

Influence de la composition chimique sur la formation de la microstructure et les caractéristiques mécaniques de soudures en aciers emboutissables à chaud

Qingdong Yin

► To cite this version:

Qingdong Yin. Influence de la composition chimique sur la formation de la microstructure et les caractéristiques mécaniques de soudures en aciers emboutissables à chaud. Matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Français. NNT: 2015ENMP0088. tel-03081220

HAL Id: tel-03081220 https://pastel.hal.science/tel-03081220

Submitted on 18 Dec2020

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.





École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité " Sciences et Génie des Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Qingdong YIN

le 23 novembre 2015

Influence de la composition chimique sur la formation de la microstructure et les caractéristiques mécaniques de soudures en aciers emboutissables à chaud

Confidentiel jusqu'au 23 novembre 2020

Directeurs de thèse : Esteban BUSSO, Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON Co-encadrement de la thèse : Francis SCHMIT

Jury

M. Jean-Pierre CHEVALIER, Professeur, CNAM	Président
M. Jean-Hubert SCHMITT, Professeur, LMSSMat, Ecole Centrale de Paris	Rapporteur
M. Damien FABREGUE, Professeur, MATEIS, INSA de Lyon	Rapporteur
M. Esteban BUSSO, Directeur scientifique, ONERA	Examinateur
Mme Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON, Professeure, MINES ParisTech	Examinatrice
M. Francis SCHMIT, Docteur, ArcelorMittal Global R&D	Examinateur
M. Dominique KAPLAN, Ingénieur, ArcelorMittal Global R&D	Invité

Pour Li et Violette

Je souhaite en premier lieu remercier les membres du jury pour leur évaluation pertinente de ce travail de thèse. Je remercie ainsi mes rapporteurs, M. Jean-Hubert Schmitt et M. Damien Fabrègue pour leur relecture avertie, consacrée à ce volumineux manuscrit. Merci également à M. Jean-Pierre Chevalier, pour avoir accepté de présider à la soutenance de ma thèse.

Parmi mes examinateurs, je remercie M. Francis Schmit pour m'avoir offert l'opportunité de travailler sur cette thèse. Au-delà du seul appui matériel, il a constamment apporté un regard technique sur mes travaux, bienvenu et constructif. Merci à Mme. Danièle Quentin et M. José Manuel Rubianes pour leur soutien et leur confiance tout au long de ma thèse en parallèle à mes fonctions d'ingénieur au sein d'ArcelorMittal Global R&D.

Je tiens à remercier M. Dominique Kaplan, pour son appui scientifique et méthodique, dans la recherche fondamentale et dans le domaine des propriétés intellectuelles.

J'exprime ma plus grande reconnaissance personnelle à mes directeurs de thèse, Mme. Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon et M. Esteban Busso pour leur expertise scientifique, leur grande disponibilité et leurs qualités humaines exceptionnelles. Sans leurs soutiens techniques et humains sans réserve, je n'aurais jamais trouvé le courage d'achever cette thèse.

Cette étude est évidemment le fruit de contributions multiples. Je remercie tous les acteurs de ce projet de côté ArcelorMittal, les collègues de Maizières, Manuel Bobadilla, Emmanuel Lucas, Mario Crocenzo, Marie Lohrmann pour leurs aides et conseils précieux sur la métallurgie et la mécanique, mais aussi ceux de Montataire, René Vierstraete, Laurent Cretteur, Sadok Gaied, Thierry David, Jean Dufour, Marie-Claude Laveau et Bernard Luquet et tous les autres collègues de Montataire ayant rendu possible ce résultat.

J'exprime ma sincère gratitude envers tous les collègues du Centre des Matériaux. Je remercie chaleureusement Anne Laurent, Fabrice Gaslain, Régis Clément, René Cluzet, Brigitte Raviart, Véronique Diamantino, Konaly Sar, Catherine Rouille, Sarojinee Bonneville pour leurs grands soutiens pendant ma thèse.

Je salue également tous les personnes intéressantes que j'ai eu la chance de côtoyer au Centre des Matériaux, en particulier Minghao et Franck pour leur compagnie et amitié. Les moments que nous avons passés ensemble resterons toujours de souvenirs inoubliables dans ma vie.

En fin, sincères remerciements à ma famille, à mes parents, ma femme Li et ma fille Violette pour leur soutien et leur grande patience durant cette aventure initiatique.

Table de matières

1.	Introduction et études préliminaires	1
1.1.	Introduction générale	2
1.2.	Fabrication des flans soudés en aciers emboutissables à chaud	3
1.2.1	. Flans raboutés et le soudage laser	3
1.2.2	2. Emboutissage à chaud	7
1.2.3	3. Les aciers dédiés à l'emboutissage à chaud	10
1.2.4	I. Revêtement AISi	13
1.3.	Positionnement du problème industriel	18
1.3.1	. Catégorie de joints soudés	18
1.3.2	2. Hétérogénéité du mélange lors du soudage laser de l'assemblage hétérogène	18
1.3.3	3. Dilution possible du revêtement dans le joint soudé	22
1.3.4	Condition du refroidissement lors du traitement thermique	23
1.3.5	5. Evolution du procédé de soudage en vue d'améliorer la trempabilité du joint soudé	25
1.4.	Problématiques choisies	26
1.5.	Objectifs de la thèse	26
1.6.	Structure du manuscrit	27

2.	Techniques expérimentales	31
2.1.	Introduction	32
2.2.	Préparation des matériaux de base	33
2.2.1	1. Matériaux à étudier	
2.2.2	2. Choix des compositions chimiques	
2.2.3	3. Elaboration des matériaux	
2.2.4	4. Représentativité des matériaux par rapport aux joints soudés	40
2.3.	Traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud	41
2.3.1	1. Choix des cycles thermiques	41
2.3.2	2. Traitement thermique par simulateur thermomécanique	44
2.3.3	3. Traitement thermique des coulées synthétiques par trempe à l'huile	45
2.3.4	4. Traitement thermique par dilatomètre	
2.3.5	5. Représentativité des matériaux élaborés par rapport aux joints soudés	
2.4.	Caractérisation microstructurale	
2.4.1	1. Observation de la microstructure	

2.4.2.	Identification des phases par diffraction des électrons rétrodiffusés	49
2.4.3.	Mesure de la composition chimique avec la microsonde de Castaing	49
2.5. C	aractérisation mécanique des matériaux synthétiques	49
2.5.1.	Microdureté	49
2.5.2.	Essais mécaniques sur les matériaux synthétiques	50
2.6. E	tude des propriétés mécaniques d'assemblages soudés réels	54
2.6.1.	Objectif de l'étude	54
2.6.2.	Préparation des matériaux de base	54
2.6.3.	Création de défauts géométriques sur les joints soudés	55
2.6.4.	Traitement thermique	57
2.6.5.	Essais de traction uni-axiale quasi-statique	57
2.7. C	Conclusions	58

3. (Comportement métallurgique : effets de la composition chimique et des
parame	ètres de traitement thermique sur l'évolution microstructurale
3.1. I	ntroduction62
3.2. E	Etat de l'art : effets attendus des conditions de traitement thermique sur la
transfor	rmation de phases62
3.2.1.	Formation de l'austénite lors du traitement thermique62
3.2.2.	Microstructure ferritique après refroidissement continu
3.2.3.	Formation de bainite et de martensite au cours d'un refroidissement continu
3.3. E	Effets attendus de la composition chimique sur les transformations de phases66
3.3.1.	Effet du bore
3.3.2.	Effet de l'aluminium
3.3.3.	Effet du carbone
3.3.4.	Effet du niobium71
3.3.5.	Effet du manganèse
3.4. (Objectifs de l'étude du comportement métallurgique74
3.5. (Comportement métallurgique des métaux de base75
3.5.1.	Transformations microstructurales du métal de base 22MnB575
3.5.2.	Transformation microstructurales du métal de base 6Mn676
3.6. (Comportement métallurgique des matériaux de synthèse représentatifs des différents
taux de	mélange entre 22MnB5 et 6Mn679
3.6.1.	Caractérisation des matériaux à l'état brut de solidification
3.6.2.	Transformation de phases en chauffage continu 80
3.6.3.	Transformation de phases en refroidissement continu
3.6.4.	Microstructure des joints soudés réels entre tôles de 22MnB5 et 6Mn6 100

3.6.5.	Discussion	102
3.7. (Comportement métallurgique du mélange de 22MnB5 avec carbone et/ou a	luminium .
		103
3.7.1.	Composition chimique des matériaux de synthèse	103
3.7.2.	Matériaux à teneur en carbone variable	105
3.7.3.	Matériaux à teneur en aluminium variable	112
3.7.4.	Matériaux à teneurs en aluminium et en carbone variables	120
3.7.5.	Description paramétrique du comportement métallurgique	128
3.7.6.	Microstructure des joints soudés réels en 22MnB5	147
3.7.7.	Discussion	154
3.7.8.	Perspectives	155
3.8. 0	Conclusions	156

