTURES EN BANDES .....	24
I.4.1. <i>Origine des ségrégations</i> .....	24
I.4.2. <i>Formation des bandes</i> .....	25
I.4.3. <i>Paramètres influençant la formation des bandes</i> .....	28
I.5. PROPRIETES MECANQUES EN FONCTION DES PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX .....	31
I.5.1. <i>Taux de martensite</i> .....	31
I.5.2. <i>Morphologie et taille de la martensite</i> .....	32
I.5.3. <i>Structures en bandes</i> .....	34
I.6. ENDOMMAGEMENT EN FONCTION DES PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX .....	35
I.6.1. <i>Différents modes d'endommagement</i> .....	35
I.6.2. <i>Endommagement en lien avec les paramètres microstructuraux</i> .....	36
I.7. CONCLUSION .....	39
<b>CHAPITRE II .....</b>	<b>41</b>
<b>MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES .....</b>	<b>41</b>
II.1. INTRODUCTION .....	43
II.2. MATERIAU ETUDIE .....	43
II.2.1. <i>Composition chimique et principales caractéristiques</i> .....	43
II.2.2. <i>Réduction des ségrégations</i> .....	47
II.3. TRAITEMENTS THERMIQUES .....	49
II.3.1. <i>Principales étapes pour l'obtention d'acier Dual-Phase</i> .....	49
II.3.2. <i>Principaux paramètres en lien avec la microstructure</i> .....	50
II.3.3. <i>Dilatométrie</i> .....	50
II.4. METHODES DE CARACTERISATION .....	54
II.4.1. <i>Préparation métallographique des échantillons</i> .....	54
II.4.2. <i>Microscopie optique et électronique à balayage</i> .....	54
II.4.3. <i>Mesure de texture locale par EBSD</i> .....	55
II.4.4. <i>Analyse de composition chimique</i> .....	57

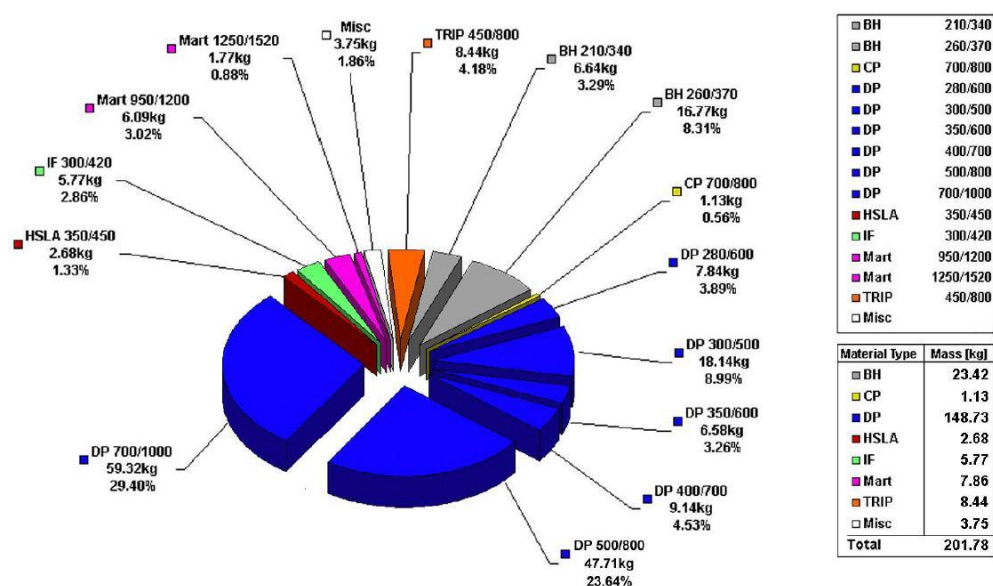
II.4.5.	Quantification des proportions de phase .....	59
II.4.6.	Caractérisation tridimensionnelle .....	60
<b>CHAPITRE III</b>	<b>.....</b>	<b>65</b>
<b>CARACTERISATION DES STRUCTURES EN BANDES</b>	<b>.....</b>	<b>65</b>
III.1.	INTRODUCTION .....	67
III.2.	MESURE NORMALISEE DE L'INTENSITE D'UNE STRUCTURE EN BANDE .....	67
III.2.1.	Définition de la méthode ASTM .....	67
III.2.2.	Programmation de la norme.....	68
III.2.3.	Valeurs de AI mesurées sur des images caractéristiques.....	70
III.3.	ANALYSE DE LA TOPOLOGIE DES BANDES PAR COVARIOGRAMME.....	71
III.3.1.	Définition et principe du covariogramme .....	71
III.3.2.	Propriétés de la fonction de covariance.....	72
III.3.3.	Définition de l'échantillonnage .....	75
III.4.	VALIDATION DE LA METHODE SUR DES MICROSTRUCTURES MODELES.....	79
III.4.1.	Génération de microstructures modèles.....	79
III.4.2.	Sensibilité des paramètres mesurés avec chaque méthode.....	81
III.5.	APPLICATION AUX MICROSTRUCTURES REELLES .....	89
III.5.1.	Cycles thermomécaniques .....	89
III.5.2.	Analyse de la topologie des bandes .....	90
III.6.	CONCLUSION .....	92
<b>CHAPITRE IV</b>	<b>.....</b>	<b>93</b>
<b>MECANISMES DE FORMATION DES BANDES</b>	<b>.....</b>	<b>93</b>
IV.1.	INTRODUCTION .....	95
IV.2.	DEFINITION D'UN CYCLE THERMIQUE DE REFERENCE .....	95
IV.2.1.	Traitement thermique d'obtention de la structure Dual Phase type .....	95
IV.2.2.	Détermination de la température d'austénitisation de référence .....	96
IV.2.3.	DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE FORMATION DE LA FERRITE.....	97
IV.3.	MECANISMES D'EVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES .....	100
IV.3.1.	Evolution microstructurale.....	100
IV.3.2.	Evolution topologique.....	103
IV.3.3.	Mécanismes de la transformation ferritique .....	104
IV.3.4.	Discussion sur les mécanismes de formation de la ferrite .....	108
IV.4.	ETUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMETRES DU PROCEDE .....	109
IV.4.1.	Influence du niveau de ségrégation chimique.....	109
IV.4.2.	Influence de la vitesse de refroidissement .....	111
IV.5.	INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN AUSTENITIQUE.....	117
IV.5.1.	Introduction sur l'effet de la taille de grain austénitique.....	117
IV.5.2.	Couplage vitesse de refroidissement et taille de grain austénitique .....	119
IV.6.	INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DU PALIER FERRITIQUE ET DE LA CONCENTRATION EN CARBONE .....	125
IV.7.	MECANISMES DE FORMATION DES BANDES .....	127
IV.7.1.	Synthèse.....	127
IV.7.2.	Petite taille de grain austénitique.....	128
IV.7.3.	Grosse taille de grain austénitique .....	129
IV.8.	CONCLUSIONS.....	131
<b>CHAPITRE V</b>	<b>.....</b>	<b>133</b>
<b>RELATION TOPOLOGIE / PROPRIETES MECANIQUES</b>	<b>.....</b>	<b>133</b>

V.1.	INTRODUCTION .....	135
V.2.	TOPOLOGIE TRIDIMENSIONNELLE D'ACIERS DP .....	136
V.2.1.	<i>Matériaux</i> .....	136
V.2.2.	<i>Topologie tridimensionnelle</i> .....	137
V.3.	CONSEQUENCE DE LA TOPOLOGIE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES.....	141
V.3.1.	<i>Microstructures modèles</i> .....	142
V.3.2.	<i>Conditions aux limites et chargement</i> .....	143
V.3.3.	<i>Lois de comportement mécanique des phases et du composite</i> .....	143
V.3.4.	<i>Influence des bandes sur les propriétés d'endommagement</i> .....	145
V.4.	CONCLUSION .....	156
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....</b>		<b>159</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>		<b>163</b>



## Introduction générale

Les aciers Dual Phase (DP) constituent plus de 50% du poids des pièces de structures d'automobiles récentes (Figure I-1). Ils associent une très bonne formabilité à une haute limite à rupture. Cet excellent compromis mécanique résulte de leur microstructure biphasée constituée d'une phase martensitique dure englobée dans une matrice ferritique ductile. Ces aciers contiennent principalement du carbone et du manganèse. Lors de la coulée, des ségrégations chimiques se forment et créent, à l'issue des traitements thermo-mécaniques ultérieurs, des structures en bandes ferrito-martensitiques. Ces bandes provoquent une anisotropie des propriétés mécaniques et sont néfastes aux propriétés d'endommagement. Les principaux objectifs de cette étude sont de comprendre les mécanismes de formation des microstructures en bandes, de relier leurs caractéristiques (intensité, topologie...) aux paramètres du procédé, et d'évaluer leurs conséquences sur les propriétés d'endommagement.



*Figure I-1 : Répartition des aciers utilisés pour les pièces de structures d'automobiles (ULSAB-AVC 2002)*

Dans un premier chapitre, nous analysons les résultats de la bibliographie sur les aciers Dual Phase, en nous intéressant aux aspects de transformations de phases, puis, à la genèse des microstructures en bandes. Nous décrivons, ensuite, l'effet des principaux paramètres du procédé sur la formation des microstructures en bandes. Nous verrons que la littérature est abondante mais manque souvent de rigueur, dans la description des mécanismes. Après cela, nous montrons l'influence de ces microstructures sur les propriétés mécaniques et d'endommagement.

Les principales caractéristiques du matériau de notre étude et les traitements thermiques réalisés pour obtenir des aciers DP sont décrits dans le second chapitre. Nous détaillons les différentes méthodes expérimentales mises en œuvre pour caractériser et quantifier les microstructures bi et tridimensionnelles, les orientations locales par EBSD et les compositions chimiques locales.

Il existe un lien direct entre l'intensité de la structure en bandes d'une microstructure et les propriétés mécaniques d'un matériau. Aussi, il est essentiel de quantifier la topologie des microstructures. Une méthode normalisée a été développée par l'ASTM pour quantifier la topologie de microstructures. Dans un troisième chapitre, nous montrons que cette méthode est insuffisamment sensible et robuste, et nous proposons une nouvelle méthode, basée sur l'analyse des fonctions de covariance, pour quantifier les structures en bandes. Puis, nous comparons les résultats obtenus, avec les deux méthodes, sur des microstructures modèles et réelles générées avec différents paramètres.

Dans un quatrième chapitre, nous définissons d'abord un cycle thermique de référence favorable à l'analyse de la formation des microstructures en bandes. Nous montrons l'influence directe des ségrégations chimiques, et nous mettons en évidence deux modes de formation de la ferrite. Puis, en variant les différents paramètres de ce cycle, et à l'aide de l'outil de caractérisation présenté dans le troisième chapitre, nous déterminons l'effet de ces paramètres sur les microstructures. L'ensemble des analyses effectuées permet de décrire et d'expliquer, sans ambiguïté, les mécanismes de formation des structures en bandes en fonction des paramètres du procédé. Ces résultats sont importants dans l'optique de maîtriser et optimiser la formation des microstructures et les propriétés mécaniques des matériaux.

Dans un cinquième chapitre, nous caractérisons la morphologie et la topologie de microstructures tridimensionnelle issues de matériaux ségrégué et homogène. Ces résultats, sans équivalents dans la littérature, permettent de caractériser la connexité des phases d'aciers DP. Puis nous montrons, par des calculs en éléments finis, le lien entre la topologie et les propriétés mécaniques et d'endommagement des microstructures réelles et de microstructures modèles présentant différentes intensités de bandes. Les résultats obtenus permettent une meilleure compréhension des phénomènes d'endommagement dans les structures en bandes.



---

# **Chapitre I**

## **Etude bibliographique**

---



## **I.1. Introduction**

Ce chapitre recense les principales études qui ont été menées dans le but de comprendre les mécanismes de formation des structures en bandes dans les aciers Dual Phase (DP). Une première partie, assez générale, porte sur l'élaboration et les applications de ces aciers. Puis, nous présentons les deux phases dont sont constitués les DP, et la genèse des microstructures en bandes. Nous montrons que la littérature, à ce sujet, est abondante, mais certains points fondamentaux des mécanismes des formations restent obscurs. Dans la dernière partie de cette revue bibliographique, nous analysons les liens microstructures / propriétés mécaniques / endommagement.

## **I.2. Généralités sur les aciers Dual Phase**

Dans cette partie, nous présentons les principales étapes d'élaboration, propriétés mécaniques et applications des aciers Dual Phase

### **I.2.1. L'élaboration des aciers Dual Phase**

Les aciers Dual Phase (DP) utilisés dans l'industrie automobile sont tous issus de la coulée continue (Figure I-1). Ils sont constitués de deux phases : la ferrite ( $\alpha$ ), et martensite ( $\alpha'$ ). Deux traitements thermomécaniques sont possibles pour les obtenir (illustrés en Figure I-2a) :

- ① un laminage à froid suivi d'un chauffage et d'un maintien dans le domaine austénitique ( $\gamma$ ) puis d'un refroidissement contrôlé et d'une trempe
- ② un laminage à chaud dans le domaine austénitique suivi d'un refroidissement contrôlé et d'une trempe.

La ferrite, phase claire sur la micrographie de la Figure I-2b, apparaît lors du refroidissement. Puis, l'austénite encore présente se transforme, au moment de la trempe, en martensite (phase sombre). Le laminage à froid est généralement plus utilisé pour les applications automobiles. Il permet d'obtenir des épaisseurs de tôle plus faibles, plus facilement emboutissables, et donc, de produire des pièces plus légères. Qu'ils soient issus du laminage à chaud ou à froid les produits sont conditionnés et livrés au client sous forme de bobines.

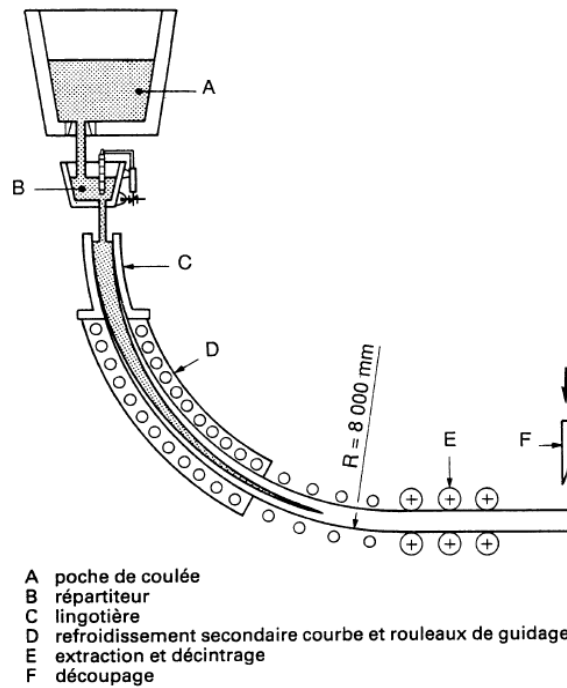


Figure I-1 : Coupe de la machine de coulée continue (Fahri 1998)

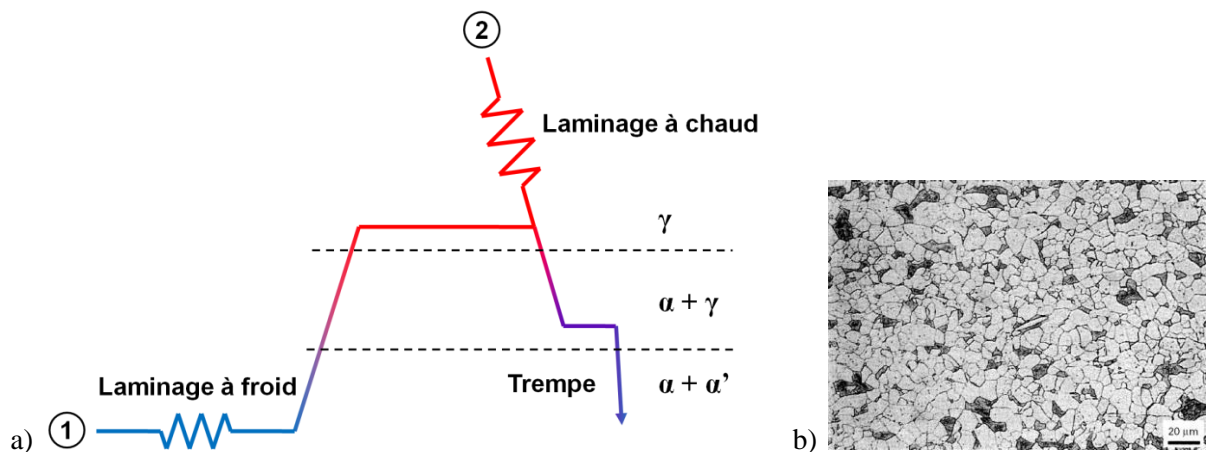


Figure I-2 : a) Schéma des différents traitements thermo-mécaniques possibles pour l'obtention de microstructures DP ; b) Micrographie d'un acier DP (Béranger et al. 1994)

## I.2.2. Principales propriétés et applications

Les aciers Dual Phase contiennent, principalement, entre 0.08 et 0.2% de carbone, et entre 0.5 et 1.5% de manganèse ainsi que certains éléments d'alliage comme le vanadium, le chrome ou le molybdène. Ils appartiennent à la famille des aciers THR (Très Haute Résistance). Ils se distinguent par un bon compromis résistance/emboutissabilité (cf. comparaison entre les différentes familles d'aciers en Figure I-3 et dans le Tableau I-1). Ce compromis provient de leur microstructure constituée d'une phase dure (martensite) dispersée dans une matrice ferritique ductile. Ils ont une remarquable aptitude à la répartition des déformations permettant une bonne emboutissabilité. Ce niveau élevé de résistance mécanique obtenu sur pièces se traduit par une excellente tenue à la fatigue et une bonne capacité d'absorption d'énergie. Les aciers Dual Phase laminés à froid se prêtent particulièrement bien à la

réalisation de pièces de structures et de sécurité pour l'automobile telle que les longerons, les traverses ou les renforts. Les DP laminés à chaud sont notamment utilisés pour les voiles de roues, les profilés allégés, les coupelles d'amortisseurs, ou les éléments de fixation.

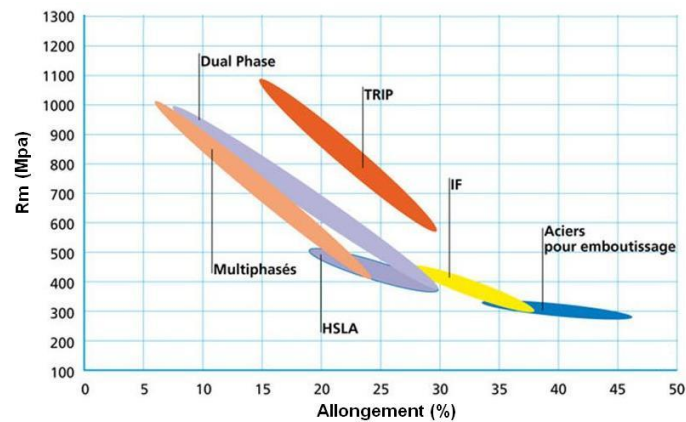


Figure I-3 : Positionnement des aciers Dual Phase dans la gamme des aciers THR

Famille	Laminage à		Métallurgie	Compromis Résistance/ Ductilité
	froid	chaud		
Dual Phase	X	X	Ferrite + martensite	Rm : ~450-1200 Mpa A% : ~6-30%
Multiphasés		X	Ferrite (ou ferrite durcie), bainite, martensite	Rm : ~750-1300 Mpa A% : ~5-14%
TRIP	X	X	Ferrite, bainite, austénite résiduelle (transformation de l'austénite en martensite par déformation)	Rm : ~590-900 Mpa A% : ~21-30%

Tableau I-1 : Classification des principaux aciers THR par famille et métallurgie

### I.3. Microstructure

Les DP sont composés de deux phases. Ici, nous nous intéressons aux modes de transformation de l'austénite en ferrite ou en martensite. Dans les années 50, Dubé et al. ont proposé un système de classification des différentes ferrites pro-eutectoïdes (Dubé et al. 1958). Cette classification est reprise en Figure I-4. La morphologie de la ferrite peut être a) allotriomorphe, b) en aiguille de Widmanstätten (ou aciculaire), c) en « dent de scie » de Widmanstätten, d) idiomorphe, e) en aiguille de Widmanstätten intra-granulaire, ou f) massive.

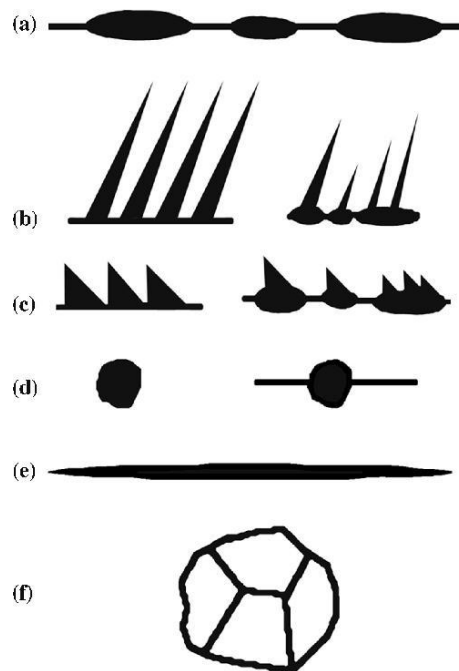


Figure I-4 : Système de classification des morphologies de la ferrite (Dubé et al. 1958)

Les progrès réalisés en terme de caractérisation, notamment tridimensionnelle, ont permis de d'affiner cette classification (Kral & Spanos 2005). Dans la pratique, l'accès à l'information tridimensionnelle n'est pas toujours aisé, cette dernière classification paraît donc difficilement applicable. Dans la suite, nous nous intéressons, plus particulièrement, aux modes d'obtention des ferrites allotriomorphe et aciculaire (ou de Widmanstätten), puis nous présentons brièvement les mécanismes de formation de la martensite.

#### I.3.1. Ferrite allotriomorphe

A haute température, lors d'un refroidissement relativement lent, la ferrite allotriomorphe  $\alpha$  germe préférentiellement aux joints de grains austénitiques (Figure I-5) (Cabus 2005). Elle est en relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs avec un grain austénitique  $\gamma_1$  (Honeycombe & Bhadeshia 1995) :

$$\begin{aligned} & \{111\}\gamma_1 \parallel \{110\}\alpha \\ & \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle \gamma_1 \parallel \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle \alpha \end{aligned}$$

Si la température est assez élevée, la diffusion du carbone est rapide et permet la croissance de la ferrite à l'intérieur d'un grain austénitique adjacent  $\gamma_2$  avec lequel elle n'a normalement pas de

relation d'orientation particulière et le long des joints de grains, jusqu'à former une structure équiaxe. La ferrite contient très peu de carbone et, par conséquent, sa formation s'accompagne d'un enrichissement en carbone de l'austénite autour de la ferrite (Durand-Charre 2003). Au fur et à mesure de leur croissance, les grains ferritiques développent des joints de grains facettés. Ceci indique une anisotropie du taux de croissance de la ferrite car le carbone diffuse plus vite selon les plans  $\{111\}$  de l'austénite qui correspondent aux plans  $\{110\}$  de la ferrite.

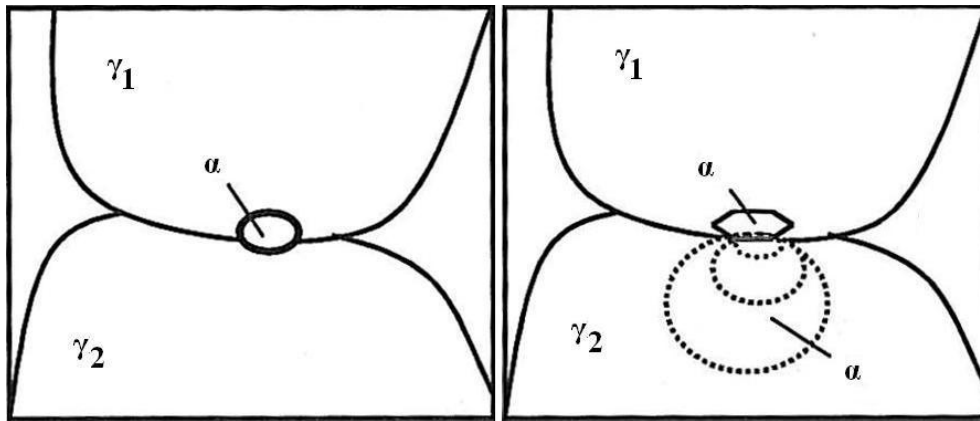


Figure I-5 : Schéma de la ferrite allotriomorphe (Cabus 2005)

### I.3.2. Ferrite aciculaire

Dans ce qui précède, on a vu que si la vitesse de refroidissement imposée à l'acier est faible la ferrite se formait aux joints de grains de l'austénite sous forme de grains équiaxes. Si la vitesse est plus élevée, la ferrite ne pourra se développer que selon des aiguilles suivant les plans de diffusion préférentiels, c'est la structure aciculaire ou structure de Widmanstätten (illustrée en Figure I-6) (Cornet & Hlawka 2006). Selon la position du plan de coupe, elles apparaissent enchevêtrées, faisant souvent entre elles des angles de 60 ou 90°. L'étude par rayons X montre que les plans  $\{110\}$  de la ferrite aciculaire sont parallèles aux plans  $\{111\}$  de l'austénite (Bénard et al. 1984).

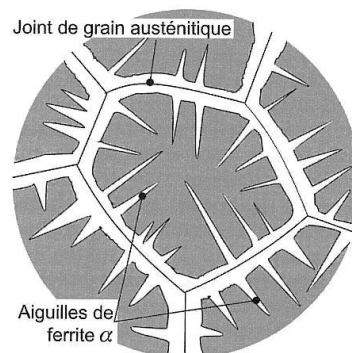


Figure I-6 : Schéma de la ferrite aciculaire (Cornet & Hlawka 2006)

Bodnar et Hansen ont étudiés les conditions de formation de la ferrite aciculaire sur une nuance contenant 0.18% de C et 1.15 de Mn. La Figure I-7a reprend leurs mesures de taux de ferrite aciculaire formée pour trois tailles de grain austénitique (30, 55 et 100 $\mu\text{m}$ ) en fonction de la vitesse de refroidissement appliquée. La fraction de ferrite aciculaire formée augmente avec l'augmentation de

la taille de grain austénitique et de la vitesse de refroidissement. Ils notent que l'effet de la taille de grain austénitique est plus important que celui de la vitesse de refroidissement. La formation de structures de Widmanstätten peut être minimisée si l'austénite est suffisamment fine (dans leur cas, inférieure à 30  $\mu\text{m}$ ). Krahe et al. ont montré que plus la taille de grain austénitique est importante plus la ferrite aciculaire apparaît à haute température (Krahe et al. 1972).

Elle se forme pour des teneurs en carbone comprises entre 0.2 et 0.4% (Honeycombe & Bhadeshia 1995). Samuels propose de définir les zones favorables à la formation de cette ferrite en fonction de la taille de grain austénitique (Figure I-7b, W : ferrite aciculaire, M : ferrite massive, GBA : ferrite allotriomorphe) (Samuels 1980). De plus, il analyse l'apparition de cette morphologie sur des zones différemment décarburrées d'un même échantillon contenant 0.2% de C et 1.75% de Mn. A la surface de l'échantillon, où la décarburation est la plus importante, la micrographie présente peu de ferrite aciculaire (Figure I-8a). Dans la zone intermédiaire, la ferrite aciculaire fragmente les anciens grains austénitiques (Figure I-8b). Elle ne se forme pas dans les zones riches en carbone (et en manganèse, voir §I.4.2) de la partie non-décarburrée (Figure I-8c). La concentration en carbone de l'austénite est donc un facteur important pour la formation de la ferrite aciculaire.

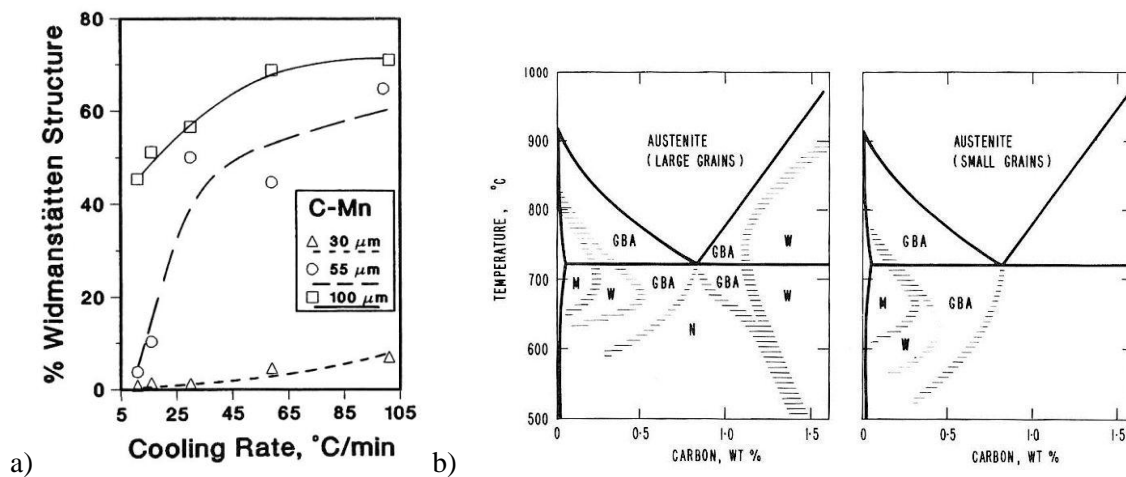


Figure I-7 : a) Quantité de structure de Widmanstätten formée pour différentes tailles de grains austénitiques en fonction de la vitesse de refroidissement (Bodnar & Hansen 1994) ; b) diagramme d'équilibre fer-carbone domaine de transformation de différents type de ferrite en fonction de la taille de grain austénitique (Samuels 1980)

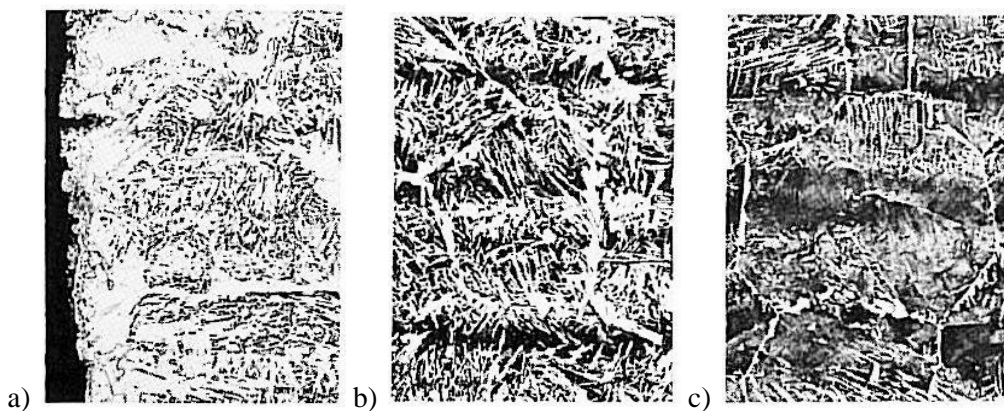


Figure I-8 : Micrographies obtenue après une austénitisation à 1150°C suivi d'un refroidissement à 5°C/min sur a) la surface de l'échantillon (zone décarburrée), b) une zone intermédiaire décarburrée, et c) une zone non décarburrée (Samuels 1980)



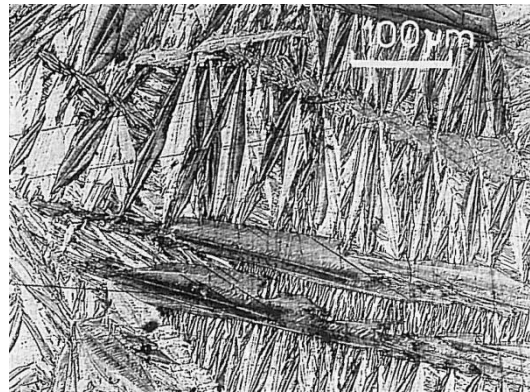
### I.3.3. Martensite

La transformation martensitique se distingue des transformations précédentes à la fois sur le plan de la cinétique et sur celui de la microstructure (Bénard et al. 1984). Elle se manifeste au refroidissement par l'apparition brutale (pratiquement instantanée) de la nouvelle phase à partir d'une température appelée Ms (martensite starts). Son réseau cristallin est légèrement quadratique (lors de l'indexation en EBSD, par exemple, elle est considérée comme cubique voir §II.4.3). La relation d'orientation entre la martensite  $\alpha'$  et l'austénite est la suivante :

$$\begin{aligned} & \{111\}\gamma \parallel \{110\}\alpha' \\ & \langle 1\bar{1}0 \rangle \gamma \parallel \langle 1\bar{1}1 \rangle \alpha' \end{aligned}$$

La phase martensitique apparaît sous deux faciès principaux :

- la martensite en latte, dans laquelle les domaines martensitiques forme de petits parallélépipèdes plats, d'épaisseur  $0.1\mu\text{m}$ , empilés par paquets parallèlement les uns aux autres et contiennent une forte densité de dislocations ;
- la martensite en plaquettes, ou en aiguilles, dans laquelle les domaines martensitiques ne sont pas parallèles, mais forment entre eux des angles bien définis ; les premières plaquettes qui se forment traversent tout le grain de la matrice, et le subdivisent, si bien que la taille des plaquettes qui apparaissent ensuite diminue avec le degré d'avancement de la transformation. Ces plaquettes sont généralement finement maclées (Figure I-9)



*Figure I-9 : Martensite en plaquette d'un alliage de fer à 31% de nickel, homogénéisé 100 heures à 1050°C, puis trempé à l'azote (Bénard et al. 1984)*

## I.4. Genèse des microstructures en bandes

Dans cette partie, nous présentons les origines des microségrégations, leurs conséquences et l'effet des principaux paramètres du procédé sur la formation des microstructures en bandes. Même si le phénomène de structure en bandes est connu depuis le début du 20<sup>ème</sup> siècle et que la littérature est abondante, nous mettons en lumière quelques lacunes fondamentales sur les mécanismes de formation des structures en bandes (Stead 1915).

### I.4.1. Origine des ségrégations

Pendant la solidification, des échanges de solutés et de solvant se produisent entre le solide et le liquide, au niveau de l'interface. Ces échanges provoquent une variation de la composition moyenne du liquide avec l'avancement de la solidification et, donc, une variation dans l'espace de la composition du solide (Winegard 1971). La Figure I-10a illustre schématiquement un stade intermédiaire de la solidification d'un lingot (Flemings et Nereo 1967). Contre les parois, le métal est complètement solide ; au centre il est totalement liquide ; une zone pâteuse (mi-liquide mi-solide) fait une transition entre les deux premières régions. En l'absence de macro-ségrégations, au niveau de la pointe des dendrites, le liquide garde une composition voisine de la composition initiale de l'alliage. Entre les dendrites, par contre, le liquide s'enrichit du soluté rejeté par le solide. L'intensité de l'ombrage de la Figure I-10a traduit le niveau de concentration des solutés dans le liquide. Les vitesses de diffusion chimique dans le solide étant le plus souvent faibles, le produit brut de coulée reste hétérogène : c'est l'origine des microségrégations chimiques. Lors de la solidification, le manganèse, diffuse très lentement et a tendance à fortement ségréger (Krauss 2003). Pendant le laminage, ces ségrégations s'orientent dans la direction de déformation et forment des bandes ségréguées plus ou moins riches en manganèse comme illustré en Figure I-10b.

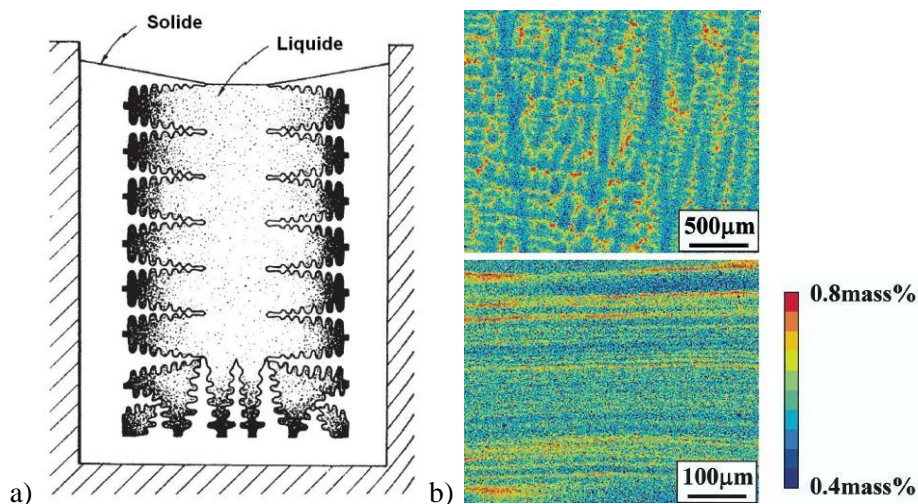


Figure I-10 : a) Schéma de la solidification dendritique (Flemings & Nereo 1967) ; b) Distribution des ségrégations en manganèse après la solidification (haut), après laminage (bas) (T. Yamashita et al. 2003)

## I.4.2. Formation des bandes

Considérons un alliage Fe-C-Mn. Le manganèse a un coefficient de diffusion très faible par rapport à celui du carbone (Durand-Charre 2003). Nous avons vu que le manganèse ségrège lors de la solidification, et au cours de la déformation, il forme des bandes riches et pauvres. Pour une nuance contenant en moyenne 1.5% de manganèse, Thompson et Howell montrent que les concentrations locales varient entre 1 et 2% (Thompson & Howell 1992). Nous avons calculé avec le logiciel Thermocalc (version TC4, base de données Fe-data), les diagrammes d'équilibre pseudo-binaires Fe-C à 1% et 2 % de Mn (Figure I-11a-b). Les températures Ae3 et Ae1 correspondent respectivement aux températures limites basses de début de formation de la ferrite et à laquelle il n'y a plus d'austénite (Ac3, Ac1, Ar3 et Ar1 représentent hors équilibre les mêmes transformations respectivement au chauffage et au refroidissement). Le manganèse est élément gammagène. Lorsque sa concentration augmente, les domaines  $\gamma$  et  $\alpha + \gamma$  sont stables à plus basse température.

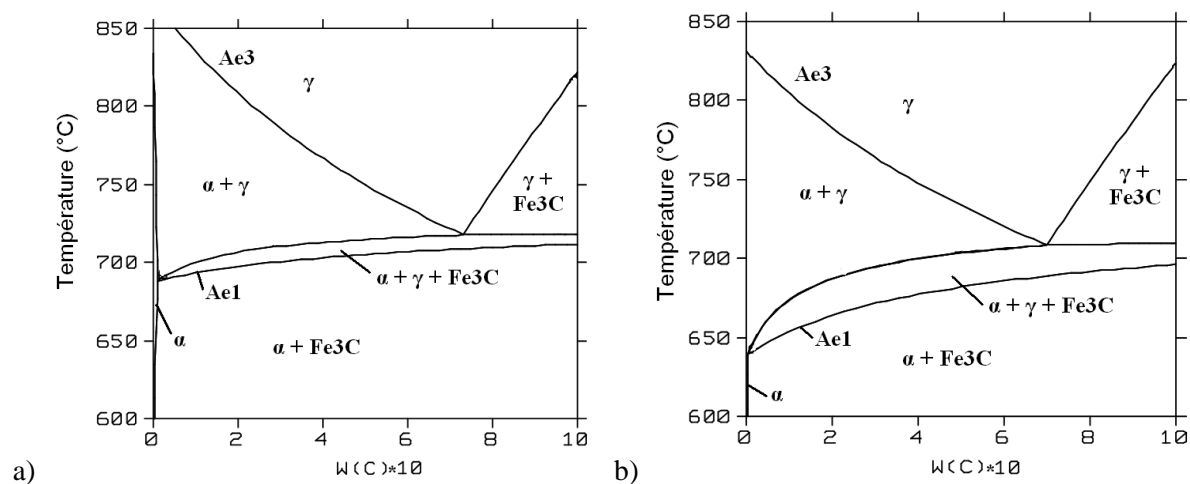


Figure I-11 : Diagrammes d'équilibre pseudo-binaires Fe-C à a) 1% de Mn ; b) 2% de Mn

Verhoeven développe une théorie largement admise pour expliquer la formation des bandes (Verhoeven 2000). Cette théorie est illustrée en Figure I-12 (Thompson & Howell 1992). L'austénite est plus stable dans les zones riches en manganèse (représentées par des lignes repérées B sur la Figure I-12a). Lors d'un refroidissement lent, la ferrite germe préférentiellement aux joints triples et aux joints de grains austénitiques situés dans les zones pauvres en manganèse (Figure I-12b) (Bastien 1957). Elle croît le long des joints de grains et rejette le carbone dans l'austénite (Figure I-12c). Des germes continuent à se former et certains grains ferritiques se connectent (Figure I-12d). L'interface ferrite/austénite devient plane ou quasiment plane (Figure I-12e). A la fin de la transformation, la majorité des grains ferritiques sont perpendiculaires formant une structure référencée par Samuels comme une structure « bambou » (Samuels 1980).

Offerman et al., montrent par une analyse à la sonde électronique que la présence de bandes est fortement corrélée à la ségrégation en manganèse (Figure I-13) (Offerman et al. 2002). Cette corrélation a été effectuée dans d'autres études (Kirkaldy et al. 1963; Samuels 1980; Grossterlinden et al. 1992; Thompson & Howell 1992)

Majka et al. ont créé un matériau modèle composé de plaques riches (0.8%) et pauvres en manganèse (1.8%) (Majka et al. 2002). Deux taux de réduction ont été appliqués permettant d'obtenir des

distances inter-ségrégations de 20 et 160  $\mu\text{m}$ . La Figure I-14 reprend leurs principaux résultats obtenus pour les deux distances inter-ségrégations, après une austénitisation à 850°C pendant 20 minutes, suivie d'un refroidissement à 6°C/min et 60°C/min. Lors du refroidissement, ils mettent en évidence la redistribution du carbone. Plus la vitesse de refroidissement et la distance inter-ségrégations sont faibles, plus le carbone a tendance à migrer depuis les zones pauvres vers les zones riches en manganèse.

Rivera-Díaz-Del-Castillo et al. mettent aussi en évidence l'importance de la distance inter-ségrégations. Ils montrent que plus les bandes sont proches, plus l'homogénéisation du soluté ségréger sera rapide, et plus la différence de germination de la ferrite entre les zones pauvres et riches en Mn sera faible (Rivera-Díaz-Del-Castillo et al. 2004). Une différence de taux de germination de la ferrite inférieure à 6% prévient l'apparition des structures en bandes (Figure I-15).



*Figure I-12 : Illustration de la formation de la structure en bandes (Thompson & Howell 1992)*

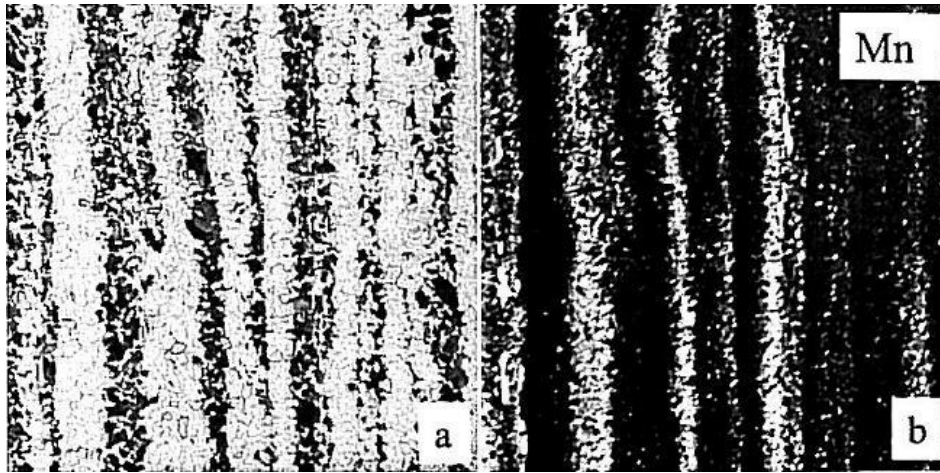


Figure I-13 : a) Micrographie optique ; et b) cartographie chimique en manganèse de la même surface (Offerman et al. 2002)

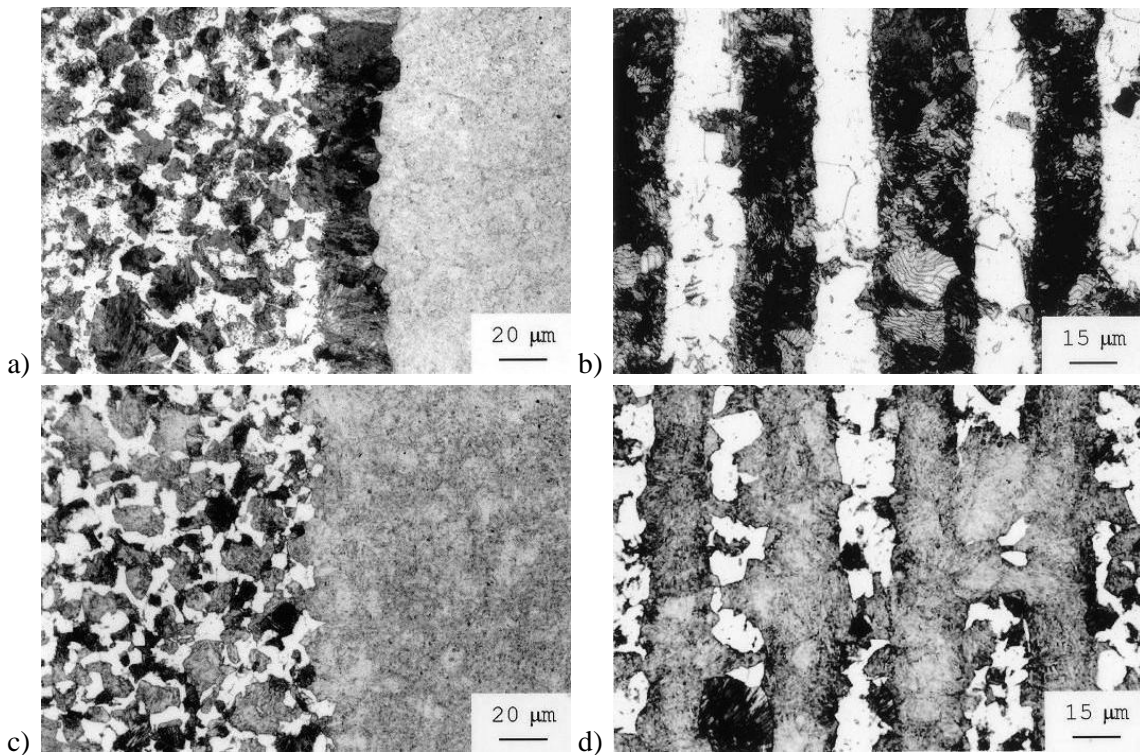


Figure I-14 : Microstructures obtenues après une trempe à 660°C pour des matériaux modèles avec des distances inter-bandes de a) et c) 160 μm, et b) et d) 20 μm, obtenus à des vitesses de refroidissement depuis le domaine austénitique respectives de 6 et 60°C/min (Majka et al. 2002)

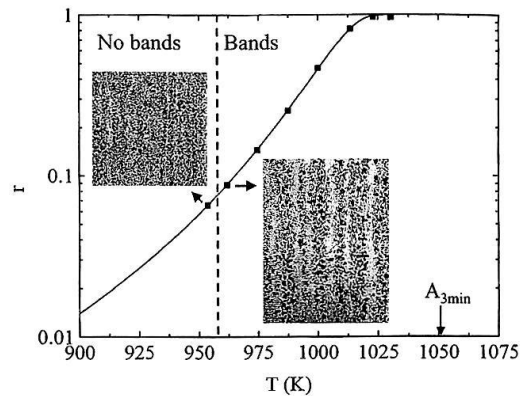


Figure I-15 : différence relative de taux de germination de la ferrite  $r$  entre les zones riches et les zones pauvres en Mn (Rivera-Díaz-Del-Castillo et al. 2004)

### I.4.3. Paramètres influençant la formation des bandes

#### I.4.3.1. La vitesse de refroidissement

La structure en bandes apparaît après un refroidissement relativement lent depuis le domaine austénitique (Thompson & Howell 1992). Une étude de référence réalisée par Samuels est reprise partiellement en Figure I-16 (Samuels 1980). Après un revenu intercritique d'une heure à 850°C suivi d'un refroidissement à 5°C/min jusqu'à la température ambiante, la structure en bandes est très prononcée (Figure I-16a). A une vitesse de 25°C/min, de gros îlots cassent les bandes (Figure I-16b). A 50°C/min, la structure en bande a disparu (Figure I-16c). Lorsque ce dernier matériau subit un nouveau revenu d'une heure à 850°C suivi d'un refroidissement à 5°C/min jusqu'à la température ambiante, les bandes réapparaissent.

On note que l'auteur ne compare pas les microstructures à même taux de phase et que le refroidissement à 50°C/min fait apparaître une microstructure 100% martensitique alors que les autres microstructures sont ferrito-perlitiques.

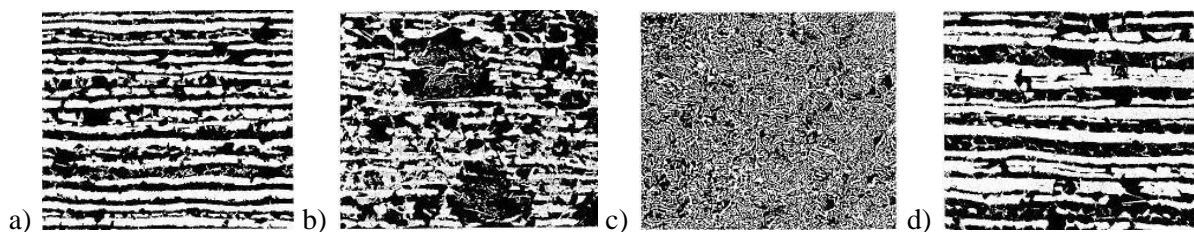


Figure I-16 : micrographie obtenues après un revenu intercritique à 850°C d'une heure suivi d'un refroidissement à a) 5°C/min, b) 25°C/min, c) 50°C/min, et d) 50°C/min suivi d'un second revenu intercritique à 850°C (pour cet échantillon seulement) et refroidi à 5°C jusqu'à la température ambiante (Samuels 1980)

La vitesse de refroidissement critique pour supprimer la structure en bandes dépend de la nuance et de l'histoire thermo-mécanique du matériau. Quelques études déterminent la valeur critique de la vitesse de refroidissement au-delà de laquelle il n'y a plus de bandes dans la microstructure. Pour une nuance contenant 0.12% de C et 1.5%Mn, avec une distance entre bandes riches en Mn de 100µm, Eckert et al. trouvent, en fonction de la taille de grain austénitique, une vitesse critique comprise entre

60°C/min et 300°C/min. Avec une nuance proche et une distance inter-ségrégations de 60 µm, Thompson et Howell n'observent plus de bandes à une vitesse de refroidissement de 300°C/min. Grossterlinden et al., lors d'un refroidissement à 180°C/min, suppriment les bandes d'un matériau contenant 0.06% de carbone et 1.15% de manganèse, et une distances inter-ségrégations de 35µm.

D'une manière générale les vitesses critiques de refroidissement trouvées des principales études, sont comprises entre 20 et 300°C/min. Comme pour l'étude de Samuels, les microstructures comparées ne présentent ni les mêmes phases ni les mêmes taux de phases. La présence ou non de bandes paraît être jugée d'une manière relativement subjective. Certains auteurs notent l'absence d'outils simples pour caractériser les microstructures en bande (Offerman et al. 2002)

Kirkaldy et al. proposent une expression pour calculer la vitesse minimale,  $\dot{T}$ , nécessaire à l'élimination des bandes :  $\dot{T} > 5D\Delta T/\omega^2$ , avec  $\Delta T$  la différence entre Ar3 dans les zones riches et Ar3 dans les zones pauvres en manganèse,  $D$  le coefficient de diffusion, et  $\omega$  la distance inter-ségrégations (Kirkaldy et al. 1962).

Samuels suggère que la présence de ferrite aciculaire va réduire l'intensité des bandes à forte vitesse de refroidissement. En effet, sur la Figure I-16b, certains gros îlots martensitique présentent de la ferrite aciculaire. Pour une nuance contenant 0.2% de C et 1.01% de Mn présentant après un refroidissement lent une microstructure en bandes, Verhoeven explique (sans l'illustrer) qu'après un refroidissement rapide il obtient une microstructure composée de ferrite aciculaire et de bainite. Le ratio des deux structures est respectivement de 70/30 dans le centre de l'échantillon et 30/70 sur le bord de l'échantillon. Il note la disparition de la structure en bandes et l'explique par le changement de morphologie de la ferrite. Ces descriptions s'approchent des observations de Samuels (Figure I-8) et peuvent s'expliquer par une différence de concentration en carbone dans l'épaisseur de l'échantillon (décarburation). Dans tous les cas, l'effet de la ferrite aciculaire dans la réduction des bandes reste à affiner.

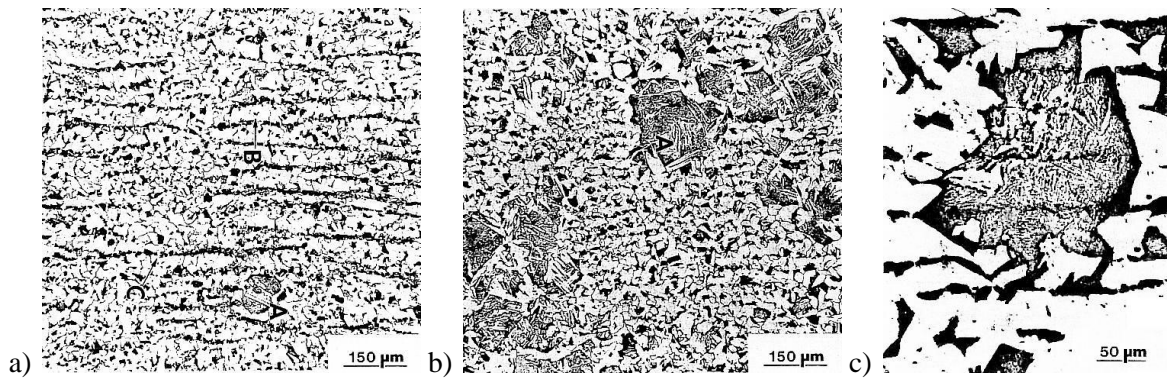
#### *1.4.3.2. La taille de grain austénitique*

Thompson et Howell, sur une nuance composée de 0.15% de C et 1.5 de Mn et une distance inter-ségrégations de 60 µm, étudient deux tailles de grains austénitiques ; l'une fine (~17 µm) obtenue après 5 minutes à 900°C, l'autre plus grossière (supérieure à 100 µm) après 30 minutes à 900°C (Thompson & Howell 1992). Dans les deux cas, ils notent que si le refroidissement jusqu'à la température ambiante est lent (6°C/min), la même structure en bandes très fortement marquée est obtenue. Les images a et b de la Figure I-17, reprennent leurs résultats obtenus dans les mêmes conditions d'austénitisation mais une vitesse de refroidissement rapide (60°C/min). La différence principale entre les deux microstructures est la présence de grosses colonies de perlites de forme irrégulière, à travers lesquelles on devine les ségrégations et de la ferrite aciculaire (Figure I-17c). Ils associent la réduction de l'intensité des bandes à la présence de ces colonies.

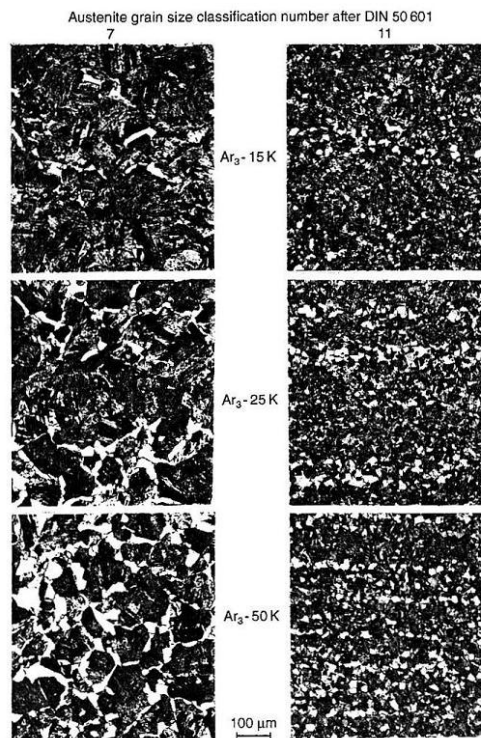
Les études de Thompson et Howell et de Samuels concluent qu'il n'y a plus de bandes dans la microstructure lorsque la taille de grain austénitique est supérieure à 2-3 fois la distance inter-bandes ségréguées (Samuels 1980; Thompson & Howell 1992). Dans ce cas, l'influence des joints de grains comme sites préférentiels de germination domine celle des ségrégations chimiques. Cette remarque est illustrée par Grossterlinden et al. sur une nuance contenant 0.10% de C et 1.40 de Mn (Grossterlinden et al. 1992). Ils montrent que lorsque la taille de grain austénitique est supérieure à l'espace inter-bandes (Figure I-18-gauche), la ferrite germe aux joints de grains austénitiques dans les régions pauvres en Mn. Le germe ne va pas croître le long des bandes pauvres en Mn mais transversalement le long des joints de grains austénitiques. Si la taille de grain austénitique est faible

par rapport à la distance de ségrégations, la ferrite va germer seulement aux joints de grains austénitiques dans les zones pauvres en Mn. La proximité et de la densité de ces germes vont permettre la formation des bandes de ferrite. Une densité de sites de germination faible peut donc prévenir la formation des bandes.

D'une manière générale, les tailles de grains austénitiques nécessaires pour supprimer les structures en bandes paraissent difficiles à obtenir dans des conditions industrielles, et l'hypothèse qu'une taille de grain austénitique suffisante permet de supprimer les bandes reste à confirmer.



**Figure I-17 : Microstructures obtenues après une austénitisation à 900°C pendant a) 5 minutes, et b) 30 minutes, suivi d'un refroidissement à 60°C/min jusqu'à la température ambiante, c) zoom d'une colonie de perlite (Thompson & Howell 1992)**



**Figure I-18 : Microstructures obtenues après traitement à différentes températures sous Ar3 pour à gauche une grosse (G=7) et à droite une petite taille de grain austénitique (G=11) (Grossterlinden et al. 1992)**



## **I.5. Propriétés mécaniques en fonction des paramètres microstructuraux**

Les propriétés mécaniques des aciers dépendent de leurs microstructures. Dans les aciers ferrito-martensitique, la transformation de l'austénite en martensite introduit une haute densité de dislocations mobiles, dans la ferrite, à l'interface des deux phases (Korzekwa et al. 1984). Cette forte densité de dislocations couplée aux contraintes résiduelles dans les ilots martensitiques créent un effet composite défini par une courbe de traction sans palier et un coefficient d'écroutissage élevé (Vander Voort 1984; Biauxser & Choquet 1996). Dans cette partie, nous allons présenter l'évolution des principales caractéristiques mécaniques en fonction des paramètres microstructuraux (taux de phases, taille de grain, morphologie et topologie).

### **I.5.1. Taux de martensite**

L'apport de la martensite, phase dure incluse dans une matrice ferritique déformable, sur les propriétés des aciers structuraux a été mis en évidence par Davies (Davies 1978b). Au cours de cette étude, différentes structures ferrito-martensitiques ont été produites par le revenu intercritique d'une nuance HSLA (High Strength low alloy, acier micro-allié). A résistance mécanique constante, les structures ferrito-martensitiques présentent une limite d'élasticité à 0.2% de déformation plus basse et une ductilité plus importante que les HSLA.

Le rôle du taux de martensite sur les propriétés mécaniques des DP a aussi été mis en évidence : la résistance mécanique ( $R_m$ ) et la limite d'élasticité ( $R_p$ ) augmentent avec la fraction de phase martensitique (Figure I-19a) alors que la ductilité diminue (Figure I-19b) (Davies 1978a). Ces observations ont été réalisées dans de nombreuses études (Speich & Warlimont 1968; S. Sun & Pugh 2002; Erdogan & Tekeli 2002; Zhang et al. 2004; N. J. Kim & Thomas 1981; Marder 1982; Nakagawa & Thomas 1985).

Davies ainsi que Sun et Pugh suggèrent que le comportement mécanique des DP est indépendant de la composition chimique et de la dureté de la martensite (notamment de son taux de carbone) et dépend seulement de la taille de grain ferritique et du taux de phase martensitique (Davies 1978a; S. Sun & Pugh 2002). Cependant, Shen et al. ainsi que Bag et al. montrent qu'au-delà d'un certain taux de martensite, situé entre 30 et 50% selon les compositions chimiques,  $R_m$  et  $R_p$  diminuent (Shen et al. 1986; Bag et al. 1999). Cet adoucissement est attribué au fait qu'à chimie constante, le taux de carbone diminue dans la martensite lorsque sa fraction augmente. Ceci prouve l'impact de la dureté de la martensite sur le comportement global des aciers Dual Phase, et contredit l'hypothèse de Davies et, Sun et Pugh.