4.	Comportement mécanique du joint soudé	163
4.1.	Objectif et démarche	164
4.2.	Etat de l'art : Effet de la microstructure sur le comportement mécanique	165
4.2.1	1. Transition de rupture ductile – fragile des aciers	165
4.2.2	2. Effet de la taille de grains sur les caractéristiques mécaniques	169
4.2.3	3. Effets de la composition chimique et des éléments d'alliage	172
4.2.4	4. Constituants microstructuraux	173
4.2.	5. Exploitation de l'essai de traction uni-axiale	174
4.3.	Comportement mécanique des métaux de base 22MnB5 et 6Mn6	176
4.3.	1. Comportement mécanique du métal de base 22MnB5	176
4.3.2	2. Comportement mécanique du métal de base 6Mn6	178
4.4.	Comportement mécanique des matériaux de synthèse représentatifs des différe	ents
taux o	de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6	179
4.4.1	1. Introduction	179
4.4.2	2. Comportement des matériaux de synthèse en traction uni-axiale quasi-statique	180
4.4.3	3. Formulation de la loi de comportement quasi-statique	186
4.4.4	4. Conclusions sur le comportement mécanique des matériaux de synthèse intermédia	ires
entre	e 22MnB5 et 6Mn6	190
4.4.	5. Caractérisation mécanique des joints soudés 22MnB5/6Mn6 réels en présence d'un dé	faut
géor	métrique	191
4.4.6	6. Modélisation par éléments finis des essais sur joints soudés avec défaut géométrique	193
4.5.	Comportement mécanique à base de 22MnB5 avec l'ajout de carbone et	t/ou
d'alur	minium	194
4.5.1	1. Introduction	194

4.5.2. Résultats des essais de traction uniaxiale19
4.5.3. Formulation de la loi de comportement quasi-statique
4.5.4. Caractérisation mécanique des joints soudés réelles en présence d'un défaut géométrique .
4.5.5. Analyse mécanique par éléments finis des essais sur joints soudés avec défaut géométriqu
4.5.6. Evaluation du risque de rupture fragile à basse température, à l'aide des matériaux modèles
4.5.7. Conclusions
4.6. Conclusions
4.7. Perspectives

5.	Conclusions	. 225
----	-------------	-------

6.	Perspectives	227
----	--------------	-----

1. Introduction et études préliminaires

1.1.	lr	ntroduction générale	2
1.2.	F	abrication des flans soudés en aciers emboutissables à chaud	3
1.2	2.1.	Flans raboutés et le soudage laser	3
1.2	2.2.	Emboutissage à chaud	7
1.2	2.3.	Les aciers dédiés à l'emboutissage à chaud	10
1.2	2.4.	Revêtement AISi	13
1.3.	Ρ	ositionnement du problème industriel	18
1.3	3.1.	Catégorie de joints soudés	18
1.3	8.2.	Hétérogénéité du mélange lors du soudage laser de l'assemblage hétérogène	18
1.3	8.3.	Dilution possible du revêtement dans le joint soudé	22
1.3	8.4.	Condition du refroidissement lors du traitement thermique	23
1.3	8.5.	Evolution du procédé de soudage en vue d'améliorer la trempabilité du joint soudé	25
1.4.	Ρ	roblématiques choisies	26
1.5.	С	bjectifs de la thèse	26
1.6.	S	tructure du manuscrit	27

1.1. Introduction générale

L'allègement des structures automobile passe, entre autres, par l'optimisation de la répartition des nuances d'acier entrant dans la fabrication de la caisse en blanc. Un des concepts permettant cette optimisation est la solution « flans raboutés », qui consiste à réaliser une tôle d'acier (flan) avec des caractéristiques et une épaisseur variables à partir de plusieurs tôles (sous-flans) soudées les unes aux autres. La technique de soudage couramment utilisée est le soudage par un faisceau laser qui vient fondre et joindre 2 flans accostés bout à bout.

L'opération de soudage laser génère une très forte hétérogénéité dans la jonction soudée issue du mélange potentiellement imparfait de deux matériaux, et provoque éventuellement des défauts géométriques comme des cavités ou des caniveaux. Une fois la pièce soudée, elle est mise en forme par emboutissage à chaud (environ 930 °C) sous une presse refroidie à l'eau pour obtenir la géométrie souhaitée et fixer les propriétés mécaniques.

Les aciers emboutissables à chaud sont couverts d'une couche de revêtement à la base d'un alliage aluminium (environ 88%) et silicium (environ 12%) appelé AlSi. Lors du soudage laser, ce revêtement pourrait être partiellement mélangé dans le bain de fusion, provocant la modification de la métallurgie du joint soudé et menant au comportement mécanique indésirable.

Deux types d'aciers dédiés à l'emboutissage à chaud sont considérés dans la thèse : le 22MnB5 et le 6Mn6. Ils diffèrent notablement en termes de composition chimique et surtout en termes de comportement mécanique après le traitement thermomécanique. Le premier est un acier très trempant et le second est peu sensible à la vitesse de refroidissement par trempe. Nous nous intéressons aux propriétés mécaniques et métallurgiques de la jonction soudée formée par le mélange hétérogène de ces deux aciers, avec ou sans l'ajout des éléments additionnels.

Actuellement, les mécanismes physiques qui gouvernent la formation de la zone fondue, son évolution microstructurale au cours du traitement thermique et ses propriétés mécaniques en service sont encore mal connus. L'objectif de la thèse est de mieux appréhender ces mécanismes, de déterminer ainsi le comportement mécanique de la soudure en fonction de la métallurgie et du cycle thermique et de décrire ces différents effets d'une manière paramétrique aussi simple que possible pour aider à la conception de nouveaux assemblages.

Nous nous intéressons à l'hétérogénéité de propriétés au sein de la zone fondue pour modéliser la rupture dans cette zone, avec la présence supplémentaire de défauts géométriques issus des imperfections de soudage décrites ci-dessus. Nous nous appuierons sur l'estimation du comportement mécanique local, puis sur le calcul du comportement du joint complet pour estimer les distributions de contraintes et de déformation, afin d'établir la pertinence d'un critère en ruine plastique sur la prédiction des conditions de rupture.

1.2. Fabrication des flans soudés en aciers emboutissables à chaud

1.2.1. Flans raboutés et le soudage laser

1.2.1.1 Concept et application du flan rabouté

La technologie de flans raboutés consiste à réaliser une tôle d'acier (flan) avec des caractéristiques et une épaisseur variables à partir de plusieurs tôles (sous-flans) soudées les unes aux autres.

Aujourd'hui, la solution flans raboutés est de grand intérêt pour l'industrie automobile. Cette solution permet d'ajuster l'épaisseur et le grade de l'acier au sein d'une même pièce, et donne aux fabricants automobiles la possibilité d'utiliser le bon matériau au bon endroit et ainsi d'optimiser la performance mécanique et le poids des pièces de structure.

La pièce en flan rabouté consiste en deux voire plusieurs sous-flans hétérogènes de caractères différents. Hormis l'allégement et le gain de performances mécaniques, les flans soudés présentent un autre avantage pour l'automobile : le gain de matière engagée. Dans une première étape, ces sous flans sont découpés à partir des bobines de tôles mères pour être assemblés bout-à-bout à plat par un faisceau laser. Par rapport à une pièce monolithique, l'utilisation de matière peut être optimisée par le calcul d'emboîtement de mise en bande (*nesting*).

Etant donné le nombre de pièces produites dans l'automobile, l'optimisation de la découpe des profils dans les bandes de métal peut conduire à des économies non négligeables. Pour des pièces comme le côté de caisse, une solution monolithique (un seul flan) peut conduire à 70% de matière perdue lors de la découpe. Une solution flans raboutés (soudage bout à bout) comme celle décrite ci-dessous permet d'optimiser le poids tout en diminuant certaines épaisseurs et ainsi de sauvegarder la matière à 30% (Figure 1-1).¹



Figure 1-1 : Exemple de côté de caisse avec flans raboutés avec nesting avant assemblage Après le raboutage, l'ensemble de la pièce est mis en forme par emboutissage.



Figure 1-2 : Une pièce en flans raboutés (a) avant l'emboutissage et (b) après l'emboutissage 2

L'utilisation de flans soudés est une pratique courante pour les constructeurs et les équipementiers (Figures 1-2 et 1-3). ArcelorMittal propose aux clients une large gamme de flans soudés revêtus pour un grand nombre d'applications automobiles avec si besoin un procédé de soudage dédié. La technologie flans soudés permet donc de combiner différents aciers tout en économisant de la matière. Cela s'avère particulièrement intéressant pour les aciers à hautes performances qui sont assez coûteux. C'est dans cette optique qu'a été développé le soudage des aciers emboutissables à chaud. Cette innovation permet de combiner les avantages des flans soudés (économie de matière, réduction des épaisseurs...) avec ceux de l'emboutissage à chaud (formabilité, hautes performances...)^{3 4}.



Figure 1-3 : Possibles pièces en flans raboutés à base des aciers emboutissables à chaud sur une caisse en blanc d'automobile ⁵

La soudure est la partie critique d'un flan soudé. Elle doit assurer la transition entre les deux flans d'un point de vue microstructural et géométrique, transmettre les efforts d'un flan à l'autre sans fragiliser l'ensemble, s'intégrer dans la géométrie de la pièce et enfin tenir à la corrosion. Il faut aussi prendre en compte l'emboutissage et le traitement thermique qui sont réalisés après l'opération de soudage.

1.2.1.2 Principe du soudage laser et effet thermique

La technique de soudage couramment utilisée est le soudage par un faisceau laser qui vient fondre et joindre les deux flans accostés bout-à-bout par un apport élevé d'énergie. (Figures 1-4 et 1-5)

Le soudage par faisceau laser passe par la focalisation du faisceau laser sur la surface de la pièce de travail. La haute densité d'énergie déposée induit l'ionisation du métal et un plasma est formé. Les puissances spécifiques développées par les faisceaux à haute énergie donnent lieu, lors d'un impact sur la matière, à un phénomène de pénétration caractéristique dû à la formation de ce que l'on appelle généralement un capillaire ou *keyhole* (trou de serrure), qui permet l'absorption de l'énergie laser en profondeur. Le métal fondu remplira progressivement le *keyhole* pendant que le laser se déplace pour former la soudure.



Figure 1-4 : Illustration schématique du soudage en mode de keyhole 6

Les deux types de sources laser couramment utilisées sont les lasers excités par un milieu gazeux (CO₂) et par un milieu solide (Nd:YAG). Les sources laser utilis és pour ce type de soudage sont en g én érale continues. Le niveau d'énergie nécessaire dépend de l'épaisseur des flans à souder. Cependant, pour les applications usuelles utilisant des flans d'épaisseur inférieure à 2,5 mm, il est nécessaire d'utiliser des puissances supérieures à 4 kW pour les lasers solides (longueur d'onde d'1µm) et 7 kW pour les lasers CO₂ (longueur d'onde de 10 µm). L'énergie apportée permettant la réalisation du soudage est à l'ordre de 50 J/mm³.



Figure 1-5 : Réalisation d'un joint soudé en raboutage par laser

Différents paramètres opératoires du procédé de soudage laser peuvent être optimisés afin d'obtenir la géométrie de cordon désirée et une qualité de soudage optimale :

- la puissance laser : l'augmentation de la puissance laser facilite le soudage en mode pénétrant et augmenter la vitesse du soudage.
- la vitesse de soudage : l'augmentation de la vitesse de soudage à puissance fixée conduit à des bains fondus moins pénétrés et des cordons de soudure moins larges.
- le diamètre de la tache focale : elle est déterminée par les optiques utilisées. En général, un plus petit diamètre de tache focale conduit à une concentration plus importante d'énergie et un joint soudé plus fin.
- la position du point de focalisation : dans le cas du soudage, soit en surface, soit dans la matière, soit en dehors de la tôle à souder (défocalisé). La défocalisation du faisceau laser mène à une plus faible concentration d'énergie, et une zone chauffée plus large.
- le gaz de protection : il permet d'éviter l'oxydation des tôles et la perte d'éléments chimiques ainsi que les porosités dans le cordon de soudure.

1.2.1.3 Défauts géométriques rencontrés dans les joints soudés par laser

L'opération de soudage génère une très forte hétérogénéité dans le joint soudé issue du mélange potentiellement imparfait des deux matériaux des tôles de base, et provoque éventuellement des défauts géométriques pour des raisons diverses (Figure 1-6).

Parmi les différents types de défauts géométriques, le « caniveau » ou la « concavité » sont les défauts les plus courants, souvent issus d'un manque de matière à fondre lors du soudage ou d'un manque de puissance du faisceau laser.



Figure 1-6 : Les défauts géométriques du joint soudés par laser présenté par la lettre « h »: (a) caniveaux, (b) concavité supérieure, (c) concavité inférieure⁷

La présence du défaut géométrique résulte directement en une réduction locale de section du joint soudé, qui peut générer un risque de rupture dans le joint soudé lors de la sollicitation mécanique du flan rabouté. Les joints soudés des nuances d'aciers à très haute résistance mécanique sont particulièrement sensibles aux défauts géométriques, qui pourraient générer des ruptures prématurées aux joints soudés.

En production industrielle de série, les défauts géométriques sont contrôlés par le soudeur. La profondeur de ces défauts (h) est soumise aux normes du soudage.

Il existe plusieurs normes dans le monde. Les normes les plus couramment utilisées par les soudeurs sur les défauts géométriques du joint soudé sont les normes allemandes SEL100 (*Stahl-Eisen-Lieferbedingungen*). Selon ces normes, la profondeur de caniveaux ou de concavité (h) ne doit pas être supérieure à 10% de la plus petite épaisseur des deux métaux de base (t_2) : h ≤ 10% t_2 .

La forme géométrique de ces défauts (entailles) n'est pas réglementée par les normes. Néanmoins, elle peut jouer un rôle important sur le comportement mécanique du joint soudé. Par exemple, l'acuité de l'entaille peut contribuer à la triaxialité des contraintes du joint soudé lors de sollicitation mécanique, surtout que les cordons peuvent ne pas être ductiles dans toutes les situations. Compte tenu de l'hétérogénéité chimique de la zone fondue, le comportement mécanique du joint soudé pourrait être différent selon que le défaut géométrique est localisé sur les zones plus ou moins résistantes.

1.2.2. Emboutissage à chaud

1.2.2.1 Introduction du procédé

Le procédé conventionnel de l'emboutissage à froid consiste à mettre à forme la pièce par des outils de presse. Ce procédé présente certaines limites pour les applications à la caisse en blanc automobile. Les pièces en acier à très haute résistance ayant souvent une basse formabilité sont difficilement emboutissables. L'emboutissage conventionnel provoque aussi des contraintes internes dans les pièces et le risque de retour élastique difficile à maîtriser après la mise en forme.

Différent du procédé de l'emboutissage conventionnel, l'emboutissage à chaud consiste en deux étapes principales (Figure 1-7) : le chauffage de la pièce dans le domaine austénitique avant de la transférer aux outils de la presse puis la mise en forme de la pièce à l'état austénitique par la presse. Pendant la mise en forme, la pièce subit une trempe par les outils de presse, qui sont refroidis à l'eau. La pièce acquiert ainsi les propriétés mécaniques désirées et la géométrie avec un retour élastique négligeable après l'emboutissage.



Figure 1-7 : Procédé de fabrication de flans raboutés en aciers emboutissables à chaud

Il existe deux variantes de l'emboutissage à chaud (Figure 1-8) : les méthodes directe et indirecte. Dans la méthode directe, la pièce est chauffée dans le four, transférée dans la presse, par la suite mise en forme et trempée par les outils de presse. La méthode indirecte est caractérisée par utilisation le chauffage d'une pièce mise en forme à froid antérieurement, et la trempe et éventuellement la mise en forme par une presse refroidie après l'austénitisation.



*Figure 1-8 : Chaîne de production de l'emboutissage à chaud par (a) méthode directe et (b) méthode indirecte*⁸

1.2.2.2 Cycle thermomécanique de l'emboutissage à chaud

Un cycle thermique spécifique est appliqué sur la pièce lors du procédé d'emboutissage à chaud. Après le soudage, la pièce, qui comprend les différents matériaux de base et le ou les joints soudés, est transférée dans un four qui la chauffe à environ 900°C pendant environ 5 minutes, le temps nécessaire pour que l'ensemble de la pièce soit complètement austénitisée, et l'alliage se développe entre le revêtement et le substrat (Figure 1-9). Une austénitisation complète est nécessaire pour garantir à la fois une bonne formabilité et la microstructure désirée à l'issue de la trempe. La vitesse du chauffage est d'environ 10°C/s, elle est assurée par le transfert thermique entre le four et la pièce, et dépend de l'épaisseur de celle-ci. La durée du chauffage est ainsi définie en fonction de l'épaisseur de la pièce.



Figure 1-9 : Les pièces sont en général chauffées à l'intérieur d'un four en avançant vers la presse

A la sortie du four, la pièce chaude est transférée rapidement (temps du transfert : environ 5 à 10 secondes, voir Figure 1-10) dans une presse équipée d'outils refroidis à l'eau. La pièce est emboutie entre les outils. En même temps elle prend une trempe assurée par le contact entre la pièce et les outils, à une vitesse de refroidissement qu'on vise supérieure à la vitesse minimale de refroidissement pour la transformation de l'austénite en martensite. Typiquement, la vitesse de refroidissement des pièces dans les outils se situe entre 35 °C/s et 100 °C/s. Néanmoins, il se peut qu'un mauvais contact entre la pièce et les outils se produise localement, réduisant la vitesse de refroidissement que subit la pièce lors de l'emboutissage.



Figure 1-10 : Une pièce chauffée transférée dans les outils d'emboutissage avant la mise en forme¹⁰

La microstructure et le comportement mécanique de la pièce sont directement liés aux paramètres du cycle thermique lors de l'emboutissage à chaud entre l'austénitisation et la trempe de la pièce (Figure 1-11). La température du four doit être supérieure à la température Ac₃ du matériau chauffé afin d'assurer l'austénitisation complète.



Figure 1-11 : Illustration schématique du cycle thermomécanique lié au procédé de l'emboutissage à chaud de l'acier 22MnB5¹¹

La vitesse de refroidissement doit être supérieure à la vitesse critique de trempe martensitique du matériau si l'on désire d'obtenir une microstructure martensitique. Par exemple, pour l'acier 22MnB5, la température du four doit excéder 840°C et la vitesse de refroidissement lors de la trempe sans déformation mécanique doit être plus élevée que 27°C/s.