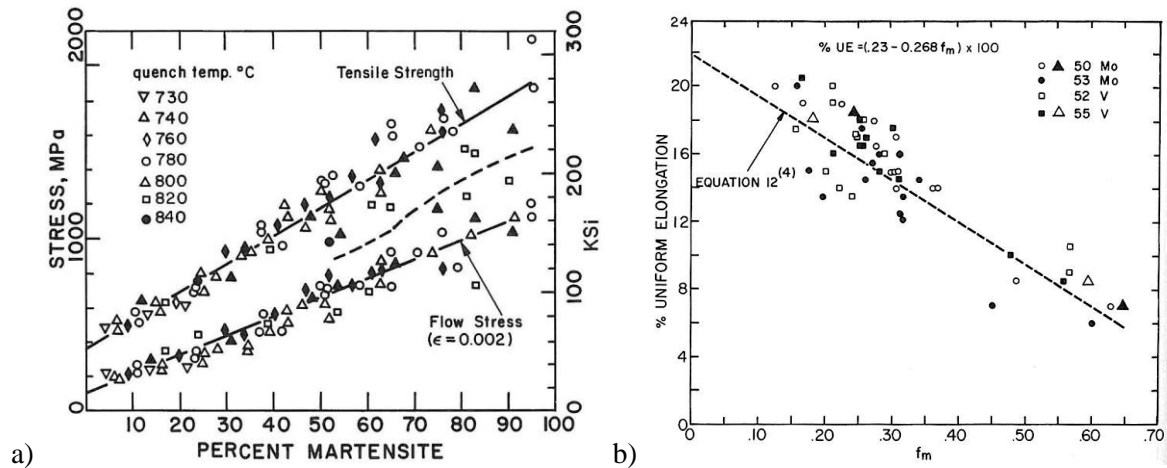


Figure I-19 : a) Evolution de  $R_m$  et de la limite élastique à 0.2% de déformation en fonction du taux de martensite ; et b) Evolution de la ductilité en fonction du taux de martensite (Davies 1978a)

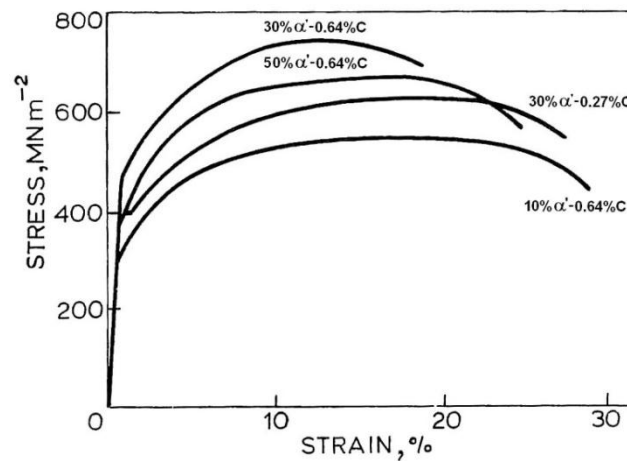


Figure I-20 : Courbes de traction mesurées pour différents taux de martensite et concentration de carbone dans la martensite (Shen et al. 1986)

## I.5.2. Morphologie et taille de la martensite

Delincé et al. comparent trois types de microstructures de DP composées de grains gros (CG), grains fins (FG), et de grains très fins (VFG) (Delincé et al. 2007). Les microstructures correspondantes sont montrées en Figure I-21a, le taux de martensite sont respectivement de 22, 26 et 34%. Les courbes de traction mesurées sur ces matériaux sont reprises en Figure I-21b. Les auteurs montrent que  $R_m$  augmente et l'allongement diminue avec la réduction de la taille de grain et l'augmentation de la fraction de martensite. Néanmoins, ces résultats ne permettent pas de dégager l'effet de la taille de grain de celui du taux de martensite.

Kim et Thomas obtiennent des résultats différents (N. J. Kim & Thomas 1981). Ils comparent les propriétés de trois types de microstructures composées de fibres fines, grains fins et gros grains (Figure I-22a). A même taux de martensite, ils montrent que plus la microstructure est grossière, plus  $R_p$  et  $R_m$  augmentent et plus la ductilité baisse (Figure I-22b).

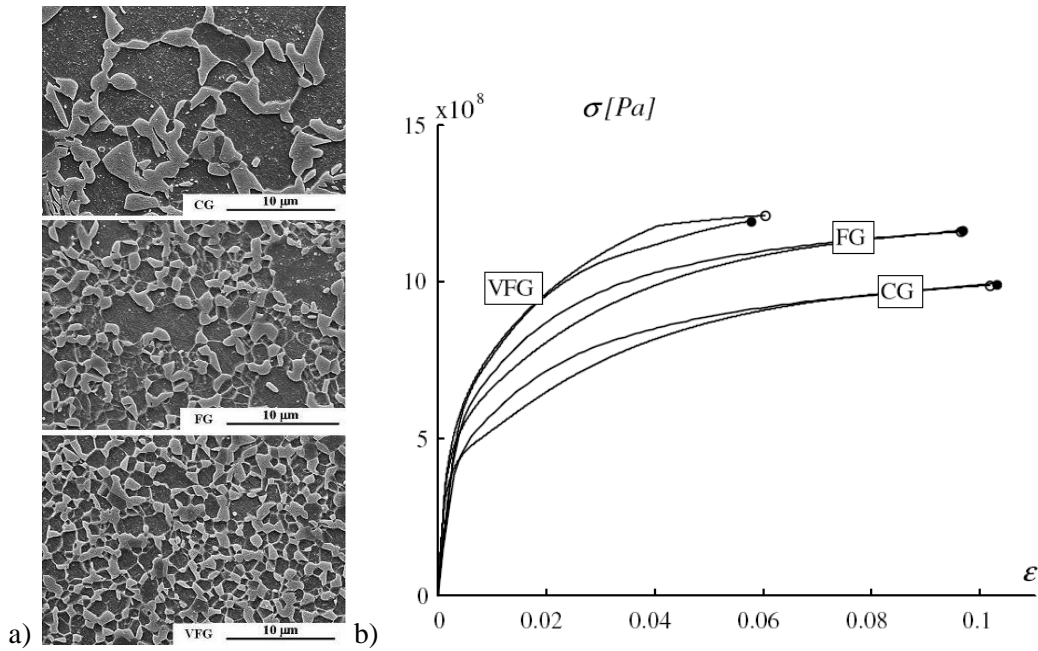


Figure I-21 : a) Différentes microstructures composées de gros grains (CG), grains fins (FG) et de grains très fins (VFG) ; et b) courbes de traction respectives (Delincé et al. 2007)

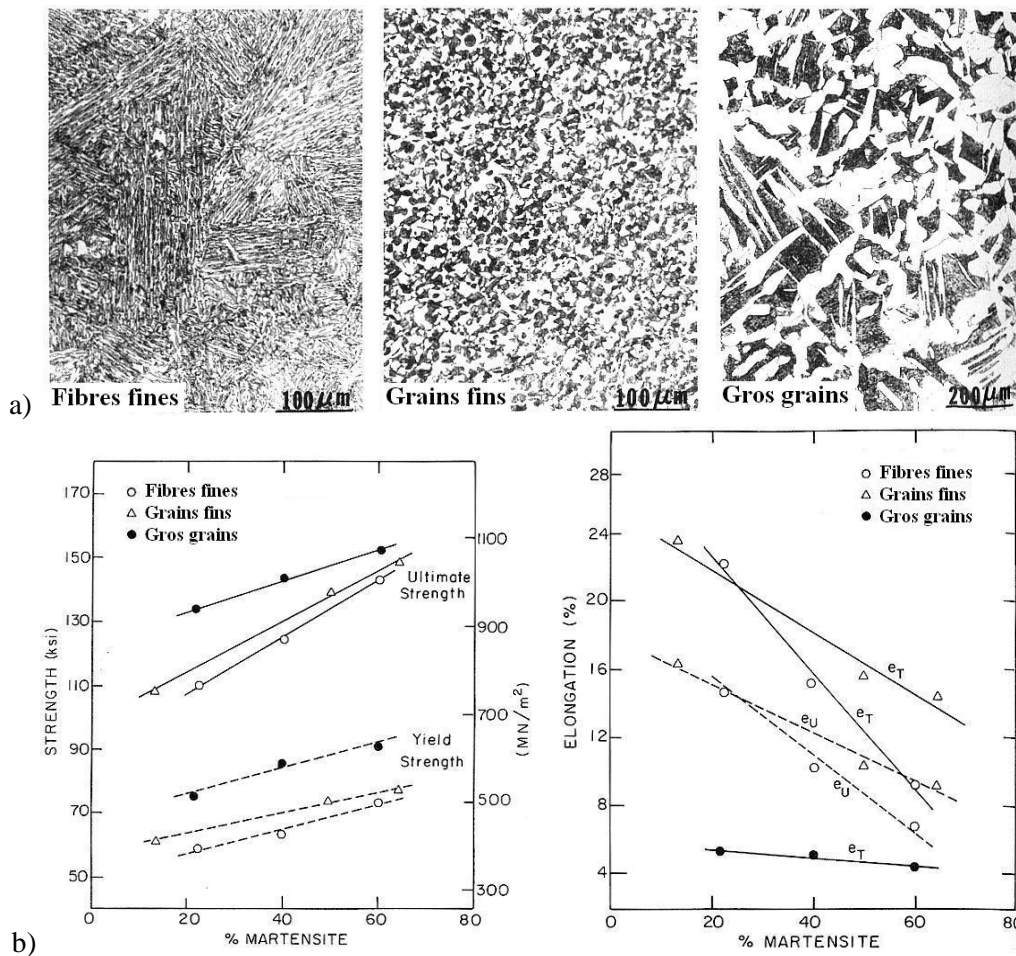
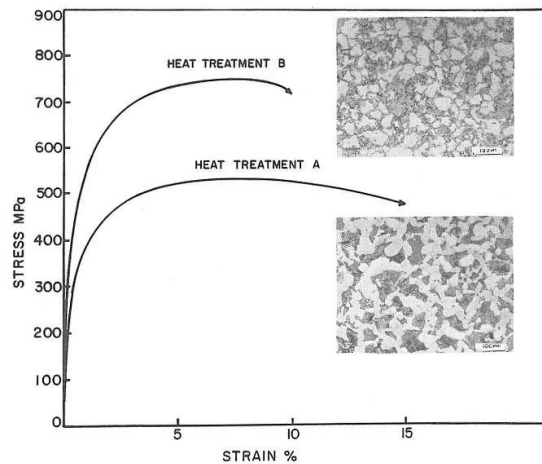


Figure I-22 : a) Micrographies composées de fibres fines, grains fins et gros grains ; b) évolution de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'élongation pour chacune des microstructures en fonction du taux de martensite (N. J. Kim & Thomas 1981)

Suzuky et McEvily ont montré, qu'à même taux de martensite, un réseau continu de martensite comparé à un réseau continu de ferrite accroît  $R_m$  mais décroît la ductilité (Figure I-23) (Suzuki & Mcevely 1979). Sarwar et al. considèrent qu'un réseau interconnecté de martensitique améliore la surface de contact et le transfert des contraintes entre la ferrite et la martensite, et donc les propriétés mécaniques du matériau (Sarwar et al. 2007).



**Figure I-23 :** Courbes de traction de matériaux obtenus après des traitements permettant l'obtention d'un réseau continu de ferrite (traitement A) et de martensite (traitement B) (Suzuki & Mcevely 1979)

### I.5.3. Structures en bandes

Plusieurs études ont porté sur l'influence des structures en bandes dans les aciers ferrito-perlitiques (Grange 1971; Grossterlinden et al. 1992; Sakir Bor 1991; Spitzig 1983; Heiser & Hertzberg 1971). Généralement, les bandes n'ont que peu d'influence sur l'anisotropie de résistances mécanique. Elles créent une anisotropie sur la réduction de section et la résilience du matériau. Ces résultats sont à nuancer car l'effet des inclusions (précipités MnS) est rarement pris en compte. L'étude de Spitzig montre que la diminution de l'anisotropie est uniquement due à la modification de la forme des inclusions allongées qui deviennent globulaires après le traitement thermique nécessaire pour supprimer les bandes.

Dans les DP, l'effet de la topologie de la martensite a aussi été étudié. Sun et Pugh ont notamment montré que lorsque la martensite tend à former des fibres (ou des bandes),  $R_m$ , dans le sens du laminage, augmentait de manière significative avec l'augmentation de la structure en bande (S. Sun & Pugh 2002) (Figure I-24a). A l'inverse, la ductilité a tendance à baisser (Figure I-24b). Ces auteurs considèrent qu'une microstructure présentant des bandes courtes est un bon compromis entre résistance et ductilité. Mazinani et Poole ont confirmé cette tendance et ont montré que l'organisation en bandes favorisait la plasticité de la martensite lors des essais de traction réalisés dans le sens du laminage (Mazinani & Poole 2007). Cai et al. suggèrent qu'un meilleur transfert des contraintes est obtenu sur des microstructures en fibre (X. L. Cai et al. 1985). Sur des très grosses structures en bande (300  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et plus de 10 mm de longueur), Stauffer et al. montrent que l'allongement total passe d'une valeur comprise entre 7 et 24% pour une traction dans la direction perpendiculaire aux bandes à 47% dans le sens des bandes (Stauffer et al. 2004). Sur des microstructures plus fines, l'anisotropie en fonction de la direction de sollicitation est moins marquée et décroît avec le taux de

martensite (Ahmad et al. 2009; Ahmad et al. 2006; Anijdan & Vahdani 2005; Sarwar & Priestner 1996). Pour une nuance contenant 35% de martensite, la résistance mécanique est de 904 Mpa longitudinalement et 818 Mpa transversalement ; de la même manière, l'allongement total passe de 8% à 6.8%.

Ces améliorations des propriétés mécaniques des DP par la formation de structures en bandes sont toutefois à nuancer. Dans une première étude, Sarwar et Priestner, montrent l'intérêt des structures en bandes dans l'amélioration des propriétés mécaniques (Sarwar & Priestner 1996). Quelques années plus tard, Sarwar et al. expliquent que ces structures ont des propriétés mécaniques trop anisotropes et qu'elles ne sont pas utilisables pour des applications pratiques (Sarwar et al. 2007).

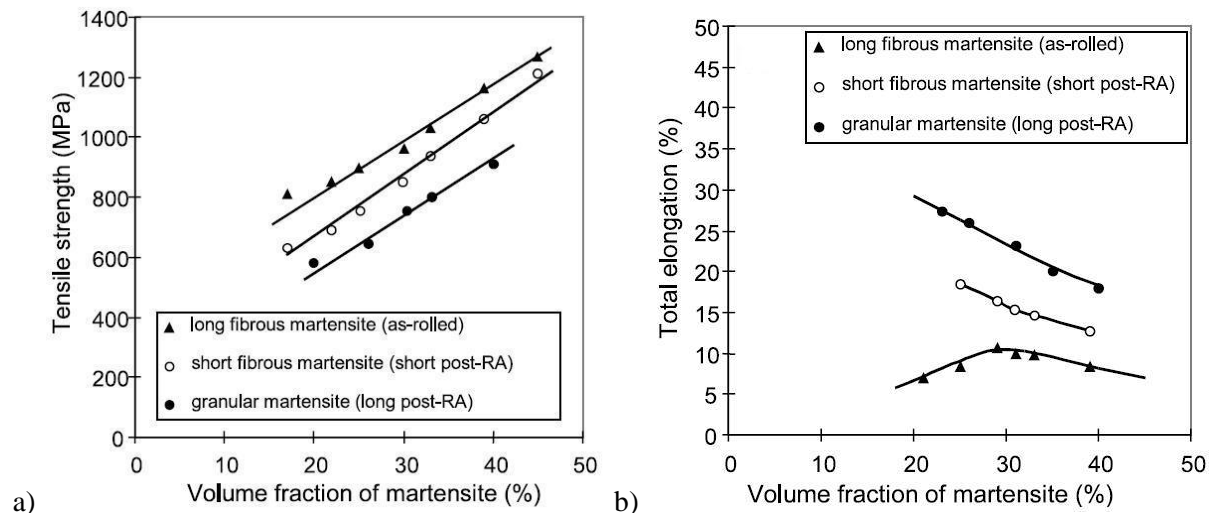


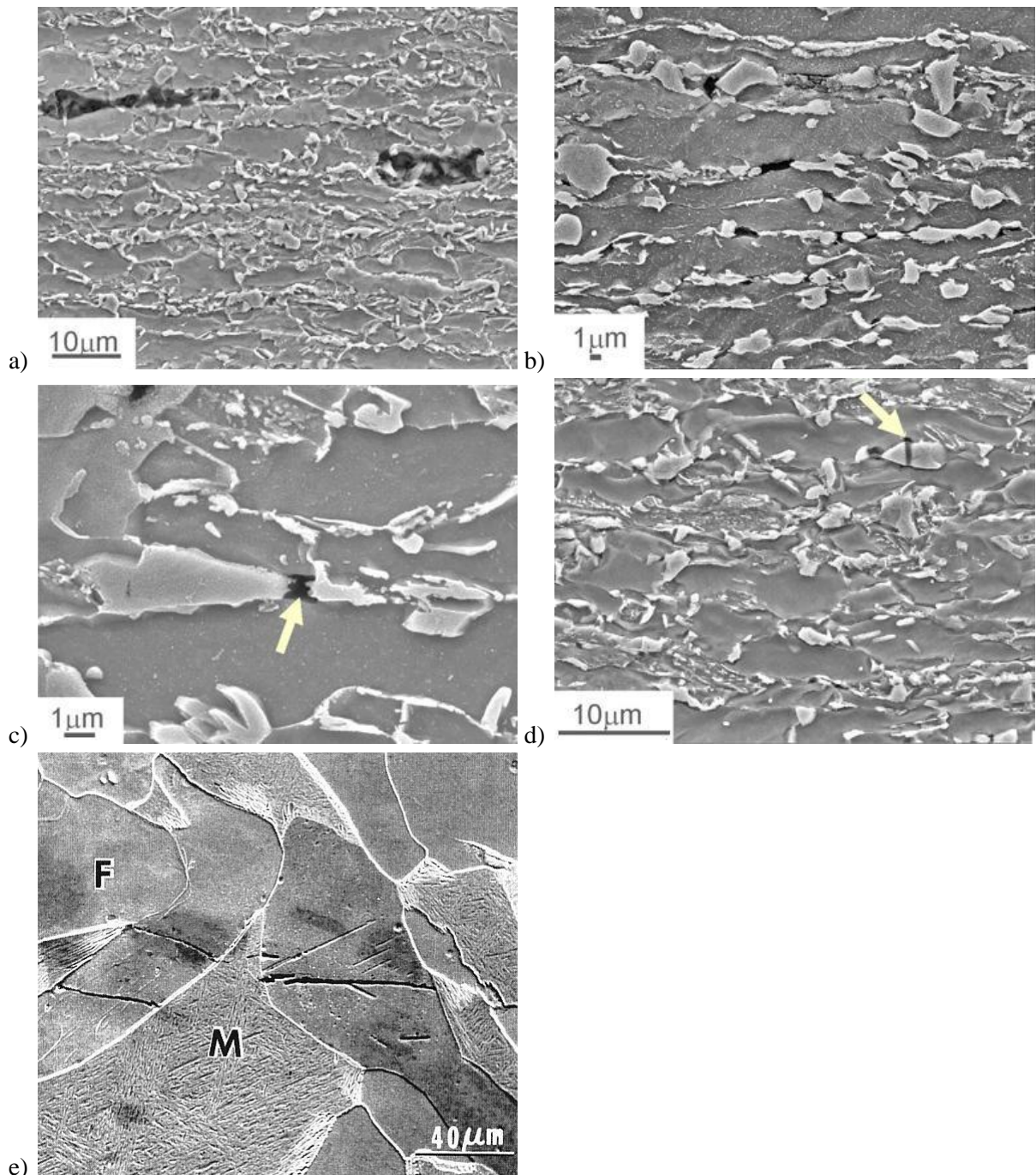
Figure I-24 : a) résistance mécanique ; et b) allongement à rupture en fonction du taux de martensite pour de la martensite granulaire, composée de fines et de longues fibres (S. Sun & Pugh 2002)

## I.6. Endommagement en fonction des paramètres microstructuraux

L'endommagement désigne l'ensemble des phénomènes liés aux cavités : amorçage, croissance et coalescence (Montheillet & Moussy 1988; Montheillet & Briottet 1998). La germination de microcavités dans les aciers Dual-Phase peut être associée à des inclusions non métalliques (R. K. Ray 1984; Nakagawa & Thomas 1985) et/ou aux îlots de martensite (Sarwar & Priestner 1996; Steinbrunner et al. 1988).

### I.6.1. Différents modes d'endommagement

Avramovic-Cingara et al. listent les différents modes d'endommagement dans les DP (Avramovic-Cingara et al. 2009). L'endommagement peut être lié à la présence d'inclusions (Figure I-25a), à la décohésion de l'interface ferrite/martensite (Figure I-25b), à la séparation de particules de martensite adjacentes (Figure I-25c), ou au clivage de particules de martensite (Figure I-25d). Kim et Thomas montrent que la rupture peut aussi être provoquée par le clivage de la matrice ferritique (Figure I-25e) (N. J. Kim & Thomas 1981). Steinbrunner et al. expliquent que la germination de cavités est principalement liée aux modes d'endommagement des particules de martensite (Steinbrunner et al. 1988). Aussi, la suite de cette revue bibliographique ne porte que sur ces phénomènes.

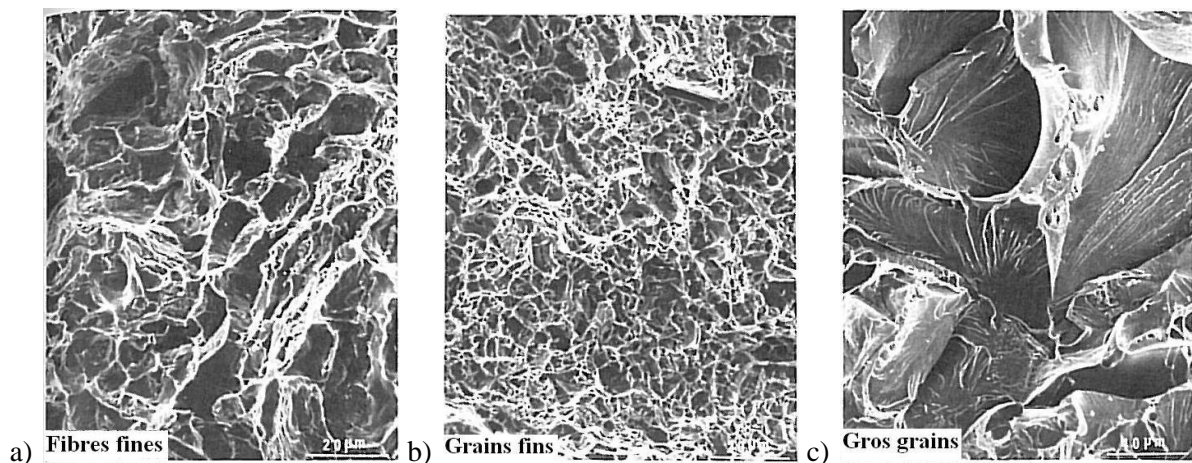


**Figure I-25 : Différents modes d'endommagement dans les DP : a) en présence d'inclusions ; b) décohesion à l'interface ferrite/martensite ; c) séparation de particules adjacentes ; d) clivage de particule martensitique (Avramovic-Cingara et al. 2009) ; et e) clivage de la matrice ferritique (N. J. Kim & Thomas 1981)**

### **I.6.2. Endommagement en lien avec les paramètres microstructuraux**

Plusieurs études montrent que le taux de martensite influence la ductilité (Bag et al. 1999; Ahmad et al. 2000). Plus le taux de martensite augmente plus le matériau tend vers un comportement fragile. Dans leur étude, Kim et Thomas étudient les mécanismes de formation des microcavités en fonction de la taille de grain. Ils expliquent qu'à forte taille de grain, la rupture est due au clivage et à la propagation des fissures dans la matrice ferritique (N. J. Kim & Thomas 1981). Dans ce cas, ils

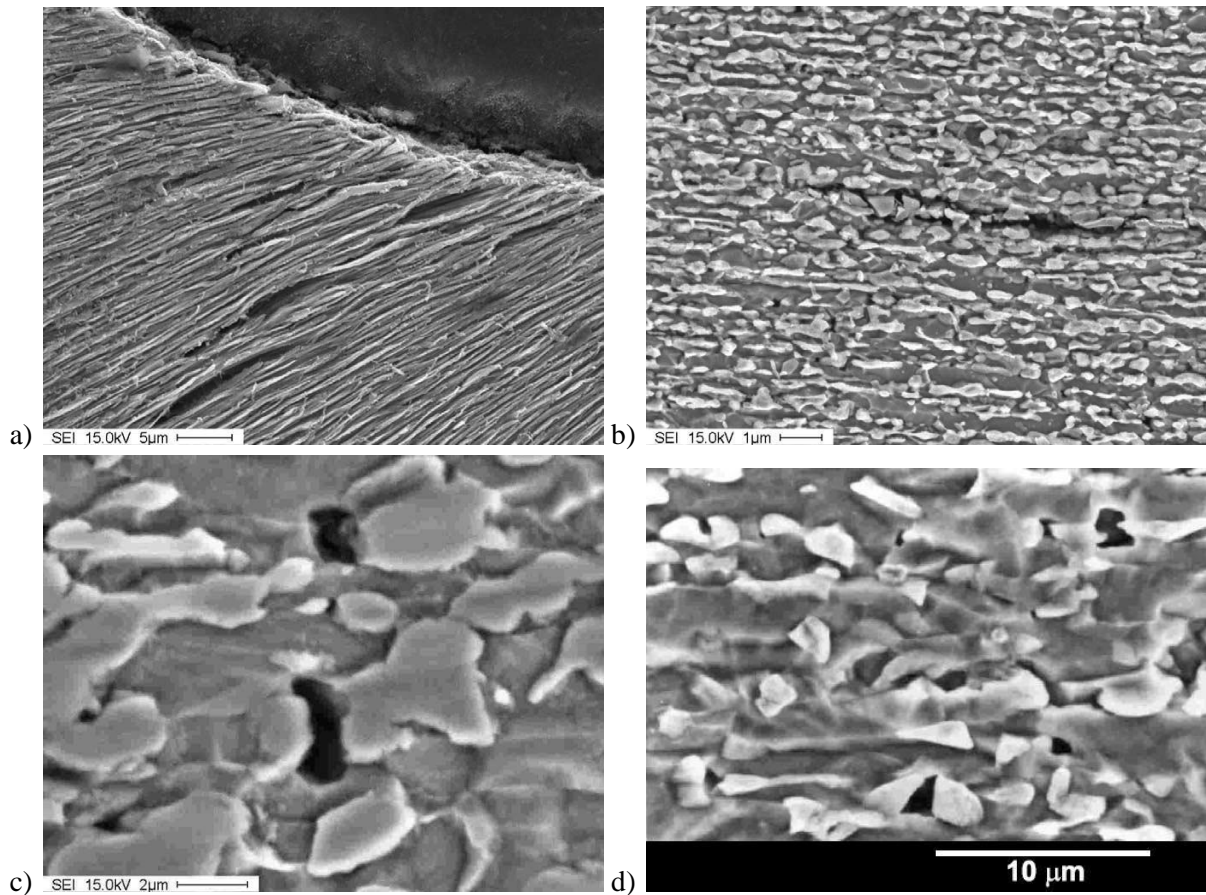
montrent que la déformation plastique de la ferrite commence alors que la martensite est toujours élastique. La déformation plastique et la localisation des contraintes dans la ferrite amènent à la rupture par clivage de la structure (fractographie illustrée en Figure I-26c). Ce type de rupture est caractéristique d'un matériau fragile. A petite taille de grain, les mécanismes d'endommagement changent. Les cavités se forment alors par décohérence à l'interface, clivage de particules martensitiques et séparation de particules adjacentes. Les fractographies alors obtenues sont caractéristiques de ruptures ductiles (Figure I-26a, pour une microstructure composée de fibres fines ; Figure I-26b, pour des grains fins). Erdogan et Tekeli observent que la rupture de la martensite est moins fréquente et les cavités sont plus petites lorsque la microstructure s'affine (Erdogan & Tekeli 2002).



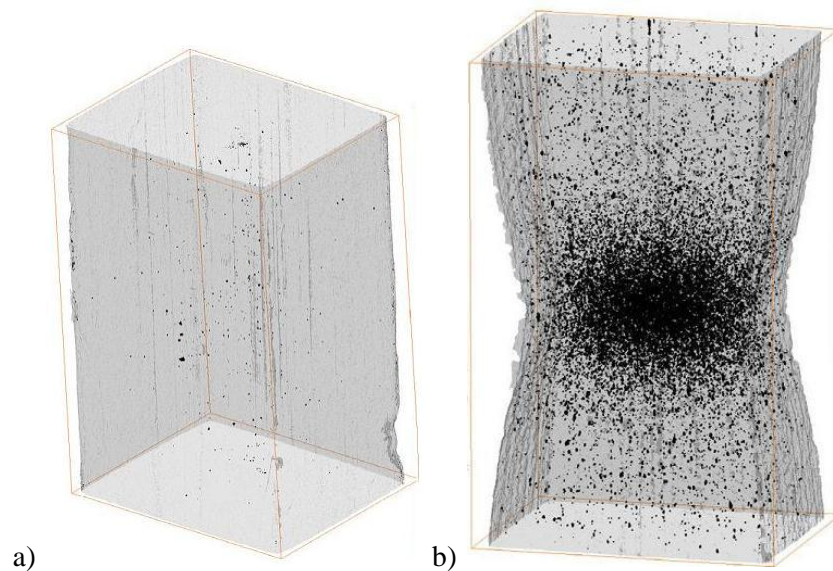
**Figure I-26 : Fractographies obtenues sur des DP composés de a) fibres fines ; b) grains fins ; et c) gros grains (N. J. Kim & Thomas 1981)**

Erdogan et Tekeli montrent que les particules de martensite interconnectées le long des joints de grain ferritiques s'endommagent plus facilement (Erdogan & Tekeli 2002). Lorsque la microstructure tend à former des bandes (après laminage), Sun et Pugh identifient les mécanismes d'endommagement en fonction de la structure en bandes. Lorsque la microstructure présente des bandes très longues, la rupture s'initie dans les bandes de martensite car elles sont plus fragiles que la matrice ferritique (Figure I-27a). Ceci explique que ce matériau présente un  $R_m$  élevé mais une faible ductilité (Figure I-24a-b). Lorsque la martensite forme de courtes bandes, les cavités se développent aux interfaces ferrite/martensite aux extrémités de ces bandes, et par séparation de particules martensitiques adjacentes (Figure I-27b). Les auteurs expliquent que le transfert de contrainte entre la matrice et les bandes favorisent un niveau de résistance mécanique élevé. Pour une structure granulaire, les cavités germent aux interfaces ferrite/martensite et par clivage de la martensite. Puis, ils croissent autour des îlots martensitiques dans la matrice ferritique (Figure I-27c-d).

Notons que Maire et al. utilisent la tomographie X pour caractériser et quantifier la formation et l'évolution des cavités (Figure I-28a-b). Cette technique ne permet pas de visualiser les microstructures de DP (contraste insuffisant pour différencier les phases), mais permet l'accès à des informations importantes, pour caractériser l'endommagement, comme le niveau des contraintes locales ou de triaxialité des contraintes.



**Figure I-27 : Micrographies acquises proches des surfaces de rupture de microstructures composées a) de bandes longues ; b) de bandes courtes ; et c-d) de grains équiaxes (S. Sun & Pugh 2002)**



**Figure I-28 : Représentation des cavités à l'intérieur d'un échantillon a) avant ; et b) après déformation (Maire et al. 2008)**



## I.7. Conclusion

Même si les structures en bande sont connues depuis longtemps, il reste encore des zones d'ombre notamment par rapport à la compréhension de leur formation et à la maîtrise de leur intensité. La forte diversité de composition chimique, de traitement thermo-mécanique, de caractéristique de la ségrégation chimique... rend la comparaison des résultats de chacune des études délicate. Les mécanismes de formation des bandes doivent être expliqués de façon plus rigoureuse en fonction des différents paramètres microstructuraux et des traitements thermo-mécaniques.

Les aciers Dual-Phase présentent d'excellentes propriétés mécaniques. Différents compromis entre la résistance mécanique et la ductilité peuvent être obtenus en fonction du taux de martensite, ainsi que de la morphologie et de la topologie des phases. D'une manière générale, les meilleures propriétés sont trouvées lorsque les microstructures sont fines. La dispersion des îlots de martensite joue un rôle primordial. L'influence des structures en bandes est ambiguë. Une structure fortement en bandes présente une anisotropie importante néfaste à l'emboutissabilité des tôles. Une structure équiaxe a une résistance mécanique relativement faible par rapport à des structures en bandes. Une microstructure composée de courtes fibres martensitiques présente un bon compromis résistance mécanique / ductilité. Cependant, il n'y a pas de critère pour définir une structure composée de courtes fibres. En effet, peu d'études évaluent l'intensité des bandes. Les liens complexes qui existent entre les propriétés microstructurales, les propriétés mécaniques et les propriétés d'endommagement montrent que des outils performants doivent être développés pour caractériser et comparer les microstructures de manière quantitative.



---

## **Chapitre II**

### **Matériaux et méthodes expérimentales**

---



## II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les principales caractéristiques de notre matériau :

- états initial et laminé
- principales températures de transformation
- estimation, influence et traitement thermique de réduction des ségrégations chimiques.

Puis nous détaillons les procédures expérimentales pour obtenir et caractériser des aciers Dual Phase en deux et trois dimensions.

## II.2. Matériau étudié

### II.2.1. Composition chimique et principales caractéristiques

Dans cette partie, nous allons présenter les principales caractéristiques du matériau réceptionné. Nous allons estimer les ségrégations chimiques dues à la solidification dendritique, ainsi que leurs influences sur les principaux points de transformation.

#### II.2.1.1. Matériau réceptionné

Le matériau réceptionné pour l'étude a été obtenu par laminage à chaud et se présente sous la forme d'une plaque de 15 cm de largeur, 50 cm de longueur et 3 mm d'épaisseur. La composition chimique moyenne du matériau est donnée dans le Tableau II-1 (données ARCELORMITTAL).

C	Mn	Si	P	S
0.15	1.48	0.013	0.01	27ppm

*Tableau II-1: Composition chimique de l'acier (%en masse)*

Le diagramme d'équilibre pseudo-binaire fer-carbone à 1.5% de manganèse (Figure II-1) a été calculé avec le logiciel Thermocalc (version TC4, base de données Fe-data). Le Mn étant un élément gammagène (Durand-Charre 2003), les domaines  $\gamma$  et  $\alpha + \gamma$  sont stables à plus basse température que dans le diagramme Fe-C. Le palier eutectoïde fait place à un domaine triphasé  $\alpha + \gamma + \text{Fe}_3\text{C}$ . Pour notre nuance, on peut estimer sur ce diagramme les valeurs de Ae3 à environ 810°C et de Ae1 à 675°C.

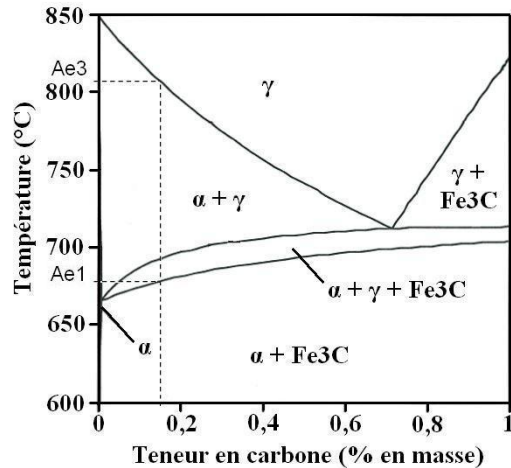


Figure II-1 : Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-C à 1,5% de Mn

La microstructure du matériau réceptionné est constituée de bandes de ferrite (phase claire sur la Figure II-2a) et de bandes de perlite (phase foncée). On observe les échantillons au centre, dans le plan (DL ; DN), avec DL la direction de laminage, DN la direction normale, et DT la direction transverse. La distance moyenne inter-bande perlitique est d'environ 15  $\mu\text{m}$ . Les grains ferritiques sont équiaxes et de diamètre moyen cette distance inter-bande. Les grains perlitiques sont plus allongés et plus petits (inférieurs à 10  $\mu\text{m}$ ). Après 60% de laminage à froid, dans la même direction que le laminage à chaud, sur un laminoir de laboratoire motorisé Carl Wezel BV100, l'épaisseur est de 1,2 mm (épaisseur proche de la nuance industrielle). La micrographie du matériau initial laminé à froid (Figure II-2b) montre des grains de ferrite allongés et moins réguliers. Les bandes sont plus fines et plus ondulées. La microstructure s'est affinée.

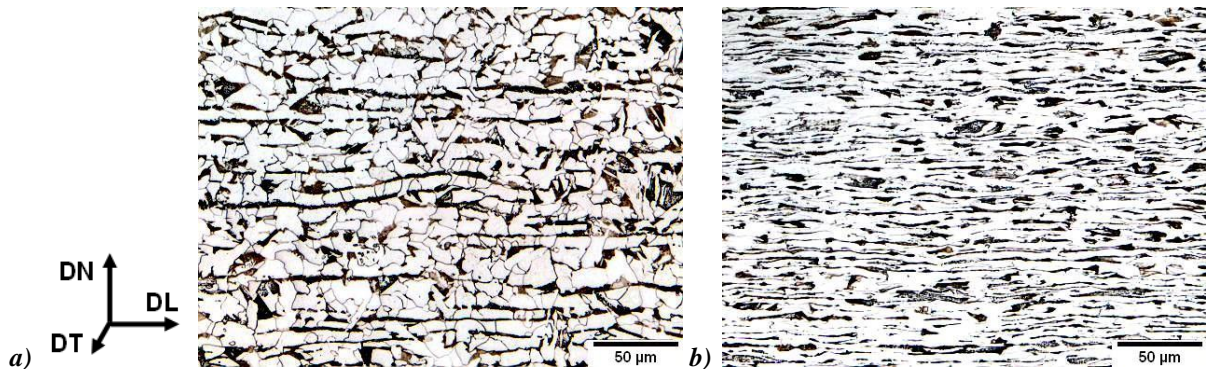


Figure II-2 : Micrographie du matériau initial a) réceptionné, b) après laminé à froid

### II.2.1.2. Estimation de la ségrégation chimique

Les bandes ferrito-perlitiques présentées précédemment sont la trace de ségrégations chimiques dues à la solidification dendritique associée à la coulée continue. En supposant qu'il n'y pas de diffusion dans le solide et que le liquide est homogène tout au long de la solidification, la concentration d'un soluté dans le solide,  $C_S$ , et dans le liquide,  $C_L$ , peut être estimée en fonction de la concentration moyenne,  $C_0$ , et de la fraction solidifiée,  $f_S$ , par l'équation de Gulliver et Scheil (Krauss 2003) :

$$C_S = kC_0(1 - f_S)^{k-1}$$

avec  $k$  le coefficient de partage calculé par :

$$k = C_S/C_L$$

$k$  a pour valeur 0.71 dans le cas du manganèse (Fisher et al. 1976). L'évolution de la concentration théorique de manganèse dans le solide est donnée en Figure II-3. On considère comme représentatives des ségrégations du matériau final, les concentrations à 0.1 et 0.9 de fraction solidifiée (Thompson & Howell 1992). Dans notre cas, la concentration théorique en manganèse attendue sera comprise entre 1.1% et 2.1%. Dans la suite, pour simplifier les calculs, nous considérerons une variation sinusoïdale de la concentration en manganèse comprise entre 1% et 2%, ce qui est sans doute une surestimation de la ségrégation réelle (voir les mesures de composition chimique du Chapitre IV.4.1), avec une périodicité de 15  $\mu\text{m}$  (distance inter-bande perlitique évaluée sur la Figure II-2a).

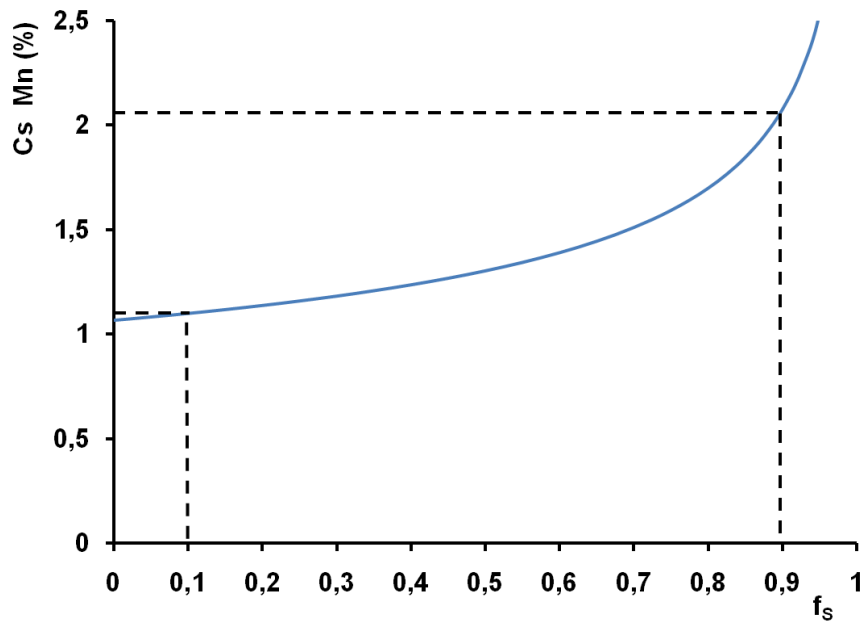


Figure II-3 : Concentration théorique de manganèse dans le solide en fonction de la fraction solidifiée

### II.2.1.3. Influence des hétérogénéités chimiques sur les principales températures de transformation

Comme vu précédemment, le manganèse est un élément gammagène. Les diagrammes d'équilibre pseudo-binaires ont été calculés avec le logiciel Thermocalc pour 1% (Figure II-4a) et 2% (Figure II-4b) de manganèse. A l'équilibre, dans les zones pauvres en manganèse (1%) l'austénitique est présente jusqu'à 695°C contre 660°C dans les zones riches (2%), la ferrite apparaît respectivement à 825°C et 790°C.

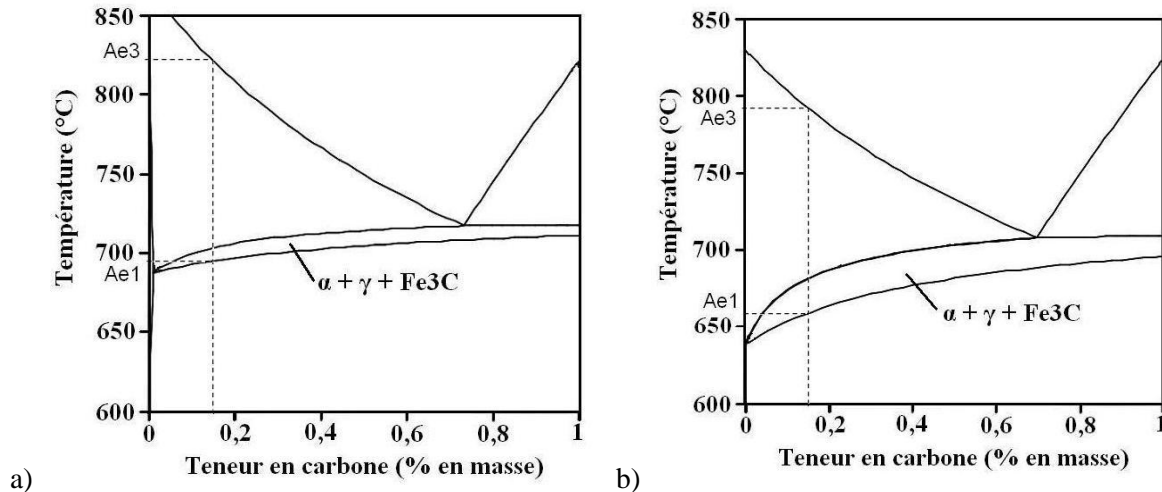


Figure II-4 : Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-C à a) 1% de Mn, b) 2% de Mn

Hors équilibre, cette différence s'accroît. Grosterlinden quantifie la diminution de Ar3 à 80°C par pourcentage de manganèse pour une vitesse de refroidissement de  $-0.6^{\circ}\text{C/s}$  (Grosterlinden et al. 1992). L'évolution de Ar3 a été calculée en fonction de la concentration en manganèse (Figure II-5) en considérant une valeur de Ar3 de 760°C à 1,5 % de manganèse. Ar3 est compris entre 800°C dans les zones pauvres en manganèse et 720°C dans les zones riches.

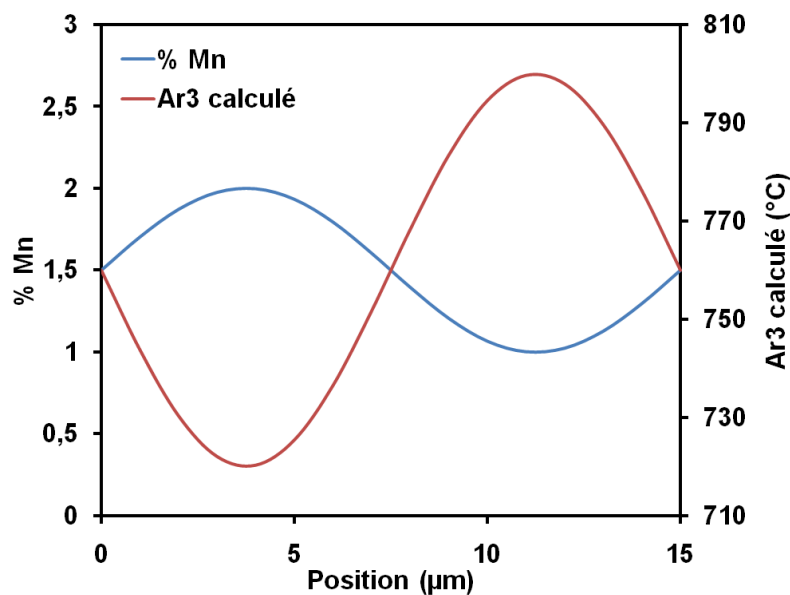


Figure II-5 : Evolution de Ar3 et de la concentration en Mn en fonction de la position (distribution sinusoïdale)



## II.2.2. Réduction des ségrégations

Nous allons étudier par des calculs de diffusion les conditions théoriques permettant d'obtenir avant laminage à froid plusieurs taux de ségrégation.

### II.2.2.1. Coefficients et longueurs de diffusion

Le coefficient de diffusion  $D$  caractérise la mobilité d'une espèce chimique à une température définie (Guiraldenq 1994). Il obéit à une équation de type Boltzmann, appelée pour l'état solide relation d'Arrhenius, qui s'écrit sous la forme :

$$D = D_0 \cdot \text{Exp}\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

avec  $D_0$  le facteur de fréquence,  $Q$  l'énergie d'activation,  $R$  la constante universelle des gaz parfaits et  $T$  la température absolue de diffusion. Durant-Charre propose plusieurs valeurs de ces coefficients (Durand-Charre 2003) ; ils sont repris pour le carbone et le manganèse dans le Tableau II-2. Ils permettent le calcul en première approximation de la longueur de diffusion  $L$  en fonction du temps  $t$  avec la formule suivante (Lavender & Jones 1949):

$$L = \sqrt{\frac{Dt}{0.233}}$$

La profondeur de pénétration de l'élément diffusant est proportionnelle à  $L$ . Le Tableau II-2 présente, pour le carbone et le manganèse, les coefficients de diffusion calculés à 910°C et les longueurs de diffusion théoriques à 910°C pendant 1 heure dans la ferrite ( $\alpha$  réseau cubique centré de compacité 0,68) et dans l'austénite ( $\gamma$  réseau cubique à faces centrées de compacité 0,74). La différence de compacité des réseaux cristallins et les différents modes de diffusion des atomes (diffusion substitutionnelle pour le manganèse et interstitielle pour le carbone) expliquent principalement que le manganèse, en comparaison avec le carbone, sera très difficile à homogénéiser.

Soluté	Facteur de fréquence $D_0$ ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )		Energie d'activation $Q$ ( $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ )		Coefficient de diffusion $D$ ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )		Longueur de diffusion $L$ ( $\mu\text{m}$ )	
	dans $\alpha$	dans $\gamma$	dans $\alpha$	dans $\gamma$	dans $\alpha$	dans $\gamma$	dans $\alpha$	dans $\gamma$
C	$1.27 \times 10^{-6}$	$1.0 \times 10^{-6}$	81.4	113	$3.2 \times 10^{-10}$	$1.0 \times 10^{-11}$	2235	398
Mn	$7.60 \times 10^{-5}$	$4.9 \times 10^{-5}$	225	276.54	$8.7 \times 10^{-15}$	$3.0 \times 10^{-17}$	11.7	0.68

**Tableau II-2 : Facteurs de fréquence, énergies d'activation, coefficients de diffusion à 910°C et longueurs de diffusion pour 1 heure à 910°C du carbone et du manganèse dans la ferrite et l'austénite**

### II.2.2.2. Condition théorique d'homogénéisation

Lavender et Jones proposent une méthode pour déterminer les conditions (temps et température) de suppression des hétérogénéités chimiques (Lavender & Jones 1949). En supposant que le profil de concentration initial varie sinusoidalement (voir Figure II-6), la variation relative des amplitudes des ségrégations en fonction du temps  $\Delta C(t)$  par rapport à l'amplitude  $\Delta C_0$  initiale est calculée par :

$$\frac{\Delta C(t)}{\Delta C_0} = e^{-\frac{\pi^2 Dt}{l^2}}$$

Avec  $t$  le temps de maintien, et  $l$  la demi-période des oscillations (7.5  $\mu\text{m}$  dans notre cas).

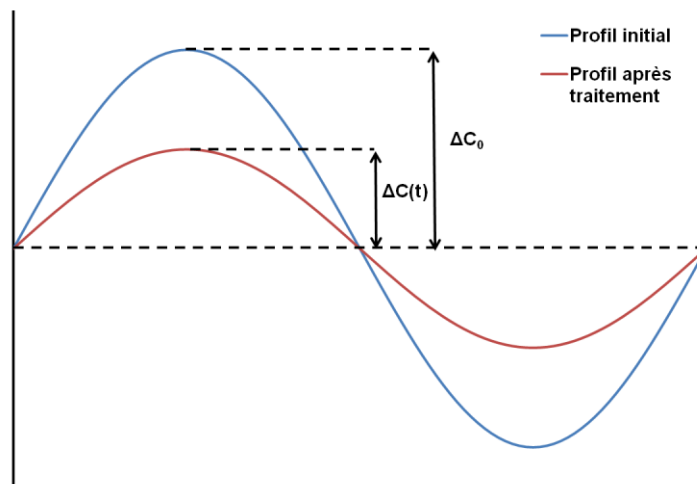


Figure II-6 : Evolution au cours d'un traitement d'un profil sinusoïdal

La Figure II-7 donne l'évolution du rapport des ségrégations calculées à 1200°C, 1000°C et 870°C en fonction du temps de maintien isotherme, pour une demi-période des oscillations de 7.5 μm (on suppose qu'à ces températures seule l'austénite est présente). Théoriquement, il n'y a plus de ségrégation chimique en manganèse après 3600s à 1200°C, il reste environ 80% des ségrégations initiales après 1 heure à 1000°C. A 870°C (température principale d'austénitisation paramétrée lors de nos traitements), les ségrégations n'évoluent quasiment pas après une heure de maintien.

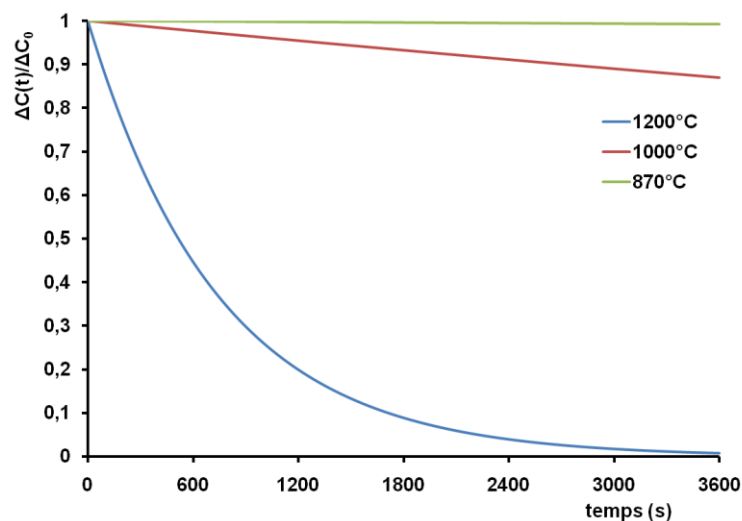


Figure II-7 : Evolution de l'amplitude des ségrégations en Mn à différentes température

Les traitements à réaliser avant laminage à froid pour obtenir différents taux de ségrégation seront :

- pour un matériau homogène : 1 heure à 1200°C
- pour un matériau faiblement ségrégué : 1 heure à 1000°C

En plus du matériau normalement ségrégué (matériau initial), nous aurons ainsi trois taux de ségrégation permettant d'étudier leur influence sur l'apparition des structures en bandes.

### II.2.2.3. Réalisation des traitements de réduction des ségrégations

Des échantillons du matériau réceptionné ont été traités avant laminage à froid à différentes températures pour obtenir plusieurs taux de ségrégation. Pour limiter la décarburation, ils ont d'abord été enrobés d'une épaisse couche (qq mm) de colle réfractaire (« colle fibre » Refracol de température maximale d'utilisation de 1350°C). Les échantillons enrobés ont alors été placés une heure à 1000°C et 1200°C (traitements suffisants pour obtenir un matériau faiblement ségrégué et homogène compte tenu des profils de concentration théorique définis dans le §II.2.2.2) dans un four sous vide, puis ont été refroidis jusqu'à la température ambiante à l'intérieur du four.

La Figure II-8a montre la microstructure d'un échantillon complet après homogénéisation (1200°C / 1 heure). La microstructure est beaucoup plus grossière que celle de l'échantillon initial (Figure II-2a). Le phénomène de bandes ferrito-perlitique n'apparaît plus. De plus, on note l'apparition d'une zone décarburrée d'une épaisseur comprise entre 150 µm et 300 µm sur la peau l'échantillon. Après 60% de laminage à froid, la microstructure de l'échantillon (Figure II-8b) présente de gros grains de perlite relativement isolés et peu connectés dans une matrice ferritique par rapport au matériau initial ségrégué laminé (Figure II-2b).

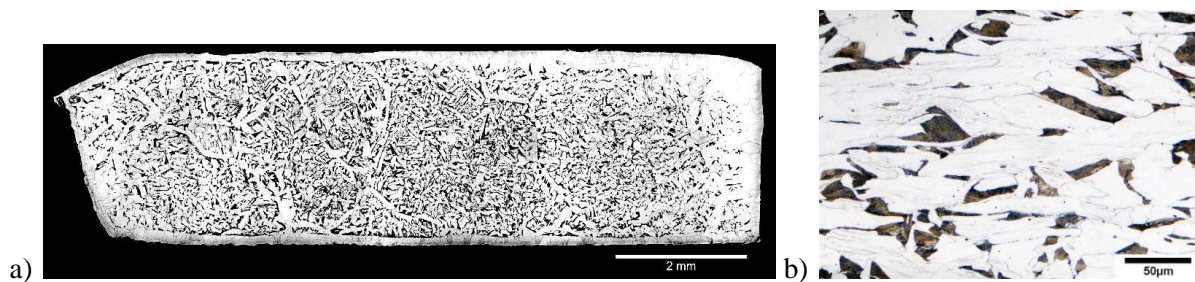


Figure II-8 : a) Macrographie d'un échantillon après homogénéisation, b) micrographie du matériau homogénéisé après laminage à froid

## II.3. Traitements thermiques

Les traitements thermiques permettent d'obtenir des microstructures ferrito-martensitiques. Dans cette partie, nous allons présenter les principaux paramètres des traitements thermiques effectués et leurs liens avec la microstructure. Nous allons présenter le mode opératoire suivi pour réaliser ces traitements sur un dilatomètre, les principales limites techniques et l'information exploitable grâce aux courbes dilatométriques.

### II.3.1. Principales étapes pour l'obtention d'acier Dual-Phase

La Figure II-9 schématise les principales étapes pour l'obtention d'une microstructure Dual-Phase (ferrite  $\alpha$  + martensite  $\alpha'$ ). Elle peut être obtenue après un laminage à chaud dans le domaine austénitique  $\gamma$  ou un laminage à froid (solution adoptée dans notre étude) suivi d'un chauffage et d'un maintien dans le domaine austénitique (Senuma 2001). Dans les deux cas, un refroidissement rapide puis éventuellement un palier isotherme dans le domaine biphasé ( $\alpha + \gamma$ ) est nécessaire pour obtenir

les taux de phases désirés. Lors de la trempe finale, l'austénite présente dans le domaine biphasé se transforme en martensite. La formation de perlite ou de bainite est ainsi évitée.

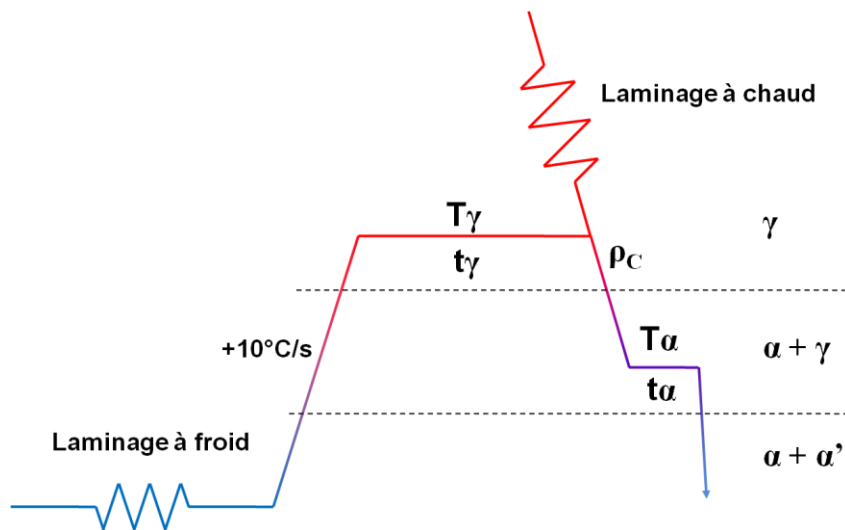


Figure II-9: Schéma des principales étapes permettant d'obtenir une microstructure Dual-Phase

### II.3.2. Principaux paramètres en lien avec la microstructure

Pour notre étude, après laminage à froid, la vitesse de chauffage a été gardée constante à  $+10^{\circ}\text{C/s}$ . Les évolutions microstructurales ont été étudiées suivant les paramètres suivants :

- la taille de grain austénitique (fonction de la température  $T_{\gamma}$  et de la durée  $t_{\gamma}$  du palier isotherme dans le domaine austénitique) :  $T_{\gamma}$  varie entre  $780^{\circ}\text{C}$  et  $1000^{\circ}\text{C}$  en fonction de la taille de grain austénitique souhaitée.
- la vitesse de refroidissement  $\rho_C$  depuis le domaine austénitique jusqu'au domaine biphasé ( $\alpha + \gamma$ ) : différentes vitesses de refroidissement comprises entre  $-1^{\circ}\text{C/s}$  et  $-100^{\circ}\text{C/s}$  ont été paramétrées, chacune d'elle correspondant à des conditions de germination et de croissance de la ferrite différentes.
- le taux de phase ferritique : contrôlé par la température  $T_{\alpha}$  et la durée  $t_{\alpha}$  du palier isotherme dans le domaine biphasé ( $\alpha + \gamma$ ). Pendant ce palier, on fera l'hypothèse d'une croissance de la ferrite seule.

### II.3.3. Dilatométrie

#### II.3.3.1. Procédure expérimentale

Les traitements thermiques ont été réalisés dans le dilato-plastomètre BAHR Thermoanalyse GmbH, modèle DIL805 (Figure II-10a), d'ARCELORMITTAL. Des éprouvettes parallélépipédiques du matériau initial laminé (10mm//DL X 4mm//DT X 1,2mm//DN) ont d'abord été découpées à la microtrancheuse. Après nettoyage et dégraissage des éprouvettes, des thermocouples de type S ou B ont été soudés par point au milieu des échantillons. Un pompage a été réalisé pour obtenir une pression inférieure à  $8 \cdot 10^{-5}$  mbar, puis la chambre de traitement (Figure II-10b) a été mise sous hélium à une pression de 0,8bar. La mise sous atmosphère neutre permet une meilleure protection contre

l'oxydation. Le four à induction permet d'atteindre une température maximale de 1500°C (données Bahr).



*Figure II-10 : Dilato-plastomètre Bahr Thermoanalyse GmbH DIL805, a) vue d'ensemble, b) chambre de chauffage*

### *II.3.3.2. Analyse de la régulation*

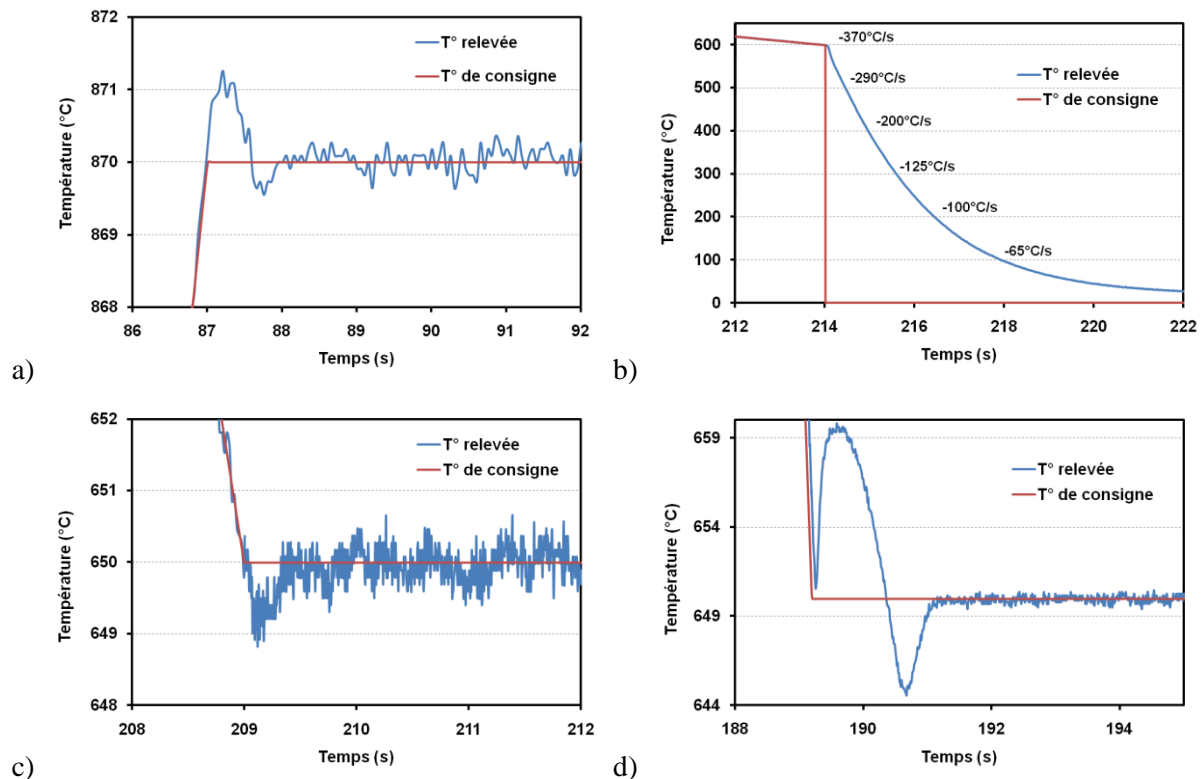
Lors d'un traitement thermique, la transition entre le chauffage (ou le refroidissement) à vitesse constante vers un palier isotherme est délicate à réaliser.