1.2.3. Les aciers dédiés à l'emboutissage à chaud

1.2.3.1 Introduction

Il existe deux principales catégories d'aciers dédiés à l'emboutissage à chaud. Tout d'abord, les nuances d'aciers capables de produire une microstructure martensitique de très haute résistance mécanique (résistance à rupture de l'ordre de 1500 MPa voire plus) mais présentant peu de ductilité après l'emboutissage à chaud. L'autre catégorie est constituée d'aciers capables de maintenir une certaine ductilité (allongement à rupture de l'ordre de 10% en traction uniaxiale) après l'emboutissage à chaud, mais une résistance mécanique relativement faible (résistance à rupture entre 400 MPa à 1000 MPa) grâce à la composition chimique, qui rend la microstructure robuste vis-à-vis des conditions de traitement thermique.

La première catégorie comprend notamment les aciers au bore comme les nuances 22MnB5, 30MnB5, 27MnCrB5, 37MnB4 etc. L'addition de 10 à 30 ppm de bore dans les aciers faiblement alliés permet d'augmenter la trempabilité par ségrégation de bore aux joints de grains qui retarde la germination de la ferrite^{12 13}, et de repousser le diagramme de temps-température-transformation vers les temps plus longs.

La trempabilité de ces aciers au bore peut être influencée par la température et le temps de l'austénitisation, la taille des grains d'austénite, la teneur en bore et la répartition du bore entre solution solide et précipités, la teneur en d'autres éléments comme le carbone, le titane ou l'aluminium^{14 15 16 17}.

La seconde catégorie est formée par les aciers faiblement alliés à basse teneur en carbone, tel que le HSLA 300, le HSLA 340 et le HSLA 360, certaines nuances comme le 6Mn6 sont enrichies par le titane et le niobium qui permettent de stabiliser la taille des grains de ferrite lors du traitement thermique.

Deux aciers dédiés à l'emboutissage à chaud (un de chacune des catégories citées cidessus) sont étudiés dans la présente thèse : le 22MnB5 et le 6Mn6 (Tableau 1-1). Ils se distinguent par la composition chimique, les propriétés métallurgiques et le comportement mécanique.

	С	Mn	Si	Cr	Ti	Nb
22MnB5	0,22	1,2	0,3	0,2	0,05	0,003
6Mn6	0,06	1,6	0,03	0,02	0,07	0,05

Tableau 1-1 : Composition chimique (éléments principaux) de 22MnB5 et 6Mn6 en % massiques

1.2.3.2 L'acier 22MnB5

Le 22MnB5 est un acier qui peut présenter une très haute résistance mécanique après la trempe dans l'outil. Il est un acier à haute teneur de carbone (environ 0,2 % à 0,25 % en masse) et contient une faible teneur de bore (environ 30 ppm).

Sa microstructure à l'état de livraison (laminé et recuit) est majoritairement ferritique avec des colonies de perlite dispersées (Figure 1-12), ce qui lui donne des propriétés mécaniques similaires à celle des aciers classiques dual-phase tels que le DP600 (dont la microstructure est majoritairement ferritique avec des îlots de martensite) (Figure 1-13).



Figure 1-12 : Microstructure du substrat de 22MnB5 (a) avant et (b) après la trempe à 35°C/s



Figure 1-13 : (a) Propriétés mécaniques de 22MnB5 avant/après cycle thermique, comparées à celles d'autres nuances d'aciers pour automobile, et (b) Courbes TRC du 22MnB5, austénitisé à 900°C pendant 5 minutes, refroidi sans déformation appliquée.¹⁸

Pour le 22MnB5, la vitesse critique de refroidissement pour assurer une transformation martensitique est de 27°C/s (Figure 1-13, à droite). Après l'austénitisation complète et la trempe à une vitesse de refroidissement supérieure à 27°C/s, le 22MnB5 sera totalement martensitique, avec une résistance mécanique à rupture d'environ 1500MPa et un allongement réparti maximal de l'ordre de 6% (essais de traction quasi-statique uni-axiale en utilisant des éprouvettes de format ISO 12,5mm x 50mm, Tableau 1-2).

	A l'état de livraison				Après austenitisation et refroidissement à environ 35°C/s			
	Microstructure	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)	Microstructure	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)
22MnB5	Ferrite + Perlite	~ 400	500 - 700	≥ 10	100% Martensite	~ 1100	~ 1500	~ 6

Tableau 1-2 : Microstructure et propriétés mécaniques typiques du 22MnB5

1.2.3.3 Le 6Mn6

Le 6Mn6 est un acier à faible teneur de carbone (environ 0,06 % en masse) par rapport au 22MnB5. Il a une métallurgie micro-alliée de base, avec de hautes teneurs en titane et en niobium qui stabilisent les grains de ferrite, et limitent l'influence de la variation de conditions de traitement thermique sur les propriétés mécaniques du produit fini.

Sa microstructure à l'état de livraison est proche de celle du 22MnB5 : petits grains ferritiques avec des carbures très fins. Il est très stable vis-à-vis des conditions du traitement thermomécanique. Traité thermiquement dans les conditions conventionnelles de l'emboutissage à chaud, le 6Mn6 restera majoritairement ferritique, avec en général moins de 10% d'îlots de martensite (Figure 1-14, Tableau 1-3).



Figure 1-14 : Microstructure du substrat du 6Mn6 (a) avant et (b) après la trempe à 35°C/s

	Avant le traitement thermique			Après l'austénitisation et refroidissement à environ 35°C/s				
	Microstructure	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)	Microstructure	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)
6Mn6	Ferrite + Carbures	~ 400	500 - 700	~ 20	Ferrite + 5% Martensite	~ 400	~ 500	~ 20

Tableau 1-3 : Microstructure et propriétés mécaniques du 6Mn6

1.2.4. Revêtement AlSi

1.2.4.1 Fonction, composition chimique et morphologie du revêtement

Au lieu d'un revêtement à base de zinc qui ne supporterait pas la température élevée liée au procédé (900°C à 950°C), les aciers dédiés à l'emboutissage à chaud sont souvent couverts d'un revêtement à base d'un alliage aluminium – silicium, qui sert principalement à protéger le substrat contre l'oxydation et la décarburation pendant l'austénitisation, et à protéger la pièce finale contre la corrosion.

Le revêtement d'alliage aluminium – silicium est appelé « AlSi ». Il existe deux variantes principales qui ont des grammages différents : 80 et 150 g/m² double face (AlSi 80 et AlSi 150 respectivement). Aujourd'hui, la variance la plus couramment utilisée est AlSi 150.

A l'état de livraison, l'AlSi 150 consiste approximativement en deux couches qui se distinguent notamment par la composition chimique et les propriétés physiques (Figure 1-15).

La couche superficielle, qui mesure environ de 25 à 30 μ m en épaisseur, contient environ 10% de Si (proche du point eutectique Al/Si), très peu de fer, le reste étant de l'aluminium. Cette couche est très ductile. La fine couche entre la couche superficielle et le substrat, dite « couche intermétallique », qui mesure environ 5 à 6 μ m en moyenne, contient environ 50% Al + 10% Si + 40% Fe en masse. Elle est formée naturellement pendant la galvanisation lors de l'immersion de l'acier dans le bain fondu du revêtement AlSi, et comporte notamment des composés de fer et d'aluminium, comme Fe₂Al₅ et FeAl₃. Cette couche est très fragile.



Figure 1-15 : Principales couches du revêtement AISi 150 sur un substrat d'acier à l'état de livraison

Pendant l'austénitisation du substrat, le revêtement AlSi est complètement transformé par inter-diffusion et réaction chimique entre le revêtement et le substrat (Figure 1-16).¹⁹



Figure 1-16 : Le revêtement AISi 150 sur un substrat d'acier après le traitement thermique²⁰



Figure 1-17 : La tranche d'un bord de coupe avec dépôt mécanique du revêtement (a) image par microscope optique (b) cartographie de l'aluminium microsonde de Castaing.

Lors de la découpe des tôles non traitées thermiquement par cisaillage, la couche superficielle du revêtement peut être localement emportée par l'outil sur le chant de la tôle découpée (Figure 1-17).

1.2.4.2 Effet du mélange du revêtement dans le joint soudé

Au soudage par laser, le revêtement riche en aluminium couvrant la surface au niveau des bords des tôles à souder, ainsi que le revêtement présent sur les chants peuvent être mélangés aux substrats dans le bain de fusion et modifier la composition chimique globale et locale du joint soudé.

Des observations de joints réalisés dans des conditions industrielles, après le traitement thermique représentatif d'un emboutissage à chaud, ont montré que le mélange imparfait des substrats et du revêtement pouvait conduire aux phénomènes suivants (Figure 1-18) :

- La formation de « zones blanches » dans la zone fondue, visibles par microscopie optique
- la réduction de la performance mécanique du joint soudé vis-à-vis d'un joint sans la dilution d'aluminium, notamment pour les joints soudés en iso-matériau 22MnB5/22MnB5. Dans certain cas, la soudure peut être plus douce que le reste de la pièce, et représente un point faible du point de vue de la résistance mécanique en particulier pour les joints soudés en iso-matériau^{21 22}.



Figure 1-18 : La présence des phases blanches et la chute de dureté locale et/ou globale dans le joint soudé 22MnB5/22MnB5. Coupes métallographiques perpendiculaires au cordon, attaque Nital.

La dilution d'aluminium dans le joint soudé peut influencer le comportement métallurgique du matériau dans les deux principales phases du cycle thermique : l'austénitisation et la décomposition des grains d'austénite pendant le refroidissement. L'effet *a priori* le plus évident est celui sur les transformations de phases au refroidissement.

Il est donc important de comprendre ces effets de l'aluminium sur les transformations microstructurales au cours de l'ensemble du cycle thermique. La formation d'un joint soudé à microstructure hétérogène et la réduction de dureté sont-ils simplement le résultat de la transformation au refroidissement d'une austénite trop riche en aluminium ?

1.2.4.3 Effet de l'aluminium sur la microstructure du joint soudé

Dans le cadre de cette thèse, des analyses métallographiques préliminaires des phases blanches (telles que celles de la Figure 1-18) ont été réalisées (Figure 1-19) par coupe micrographique, EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés) et microsonde de Castaing, sur un joint soudé des aciers 22MnB5 1,5mm + 6Mn6 1,5mm avec le revêtement de chacun dans son état initial afin d'obtenir facilement de telles zones sur les coupes micrographiques.



Figure 1-19 : a) et b) : observation optique d'un joint soudé contenant des îlots de phases blanches. (attaque chimique Nital 5%). c) et d) Analyse réalisée par EBSD sur un îlot de phases blanches.

Dans les zones où se trouvent les « phases blanches », une concentration locale élevée en l'aluminium est relevée par microanalyse X. La teneur peut s'élever à environ 2% en masse (Figure 1-20).

Les résultats d'analyse EBSD (Figure 1-19, indexation des clichés en structure cubique centrée) montrent que ces « phases blanches » sont des grains de ferrite riche en aluminium et non un intermétallique Fe-Al ou Fe-Al-X.

Dans les autres zones ou la concentration d'aluminium est plus faible, on peut observer des microstructures fines contenant, selon les régions, ferrite, bainite et/ou martensite.

Une campagne d'essais de traction à grande vitesse a été effectuée par ArcelorMittal sur une large gamme de joints soudés. Cette démarche est adaptée à l'application automobile où il faut éviter, entre autres, la rupture au crash. Pendant les essais, les grains blancs de ferrite, lorsqu'ils sont présents, se révèlent souvent des initiateurs de rupture fragile par clivage (Figures 1-21 et 1-22).



Figure 1-20 : Teneur d'Al dans le joint soudé mesurée par microsonde de Castaing



Figure 1-21 : Rupture d'un joint soudé en 22MnB5/22MnB5 à pollution d'aluminium dans les essais dynamiques (vitesse de déformation moyenne : 37 s⁻¹)²³



Figure 1-22 : Faciès de rupture de deux joints soudés après essai de traction à grande vitesse : clivage initié par les phases blanches de ferrite riche en aluminium.

1.2.4.4 Procédé industriel d'ablation du revêtement avant le soudage

L'application industrielle visée requiert des joints soudés dont la résistance mécanique est équivalente ou supérieure à celle du reste du flan soudé afin que la rupture mécanique, si elle avait lieu, ne se produise pas au niveau du joint. La méthode d'obtention de flans raboutés laser de bonne qualité consiste à éliminer le revêtement sur les bords des pièces à souder, pour obtenir des soudures quasiment exemptes de pollution par l'aluminium. Cela consiste en deux opérations :

La première est un enlèvement du revêtement sur une étroite zone des deux surfaces du bord à souder. En pratique, l'opération est assurée par un laser pulsé à haute puissance crête. La couche supérieure du revêtement riche en aluminium est enlevée par ce laser, mais la fine couche intermétallique est intentionnellement maintenue (Figure 1-23) pour garantir la tenue en corrosion et éviter la décarburation et l'oxydation lors du traitement thermique précédant l'opération de mise en forme^{24 25 26}.

Dans un deuxième temps, le revêtement étalé mécaniquement sur la tranche par la découpe est enlevé par brossage. Après l'opération, la tranche est exempte de revêtement d'aluminium.



Figure 1-23 : Coupe d'un tôle préparée, après élimination du revêtement a coté du bord avant le soudage laser (a) le revêtement intacte (b) la couche d'intermétallique restante après l'ablation

Lors du soudage par laser, la couche intermétallique résiduelle sera inévitablement mélangée au métal de base dans le bain de fusion, apportant une teneur faible en aluminium d'environ 0,1 masse% à 0,3 masse% (valeurs typiques) au joint soudé.

1.3. Positionnement du problème industriel

1.3.1. Catégorie de joints soudés

Deux catégories de joints soudés sont industrialisées : les joints soudés par assemblage hétérogène en 22MnB5 et 6Mn6 et les joints soudés par assemblage homogène en 22MnB5.

Les joints soudés de ces deux catégories ont des compositions chimiques très différentes, ainsi que des transformations de phases très différentes pendant le traitement thermique et le comportement mécanique. Les problématiques industrielles et scientifiques ne sont pas identiques pour les deux catégories.

1.3.2. Hétérogénéité du mélange lors du soudage laser de l'assemblage hétérogène

1.3.2.1 Convection et solidification du joint soudé

Pendant le soudage laser, l'apport thermique génère la formation des deux zones différentes qui présentent d'importants gradients thermiques (Figure 1-24) : la zone de fusion (ZF) au niveau du joint des deux aciers, et les zones affectées thermiquement (ZAT) dans les métaux de base des deux côtés de la zone de fusion. A cause de la dissipation thermique rapide, la zone de fusion et les zones affectées thermiquement sont relativement étroites (environ 1mm pour la zone de fusion et environ 500 µm pour la zone affectée thermiquement, en fonction de la puissance de laser et de la vitesse de soudage)^{27 28}.



Figure 1-24 : Un joint soudé par laser en 22MnB5/22MnB5 avant le traitement thermique

La microstructure dans la zone de fusion consiste en une structure équiaxe de grains fins²⁹ ³⁰, et éventuellement des dendrites équiaxes à orientations aléatoires dans certains cas, par exemple, lors du soudage d'aciers fortement alliés en manganèse.

En raison de la très haute puissance appliquée (densité de l'énergie introduite de l'ordre de 50 J/mm³) pendant le soudage par laser, la matière se vaporise très rapidement. La vaporisation est accompagnée par une pression de recul qui pousse le liquide et provoque une déformation et la création d'un capillaire de vapeur (*keyhole*). La pression de recul est le résultat de la vaporisation par un phénomène appelé effet de piston. Cette pression est le responsable du creusement et du maintien du *keyhole*.³¹ Pour réaliser le joint soudé, le faisceau laser avance sur le sens du joint, en laissant le bain de fusion solidifié derrière.

Par conséquent, il y a plusieurs mécanismes qui gouvernent la convection de fluide dans le bain de fusion : la variation de densité (force liée à la gravité), la force générée par le gradient de tension de surface (force Marangoni) en fonction du gradient de la température³² ³³ et de la composition chimique et du gaz de protection³⁴, la force de friction de la vapeur de métal sortant du keyhole ³⁵, et le mouvement du *keyhole* par rapport aux pièces à souder.

La solidification du bain de fusion est très rapide (vitesse de refroidissement de l'ordre de 1000 °C/s), le mélange dans le bain de fusion est souvent loin d'être suffisant, et même très hétérogène si les deux matériaux à joindre ne sont pas chimiquement identiques.

1.3.2.2 Hétérogénéité chimique du joint soudé de l'assemblage hétérogène

L'objectif de cette thèse est de mettre en évidence et de comprendre les effets potentiels de ce mélange imparfait entre les deux métaux dans le bain de fusion, à la fois sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques, afin de mieux comprendre et de modéliser le comportement mécanique du joint soudé.

Pour obtenir une image du mélange et obtenir des informations post mortem sur la convection, une étude préliminaire a consisté à souder deux tôles-mères à teneurs différentes en des éléments comme le carbone ou le manganèse par exemple. Après le soudage, ces éléments peuvent être utilisés comme traceurs du mélange³⁶. Dans la présente étude, on a sélectionné un acier TRIP, combiné avec un acier ES. Ces deux aciers ont des teneurs chimiques très différentes de manganèse et silicium (Tableau 1-4). Mais les

températures de fusion de ces deux aciers sont assez proches (0,02 masse% C vs. 0,2 masse% C) et les densités sont quasiment identiques.

	С	Mn	Si	Cr
TRIP	0,20	1,65	1,8	0,02
ES	0,003	0,1	0,01	0,01

Tableau 1-4 : Composition chimique (éléments principaux) des deux aciers utilisés en % massiques

Les joints soudés ont été réalisés avec un laser YAG de 4kW, sous protection gazeuse en argon pur. La vitesse du soudage est à 4m/min.



Figure 1-25 : Vue en coupe d'un joint soudé TRIP/ES : (a) et (b) microscopie optique après (a) attaque Nital 5% révélant la martensite ; (b) attaque Béchet-Beaujard révélant les microstructures de solidification ; (c) et (d) Analyse à la microsonde de Castaing : (c) Manganèse, (d) Silicium. Les régions les plus riches apparaissent en rouge. Les régions les plus pauvres apparaissent en bleu.