Le détail de la Figure II-11a montre que pendant la transition d'un chauffage à 10°C/s vers un palier isotherme à 870°C, la température relevée par le thermocouple est très proche de la température de consigne. Hormis au moment de la transition, la température relevée par le thermocouple ne sort jamais d'un canal compris entre 869°C et 871°C.

Les courbes de transitions refroidissement à vitesse constante/palier isotherme à 650°C sont données en Figure II-11b-c. A -10°C/s, la température relevée par le thermocouple ne sort jamais d'un canal compris entre 649°C et 651°C. A -100°C/s, la transition est particulièrement délicate, au début du palier, la température augmente jusqu'à 660°C puis diminue vers 644°C avant de se stabiliser complètement 2 secondes environ après le début du palier isotherme.

Au moment d'une trempe finale depuis la température de 600°C, la température de consigne passe instantanément à 0°C. La température relevée par le thermocouple à cette étape est donnée en Figure II-11d. La vitesse de refroidissement instantanée est donnée à titre indicatif, le long de la courbe, à

600°C, 500°C, 400°C... Au début de la trempe (à 600°C), elle est d'environ  $-370^{\circ}\text{C/s}$ , puis elle diminue avec la température de l'échantillon. La vitesse moyenne de refroidissement entre 600°C et 300°C est de l'ordre de  $-190^{\circ}\text{C/s}$ .



**Figure II-11 : Températures de consignes et relevées par le thermocouple au cours a) d'une transition chauffage à  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ /palier isotherme à 870°C, b) d'une trempe à l'hélium depuis 600°C, c) d'une transition refroidissement continu à  $-10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ /palier isotherme à 650°C, et d) d'une transition refroidissement continu à  $-100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ /palier isotherme à 650°C**

### II.3.3.3. Analyse des courbes de dilatométrie

L'utilisation d'éprouvettes cylindriques permet la quantification précise des phases lors des transformations (Garcia De Andrés et al. 2002). La micrographie de la Figure II-12 illustre l'hétérogénéité de la microstructure dans la direction DL d'un échantillon après traitement thermique. Lors d'un traitement thermique, seule une partie de l'échantillon subit réellement la température de consigne car une partie de la chaleur est absorbée par les tiges qui maintiennent l'échantillon. Pour éviter ce problème, les micrographies présentées dans la suite seront toujours issues des 2/3 centraux de l'échantillon (zone utile définie sur la figure). C'est pourquoi, nous avons choisi de ne pas utiliser les courbes dilatométriques pour quantifier les cinétiques de transformation.

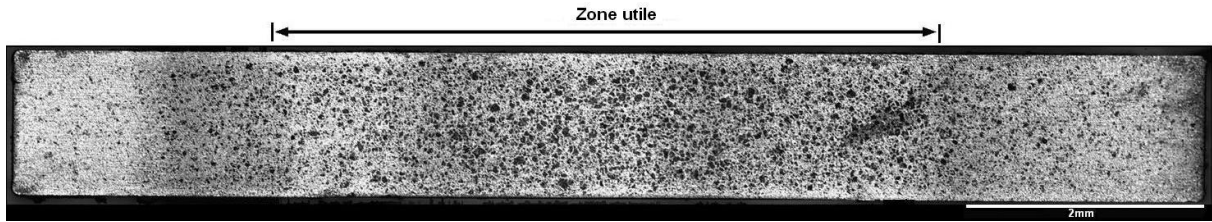


Figure II-12 : Micrographie d'un échantillon complet dans le plan (DL; DN)

Néanmoins, plusieurs caractéristiques importantes du matériau ont été mesurées. Par exemple, au cours du traitement défini sur la Figure II-13a et à l'aide des variations de longueur de l'échantillon mesurées en fonction de la température (Figure II-13b), à la vitesse de chauffage de 10°C/s, la température de début transformation austénitique (Ac1) est d'environ 688°C. L'échantillon est entièrement austénitique à 885°C (Ac3). Après 120 secondes à 985°C, il est refroidi à -5°C/s jusqu'à 680°C puis trempé. Au cours de ce refroidissement, la ferrite et la martensite apparaissent respectivement à environ 760°C et 460°C.

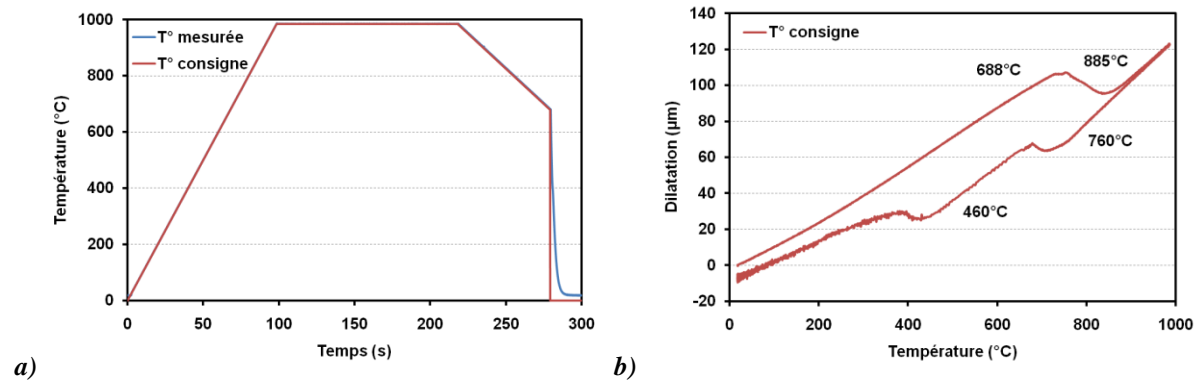


Figure II-13 : a) Température mesurée par le thermocouple au cours d'un traitement thermique, b) dilatation mesurée correspondant au traitement.

Stevens et Haynes proposent une formule empirique pour le calcul de la température de début de transformation martensitique  $M_S$  (Stevens & Haynes 1956) :

$$M_S = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo$$

En appliquant cette formule à notre composition, on trouve une valeur de  $M_S$  de 440°C, proche de la valeur mesurée sur la courbe de dilatométrie.

## **II.4. Méthodes de caractérisation**

Une fois les échantillons traités thermiquement, nous les avons préparés d'une manière standard puis caractérisés par différentes techniques : microscopie optique, microscopie électronique à balayage, analyse chimique, mesure d'orientation locale et mesure de dureté. Chacune des techniques, détaillées dans la suite, apporte des informations essentielles sur la microstructure (proportion des phases, taille de grain...).

### **II.4.1. Préparation métallographique des échantillons**

Pour mettre en évidence la microstructure des éprouvettes après traitement thermique, un protocole standard a été appliqué. Les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au papier abrasif 4000, suivi d'une finition sur disque diamanté (3 $\mu$ m puis 1 $\mu$ m). Cette procédure a permis d'obtenir des poli-miroirs métallurgiques. La microstructure a ensuite été révélée, selon les cas, par une attaque chimique de 2 à 5 secondes au nital (solution composée de 4% d'acide nitrique et de 96% d'éthanol), 1 à 2 minutes au picral (4% d'acide picrique et de 96% d'éthanol) ou 2-5 secondes dans une solution Vilella (4g d'acide picrique, 1 ml d'acide chlorhydrique et 100 ml d'éthanol).

Les échantillons analysés à la macrosonde électronique de Castaing ont subi la même préparation sans attaque chimique car cette technique est sensible à la présence de relief.

Une autre méthode de préparation des échantillons en vue de leur observation au MEB (Microscope Electronique à Balayage) et en EBSD (Electron BackScatter Diffraction) consiste, après le polissage au papier abrasif 4000, à poursuivre par un polissage à l'OPS (solution de silice colloïdale) pendant environ 10-15 minutes suivi d'un rinçage abondant à l'eau.

### **II.4.2. Microscopie optique et électronique à balayage**

Un microscope Olympus BX61 équipé d'une caméra couleur haute résolution (2080  $\times$  1544 pix.<sup>2</sup> soit en grossissement  $\times$ 1000 une surface de 143  $\times$  106  $\mu$ m<sup>2</sup>) équipé d'une platine motorisée a été utilisé pour acquérir les micrographies.

La microscopie électronique à balayage est utilisée pour l'observation de microstructures nécessitant des grossissements supérieurs à ceux obtenus en microscopie optique. Deux différents modes d'observation sont à notre disposition :

- Mode BSE (BackScattered Electrons ou électrons retrodiffusés) : ce mode d'observation permet d'obtenir des images où un contraste de composition chimique est observé.
- Mode SEI (Secondary Electrons ou électrons secondaires) : il permet d'obtenir des images en fonction de la topographie des échantillons. Une attaque chimique est nécessaire afin de créer ce relief.



### **II.4.3. Mesure de texture locale par EBSD**

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé deux microscopes électroniques à balayage JEOL. Le 6500F équipé d'un canon à effet de champ (FEG) et le 6490W d'un filament tungstène. Les deux microscopes sont équipés d'une caméra EBSD 'Channel – HKL Technology'. En pleine résolution, la première est capable d'indexer 11 clichés par seconde, la seconde en permet 40.

La technique de l'EBSD (de l'anglais Electron Back-Scattered Diffraction) permet de déterminer les orientations cristallographiques des grains d'un matériau, tout en connaissant au préalable leur structure cristallographique, par l'indexation de diagrammes de Kikuchi (Schwartzter 1993).

#### *II.4.3.1. Principe de l'EBSD*

Cette technique consiste à focaliser un faisceau d'électrons stationnaire sur un grain dont on cherche à déterminer l'orientation. Les électrons rétrodiffusés par le matériau qui sont en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants sont diffractés, donnant naissance à deux cônes de diffraction, pour chaque plan réflecteur. L'intersection de ces cônes, appelées cônes de Kossel, avec un dispositif de détection (écran au phosphore), forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble des droites superposées constitue un diagramme de Kikuchi. L'indexation cohérente des différentes bandes de Kikuchi, en respectant les angles entre les plans cristallographiques et en déterminant leurs axes de zone, permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain par rapport au repère de l'échantillon.

#### *II.4.3.2. Dispositif expérimental*

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans un Microscope Électronique à Balayage (MEB). Afin d'obtenir une efficacité maximale lors des mesures, l'échantillon doit être incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forment un angle de 70°. Le dispositif comporte un écran fluorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme de Kikuchi. Une caméra reliée à un ordinateur permet d'enregistrer en temps réel les diagrammes obtenus. Le dispositif est complété par un logiciel d'indexation automatique des bandes de Kikuchi qui détermine l'orientation cristallographique correspondante.

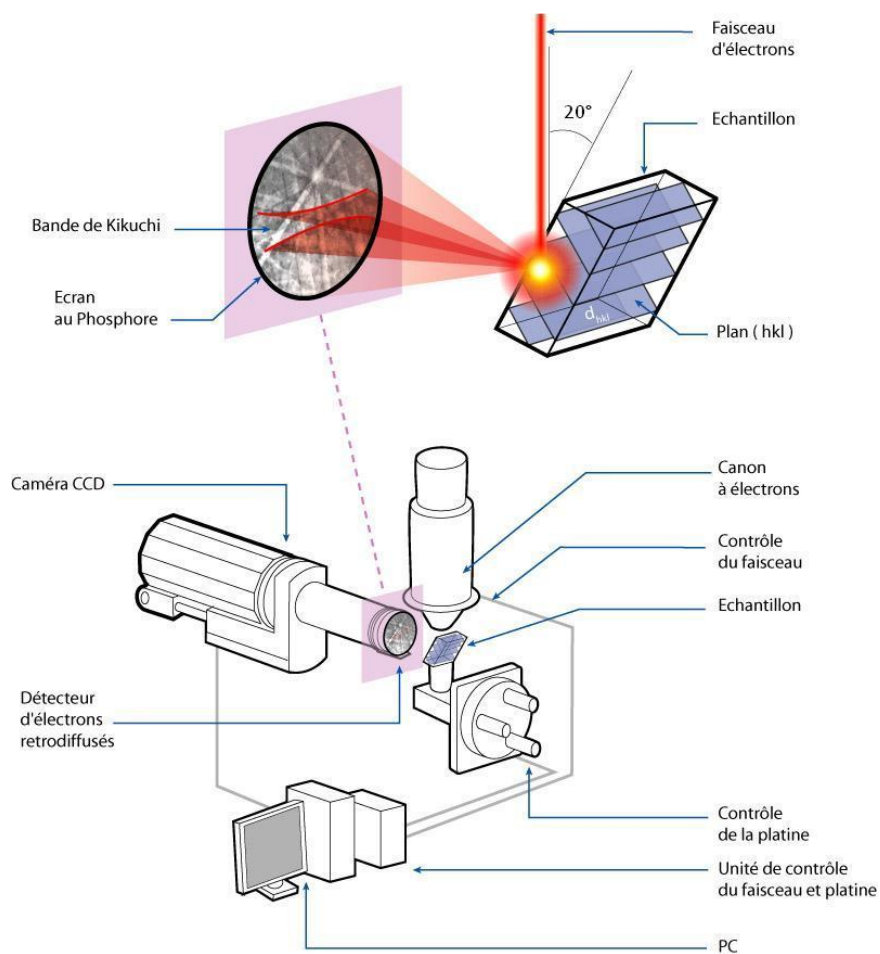
Le principe et le dispositif expérimental utilisé dans la pratique de l'EBSD est représenté dans la Figure II-14. Une attention particulière doit être portée sur la préparation des échantillons destinés à la pratique de l'EBSD. En effet, les échantillons ne doivent pas présenter de relief ou d'érouissage en surface induit par la préparation métallographique. Cela constitue une condition fondamentale afin d'assurer l'obtention de diagrammes de Kikuchi de bonne qualité, nécessaires à la détermination correcte de l'orientation cristallographique des grains étudiés. Afin de caractériser la distribution spatiale des orientations d'un échantillon en corrélation avec la microstructure, le système EBSD peut être utilisé en mode 'cartographie'. Dans cette configuration, le faisceau d'électrons est dirigé sur la zone de l'échantillon à analyser en suivant une grille prédéfinie. A chaque position de la grille, le système effectue une acquisition (exemple de cliché acquis en Figure II-15a) et l'indexation du diagramme de Kikuchi (Figure II-15b). Un fichier de données contient, pour chaque point analysé :

- Les coordonnées du point.
- La nature de la phase détectée.
- L'orientation correspondante.

- L'indice de qualité (ou contraste de bande) du diagramme de Kikuchi.

Cet indice de qualité décrit l'intensité moyenne des bandes de diffraction par rapport au bruit de fond. Il est très sensible aux imperfections locales du cristal (Randle 1992). En général, les diagrammes de diffraction sont de mauvaise qualité aux joints de grains (superposition de plusieurs diagrammes, topologie, ...) ou dans des zones fortement déformées (densité de dislocations élevée).

La martensite a un réseau cristallin quadratique centré proche du réseau cubique centré de la ferrite. Lors de l'indexation, les deux phases seront indexées dans ce même réseau cubique centré. L'hypothèse faite sur le réseau cristallin de la martensite et la présence de nombreux défauts feront que la martensite présentera des indices de qualité inférieurs à ceux de la ferrite. La Figure II-16 montre une cartographie en contraste de bande. La ferrite apparaît en clair, la martensite en sombre. De ce fait, une carte en contraste de bande permet de distinguer la ferrite de la martensite et donc de visualiser la microstructure.



**Figure II-14 : Principe de l'EBSD (voir le texte pour les détails)**

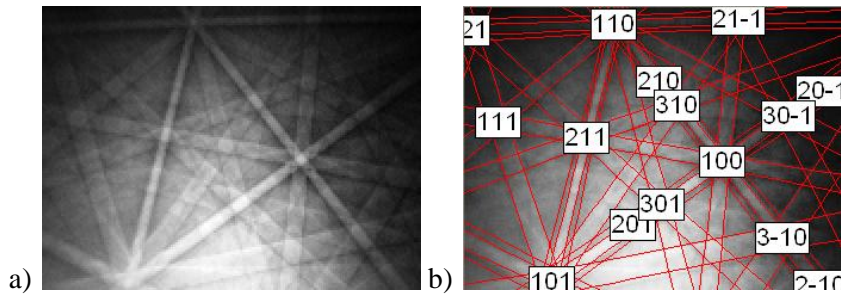


Figure II-15 : Exemple de diagramme de Kikuchi a) acquis par la caméra, b) indexé

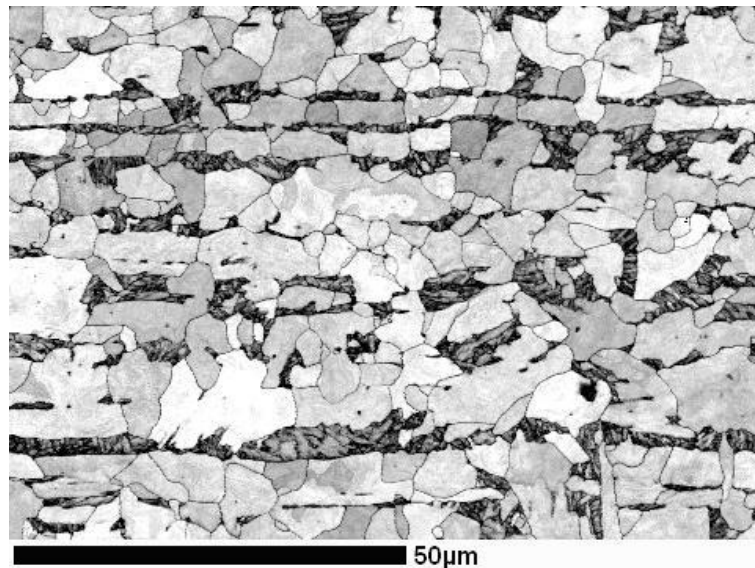


Figure II-16 : Exemple d'une cartographie en contraste de bande

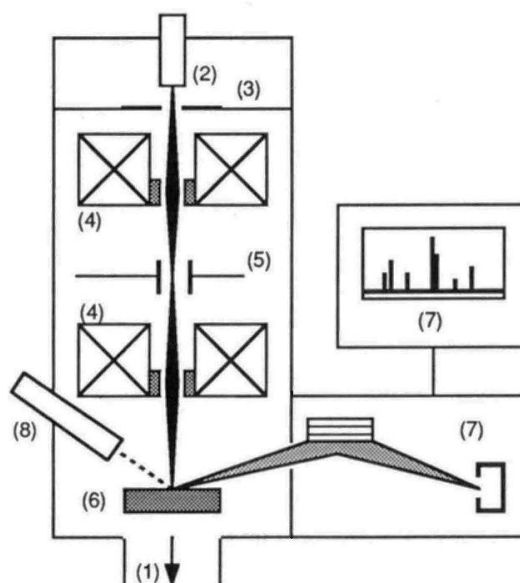
## II.4.4. Analyse de composition chimique

### II.4.4.1. Principe et instrumentation

L'analyse chimique a été réalisée sur une microsonde de Castaing Cameca SX. La microanalyse élémentaire par microsonde électronique est basée sur l'analyse de la longueur d'onde des rayons X caractéristiques émis par l'échantillon sous l'effet d'un faisceau incident d'électrons. Le faisceau peut être focalisé sur l'objet, constituant ainsi une sonde très fine permettant une analyse localisée à l'échelle du micromètre. L'analyse peut être qualitative ou quantitative. Le schéma de la Figure II-17 repère les principaux éléments d'une microsonde : (1) enceinte sous vide avec système de pompage classique, (2) canon à électrons, (3) anode à la masse, (4) lentilles de focalisation, (5) système de balayage du faisceau, (6) échantillon sur une platine goniométrique précise, (7) spectromètre électronique et système d'acquisition et de traitement des spectres, et (8) microscope optique (dans notre cas).

L'appareil est équipé de 4 spectromètres à cristaux analyseur focalisant, ce qui permet la mesure simultanée des pics de plusieurs éléments. Les rayons X sont discriminés par leur longueur d'onde

(ou WDS, pour Wavelength Dispersive Spectroscopy). Ce type de spectromètre a une bonne efficacité et une excellente résolution.



*Figure II-17 : Schéma de principe d'un microanalyseur à sonde électronique*

#### *II.4.4.2. Acquisition et traitement*

Pour l'analyse quantitative d'un élément donné, le spectromètre est calé sur la longueur d'onde d'une raie caractéristique à mesurer, par exemple  $K_{\alpha}$  du Mn ; on compte le nombre d'impulsions du détecteur pendant un temps déterminé ; après corrections, on obtient la concentration de l'élément.

En mode balayage, un système déflecteur déplace la sonde sur l'échantillon. On peut déterminer la répartition de cet élément le long du trajet de la sonde. Le balayage peut être linéaire ou plan.

Lors de l'analyse, le faisceau va contaminer la surface de l'échantillon. La Figure II-18a montre une zone attaquée chimiquement directement après la réalisation d'une cartographie (balayage plan) et la mesure d'un profil (balayage linéaire). Un léger polissage suivi d'une attaque est nécessaire pour révéler la microstructure de la zone analysée (Figure II-18b). La comparaison des deux permettra d'associer une composition chimique à une phase ou une zone précise.

Le système de mesure est associé à un ordinateur assurant l'acquisition, la mise en mémoire et le traitement des mesures. En dehors du pilotage automatique des spectromètres WDS, les logiciels assurent :

- la recherche d'éléments par comparaison avec les spectres théoriques en mémoire ;
- la compensation du bruit de fond ;
- la décomposition de pics composites en pics élémentaires de Gauss ;
- la mesure d'intensité intégrée d'un pic ;
- les corrections de matrice en analyse quantitative (méthode X-PHI).

L'appareil a été étalonné pour l'analyse quantitative du manganèse et du phosphore. Le carbone a été mesuré qualitativement. Des profils et des cartographies ont été acquis avec un pas de 2  $\mu\text{m}$ . La surface du faisceau est de 1  $\mu\text{m}^2$ . La profondeur de pénétration est évaluée à 1  $\mu\text{m}$ .

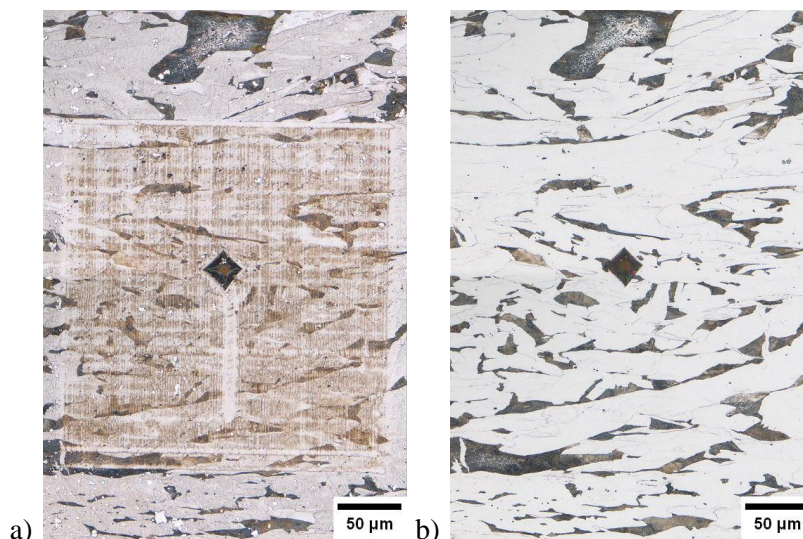


Figure II-18 : micrographie d'une zone analysée a) après analyse chimique, b) après un léger polissage

#### II.4.5. Quantification des proportions de phase

Les échantillons caractérisés quantitativement ont été attaqués à l'attaque chimique Vilella. La Figure II-19a présente une partie d'une micrographie d'un échantillon attaqué (la ferrite  $\alpha$  apparaît en blanc, la martensite  $\alpha'$  en brun). Cette attaque chimique présente l'avantage de ne pas révéler les joints de grain ferritiques (au contraire d'une attaque au nital par exemple). Une macro-commande développée sur le logiciel Aphelion (copyright ADCIS S.A. and A.A. Imaging) a permis l'optimisation du traitement, du seuillage et de la quantification des phases. Après un premier filtrage par un filtre médian, l'information issue du canal bleu (canal le plus discriminant dans notre cas) de l'image couleur a été seuillée manuellement. Différents traitements ont été testés, la succession d'étapes suivante a été retenue pour traiter l'ensemble de nos images :

- érosion de l'image seuillée par un élément carré de 3 pixels de coté
- dilatation de l'image érodée par un élément carré 3 pixels de coté
- remplissage, en connexité 4, des trous de l'image dilatée

Le traitement des images a été vérifié par superposition des joints de grains de l'image binaire finale et de l'image initiale (Figure II-19b), avant la quantification des taux de phase de l'image binaire finale (Figure II-19c) par simple comptage des pixels blancs et noirs. L'image binaire est ensuite sauvegardée au format Bmp.

Cette procédure a été appliquée sur 20 images par échantillon, permettant ainsi l'obtention de données statistiquement fiables. L'intervalle de confiance de  $\bar{X}$  à 95% est calculé sur n images avec la formule

$$\text{suivante : } \bar{X} = \bar{x} \pm 2 \frac{\sigma(X)}{\sqrt{n}}$$

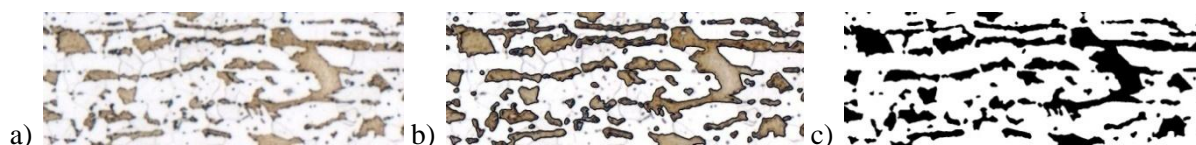


Figure II-19 : a) Image initiale d'une microstructure, b) superposition des joints de grain martensitiques obtenus après traitement, c) image binaire de la microstructure

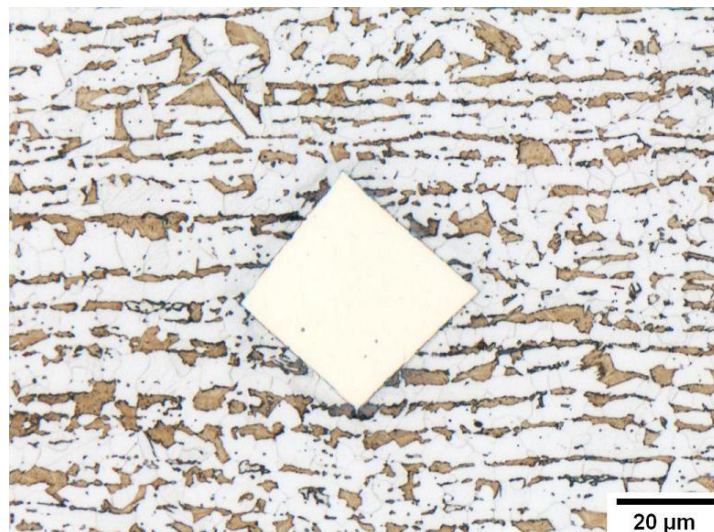
## II.4.6. Caractérisation tridimensionnelle

Les méthodes de caractérisation présentées vont nous donner des renseignements importants sur les microstructures, mais restent limitées à des analyses de surface. Une caractérisation tridimensionnelle est nécessaire pour obtenir des informations sur la connexité ou la percolation des phases. Pour cela, nous avons développé une procédure de caractérisation tridimensionnelle basée sur des polissages successifs.

### II.4.6.1. Procédure

Dans un premier temps, l'échantillon est enrobé à chaud dans une résine conductrice. L'échantillon enrobé est poli afin d'obtenir un poli-miroir métallurgique. La zone d'intérêt est repérée par une empreinte de microdureté. Un dépôt électrolytique de nickel est ensuite réalisé sur toute la surface de l'échantillon (voir §II.4.6.2) pour remplir l'indentation. Un léger polissage est nécessaire pour faire apparaître les empreintes remplies. Entre chaque coupe, la durée de polissage manuelle a été de 1 minute sur disque diamanté (1 $\mu$ m). Pour obtenir une bonne reproductibilité dans l'enlèvement de matière, la quantité d'abrasif et la pression exercée lors du polissage doivent rester autant que possible constants. Cette remarque souligne les efforts et les précautions nécessaires à l'obtention d'épaisseur d'abrasion faibles et reproductibles.

La micrographie (Figure II-20) montre une zone attaquée au Vilella contenant une empreinte remplie de nickel après une succession de 6 polissages et attaques chimiques. Les contours de l'empreinte sont très bien définis, ce qui facilite la mesure des diagonales.



*Figure II-20: Micrographie d'une zone contenant une indentation remplie de nickel après attaque Vilella*

Pour assurer le bon repositionnement de l'échantillon entre chaque coupe sous le microscope optique, une butée a été directement collée sur une plaque de verre, l'ensemble a ensuite été monté sur la platine du microscope. L'échantillon est alors placé contre la butée. L'ensemble permet de limiter le post traitement des images acquises.

#### II.4.6.2. Dépôt électrolytique de nickel

Le dépôt électrolytique de nickel est effectué à partir d'un électrolyte au sulfate de nickel dont la composition est la suivante (Boulot 1975) :

NiSO <sub>4</sub> , 7H <sub>2</sub> O	85,5 g
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	16,7 g
NaCl	10 g
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	10 g
Eau distillée	1000 cm <sup>3</sup>

L'anode est en nickel pur. Environ deux heures de dépôt sous une intensité d'environ 40 mA (immersion quasi complète de l'échantillon dans la solution) sont suffisants pour remplir complètement des indentations d'environ 100 µm de diagonales (soit environ 14 µm de profondeur).

#### II.4.6.3. Détermination de l'enlèvement de matière

L'enlèvement de matière H est estimé grâce à l'évolution de la longueur des diagonales (Kapsa & Cartier 2001) avec l'abrasion (Figure II-21). Il peut être estimé avec une précision de l'ordre du dixième de micron. Dans le cas d'une empreinte Vickers, la diagonale est égale à 7 fois la hauteur, soit :

$$H = \frac{1}{7}(D_1 - D_2)$$

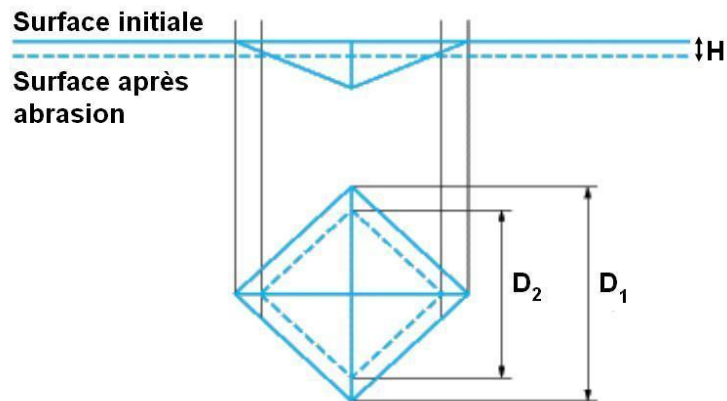


Figure II-21 : Mesure de l'enlèvement de matière grâce à une empreinte de dureté (Kapsa & Cartier 2001)

Le Tableau II-3a-b montre l'évolution des distances entre coupes et des distances cumulées respectivement pour deux échantillons, l'un ségrégué, l'autre homogène (échantillons et traitements thermiques présentés dans le Chapitre V). Grâce à l'ensemble des précautions prises, l'abrasion a été très reproductible. En effet, pour le matériau ségrégué, 32 coupes espacées de 0.25 µm avec un intervalle de confiance de 0.02 µm ont été obtenues. La hauteur totale de matériau analysé est d'environ 7.8 µm. Pour le matériau homogénéisé, 27 coupes distantes de 0.25 µm±0.04 µm, représentant une hauteur totale de 6.5 µm, ont été obtenues.

Coupe	Distance (µm)	Hauteurs cumulées (µm)
1	0	
2	0,33	0,33
3	0,25	0,58
4	0,24	0,81
5	0,36	1,17
6	0,22	1,39
7	0,29	1,68
8	0,34	2,02
9	0,27	2,29
10	0,19	2,48
11	0,28	2,75
12	0,29	3,04
13	0,20	3,24
14	0,21	3,45
15	0,26	3,71
16	0,24	3,96
17	0,28	4,23
18	0,26	4,49
19	0,26	4,75
20	0,27	5,02
21	0,25	5,27
22	0,17	5,43
23	0,28	5,71
24	0,24	5,95
25	0,25	6,20
26	0,24	6,44
27	0,24	6,68
28	0,15	6,83
29	0,33	7,16
30	0,20	7,36
31	0,23	7,59
32	0,18	7,77
Moyenne	0,25	
a) $2\sigma/\sqrt{n}$	0,02	

Coupe	Distance (µm)	Hauteurs cumulées (µm)
1	0	
2	0,58	0,58
3	0,28	0,86
4	0,36	1,21
5	0,33	1,54
6	0,26	1,80
7	0,39	2,19
8	0,25	2,44
9	0,33	2,76
10	0,24	3,00
11	0,32	3,31
12	0,20	3,51
13	0,18	3,69
14	0,24	3,93
15	0,16	4,08
16	0,26	4,34
17	0,20	4,54
18	0,30	4,83
19	0,18	5,01
20	0,12	5,13
21	0,30	5,43
22	0,28	5,70
23	0,08	5,78
24	0,20	5,98
25	0,10	6,08
26	0,18	6,25
27	0,28	6,53
Moyenne	0,25	
b) $2\sigma/\sqrt{n}$	0,04	

Tableau II-3 : Distance mesurées entre coupes successives et hauteurs cumulées sur a) l'échantillon ségrégé ; et b) l'échantillon homogénéisé



#### II.4.6.4. Post traitement des images



**Figure II-22 : Superposition par transparence de deux images**

Les images acquises au microscope optique, au format Tiff, sont superposées sur le logiciel GIMP 2.4.5. Les calques contenant chaque image sont affichés en transparence puis placés manuellement un à un par translation grâce aux empreintes de dureté. La Figure II-22 montre la superposition de deux images. Les précautions prises pour positionner précisément l'échantillon sous le microscope, au moment de l'acquisition des micrographies, diminuent remarquablement le temps de manipulation par image et maximise la taille de la zone utile sur la pile d'images.

La fonction « Copier visible » du logiciel permet de sélectionner la même zone sur chacun des calques visibles et de créer un fichier image par hauteur et par zone. Chaque image est traitée et quantifiée comme décrit dans le §II.4.4, de manière à obtenir une pile d'images binaires.

Pour un métallurgiste expérimenté, dans l'hypothèse d'appareils disponibles, il faut compter environ 1 à 2 jours pour la préparation complète d'un échantillon (de l'enrobage à l'obtention d'empreintes nickelées), 5 jours pour l'acquisition d'une trentaine de coupes, 2 à 3 jours pour la superposition et le traitement des images jusqu'à l'obtention d'images binaires.

Lors du stage Master qui avait précédé cette étude, une étude de faisabilité avait été réalisée au Max Planck Institut de Düsseldorf, sur un Dual-Beam, combinaison d'un FIB (Focused Ion Beam) et d'un microscope électronique équipé d'une caméra EBSD. Sans attaque chimique, l'EBSD est la seule technique capable d'imager avec précision la ferrite et la martensite. Bien que très précise et reproductible, l'abrasion ionique d'une surface de  $20 \times 40 \mu\text{m}$  avait nécessité 30 minutes (dont 10 minutes d'abrasion en mode manuel où l'opérateur pilote le faisceau d'ions pour limiter le phénomène de stries perturbant la qualité des clichés de Kikuchi). L'analyse EBSD pour cette surface dure environ 2 heures. Pour l'acquisition d'une trentaine de couches, il faut compter environ 45 heures d'utilisation de l'appareil.

#### II.4.6.5. Visualisation et maillage des piles d'images

Le logiciel ImageJ 1.37 avec le plugin « Volume Viewer » a permis la visualisation des piles d'images binaires. Avec ce logiciel, la distance moyenne entre chaque image est paramétrable. Les piles d'images sont épaissies de cette même distance moyenne sans traitement des volumes créés. Un exemple de visualisation tridimensionnelle d'une pile d'images est donné en Figure II-23a. On note la présence d'« escaliers ». Malgré cela, ce logiciel est tout à fait performant dans la visualisation de piles d'images.

La même pile d'images, traitée en volume avec le logiciel Simpleware 3.1, est montrée en Figure II-23b. Les surfaces des interfaces ont été lissées. Un maillage fin et peu anguleux est nécessaire à la réalisation de calculs mécaniques par éléments finis. Aussi, la génération et l'optimisation du maillage de la microstructure a également été réalisée avec le même logiciel. Une sélection d'un maillage est présentée en Figure II-24. On remarque que la distance inter-nœud n'est pas constante et que le maillage s'affine au niveau des interfaces. Plus de détails seront donnés au Chapitre V.

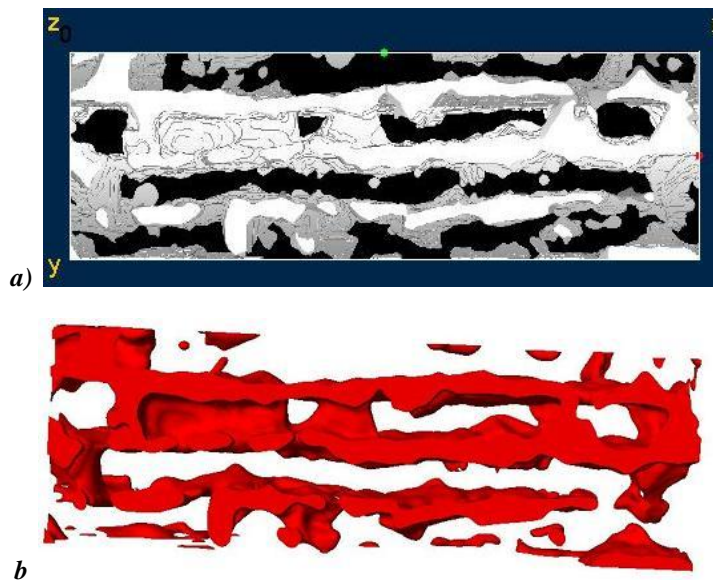


Figure II-23 : Visualisation tridimensionnelle d'une pile d'images avec a) le logiciel ImageJ 1.37 ; b) le logiciel Simpleware 3.1

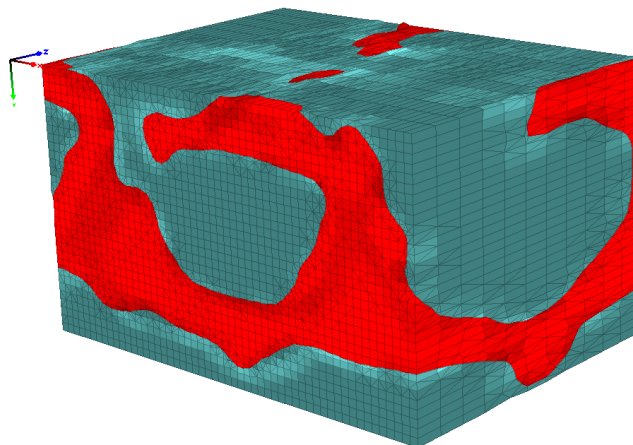


Figure II-24 : Sélection d'un maillage de microstructure

---

## **Chapitre III**

### **Caractérisation des structures en bandes**

---



### III.1. Introduction

Les propriétés en endommagement des aciers sont directement reliées à la topologie des phases. L'emboutissabilité d'une structure en bandes est inférieure à celle d'une structure isotrope. On suppose que plus les bandes sont intenses, plus elles dégraderont les propriétés du matériau. La quantification de l'intensité des bandes est donc primordiale pour prédire le comportement d'un matériau.

D'une manière générale, peu de travaux ont été consacrés à la quantification des structures en bandes par analyse d'images. From et Sandström ont proposé une méthode basée sur l'analyse des transformées de Fourier des images (From & Sandström 1996; From & Sandström 1998). Cette méthode présente l'avantage d'être applicable directement sur des images en niveaux de gris, mais les paramètres utilisés sont difficiles à relier de manière simple à des caractéristiques microstructurales. Une méthode normalisée a été proposée par l'ASTM (American Society for Testing and Materials). La première partie de ce chapitre sera consacrée à présenter cette norme, ainsi qu'une manière originale que nous avons choisie pour l'implémenter. Plusieurs limites et difficultés vont cependant apparaître dans l'interprétation des résultats obtenus. C'est pourquoi nous avons développé et utilisé une nouvelle méthode totalement différente basée sur l'analyse de la fonction de covariance. Celle-ci sera présentée puis comparée à la méthode ASTM sur des microstructures modèles puis réelles.

### III.2. Mesure normalisée de l'intensité d'une structure en bande

Dans un premier temps, nous allons présenter le principe et les paramètres topologiques mesurables avec la norme ASTM. Nous proposerons ensuite une nouvelle manière pour la programmer. Puis nous présenterons les principales limites de la méthode sur des images caractéristiques.

#### III.2.1. Définition de la méthode ASTM

La norme (ASTM E1268-01 2007) a été développée pour caractériser par des méthodes stéréologiques les microstructures composées de bandes ou de particules allongées. Telle que publiée, cette méthode est basée sur une mesure manuelle d'intercepts entre une grille formée de lignes régulièrement espacées et la microstructure. L'espacement entre les lignes de la grille et la distance inter-bandes de la microstructure doivent être décorrélés pour éviter un biais dans l'analyse. Plusieurs paramètres microstructuraux, parmi lesquels le degré d'intensité de la structure en bande (noté AI) ou la distance inter-bande (notée SB) peuvent être quantifiés. La Figure III-1 illustre le principe de la norme. La valeur du nombre d'intercepts  $N$  est incrémentée de 1 lorsque la ligne test traverse une particule et de  $\frac{1}{2}$  lorsqu'elle la tangente ou finit dans une particule. Le nombre d'intersections  $P$  correspond au nombre de changement de phase le long de la ligne test. Si une ligne test appartient complètement à la même phase (dans le cas, par exemple, d'une bande très intense et connectée sur l'image entière),  $N$  est compté comme  $\frac{1}{2}$  et  $P$  comme 0. La variable  $N_{L\perp}$  est alors évaluée, perpendiculairement à la direction de déformation, par le nombre d'intercepts  $N_{\perp}$  entre la microstructure et la longueur totale des lignes test ramenée à la longueur vraie (dans l'unité choisie),  $L_t$ , soit :

$$N_{L\perp} = \frac{N_{\perp}}{L_t}$$

De la même manière, parallèlement à la direction de déformation :

$$N_{L\parallel} = \frac{N_{\parallel}}{L_t}$$

Avec  $L_t$  le produit du nombre de pixels de l'image  $N_T$  par la distance entre pixels  $a$  (en faisant l'hypothèse que la distance entre pixels horizontalement et verticalement est la même) ; soit  $L_t = N_T \times a$ .

Si la mesure est réalisée avec le nombre d'intersections entre les joints de grain de la phase et la ligne test, on obtient les relations suivantes :

$$P_{L\perp} = \frac{P_{\perp}}{L_t} \cong 2N_{L\perp} \text{ et } P_{L\parallel} = \frac{P_{\parallel}}{L_t} \cong 2N_{L\parallel}$$

La distance inter-bandes est calculée comme :

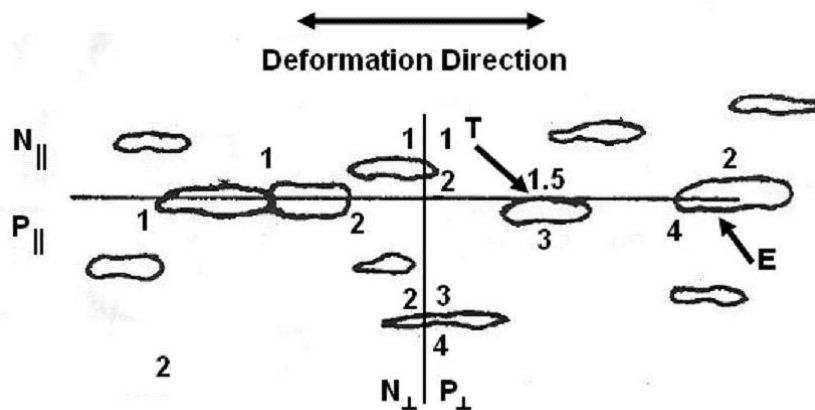
$$SB_{\perp} = \frac{1}{\bar{N}_{L\perp}}$$

avec  $\bar{N}_{L\perp}$  la moyenne arithmétique calculée sur le nombre total d'images analysées.

L'indice d'anisotropie est défini par :

$$AI = \frac{\bar{N}_{L\perp}}{\bar{N}_{L\parallel}} = \frac{\bar{P}_{L\perp}}{\bar{P}_{L\parallel}}$$

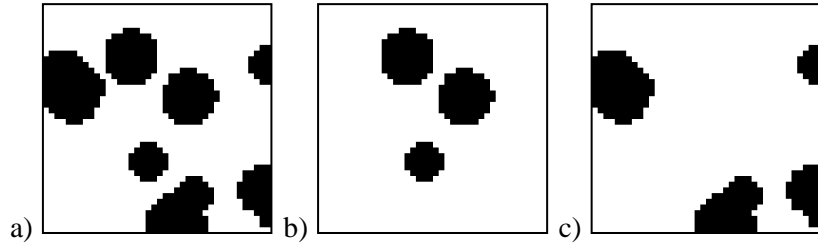
Dans la suite de notre étude, nous allons déterminer AI et SB à l'aide des mesures d'intercepts.



*Figure III-1 : Illustration de la mesure du nombre d'intercepts N et du nombre d'intersections P entre les joints de grains de la phase et la ligne test, parallèlement et perpendiculairement à la direction de déformation*

### III.2.2. Programmation de la norme

Pour s'affranchir de la définition d'une grille indépendante de la microstructure et d'une analyse manuelle fastidieuse, Hetzner a proposé de programmer les mesures de AI et SB après numérisation et binarisation des images (Hetzner 1996). Les images de la Figure III-2 illustrent le principe de la méthode proposée sur une image binaire (Figure III-2a). Les particules en contact avec le bord sont supprimées pour obtenir l'image de la Figure III-2b, l'image complémentaire est illustrée en Figure III-2c. Les intercepts horizontaux et verticaux sont mesurés sur l'image binaire à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images. Les mesures réalisées sur les particules en contact avec le bord de l'image sont pondérées d'un facteur  $\frac{1}{2}$ , ce qui peut entraîner un biais important lorsque les particules sont fortement connectées.



**Figure III-2 : a) Image binaire ; b) image obtenue en supprimant les particules en contact avec le bord de l'image (les intercepts comptent pour 1) ; c) image complémentaire à b (les intercepts comptent pour 1/2)**

Sur l'image b de la Figure III-2, on mesure  $N_{||} = 27$  et  $N_{\perp} = 26$  ; et sur l'image c  $N_{||} = 41$  et  $N_{\perp} = 34$ . L'image a comme dimensions  $40 \times 40$  pix.<sup>2</sup>, la longueur de la ligne test  $L_t$  est alors de 1600 pix. On calcule facilement  $N_{||}$  (47.5) et  $N_{\perp}$  (43) ; donc  $AI = 0.9$  et  $SB = 37$ pix.

Dans le cadre de notre étude, pour limiter ces effets de bord, la norme ASTM a été programmée d'une manière différente de celle proposée par Hetzner (Hetzner 1996). Les pixels d'une ligne sur deux de l'image binaire (Figure III-3a) ont d'abord été mis à 0 pour obtenir l'image de la Figure III-3b (on montre facilement que cette opération a peu d'effet sur la précision de la mesure). Les particules en contact avec les bords verticaux de l'image sont supprimées (Figure III-3c),  $N_{(01)}^B$  représente le nombre de particules restantes. Une soustraction entre l'image de la Figure III-3a et la Figure III-3c donne l'image des particules en contact avec le bord (Figure III-3d). Le nombre de particules  $N_{(01)}^B$  sera compté pour moitié. On obtient ainsi le nombre d'intercepts horizontaux de la microstructure par la formule :

$$N_{||} = N_{(01)}^B + \frac{1}{2} N_{(01)}^B$$

et le nombre d'intercepts horizontaux par unité de longueur par :

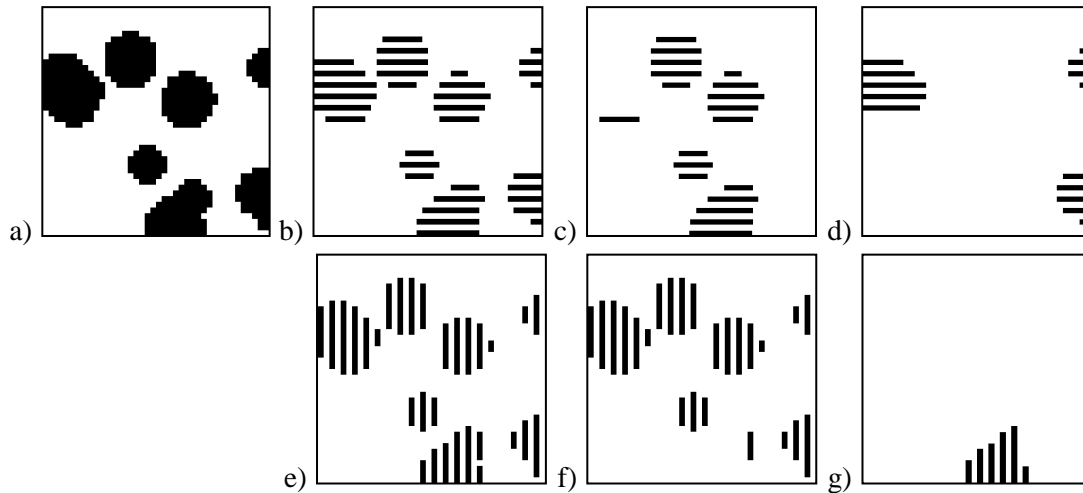
$$N_{L||} = \frac{N_{||}}{L_t}$$

dans notre cas, comme la valeur des pixels d'une ligne sur deux est mise à zéro,  $L_t$  est le produit de la moitié du nombre de pixels de l'image  $N_T$  par la distance entre pixels  $a$  ; soit  $L_t = \frac{1}{2} N_T \times a$ . La même opération est effectuée en mettant 0 comme valeur des pixels d'une colonne sur deux (Figure III-3e). Les nombres  $N_{(10)}^B$  et  $N_{(10)}^B$  sont déterminés sur les images des Figure III-3f et Figure III-3g. Le nombre d'intercepts verticaux est calculé par :

$$N_{\perp} = N_{(10)}^B + \frac{1}{2} N_{(10)}^B$$

et par unité de longueur :

$$N_{L\perp} = \frac{N_{\perp}}{L_t}$$



**Figure III-3 :** a) Image binaire, image obtenue en mettant 0 comme valeur aux pixels b) d'une ligne sur deux e) d'une colonne sur deux ; c-f) image obtenue en supprimant les particules en contact avec le bord de l'image ; d-g) image complémentaires aux images c et d

Sur l'image ci-dessus, on mesure  $N_{(01)}^B = 19$ ,  $N_{(01)}^B = 14$ ,  $N_{(1)}^B = 24$ , et  $N_{(1)}^B = 6$ . L'image a comme dimensions  $40 \times 40 \text{ pix.}^2$ , la longueur de la ligne test Lt est alors de 800 pix. On calcule  $N_{||}$  (25.5) et  $N_{\perp}$  (26.5) ; donc  $AI = 1.038$  et  $SB = 30 \text{ pix.}$  Cette stratégie se montre particulièrement pertinente lorsque les particules sont fortement connectées comme pour les DP.

### III.2.3. Valeurs de AI mesurées sur des images caractéristiques

La Figure III-4 montre les valeurs de AI mesurées pour différentes images binaires caractéristiques. AI est supérieur à 1 lorsque les particules sont plus élargies horizontalement que verticalement. Pour une microstructure aléatoire ou présentant des particules équiaxes (quelle que soit leur dispersion), AI est égal à 1. En effet, dans ces cas, les nombres d'intercepts horizontaux et verticaux sont identiques. On remarque que le résultat obtenu dans le cas des disques souligne le défaut principal de la méthode : elle ne détecte pas l'alignement de particules lorsqu'elles ne sont pas ou peu connectées. Pour une microstructure présentant des bandes verticales, AI est inférieur à 1. La méthode est basée sur la mesure d'intercepts. Elle est donc très sensible aux défauts linéaires comme, par exemple, les joints de grains.

AI est donc plus représentatif d'un facteur d'élongement des particules que d'un facteur d'intensité des bandes.



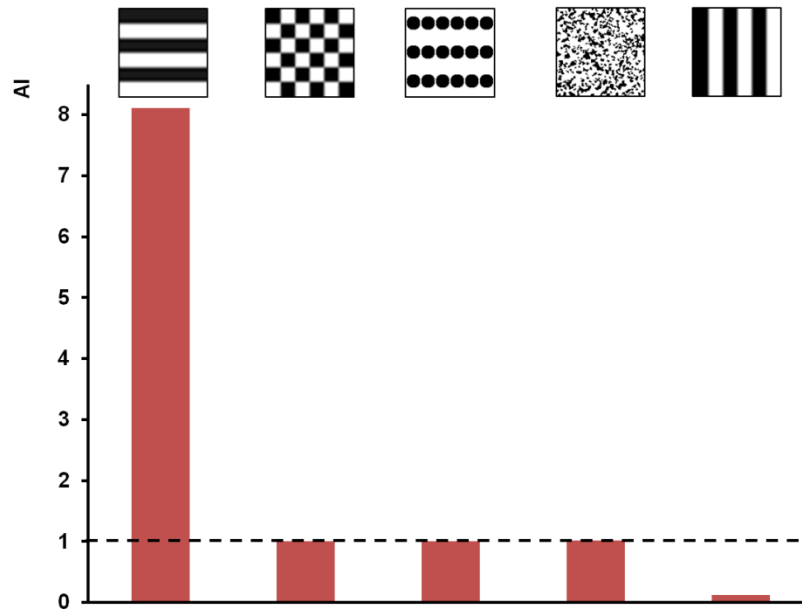


Figure III-4 : Valeurs de AI mesurées sur une microstructure en bandes horizontales, un damier, des bandes formées de disques, une microstructure aléatoire, une structure en bandes verticales

### III.3. Analyse de la topologie des bandes par covariogramme

Les résultats obtenus sur les microstructures caractéristiques précédentes soulignent que les mesures réalisées avec la norme ATSM ne rendent pas compte de l'alignement des particules lorsqu'elles ne sont pas connectées, mais plus d'un facteur d'élanement. Cette constatation ainsi que la sensibilité aux défauts linéaires nous ont amené à développer une nouvelle technique basée sur la mesure de la fonction de covariance pour caractériser la topologie des microstructures. Dans cette partie, nous présenterons le principe, les paramètres topologiques mesurables et les limites de la méthode des covariogrammes. Cette technique étant sensible à l'échantillonnage des images, nous proposerons un critère validé expérimentalement pour obtenir des mesures sensibles et reproductibles.

#### III.3.1. Définition et principe du covariogramme

La fonction de covariance a été proposée par Matheron, dans les années 60, pour « décrire, synthétiquement, les caractères structuraux majeurs d'un phénomène naturel » (Matheron 1965).

En analyse locale, on définit  $X$  un ensemble aléatoire borné (dans notre cas la phase martensitique) et un vecteur  $\vec{h}$  de module  $|\vec{h}|$  et de direction  $\theta$ . La fonction de covariance, notée  $C(X, \vec{h})$ , représente la probabilité que deux points séparés d'un vecteur  $\vec{h}$ ,  $x$  et  $x + \vec{h}$  appartiennent à  $X$  (Serra 1982; Coster & Chermant 1989; Jeulin 2001), soit :

$$C(X, \vec{h}) = P\{x \in X, x + \vec{h} \in X\}$$

La Figure III-5 illustre le concept de la covariance. Il s'agit de mesurer la probabilité que les deux extrémités d'un vecteur  $\vec{h}$  appartiennent à un ensemble  $X$ .

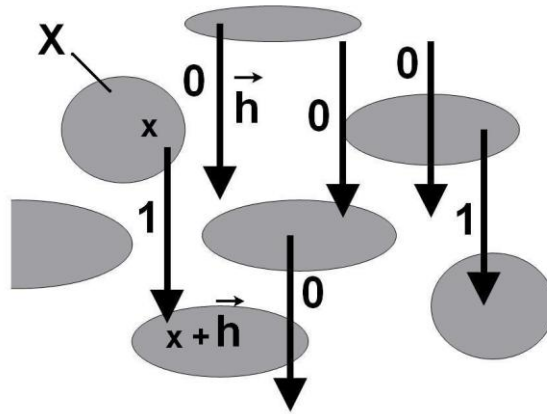


Figure III-5 : Illustration du concept de la covariance

Le covariogramme est l'évolution de la covariance en fonction du module de  $\vec{h}$ . En pratique, une macro commande a été développée sur le logiciel Aphelion pour mesurer les covariogrammes des images binaires de nos microstructures. Le covariogramme est déterminé par la procédure suivante : l'image binaire  $I(X)$  de la microstructure (Figure III-6 a) est traduite d'un vecteur  $\vec{h}$ , donnant l'image  $I^{T\vec{h}}(X)$  (Figure III-6 b) ;  $C(X, h)$  est estimée en mesurant la fraction surfacique de l'intersection de l'image initiale et de l'image traduite  $V_V(I(X) \cap I^{T\vec{h}}(X))$  dans la surface commune à l'intersection des deux images (Figure III-6 c). La fraction surfacique de l'intersection est mesurée itérativement en augmentant le module du vecteur  $\vec{h}$ . Le covariogramme est alors obtenu en traçant l'évolution de la fraction surfacique  $V_V[I(X) \cap I^{T\vec{h}}(X)]$  en fonction de  $h$  (on suppose que la fraction surfacique  $A_A$  est égale à la fraction volumique  $V_V$ ).



Figure III-6 : a) Image binaire d'une microstructure, b) image traduite d'un vecteur  $\vec{h}$ , c) intersection de l'image initiale et de l'image traduite

### III.3.2. Propriétés de la fonction de covariance

En supposant l'ensemble  $X$  défini dans  $R^2$ , on a les propriétés suivantes :

$$\begin{aligned}
 C(X, 0) &= V_V(X) \\
 C(X, h) &= C(X, -h) \\
 C(X, h) &\leq C(X, 0) \\
 \lim_{h \rightarrow \infty} C(X, h) &= C^2(X, 0) = V_V^2(X)
 \end{aligned}$$

La covariance présente un caractère directionnel et renseigne sur la périodicité de l'ensemble X dans la direction  $\theta$ .

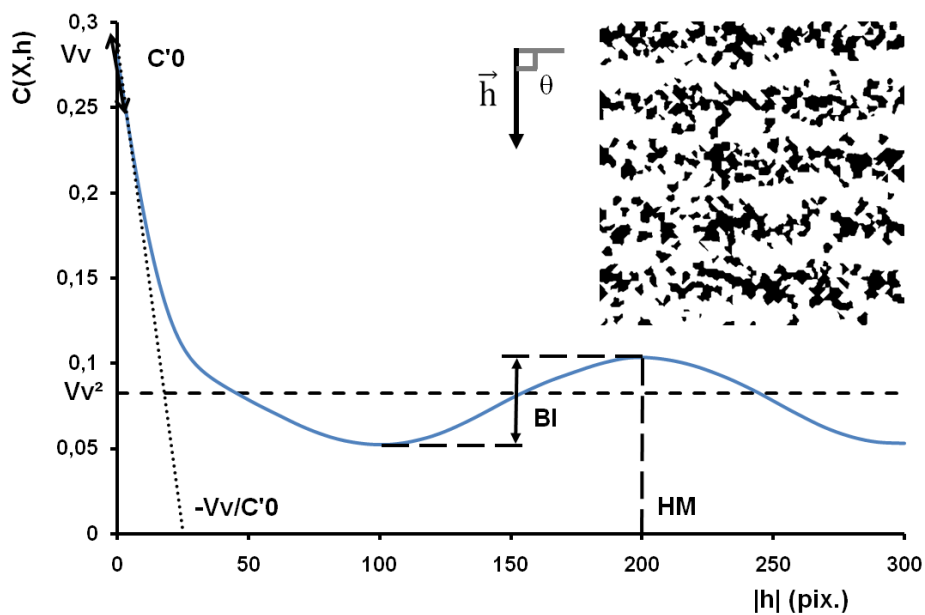


Figure III-7 : Covariogramme d'une microstructure modèle en bande

La Figure III-7 montre une image binaire et l'évolution de la fonction de covariance mesurée sur cette image. Lorsque la microstructure se reproduit avec une certaine périodicité, la courbe présente des oscillations d'autant plus accentuées que la périodicité est marquée. La topologie d'une microstructure périodique peut être caractérisée par différents paramètres :

- BI = intensité de la structure en bande : différence entre la valeur de la fonction de covariance au premier maximum et sa valeur au premier minimum. Le graphique de la Figure III-8 illustre les valeurs de BI mesurées sur différentes microstructures. BI sera compris entre  $V_V(X)$  pour une structure parfaitement en bande et une valeur proche de 0 pour une structure aléatoire ou peu périodique dans la direction  $\theta$  (caractère directionnel de BI). Dans le cas d'une microstructure en damier, BI sera équivalent à la valeur de la structure parfaitement en bande équivalente. BI est peu sensible à la connexion des particules. Si la direction du vecteur  $\vec{h}$  est parallèle à la direction des bandes d'une microstructure parfaitement en bande, BI est également nul. Ceci illustre le caractère directionnel de BI.
- HM = distance inter-bande : la position du premier maximum. Cette grandeur renseigne sur la longueur d'onde moyenne de la périodicité.
- $C'0$  = pente à l'origine : calculée par la méthode des moindres carrés sur les quatre premières valeurs de la fonction de covariance. Elle est négative et décroît avec l'augmentation de la longueur du périmètre projeté perpendiculairement à la direction du vecteur  $\vec{h}$ . Elle donne donc une information sur la taille de la microstructure et, à taille constante, sur la complexité de la microstructure.
- $-V_V/C'0$  = l'abscisse de l'intersection de la tangente à l'origine de la fonction de covariance et l'axe des abscisses. Cette valeur représente une longueur caractéristique de l'image dans la direction  $\theta$  qui sera utilisée par la suite pour définir la taille d'échantillonnage.