De fortes hétérogénéités sont visibles dans la zone fondue (Figure 1-25). L'attaque Béchet-Beaujard montre que l'ensemble de ces zones est passé par l'état liquide. L'attaque Nital révèle que les régions sombres correspondent à une martensite riche en carbone alors que les régions claires sont composées de martensite faiblement alliée et de ferrite. Des cartographies du Manganèse et du Silicium à la microsonde de Castaing prouvent que la matière provenant des deux tôles ne s'est pas mélangé complètement pendant le soudage par laser. La forme de ces hétérogénéités laisse penser à plusieurs mouvements de convection autour du *keyhole*. Les résultats obtenus pourraient être utilisés comme référence pour les joints soudés d'aciers d'épaisseurs similaires, pour des paramètres de procédé proches de ceux utilisés ici.

Dans le cas du soudage de deux nuances d'aciers différentes, à l'issue de ce mélange hétérogène, les zones locales dans la zone fondue ont des taux de mélange différents, qui conduisent à des compositions chimiques différentes. Il se peut donc que la transformation microstructurale pendant le traitement thermique et le comportement mécanique après le traitement thermique ne soient pas homogènes dans l'ensemble du joint soudé. Le joint soudé lui-même devient un assemblage multi-matériaux.

1.3.2.3 Hétérogénéité microstructurale du joint soudé de l'assemblage hétérogène

Intéressons-nous alors au joint soudé après le cycle thermique d'emboutissage à chaud. Les Figures 1-26 et 1-27 montrent qu'un assemblage hétérogène de 22MnB5 et 6Mn6 est complexe en termes de microstructure et aussi de comportement mécanique.



Figure 1-26 : Vue en coupe d'un joint soudé 22MnB5/6Mn6 après un traitement thermique représentatif de l'emboutissage à chaud : (a) microscopie optique après attaque Nital 5% révélant la martensite ; (b), (c) et (d) analyse réalisé par EBSD sur 3 zones dans le joint soudé marquées sur l'image (a) : (b) zone 1 ; (c) zone 2 : (d) zone 3. (e) code de couleurs des trois images EBSD

Après le traitement thermique, la microstructure du 6Mn6 est majoritairement ferritique tandis que celle du 22MnB5 est complètement martensitique, sans tract notable de l'ancienne zone affectée thermiquement. De son côté, le joint soudé (que nous limiterons, dans la suite, à la zone fondue) présente une microstructure hétérogène ferrito-bainitique. Il y a une très vague tendance sur la répartition de grains ferritiques/bainitiques et la taille des grains : du côté du 6Mn6 au côté du 22MnB5, on trouverait légèrement plus de grains bainitiques et la taille de grains est un peu plus fine. Néanmoins, il est difficile *en soi* de prédire la composition microstructurale exacte dans toutes les zones locales du joint soudé.

Le niveau de dureté dans le joint soudé présente une transition avec palier entre les deux métaux de base. Ce niveau dépend de la microstructure et peut être variable en fonction des paramètres de traitement thermique.



Figure 1-27 : Micro-dureté d'un joint soudé hétérogène entre 22MnB5 et 6Mn6 après un traitement thermique représentatif de l'emboutissage à chaud

La transformation de phases dans le joint soudé entre 22MnB5 et le 6Mn6, en fonction du ratio de mélange et des paramètres du cycle thermique, ainsi que le comportement mécanique de tels joints seront au centre des problématiques de cette thèse.

1.3.3. Dilution possible du revêtement dans le joint soudé

Grâce à l'ablation locale du revêtement près du bord et au brossage du revêtement sur les chants avant soudage, la composition chimique du joint soudé est très proche du mélange des deux substrats. Cependant, cette méthode ne résout pas toutes les difficultés. Il se peut que le joint soudé ne soit pas totalement exempt de pollution par l'aluminium venant du revêtement à l'issue de plusieurs sources :

En cas de mauvaise maîtrise du procédé de l'ablation du revêtement en surface, il est possible que la quantité d'aluminium dilué dans le joint soudé s'avère plus importante. La teneur moyenne de l'aluminium dans le joint soudé pourrait atteindre 2% en masse si le revêtement reste encore intact.

Si le brossage de la tranche n'est pas suffisamment efficace, le revêtement étalé mécaniquement par la découpe des deux tranches pourrait apporter une contribution de l'aluminium allant jusqu'à 1% en masse dans le joint soudé dans le cas le moins favorable.

Même en condition industrielle maîtrisée, la dilution dans le bain fondu de la couche intermétallique, qui n'est pas enlevée par l'ablation du revêtement en surface, apporte une concentration résiduelle d'aluminium dans le joint soudé d'environ 0,1 % à 0,3 % en masse. Cette source est inévitable (Figure 1-28).



Figure 1-28 : Cartographie élémentaire d'aluminium par microsonde de Castaing de deux joints soudés avec : (a) procédé de préparation de bord maîtrisé, le joint soudé contient en moyenne 0,3% en masse d'aluminium ; (b) mauvais brossage de tranche, le joint soudé contient en moyenne 0,7 wt% d'aluminium. Les régions les plus riches apparaissent en rouge. Les régions les plus pauvres apparaissent en bleu. Certaines zones rouges de (b) sont des artefacts.

Pour les joints soudés par l'assemblage hétérogène de 22MnB5 et 6Mn6, de nombreux essais sur joints expérimentaux ont montré que l'addition jusqu'à 0,7% en masse d'aluminium ne mène pas à un effet visible sur la transformation de phases ou sur le comportement mécanique du joint soudé, après un traitement thermique avec des paramètres conventionnels pour représenter l'emboutissage à chaud. La microstructure reste ferrito-bainitique. La résistance mécanique est toujours plus élevée que celle du le métal de base 6Mn6 qui est majoritairement ferritique.

Cependant, il est constaté que la dilution du revêtement, même en faible quantité, pourrait être critique pour certains assemblages homogènes en 22MnB5. Ces modifications de composition chimique du bain fondu intervenant au cours du soudage conduisent à une augmentation de la vitesse de trempe critique par rapport au métal de base 22MnB5. Par estimation, via des essais préliminaires sur joints expérimentaux, l'addition de 0,3% en masse d'aluminium peut mener à une augmentation de l'ordre de 10°C/s. Ce phénomène est d'autant plus gênant que le joint soudé peut subir, lors de l'emboutissage à chaud, des conditions de refroidissement non optimales consécutives à une absence partielle de contact entre l'outil froid et la tôle chaude que l'on souhaite tremper, en sachant qu'il est important que le joint soudé puisse être transformé en pleinement martensite tout comme le métal de base pour ne pas devenir le maillon faible de la pièce soudée.

1.3.4. Condition du refroidissement lors du traitement thermique

Le joint soudé peut subir un contact non optimal avec les outils de refroidissement, due

- au changement d'épaisseur de la pièce soudée,
- à la marche aménagée dans l'outil pour permettre le déplacement de la matière de la tôle la plus épaisse lors de la mise en forme (marche d'outil, Figure 1-29),
- à l'éventuel défaut d'alignement des deux tôles à assembler (*mismatch*, Figure 1-30)

La norme SEL100 du soudage laser et le cahier des charges de l'emboutisseur imposent que la surépaisseur ou le défaut d'alignement soient inférieurs à 10% de l'épaisseur du flan le plus mince. Sinon, le flan sera difficilement mis au contact de l'outil et ne peut être trempé.



Figure 1-29 : Conditions de contact entre la tôle et l'outil au niveau du joint soudé : schéma illustrant le cas d'un joint soudé entre deux tôles d'épaisseurs différentes, comportant un défaut d'alignement et trempe par outil avec une marche d'outil

Cependant, un défaut conforme à la norme pourrait toujours amener un contact thermique imparfait, notamment pour le joint soudé. La vitesse de refroidissement peut descendre endeçà de 27°C/s.



Figure 1-30 : Les défauts géométriques du joint soudé par laser présenté par la lettre « h » : (a) surépaisseur supérieure, (b) surépaisseur inférieure, (c) mismatch positif, (d) mismatch négatif ³⁷

Une étude numérique antérieure à la thèse, confirmée par l'expérience a permis de montrer quel pouvait être l'impact de ces mauvaises conditions (en particulier de la marche entre l'outil et le joint soudé) de contact sur la vitesse de refroidissement du joint et ses conséquences sur la microstructure et la dureté.

Sur flans soudés en 22MnB5/22MnB5 emboutis à chaud, tous les effets métallurgiques et de contact se traduisent par un joint soudé qui, dans les zones où le refroidissement n'est pas assez élevé, ne présentent pas une structure pleinement martensitique (Figure 1-31). Dans les pièces complexes, ce problème se rencontre en particulier sur les parois verticales (parallèles au sens d'avance de l'outil d'emboutissage), du fait des mauvaises conditions de contact entre la tôle et l'outil d'emboutissage, inévitables du fait de l'étirage de la tôle.



Figure 1-31 : Vue en coupe en microscopie optique d'un joint soudé 22MnB5/22MnB5 contenant environ 0,3% en masse d'aluminium après attaque Nital 5% révélant la martensite : (a) la microstructure de la zone fondue est complètement martensitique après le traitement thermique avec vitesse de refroidissement d'environ 50°C/s ; (b) la microstructure de la zone fondue est ferritobainitique après le traitement thermique avec vitesse de refroidissement d'environ 25°C/s

1.3.5. Evolution du procédé de soudage en vue d'améliorer la trempabilité du joint soudé

Afin d'obtenir un joint soudé trempé malgré les effets négatifs de l'aluminium et les mauvaises conditions de contact entre pièce et outils, une solution techniquement envisageable pour réaliser des flans soudés à base de 22MnB5/22MnB5 revêtu d'aluminium est de réaliser l'opération de soudage avec un apport de matière destiné :

- à diluer l'aluminium du revêtement présent dans le joint soudé pour obtenir une soudure exempte des phases blanches visibles à forte concentration d'aluminium,
- à compenser l'effet négatif de l'aluminium sur la transformation microstructurale lors du traitement thermomécanique, d'une part par le contrôle de la température d'austénitisation, et d'autre part par le contrôle de la vitesse critique de refroidissement, de façon à assurer que le joint soudé soit dans un état martensitique et que sa dureté soit supérieure à 450 HV après trempe.

L'objectif industriel est de développer une solution de soudage qui permette d'assurer les bonnes performances de la soudure quelles que soient les conditions de refroidissement. Cela signifie que :

- la trempabilité de la soudure permet d'obtenir une structure pleinement martensitique même dans le cas d'un contact imparfait (marche de l'outil, faible contact, ...)
- la dureté et la ductilité de la soudure sont suffisantes pour tolérer les défauts géométriques conformes aux normes qualité.

Le choix du fil d'apport répond à deux exigences :

 Une exigence liée au procédé de soudage qui porte sur la quantité maximum de métal ajouté. Celle-ci est déterminée par la capacité de la source laser à fondre le fil et à faire un mélange relativement homogène avec le métal à souder. Il faut de plus que l'apport de matière ne conduise pas à une surépaisseur de plus de 10% de l'épaisseur du métal à souder pour rester conforme à la norme SEL du soudage laser et au cahier des charges de l'emboutissabilité. Le fil doit avoir un coût raisonnable pour ne pas augmenter significativement le coût unitaire du produit soudé

 Une exigence au niveau de la métallurgie du joint soudé, qui doit répondre aux impératifs d'avoir une température de fin d'austénitisation (Ac₃) inférieure à 920°C, une vitesse critique de trempe de l'ordre de 25°C/s et une dureté après trempe comprise entre 550 et 600 HV. En plus, le joint soudé ne doit pas présenter de problèmes de fragilité jusqu'à -50°C ou de fissuration à chaud.

La solution envisagée est d'utiliser un fil enrichi en carbone, qui permet de répondre aux exigences mentionnées ci-dessus. L'effet du carbone sur les aspects métallurgique et mécanique sera donc abordé dans la thèse.

1.4. Problématiques choisies

La thèse se focalise sur la transformation métallurgique et le comportement mécanique du joint soudé pour chacune des deux catégories de joints considérés ci-dessus. Le travail de thèse est articulé autour de deux sujets principaux :

- les différents phénomènes entrant en jeu dans les propriétés métallurgiques et mécaniques du joint soudé : la composition chimique du joint soudé provenant du mélange des deux tôles de base pour l'assemblage 22MnB5/6Mn6, et du métal de base et éventuellement du revêtement et de l'ajout du carbone pour les joints soudés 22MnB5/22MnB5, les conditions thermiques pendant l'emboutissage à chaud, voire thermomécanique par déformation du métal au cours du refroidissement.
- les différentes problématiques entrant dans la tenue mécanique du joint soudé : l'hétérogénéité mécanique, les zones faibles locales, le risque de rupture fragile et le risque de rupture dans le joint, notamment en cas d'irrégularité géométrique.

L'étude de l'origine de ces deux facteurs, comme le procédé de soudage et/ou l'ablation du revêtement, la précision du calcul thermique (donc des conditions de refroidissement après emboutissage) ou le procédé d'emboutissage lui-même, est exclue du domaine de recherche de la thèse.

1.5. Objectifs de la thèse

L'objectif principal de la thèse est de relier qualitativement et quantitativement la microstructure de la zone fondue (composition chimique, formation et arrangement des phases) d'une part aux paramètres du cycle thermique et d'autre part aux propriétés mécaniques de la jonction soudée. L'approche est résolument métallurgique : on s'intéresse à la formation des microstructures du joint soudé et aux propriétés mécaniques de ces microstructures.

La première étape concerne la compréhension de la formation de la microstructure de la zone fondue, et des principaux paramètres qui la gouvernent. La microstructure de la zone fondue, avant et après traitement thermomécanique post-soudage, est encore mal connue, du moins aux échelles les plus fines. Cette partie de la thèse est consacrée à la quantification de l'hétérogénéité du joint soudé et à la compréhension de la formation de cette microstructure.

- On établira l'historique de la formation de la microstructure, depuis l'état brut de soudage jusqu'à l'état final. On s'appuiera de manière essentielle sur des essais de suivi de transformation de phase (dilatométrie à chaud par exemple) sans déformation à chaud, ainsi que sur l'exploitation métallographique des éprouvettes ainsi traitées.
- Pour la transformation de phase d'un joint déformé à chaud, les essais de mise en évidence ont été faits. En pratique, en plus de la déformation à chaud, ces zones déformées subissent aussi un cycle thermique différent lors du refroidissement car les conditions de contact entre outils et pièce sont différentes pour les zones déformées en trois dimensions et pour les zones restées plates. Face à la complexité du problème, on choisit de laisser de côté ces effets de déformation de l'austénite.

La deuxième étape porte sur l'évaluation des propriétés mécaniques des joints soudés, en lien avec la microstructure de la zone fondue.

- On s'appuie sur des essais mécaniques simples afin d'établir un modèle prédictif de lois de comportement en fonction de la composition chimique du matériau et du cycle thermique
- Des moyens spécifiques sont développés pour évaluer le risque de rupture d'un joint soudé hors du métal de base. On s'intéressera pour ce faire à la ténacité de la zone fondue. Des essais innovants sont employés.

1.6. Structure du manuscrit

Ce manuscrit est composé de cinq chapitres :

- Ce Chapitre 1 présente l'introduction de la thèse et le contexte industriel, il comporte des résultats d'études préliminaires, qui permettent de mieux comprendre l'origine du problème industriel et donner l'orientation de la recherche scientifique.
- Ensuite, le Chapitre 2 décrit la démarche et les méthodes expérimentales de la thèse, en particulier l'approche originale par matériaux modèles, développée pour caractériser les comportements métallurgique et mécanique du joint soudé.
- Le Chapitre 3 se focalise sur l'étude de la transformation métallurgique du joint soudé : la caractérisation et la quantification de l'effet de la composition chimique et du cycle thermique sur les transformations de phase, la détermination de la fraction volumique des constituants de la microstructure après refroidissement final, ainsi qu'une première évaluation de la résistance mécanique via la micro-dureté des joints soudés.
- Le Chapitre 4 est consacré à l'étude du comportement mécanique du joint soudé. Le comportement mécanique en lien avec la microstructure est évalué en vue d'établir un modèle constitutif pour les alliages représentatif des zones locales du joint soudé. Ses paramètres sont identifiés en fonction de la composition chimique et des conditions thermiques (vitesse de refroidissement). Pour cela, le travail s'appuie sur les essais mécaniques sur les matériaux modèles puis détermine les conditions de rupture d'un joint soudé en fonction des conditions de chargement et d'éventuels défauts géométriques.
- Les conclusions de la thése et les perspectives pour des travaux futurs sont présentés dans le Chapitre 5.

¹ Tailored Blanks catalogue. www.arcelormittal.com

² B. Rooks, 2001. Tailor-welded blanks bring multiple benefits to car design. Assembly Automation 21, 323-328

³ Duque Múnera D., Pinard F., Lacassin L., "Very and Ultra High Strength Steels based Tailored Welded Blanks: a step further towards crashworthiness improvement." Society of Automotive Engineers, 2006.

⁴ Pic A., Duque Múnera D., Pinard F., "Press Hardened Steel Based Tailor Welded Blanks: The Ultimate Tool for Crashworthiness Optimization." Interna-tional Auto Body Congress, 2006.

⁵ S-in Motion brochure. www.arcelormittal.com

⁶ M. Courtois et al, 2013. A two-dimensional axially-symmetric model of keyhole and melt pool dynamics during spot laser welding. Revue de métallurgie 110, pp. 165-173

⁷ Norme SEL100, Laserstrahlgeschweißte Tailored Blanks aus Stahlfeinblech Technische Lieferbedingungen

⁸ H. Karbasian et al, 2010. A review on hot stamping. Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 2103–2118

⁹ Stefan Wischmann and Franz-Josef Lenze, 2014. Laser technologies in the hot stamping process chain. Industrial laser solutions for manufacturing, Jan 2014

¹⁰ magna.com

¹¹ P.F. Bariani, 2008. Testing formability in the hot stamping of HSS. CIRP Annals - Manufacturing Technology 57 (2008) 265–268

¹² B.M. Kapadia, Hardenability concepts with application to steel, A.I.M.E., Warrendale, USA, 1978, 448.