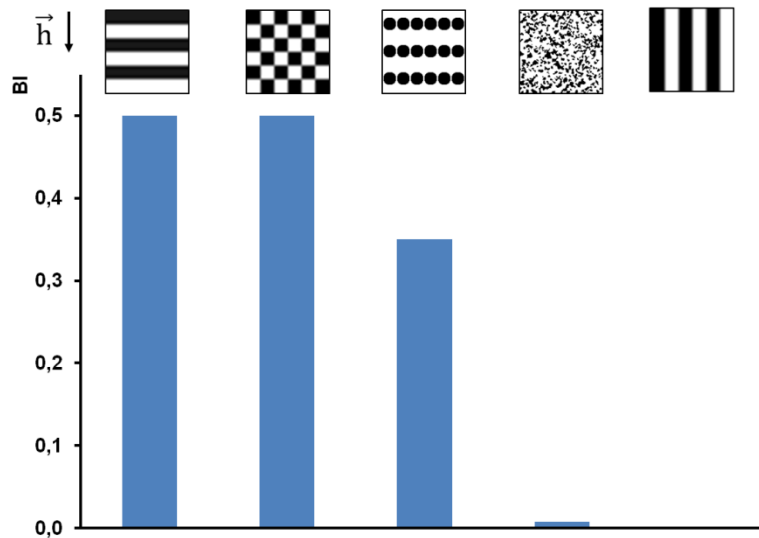


Figure III-8 : Valeurs de BI pour différentes microstructures

Lorsque la microstructure ne présente pas de périodicité (structure homogène), les covariogrammes, réalisés horizontalement et verticalement sur une microstructure homogénéisée, présentés sur la Figure III-9 tendent vers l'asymptote  $(V_v(X))^2$  d'autant plus rapidement que la structure est fine. Ils présentent malgré tout une légère oscillation, la position du premier maximum de la fonction de covariance est alors représentative de la distance inter-grains moyenne dans la direction de translation.

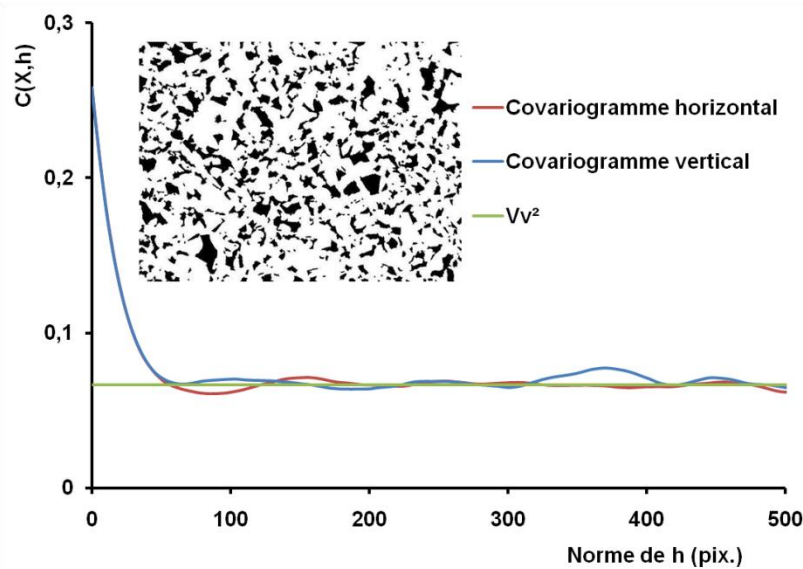


Figure III-9 : Covariogramme horizontal et vertical d'une microstructure réelle homogène

Appliqué à des images bruitées, le covariogramme se comporte de manière discontinue à l'origine, on parle alors d'effet pépite à l'origine (Matheron 1965). Cette caractéristique perturbe la bonne estimation de la pente à l'origine. Toutefois, les traitements réalisés pour seuiller et quantifier les micrographies limitent ce bruit.

### III.3.3. Définition de l'échantillonnage

#### III.3.3.1. Introduction

Comme toutes les méthodes d'analyse d'images, la méthode des covariogrammes est sensible à l'échantillonnage. Pour notre étude, ce problème est lié aux oscillations de la structure. Par exemple, l'image binaire d'une microstructure (Figure III-10a) peut être divisée en 4 horizontalement et 2 verticalement (Figure III-10b) donnant ainsi 8 imagettes. On calcule les paramètres topologiques sur l'image individuelle et leurs moyennes sur les imagettes. On trouve des valeurs de BI de 0.012 sur l'image complète et de 0.017 sur les imagettes, et des valeurs de HM respectives de 80  $\mu\text{m}$  et 69.5  $\mu\text{m}$ .

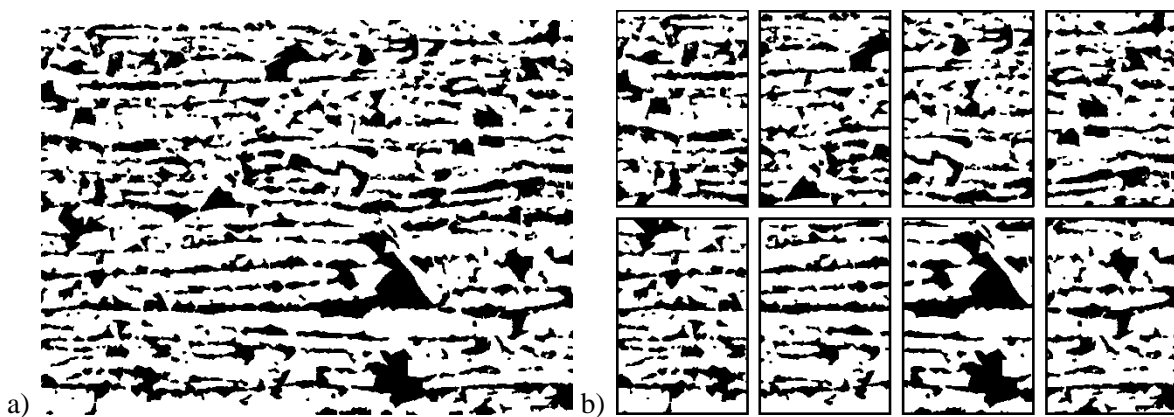


Figure III-10 : a) Image initial ; b) image divisée en 4 horizontalement et 2 verticalement

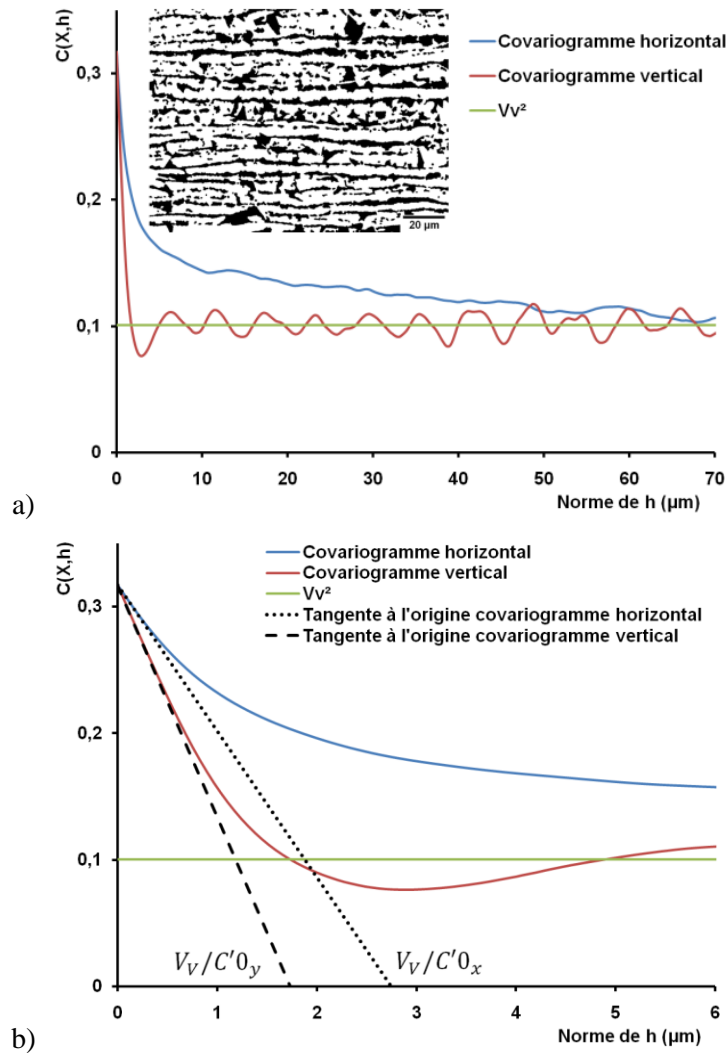
Les structures en bandes présentent des oscillations à longue distance. L'information issue d'une image trop grande a ainsi tendance à être moyennée et à perdre de sa sensibilité. Lorsque l'image est trop petite, le covariogramme n'est pas représentatif de la microstructure. On doit donc définir un échantillonnage par rapport à une grandeur caractéristique de la microstructure. Dans notre étude, cette grandeur sera la valeur  $-V_V/C'_0$  (définie sur la Figure III-7 comme l'intersection de la tangente à l'origine avec l'axe des abscisses). Les dimensions des imagettes seront définies en  $x$  et en  $y$ , proportionnellement à cette grandeur caractéristique, soit respectivement par  $-K * V_V/C'_0_x$  et  $-K * V_V/C'_0_y$ . Dans la suite du chapitre, nous allons nous attacher à déterminer la valeur optimale du coefficient  $K$ .

#### III.3.3.2. Détermination du coefficient $K$

Dans cette partie, nous allons présenter la méthodologie appliquée sur deux microstructures réelles, l'une ségréguée, l'autre homogène, pour déterminer la valeur optimale du coefficient  $K$  (la même méthodologie a été appliquée sur un ensemble de microstructures, des résultats comparables ont été obtenus). Les covariogrammes de la Figure III-11a ont été réalisés horizontalement et verticalement sur la microstructure représentée ( $V_V = 0.31$ , dimensions :  $X = 143 \mu\text{m} \times Y = 106 \mu\text{m}$ ). Sur les détails des covariogrammes illustrés en Figure III-11b, on mesure les pentes à l'origine des covariogrammes vertical ( $-7.63 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ ) et horizontal ( $-1.25 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ ). On détermine alors les

intersections des tangentes à l'origine respectives :  $-V_V/C'0_x = 2,87 \mu\text{m}$  et  $-V_V/C'0_y = 1,75 \mu\text{m}$ . On calcule le coefficient  $K$  en fonction de la dimension de l'image dans la direction d'analyse, l'inverse de la grandeur caractéristique et du nombre d'images  $Nimg_x$  suivant  $x$  (et  $Nimg_y$  suivant l'axe  $y$ ) avec l'équation suivante :

$$K = \frac{-X \times C'0_x}{Nimg_x \times V_V}$$



**Figure III-11 : a) Covariogrammes horizontal et vertical d'une structure réelle en bandes, b) détails des covariogrammes avec les tangentes à l'origine**

Les valeurs moyennes calculées de BI, HM et  $C'0$  correspondant à chaque type de division sont reportées dans les tableaux ci-dessous (les cases sont colorées par ordre croissant de valeur du vert vers le rouge). BI et HM sont plus sensibles à la division verticale de l'image (parallèlement aux bandes) qu'à la division horizontale (Tableau III-1 et Tableau III-2). Pour mettre en évidence une structure en bande, BI devra être le plus grand possible, ce qui revient à diminuer la valeur de  $K$ . Pour avoir un minimum de deux bandes dans l'image,  $K$  doit être supérieur à 7. La valeur de HM est proportionnelle à la taille de l'image ; plus l'image sera grande, plus HM sera grand.  $C'0$  apparaît plus constant (Tableau III-3) quel que soit le nombre d'images.

BI			Nombre de sous-images horizontales			
			1	2	3	4
K			50	25	17	13
Nombre de sous-images verticales	1	61	0,035	0,038	0,038	0,040
	2	30	0,042	0,045	0,045	0,047
	3	20	0,044	0,047	0,048	0,049
	4	15	0,048	0,053	0,051	0,054

**Tableau III-1 : Valeurs moyennes de BI, mesurées sur la microstructure en bande, en fonction du nombre de sous images horizontales et verticales et des valeurs de K correspondantes**

HM ( $\mu\text{m}$ )			Nombre de sous-images horizontales			
			1	2	3	4
K			50	25	17	13
Nombre de sous-images verticales	1	61	6,3	6,3	6,4	6,5
	2	30	6,2	6,1	5,8	5,8
	3	20	6,0	5,9	5,7	5,7
	4	15	5,6	5,8	5,6	5,5

**Tableau III-2 : Valeurs moyennes de HM, mesurées sur la microstructure en bande, en fonction du nombre de sous images horizontales et verticales et des valeurs de K correspondantes**

C'0 ( $\mu\text{m}^{-1}$ )			Nombre de sous-images horizontales			
			1	2	3	4
K			50	25	17	13
Nombre de sous-images verticales	1	61	-0,181	-0,181	-0,181	-0,181
	2	30	-0,182	-0,182	-0,182	-0,182
	3	20	-0,179	-0,180	-0,180	-0,180
	4	15	-0,185	-0,185	-0,185	-0,185

**Tableau III-3 : Valeurs moyennes de C'0, mesurées sur la microstructure en bande, en fonction du nombre de sous images horizontales et verticales et des valeurs de K correspondantes**

La même analyse a été réalisée sur l'image d'une microstructure homogène présentée en Figure III-9 ( $V_V = 0.26$ ,  $-V_V/C'_0x = 2.11 \mu\text{m}$  et  $-V_V/C'_0y = 2.13 \mu\text{m}$ ). Les tableaux ci-dessous reprennent les valeurs de BI, HM et C'0 moyennées en fonction du nombre de sous-images analysées. Pour mettre en évidence une structure homogène (BI faible), il faut travailler sur une image la plus grande possible. Cette remarque rentre en contradiction avec les contraintes d'une structure en bande sur laquelle il faudra travailler sur une image la plus petite possible. De plus, on choisit la même valeur de K dans les deux dimensions de l'image. K doit donc être le meilleur compromis imposé par ces contraintes.

HM évolue de manière moins marquée que dans le cas de la structure en bande mais a tendance à diminuer avec la taille de l'imagette. C'0 reste quasiment constant.

BI			Nombre de sous-images horizontales			
			1	2	3	4
K			67	34	22	17
Nombre de sous-images verticales	1	50	0,0032	0,0041	0,0070	0,0055
	2	25	0,0035	0,0051	0,0071	0,0055
	3	17	0,0036	0,0048	0,0059	0,0074
	4	13	0,0036	0,0058	0,0096	0,0089

**Tableau III-4 : Valeurs moyennes de BI, mesurées sur la microstructure homogène, en fonction du nombre de sous images horizontales et verticales et des valeurs de K correspondantes**

HM (µm)			Nombre de sous-images horizontales			
			1	2	3	4
K			67	34	22	17
Nombre de sous-images verticales	1	50	7,1	6,9	6,3	6,4
	2	25	6,4	6,2	7,1	6,4
	3	17	6,4	6,0	6,0	5,7
	4	13	6,2	6,0	6,7	6,1

**Tableau III-5 : Valeurs moyennes de HM, mesurées sur la microstructure homogène, en fonction du nombre de sous images horizontales et verticales et des valeurs de K correspondantes**

C'0 (µm <sup>-1</sup> )			Nombre de sous-images horizontales			
			1	2	3	4
K			67	34	22	17
Nombre de sous-images verticales	1	50	-0,122	-0,122	-0,122	-0,122
	2	25	-0,123	-0,123	-0,123	-0,123
	3	17	-0,122	-0,122	-0,122	-0,122
	4	13	-0,124	-0,124	-0,124	-0,124

**Tableau III-6 : Valeurs moyennes de C'0, mesurées sur la microstructure homogène, en fonction du nombre de sous images horizontales et verticales et des valeurs de K correspondantes**

Le graphique de la Figure III-12 montre l'évolution de BI en fonction de K pour la microstructure en bande et la microstructure homogène. Dans les deux cas, BI augmente lorsque K diminue. Dans le cas de la microstructure en bande, BI semble se stabiliser pour une valeur de K d'environ 15. Cette valeur est aussi satisfaisante sur la microstructure homogène. Dans la suite de notre étude, les dimensions horizontale et verticale des imagettes seront définies par le critère suivant :

$$-15 * V_V / C'0$$

L'image sera sous-divisée par l'entier le plus proche permettant de respecter le critère défini ci-dessus. En appliquant ce critère à la microstructure en bande, l'image sera découpée en 3 sous-images horizontalement et 4 verticalement, qui auront comme dimensions :  $47 \times 26.5 \mu\text{m}^2$ . Pour la microstructure homogène, l'image sera divisée en 4 horizontalement et 3 verticalement, soit des tailles d'imagettes de  $35 \times 35 \mu\text{m}^2$ .

Les covariogrammes seront réalisés sur chaque sous-image. Les paramètres topologiques seront moyennés à partir des valeurs mesurées sur chaque covariogramme individuel.



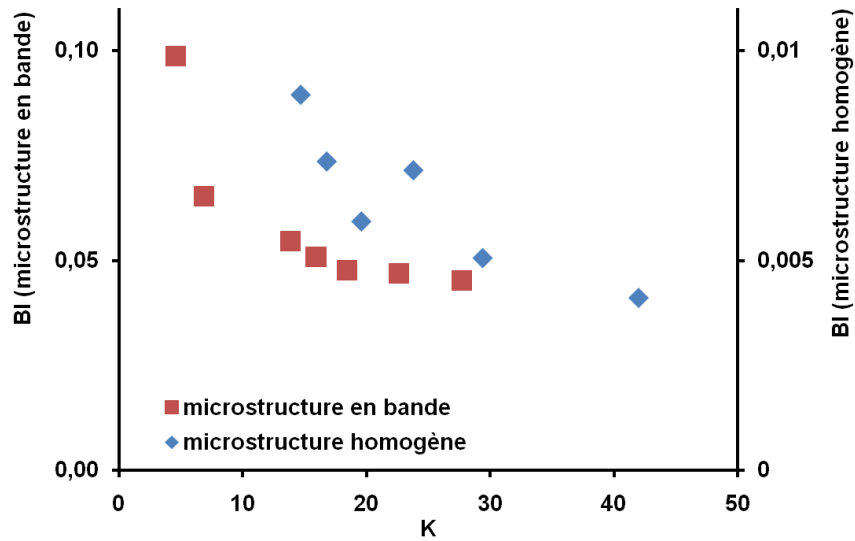


Figure III-12 : Valeurs de BI en fonction de K mesurées sur la microstructure en bande et homogène

### III.4. Validation de la méthode sur des microstructures modèles

Avant d'être appliquées à des microstructures réelles, les méthodes ont d'abord été comparées et validées sur des microstructures modèles. Dans les paragraphes suivants, nous allons détailler l'algorithme utilisé pour générer les microstructures.

#### III.4.1. Génération de microstructures modèles

L'algorithme suivant a été programmé sous Aphelion pour la génération de pavages de Voronoi (Voronoi 1908) :

- Répartition aléatoire de  $N_g$  germes dans une image de  $N \times N$  pix.<sup>2</sup> en utilisant une loi de poisson.
- Épaississement de chaque germe jusqu'à obtenir un pavage de  $N_g$  grains séparés par un joint d'un pixel d'épaisseur.

La forme des grains ainsi obtenus n'apparaît pas toujours représentative (beaucoup de grains allongés et non équiaxes). De plus, les grains au bord de l'image apparaissent légèrement distordus. Pour limiter l'impact du second phénomène, les images présentées dans la suite ont été générées avec une forte densité de germes.

Par défaut,  $N_g$  et  $N$  auront comme valeur respective 2000 germes et 1000 pixels. Chaque grain est ensuite défini comme martensitique ou ferritique suivant une loi de probabilité  $f(y)$  dépendant de la position en  $y$  du germe. Trois différentes fonctions ont été prises en compte suivant le type de microstructure désiré :

- Fonction constante :  $f(y) = V_V$ ,  
où  $V_V$  est la fraction volumique de martensite. Cette fonction permet de créer des microstructures homogènes. Un exemple de microstructure générée par ce modèle est montré en Figure III-13a pour  $V_V=0.3$

- Fonction sinus :  $f(y) = V_V + \frac{\Delta V_V}{2} \cdot \sin\left[\frac{2\pi}{\lambda + \frac{\Delta\lambda}{2}}(y - y_R)\right]$ ,

où  $\Delta V_V$  est la variation de taux de martensite entre une zone pauvre et une zone riche,  $\lambda$  est la distance inter-bande,  $\Delta\lambda$  la dispersion sur la distance inter-bande et  $y_R$  un entier aléatoire compris entre 0 et  $\lambda$  permettant le décalage en y des bandes d'une image à l'autre. Une image générée avec ce modèle est montrée en Figure III-13b pour  $V_V=0.3$ ,  $\Delta V_V=0.6$  et  $\lambda=1000$  pixels.

- Fonction « saw » :  $f(y) = C + A \cdot \left[ \frac{1 + \sin\left[\frac{2\pi}{\lambda + \frac{\Delta\lambda}{2}}(y - y_R)\right]}{2} \right]^B$ ,

où A, B et C sont des constantes. Cette fonction sera utilisée pour générer des microstructures pour lesquelles les bandes de martensite et de ferrite n'ont pas la même épaisseur. Une microstructure, obtenue pour  $C=0$ ,  $B=2$  et  $A=0.8$ , est montrée en Figure III-13c. La microstructure de la Figure III-13d a été générée avec la même fonction « saw » et une dispersion de 100 pixels sur la distance inter-bande ( $V_V=0.3$ ,  $\Delta V_V=0.6$ ).



Figure III-13 : Microstructures modèles générées avec une fonction a) constante ; b) sinus ; c) « saw » ; et d) "saw" avec dispersion sur la distance inter-bande

Un autre programme (basé sur l'obtention d'une coupe d'un volume dans lequel des ellipsoïdes ou des sphères ont été dispersées) a été créé. Dans les exemples suivants, les volumes sont des cubes de coté 1000 pixels. La coupe de la Figure III-14a a été obtenue en répartissant 400 sphères de diamètre 150 pixels dans le volume. Sur la Figure III-14b, 2000 ellipsoïdes de dimension  $a=20$  pixels,  $b=c=150$  pixels ont été réparties aléatoirement et orientées dans la même direction. L'image de la Figure III-14c est une coupe obtenue après la dispersion aléatoire de 4000 ellipsoïdes de dimension  $a=200$  pixels,  $b=c=15$  pixels, orientées aléatoirement.

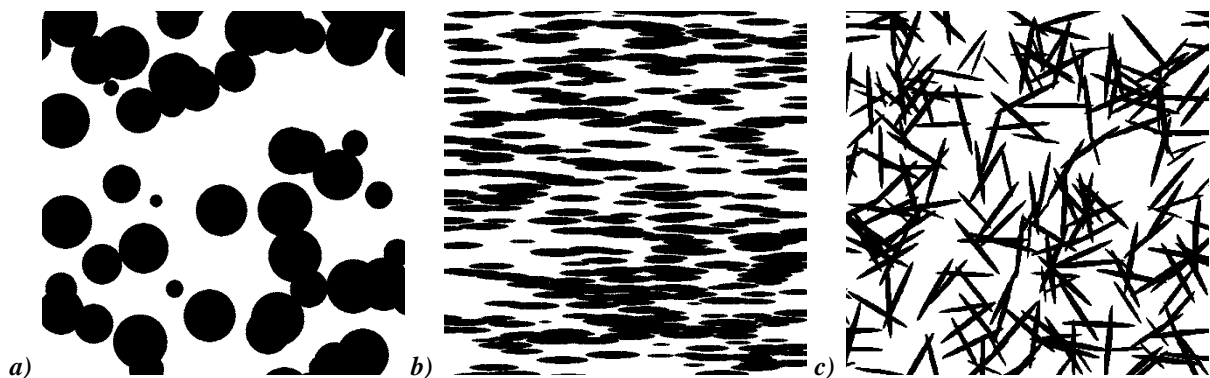


Figure III-14 : Microstructures modèles générées avec a) des sphères dispersées aléatoirement ; b) des ellipsoïdes orientées dans la même direction ; et c) des ellipsoïdes orientées aléatoirement

### III.4.2.Sensibilité des paramètres mesurés avec chaque méthode

Pour évaluer et comparer les deux méthodes, des microstructures modèles ont été générées en faisant varier un paramètre à la fois (dix images par jeu de paramètres). Par défaut, les images générées ont toutes des dimensions de  $1000 \times 1000$  pix.<sup>2</sup>. Les mesures d'intensité des bandes BI et AI, de distance inter-bande HM et SB, et de pente à l'origine C'0 ont été systématiquement réalisées. Les paragraphes suivants reprennent l'essentiel de ces mesures moyennées sur l'ensemble des images. Comme ces microstructures modèles ne présentent pas d'oscillations, les mesures ont été réalisées sur les images complètes.

#### III.4.2.1. Robustesse vis-à-vis de la préparation

Les deux méthodes ont été comparées sur les modèles générés avec les fonctions sinus et « saw ». Trois types de microstructure (chacun représentatif d'une attaque chimique plus ou moins prononcée ; la distance inter-bande,  $\lambda$  est gardée constante à 200 pixels) ont été créés :

1. les grains de martensite isolés les uns des autres par des joints de grains (Figure III-15a et Figure III-16a où la martensite a été érodée pour faciliter la visualisation) ; cette microstructure serait caractéristique d'un matériau sous-attaqué.
2. les grains de martensite sont connectés les uns aux autres (Figure III-15b et Figure III-16b) et forment de longues bandes (microstructure attendue après une bonne préparation métallographique illustrée sur la Figure III-17a).
3. les grains de martensite sont connectés mais les joints ferritiques sont également présents, cette microstructure (Figure III-15c et Figure III-16c où les joints de grains ont été dilatés pour l'illustration) est représentative d'un matériau sur-attaqué (dont un exemple sur un matériau réel est montré en Figure III-17b).

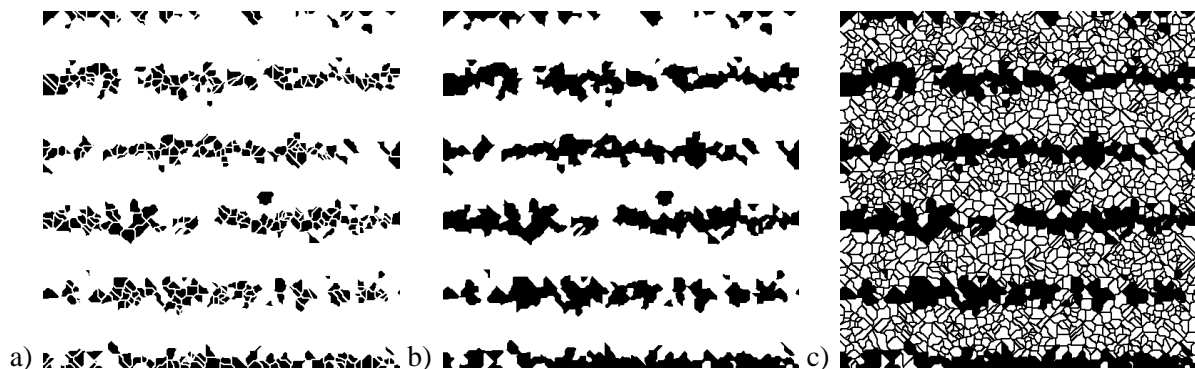
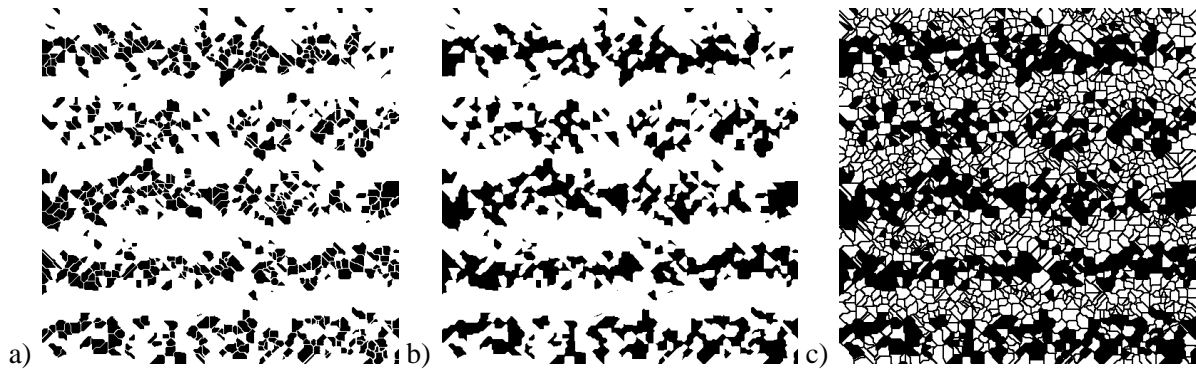
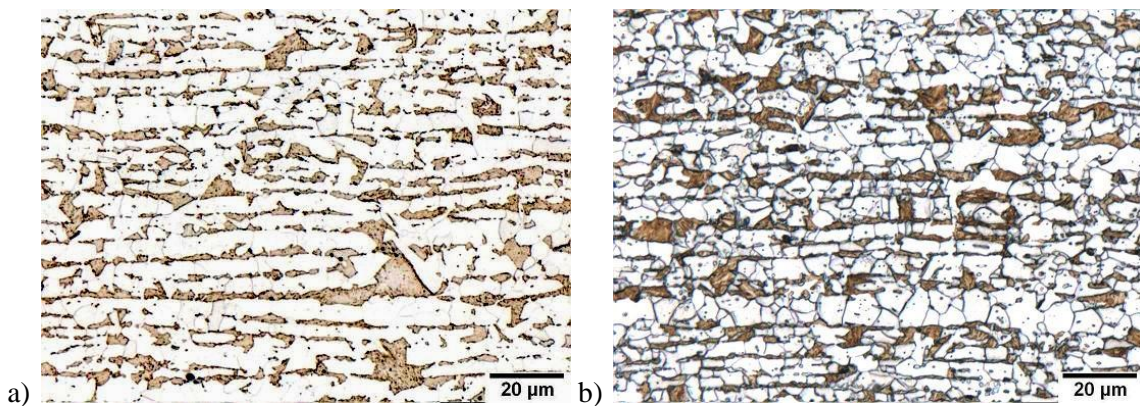


Figure III-15 : Microstructures modèles générées avec un modèle « Saw » ( $A=0.8$ ,  $B=4$  et  $C=0$ ) avec a) uniquement les grains martensitiques, b) la phase (grains + joints) martensitique et c) la phase martensitique et les joints de grain ferritiques



*Figure III-16 : Microstructures modèles générées avec un modèle sinus ( $V_v=30\%$   $\Delta V_v=60\%$ ) avec a) uniquement les grains martensitiques, b) la phase (grains + joints) martensitique et c) la phase martensitique et les joints de grain ferritiques*



*Figure III-17 : Micrographie obtenues a) après une bonne attaque chimique ; et b) après une sur-attaque chimique*

Pour chaque type de microstructure présenté en Figure III-15 et Figure III-16, les caractéristiques représentatives de l'intensité des bandes (BI et AI) et des distances inter-bandes (HM et SB) ont été mesurées et reportées en Figure III-18.

Comme attendu, l'intensité des bandes est plus forte avec les deux méthodes lorsque seule la phase martensitique est présente (une meilleure préparation donne de meilleurs résultats).

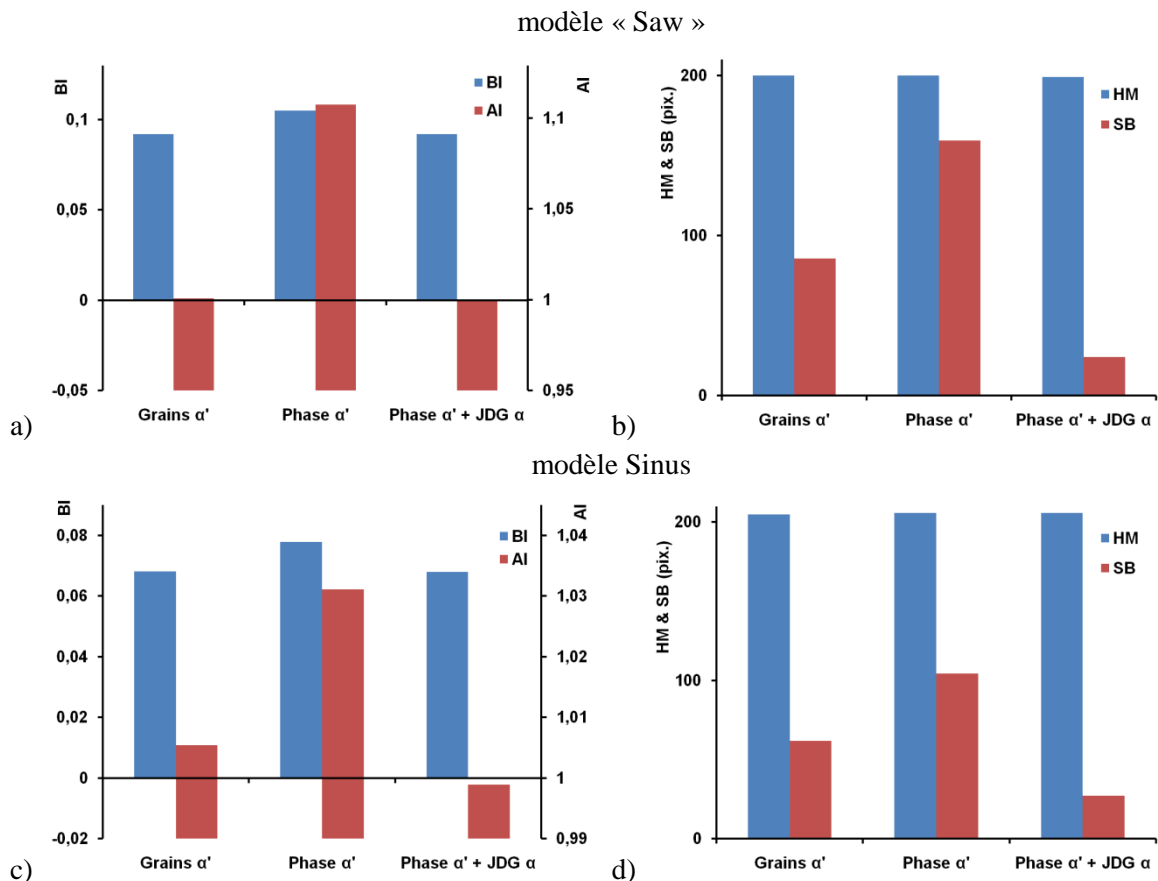
BI évolue entre 0,092 et 0,105 dans le cas du modèle « Saw » et entre 0,068 et 0,078 dans le cas du modèle sinus. Ces valeurs sont bien représentatives de structures en bandes. De plus, visuellement, on vérifie bien que les bandes des microstructures générées avec les paramètres du modèle « Saw » (Figure III-15) sont plus prononcées que celles du modèle sinus (Figure III-16).

Les valeurs de AI ne sont significativement différentes de 1 (i.e. mettent en évidence une structure en bande) que dans le cas de la préparation optimale. Tout artefact (par exemple un joint de grain peu ou trop révélé) introduit une erreur.

HM reste constant à 200 pixels quel que soit le modèle utilisé. SB va varier (comme vu précédemment) avec la connectivité des grains de la phase. Ce paramètre sous-évalue systématiquement la distance inter-bande. On remarque ici la sensibilité de SB à l'étalement de la phase et à l'apparition d'espaces entre les grains qui vont modifier considérablement les valeurs d'intercepts.

La norme ASTM spécifie qu'il est préférable de ne pas révéler les joints de grains lors de l'attaque chimique chimique, les résultats précédents confirment une importante sensibilité lorsqu'ils apparaissent sur les micrographies.

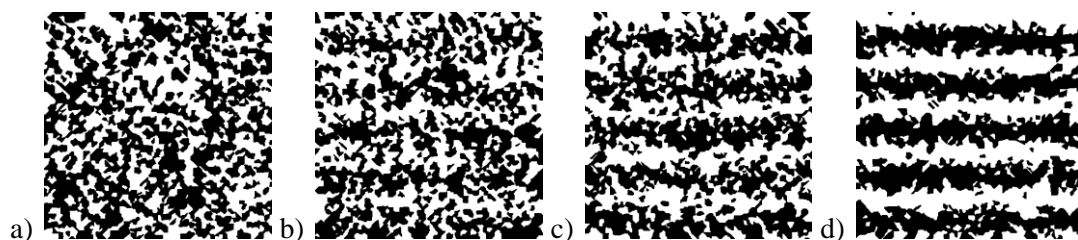
La méthode par recouvrement d'aires est donc plus robuste que celle par recherche d'intercepts. On note que pour les trois microstructures analysées, la norme ASTM n'est efficace que dans le cas de celle où la préparation est optimale. C'est pourquoi dans la suite nous n'utiliserons que cette configuration de microstructure pour comparer les deux méthodes.



**Figure III-18 : Evolution en fonction des paramètres visibles pour un modèle « Saw » ( $A=0.8, B=4, C=0$ ) de a) BI et AI, b) HM et SB, pour un modèle Sinus ( $V_v=30\%, \Delta V_v=60\%$ ) de c) BI et AI, d) HM et SB**

#### III.4.2.2. Sensibilité à l'intensité des bandes

La sensibilité des deux techniques à l'intensité des bandes a été comparée sur des microstructures modèles générées avec une fonction sinus à différentes intensités de bandes (fonction sinus,  $N_g = 2000$  germes,  $\lambda = 200$  pixels,  $V_v = 50\%$ ,  $\Delta\lambda = 0$  pixels). La Figure III-19 montre l'évolution microstructurale des modèles pour différentes valeurs de  $\Delta V_v$ .



**Figure III-19 : Microstructures modèles générées avec une fonction sinus,  $V_v=50\%$  et a)  $\Delta V_v=0\%$ , b)  $\Delta V_v=40\%$ , c)  $\Delta V_v=60\%$  et d)  $\Delta V_v=100\%$**

BI évolue linéairement en fonction de  $\Delta V_v^2$  (Figure III-20a). AI apparaît un peu moins sensible lorsque les bandes sont faiblement intenses.

Les microstructures modèles ont été générées avec la même distance inter-bande ( $\lambda=200$  pixels). Lorsque la microstructure est homogène, HM et SB sont représentatifs de la distance inter-particules. Lorsque l'intensité des bandes augmente, HM devient très rapidement représentatif de la distance inter-bande vraie. Les valeurs de SB calculées sont toujours inférieures à la valeur vraie quels que soient l'intensité des bandes et le taux de phase. On note une tendance à l'augmentation de SB avec l'augmentation de l'intensité des bandes. Cette tendance peut s'expliquer par l'augmentation de la connexion des grains (qui est observable sur les images de la Figure III-19) et donc la diminution du nombre d'intercepts verticaux mesuré.

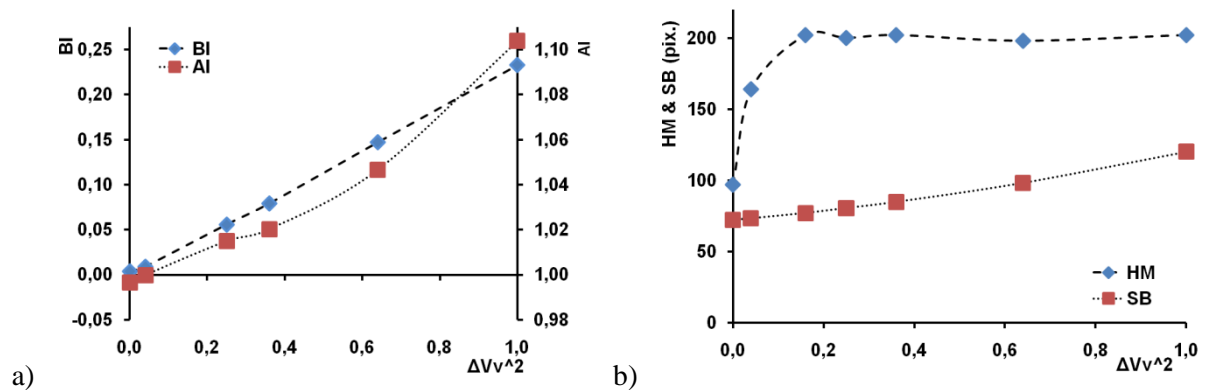


Figure III-20 : Evolution en fonction de  $\Delta V_v^2$  de a) BI et AI, b) HM et SB

### III.4.2.3. Sensibilité à la fraction volumique

La sensibilité des deux méthodes à l'évolution de la fraction volumique a été mise en évidence. Des taux de phase de 20%, 30% et 50% ont été utilisés (images respectives Figure III-21a-b-c). Les paramètres suivant ont été gardés constants : fonction sinus,  $N_g = 2000$  germes,  $\lambda = 200$  pixels,  $\Delta V_v = 40\%$ ,  $\Delta \lambda = 0$  pixels.

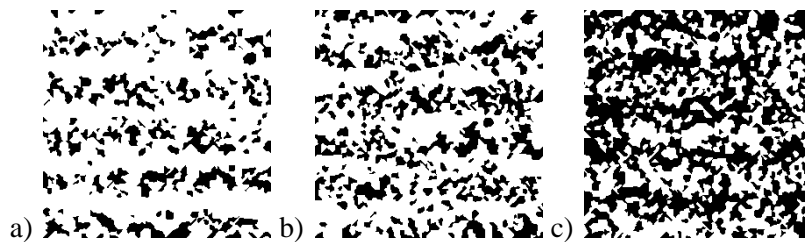


Figure III-21 : Microstructures modèles générées avec une fonction sinus avec  $\Delta V_v=40\%$  et a)  $V_v=20\%$ , b)  $V_v=30\%$ , et c)  $V_v=50\%$

BI et HM restent quasiment constants en fonction de la fraction volumique (Figure III-22a-b). Par contre, AI et SB diminuent en fonction du taux de phase, car à faible taux de phase le nombre d'intercepts horizontaux est plus faible qu'à taux de phase plus élevé.

Le graphique de la Figure III-22d montre la superposition de SB et de  $-1/C'0$ . Les valeurs des deux grandeurs sont identiques. Cette tendance sera retrouvée dans l'application des méthodes sur les

microstructures réelles (§ III.5). SB n'est donc pas réellement une mesure de distance inter-bande mais plutôt une mesure liée au périmètre des particules projeté horizontalement (ceci est discuté dans le paragraphe §III.4.2.5). Les mesures réalisées par la méthode des covariogrammes permettent de séparer l'effet de la complexité de la microstructure de celui de la distance inter-bande (voir §III.4.2.5).

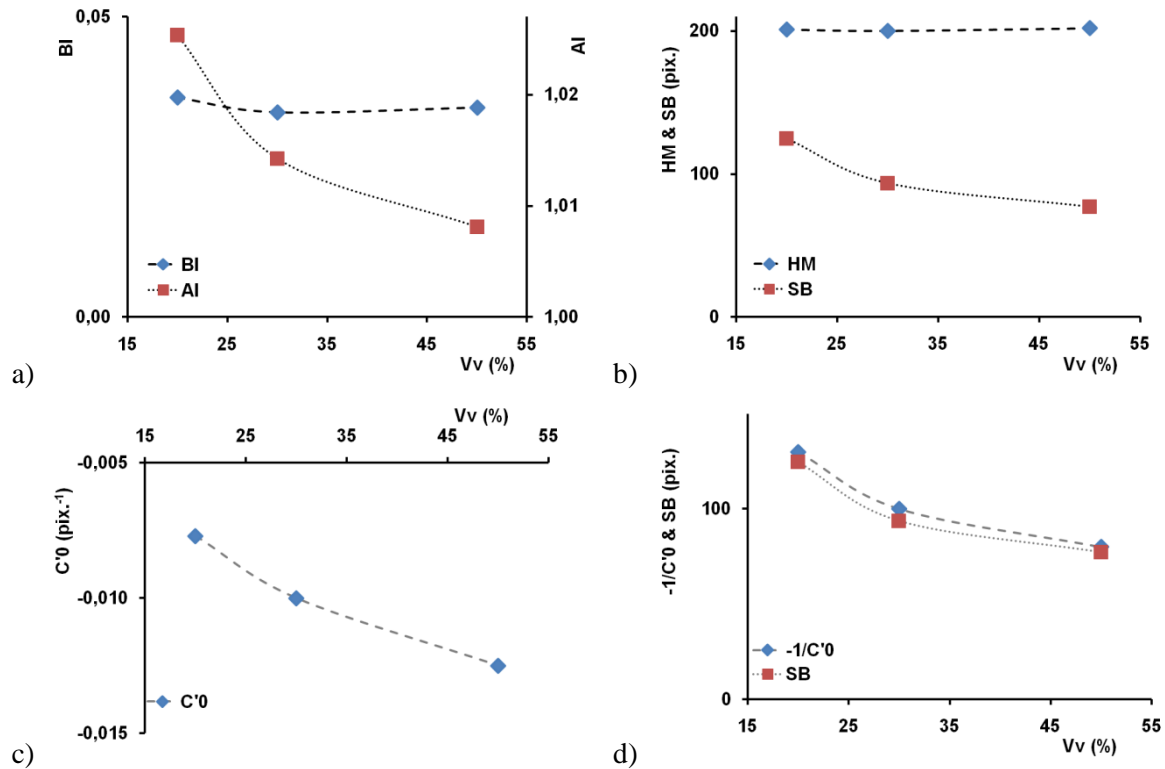


Figure III-22 : Evolution en fonction de la fraction volumique de a) BI et AI, b) HM et SB, c) C'0, et d) -1/C'0 et SB

#### III.4.2.4. Sensibilité à la dispersion de la distance inter-bande

Plusieurs microstructures modèles ont été générées avec un modèle « Saw », en variant la dispersion de la distance inter-bande  $\Delta\lambda$  (paramètres constants :  $N_g = 2000$  germes,  $\lambda = 200$  pixels,  $V_v = 30\%$ ,  $\Delta V_v = 60\%$ ). Les images a, b, c et d de la Figure III-23 ont été paramétrées avec des valeurs respectives de  $\Delta\lambda$  de 0 pixels, 50 pixels, 100 pixels et 150 pixels.

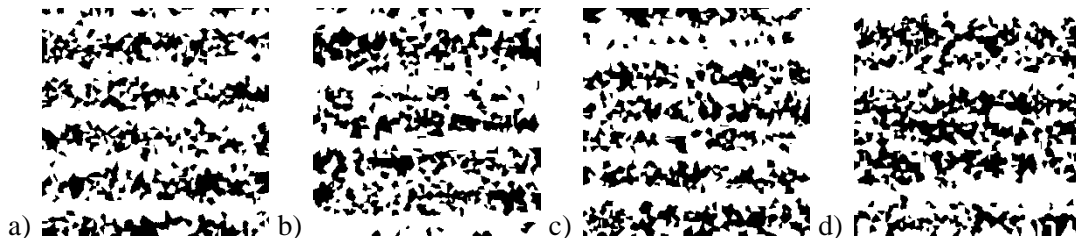


Figure III-23 : Microstructures générées avec une fonction sinus et une variation de  $\Delta\lambda$  de a) 0 pixels, b) 50 pixels, c) 100 pixels, d) 150 pixels

La Figure III-24a montre l'évolution de BI et de AI en fonction de la dispersion  $\Delta\lambda$  sur la distance inter-bande  $\lambda$ . BI décroît sensiblement et inversement proportionnellement à  $\Delta\lambda$ . AI commence par décroître puis augmente avec  $\Delta\lambda$ . Cette variation est difficilement explicable.

HM décroît lorsque  $\Delta\lambda$  augmente alors que SB reste constant (le nombre d'intercepts verticaux change peu d'une microstructure à l'autre).

Ces évolutions posent le problème de la définition d'une structure en bande, en effet, une microstructure dont les bandes sont espacées régulièrement est-elle « plus en bandes » que la microstructure obtenue avec les mêmes bandes séparées de manière plus irrégulière ?

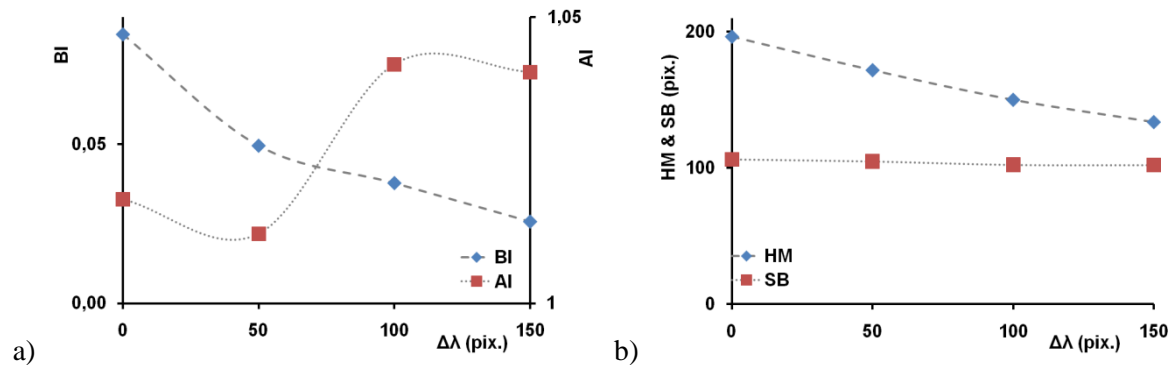


Figure III-24 : Evolution en fonction de la dispersion de la distance inter-bande  $\Delta\lambda$  de a) BI et AI, et b) HM et SB

#### III.4.2.5. Sensibilité à la finesse de la microstructure

Différents nombres de germes  $N_g$  ont été paramétrés au moment de la génération des microstructures modèles pour obtenir des microstructures plus ou moins fines (modèle sinus, paramètres constants :  $\lambda = 200$  pixels,  $V_v = 30\%$ ,  $\Delta V_v = 40\%$ ,  $\Delta\lambda = 0$  pixels). Les images de la Figure III-25a, b, c et d ont été générées respectivement avec 10000, 5000, 2000 et 500 germes.

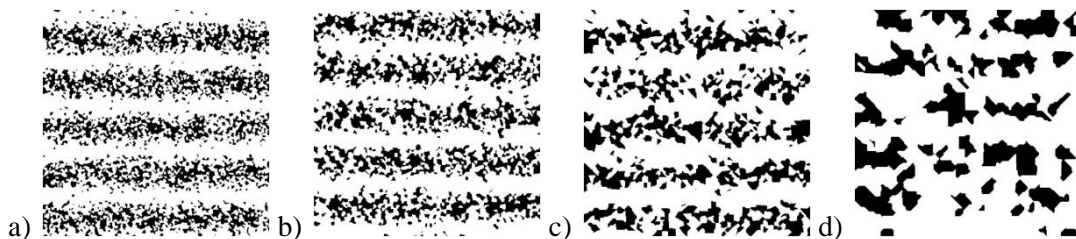


Figure III-25 : Images binaires générés avec a) 10000 germes, b) 5000 germes, c) 2000 germes, et d) 500 germes

Les diamètres moyens équivalents ont été calculés avec la formule suivante :

$$D = 2 \sqrt{\frac{\bar{S}}{\pi}}$$

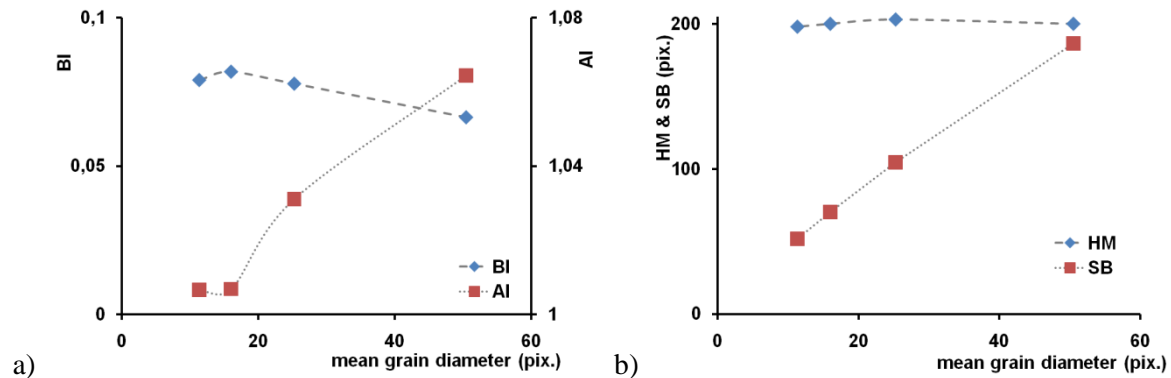
avec  $\bar{S}$  la surface moyenne de grains (surface totale de l'image divisée par le nombre de germes).

BI est relativement constant lorsque la taille des grains est fine et décroît lorsque les grains sont plus grands. A l'inverse, AI est très petit (proche de valeurs représentatives de microstructures homogènes) et croît avec l'augmentation du diamètre moyen équivalent. Cette variation s'explique par les



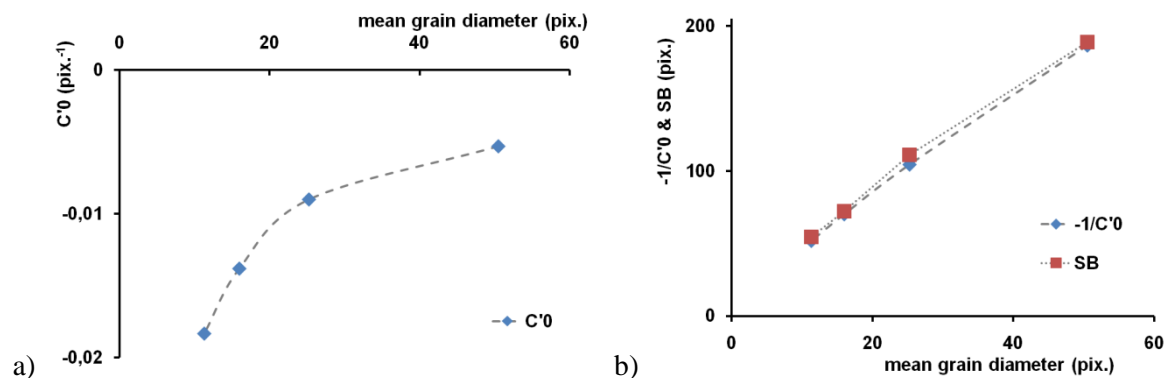
nombre d'intercepts horizontaux et verticaux mesurés quasiment équivalents pour une microstructure fine. Le nombre d'intercepts verticaux est plus important par rapport aux horizontaux lorsque la microstructure est plus grossière.

La Figure III-26b montre les évolutions de HM et SB mesurées sur les microstructures de la Figure III-25. HM est constant à environ 200 pixels quel que soit le diamètre moyen équivalent. SB augmente proportionnellement jusqu'à quasiment la valeur vraie obtenue pour la microstructure la plus grossière.



**Figure III-26 : Evolution en fonction du diamètre moyen équivalent des particules de a) BI et AI, b) HM et SB**

La mesure de  $C^0$  sur les covariogrammes de ces mêmes microstructures (Figure III-27a) nous donne une information supplémentaire sur la finesse de la microstructure.  $C^0$  est faible pour des microstructures fines et augmente avec le diamètre moyen équivalent. Les valeurs de SB ont été comparées à  $-1/C^0$  (Figure III-27b), les deux courbes sont identiques.



**Figure III-27 : Evolution en fonction du diamètre équivalent des particules a) de  $C^0$  ; b)  $-1/C^0$  et SB**

Pour expliquer les tendances similaires de SB et  $-1/C^0$ , il faut revenir à leurs définitions. Considérons par exemple le disque illustré en Figure III-28a et son translaté verticalement d'un vecteur  $\vec{b}$  (de module la distance entre deux pixels) de la Figure III-28b (la surface érodée lors de l'intersection avec l'image initiale apparaît en rouge). La distance inter-bandes sera déterminée par la méthode normalisée par :

$$SB = \frac{L_t}{N_{\perp}} = \frac{N_T \times b}{N_{\perp}}$$

avec  $L_t$  défini comme le produit du nombre total de pixels dans l'image  $N_T$  par la distance entre pixel, et  $N_{\perp}$  le nombre d'intercepts verticaux.  $C'0$  va mesurer la diminution de la fraction surfacique par longueur de translation, soit :

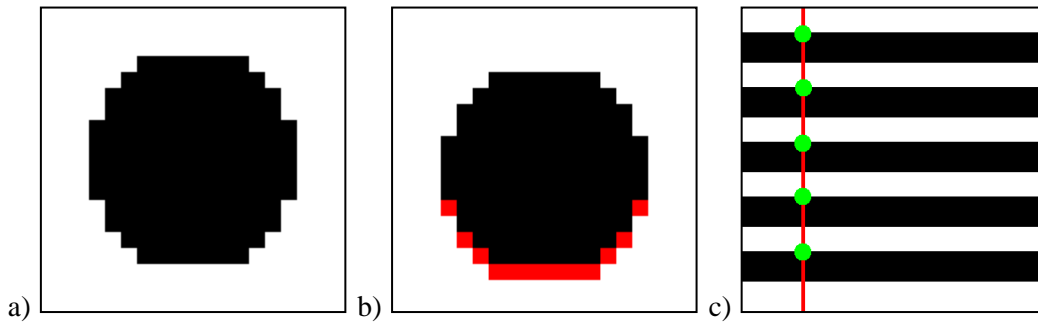
$$C'0 = \frac{V_V(X + \vec{b}) - V_V(X)}{b}$$

la surface  $V_V(X + \vec{b}) - V_V(X)$  représente les pixels rouges sur l'image b de la Figure III-28,

$$C'0 = \frac{\frac{N(X) - N_{\perp}}{N_T} - \frac{N(X)}{N_T}}{b}$$

où  $N(X)$  est le nombre de pixels de la phase X, donc :

$$C'0 = -\frac{N_{\perp}}{b \times N_T} = -\frac{1}{SB}$$



**Figure III-28 : a) disque et b) disque translaté verticalement d'un vecteur  $\vec{b}$  (de module la distance entre pixels) avec en rouge la partie perdue lors de l'intersection avec l'image initiale ; c) bandes parfaites intersectées par une ligne test**

Comme  $C'0$  est calculé sur la moyenne des quatre premières translations,  $C'0$  sera toujours légèrement inférieur à SB. SB n'est en fait représentatif de la distance inter-bande que dans le cas de bandes parfaites comme illustré en Figure III-28c.

L'évolution de  $C'0$  (et donc de SB) reste toutefois subtile à analyser. Le graphique de la Figure III-29 montre les valeurs de  $C'0$  mesurées à même taux de phase sur différents types de microstructures (ellipses orientées verticalement, horizontalement et aléatoirement, sphères de différents diamètres).  $C'0$  aura, par exemple, une valeur inférieure pour les ellipses orientées horizontalement que pour les mêmes ellipses orientées verticalement (même image tournée de  $90^\circ$ ). En comparant les valeurs obtenues sur les sphères, on remarque que  $C'0$  est sensible à la finesse de la microstructure.  $C'0$  évolue en fonction du périmètre projeté et de la complexité des particules dans la direction perpendiculaire à  $\vec{h}$

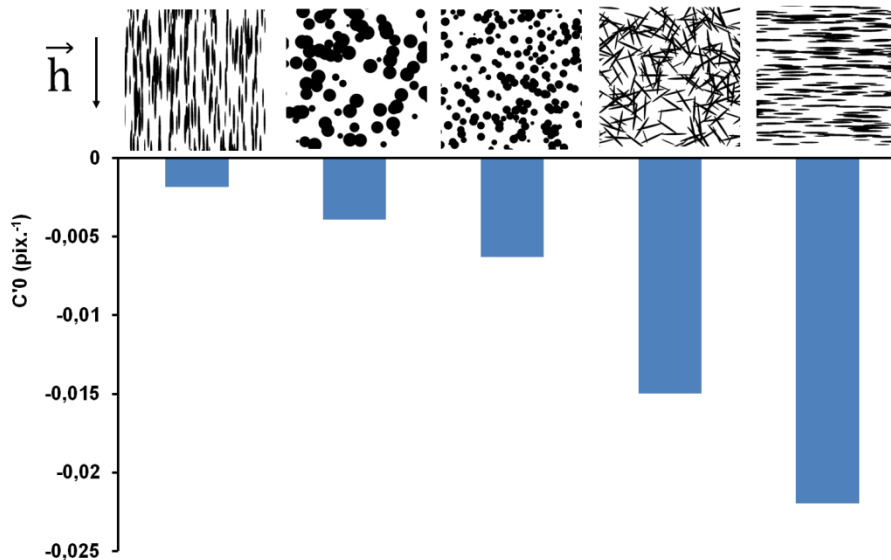


Figure III-29 : Evolution de SB pour différentes microstructures

### III.5. Application aux microstructures réelles

La comparaison des deux méthodes sur des images modèles a montré que la méthode des covariogrammes est plus sensible et robuste que la méthode normalisée. Nous avons alors comparé ces méthodes sur des microstructures réelles obtenues après un cycle thermique sur des matériaux présentant différents taux de ségrégation. Nous avons pu ainsi mettre en évidence que la méthode des covariogrammes est également sensible sur des microstructures réelles. Pour ne pas privilégier a priori la méthode des covariogrammes, la plus grande attention a été prise pour ne pas révéler les joints de grains lors de l'attaque chimique.

#### III.5.1. Cycles thermomécaniques

Pour étudier l'influence du taux de ségrégation sur l'intensité des bandes, trois cycles thermomécaniques, illustrés en Figure III-30, ont été définis à l'aide des calculs de diffusion du chapitre II.2.2. Le cycle 1 (appelé cycle standard dans la suite) est composé des étapes suivantes :

- 60% de laminage à froid
- chauffage à 10°C/s jusqu'à 870°C/s
- maintien à 870°C pendant 100 s
- refroidissement à -10°C/s jusqu'à 650°C
- maintien à 650°C pendant 30 s
- trempe à l'hélium.

Pour les cycles 2 et 3, des maintiens isothermes, respectivement à 1000°C et 1200°C pendant une heure, ont été réalisés avant les étapes du cycle 1. Théoriquement, les amplitudes des ségrégations en manganèse ont été réduites de 70% avec le cycle 2, et sont quasiment nulles après le cycle 3. Les microstructures obtenues après ces trois cycles sont montrées en Figure III-31. Elles ont été révélées par une attaque Vilella. Les taux de phase sont d'environ 30-35% pour chacune des microstructures.

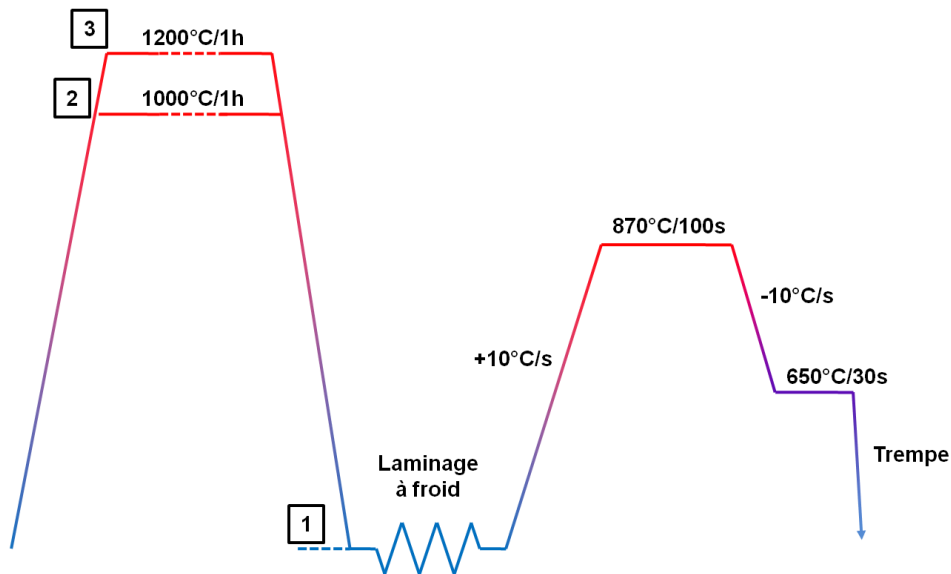


Figure III-30 : Cycles thermomécaniques appliqués aux échantillons

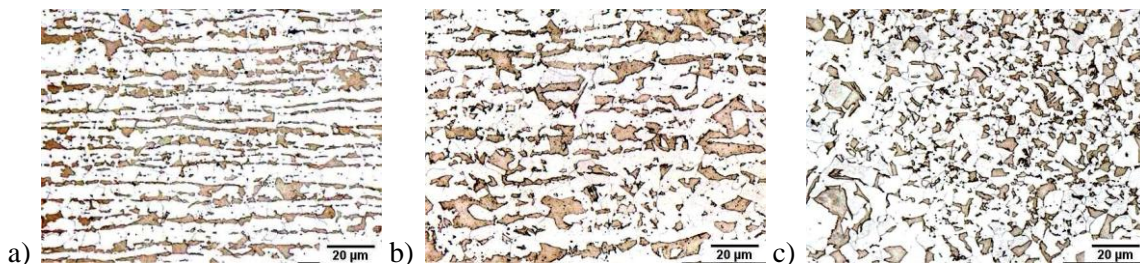


Figure III-31 : Microstructures obtenues après les cycles thermomécaniques a) 1, b) 2, et c) 3

### III.5.2. Analyse de la topologie des bandes

Les graphiques de la Figure III-32 reportent les valeurs des paramètres mesurés avec la méthode des covariogrammes et celle de l'ASTM.

BI et AI diminuent de manière comparable avec l'intensité de la ségrégation chimique. Comme attendu, le matériau initial a une microstructure en bande plus intense que les autres matériaux. Le matériau traité à 1200°C pendant une heure a bien été homogénéisé, son indice de bande mesuré avec les deux méthodes est très faible. Le matériau traité une heure à 1000°C présente bien des bandes ce qui confirme que les ségrégations ont été seulement partiellement atténuées. Ces résultats sont en accord avec les calculs de diffusion du chapitre §II.2.2

La distance inter-bande est évaluée de la même manière avec les deux méthodes. Ces résultats montrent que si la préparation métallographique est optimale pour l'ASTM, on retrouve les mêmes tendances. Elle augmente de  $5.1 \pm 0.2 \mu\text{m}$  (mesuré avec le covariogramme,  $5.2 \pm 0.1 \mu\text{m}$  avec l'ASTM) à  $7.6 \pm 0.4 \mu\text{m}$  ( $7.8 \pm 0.2 \mu\text{m}$  avec l'ASTM) entre le matériau initial et le matériau traité une heure à 1000°C. Sur le matériau homogène, la distance inter-particules est mesurée à  $6.4 \pm 0.2 \mu\text{m}$  ( $7.2 \pm 0.3 \mu\text{m}$  avec l'ASTM). HM varie entre chaque cycle car les traitements thermiques avant laminage à froid modifient la taille de grain. L'influence de la taille de grain sur la structure en bandes est traitée plus en détail dans le Chapitre IV.

L'évolution de C'0 confirme l'impression visuelle donnée des micrographies de la Figure III-31a-b. La microstructure obtenue après le cycle 1 apparaît plus fine qu'après le cycle 2. L'absence

d'anisotropie dans la microstructure homogène, obtenue après le cycle 3, rend la comparaison directe avec les autres microstructures moins évidente. La valeur du périmètre projeté des particules dans la direction parallèle à  $\vec{h}$  (le vecteur  $\vec{h}$  est vertical, perpendiculaire à la direction de déformation dans notre cas) est supérieure après le cycle 1 que le cycle 3.

Comme montré sur les microstructures modèles, SB est quasiment identique à  $-1/C'0$ , ce qui rend l'interprétation de SB ambiguë.

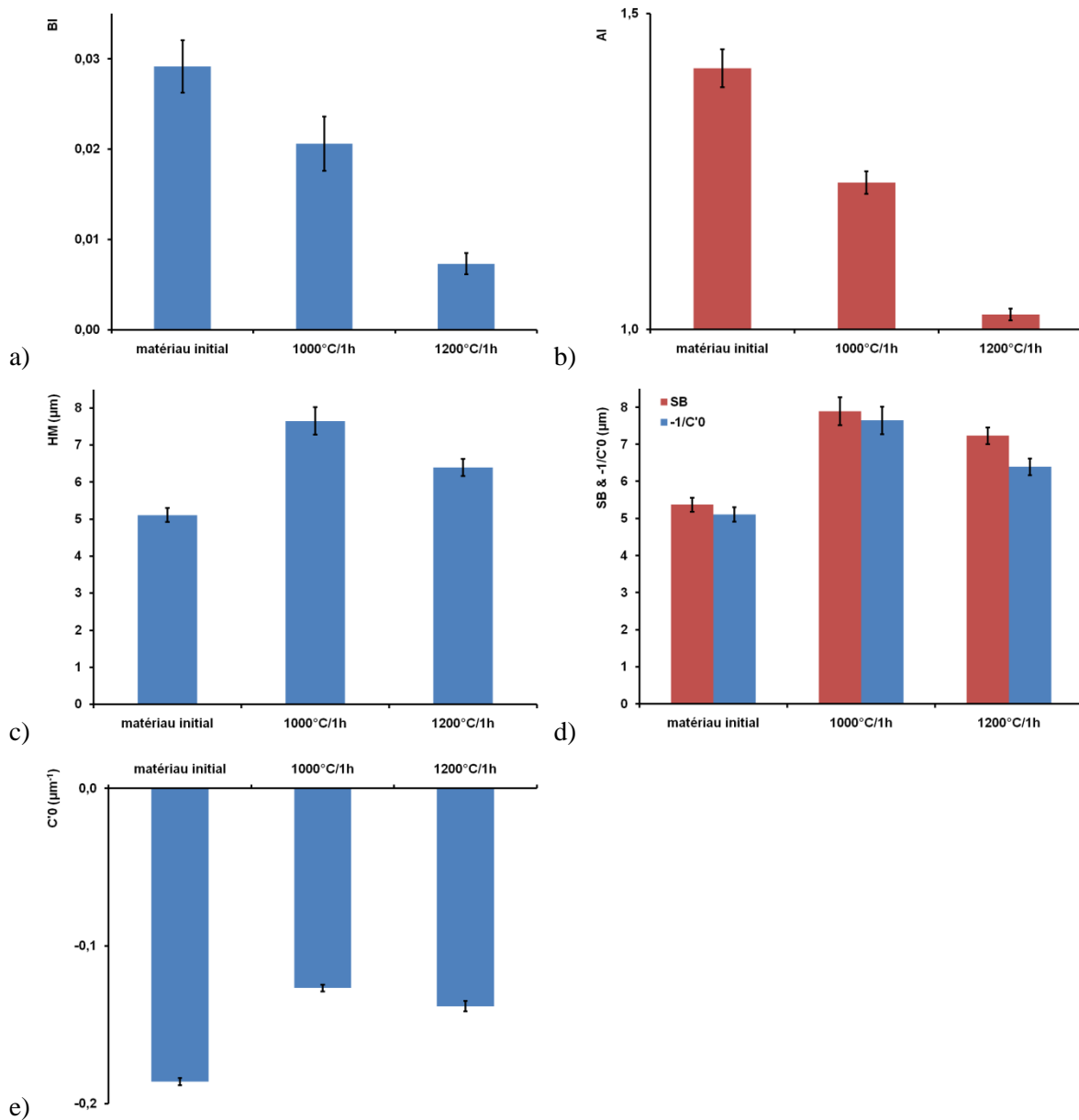


Figure III-32 : Valeurs de a) BI, b) AI, c) HM, d) SB et  $-1/C'0$ , et e)  $C'0$  pour les différents matériaux traités

### **III.6. Conclusion**

Nous avons proposé une nouvelle méthode basée sur les covariogrammes pour analyser la topologie des structures en bandes. Cette méthode sépare l'intensité, la périodicité et la complexité (taille et forme) de la microstructure. Comparé à la norme ASTM, dans sa version automatisée implantée de manière originale, la méthode des covariogrammes est plus robuste vis-à-vis de la préparation métallographique. En effet, la méthode de l'ASTM est sensible, par exemple, à la présence de joints de grain ou à la connexion des particules. Elle n'est efficace que dans le cas d'une préparation parfaite. Nous avons mis en évidence l'ambiguïté de la définition du paramètre SB (distance inter-bandes).

La méthode des covariogrammes est plus sensible pour dégager l'influence des différents paramètres du procédé sur la microstructure. Dans la suite, nous n'utiliserons plus que cette méthode pour quantifier la topologie de nos microstructures.

---

## **Chapitre IV**

### **Mécanismes de formation des bandes**

---





## IV.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous étudions les mécanismes de formation des bandes. La première partie du chapitre est consacrée à la définition d'un cycle de référence. Ce cycle permet dans une seconde partie de comparer les cinétiques de transformation ou de mise en place de la structure en bandes dans des échantillons homogènes et ségrégués. En variant les paramètres du cycle de référence, nous avons déterminé leurs influences sur la formation de la structure en bandes.

En tout, près de 150 traitements thermiques ont été réalisés sur le dilato-plastomètre d'ARCELORMITTAL. Dans l'ensemble de ce chapitre, on fait l'hypothèse que les trempes réalisées lors des traitements thermiques sont parfaites et que la martensite observée à température ambiante est l'image de l'austénite à haute température juste avant la trempe. Les microstructures ont été caractérisées par microscopie optique, EBSD ou analyse chimique à la microsonde. Les structures en bandes ont été quantifiées par la méthode d'analyse de la fonction de covariance (présentée au Chapitre III). L'ensemble de ces informations permet d'expliquer, en fonction de différents paramètres, les mécanismes de formation des structures en bandes.

## IV.2. Définition d'un cycle thermique de référence

### IV.2.1. Traitement thermique d'obtention de la structure Dual Phase type

Différents procédés permettent de former une structure Dual Phase ferrite-martensite. Tous ont en commun une austénitisation complète suivie d'un refroidissement contrôlé terminé par une trempe. Le cycle thermique de référence qui a été sélectionné pour cette étude s'inspire du cycle industriel. Il est schématisé en Figure IV-1. Après le laminage à froid et la découpe, l'échantillon est chauffé à une vitesse constante de  $10^{\circ}\text{C/s}$  jusqu'à une température  $T_{\gamma}$  dans le domaine austénitique  $\gamma$  et y est maintenu pendant 100 secondes (durée facilement maîtrisable sans être trop longue pour limiter le temps total du traitement). A la fin de ce palier isotherme, l'échantillon complètement austénitisé subit un refroidissement continu à une vitesse  $\rho_c$  pour atteindre un second palier isotherme dans le domaine austénite-ferrite d'une durée  $t_{\alpha}$  à une température  $T_{\alpha}$ . C'est pendant cette étape qu'apparaît la ferrite, la durée du palier permettant de contrôler sa fraction volumique. Le traitement est interrompu par trempe au gaz pour transformer l'austénite restante en martensite  $\alpha'$ . L'objectif est d'obtenir entre 20 et 30% de martensite et une microstructure relativement fine.

La vitesse de chauffage et le temps de maintien dans le domaine austénitique sont relativement représentatifs des traitements industriels et sont fixés pour toute l'étude. La variation des quatre autres paramètres du procédé permet de modifier les microstructures finales:

- $T_{\gamma}$  permet d'ajuster la taille de grain austénitique
- $\rho_c$ ,  $T_{\alpha}$  et  $t_{\alpha}$  permettent d'étudier les cinétiques de transformation et de croissance de la ferrite

Dans le cycle de référence,  $\rho_c$  est fixé à  $-10^{\circ}\text{C/s}$  (valeur proche des conditions industrielles et facilement contrôlable avec le dilato-plastomètre). Nous allons alors déterminer les valeurs des températures  $T_{\gamma}$  et  $T_{\alpha}$  permettant d'obtenir, pour la première, une austénitisation complète en conservant une taille de grains austénitique réduite ; pour la seconde, un taux suffisant de ferrite sans apparition de la perlite.

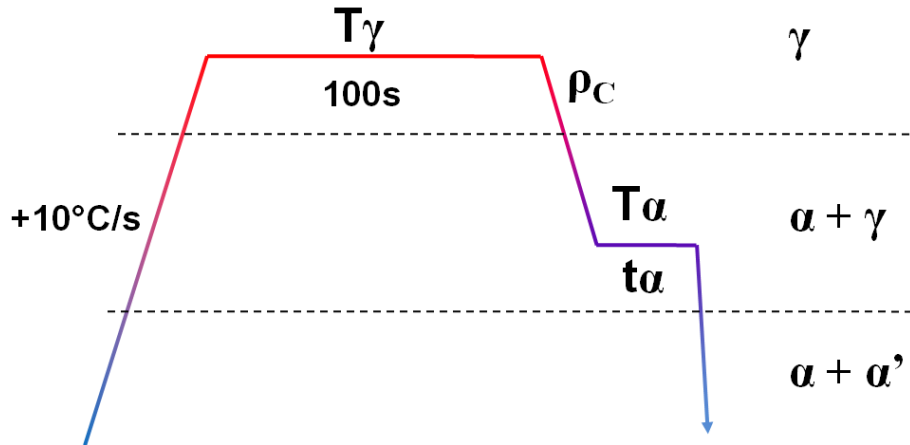
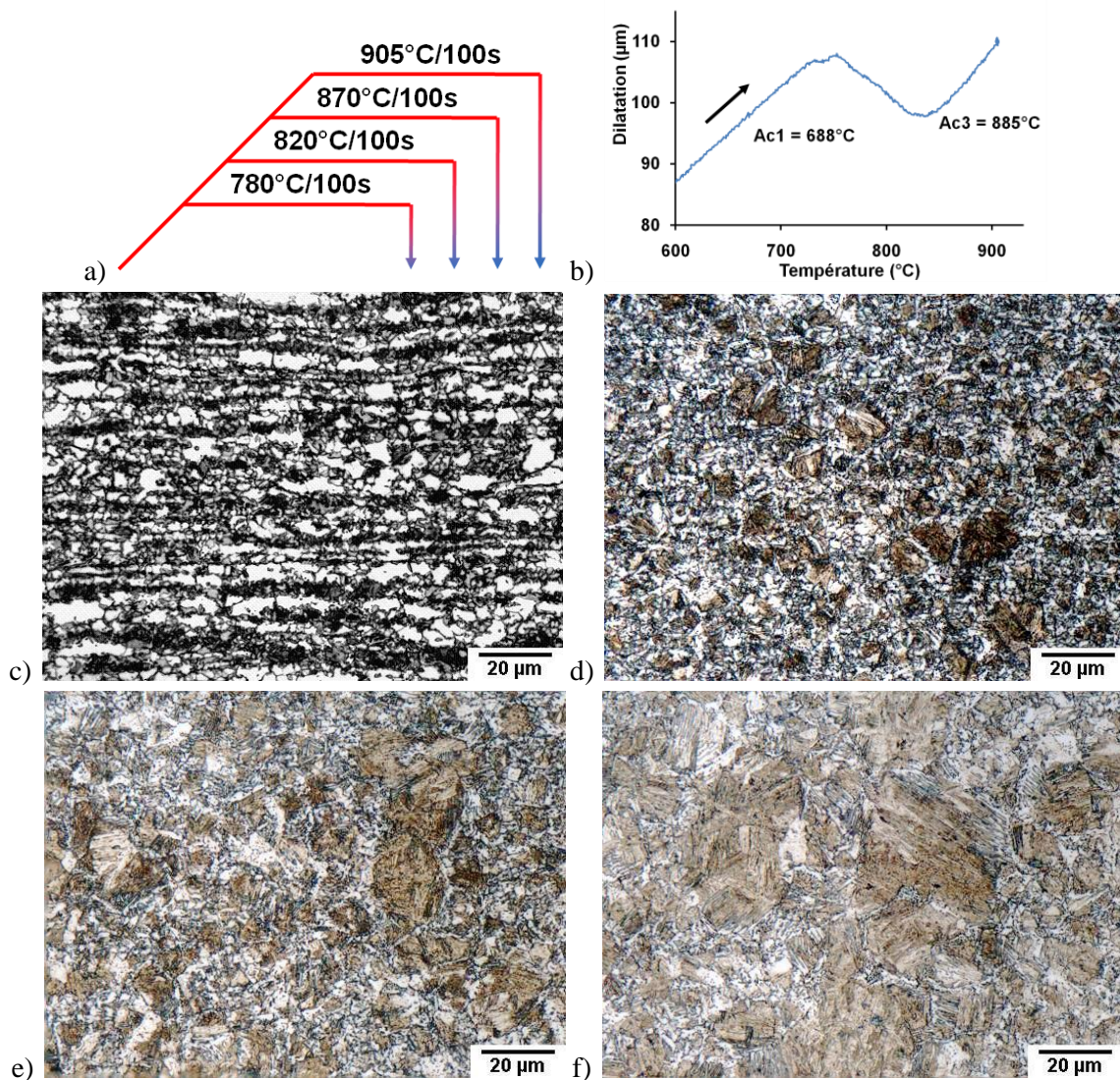


Figure IV-1 : Schéma du cycle standard

#### IV.2.2. Détermination de la température d'austénitisation de référence

Nous avons d'abord déterminé une température  $T_\gamma$  permettant l'obtention d'une microstructure fine et complètement austénitisée en 100 secondes (si  $T_\gamma$  est trop basse l'austénitisation ne sera pas complète, si  $T_\gamma$  est trop haute la microstructure austénitique sera grossière). Les micrographies c, d, e et f de la Figure IV-2 ont été obtenues après des traitements, schématisés en Figure IV-2a, de 100 secondes à des valeurs de  $T_\gamma$  respectivement de 780°C, 820°C, 870°C et 905°C suivis d'une trempe. Les microstructures ont été révélées par une attaque chimique au nital.

La température  $Ae_3$  pour notre alliage est de 810°C (voir § II.2.1.1). Sur la courbe de dilatation du chauffage jusqu'à 905°C, la température  $Ac_3$  (température à laquelle l'échantillon est entièrement austénitisé) est évaluée à 885°C (Figure IV-2b). L'analyse des micrographies montre qu'un maintien de 100 secondes à 870°C permet une austénitisation complète tout en gardant une taille de grain fine. La température d'austénitisation de référence retenue est donc 870°C. Après cette austénitisation, le diamètre moyen des grains  $\gamma$  est d'environ 10  $\mu\text{m}$ . Pour obtenir des tailles de grain plus importantes, nous augmenterons la valeur de  $T_\gamma$ .

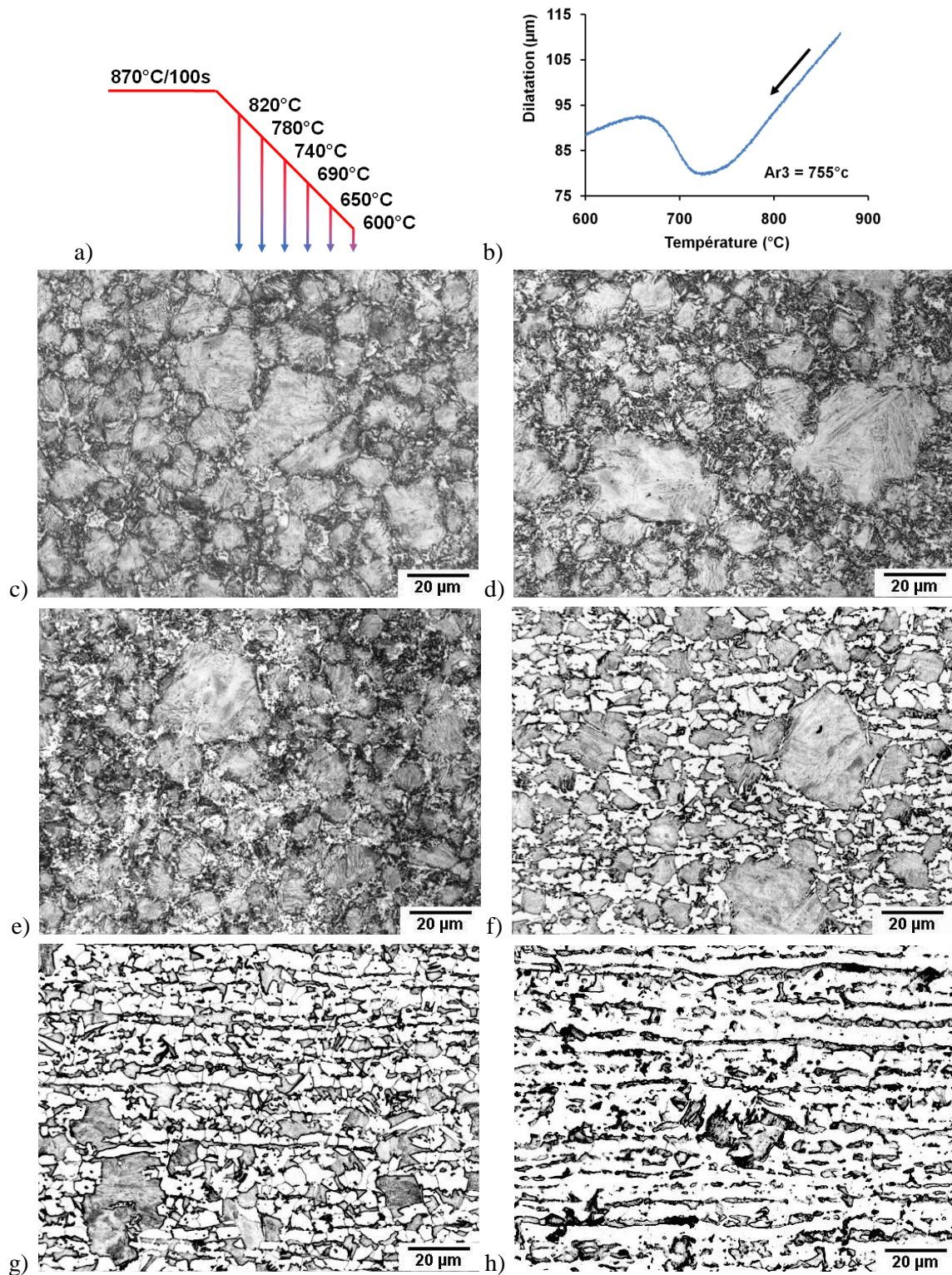


**Figure IV-2 :** Microstructures obtenues après les traitements thermiques schématisés en a) consistant en une austénitisation de 100 secondes à c) 780°C ; d) 820°C ; e) 870°C ; f) 905°C suivi d'une trempe ; et b) sélection d'une courbe de dilatométrie lors d'un chauffage à 10°C/s jusqu'à 905°C

### IV.2.3. Détermination de la température de formation de la ferrite

La transformation de l'austénite en ferrite se contrôle « facilement » lors d'une transformation isotherme à une température  $T_{\alpha}$ . Cette température doit permettre d'obtenir un taux de martensite final proche de 30% (taux proche des nuances utilisées dans le secteur automobile) et d'éviter la formation de perlite dans des cinétiques de transformation raisonnables. De plus cette valeur est favorable pour l'apparition de connexité des phases (voir Chapitre V). Pour former beaucoup de ferrite (~70%), il faut une force motrice de transformation importante, et donc une température de transformation assez basse. Elle a été déterminée en suivant l'évolution microstructurale lors de refroidissements continus (après austénitisation) à la vitesse,  $\rho_C$ , de  $-10^{\circ}\text{C/s}$  (appelée aussi, dans la suite, refroidissement lent ou RL) interrompu par trempe à différentes températures (schématisé en Figure IV-3a). Les micrographies de la Figure IV-3c-d-e-f-g-h ont été révélées par une attaque au picral (les images ont été acquises en mode noir et blanc).

Jusqu'à 740°C, la structure est entièrement martensitique. La distribution de taille des grains austénitiques est hétérogène. C'est entre 740°C et 690°C que la ferrite germe. Sur la sélection de la courbe de dilatométrie de la Figure IV-3b, la température de début de transformation austénitique a été mesurée à 755°C (cette température de transformation est surévaluée car les tiges de maintien de l'échantillon absorbent de la chaleur lors du traitement ; la ferrite germe donc plus tôt aux extrémités). A 690°C, elle semble entourer (mouiller) les anciens joints de grain austénitiques. Localement les grains de ferrite s'allongent et se connectent. A 650°C, la structure en bandes est déjà bien formée mais certains gros îlots de martensite sont encore présents. A 600°C, La ferrite et la martensite forment alternativement des bandes isolées très fortement connectées. A cette température, de la perlite commence à apparaître très rapidement (voir §IV.6), il sera donc difficile d'obtenir des taux précis de ferrite et de martensite. La température  $T_{\alpha} = 650^{\circ}\text{C}$  est un bon compromis pour obtenir le taux de phase souhaité et étudier la formation des bandes. A 650°C, lors du refroidissement continu, il reste plus de 40% d'austénite. Un second palier isotherme est nécessaire pour obtenir le taux de phase désiré.



**Figure IV-3 : Microstructures obtenues au cours d'un refroidissement continu, depuis le domaine austénitique, schématisé en a) suivi d'une trempe à c) 820°C ; d) 780°C ; e) 740°C ; f) 690°C ; g) 650°C ; h) 600°C ; et b) sélection d'une courbe de dilatométrie mesurée lors d'un refroidissement 10°C/s depuis 870°C jusqu'à 600°C**

### IV.3. Mécanismes d'évolutions microstructurales

Les résultats précédents nous ont permis de définir un cycle de référence ( $T_\gamma = 870^\circ\text{C}$ ,  $T_\alpha = 650^\circ\text{C}$ ) permettant l'étude des mécanismes de formation des structures en bandes. Dans cette partie, nous allons réaliser différents cycles de références suivis de palier isothermes à  $650^\circ\text{C}$  sur le matériau ségrégué et le matériau homogénéisé et comparer les évolutions microstructurales et topologiques dans les deux cas.

#### IV.3.1. Evolution microstructurale

Pour étudier les mécanismes et les cinétiques d'apparition des bandes, des échantillons ségrégués et homogènes ont été traités suivant le cycle de référence interrompu, par trempe, à différents temps  $t_\alpha$  (illustrés en Figure IV-4a et en Figure IV-5a). Avant laminage à froid, le matériau homogène a été traité 1 heure à  $1200^\circ\text{C}$  (conditions suffisantes d'après les résultats des calculs de diffusion du chapitre §II.2.2.2 pour supprimer les ségrégations chimiques).

Les cinétiques de transformation au cours du refroidissement et du maintien à  $650^\circ\text{C}$  de chacun des matériaux sont superposées sur la Figure IV-6. On note que les deux courbes sont relativement parallèles, et qu'à même  $t_\alpha$ , il y a environ 10% de martensite en moins dans le matériau homogène que dans l'échantillon ségrégué. Lors du palier isotherme à  $650^\circ\text{C}$ , pour les deux matériaux, il reste de la force motrice pour la croissance de la ferrite.

En comparant les températures  $A_{r3}$  (début de transformation ferritique) mesurées sur les courbes de dilatométrie (Figure IV-3b et Figure IV-5b, correspondant à des signaux mesurés lors d'un refroidissement à  $-10^\circ\text{C/s}$  après 100 secondes à  $870^\circ\text{C}$ ), on voit que la ferrite apparaît 3.5 secondes plus tôt dans le matériau homogène. Dans son étude, Grange montre aussi, sans l'expliquer, que la transformation débute plutôt dans un matériau homogène que dans un matériau ségrégué (Grange 1971). Ce décalage peut être aussi amplifié par le phénomène de décarburation en peau mis en évidence après l'homogénéisation (voir Figure II-8). Au cours du cycle de référence, pendant l'austénitisation, le carbone s'homogénéise dans l'échantillon et donc sa teneur moyenne baisse.

Les micrographies correspondant à chacun des différents  $t_\alpha$  ont été révélées par une attaque Vilella (Figure IV-4b-c-d-e-f-g et Figure IV-5b-c-d).

Pour le matériau ségrégué, au début du palier isotherme, la structure en bandes est déjà localement très présente. Les gros îlots de martensite connectent plusieurs bandes verticalement, et certains présentent de la ferrite aciculaire (repérés par des flèches sur la Figure IV-4b). La ferrite semble croître parallèlement à la direction de laminage. Les flèches de la Figure IV-4c illustrent que la ferrite fractionne, en suivant les zones pauvres en manganèse, les anciens gros grains austénitiques présents sur plusieurs bandes. La formation de la structure en bandes est rapide. Après 10 secondes de palier isotherme, il n'y a plus de gros îlots martensitiques dans la microstructure et quasiment plus de connections des bandes verticalement.

Pour le matériau homogénéisé, les îlots de martensite équiaxes apparaissent déconnectés les uns des autres. Ils sont très facettés et répartis de manière homogène. En comparaison des microstructures obtenues sur le matériau ségrégué, les microstructures semblent plus grossières. Il n'y a plus d'évidence de microstructure en bandes. Par contre, on remarque tout de même la présence de zones très riches et très pauvres en martensite dans un même échantillon (Figure IV-5f attaquée au nital). Cette hétérogénéité à longue distance (plusieurs centaines de microns) explique que l'intervalle de confiance des mesures des taux de martensite est plus important que ceux du matériau ségrégué.



**Figure IV-4 : Microstructures obtenues au cours d'un maintien isotherme à 650°C schématisé en a) suivi d'une trempe après b) 0 s ; c) 5 s ; d) 10 s ; e) 20 s ; f) 30 s et g) 60 s**

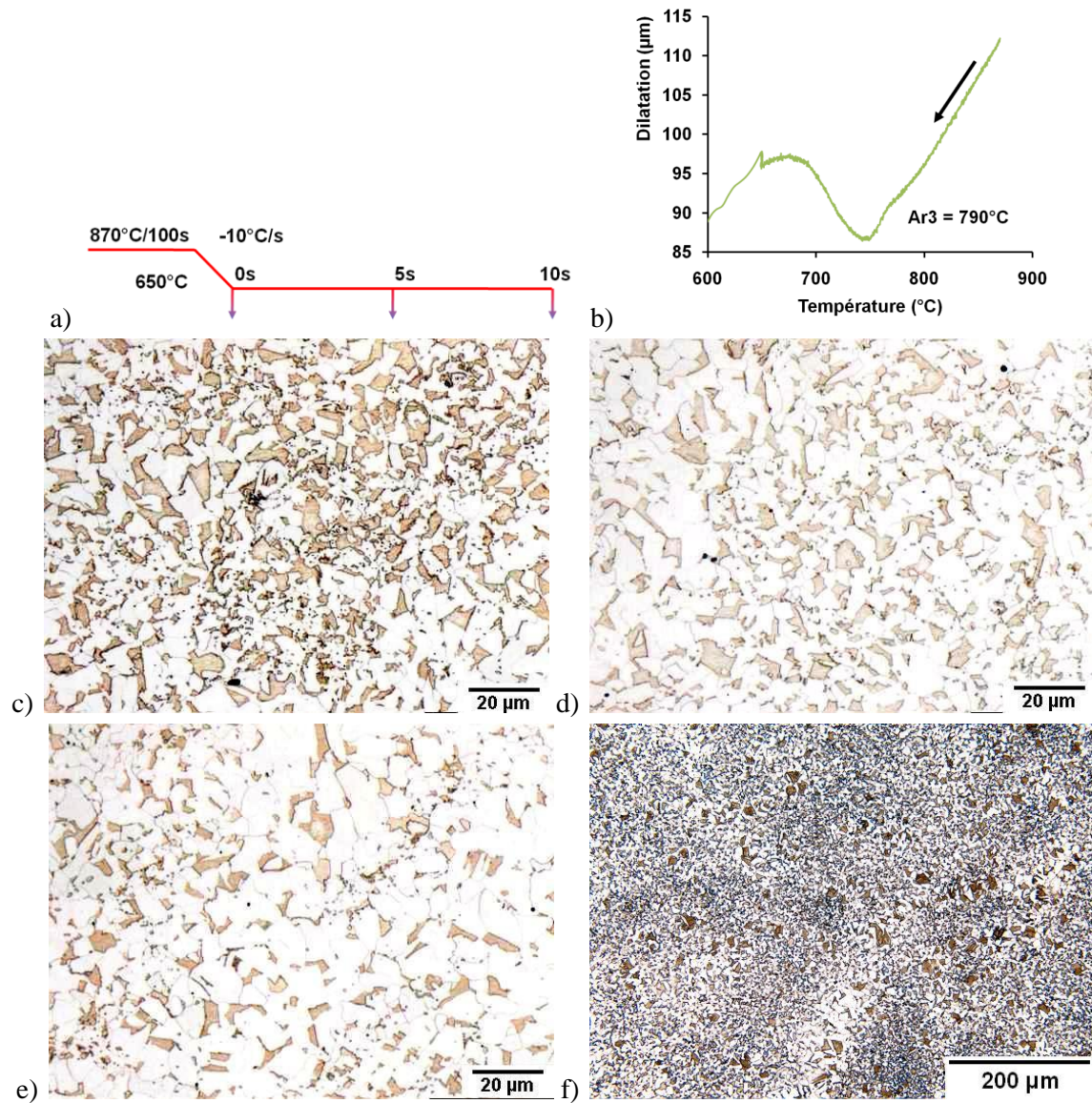


Figure IV-5 : Microstructures obtenues au cours d'un maintien isotherme à 650°C schématisé en a) suivi d'une trempe après b) 0 s ; c) 5 s ; d) 10 s ; e) 0 s à un grossissement plus faible; et b) sélection d'une courbe de dilatométrie mesurée lors d'un refroidissement 10°C/s de 870°C à 650°C suivi d'un palier de 5 secondes puis d'une trempe

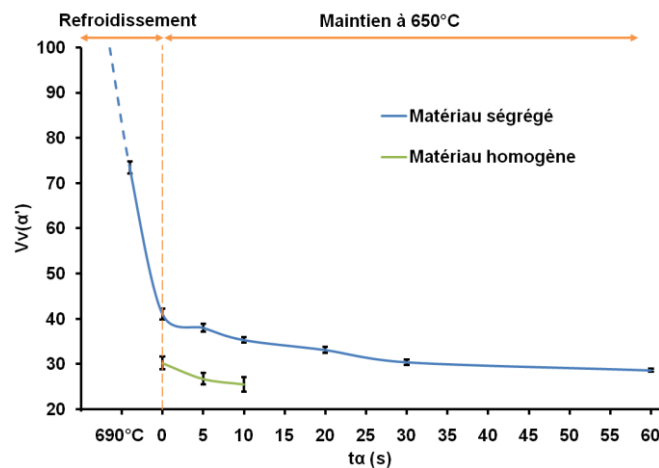


Figure IV-6 : Fractions de martensite mesurées en fonction du temps de maintien,  $t_a$ , à 650°C



### IV.3.2. Evolution topologique

Les traitements réalisés précédemment ont permis d'obtenir un ensemble de microstructures qui peuvent être comparées à l'aide de la technique des covariogrammes décrit dans le Chapitre III. Les indices de bandes (BI) et les distances inter-bandes (HM) mesurés sur les micrographies après chaque traitement sont représentés en fonction du taux de martensite, en Figure IV-7a-b. Comme attendu, les indices de bande sont très faibles sur les échantillons homogénéisés. Pour les échantillons du matériau ségrégué, lorsque que le taux de martensite est de 73.5% (690°C), la valeur de BI est faible (du même ordre de grandeur qu'un matériau homogène). A 42% de martensite (début du palier isotherme à 650°C), BI augmente et marque ainsi l'apparition de la structure en bandes. Au fur et à mesure de la transformation, BI semble atteindre un maximum puis légèrement décroître (cette évolution n'est pas expliquée). D'une manière générale, la structure en bandes s'intensifie dès le début du palier isotherme, ce qui correspond à la phase de croissance de la ferrite.

La distance inter-bandes (lorsque BI est faible, elle s'interprète comme une distance inter-particule) est très variable à fort taux de martensite. Elle est d'environ 4.6  $\mu\text{m}$  au début du palier du fait des percolations entre îlots martensitiques, puis elle est quasiment constante, autour de 5  $\mu\text{m}$ , au cours du palier isotherme (lorsque la structure en bandes s'intensifie). Sur échantillons du matériau homogène, les HM mesurées sont relativement constants et représentatifs de la distance inter-particules.

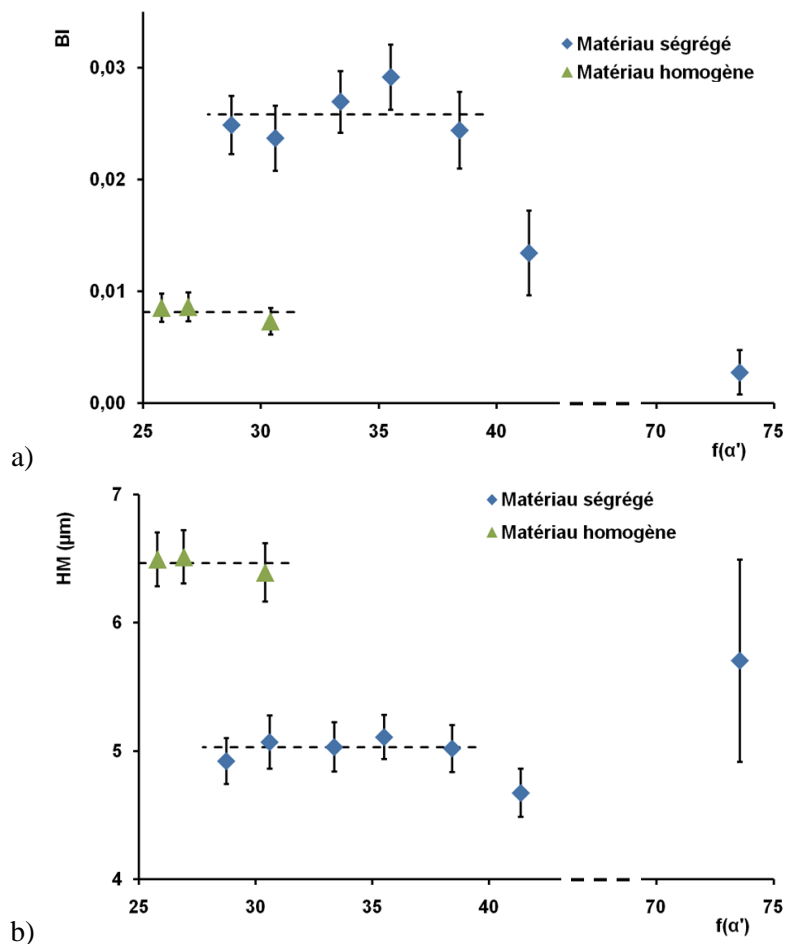
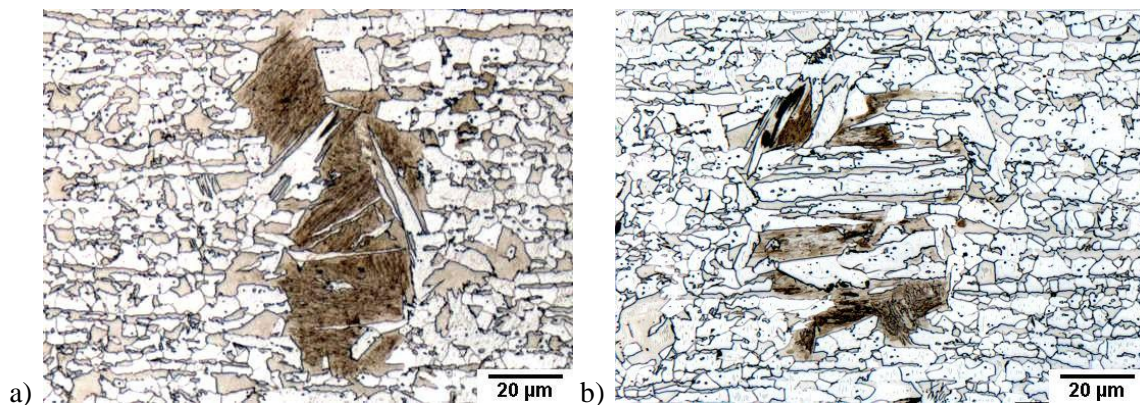


Figure IV-7 : Evolution pour les matériaux ségrégué et homogène de a) BI ; et b) en fonction du taux de martensite

### IV.3.3. Mécanismes de la transformation ferritique

Dans le paragraphe §IV.3.1, nous avons remarqué la formation de deux types de ferrite (repérées respectivement en Figure IV-4b et Figure IV-4c). La première a une morphologie en aiguille et semble croître indépendamment des ségrégations chimiques. La seconde, plus « arrondie », paraît les suivre. L'une est favorable pour réduire l'intensité des bandes, à l'inverse, l'autre les accentue.

Pour étudier la transformation de phase, et notamment les relations d'orientation entre la ferrite et l'austénite, nous avons réalisé une mesure d'orientations locales par EBSD de deux anciens gros grains austénitiques dans lesquels les deux types de ferrite sont identifiables. Les micrographies optiques des grains analysés sont présentées en Figure IV-8a-b. Sur la première, nous avons analysé la ferrite que nous qualifierons d'aciculaire, sur la seconde, la ferrite que nous appellerons allotriomorphe. Avant l'analyse des deux modes de formation, un rappel des relations d'orientation entre l'austénite et la ferrite ou la martensite est présenté.



**Figure IV-8 : Micrographies obtenues après des cycles standards et un maintien à 650°C pendant a) 10 secondes ; et b) 15 secondes**

#### IV.3.3.1. Relations d'orientation

Lors d'une transformation de phases, les réseaux de l'austénite et du produit de transformation (ferrite, perlite, bainite ou martensite) sont étroitement liés l'un à l'autre par des relations d'orientation. Ainsi, la ferrite qui se forme à partir de l'austénite au refroidissement acquerra une texture qui peut être reliée à celle de l'austénite par des relations bien précises. Plusieurs relations cristallographiques ont été proposées. Citons notamment celles de Bain (Bain 1924), et de Kurdjumow et Sachs (K-S) (Kurdjumov & Sachs 1930). Les principales caractéristiques de ces relations sont données dans le Tableau IV-1. Les relations d'orientation géométriques limitent le nombre d'orientations possibles pour la phase héritée. Ces différentes orientations sont appelées variants. La relation de Bain est la plus simple, elle n'implique que 3 variants ; celle de K-S mène à 24 variants. Ces variants sont représentés sur la Figure IV-9. Les 24 variants de K-S sont regroupés en 3 groupes de 8 notés X, Y et Z (R. K. Ray et al. 1994). Ils sont répartis symétriquement par rapport à chaque variant de bain et forment des cercles autour de l'orientation initiale de l'austénite.

Relation d'orientation	Expression	Nombre de variants	Rotation correspondante
<b>Bain</b>	$\{100\}_\gamma // \{100\}_\alpha$ $\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$	3	45° autour de $\langle 100 \rangle$
<b>K-S</b>	$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$	24	90° autour de $\langle 112 \rangle$

Tableau IV-1 : Relation d'orientation entre les phases CFC et CC

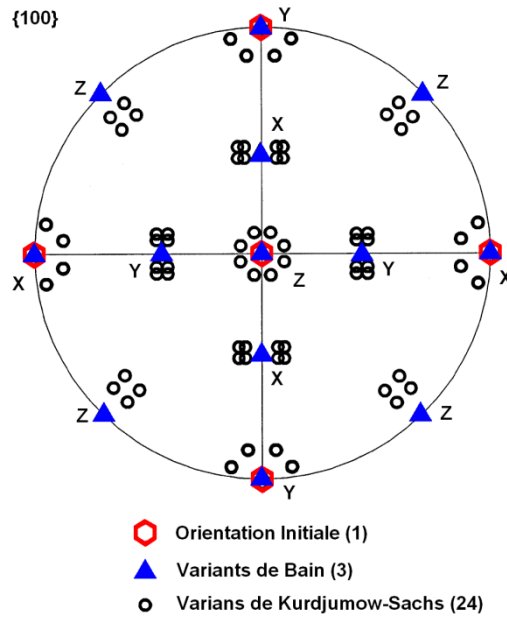


Figure IV-9 : Représentation des variants de Bain et Kurdjumow-Sachs sur une figure de pôle {100} (Butrón-Guillén et al. 1997)

#### IV.3.3.2. Ferrite aciculaire

Sur la cartographie en contraste de bande (Figure IV-10a) de l'ancien gros grain austénitique présentant de la ferrite aciculaire (la ferrite apparaît en clair, la martensite en sombre), deux points, l'un dans la ferrite (rouge), l'autre dans la martensite (vert) ont été repérés. Ces points présentent sur la figure de pôle de la Figure IV-10b des orientations proches, appartenant au même groupe de variants de K-S. La ferrite aciculaire apparaît donc en relation d'orientation avec l'austénite dans laquelle elle croît.

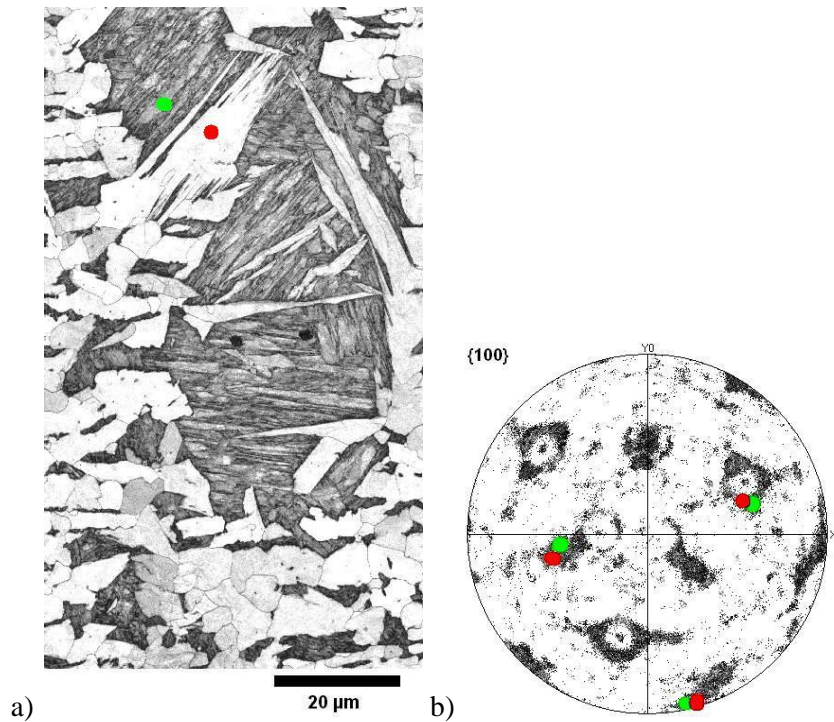


Figure IV-10 : a) Cartographie en contraste de bande ; et b) figure de pôle {100} de l'ancien gros grain austénitique présentant de la ferrite aciculaire

### IV.3.3.3. Ferrite allotriomorphe

La même analyse a été réalisée sur l'échantillon présentant de la ferrite allotriomorphe. La Figure IV-11a montre la cartographie en contraste de bande mesurée sur l'ancien gros grain austénitique découpé par la ferrite, dans le sens des ségrégations négatives en manganèse. Sur la figure de pôle  $\{100\}$  de la surface délimitée par des pointillés, 6 cercles (formés par les variants issus de deux grains austénitiques) sont visibles (Figure IV-11b). La ferrite (point rouge) n'a pas la même orientation que la martensite (point vert). Pour confirmer cette observation, les centres des cercles formés par les variants ont été déterminés, permettant ainsi de définir l'orientation des grains austénitiques. Les variants de K-S de chacun des grains austénitiques ont été recalculés (Figure IV-12). Certains de leurs variants sont communs. Les deux grains sont en relation de macle désorientés de  $60^\circ$  autour de l'axe  $\langle 111 \rangle$ . La ferrite (gros point rouge) a une orientation différente des variants recalculés, elle n'est donc pas en relation d'orientation avec l'austénite dans laquelle elle croît.

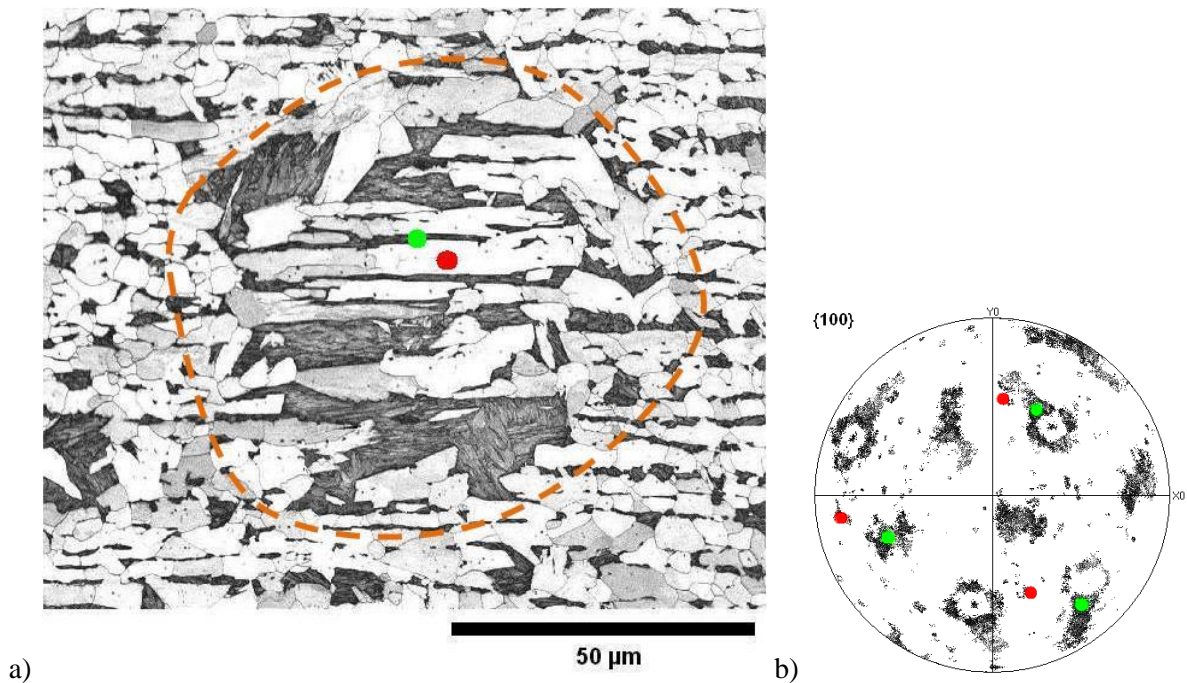


Figure IV-11 : a) Cartographie en contraste de bande ; et b) figure de pôle  $\{100\}$  de l'ancien gros grain austénitique fragmenté par la ferrite

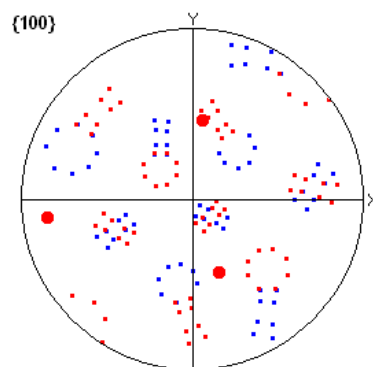


Figure IV-12 : Figure de pôle recalculée à partir de l'orientation des anciens grains austénitiques

#### IV.3.4. Discussion sur les mécanismes de formation de la ferrite

Nous avons visualisé et quantifié les évolutions microstructurales et topologiques au cours du cycle de référence sur deux matériaux. Le matériau homogénéisé a servi de référence pour interpréter les évolutions mesurées sur le matériau ségrégué. Nous avons montré que la structure en bandes s'intensifie au cours de la croissance de la ferrite. Nous avons alors mis en évidence et analysé deux modes de formation de la ferrite. La ferrite aciculaire qui croît en relation d'orientation avec l'austénite serait préférable pour diminuer l'intensité des structures en bandes car elle croît indépendamment des ségrégations. La ferrite allotriomorphe est beaucoup plus influencée par la ségrégation chimique et semble ainsi responsable des bandes. Dans la suite, on fera l'hypothèse qu'une structure présentant un BI élevé est la marque de la prédominance de la ferrite allotriomorphe et inversement de la ferrite aciculaire pour un BI faible.

Nous disposons d'un indicateur supplémentaire pour identifier l'une ou l'autre des ferrites. La pente à l'origine  $C'0$ . Nous avons mesuré ce paramètre sur des covariogrammes d'images modèles générées à partir de sphères de diamètre 60 pixels et d'ellipsoïdes de volume équivalent ( $2a=300$  pix.,  $2b=2c=27$  pix.) dispersées aléatoirement. Le graphique de la Figure IV-13b montre l'évolution de  $C'0$  en fonction du taux de martensite. En comparant les valeurs de pentes des droites d'approximation, on remarque  $C'0$  décroît plus rapidement avec l'augmentation du taux de phase pour les particules en aiguilles que pour les équiaxes. Ainsi la tendance de l'évolution de la pente à l'origine en fonction du taux de martensite pourrait également être un indicateur de la présence de l'un ou de l'autre type de ferrite.

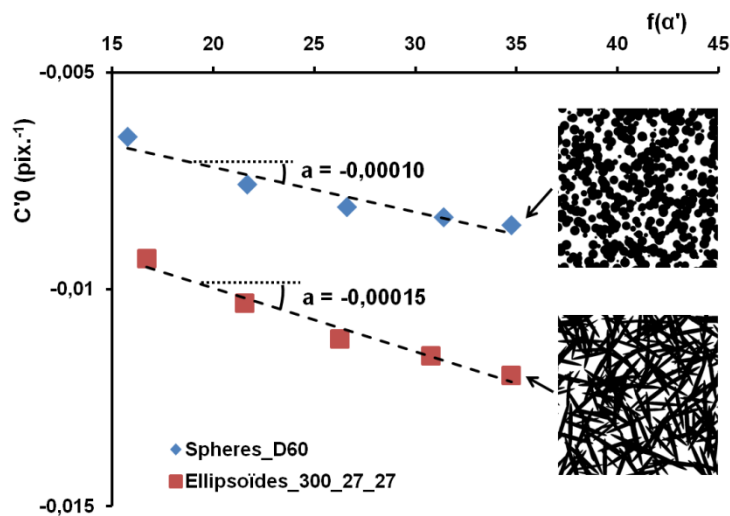


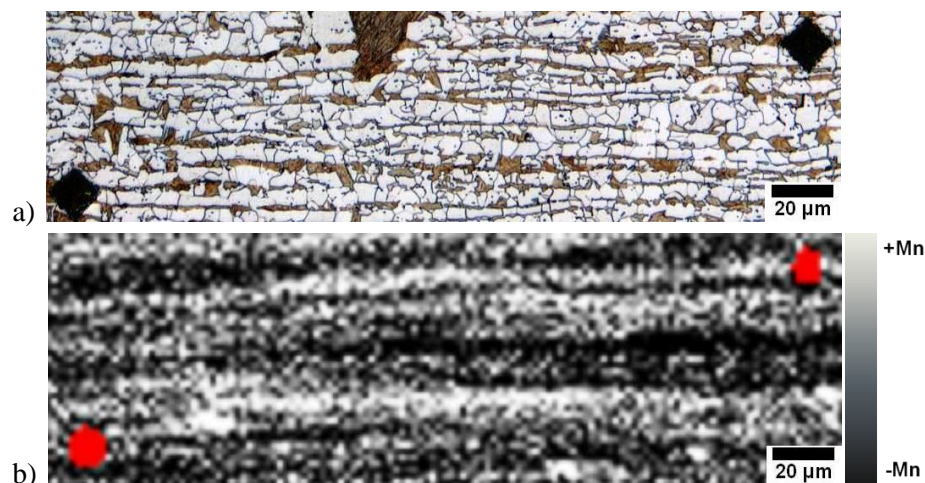
Figure IV-13 : Evolutions de  $C'0$  mesurées en fonction du taux de martensite sur des microstructures modèles de sphères de diamètre 60 pixels et d'ellipsoïdes de paramètre  $2a=300$  et  $2b=2c=27$

## IV.4. Etude de l'influence des paramètres du procédé

Dans le chapitre précédent, nous avons analysé les mécanismes de formations des structures en bandes lors du cycle standard défini. Dans ce chapitre, nous étudions l'influence de la ségrégation chimique et de la variation des différents paramètres du cycle standard ( $\rho_c$ ,  $T_\gamma$ ,  $T_a$  et  $t_a$ ) sur la formation des bandes.

### IV.4.1. Influence du niveau de ségrégation chimique

De nombreuses études mettent en évidence le lien entre la présence de ségrégations chimiques et la formation des structures en bandes (Kirkaldy et al. 1963; Samuels 1980; Grossterlinden et al. 1992; Thompson & Howell 1992). Pour notre matériau, l'élément ségrégant est le manganèse. En comparaison avec le carbone, il diffuse beaucoup plus lentement. Aussi, nous avons réalisé des cartographies en manganèse pour obtenir une information qualitative sur la distribution des ségrégations. La réalisation de cartographie est particulièrement bien adaptée pour visualiser les bandes de ségrégation chimique. Une zone acquise en microscopie optique (Figure IV-14a) a été cartographiée à la sonde électronique (Figure IV-14b). On note sur la cartographie chimique une alternance de bandes riches et pauvres en manganèse. Certaines sont fines, d'autres plus larges. Plusieurs bandes ferrito-martensitiques peuvent être visibles à l'endroit d'une bande très large en manganèse. La ferrite peut être présente dans certaines bandes riches en manganèse. Une variation de composition chimique paraît suffisante pour qu'elle germe. D'une manière générale, la corrélation entre les zones riches en manganèse (zones claires sur la cartographie) et la présence de martensite n'est pas évidente. La périodicité des deux structures ne semble pas être la même. Une analyse à une échelle plus fine est donc nécessaire pour mettre en évidence la corrélation entre la présence d'une des phases et la ségrégation chimique.

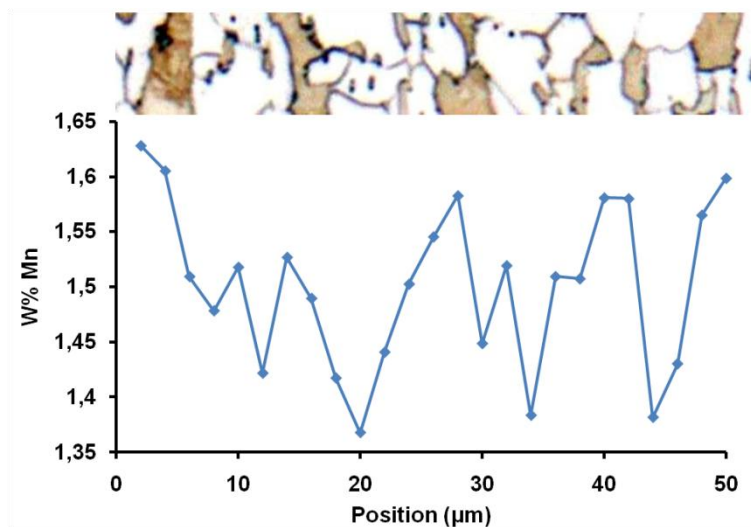


*Figure IV-14 a) micrographie optique ; et b) cartographie en manganèse correspondante (les points rouges repèrent les positions des empreintes de dureté)*

Pour obtenir une information plus précise et quantitative, nous avons réalisé des profils de concentration en manganèse. La Figure IV-15 montre l'évolution d'un profil de manganèse mesurée sur un échantillon ayant subi un cycle référence suivi d'un maintien à 650°C pendant 30 secondes.

Cette microstructure (dont la zone analysée à la sonde a été révélée par une attaque au nital) présente des bandes ferrito-martensitiques intenses et régulièrement espacées. On remarque que les extrema de concentration du profil varient entre 1.35 et 1.65%. Les ségrégations calculées par l'équation de Gulliver et Scheil (§II.2.1.2) varient entre 1.1% et 2.1%. Ce résultat est sans doute surestimé. A l'inverse, le pas de 2  $\mu\text{m}$  et l'information de la mesure expérimentale (issue d'un volume) ont tendance à moyenner à la baisse les différences de concentration. Une bonne corrélation est observée entre la présence de martensite sur la micrographie et les pics de concentration en manganèse. L'information issue de cinq profils a été traitée. En moyenne, la ferrite a tendance à se former dans les zones pauvres en manganèse, alors que la martensite se trouve dans les zones plus riches.

Pour confirmer cette mesure, nous avons réalisé un covariogramme sur le sous-graphe du profil de concentration en manganèse (présenté en Figure IV-16). Nous l'avons ensuite superposé au covariogramme mesuré sur la zone observée en microscopie optique. Les deux covariogrammes ont globalement les mêmes tendances. Le premier pic sur le covariogramme de la micrographie optique se trouve à environ 4  $\mu\text{m}$ , alors qu'il est à 10  $\mu\text{m}$  sur le profil en manganèse. La distance moyenne entre les ségrégations en manganèse est donc supérieure à celle des bandes de martensite. La périodicité des deux structures n'est pas la même (ce qui confirme la comparaison entre la micrographie optique et la cartographie en manganèse de la Figure IV-14). Une variation de concentration chimique est suffisante pour former des bandes plus fines que la ségrégation chimique. Les variations locales ne sont donc pas détectées par la sonde. Celle-ci donne une information plus globale et renseigne sur la périodicité de la concentration en manganèse.



*Figure IV-15 : Evolution du profil de concentration en manganèse mesuré sur la zone acquise en microscopie optique*



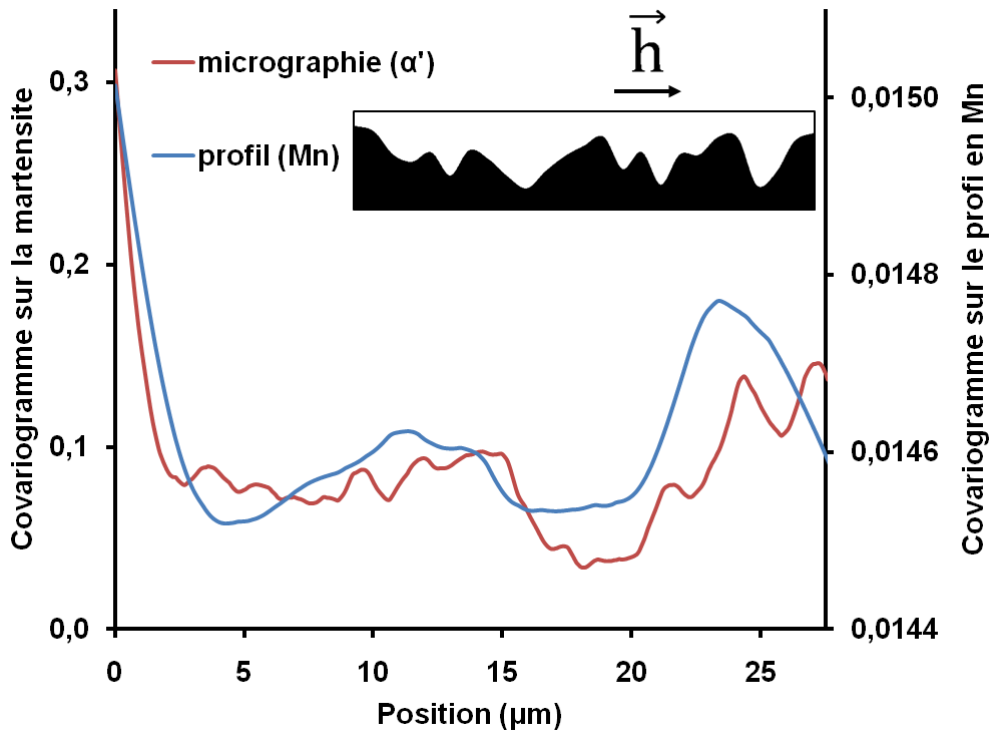


Figure IV-16 : Covariogrammes mesurés sur le profil en manganèse (repris sur la figure) et la micrographie optique de la Figure IV-15

#### IV.4.2. Influence de la vitesse de refroidissement

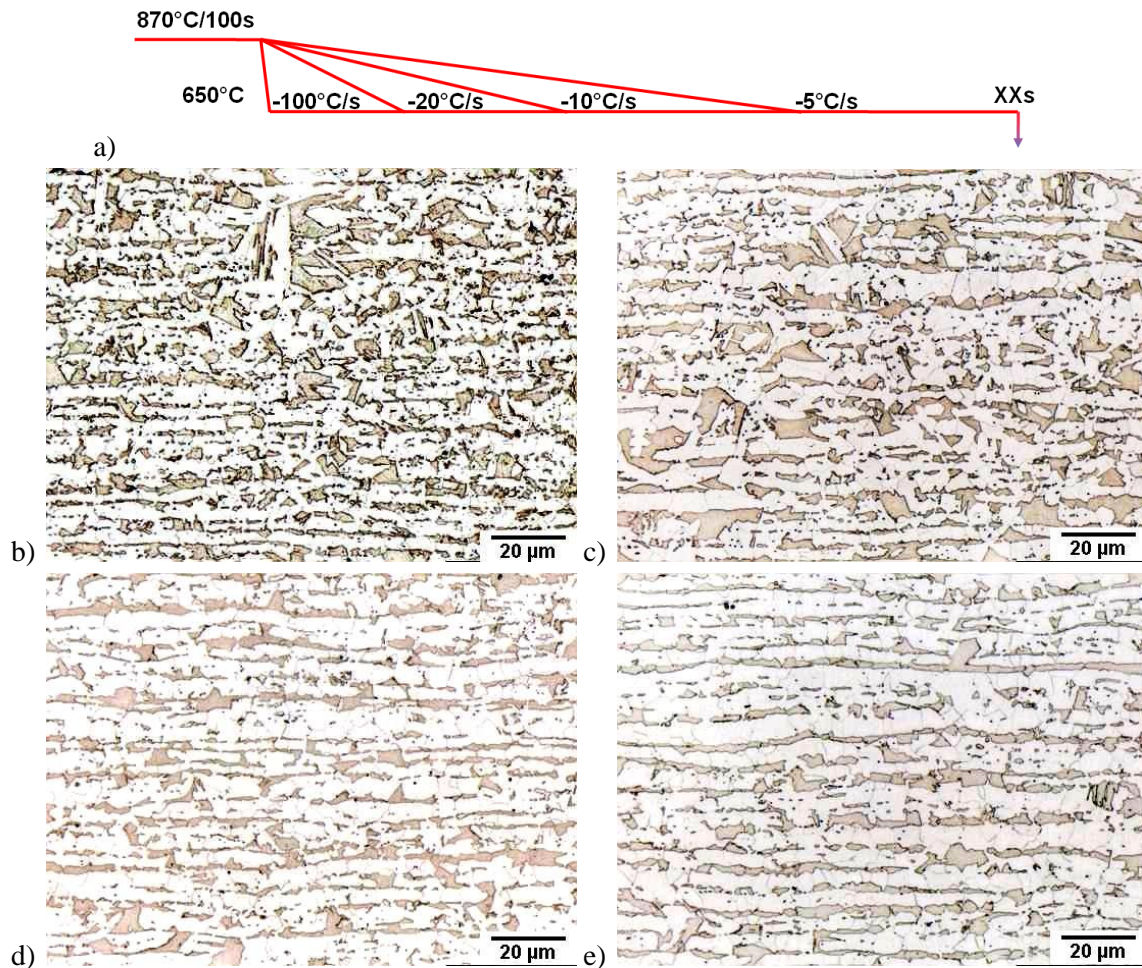
Dans le paragraphe précédent, nous avons mis en évidence le lien entre les ségrégations chimiques et la présence des bandes. Dans ce chapitre, nous analysons l'influence de la vitesse de refroidissement (sous-entendu la force motrice de transformation),  $\rho_c$ , lors de cycles de référence sur les mécanismes de formation des bandes. Nous étudions dans un premier temps les résultats obtenus avec quatre vitesses de refroidissement différentes. Puis nous comparerons plus en détail l'effet d'une vitesse de refroidissement rapide à celui de la vitesse de refroidissement (lente) du cycle de référence.

##### IV.4.2.1. Effet de la vitesse de refroidissement

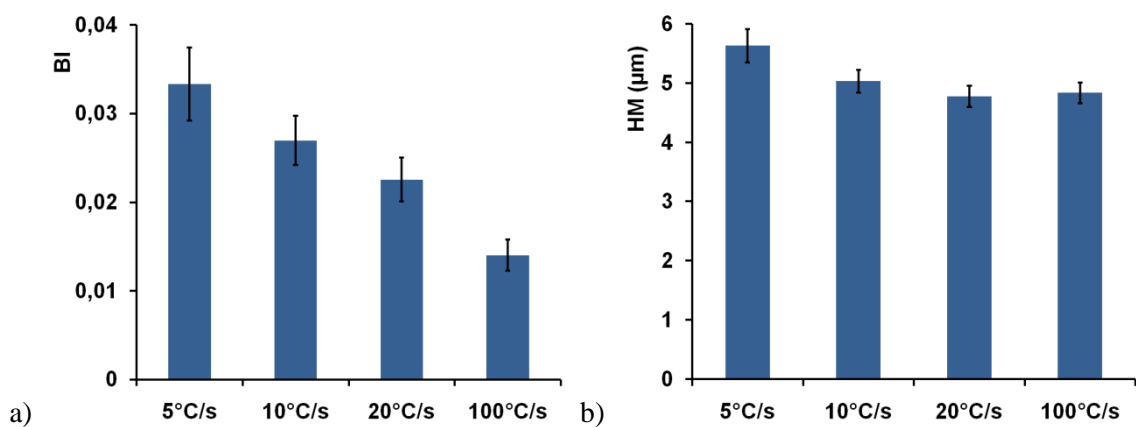
Dans cette partie, nous analysons l'effet de la vitesse de refroidissement lors d'un cycle de référence. Pour cela, nous avons réalisé des traitements à des vitesses de refroidissement de  $-100^\circ\text{C/s}$ ,  $-20^\circ\text{C/s}$  et  $-5^\circ\text{C/s}$  suivi d'un maintien à  $650^\circ\text{C}$  respectivement de 60, 40 et 20 secondes. Ces traitements ont tous permis d'obtenir des taux de phase proches de 30%. Les résultats obtenus lors du cycle de référence à  $-10^\circ\text{C/s}$  suivi d'un palier de 20 secondes à  $650^\circ\text{C}$  ont servi de référence. Les traitements thermiques sont illustrés sur la Figure IV-17a. Les microstructures ont été révélées par une attaque Villela. Les paramètres topologiques sont représentés en fonction des vitesses de refroidissement sur les graphiques de la Figure IV-18.

BI diminue lorsque la vitesse de refroidissement augmente (Figure IV-18a). HM est relativement constant autour de  $5\ \mu\text{m}$  (Figure IV-18b). La distance inter-bandes est légèrement plus grande lorsque le refroidissement est très lent ( $-5^\circ\text{C/s}$ ). D'une manière générale, à même taille de grain austénitique et même ségrégation chimique, la vitesse de refroidissement a peu d'effet sur la distance inter-bandes

mais elle est déterminante sur l'intensité des bandes. La vitesse de refroidissement est donc un paramètre important pour la réduction de l'intensité des bandes.



**Figure IV-17 : Microstructures obtenues après les traitements schématisés en a) suivi aux vitesses de refroidissement et temps de maintien à 650°C suivant : b) -100°C/s, 60s ; c) -20°C/s, 40s ; d) -10°C/s, 20s ; et e) -5°C/s, 20s**



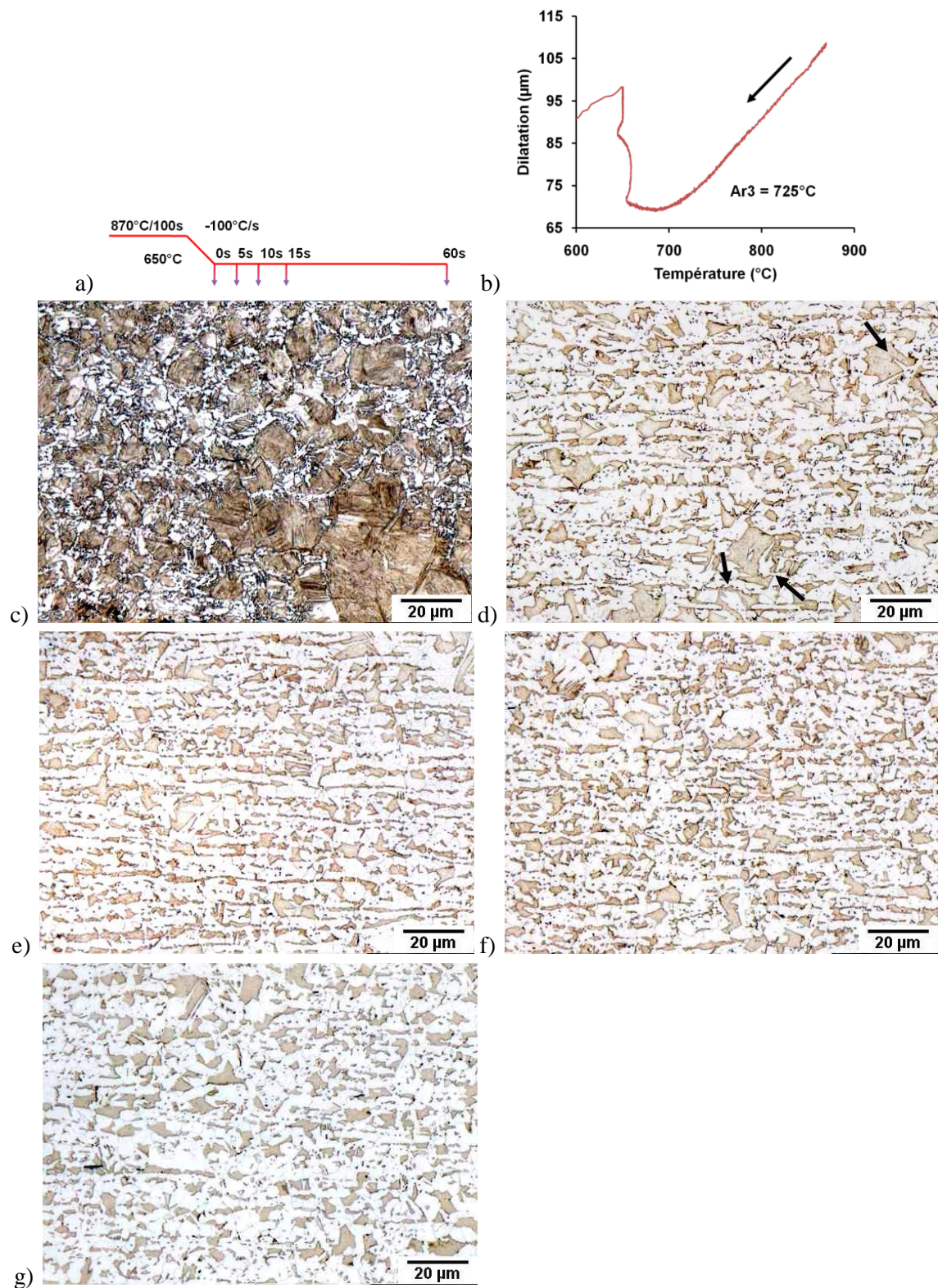
**Figure IV-18 : Evolution en fonction de la vitesse de refroidissement de a) BI ; et b) HM**

#### IV.4.2.2. *Comparaison entre un refroidissement rapide et un refroidissement lent*

Les résultats précédents ont mis en évidence l'importance de la vitesse de refroidissement depuis le domaine austénitique sur l'intensité de la structure en bandes.

Pour affiner ces résultats et les comparer avec ceux obtenus après un refroidissement lent (cycle de référence avec  $\rho_c = -10^\circ\text{C/s}$ , appelé aussi RL dans la suite), une vitesse de refroidissement,  $\rho_c$ , de  $-100^\circ\text{C/s}$  (RR) et différents temps de maintien à  $650^\circ\text{C}$  ont été paramétrés (Figure IV-19a). Les courbes de la Figure IV-20 comparent les cinétiques de transformation au cours des refroidissements suivis de palier isotherme à  $650^\circ\text{C}$ . Les parties en pointillées sont extrapolées à l'aide de la courbe de dilatation reprise en Figure IV-19b. Sur celle-ci, on évalue la température de début de transformation ferritique à  $725^\circ\text{C}$ , soit  $30^\circ\text{C}$  de moins qu'en refroidissement lent. Lors du refroidissement rapide, la transformation de la ferrite est très rapide. Après 5 secondes de palier isotherme, les taux de martensite sont identiques dans les deux échantillons. Puis les cinétiques de transformation sont très proches, nous pouvons ainsi comparer les échantillons à fractions de martensite proches.

Les microstructures correspondant aux temps de maintien de 0, 5, 10, 15 et 60 secondes à  $650^\circ\text{C}$  sont montrées en Figure IV-19c-d-e-f-g (c révélée au nital, d-e-f-g au Vilella). Au début du palier, la ferrite entoure la majorité des anciens joints de grains austénitiques. Au cours de ce maintien isotherme, la ferrite à une croissance très rapide. Après 5 secondes de maintien, il reste des gros grains austénitiques traversés par de la ferrite aciculaire (repérés par des flèches sur la Figure IV-19d). Les îlots de martensite apparaissent facettés et peu connectés. Au fur et à mesure de la croissance de la ferrite, les îlots de martensite semblent de plus en plus alignés. La microstructure obtenue après 60 secondes (Figure IV-19f) paraît plus fine et moins connectée que celle obtenue en refroidissement lent (Figure IV-4g).



**Figure IV-19 :** Microstructures obtenues au cours d'un maintien isotherme à 650°C schématisé en a) suivi d'une trempe après c) 0 s ; d) 5 s ; e) 10 s ; f) 15 s ; g) 60 s ; et b) sélection d'une courbe de dilatométrie mesurée lors d'un refroidissement 10°C/s depuis 870°C à 650°C suivi d'un palier de 10 secondes puis d'une trempe

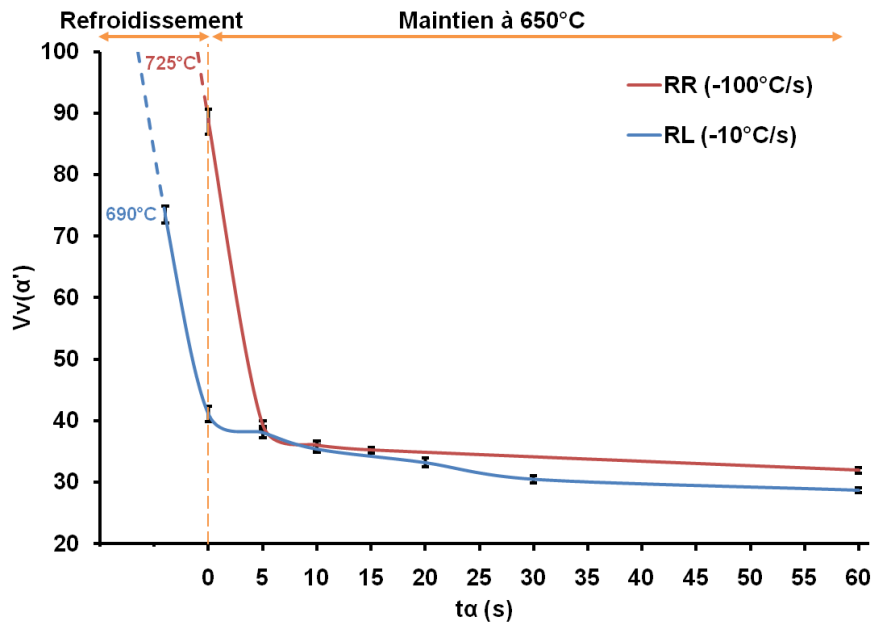


Figure IV-20 : Taux de martensite mesurés en fonction du temps de maintien à 650°C

Nous avons mesuré les paramètres topologiques (BI, HM et C'0) sur les microstructures obtenues après un refroidissement rapide et nous les avons comparés avec ceux obtenus après refroidissement lent.

Les indices d'intensité des bandes (Figure IV-21a), BI, mesurés sur les microstructures obtenues après un refroidissement rapide (RR) depuis le domaine austénitique forment clairement une population distincte de celles obtenues en refroidissement lent (RL). Les bandes obtenues après un refroidissement lent sont donc plus intenses que celles obtenues après un refroidissement rapide. Comme dans le cas du refroidissement lent, BI augmente légèrement avec la diminution du taux de martensite jusqu'à une valeur maximale trouvée, dans les deux cas, pour 35% de martensite. BI semble ensuite décroître (cette variation n'est pas expliquée).

Les traitements réalisés n'ont pas d'influence sur l'intensité et la périodicité de la ségrégation chimique. La distance inter-bandes (Figure IV-21c), HM, reste quasiment constante autour de 5  $\mu\text{m}$  pour le refroidissement lent. Elle a une valeur moyenne de 4.6  $\mu\text{m}$  pour RL et a tendance à augmenter avec la baisse du taux de martensite (cette augmentation n'est pas expliquée).

L'estimation de la pente à l'origine du covariogramme (Figure IV-21c), C'0, donne une information sur la finesse et sur la complexité (périmètre projeté) de la microstructure dans la direction de translation. A même taux de phase, la taille des microstructures est directement comparable. Dans les premiers instants du palier isotherme, les microstructures obtenues après un refroidissement rapide sont plus complexe qu'après un refroidissement lent. Après 60 secondes de traitement, les microstructures ont la même complexité.

Les pentes diminuent linéairement par rapport au taux de martensite (tendance similaire obtenue sur les microstructures modèles §III.4.2.3 - Figure III-22c). La pente de la droite d'approximation est plus faible dans le cas du refroidissement rapide que dans le cas du refroidissement lent (pentes négatives). Nous avons montré sur des microstructures modèles que C'0 décroît plus rapidement avec la diminution du taux de phase pour les ellipsoïdes que pour les sphères (Figure IV-13). Cette évolution, comparée à nos microstructures réelles, militerait pour une croissance en aiguille de la ferrite dans le cas du refroidissement rapide.

Bodnar et Hansen analysé la ferrite aciculaire (ou structure de Widmanstätten) pour une nuance, proche de celle de notre étude, contenant 0.2% de carbone et 1.1% de manganèse (Bodnar & Hansen

1994). Ils montrent que de la ferrite aciculaire peut se former si la vitesse de refroidissement est assez rapide même à faible taille de grain austénitique (Figure IV-22).

Lors d'un refroidissement rapide, l'intensité des bandes est plus faible car il y a plus de ferrite aciculaire qui se forme qu'au cours d'un refroidissement lent. On peut aussi faire l'hypothèse que les sites de germination de la ferrite augmentent avec la force motrice de transformation. En d'autres termes, des sites qui n'auraient pas été favorables (par exemple lorsque la concentration en Mn est élevée) lors d'un refroidissement lent peuvent faire germer de la ferrite lors d'un refroidissement rapide. La formation de ferritique aciculaire et l'augmentation de la germination de la ferrite ont tendance à atténuer les structures en bandes.

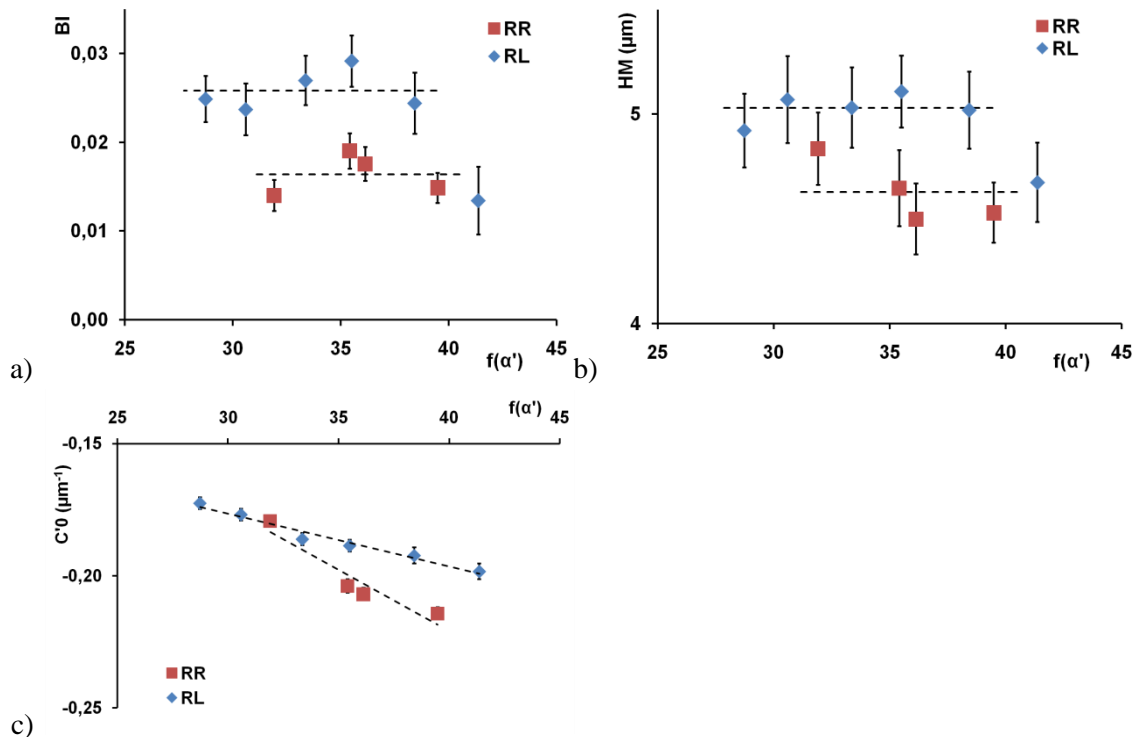


Figure IV-21 : Evolution en fonction du taux de martensite de a) BI ; b) HM ; et c) C'0 pour les échantillons obtenus après refroidissement rapide (RR) et refroidissement lent (RL)

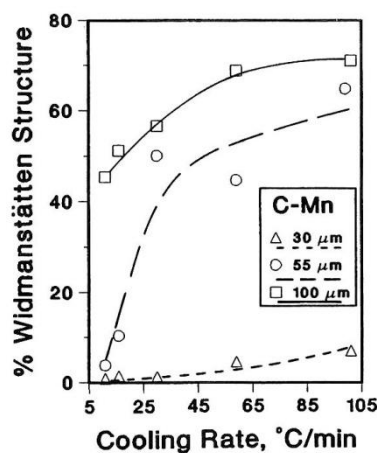


Figure IV-22 : Taux de structure de Widmanstätten en fonction de la vitesse de refroidissement pour différentes tailles de grain austénitiques (Bodnar & Hansen 1994)

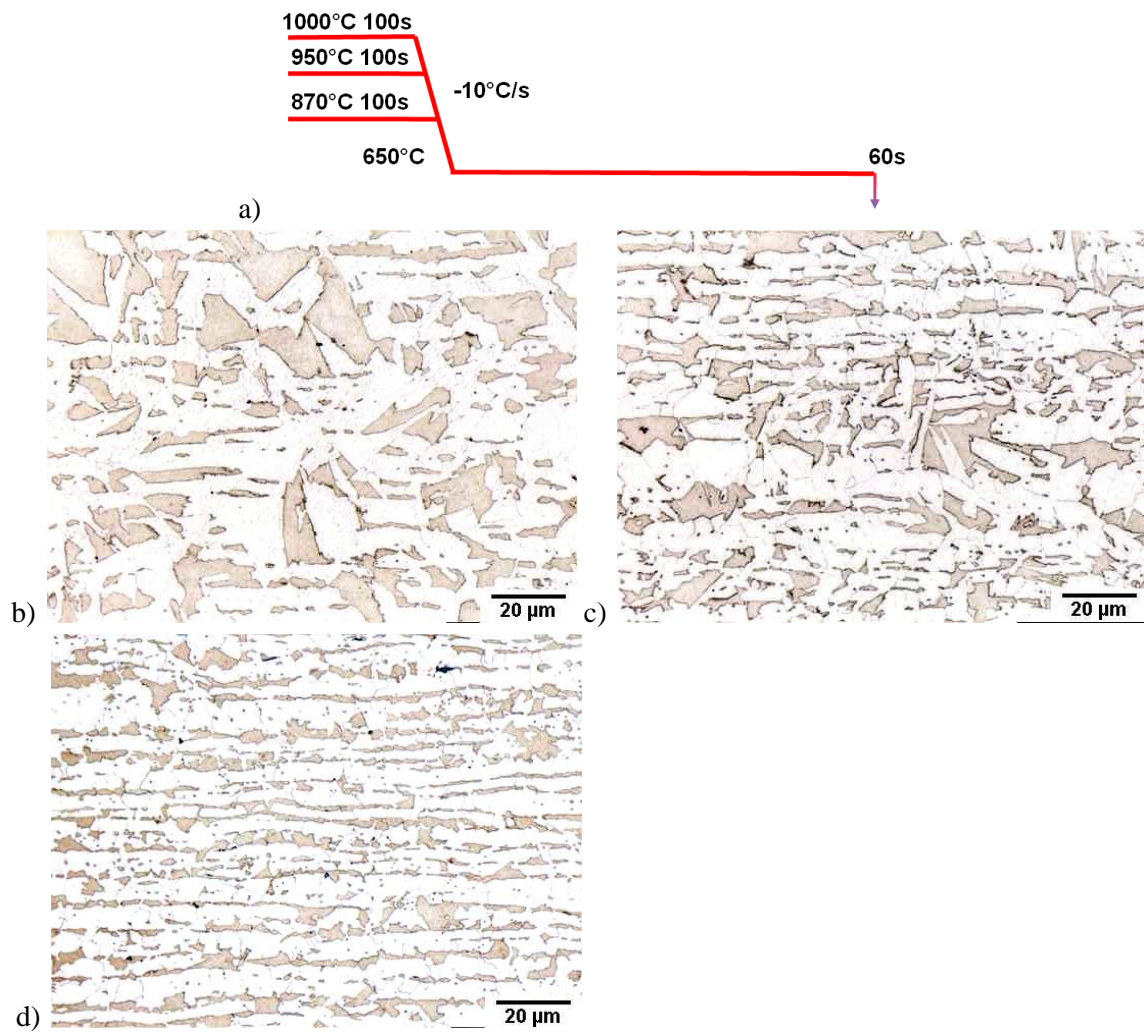
## **IV.5. Influence de la taille de grain austénitique**

Les résultats précédents ont mis en évidence l'importance de la ségrégation chimique et de la vitesse de refroidissement sur la structure en bandes. Dans la suite, nous allons nous intéresser à l'effet de la taille de grain austénitique. Pour introduire cette partie, nous présentons des mesures réalisées sur des échantillons austénitisés à différentes températures,  $T_\gamma$ , lors de cycles de référence. Puis dans une seconde partie, pour garantir une taille de grain austénitique importante et homogène sur l'ensemble de la microstructure, nous présenterons les résultats obtenus en paramétrant un palier isotherme supplémentaire au cycle de référence.

### **IV.5.1. Introduction sur l'effet de la taille de grain austénitique**

Deux traitements thermiques ont été réalisés à des températures d'austénitisation de 950°C et 1000°C, suivis d'un refroidissement lent (-10°C/s) jusqu'à un palier isotherme à 650°C de 60s. Ces traitements ont été comparés à ceux d'une austénitisation à 870°C suivie du même palier. Les trois cycles sont schématisés en Figure IV-23a. Les micrographies, révélées au Vilella, sont présentées en Figure IV-23a-b-c. Plus l'austénitisation est réalisée à haute température (taille de grain austénitique élevée), plus la microstructure présente de gros grains facettés, et moins la structure en bandes paraît marquée. Les paramètres topologiques ont été évalués sur chaque microstructure. L'indice de bande décroît avec l'augmentation de la température d'austénitisation (Figure IV-24a). A l'inverse, la distance moyenne inter-bandes (Figure IV-24b) et la complexité de la microstructure ont tendance à augmenter (Figure IV-24c).

A ségrégation constante, la variation de la distance moyenne des bandes martensitiques en fonction de la taille de grain austénitique est inattendue. La ferrite pourrait franchir plus facilement certaines ségrégations chimiques en fonction de la force motrice de transformation. Ceci sera abordé plus en détail dans le paragraphe suivant.



**Figure IV-23: Evolution microstructural après les traitements illustrés en a) consistant à des austénitisation de 100s à b) 1000°C ; c) 950°C ; d) 870°C suivi d'un refroidissement continu à -10°C/s jusqu'à la température de 650°C maintenue 60s**



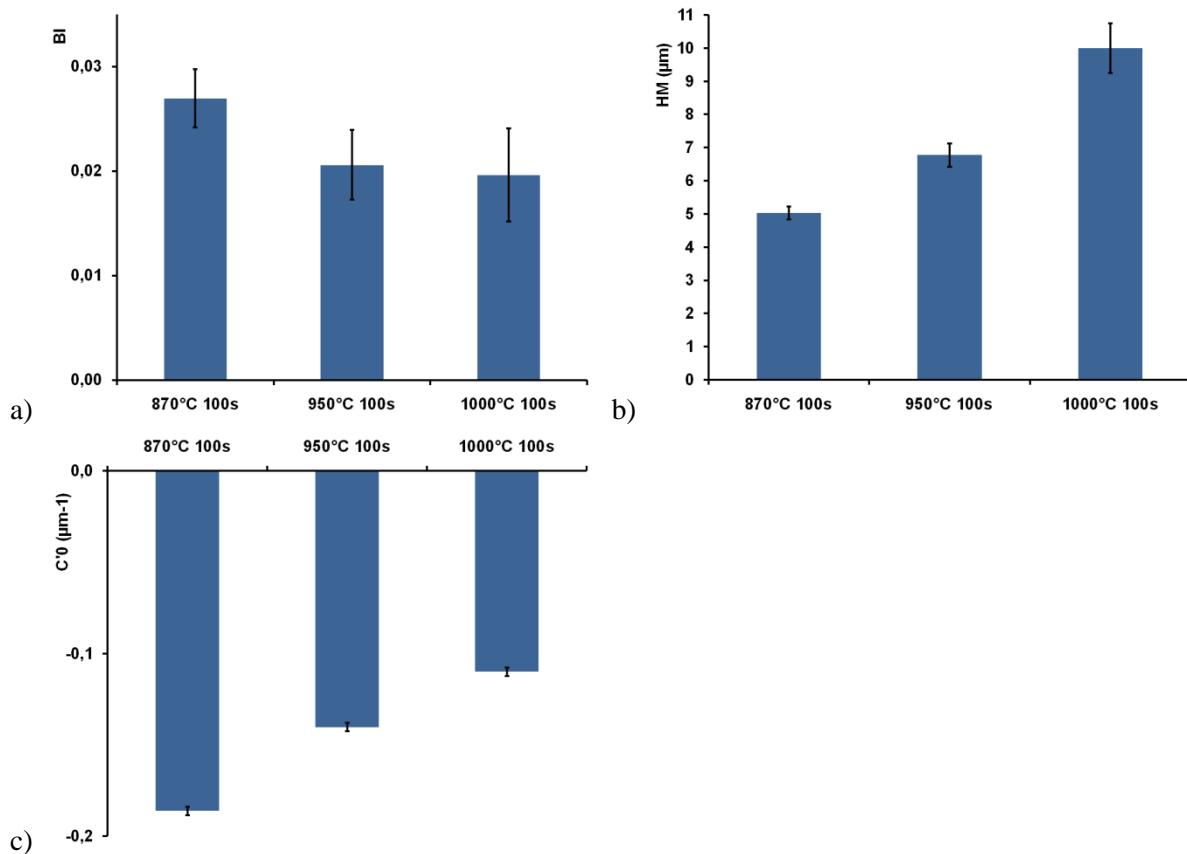


Figure IV-24 : Evolution en fonction des conditions d'austénitisation de a) BI ; b) HM ; et c) C'0

#### IV.5.2. Couplage vitesse de refroidissement et taille de grain austénitique

Les résultats précédents nous ont montré l'influence directe de la taille de grain austénitique sur la microstructure finale. A vitesse de refroidissement constante, elle va jouer sur la finesse, la distance inter-bandes et l'intensité de la structure en bandes. Pour simuler une forte taille de grain austénitique homogène, nous avons choisi de réaliser un palier isotherme de 300 secondes à 1000°C avant d'effectuer un cycle référence ( $T_{\gamma}=870^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{\alpha}=650^{\circ}\text{C}$ ). D'après les calculs de diffusion du Chapitre II, la ségrégation chimique évolue peu pendant un tel traitement. A la fin de l'austénitisation, la taille moyenne des grains austénitiques a été estimée à environ 40 μm. L'influence de la vitesse de refroidissement,  $\rho_C$ , également été analysée. Trois vitesses de  $-1^{\circ}\text{C/s}$ ,  $-10^{\circ}\text{C/s}$  et  $-100^{\circ}\text{C/s}$  ont été paramétrées. Les traitements thermiques sont illustrés en Figure IV-25a. L'évolution du taux de martensite en fonction du temps de maintien à 650°C est tracée en Figure IV-26 pour deux vitesses de refroidissement. Les micrographies sont présentées, en fonction des vitesses de refroidissement et des temps de maintien, en Figure IV-25 (b-c-e-f révélées au nital, d-g-h au Vilella).

Au début du palier isotherme (Figure IV-25b-e), les îlots martensitiques sont de taille importante. La ferrite décore les joints de grains austénitiques. Même à refroidissement lent ( $\rho_C = -10^{\circ}\text{C/s}$ ), on note un fort taux de martensite en comparaison des traitements réalisés dans le chapitre §IV.3.1. La taille de grain austénitique a donc une influence sur la cinétique de transformation. A même vitesse de refroidissement, plus la taille de grain austénitique est importante, plus l'austénite est stable. En effet, de gros grains austénitiques présentent moins densité de sites de germination pour la ferrite qu'une fine taille de grain, et l'augmentation des distances de diffusion ralentit la cinétique de transformation.

Lors du palier, la ferrite croît et de la ferrite aciculaire fragmente certains îlots. En comparant les microstructures Figure IV-25c et f, présentant des taux de martensite proches, la ferrite aciculaire paraît plus présente après un refroidissement rapide qu'après un refroidissement lent. Ce n'est que quand la transformation est relativement avancée ( $t > 30$ s) que l'on distingue localement des alignements de fins îlots. Après 60 secondes, les microstructures sont composées d'îlots déconnectés de différentes tailles (Figure IV-25d-g). La structure en bandes est cependant moins marquée que celle obtenue avec de petits grains austénitiques. Lors d'un refroidissement très lent de  $-1^\circ\text{C/s}$  depuis le domaine austénitique (Figure IV-25h), on obtient une structure en bandes très fortement connectée. Ces observations contredisent, celles de Thompson et Howell, et de Samuels, selon lesquels lorsque la taille de grain est supérieure à 2-3 fois la distance inter-ségrégations, il n'y a plus de structure en bandes (Samuels 1980; Thompson & Howell 1992). Nous montrons que quelque soit la taille de grain austénitique, la structure en bandes apparaît si la force motrice de transformation est suffisamment faible.

Les paramètres topologiques ont été évalués sur les microstructures présentant environ 35% de martensite (Figure IV-25d-g-h). BI décroît fortement avec la vitesse de refroidissement puis semble se stabiliser (Figure IV-27a). Cette diminution s'explique par la formation de ferrite aciculaire visible sur les micrographies. BI varie peu entre  $-10^\circ\text{C/s}$  et  $-100^\circ\text{C/s}$ . Dans les deux cas, au moment du palier à  $650^\circ\text{C}$ , il reste entre 80 et 100% d'austénite. De la ferrite aciculaire va alors se former jusqu'à un certain point, puis de la ferrite allotriomorphe va croître formant localement des alignements (signe de la ségrégation).

L'indice de bande mesuré lors du refroidissement très lent est élevé ( $BI=0.05$ ). Pendant ce refroidissement, on peut faire l'hypothèse que la vitesse de germination de la ferrite est plus lente. Il n'y a pas suffisamment de force motrice de transformation pour former de la ferrite aciculaire. De la ferrite allotriomorphe va croître en suivant les zones favorables (ségréguées négativement en manganèse). La microstructure finale sera fortement en bandes. Ceci montre que quelle que soit la taille de grain austénitique, si la vitesse de refroidissement est suffisamment faible on obtiendra toujours une microstructure en bandes.

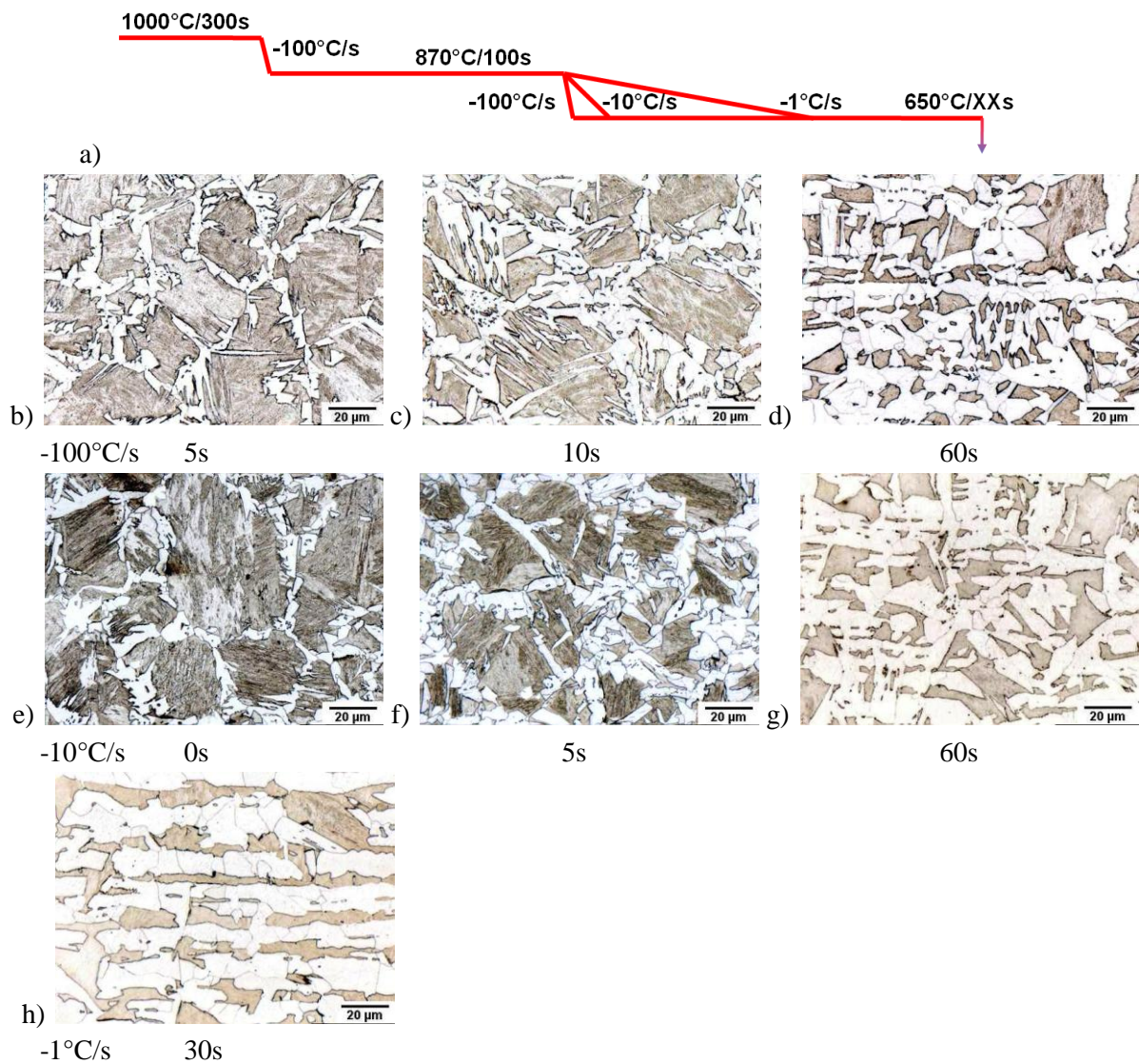
La distance inter-bandes (Figure IV-27b) est d'environ  $16\ \mu\text{m}$  à refroidissement très lent. Lorsque la vitesse de refroidissement augmente, HM est compris entre  $9.5$  et  $11\ \mu\text{m}$ , il est alors plus représentatif d'une distance inter-particules (car BI est faible). De la même manière, la microstructure devient plus complexe avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement (Figure IV-27c).

Il est intéressant de superposer les covariogrammes des deux microstructures présentées en Figure IV-28, l'une obtenue après un cycle de référence (petit grains  $\gamma$ ,  $\rho_c = -10^\circ\text{C/s}$ , voir Figure IV-4f), l'autre après un palier de 300 secondes à  $1000^\circ\text{C}$  suivi d'un cycle de référence (gros grains  $\gamma$ ,  $\rho_c = -1^\circ\text{C/s}$ , Figure IV-25h). Le covariogramme mesuré sur la microstructure grossière est proche de celui mesuré sur le profil en manganèse de la Figure IV-16.

Pour évaluer l'évolution des ségrégations, au cours de l'austénitisation, nous avons analysé par différences finies l'évolution d'un profil composé de fortes variations de concentration en manganèse ( $1\% - 2\%$ ) à longue distance ( $\Delta\text{Mn} = 1\%$ ,  $\lambda = 16\ \mu\text{m}$ ) et de faibles variations locales ( $\Delta\text{Mn} = 0.15\%$ ,  $\lambda = 5\ \mu\text{m}$ ). Ce profil initial de manganèse et celui calculé après un traitement à  $1000^\circ\text{C}$  pendant 300 secondes sont tracés en Figure IV-29a. Les variations locales ne sont donc pas effacées par l'austénitisation.

Sachant que les ségrégations chimiques ont peu évolué d'un traitement à l'autre (petit et gros grains  $\gamma$ ), les bandes fines seraient donc obtenues grâce la présence des variations à courte distance de ségrégations dans les bandes riches et pauvres en manganèse. Alors que la microstructure grossière serait l'image des ségrégations à plus longue distance. Pour illustrer ce propos, considérons la

ségrégation précédente et repérons sur celle-ci les sites favorables à la germination de la ferrite (Figure IV-29b). Lorsque la densité de sites de germination est élevée (petite taille de grain austénitique), la ferrite va germer où le manganèse présente des variations faibles de concentration (repéré par des croix rouges). La force motrice de transformation étant faible, le moindre pic de manganèse stoppera la croissance de la ferrite (la microstructure attendue est schématisée sous la courbe). Lorsque la densité de sites de germination est faible (grosse taille de grain austénitique), la ferrite germe dans les zones pauvres en manganèse (croix vertes). Localement, la force motrice de transformation permettra à la ferrite de passer un pic de concentration de manganèse. La microstructure finale sera donc plus grossière. La même ségrégation chimique est donc perçue différemment en fonction de la taille de grain austénitique.



**Figure IV-25 : Evolution microstructural après les traitements illustrés en a) ; b-c-d)  $\rho_C = -100^\circ\text{C/s}$ ,  $t_a = 5, 10$  et  $60$  secondes ; e-f-g)  $\rho_C = -10^\circ\text{C/s}$ ,  $t_a = 0, 5$  et  $60$  secondes ; h)  $\rho_C = -1^\circ\text{C/s}$ ,  $t_a = 30$  secondes**

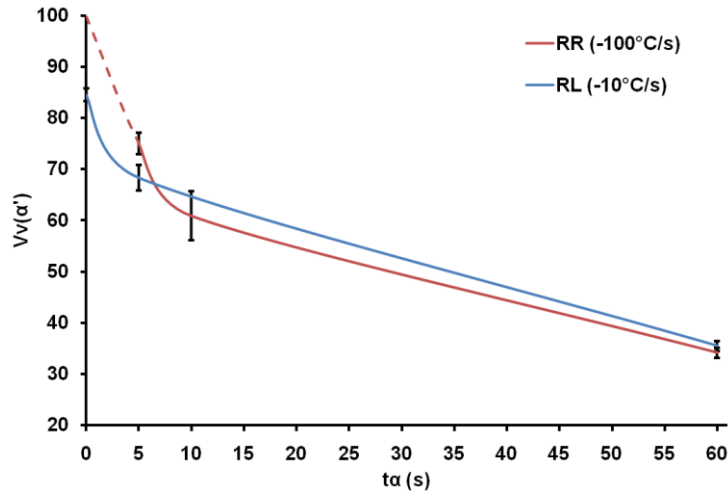


Figure IV-26 : Taux de martensite mesurés en fonction du temps de maintien à 650°C

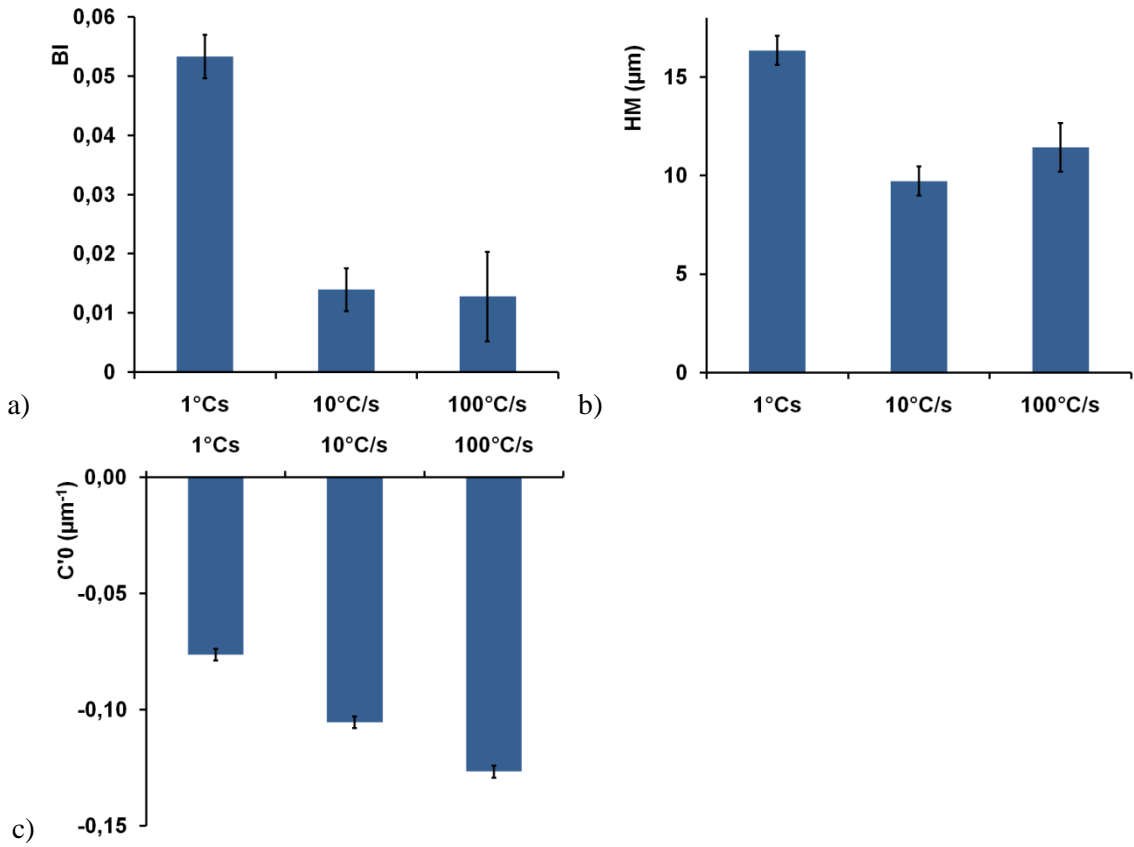


Figure IV-27 : Evolution en fonction de la vitesse de refroidissement de a) BI ; b) HM ; et c) C'0

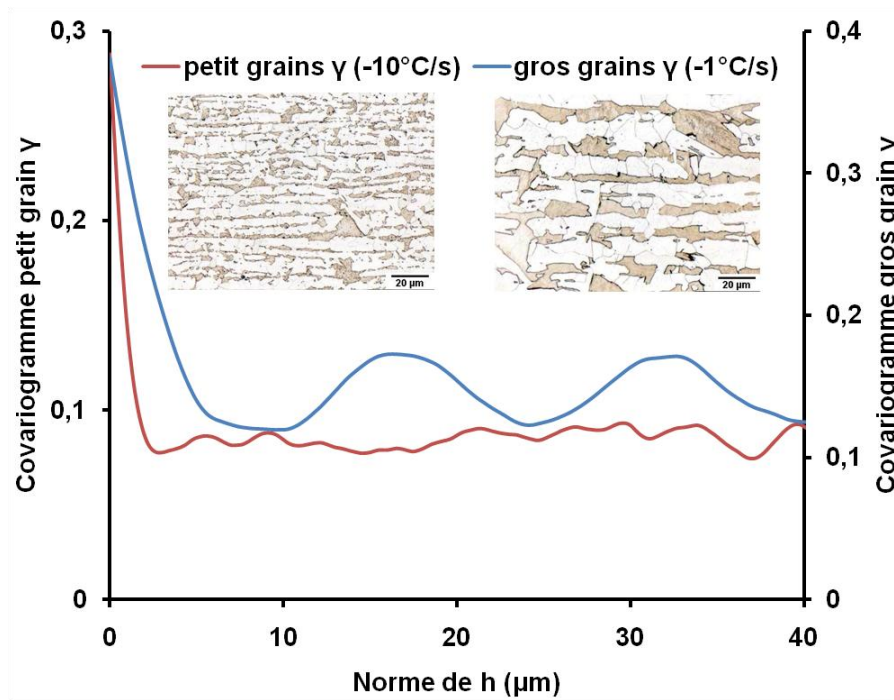


Figure IV-28 : Covariogrammes mesurés sur les micrographies

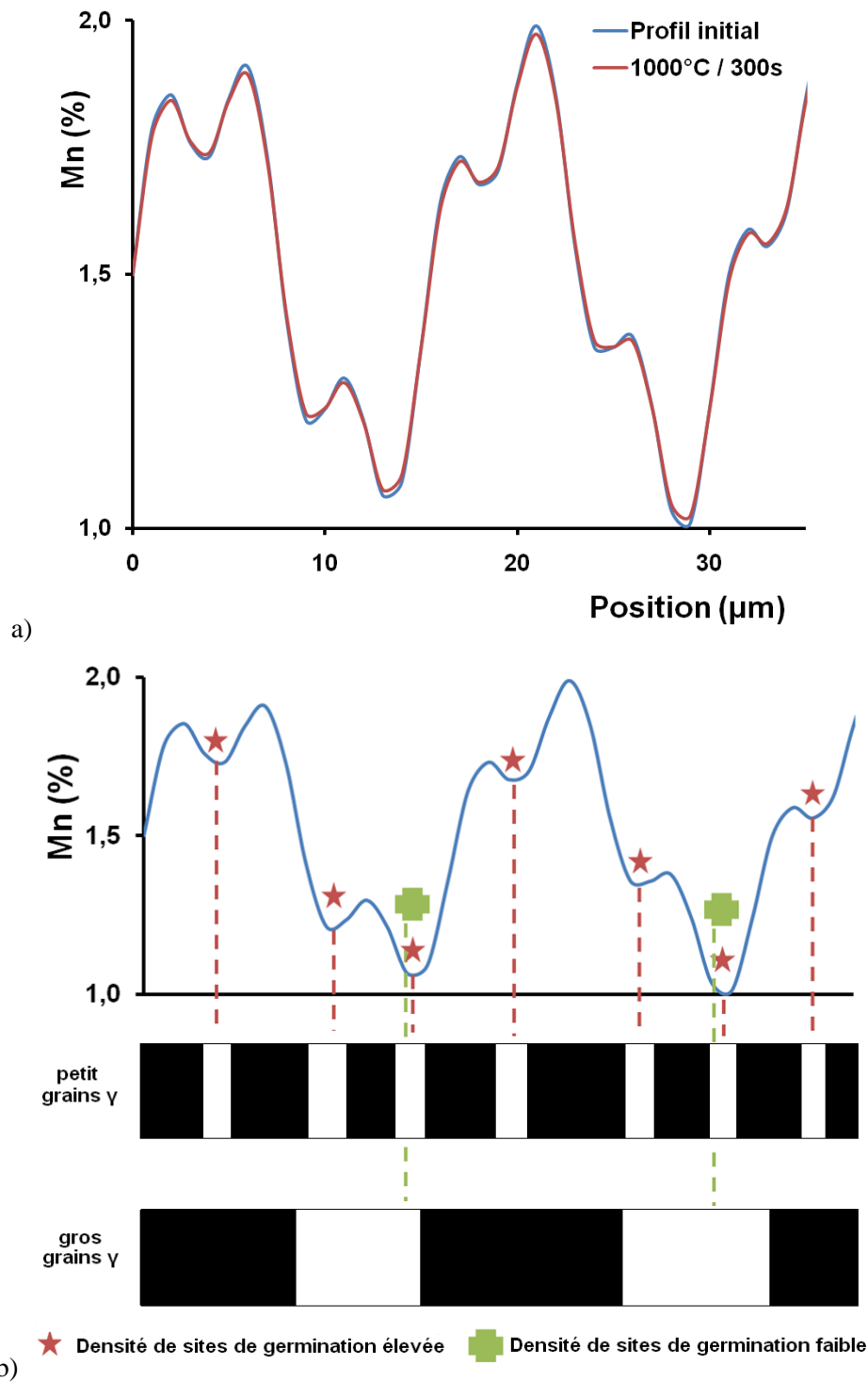


Figure IV-29 : a) Evolution de l'amplitude des ségrégations en Mn après une austénitisation de 300 secondes à 1000°C ; b) schématisation des sites de germination potentiels dans le cas de densités de germination élevée et faible, et microstructure attendues en fonction de la taille de grain austénitique

## IV.6. Influence de la température du palier ferritique et de la concentration en carbone

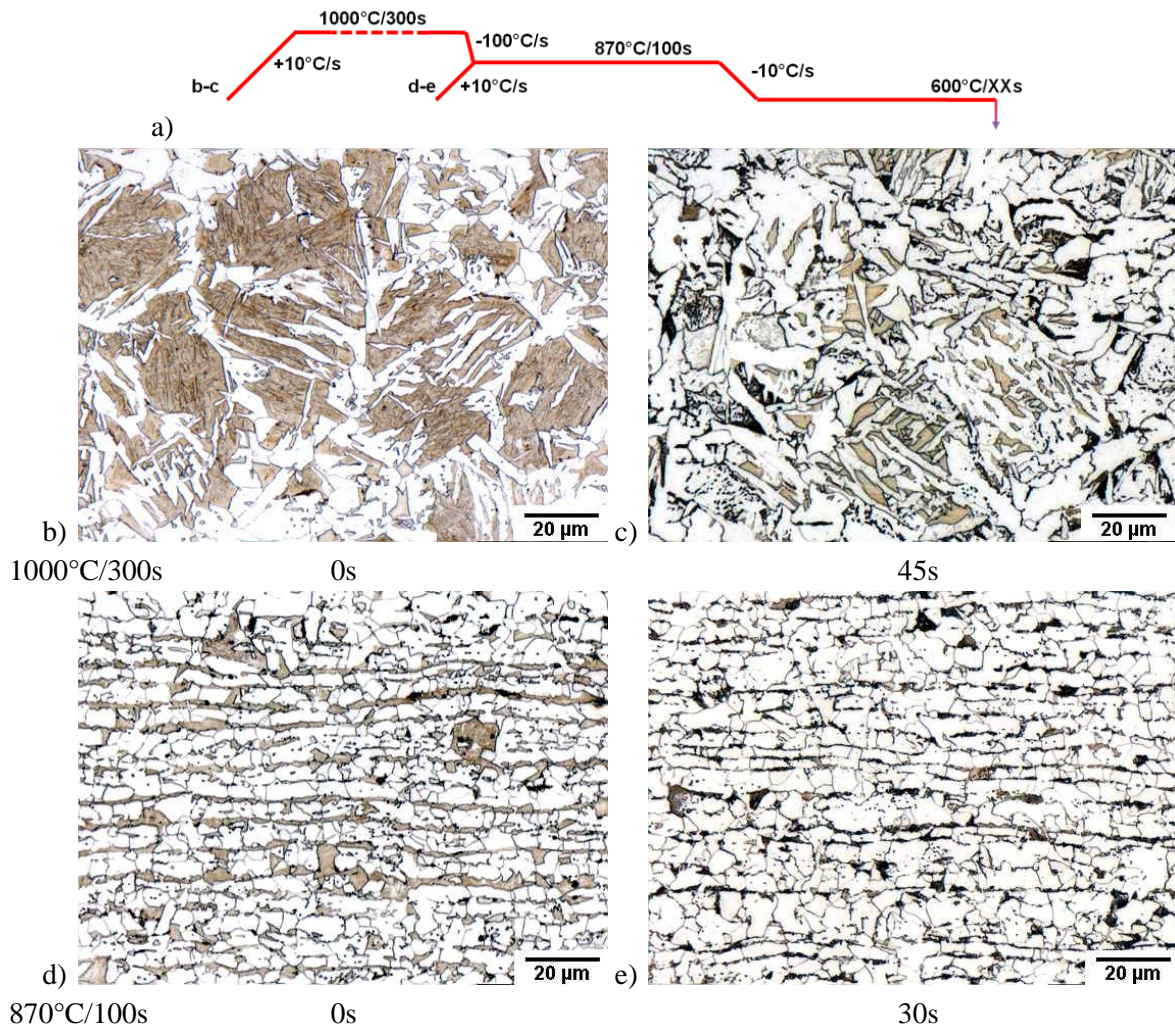
Pour donner un maximum de force motrice de transformation à la ferrite des traitements complémentaires ont été réalisés avec un palier isotherme à  $T\alpha = 600^\circ\text{C}$ . Les traitements sont schématisés en Figure IV-30a, ont été réalisés avec des vitesses de refroidissement depuis le domaine austénitique,  $\rho_c$ , de  $-10^\circ\text{C/s}$ . Pour obtenir différents taux de phase et différentes tailles de microstructures, nous avons choisi de réaliser des austénitisations à  $1000^\circ\text{C}$  pendant 300 secondes pour les échantillons Figure IV-30b-c ( $t\alpha = 0\text{s}$  et  $45\text{s}$  respectivement) et un cycle de référence pour les échantillons d-e ( $t\alpha = 0\text{s}$  et  $30\text{s}$ ). Les microstructures ont été révélées au nital.

Dès le début du palier isotherme, à forte taille de grain austénitique, de la ferrite aciculaire fragmente de manière très marquée les îlots de martensite (Figure IV-30b). Après 45 secondes de traitement (Figure IV-30c), on note la présence de perlite, de quelques îlots de martensite et de bainite. La microstructure est très découpée. Il n'y a plus d'évidence de la ségrégation chimique.

Les microstructures obtenues sur le matériau à faible taille de grain austénitique (Figure IV-30d-e) sont totalement différentes. Les bandes sont très marquées, il n'y a pas de ferrite aciculaire. Après 30 secondes, la microstructure est entièrement ferrito-perlitique.

Ces observations relativisent la notion de vitesse rapide ou lente de refroidissement ; lorsque la taille de grain est petite, une vitesse de  $-10^\circ\text{s}$  est lente alors qu'elle est rapide dans le cas de gros grain austénitique. Kirkaldy et al. proposent une expression pour calculer la vitesse minimale,  $\dot{T}$ , nécessaire à l'élimination des bandes :  $\dot{T} > 5D\Delta T/\omega^2$ , avec  $\Delta T$  la différence entre  $Ar_3$  dans les zones riches et  $Ar_3$  dans les zones pauvres en manganèse,  $D$  le coefficient de diffusion, et  $\omega$  la distance inter-ségrégations (Kirkaldy et al. 1963). Nos observations montrent clairement que la définition d'une vitesse critique de refroidissement ne peut pas être indépendante de la taille de grain austénitique.

Même si ces traitements thermiques s'écartent de l'objectif d'obtenir une structure ferrito-martensitique, ils illustrent, de plus, l'importance de la taille de grain et du taux de carbone dans l'austénite pour la formation de la ferrite aciculaire. Honeycombe et Bhadeshia ont montré que la ferrite aciculaire se forme pour des taux de carbone dans l'austénite compris 0.2 et 0.4% (Honeycombe & Bhadeshia 1995). Lors de la croissance de la ferrite, le carbone va être rejeté dans l'austénite où sa concentration va augmenter. La taille de grain austénitique modifie la cinétique de formation de la ferrite. Lorsque la taille de grain augmente, l'apparition de la ferrite allotriomorphe est ralentie. Si la concentration du carbone est optimale, la formation de ferrite aciculaire est possible.



**Figure IV-30 : Microstructures obtenues au cours des traitements schématisés en a) suivi d'une trempe à  $600^{\circ}\text{C}$  après b) 0 s ; c) 10 s ; et d) 45 s**



## IV.7. Mécanismes de formation des bandes

Les résultats expérimentaux précédents nous ont apporté beaucoup d'informations sur les différents paramètres influençant la formation des bandes. Avant d'aborder l'explication des mécanismes de formation des bandes, il convient de récapituler les principaux résultats, quelques principes élémentaires et les principales hypothèses.

### IV.7.1. Synthèse

Nous avons mis en évidence deux modes de formation de la ferrite (Figure IV-31a). La ferrite allotriomorphe favorise la formation de structures en bandes car elle croît en suivant les bandes ségréguées négativement en manganèse. Cette ferrite peut se former, quelque soit la taille grain de austénitique, si la force motrice de transformation est assez faible. La formation de la ferrite aciculaire est favorisée par trois paramètres : la taille de grain austénitique et/ou une force motrice de transformation importante, et nécessairement une concentration en carbone dans l'austénite comprise entre 0.2 et 0.4%. Cette ferrite apparaît indépendamment des ségrégations et diminue l'intensité des structures en bandes. L'augmentation de taille de grain austénitique accroît les distances inter-bandes. Nous avons supposé que sous certaines conditions, la ferrite est capable de traverser une zone riche en manganèse (Figure IV-31b). Par exemple, lorsqu'un germe apparaît et croît le long d'un joint de grain, si la force motrice de transformation est suffisante, il pourra traverser la ségrégation (ellipse rouge) ; si elle est insuffisante, la ferrite croît dans la zone pauvre en manganèse parallèlement à la ségrégation (ellipse verte).

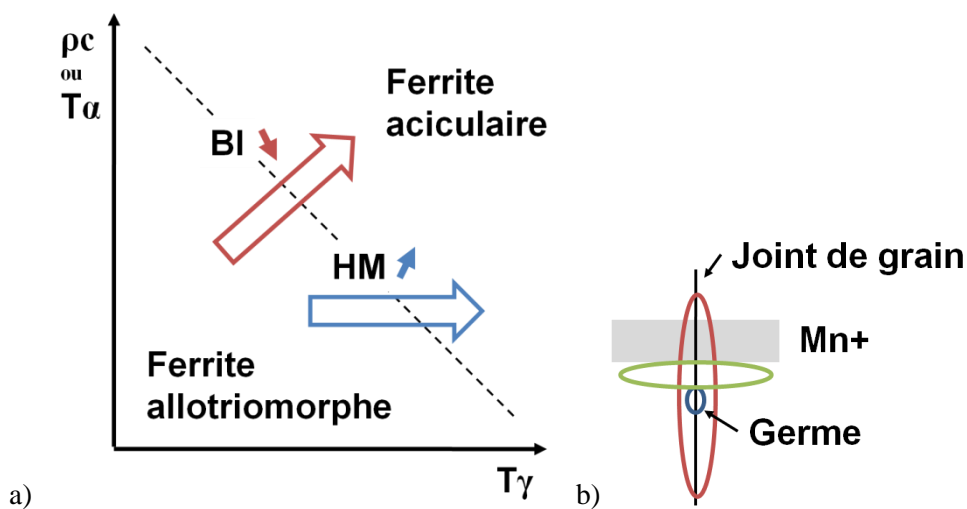


Figure IV-31 : a) Schématisation des principaux résultats ; b) illustration de la formation de la ferrite en fonction de la ségrégation

Dans la suite, nous allons tenter d'expliquer, à l'aide de schémas simples, les mécanismes de formation des bandes dans quatre configurations différentes. La même ségrégation chimique (illustrée en Figure IV-32a) a été choisie. Celle-ci est formée de bandes de différentes intensités, espacées avec une certaine dispersion. Les zones grisées sont riches en manganèse ; les zones blanches sont pauvres. Deux sous-structures austénitiques, l'une fine (Figure IV-32b), l'autre grossière (Figure IV-32c), ont

été générées par des pavages de Voronoï. Pour chacune, nous décrirons pour deux vitesses de refroidissement (lente et rapide) les mécanismes supposés de formation de la ferrite. Nous admettrons que la germination de la ferrite se concentre sur les sites préférentiels : les points triples puis les joints de grains.

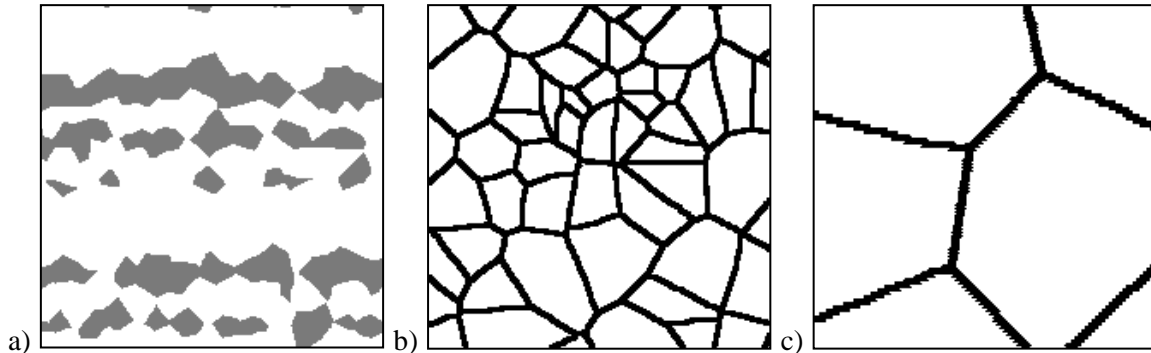


Figure IV-32 : a) Illustration de la ségrégation chimique ; b) sous-structure austénitique fine ; c) sous-structure austénitique grossière

## IV.7.2. Petite taille de grain austénitique

### IV.7.2.1. Vitesse de refroidissement lente

Lors du refroidissement, la ferrite va germer préférentiellement aux points triples des grains austénitiques situés dans les zones pauvres en manganèse (Figure IV-33a ; les germes sont en rouge). Le manganèse étant un élément gammagène, l'austénite sera donc présente à plus basse température dans les zones riches en manganèse. La ferrite allotriomorphe va croître le long des joints de grains. Comme la force motrice de transformation est faible, la ferrite pourra difficilement traverser une zone riche en manganèse et va donc continuer à croître par diffusion en suivant les bandes ségréguées négativement en manganèse (Figure IV-33b). Lors de sa croissance, elle va rejeter le carbone dans les zones riches en manganèse non transformées. L'enrichissement en carbone rend l'austénite plus stable. Les grains ferritiques vont ensuite se connecter longitudinalement, formant ainsi des bandes dans les zones pauvres en manganèse. Après la trempe, on obtient la microstructure de la Figure IV-33c composée alternativement de bandes de ferrite (blanches) et de martensite (noires). Ces bandes, fortement marquées, ne sont pas forcément continues sur l'ensemble de la microstructure.

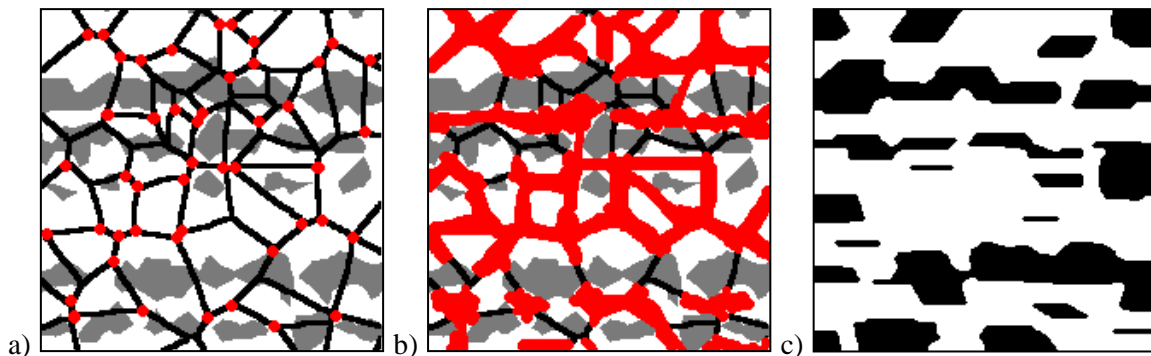


Figure IV-33 : Schématisation lors d'un refroidissement lent et d'une petite taille de grain austénitique de a) la germination de la ferrite ; b) la croissance de la ferrite ; et c) la microstructure finale

#### IV.7.2.2. Vitesse de refroidissement rapide

Lors d'un refroidissement rapide, la ferrite va germer sur un plus grand nombre de joints triples austénitiques (Figure IV-34a), même dans les zones riches en manganèse. Au moment du palier isotherme, très peu de ferrite a été formée, la concentration de carbone dans l'austénite est donc faible. La force motrice de transformation importante et la faible concentration en carbone de l'austénite sont favorables à la formation de ferrite aciculaire à l'intérieur des grains d'austénite, indépendamment des ségrégations chimiques (Figure IV-34b). La concentration du carbone, rejeté dans l'austénite, va augmenter interrompant finalement la formation de cette ferrite aciculaire. La ferrite va donc continuer à croître dans les zones pauvres en manganèse. La microstructure finale sera plus fine et découpée. Les traces de la ségrégation seront encore visibles mais les bandes seront moins intenses que dans le cas du refroidissement lent.

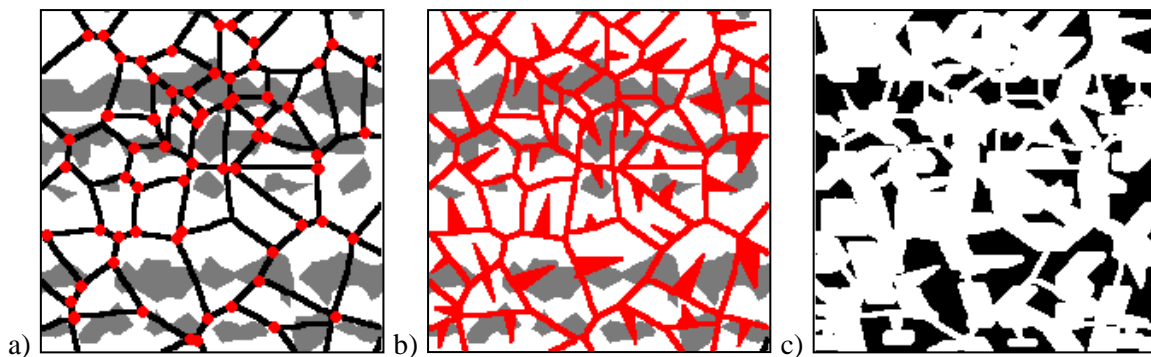
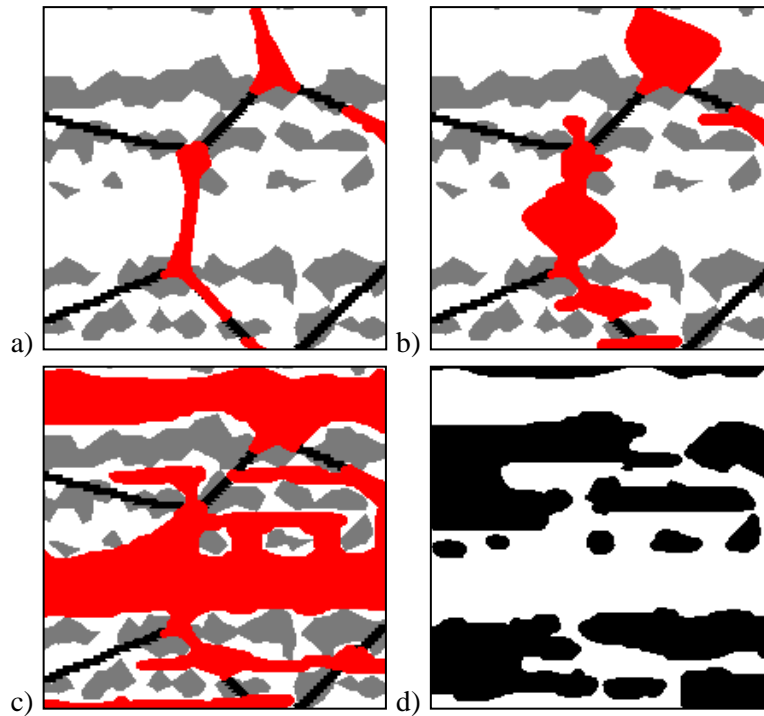


Figure IV-34 : Schématisation lors d'un refroidissement rapide et d'une petite taille de grain austénitique de a) la germination de la ferrite ; b) la croissance de la ferrite ; et c) la microstructure finale

### IV.7.3. Grosse taille de grain austénitique

#### IV.7.3.1. Vitesse de refroidissement lente

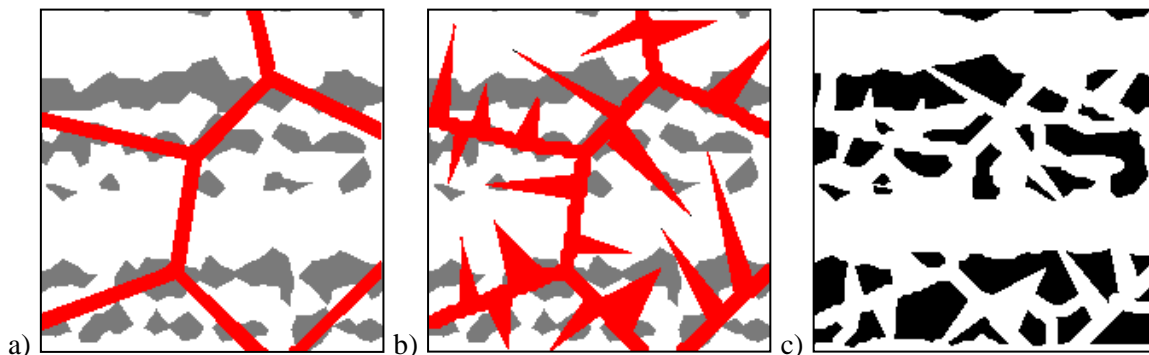
Lorsque la vitesse de refroidissement est lente, la ferrite va germer aux points triples puis commencer à croître le long des joints de grains (Figure IV-35a) situées dans les zones pauvres en manganèse. La force motrice de transformation ne se sera pas suffisante pour traverser les bandes riches en manganèse et mouiller l'ensemble des joints de grains. La ferrite va alors continuer à croître à travers les grains austénitiques en suivant les bandes ségréguées négativement en manganèse (Figure IV-35b-c). Certains grains austénitiques vont donc être fragmentés dans le sens des ségrégations. Les zones riches en manganèse vont se charger en carbone. Les plus proches formeront un ensemble dans lesquels il n'y aura pas de ferrite. La microstructure finale sera composée de quelques petits îlots isolés et de bandes épaisses et intenses de martensite. Une bande de martensite pourra être formée de plusieurs bandes riches en manganèse proche.



*Figure IV-35 : Schématisation lors d'un refroidissement lent et d'une grosse taille de grain austénitique de a) la germination de la ferrite ; b-c) la croissance de la ferrite ; et d) la microstructure finale*

#### IV.7.3.2. Vitesse de refroidissement rapide

Lorsque le refroidissement depuis le domaine austénitique est rapide, la ferrite va germer sur l'ensemble des joints de grains austénitiques (Figure IV-36a). La forte taille des grains austénitiques va modifier la cinétique de formation de la ferrite. La faible concentration de carbone dans l'austénite et la force motrice de transformation élevée vont permettre à la ferrite aciculaire de germer (Figure IV-36b). Celle-ci va rejeter le carbone dans l'austénite, et comme dans le cas des petites tailles de grains austénitiques, sa concentration va augmenter. La ferrite va alors croître dans les zones pauvres en manganèse. La microstructure finale sera relativement moins grossière et beaucoup moins connectée que dans le cas d'un refroidissement lent (Figure IV-36c).



*Figure IV-36 : Schématisation lors d'un refroidissement rapide et d'une grosse taille de grain austénitique de a) la germination de la ferrite ; b) la croissance de la ferrite ; et c) la microstructure finale*

## **IV.8. Conclusions**

Dans ce chapitre, nous avons mis en évidence les mécanismes de formation des bandes grâce à plusieurs techniques expérimentales. L'évolution microstructurale au cours des cycles thermiques nous a permis de montrer que la force motrice de transformation de la ferrite et la taille de grain austénitique (site de germination) sont primordiaux pour prévenir l'apparition des bandes. Quelle que soit la taille de grain austénitique, si la force motrice de transformation n'est pas suffisante, des bandes intenses et fortement connectées vont apparaître. Elles seront d'autant plus épaisses et espacées que la taille de grain austénitique est importante. Lorsque la force motrice est importante, nous avons mis en évidence que l'augmentation des sites de germination et la formation de ferrite aciculaire atténuent l'intensité des bandes. Les mesures de concentrations en manganèse ont montré que ce type de ferrite apparaît indépendamment des ségrégations, en relation d'orientation avec l'austénite dans laquelle elle croit.



---

## **Chapitre V**

### **Relation topologie / propriétés mécaniques**

---

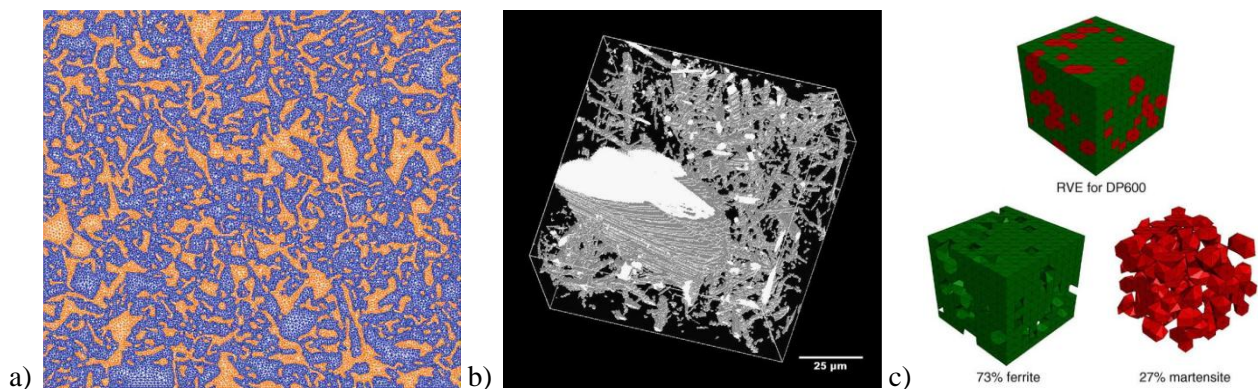




## V.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons caractérisé les mécanismes de formation des structures en bandes. Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser aux effets de la topologie des phases sur les propriétés mécaniques. De nombreuses études expérimentales montrent les effets de la morphologie et de la topologie de la martensite sur le comportement mécanique et l'endommagement des DP (N. J. Kim & Thomas 1981; X. L. Cai et al. 1985; Bag et al. 1999; S. Sun & Pugh 2002; Erdogan & Tekeli 2002; H. S. Lee et al. 2004; Avramovic-Cingara et al. 2009). Des études plus récentes s'appuient sur des résultats de calcul mécanique bi ou tridimensionnel afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu. Choi et al., par exemple, simulent le comportement de DP en maillant directement les micrographies bidimensionnelles (Choi et al. 2009). Un exemple de maillage est repris Figure V-1a. Gokhale et al. reproduisent, par coupes sériées, la microstructure en trois dimensions de matériaux comme le titane (Figure V-1b), le tungstène, des composites aluminium silicium ou encore un alliage de magnésium poreux (Louis & Gokhale 1996; Tewari & Gokhale 2001; Singh & Gokhale 2005; Lieberman et al. 2009). Cette dernière approche est relativement simple à mettre en œuvre, et lorsqu'elle est bien maîtrisée, s'avère très riche en informations. En revanche, concernant l'étude des DP, les modélisations tridimensionnelles se réduisent souvent à des morphologies et des topologies simplifiées (Figure V-1c) (Al-Abbasi & Nemes 2007; Balasivanandha Prabu & Karunamoorthy 2008; Uthaisangsuk et al. 2008; Uthaisangsuk et al. 2009).

Dans le but d'analyser les relations entre la topologie et les propriétés d'endommagement, nous avons, dans un premier temps, caractérisé par coupes sériées la microstructure d'un matériau homogène et d'un matériau ségrégué obtenus après des cycles de référence. Afin d'évaluer le comportement mécaniques, nous avons maillé ces microstructures tridimensionnelles réelles et des microstructures modèles bidimensionnelles présentant différentes intensités de bandes. Puis, nous avons étudié l'influence des structures en bandes sur les propriétés d'endommagement.



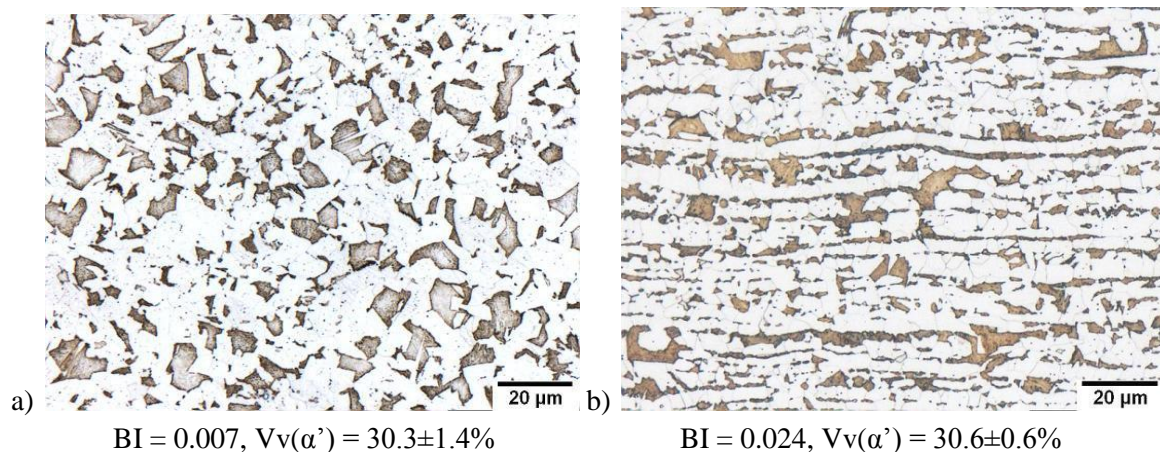
**Figure V-1 : a) maillage réalisé directement avec une micrographie de DP (Choi et al. 2009) ; b) reconstruction tridimensionnelle d'une microstructure d'alliage de titane (Lieberman et al. 2009) ; c) volume élémentaire représentatif d'un DP600 (Uthaisangsuk et al. 2009)**

## V.2. Topologie tridimensionnelle d'aciers DP

Nous avons jusqu'ici caractérisé nos aciers en deux dimensions. Cette approche est riche d'informations, mais reste limitée. En effet, nous ne sommes pas capables de définir, par exemple, quelle phase englobe l'autre ou si les grains d'une même phase sont connectés entre eux ? Pour répondre à ces questions, nous avons reconstruit par coupes sériées la microstructure tridimensionnelle d'un matériau homogène et d'un matériau ségrégré. Puis, nous avons comparé les topologies tridimensionnelles des deux matériaux.

### V.2.1. Matériaux

Nous avons choisi d'analyser et de comparer la topologie tridimensionnelle des phases de deux microstructures. La première, homogène, est illustrée sur la micrographie de la Figure V-2a. Elle a été obtenue sur le matériau homogénéisé 1 heure à 1200°C avant le laminage à froid ayant subi un cycle de référence ( $\rho C = -10^\circ\text{C/s}$ ,  $T\alpha = 650^\circ\text{C}$ ,  $t\alpha = 0\text{s}$ ). La seconde, issue du matériau initial ségrégré a subi le même cycle de référence ( $t\alpha = 30\text{s}$ ), présente une microstructure en bandes marquée (Figure V-2b). Les paramètres du cycle de référence ont été définis afin d'obtenir, dans les deux cas, des taux de martensite d'environ 30%. Les indices de bande, BI, sont donnés sous chaque microstructure.

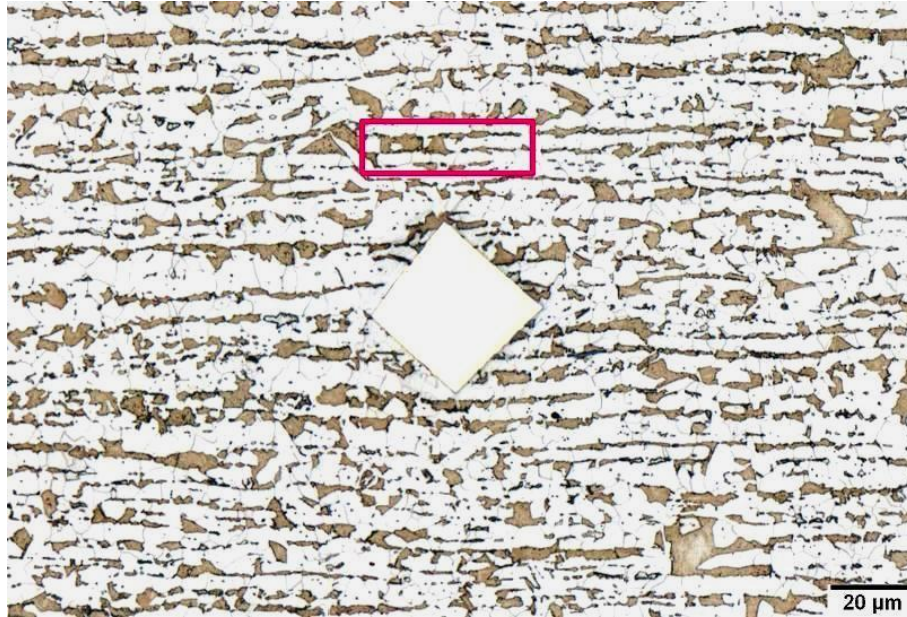


*Figure V-2 : Microstructures obtenues après un cycle de référence sur a) le matériau homogénéisé ; et b) le matériau ségrégré*

Le protocole décrit dans le §II.4.6 a été appliqué pour l'obtention des microstructures tridimensionnelles. Entre chaque polissage, l'évolution des dimensions des empreintes de dureté nickelées a permis de connaître précisément la distance entre de deux coupes successives.

La micrographie de la Figure V-3 représente l'ensemble de la zone de l'échantillon ségrégré sur laquelle les coupes sériées ont été acquises. Les dimensions de la zone sont de  $220 \times 150 \mu\text{m}^2$ . Pour des raisons pratiques, l'ensemble de la surface n'a pas été analysé. Pour ce matériau, la zone analysée dans la suite de l'étude est repérée en fuchsia sur la Figure V-3. Le volume total de cette zone est de  $40 \times 13 \times 7.7 \mu\text{m}^3$ . On notera que l'analyse par coupes sériées permet a priori d'analyser des volumes plus importants qu'une analyse, par exemple, par Dual-Beam.

La surface totale acquise sur le matériau homogène est sensiblement équivalente. Le volume analysé, dans la suite, a comme dimension  $33 \times 31 \times 6.5 \mu\text{m}^3$ .



*Figure V-3 : Surface totale de l'échantillon ségrégué acquise par coupe sériée et en fuchsia la sélection analysée dans la suite*

## **V.2.2. Topologie tridimensionnelle**

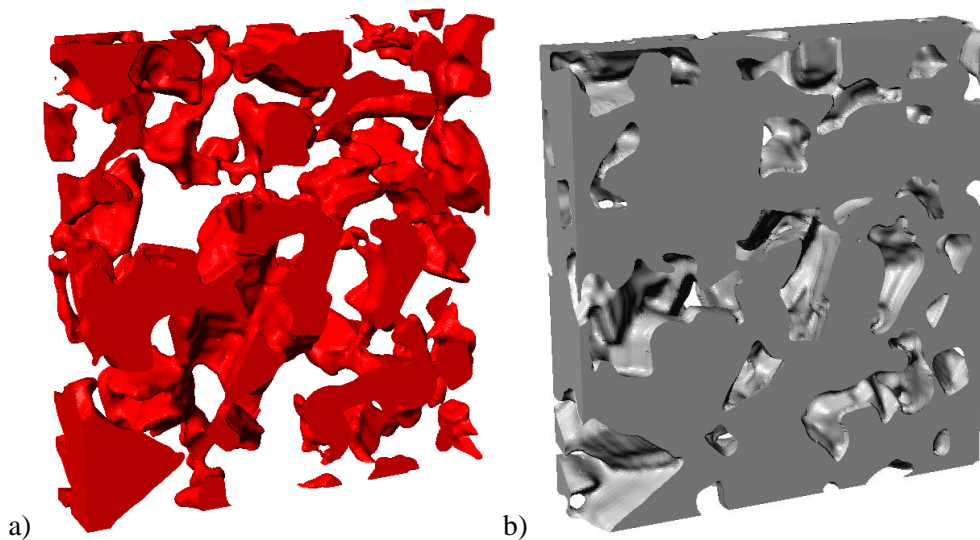
Les images acquises par coupes sériées, des matériaux sélectionnés, ont été superposées à l'aide du logiciel Simpleware 3.1. La visualisation tridimensionnelle a permis l'analyse de la topologie de chaque microstructure.

### *V.2.2.1. Matériau homogène*

L'une des coupes binaires du matériau homogène est présentée en Figure V-4. Sur cette coupe, les îlots martensitiques paraissent isolés les uns des autres. Les visualisations tridimensionnelles montrent le contraire. En effet, les îlots de martensite sont équiaxes et connectés par de la martensite fine et créent un réseau (Figure V-5a). On note que les traces de ségrégations sont inexistantes, la ségrégation chimique n'est donc pas la seule responsable des connexions. Seule une information tridimensionnelle permet de visualiser ces connexions. La matrice ferritique aussi est complètement connectée sur l'ensemble du volume (Figure V-5b).



*Figure V-4 : Sélection d'une coupe du matériau homogène*



*Figure V-5 : Visualisation tridimensionnelle dans le matériau homogène de a) la martensitique ; et b) la ferrite*

#### *V.2.2.2. Matériau ségrégé*

Les images de la Figure V-6a-b illustrent les reconstructions tridimensionnelles respectivement de la martensite et de la ferrite du matériau ségrégé. Les îlots martensitiques forment un réseau également fortement connecté. L'image de la Figure V-7a montre une coupe particulière de ce volume sur laquelle les bandes sont déconnectées. La superposition des coupes permet donc de mettre en évidence la connexion des îlots dans le volume. Il est aussi intéressant de noter que les bandes sont aussi connectées verticalement. Sur l'image b de la Figure V-7, un îlot de martensite connecte deux bandes horizontalement. Ces connexions horizontales peuvent s'expliquer par le fait que les espaces inter-dendritiques (formés au moment de la solidification puis déformés par le laminage) créent des espaces fermés. Ces « enveloppes », riches en manganèse, peuvent alors joindre deux bandes de ségrégation malgré la croissance de la ferrite. La matrice ferritique (Figure V-6b) est aussi complètement connectée sur l'ensemble du volume.

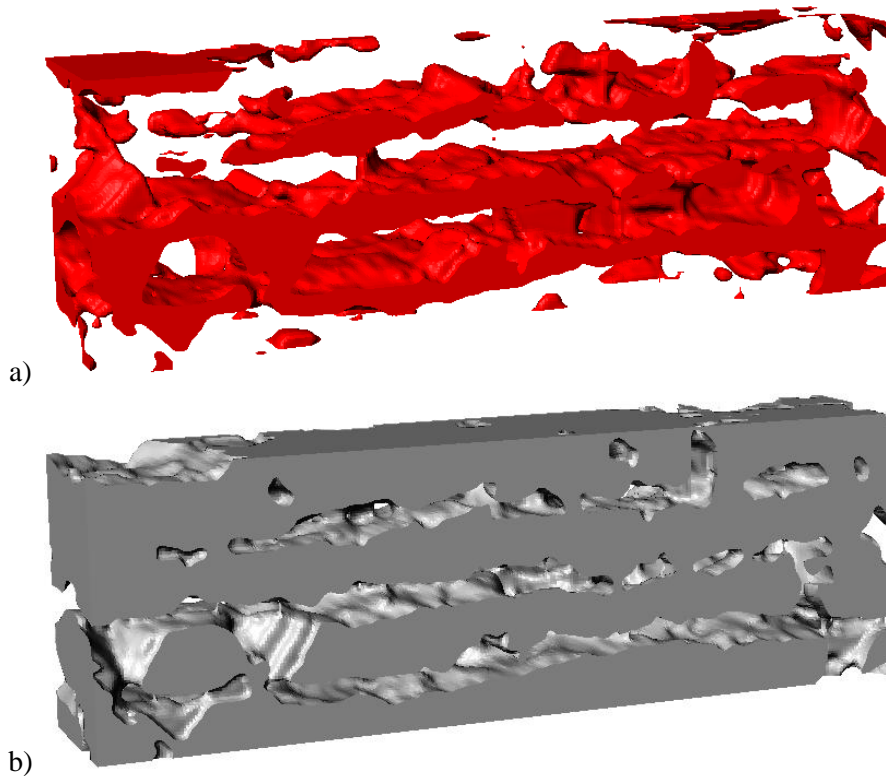


Figure V-6 : Visualisation tridimensionnelle dans le matériau ségrégé de a) la martensitique ; et b) la ferrite

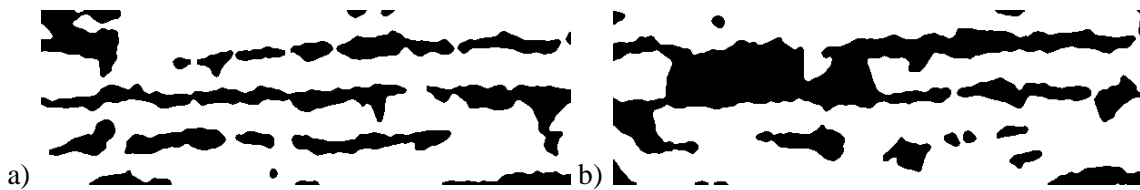


Figure V-7 : Sélection de deux coupes du matériau ségrégé

### V.2.2.3. Analyse de la connexité

Le nombre de connexité d'une structure biphasée (ou constante d'Euler Poincaré de cette structure) est obtenu à l'aide de l'intégrale de la courbure totale (ou courbure de Gauss) sur la frontière de l'ensemble  $\partial X$  (Bretheau & Jeulin 1989) :

$$N - G = \frac{1}{4\pi} \int_{\partial X} \frac{\partial S}{R_1 R_2}$$

Le nombre de connexité est la différence de deux termes :

- $N$  le nombre de surfaces indépendantes de l'ensemble (qui est le nombre d'objets dans le cas de particules simplement connexes sans enclaves) ;
- $G$  le genre qui est le nombre maximal de coupures que l'on peut effectuer sur l'objet sans le disjointre.

A titre d'exemples, la sphère a pour nombre de connexité 1 ( $N = 1$  ;  $G = 0$ ) ; le tore 0 ( $N = 1$  ;  $G = 1$ ) et la couronne sphérique 2 ( $N = 2$  ;  $G = 0$ ). Pour une microstructure, on s'intéressera au nombre spécifique de connexité  $N_v$ , c'est-à-dire le nombre de connexité rapporté à l'unité de volume. Les nombres spécifiques de connexité des phases, de nos microstructures réelles, ont été mesurés avec une

macro-commande sur le logiciel Aphelion. Nous avons considéré que deux voxels sont connexes s'ils sont connectés par leurs faces (6 voisins). Une pondération (correction de coque) a été appliquée pour les particules en contact avec une face (1/2), une arête (1/4) ou un coin (1/8) du volume.

Nous avons comparé ces mesures aux nombres de connexités spécifiques théoriques calculés sur des microstructures modèles composées de sphère et d'ellipsoïdes. Si l'ellipse tourne autour de son axe le plus long, la surface est appelée prolata (forme de ballon de rugby), si l'axe le plus court est choisi, la surface est appelée oblate (forme de lentille). Le nombre de connexité spécifique théorique est calculé avec la formule suivante (Miles 1976; Stoyan et al. 1986) :

$$N_V = \lambda(1 - V_V)(1 - \frac{\lambda}{4\pi} \bar{M}\bar{S} + \frac{\pi}{384} \lambda^2 \bar{S}^3)$$

avec  $\lambda$ , la densité de germes,  $V_V$  la fraction volumique,  $\bar{S}$  la surface moyenne des particules,  $\bar{M}$  l'intégrale de courbure moyenne des particules ( $4\pi R$  pour une sphère). DeHoff et Rhines proposent une manière de déterminer cette intégrale sur des oblates et des prolates (DeHoff & Rhines 1961).

Les évolutions de  $N_V$  en fonction de la fraction volumique sont tracées en Figure V-8a. Pour interpréter cette mesure, nous avons généré des cubes de 200 pixels de coté contenant différents taux de sphère de diamètre 20 pixels. Dans le cas des sphères, pour les faibles taux de phase (< 30%),  $N_V$  est positif, les sphères sont isolées dans la matrice (Figure V-8b). Pour des taux de phases compris entre 30 et 92%,  $N_V$  est négatif, les phases sont alors inter-connectées (Figure V-8c). Au delà de 94% de phase,  $N_V$  redevient positif (Figure V-8d), les sphères forment alors une matrice englobante.

Les valeurs des nombres spécifiques de connexité des deux phases des microstructures sont du même ordre de grandeur. Pour la martensite, les valeurs mesurées sont proches des modèles de sphères et des ellipsoïdes ayant comme rapport petit axe / grand axe (b/a) de 1/3. Les deux réseaux martensitiques sont donc connexes. Les réseaux ferritiques sont aussi connexes mais beaucoup moins qu'attendu sur les modèles. Le rapport a/b doit être d'environ 1/6 pour que la courbe  $N_V$ \_oblate passe par les valeurs mesurées sur les microstructures réelles. Ces mesures sont toutefois à relativiser car elles ont été réalisées sur des volumes faibles et fortement connectés avec le bord des images. Elles montrent que nos microstructures tridimensionnelles ne peuvent pas être approximées par des formes simples.

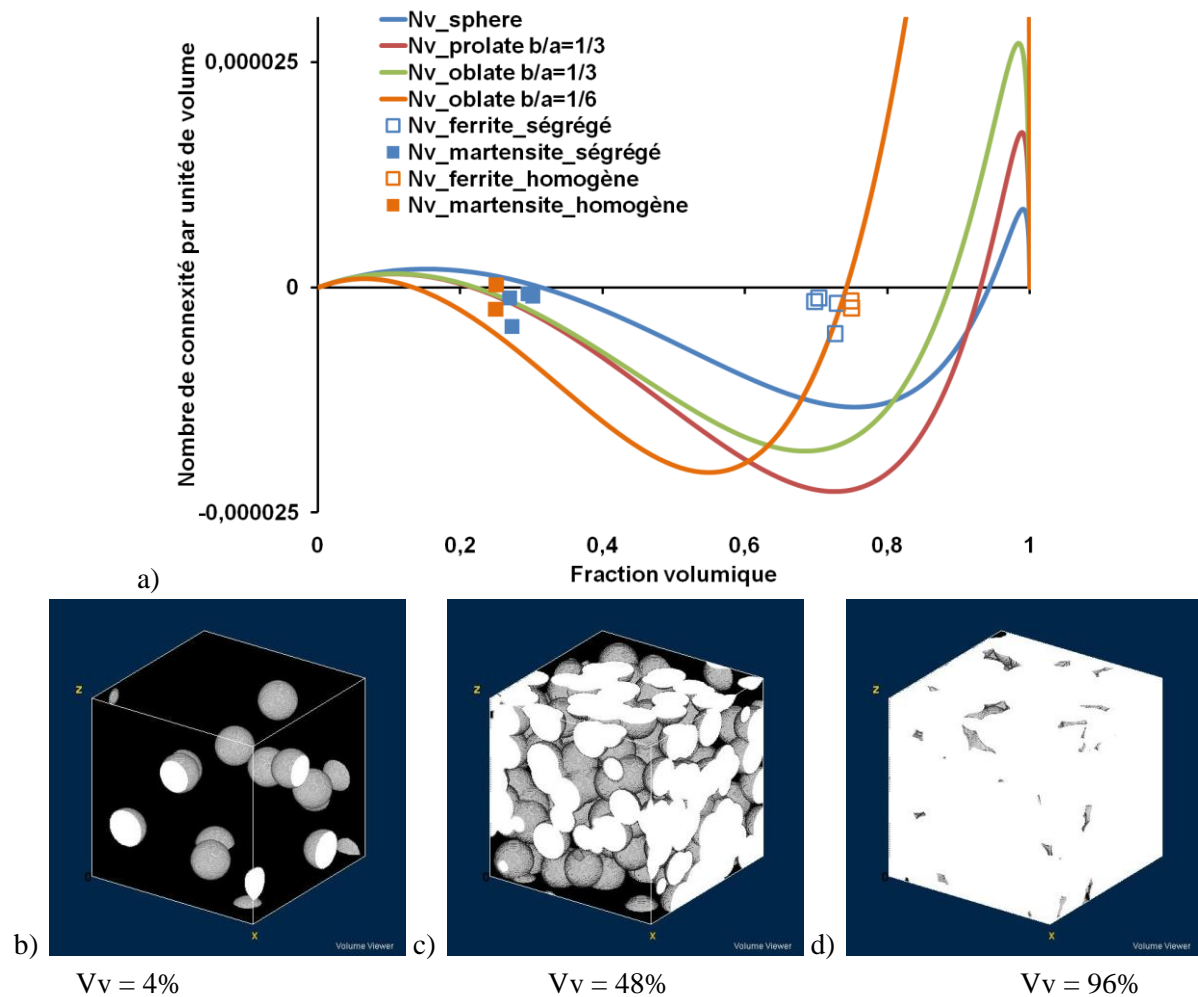


Figure V-8 : a) Evolution de  $N_v$  en fonction de la fraction volumique pour des sphères, des oblates, des prolates et chacune des phases des microstructures réelles ; exemple de volumes (cubes de 200 pixels de côté) contenant b) 4%, c) 48%, et d) 96% de sphères de diamètre 20 pixels

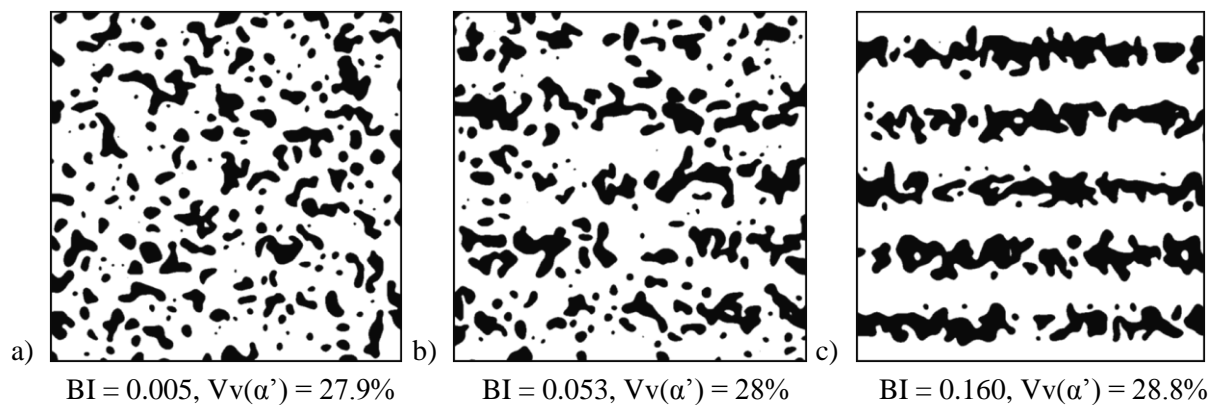
### V.3. Conséquence de la topologie sur les propriétés mécaniques

Dans la partie précédente, nous avons été capables de visualiser les microstructures réelles de deux matériaux très différents. Pour réaliser des calculs mécaniques sur ces microstructures, nous avons généré, à l'aide du logiciel Simpleware 3.1, les maillages de ces volumes. Ces maillages ont environ 650000 éléments et 250000 nœuds. L'analyse des données tridimensionnelles est délicate en termes de manipulation et de visualisation. De plus, les volumes analysés sont relativement petits et pas forcément représentatifs du volume global. Les effets de bord sont importants car la martensite est fortement connectée et en contact avec le bord des images. Nous avons donc choisi d'analyser, en parallèle de nos microstructures réelles, le comportement mécanique de microstructures modèles bidimensionnelles présentant différentes intensités de bandes.

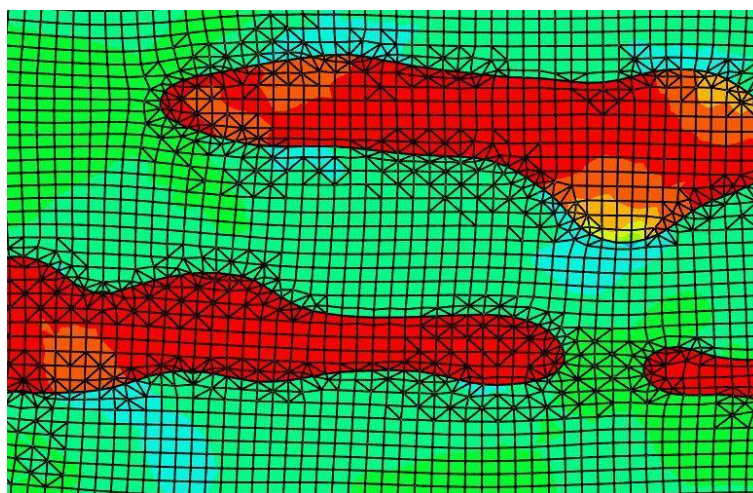
### V.3.1. Microstructures modèles

Nous avons généré trois différentes microstructures modèles présentant 30% de martensite et différentes intensités de bandes. Les microstructures modèles, de dimensions  $200 \times 200 \text{ pix.}^2$ , sont illustrées en Figure V-9a-b-c pour respectivement une microstructure homogène, une microstructure faiblement en bandes et une microstructure fortement en bandes. Les contours arrondis des grains ont été obtenus par une ouverture morphologique d'un élément « disque » de rayon 4 pixels. Ce lissage optimise la qualité du maillage, limite l'apparition d'éléments distordus, limite les concentrations de contraintes et diminue le temps de calcul. Les indices de bandes mesurés sont également donnés pour chaque microstructure.

Le logiciel Simpleware 3.1 ne peut pas travailler directement avec une seule image 2D. Pour générer les maillages des microstructures modèles, chaque image a été dupliquée 2 fois puis l'ensemble a été superposé. L'épaisseur du volume a été réduite à un pixel dans le module de traitement des maillages. Les maillages des modèles comptent en moyenne près de 250000 éléments et environ 110000 nœuds. Pour chaque microstructure (réelle ou modèle), le maillage au niveau des interfaces a été affiné (voir Figure V-10).



*Figure V-9 : Microstructures modèles présentant a) une structure isotrope ; b) des bandes faiblement marquées ; et c) des bandes intenses*



*Figure V-10 : Sélection d'un volume maillé*



### V.3.2. Conditions aux limites et chargement

Lors d'un essai de traction uniaxiale, les niveaux de triaxialité des contraintes atteints sont peu représentatifs des niveaux obtenus en emboutissage. Nous avons choisi de modéliser leur comportement mécanique en traction uniaxiale avec des conditions aux limites en déformation plane. Dans ces conditions, nos microstructures sont soumises à des niveaux de triaxialité plus intenses et plus réalistes pour l'étude de l'endommagement. La Figure V-11 illustre les principales conditions aux limites appliquées à nos modèles. Les quatre faces non colorées du parallélépipède rectangle se déforiment dans leur plan au cours du chargement. Il n'y a donc pas de déplacement suivant l'axe  $\vec{z}$ . La face supérieure, colorée en bleu, et la face rouge se déplacent pendant la déformation, respectivement parallèlement au plan  $(\vec{x}, \vec{z})$  et  $(\vec{y}, \vec{z})$ . L'incrément de déformation,  $\Delta\epsilon$ , est imposé à la face rouge. L'évolution de la surface de cette face (nécessaire pour déterminer la courbe de traction) est déterminée par le produit des coordonnées suivant les axes  $\vec{y}$  et  $\vec{z}$  du point « Pref ». Les conditions aux limites sont antipériodiques pour éviter les variations brusques de microstructure néfastes pour la qualité des résultats.

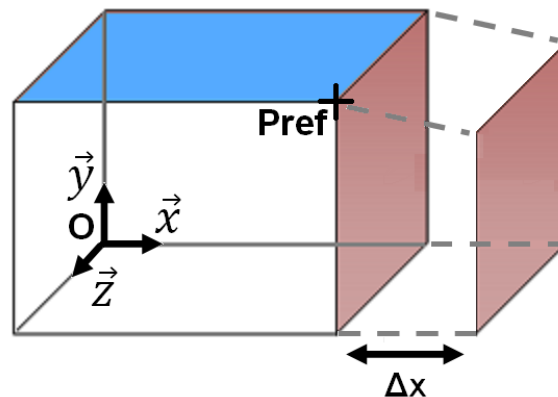


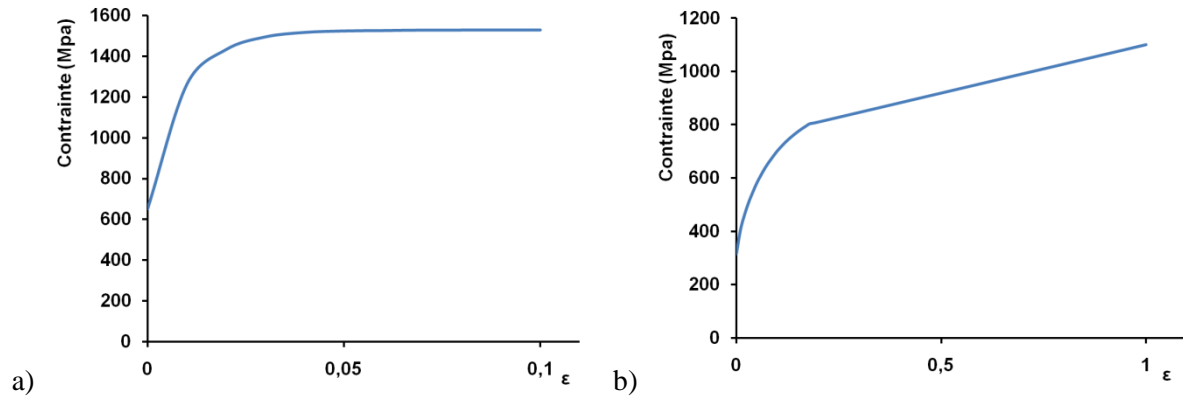
Figure V-11 : Illustration de la déformation imposée au volume

### V.3.3. Lois de comportement mécanique des phases et du composite

Pour nos calculs, nous avons considéré un comportement élasto-plastique des deux phases. Dans le domaine élastique, chacune d'elle a un module de Young de 200000 Mpa et un coefficient de Poisson de 0.3. Les comportements plastiques ont été tabulés en suivant les lois de comportement de la Figure V-12a-b respectivement pour la martensite et la ferrite. La première loi correspond à une teneur en carbone de 0.25% dans la martensite. Contrairement à beaucoup d'études, la martensite est considérée comme élasto-plastique et non parfaitement élastique. Ce choix se justifie par de nombreuses observations expérimentales récentes de la littérature (Jacques et al. 2007; Dillien et al. 2008). La loi de comportement de la ferrite est issue de données d'aciers IF (ferritiques) pour une taille de grains de 5 $\mu$ m. La prise en compte des dislocations géométriquement nécessaires permet un durcissement élevé de la ferrite. Ces lois ont été extrapolées à des niveaux de déformation importants pour éviter les problèmes d'instabilité numérique.

Les éléments finis classiques, employés dans la suite, ne permettent pas de prendre en compte les effets de taille de la microstructure. Pour cela, il faudrait passer à des comportements d'éléments plus complexes ou travailler dans un milieu de Cosserat (Cailletaud et al. 2003). L'approche développée

dans ce travail est donc sensible aux morphologies et topologies mais pas aux effets de taille (grandeurs intrinsèques des microstructures).



**Figure V-12 : Lois de comportement tabulées pour a) la martensite ; et b) la ferrite**

L'évolution des coordonnées en  $\vec{y}$  et  $\vec{z}$  du point « Pref » (illustré en Figure V-11) permet de calculer à chaque incrément de calcul les dimensions de la face sur laquelle la force est appliquée. La force nécessaire pour déformer le volume,  $F$ , est calculée par le programme. On détermine alors la contrainte vraie par la formule suivante :

$$\sigma = \frac{F}{y * z}$$

La coordonnée suivant  $\vec{x}$  du point « Pref » donne la déformation,  $\epsilon$ , du volume. Les courbes de traction obtenues pour les microstructures réelles et modèles sont montrées en Figure V-13. On retrouve les tendances connues pour les DP (faible limite d'élasticité, courbes sans palier, taux d'écroutissage initial élevé). Plus la structure en bandes est marquée, plus l'écroutissage est important. Les écarts entre les courbes restent faibles. A 10% de déformation, on passe, par exemple, de 1009 Mpa pour la microstructure réelle homogène à 1059 Mpa pour la microstructure réelle ségréguée. Ces variations sont connues et peuvent être retrouvées, par exemple, dans l'étude de Sun et Pugh (S. Sun & Pugh 2002). De plus, on remarque que la structure en bandes modifie la contrainte d'écoulement.

D'une manière générale, l'effet macroscopique des structures en bandes est faible. On sait que l'endommagement est beaucoup plus sensible à la distribution des contraintes et des déformations. Aussi pour caractériser l'effet des structures en bandes sur les propriétés d'endommagement, nous allons nous intéresser aux champs locaux et tensoriels des déformations et des contraintes de nos volumes.

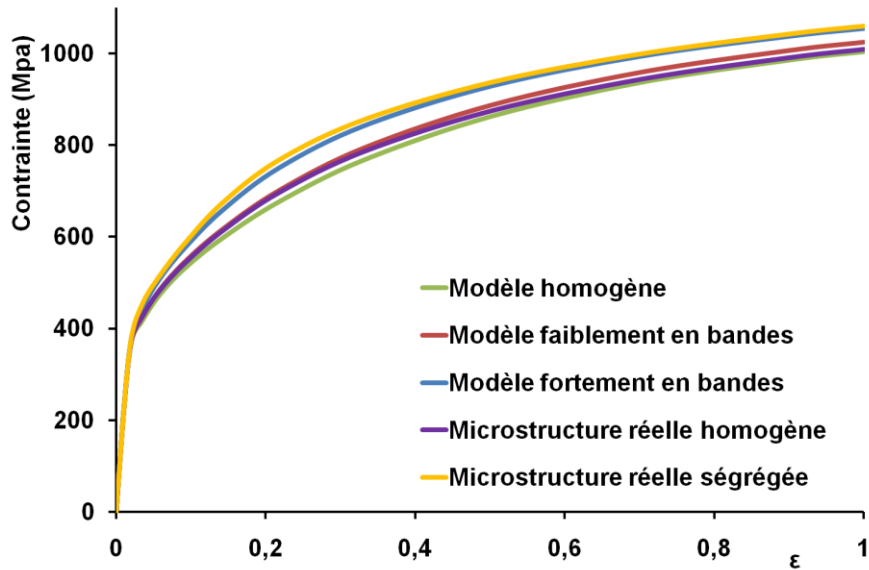


Figure V-13 : Courbes de traction calculées pour chaque microstructure

### V.3.4. Influence des bandes sur les propriétés d'endommagement

#### V.3.4.1. Paramètres analysés

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'influence des bandes sur les facteurs influençant les propriétés d'endommagement. Nous avons choisi de caractériser dans un premier temps la contrainte équivalente de Von Mises,  $\sigma_{eq}$ , qui pour un matériau incompressible, est donnée par la relation :  $2\sigma_{eq}^2 = (\sigma_3 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_1)^2$ , où  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$  sont les contraintes principales du tenseur des contraintes. L'état de contrainte du matériau est alors caractérisé par un paramètre unique suivant une direction quelconque (Montheillet 2008).

Puis nous étudions les trois phénomènes responsables de l'endommagement :

- la déformation plastique équivalente,  $d\varepsilon^p$ , représente la quantité de déformation plastique  $\varepsilon_{ij}^p$  contenue dans le tenseur de déformation. Elle ne considère que les déformations plastiques croissantes. Pour le critère de Von Mises, la relation de la déformation équivalente est donnée pour un matériau incompressible par (Chen 1982) :  $d\varepsilon^p = \sqrt{\frac{2}{3} d\varepsilon_{ij}^p d\varepsilon_{ij}^p}$
- la contrainte maximale principale de Von Mises,  $\sigma_{principale \ max}$ , est un critère couramment utilisé pour caractériser la tendance au clivage de la phase fragile (martensite). Dans l'espace des contraintes principales à trois dimensions, la contrainte maximale principale de Von Mises est déterminée par (Stepin 1963) :  $\sigma_{principale \ max} = \max(|\sigma_1|, |\sigma_2|, |\sigma_3|)$
- le taux de triaxialité des contraintes,  $T_r$ , défini par :  $T_r = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}$ , avec  $\sigma_m$  la pression hydrostatique et  $\sigma_{eq}$  la contrainte équivalente de Von Mises. La triaxialité des contraintes apparaît comme le moteur de la germination et de la croissance des cavités dans la phase ductile (ferrite).

Les résultats sont présentés par cartographies avec un code de couleur, par distribution et par valeur moyenne. On analysera préférentiellement les microstructures modèles, et on vérifiera certaines tendances sur les structures réelles tridimensionnelles.

#### V.3.4.2. Contrainte équivalente de Von Mises

Les champs de contrainte de Von Mises de la ferrite des microstructures modèles sont représentés en Figure V-14a-c-e. On remarque des lignes intenses orientées à  $45^\circ$  et  $135^\circ$ . Plus la structure en bandes s'intensifie, plus ces lignes sont courtes et moins elles se connectent. Les bandes de martensite semble stopper la propagation des contraintes dans la ferrite. Plus la structure est en bande, plus les contraintes se localisent dans les « ponts » entre les bandes de martensite alignées, et moins les bandes de ferrite sont sollicitées. Les champs de contrainte sont très hétérogènes, il faut donc passer à une analyse des distributions locales.

Les fonctions de distributions et les valeurs moyennes des contraintes équivalentes de Von Mises dans la ferrite ont été déterminées et sont reprises en Figure V-15a. On note que les 3 modèles saturent (dans la ferrite et la martensite) du fait des lois de comportement choisies. Les contraintes équivalentes moyennes sont sensiblement les mêmes pour les trois modèles. La ferrite présente des contraintes locales plus fortes dans le modèle homogène que dans les modèles en bandes.

Pour affiner l'analyse et obtenir une information depuis l'interface vers l'intérieur de la ferrite. Nous avons dilaté de  $n$  pixels les pixels de l'interface dans la ferrite, et l'information issue de cette sélection a été traitée. Le principe de cette mesure est illustré en Figure V-15b pour  $n = 10$ . Les distributions de la Figure V-15c-d ont été mesurées dans la ferrite avec des joints dilatés respectivement de 1 et 50 pixels. A l'interface, les contraintes sont beaucoup plus fortes dans le modèle fortement en bandes que dans les autres modèles. La différence entre les modèles diminue avec l'augmentation de la zone d'analyse, puis la tendance s'inverse. Lorsque l'épaisseur est de 50 pixels, les distributions sont proches de celles trouvées dans l'analyse globale de la Figure V-15a.

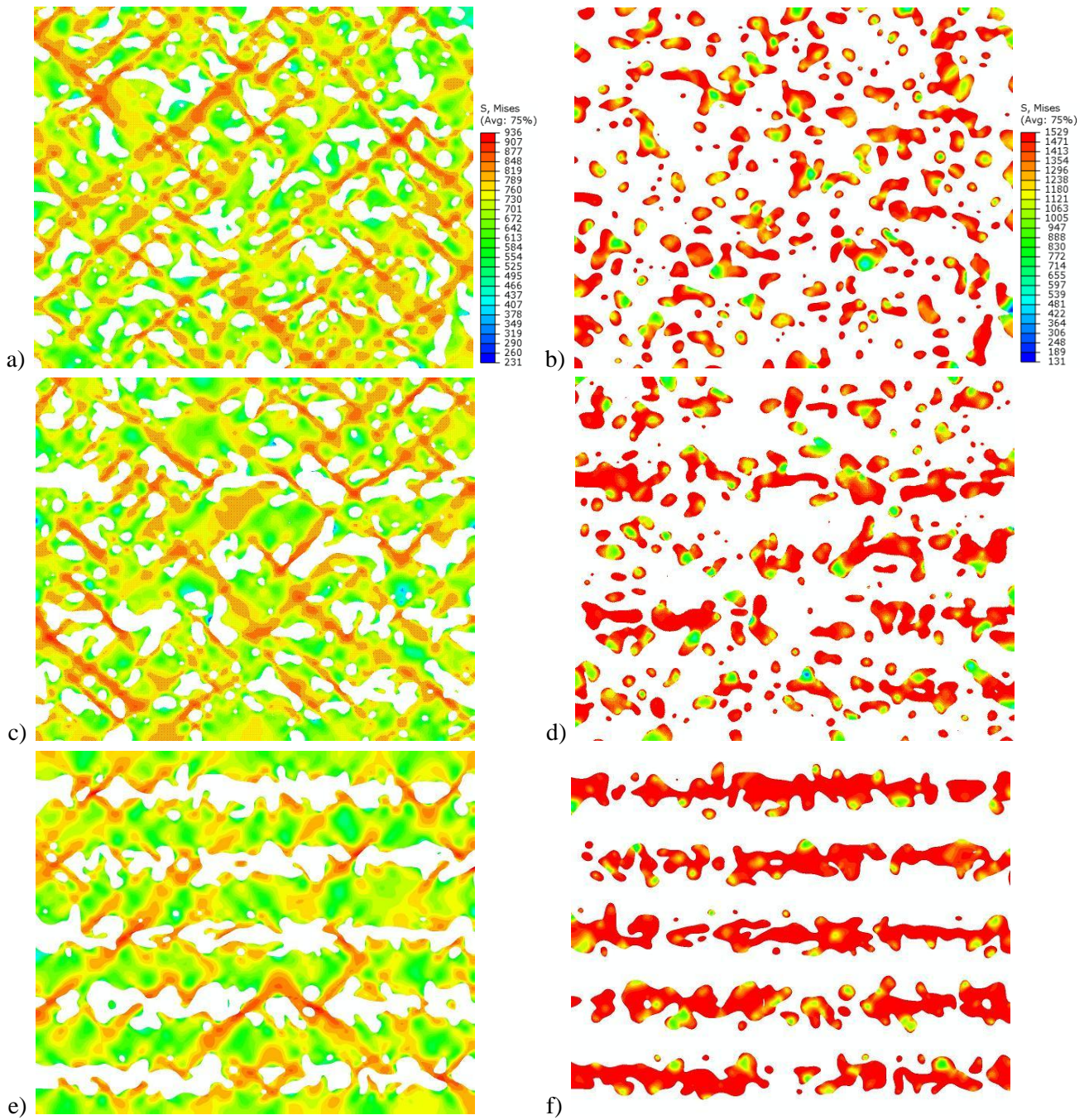
La tendance trouvée pour le modèle homogène confirme les observations de Karlsson et Sundtröm selon lesquels la contrainte maximale développée dans la ferrite est souvent localisée loin de l'interface ferrite-martensite. Ceci est analysé plus en détail dans la partie V.3.4.4.

Dans la martensite, plus la microstructure est homogène plus l'état de contrainte est hétérogène (Figure V-14b-d-f). Les contraintes moyennes augmentent avec l'intensité des bandes (Figure V-16). Les distributions confirment ces hétérogénéités. Chacune présente deux populations : une population de contraintes fortes (supérieurs à 1450 Mpa) qui augmente avec l'intensité de la structure en bande ; et une population de contraintes faibles qui diminue avec l'intensité des bandes.

Les champs de contrainte équivalente de Von Mises mesurés sur les microstructures réelles sont montrés en Figure V-17 (b : ferrite, c : martensite) et Figure V-18 (a-b : ferrite, c : martensite).

Les illustrations des champs dans la ferrite mettent en évidence les lignes mêmes de déformation orientées à  $45^\circ$  et  $135^\circ$  identifiées sur les modèles. Sur le matériau ségrégué, en comparant les images b et c de la Figure V-18 (prises sur les deux faces opposées du volume), on remarque que les bandes de concentration de contraintes ne sont pas continues dans l'épaisseur. Les ponts de ferrite entre les bandes de martensite subissent des contraintes élevées.

Les distributions des contraintes dans les phases ont les mêmes tendances que les microstructures modèles (Figure V-19a pour la ferrite, b pour la martensite). La ferrite présente des contraintes locales plus importantes dans le matériau homogène, alors que les contraintes moyennes sont proches. La martensite est beaucoup plus contrainte dans le matériau ségrégué.



*Figure V-14 : Champs des contraintes équivalentes de Von Mises dans la ferrite et la martensite pour a-b) la microstructure modèle homogène ; c-d) la microstructure modèle faiblement en bandes ; et e-f) la microstructure fortement en bandes*

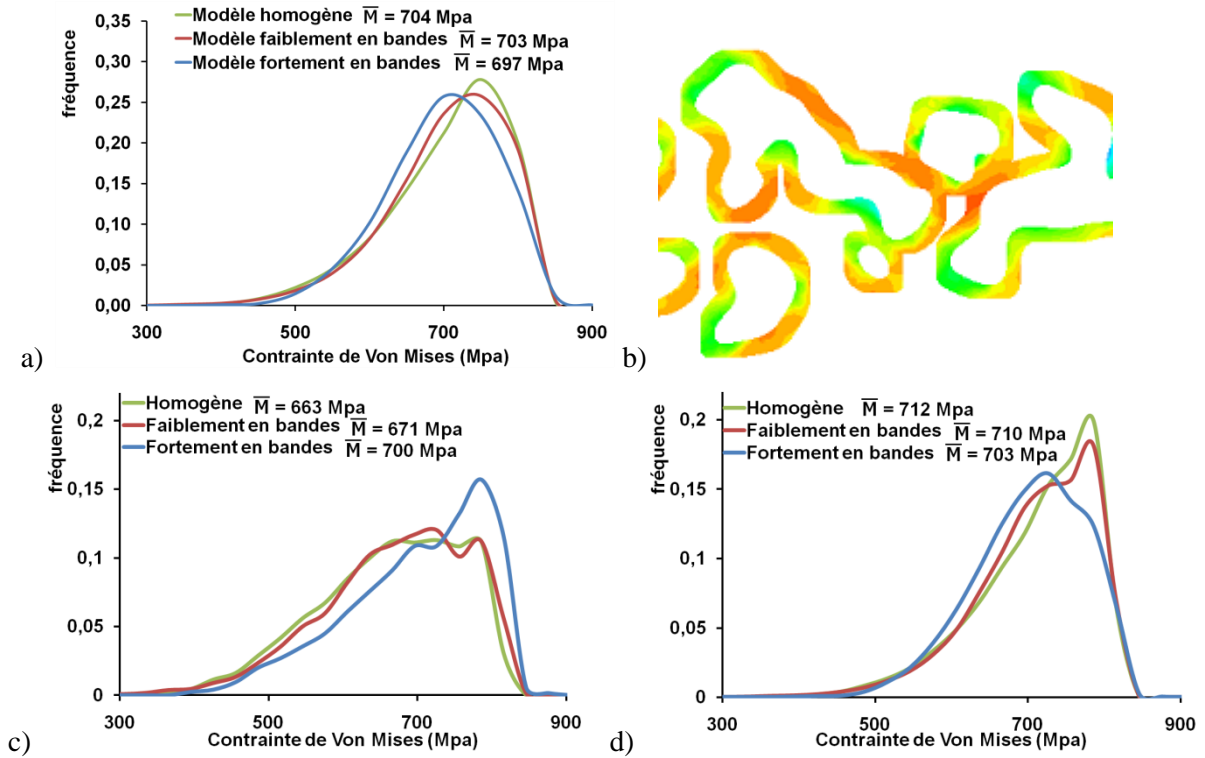


Figure V-15 : a) distribution des contraintes équivalentes de Von Mises pour les trois microstructures modèles dans la ferrite ; b) sélection du champ de contrainte de la ferrite après dilatation de 10 pixels des pixels de l'interface ; distributions mesurées c-d) avec des épaisseurs de joints respectivement de 1 et 50 pixels

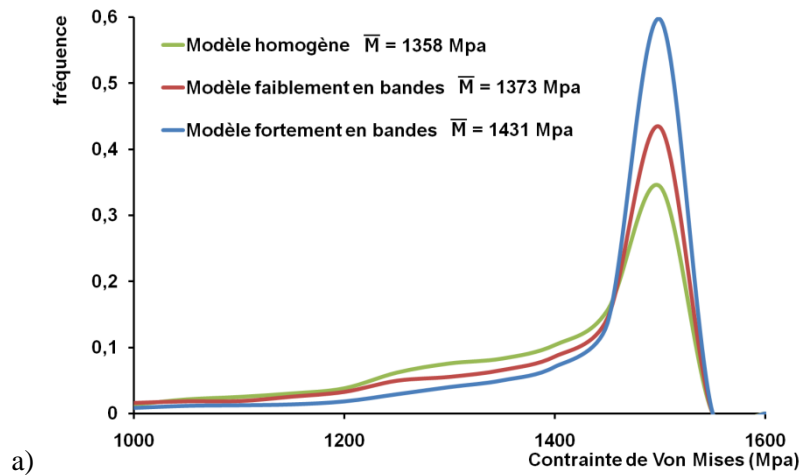
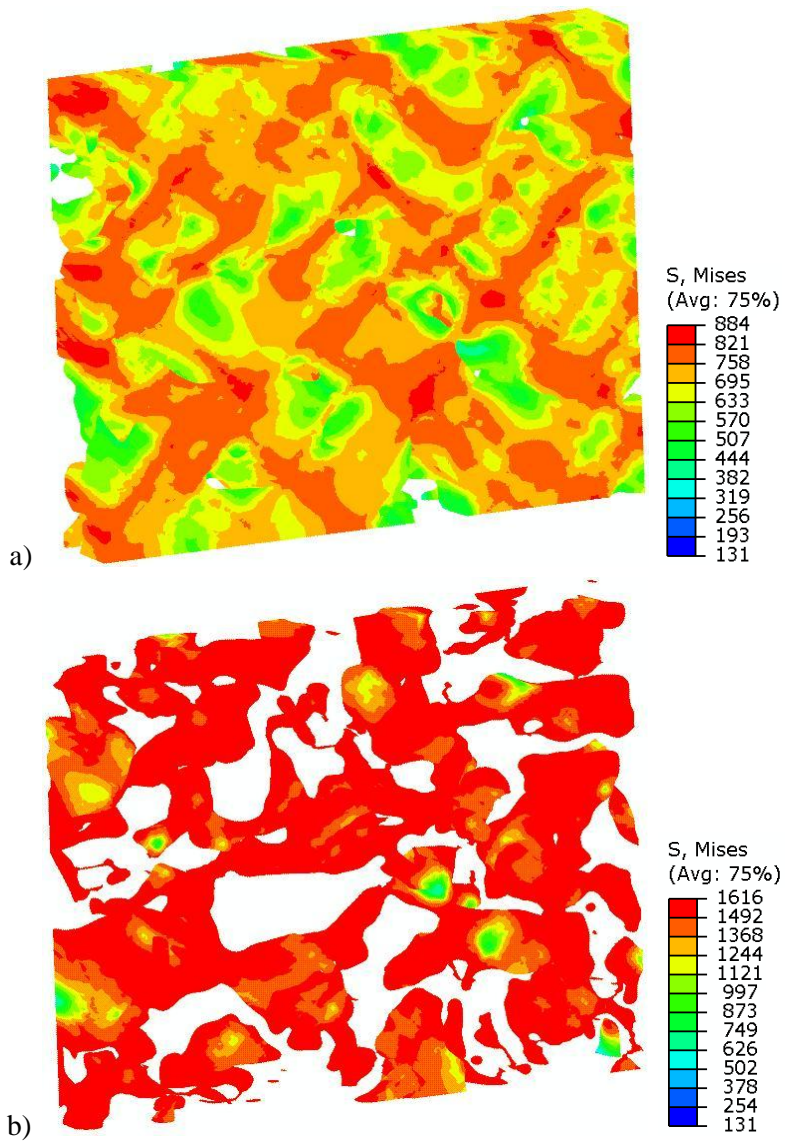
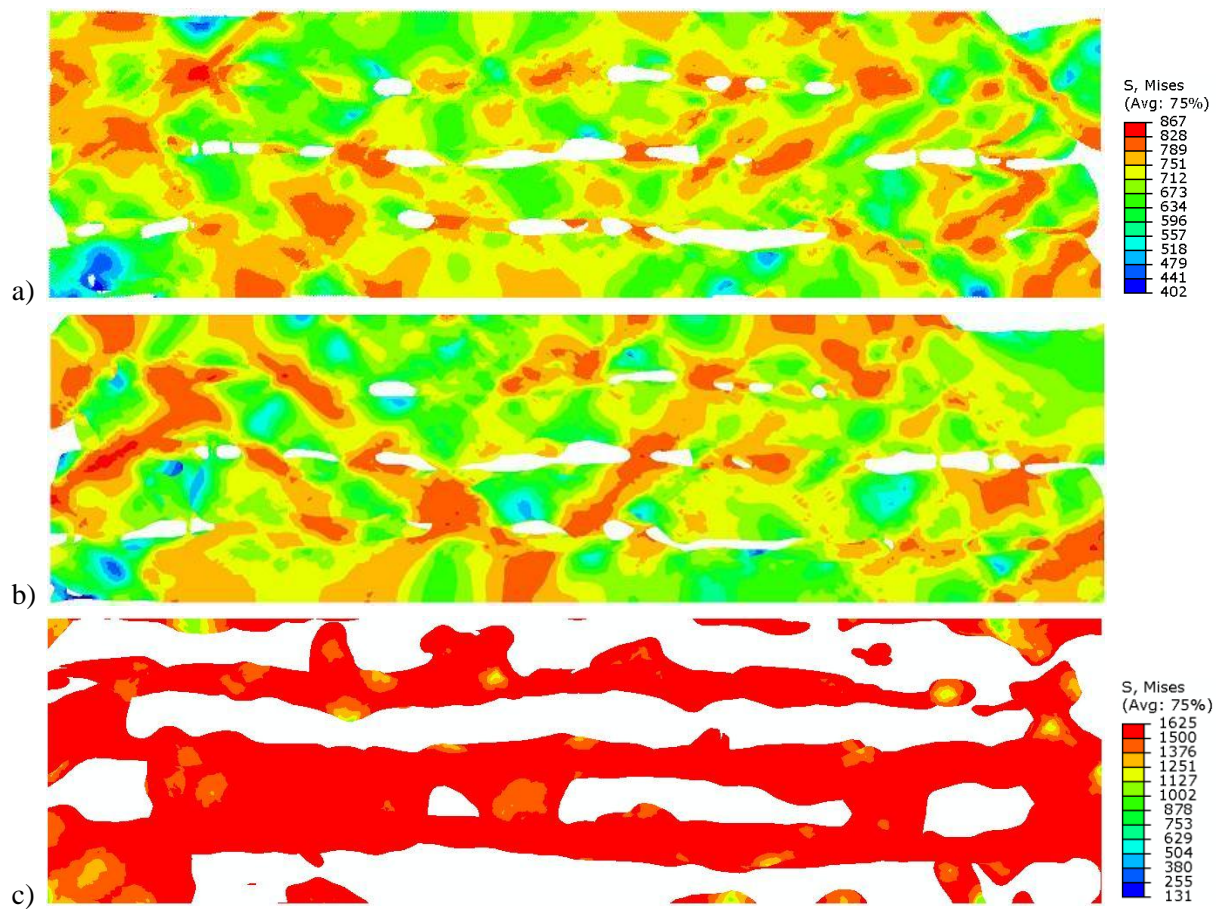


Figure V-16 : Distribution des contraintes équivalentes de Von Mises pour les trois microstructures modèles dans la martensite

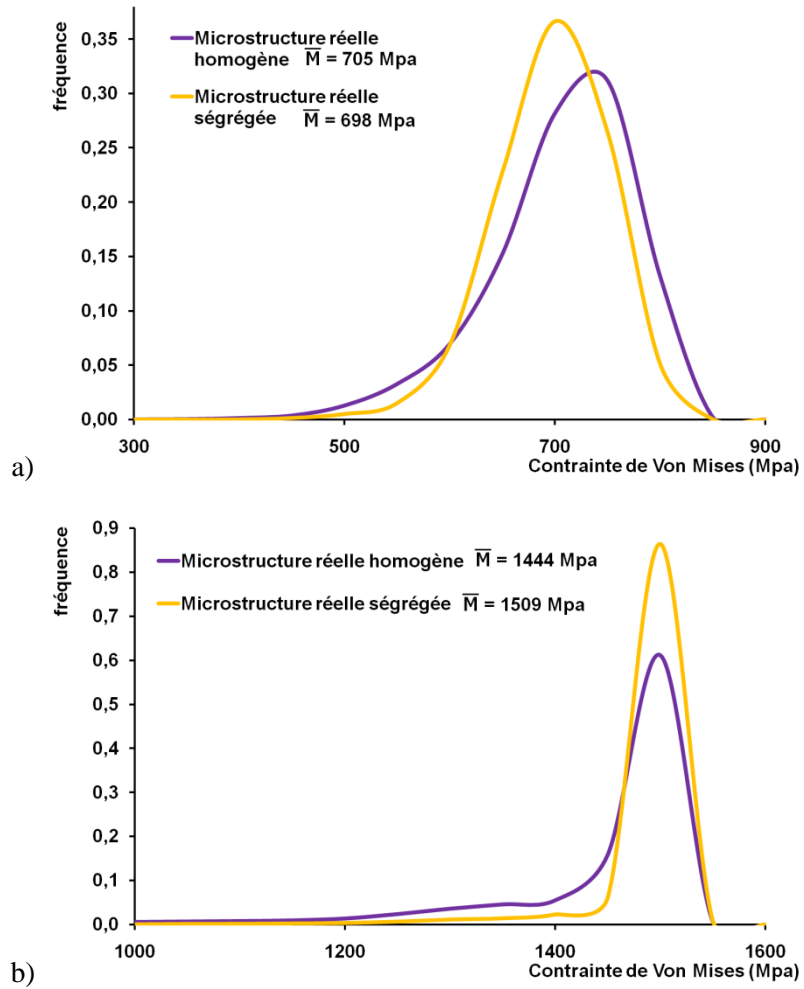


*Figure V-17: Champ de contrainte équivalente de Von Mises calculé sur le matériau réelle homogène représenté dans a) la ferrite ; et b) la martensite*



*Figure V-18 : Champ de contrainte équivalente de Von Mises calculé sur le matériau réelle ségrégré représenté a-b) la ferrite ; et c) la martensite*

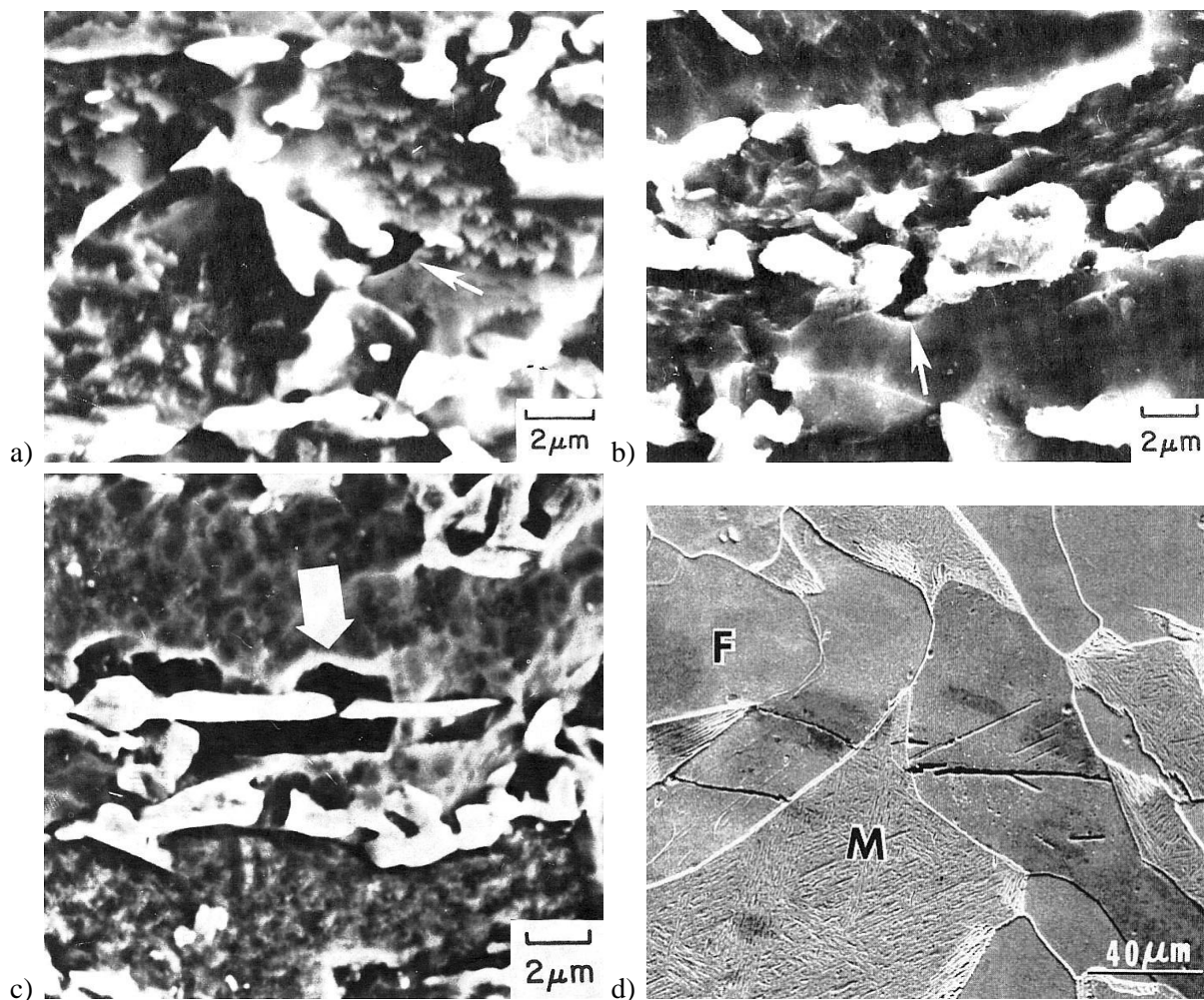




*Figure V-19 : Distributions des contraintes équivalentes de Von Mises pour les microstructures réelles a) dans la ferrite ; et b) la martensite*

### V.3.4.3. Rappel des différents modes d'endommagement

Les principaux modes d'endommagement des aciers dual phase sont illustrés en Figure V-20. Steinbrunner et al. ont mis en évidence trois types d'endommagement dans la martensite (Steinbrunner et al. 1988) : la décohésion à l'interface ferrite/martensite (Figure V-20a), le clivage d'une particule (Figure V-20b) et la séparation d'îlots adjacents (Figure V-20c). Kim et Thomas ont montré que la rupture pouvait aussi s'initier par clivage de la ferrite (Figure V-20d) (N. J. Kim & Thomas 1981; Xiong 2008). Ce dernier mode semble toutefois à nuancer car il n'a été observé que dans peu d'études et semble être principalement lié à la taille, très importante, de la microstructure. Dans chaque cas, ces auteurs associent la formation des cavités à des concentrations de contraintes et à des localisations des déformations plastiques. Dans la suite, nous allons analyser, sur nos microstructures modèles, l'effet de la topologie sur les déformations plastiques équivalentes, et les moteurs de la germination et de la croissance des cavités de chaque phase.



**Figure V-20 : Mécanismes d'endommagement dans la martensite a) par décohésion à l'interface ; b) clivage d'une particule ; c) séparation de deux particules adjacentes (Steinbrunner et al. 1988) ; et d) dans la ferrite par clivage (N. J. Kim & Thomas 1981)**

#### *V.3.4.4. Caractérisation des paramètres liés à l'endommagement sur les microstructures modèles*

Les champs et les distributions des déformations plastiques équivalentes, des contraintes principales et des triaxialités des contraintes sont présentés respectivement, pour chaque microstructure modèle en Figure V-21 et Figure V-22.

D'une manière générale, plus la structure en bandes est marquée, plus la martensite est déformée plastiquement et plus la contrainte maximale (force motrice de clivage des particules martensitiques) est élevée (Figure V-22a-b). Sur les champs de la Figure V-21g-h, ces déformations et ces contraintes maximales se localisent à l'intérieur des bandes martensitiques et s'intensifient où les îlots s'affinent. Ces résultats sont en accord avec les observations expérimentales de clivage et de séparation de particules adjacentes de la Figure V-20b-c. Le clivage et la séparation de particules adjacentes de martensite augmentent donc avec l'intensité de la structure en bandes.

A l'inverse, les déformations plastiques dans la ferrite et les niveaux de triaxialité des contraintes (force motrice de l'endommagement ductile) augmentent avec l'atténuation de la structure en bandes (Figure V-22c-d). Comme pour les contraintes équivalentes de Von Mises, les déformations plastiques forment des lignes (Figure V-21a-d-g). Les intersections de ces lignes sont les lieux des plus fortes concentrations. Sun et Pugh ont montré que cette configuration est favorable à l'endommagement de la ferrite (S. Sun & Pugh 2002). Avec la connexion des îlots martensitiques, les concentrations de déformation se localisent au niveau des interfaces. Dans la structure en bandes fortement marquée, les ponts de ferrite entre les îlots bandes de martensite se déforment fortement et les taux de triaxialité sont élevés. Ce sont donc des endroits privilégiés pour la formation de cavités. Ceci confirme les observations de nombreuses études (Steinbrunner et al. 1988; S. Sun & Pugh 2002; Erdogan & Tekeli 2002)

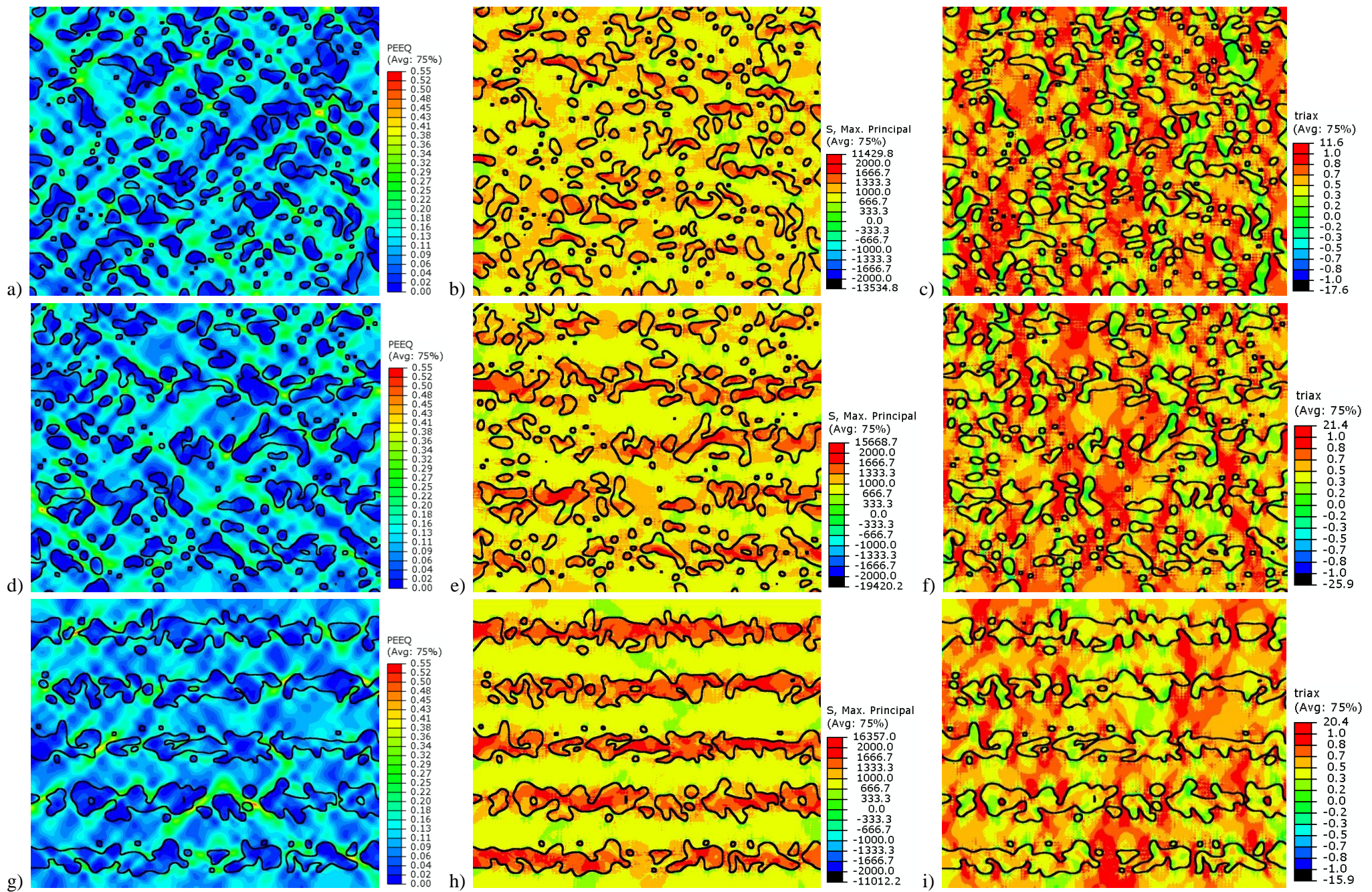


Figure V-21 : Champs de déformation plastique, de contrainte principale et de triaxialité des contraintes calculés respectivement a-b-c) sur le modèle homogène ; d-e-f) le modèle fortement en bandes ; et g-h-i) le modèle fortement en bandes

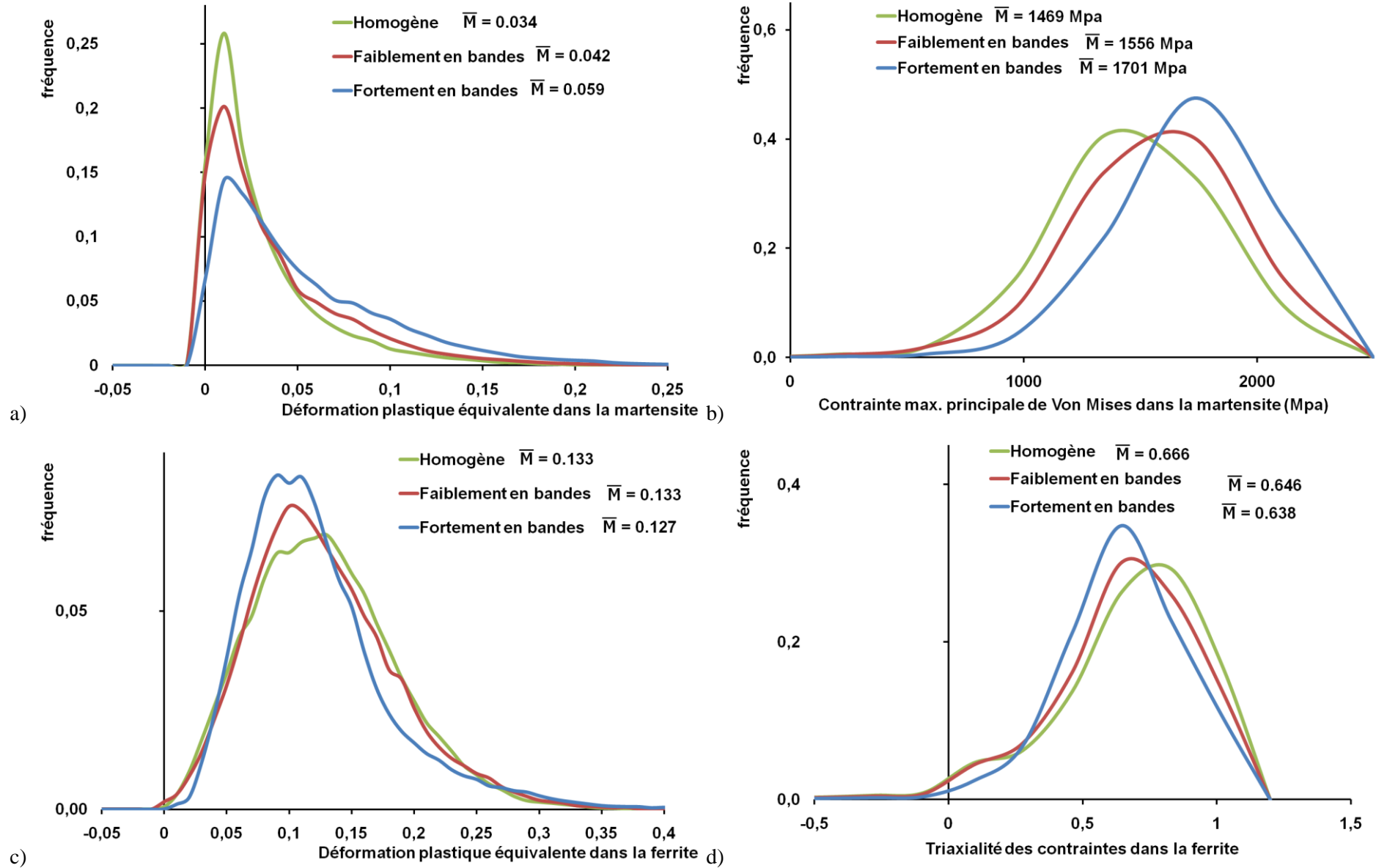


Figure V-22 : Distributions, pour chaque modèle, dans la martensite a) des déformations plastiques équivalentes ; b) des contraintes maximales de Von Mises ; dans la ferrite c) des déformations plastiques équivalentes ; et d) des triaxialités des contraintes

### V.3.4.5. Discussion

Les résultats précédents se sont révélés très contradictoires. Lorsque BI est faible, la martensite est peu contrainte et l'essentiel des déformations plastiques se situe dans la ferrite. Ces déformations combinées à de forts taux de triaxialité peuvent favoriser l'endommagement de la ferrite. Plus la structure en bandes s'intensifie, plus les déformations plastiques et les niveaux élevés de triaxialité se localise aux interfaces ferrite/martensite et principalement dans les ponts ferritiques entre les bandes martensitiques. Ceci s'accompagne d'augmentations des niveaux des contraintes maximales et des déformations plastiques dans la martensite. La structure en bandes favorise donc la décohésion à l'interface, la rupture et la séparation de particules adjacentes de martensite

Ces résultats sont à mettre en parallèle avec les propriétés macroscopiques (contrainte maximale avant rupture et allongement total respectivement en Figure V-23a-b), obtenus par Sun et Pugh pour trois types de microstructures (S. Sun & Pugh 2002). Ils montrent qu'une structure présentant des fibres martensitiques courtes présente la meilleure combinaison entre la dureté et la ductilité. Ces observations peuvent être complétées par l'analyse des courbes de traction et des champs de contraintes dans la martensite (Figure V-13 et Figure V-16). Plus la contrainte dans la martensite est importante (structure en bandes marquée), plus l'écroutissage augmente et l'endommagement diminue. La microstructure présentant des bandes faiblement marquées paraît aussi être un bon compromis pour les propriétés d'endommagement.

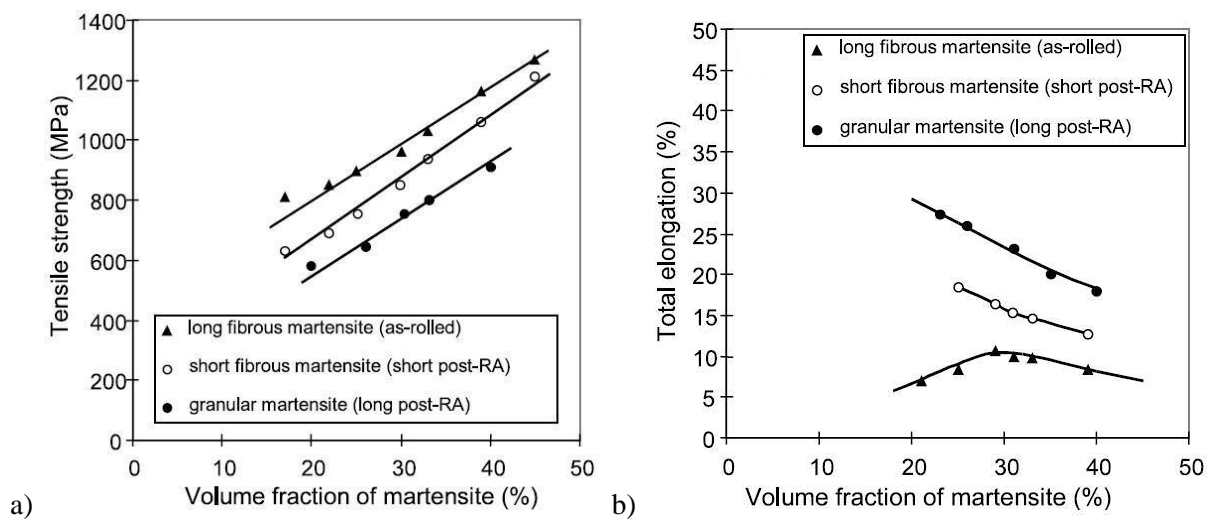


Figure V-23 : a) contrainte maximale avant rupture, et b) allongement total en fonction du taux de martensite pour différentes morphologies de ferrite (S. Sun & Pugh 2002)

## V.4. Conclusion

Nous avons analysé les microstructures tridimensionnelles de nos matériaux homogène et ségrégué. Nous avons mis en évidence des connexions des îlots dans les deux matériaux. L'analyse des nombres de connexité a confirmé ces observations. Nous avons réalisés des calculs mécaniques par éléments finis sur nos microstructures réelles et des microstructures modèles présentant différentes intensités de bandes. Les concentrations de contraintes sont d'autant plus hétérogènes que la microstructure est homogène. D'une manière générale, plus une structure en bandes est marquée, plus les contraintes dans la ferrite baissent et plus elles augmentent dans la martensite. Nous avons montré que la mise en

place de la structure s'accompagne de changements de mécanismes d'endommagement. En effet, dans une microstructure homogène favorisait l'endommagement de la ferrite. Quand les bandes s'intensifient, les cavités se localisent aux interfaces ferrite/martensite et dans la martensite. Il semble qu'une structure présentant des bandes faiblement intenses soit un bon compromis entre contrainte maximale avant rupture / ductilité / endommagement. La valeur seuil de BI, à partir de laquelle les bandes sont néfastes pour le matériau est à définir.





---

## Conclusion générale et perspectives

---

Les aciers Dual Phase présentent une microstructure composite ferrite-martensite qui offre un très bon compromis entre résistance mécanique et formabilité. Cependant, les ségrégations chimiques créées lors de la solidification, sont responsables de la formation de structures en bandes qui modifient les propriétés mécaniques et d'endommagement. Deux paramètres topologiques semblent particulièrement influencer les propriétés mécaniques: l'intensité de la structure en bandes et la connexité de la martensite. Il est donc important de caractériser ces paramètres, leurs liens avec les paramètres du procédé et de déterminer leur influence sur les propriétés mécaniques.

Notre travail a consisté dans un premier temps à développer une méthode automatique et robuste pour caractériser quantitativement les structures en bandes. Nous avons choisi de comparer deux méthodes :

- la méthode normalisée proposée par l'ASTM implémentée d'une manière originale de sorte à corriger les effets de bords,
- une méthode originale basée sur l'analyse de covariogrammes.

Nous avons comparé la sensibilité des deux méthodes sur des microstructures modèles, et nous avons montré que :

- la méthode du covariogramme est très robuste vis-à-vis de la préparation métallographique, alors que la méthode ASTM est très sensible à la présence d'artefacts et n'est discriminante que lorsque la préparation est optimale.
- les mesures d'intensité des bandes par la méthode du covariogramme varient de manière relativement indépendante avec la fraction volumique de martensite, la distance inter-bandes ou la finesse de la microstructure. Le même indice pour la méthode ASTM présente une relation complexe avec chacune de ces caractéristiques.
- la mesure de la distance inter-bandes avec la méthode ASTM correspond au périmètre projeté des particules dans la direction d'analyse. Elle est donc sensible à la morphologie de la martensite. La méthode du covariogramme est capable d'évaluer la distance inter-bandes indépendamment de la morphologie des phases.

La méthode du covariogramme est donc un outil efficace pour l'analyse de la topologie des microstructures. Nous l'avons appliquée pour caractériser l'influence des différents paramètres du procédé sur la formation des microstructures.

Nous avons étudié les mécanismes de formation des structures en bandes lors d'un cycle thermique de référence. Nous avons ensuite fait varier les paramètres de ce cycle pour déterminer leur influence respective sur la formation de la structure en bande. Les microstructures ont été caractérisées par la méthode du covariogramme, la microscopie d'orientations (EBSD), la microscopie optique et l'analyse chimique à la sonde. Nous avons montré que :

- les ségrégations chimiques en manganèse sont responsables de l'apparition des structures en bandes. Il se forme deux types de ferrite. La première, allotriomorphe, croît dans les bandes

pauvres en manganèse, éventuellement en fragmentant les grains austénitiques et favorise l'apparition des structures en bandes. La seconde, aciculaire, croît en relation de Kurdjumow-Sachs dans l'austénite, indépendamment des ségrégations et atténue les bandes.

- l'intensité des bandes diminue lorsque la vitesse de refroidissement et/ou la taille de grain austénitique augmentent. Ces conditions favorisent la formation de ferrite aciculaire qui a tendance à fractionner les bandes.
- il est toujours possible d'obtenir une microstructure en bandes contrairement à ce que disent beaucoup d'études de la littérature. En effet, une force motrice de transformation suffisamment faible permet le développement de bandes même lorsque la taille de grain austénitique est importante.
- à ségrégation chimique constante, il est possible d'obtenir une structure plus grossière lorsque la taille de grain austénitique augmente. En effet, dans certaines conditions, la ferrite est capable de traverser un pic local de concentration en manganèse lors de sa croissance.

Grâce à l'ensemble de nos investigations, nous avons été capables d'expliquer, avec rigueur, les mécanismes de formation des structures en bandes et d'évaluer l'influence de chaque paramètre du procédé sur leur formation. Ces résultats permettront d'améliorer les modélisations numériques par champ de phase visant à reproduire la genèse des microstructures.

La connexité de la martensite ne peut être mesurée que par des caractérisations tridimensionnelles. Nous avons comparé la microstructure tridimensionnelle d'un matériau homogène et d'un matériau ségrégué. L'analyse nous a révélé, de manière assez inattendue, que les îlots de martensite du matériau homogène forment un réseau connecté, alors qu'une analyse bidimensionnelle montre des îlots isolés les uns des autres. De même, nous avons constaté grâce à une analyse tridimensionnelle que les bandes d'un matériau ségrégué sont connectées parallèlement mais aussi perpendiculairement à la direction de laminage. Les calculs des nombres spécifiques de connexité ont confirmé que les phases des deux matériaux sont interconnectées, et que les microstructures de DP ne peuvent pas être approximées par des formes simples comme des sphères ou des ellipsoïdes.

Pour mettre en évidence la relation entre topologie et propriétés mécaniques, nous avons modélisé le comportement en traction de nos microstructures 3D réelles par éléments finis, ainsi que celui de trois microstructures 2D modèles présentant différentes intensités de bandes. Des conclusions identiques peuvent être tirées de l'analyse des microstructures modèles et réelles. D'une manière générale, nous avons mis en évidence que :

- dans une structure homogène, la ferrite présente des concentrations de contraintes élevées même loin de l'interface ferrite/martensite.
- dans une structure en bandes, les contraintes se localisent dans la martensite et les ponts ferritiques.
- plus la structure en bandes est marquée plus la martensite est contrainte.
- une structure homogène semble donc favoriser l'endommagement de la ferrite, alors qu'une structure en bandes localise la formation des cavités aux interfaces ferrite/martensite et dans les bandes de martensite.
- une structure faiblement en bande pourrait offrir un bon compromis entre contrainte maximale à rupture, ductilité et endommagement.

L'analyse de modèles simples a été très riche d'informations sur l'influence de la topologie des microstructures sur les propriétés mécaniques et d'endommagement. Pour améliorer nos modèles, la prochaine étape serait d'introduire des éléments cohésifs (dont le comportement reste à définir), ainsi

que les effets de taille (milieu de Cosserat). Des caractérisations expérimentales peuvent être envisagées pour clarifier certaines zones d'ombre comme le clivage de la ferrite dans une structure homogène, ou pour corrélérer de manière plus précise l'intensité des bandes aux propriétés mécaniques et d'endommagement.



---

## BIBLIOGRAPHIE

---

- Ahmad, E. et al., 2000. Effect of microvoid formation on the tensile properties of dual-phase steel. *Journal of materials engineering and performance*, 9(3), 306-310.
- Ahmad, E., Manzoor, T. & Hussain, N., 2009. Thermomechanical processing in the intercritical region and tensile properties of dual-phase steel. *Materials Science & Engineering A*, 508(1-2), 259–265.
- Ahmad, E. et al., 2006. Effect of rolling and epitaxial ferrite on the tensile properties of low alloy steel. *Journal of Materials Science*, 41(17), 5417–5423.
- Al-Abbasi, F.M. & Nemes, J.A., 2007. Characterizing DP-steels using micromechanical modeling of cells. *Computational Materials Science*, 39(2), 402–415.
- Anijdan, S.H.M. & Vahdani, H., 2005. Room-temperature mechanical properties of dual-phase steels deformed at high temperatures. *Materials Letters*, 59(14-15), 1828–1830.
- ASTM E1268-01, 2007. Standard Practice for Assessing the Degree of Banding or Orientation of Microstructures. *ASTM International*, 1-29.
- Avramovic-Cingara, G. et al., 2009. Effect of martensite distribution on damage behaviour in DP600 dual phase steels. *Materials Science & Engineering A*.
- Bag, A., Ray, K.K. & Dwarakadasa, E.S., 1999. Influence of martensite content and morphology on tensile and impact properties of high-martensite dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(5), 1193-1202.
- Bain, C., 1924. The nature of martensite. *Trans. AIME*, 70, 25.
- Balasivanandha Prabu, S. & Karunamoorthy, L., 2008. Microstructure-based finite element analysis of failure prediction in particle-reinforced metal–matrix composite. *Journal of Materials Processing Tech.*, 207(1-3), 53–62.
- Bastien, P.G., 1957. The mechanism of formation of banded structures. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 187, 281-291.
- Bénard, J. et al., 1984. *Métallurgie Générale*, 2<sup>ème</sup> édition, Masson.
- Béranger, G., Henry, G. & Sanz, G., 1994. *Le livre de l'acier*, Technique & Documentation, Lavoisier.
- Biausser, H. & Choquet, P., 1996. Métallurgie des tôles laminées sur trains continus. *Techniques de l'Ingénieur*, (M3060), 1-24.
- Bodnar, R.L. & Hansen, S.S., 1994. Effects of austenite grain size and cooling rate on Widmanstätten ferrite formation in low-alloy steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25(4), 665-675.
- Boulot, D., 1975. Dépôt de nickel (document IRSID).

- Bretheau, T. & Jeulin, D., 1989. Caractéristiques morphologiques des constituants et comportement la limite élastique d'un matériau biphasé Fe/Ag. *Revue de physique appliquée*, 24(9).
- Butrón-Guillén, M.P., Da Costa Viana, C.S. & Jonas, J.J., 1997. A variant selection model for predicting the transformation texture of deformed austenite. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28(9), 1755–1768.
- Cabus, C., 2005. *Etude et modélisation des textures de transformations de phases dans les aciers destinés à l'emboutissage*, Université Paris XIII.
- Cai, X.L., Feng, J. & Owen, W.S., 1985. The dependence of some tensile and fatigue properties of a dual-phase steel on its microstructure. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 16(8), 1405–1415.
- Cailletaud, G. et al., 2003. Some elements of microstructural mechanics. *Computational Materials Science*, 27(3), 351–374.
- Chen, W.F., 1982. *Plasticity in Reinforced Concrete* McGraw-Hill., New York.
- Choi, K.S. et al., 2009. Influence of Martensite Mechanical Properties on Failure Mode and Ductility of Dual-Phase Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40(4), 796–809.
- Cornet, A. & Hlawka, F., 2006. *Métallurgie mécanique: du microscopique au macroscopique*. Science des matériaux Ellipses.,
- Coster, M. & Chermant, J.L., 1989. *Précis d'analyse d'images* Presses du CNRS.,
- Davies, R.G., 1978a. Influence of martensite composition and content on the properties of dual phase steels. *Metallurgical transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, 9(5), 671-679.
- Davies, R.G., 1978b. The deformation behavior of a vanadium-strengthened dual phase steel. *Metallurgical transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, 9(1), 41-52.
- DeHoff, R.T. & Rhines, F.N., 1961. Determination of the number of particles per unit volume from measurements made on random plane sections: the general cylinder and the ellipsoid. *Trans AIME*, 221, 975–982.
- Delincé, M. et al., 2007. Structure–property optimization of ultrafine-grained dual-phase steels using a microstructure-based strain hardening model. *Acta Materialia*, 55(7), 2337–2350.
- Dillien, S. et al., 2008. Study of the hardening effects in dual phase steel. *Proc. of the International Conference on Plasticity, ICP 2008*.
- Dubé, C.A., Aaronson, H.I. & Mehl, R.F., 1958. La formation de ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone. *Revue de Metalurgie, Paris*, 55(3), 201–210.
- Durand-Charre, M., 2003. La microstructure des aciers et des fontes. *SIRPE, Paris*.
- Erdogan, M. & Tekeli, S., 2002. The effect of martensite volume fraction and particle size on the tensile properties of a surface-carburized AISI 8620 steel with a dual-phase core microstructure. *Materials Characterization*, 49(5), 445-454.
- Fahri, J., 1998. Coulée continue de l'acier. *Techniques de l'ingénieur*, (M7), 812-823.

- Fisher, R.M. et al., 1976. Physical Chemistry in Metallurgy. Dans *Physical Chemistry in Metallurgy: Proceedings of the Darken Conference*. Monroeville: United States Steel Research Laboratory, pp. 463-88.
- Flemings, M. & Nereo, G., 1967. Macrosegregation .I. *Transactions of the Metallurgical Society of Aime*, 239(9), 1449-61.
- From, A. & Sandström, R., 1998. Assessment of banding in steels by using advanced image analysis. *Materials Characterization*, 41(1), 11-26.
- From, A. & Sandström, R., 1996. Image analysis of lamellar structures using orientation distribution functions. *Praktische Metallographie*, 33, 1-15.
- Garcia De Andrés, C. et al., 2002. Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels. *Materials Characterization*, 48(1), 101-111.
- Grange, R.A., 1971. Effect of microstructural banding in steel. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2(2), 417-426.
- Grossterlinden, R. et al., 1992. Formation of pearlitic banded structures in ferritic-pearlitic steels. *Steel research*, 63(8), 331-336.
- Guiraldenq, P., 1994. Diffusion dans les métaux. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, (M 55), 1-33.
- Heiser, F.A. & Hertzberg, R.W., 1971. Structural control and fracture anisotropy of banded steel. *J. of The Iron and Steel Institute*, 209(Part 12), 975–980.
- Hetzner, D.W., 1996. Quantitative assessment of banding by automatic image analysis. *Microstructural Science*, 24, 211-225.
- Honeycombe, R.W.K. & Bhadeshia, H., 1995. *Steels: Microstructure and Properties. Second edition* Edward Arnold.,
- Jacques, P.J. et al., 2007. Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: I. Characterization and mechanical testing. *Acta Materialia*, 55(11), 3681–3693.
- Jeulin, D., 2001. *Caractérisation Morphologique et Modèles de Structures Aléatoires* Hermès.,
- Kapsa, P. & Cartier, M., 2001. Usure des contacts mécaniques. Manifestations de l'usure. *Techniques de l'ingénieur*, (BM5067), 1-14.
- Kim, N.J. & Thomas, G., 1981. Effects of morphology on the mechanical behavior of a dual phase Fe/2Si/0.1 C steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 12(3), 483–489.
- Kirkaldy, J.S. et al., 1963. A Study of Banding In Skelp By Electron-Probe Microanalysys. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2(3), 233-241.
- Kirkaldy, J.S., Von Destino-Forstmann, J. & Brigham, R.J., 1962. Simulation of banding in steels. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 1, 59-81.
- Korzekwa, D.A., Matlock, D.K. & Krauss, G., 1984. Dislocation substructure as a function of strain in a dual-phase steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 15(6), 1221–1228.

- Krahe, P.R., Kinsman, K.R. & Aaronson, H.I., 1972. Influence of Austenite Grain Size Upon the Widmanstätten-Start (Ws) Temperature for the Proeutectoid Ferrite Reaction. *Acta Met.*, 20(9), 1109–1121.
- Kral, M.V. & Spanos, G., 2005. Three-dimensional analysis and classification of grain-boundary-nucleated proeutectoid ferrite precipitates. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(5), 1199–1207.
- Krauss, G., 2003. Solidification, segregation, and banding in carbon and alloy steels. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 34(6), 781-792.
- Kurdjumov, G. & Sachs, G., 1930. Über den Mechanismus der Stahlhärtung. *Z. Physik*, 64, 325.
- Lavender, J.D. & Jones, F.W., 1949. An investigation on banding. *Journal of The Iron and Steel Institute*, 14-17.
- Lee, H.S. et al., 2004. Effects of martensite morphology and tempering on dynamic deformation behavior of dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(8), 2371–2382.
- Lieberman, S.I. et al., 2009. Three-dimensional microstructural characterization of discontinuously reinforced Ti64–TiB composites produced via blended elemental powder metallurgy. *Materials Characterization*.
- Louis, P. & Gokhale, A.M., 1996. Computer simulation of spatial arrangement and connectivity of particles in three-dimensional microstructure: application to model electrical conductivity of polymer matrix composite. *Acta Materialia*, 44(4), 1519–1528.
- Maire, E. et al., 2008. Initiation and growth of damage in a dual-phase steel observed by X-ray microtomography. *Acta Materialia*, 56(18), 4954–4964.
- Majka, T.F., Matlock, D.K. & Krauss, G., 2002. Development of microstructural banding in low-alloy steel with simulated Mn segregation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(6), 1627-1637.
- Marder, A.R., 1982. Deformation characteristics of dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 13(1), 85–92.
- Matheron, G., 1965. *Les variables régionalisées et leur estimation: une application de la théorie de fonctions aléatoires aux sciences de la nature*, Masson et Cie.
- Mazinani, M. & Poole, W.J., 2007. Effect of Martensite Plasticity on the Deformation Behavior of a Low-Carbon Dual-Phase Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38(2), 328-339.
- Miles, R.E., 1976. Estimating aggregate and overall characteristics from thick sections by transmission microscopy. *J. Microsc.*, 107, 227–233.
- Montheillet, F., 2008. Métallurgie en mise en forme à froid. *Techniques de l'ingénieur*, (M3030).
- Montheillet, F. & Briottet, L., 1998. Endommagement et ductilité en mise en forme. *Techniques de l'ingénieur*, (M601).
- Montheillet, F. & Moussy, F., 1988. *Physique et mécanique de l'endommagement*, EDP Sciences Editions.



- Nakagawa, A.H. & Thomas, G., 1985. Microstructure-mechanical property relationships of dual-phase steel wire. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 16(5), 831–840.
- Offerman, S.E. et al., 2002. Ferrite/pearlite band formation in hot rolled medium carbon steel. *Materials Science and Technology*, 18(3), 297-303.
- Ray, R.K., 1984. Tensile fracture of a dual-phase steel. *Scripta Metallurgica*, 18(11), 1205–1209.
- Ray, R.K. et al., 1994. Transformation textures in steels. *ISIJ International*, 34(12), 927–942.
- Rivera-Díaz-Del-Castillo, P.E.J., Van Der Zwaag, S. & Sietsma, J., 2004. A model for ferrite/pearlite band formation and prevention in steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(2), 425-433.
- Sakir Bor , A., 1991. Effect of Pearlite Banding on Mechanical Properties of Hot-rolled Steel Plates. *ISIJ International*, 31(12), 1445-1446.
- Samuels, L.E., 1980. *Optical microscopy of carbon steels*, American Society for Metals.
- Sarwar, M. et al., 2007. The role of connectivity of martensite on the tensile properties of a low alloy steel. *Materials and Design*, 28(6), 1928–1933.
- Sarwar, M. & Priestner, R., 1996. Influence of ferrite-martensite microstructural morphology on tensile properties of dual-phase steel. *Journal of materials science*, 31(8), 2091–2095.
- Schwartzter, R.A., 1993. The determination of local texture by electron diffraction--a tutorial review. *Textures and Microstructures*, 20, 7-27.
- Senuma, T., 2001. Physical metallurgy of modern high strength steel sheets. *ISIJ international*, 41(6), 520-532.
- Serra, J., 1982. *Image Analysis and Mathematical Morphology* Academic Press.,
- Shen, H.P., Lei, T.C. & Liu, J.Z., 1986. Microscopic deformation behaviour of martensitic-ferritic dual-phase steels. *Materials science and technology*, 2(1), 28-33.
- Singh, H. & Gokhale, A.M., 2005. Visualization of three-dimensional microstructures. *Materials Characterization*, 54(1), 21–29.
- Speich, G.R. & Warlimont, H., 1968. Yield Strength and Transformation Substructure of Low-Carbon Martensite. *J Iron Steel Inst*, 206(4), 385-392.
- Spitzig, W.A., 1983. Effect of Sulfides and Sulfide Morphology on Anisotropy of Tensile Ductility and Toughness of Hot-Rolled C-Mn Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 14(2), 471–484.
- Stauffer, A.C., Koss, D.A. & Mckirgan, J.B., 2004. Microstructural banding and failure of a stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(4), 1317-1324.
- Stead, J.E., 1915. Iron, Carbon, and Phosphorus. *J. Iron Steel Inst*, 91, 141.
- Steinbrunner, D.L., Matlock, D.K. & Krauss, G., 1988. Void formation during tensile testing of dual phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 19(3), 579–589.
- Stepin, P., 1963. *Strength of materials*, New York: Gordon and Breach.

- Stevens, W. & Haynes, A.G., 1956. The temperature of forming martensite and bainite in low-alloy steels. *Journal of The Iron and Steel Institute*, 183, 349-359.
- Stoyan, D., Kendall, W.S. & Mecke, J., 1986. *Stochastic Geometry and Its Applications*, John Wiley & Sons.
- Sun, S. & Pugh, M., 2002. Properties of thermomechanically processed dual-phase steels containing fibrous martensite. *Materials Science & Engineering A*, 335(1-2), 298-308.
- Suzuki, H. & Mcevely, A.J., 1979. Microstructural effects on fatigue crack growth in a low carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 10(4), 475-481.
- Tewari, A. & Gokhale, A.M., 2001. Estimation of three-dimensional grain size distribution from microstructural serial sections. *Materials Characterization*, 46(4), 329-335.
- Thompson, S.W. & Howell, P.R., 1992. Factors influencing ferrite/pearlite banding and origin of large pearlite nodules in a hypoeutectoid plate steel. *MATER SCI TECHNOL.*, 8(9), 777-784.
- ULSAB-AVC, 2002. ULSAB-AVC, Advanced Vehicle Concepts, Overview Report.
- Uthaisangsuk, V., Prahl, U. & Bleck, W., 2008. Micromechanical modelling of damage behaviour of multiphase steels. *Computational Materials Science*, 43(1), 27-35.
- Uthaisangsuk, V., Prahl, U. & Bleck, W., 2009. Stretch-flangeability characterisation of multiphase steel using a microstructure based failure modelling. *Computational Materials Science*, 45(3), 617-623.
- Vander Voort, G.F., 1984. Practical Applications of Quantitative Metallographs. *ASTM International*, 131, 85.
- Verhoeven, J.D., 2000. A review of microsegregation induced banding phenomena in steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 9(3), 286-296.
- Voronoi, G., 1908. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie des formes quadratiques. *Journal für die Reine und Angewandte Mathematik*, 134, 198-287.
- Winegard, W.C., 1971. *Introduction à la solidification des métaux*, Dunod.
- Xiong, X., 2008. Élaboration et genèse des microstructures dans les aciers fer-azote.
- Yamashita, T., Yamashita, S. & Nagai, K., 2003. Effect of Manganese Segregation on Fine-grained Ferrite Structure in Low-carbon Steel Slabs. *ISIJ international*, 43(11), 1833-1841.
- Zhang, C. et al., 2004. A study on the dual-phase treatment of weathering steel 09CuPCrNi. *Materials Letters*, 58(9), 1524-1529.