¹³ J. E. Morral, J.B. Cameron, Boron hardenability mechanisms, the Metallurgical. Society of the A.I.M.E., 1980.

¹⁴ B. Kapadia, Prediction of the boron hardenability effect in steel- A comprehensive review, Hardenability concepts with applications to steel, Con. Proc. Chicago, 24 – 26 Oct. 1977, 448 – 482

¹⁵ Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, J.R. Vernis, Microstructure and hardenability of low–alloy boron containing steels, Hardenability concepts with applications to steel, Con. Proc. Chicago, 24 – 26 Oct. 1977, 421 – 447.

¹⁶ S. Chongzhe, The influences of austenizing temperature on the hardenability of boron steel, IGHTM.

¹⁷ R. A. Grange and J. B. Mitchell, Trans.ASM, 53, 1961, 157.

¹⁸ Garcia Aranda, L., Chastel, Y., Fernandez Pascual, J., Dal Negro, T., 2002. Experiments and simulation of hot stamping of quenchable steels. Advanced Technology of Plasticity 2, 1135–1140.

¹⁹ R. Grigorieva et al, 2011. Phase transformations in the AI-Si coating during the austenitization step. Solid State Phenomena Vols. 172-174 (2011) pp 784-790
²⁰ C. Allély et al, 2014. Anticorrosion mechanisms of aluminized steel for hot stamping. Surface & Coatings Technology 238 (2014) 188–196

²¹ L. Cretteur et al, 2009. Development of a laser decoating process for fully functional Al-Si coated press hardened steel laserwelded blank solutions. Proceedings of the Fifth International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing 2009 Munich, June 2009

²² R. Vierstraete et al, 2010. Laser Ablation: A new process for ultimate hardened steel laser welded blank solutions: Usibor®1500P /Ductibor®500P. Industrial laser solutions for manufacturing, March – April 2010

²³ Development of a laser decoating process for fully functional AI-Si coated press hardened steel laserwelded blank solutions L. Cretteur¹, A. Pic², R. Vierstraete³, Y. Yin⁴, W. Ehling⁵

²⁴ Brevet WO2007118939 : Procédé de fabrication d'une pièce soudée à très hautes caractéristiques mécaniques à partir d'une tôle laminée et revêtue.

²⁵ W. Ehling, L. Cretteur, A. Pic, R. Vierstraete, and Q. Yin, "Development of a laser decoating process for fully functional AI-Si coated press hardened steel laser welded blank solutions," in Proceedings of 5th International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, Germany (ATFachverlagG GmbH, Stuttgart, Germany, 2009), pp. 409–413

²⁶ Pic, A.; Cretteur, L.; Schmit, F. et al.: Innovative Hot-Stamped Laser-Welded Blank Solutions for Weight Savings and Improved Crashworthiness. Sheet Metal Welding Conference XIII, May 14-16, 2008, Livonia, United States

²⁷ P.G. Sanders, J.S. Keske, K.H. Leong, and G. Kornecki. High power Nd:YAG and CO2 laser welding of magnesium. Journal of Laser Applications, 11(2):96–103, 1999.

²⁸ K.H. Leong, P.G. Sanders, J.S. Keske, and G. Kornecki. Laser beam welding of AZ31BH24 alloy. ICALEO 98: Laser Material processing conference, Orlando, FL, pages 28–36,16-19 November 1998.

²⁹ M. Pastor, H. Zhao, and T. DebRoy. Continuous wave Nd:YAG laser welding of AM60B magnesium alloy. Journal of laser apllications, 12(3):91–100, 2000.

³⁰ M. Marya and G.R. Edwards. The laser welding of magnesium alloy AZ91. Weld. world, 44(2):31– 37, 2000.

³¹ M. Courtois, 2013. A two-dimensional axially-symmetric model of keyhole and melt pool dynamics during spot laser welding, Revue de Métallurgie 110, 165–173 (2013)

³² W. Sudnik, D. Radal, S. Breitschwerdt, W. Erofeew, Numerical simulation of weld pool geometry in laser beam welding, J. Appl. D Appl. Phys. 33 (2000) 662–671.

³³ T.R. Anthony, H.E. Cline, Surface rippling induced by surface tension gradients during laser surface melting and alloying, J. Appl. Phys. 48 (1977) 3888–3894.

³⁴ Shanping Lu et al, 2004. Marangoni convection and weld shape variations in Ar–O2 and Ar–CO2 shielded GTA welding. Materials Science and Engineering: A Volume 380, Issues 1–2, 25 August 2004, Pages 290–297

³⁵ E.H. Amara, R. Fabbro, L. Achab, F. Hamadi, N. Mebani, Modeling frictions on keyhole walls during vapor flow in laser welding, in: Proceedings I CALEO'2004, LIA Orlando, FL, 2004, pp. 50–55.

³⁶ (réf. : Formation et solidification de la zone fondue en soudage par point : influence des paramètres de soudage, MATERIAUX 2010 – 18-22 octobre 2010 – Nantes, France, F. Krajcarz et al.)

³⁷ Norme SEL100, Laserstrahlgeschweißte Tailored Blanks aus Stahlfeinblech Technische Lieferbedingungen

2. Techniques expérimentales

2.1. I	ntroduction	32
2.2. F	Préparation des matériaux de base	33
2.2.1.	Matériaux à étudier	33
2.2.2.	Choix des compositions chimiques	33
2.2.3.	Elaboration des matériaux	
2.2.4.	Représentativité des matériaux par rapport aux joints soudés	40
2.3.	Traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud	41
2.3.1.	Choix des cycles thermiques	41
2.3.2.	Traitement thermique par simulateur thermomécanique	
2.3.3.	Traitement thermique des coulées synthétiques par trempe à l'huile	
2.3.4.	Traitement thermique par dilatomètre	
2.3.5.	Représentativité des matériaux élaborés par rapport aux joints soudés	
2.4. (Caractérisation microstructurale	49
2.4.1.	Observation de la microstructure	
2.4.2.	Identification des phases par diffraction des électrons rétrodiffusés	
2.4.3.	Mesure de la composition chimique avec la microsonde de Castaing	
2.5. (Caractérisation mécanique des matériaux synthétiques	49
2.5.1.	Microdureté	
2.5.2.	Essais mécaniques sur les matériaux synthétiques	50
2.6. E	Etude des propriétés mécaniques d'assemblages soudés réels	54
2.6.1.	Objectif de l'étude	
2.6.2.	Préparation des matériaux de base	
2.6.3.	Création de défauts géométriques sur les joints soudés	55
2.6.4.	Traitement thermique	57
2.6.5.	Essais de traction uni-axiale quasi-statique	57
2.7. (Conclusions	58

2.1. Introduction

La microstructure et le comportement mécanique intrinsèque des joints soudés des aciers dédiés à l'emboutissage à chaud sont déterminés par deux facteurs principaux intervenant durant leur procédé de fabrication :

Le premier facteur est la composition chimique qui est le résultat du mélange des deux aciers de base et un éventuel fil d'apport lors du soudage par laser ;

Le deuxième facteur repose sur les traitements thermiques, qui génèrent la microstructure finale. Le joint soudé subit deux cycles de traitements thermiques : pendant le soudage par laser la zone fondue est solidifiée à une vitesse de refroidissement très rapide pour former un joint soudé. L'emboutissage à chaud consiste en l'austénitisation complète du joint soudé dans un four, suivie par un refroidissement à environ 30°C/s – 100°C/s par les outils d'emboutissage. Cette trempe peut être accompagnée par une déformation mécanique, selon la localisation du joint dans la pièce mise en forme. Cette condition industrielle donne deux incertitudes à la transformation microstructurale : le comportement de la transformation pourrait varier avec le taux de déformation local de l'austénite mère ; et la vitesse de refroidissement pourrait varier avec la déformation via la qualité de contact de la pièce avec l'outil.

L'objectif de cette partie de l'étude est de décrire les méthodes instrumentées permettant de produire des matériaux représentatifs des joints soudés réels après l'emboutissage à chaud. Pour simplifier l'étude, on ne considérera que, des assemblages à plat c'est-à-dire trempés sans déformation par les outils.

L'approche consiste à d'abord définir les compositions chimiques représentatives des joints soudés ou de certaines zones locales dans les joints soudés qui présentent une gamme de microstructures, car l'hétérogénéité chimique amène surtout à une hétérogénéité de comportement métallurgique; on décrit ensuite l'élaboration des matériaux à compositions chimiques désirées ; on applique enfin aux les matériaux ainsi élaborés un traitement thermique correspondant au cycle thermique de l'emboutissage à chaud.

Afin d'être validée, cette méthode nécessite une caractérisation métallurgique très précise des zones locales des joints réels, afin d'obtenir sur matériaux synthétiques une microstructure représentative de celle du joint soudé. Plusieurs critères sont définis afin d'évaluer cette représentativité en comparant les différentes microstructures obtenues à la microstructure du joint soudé réel, en tenant compte de considérations métallurgiques telles que la taille et l'isotropie des grains, en plus des mesures de dureté et de résistance mécanique. Le comportement du joint soudé est reconstruit à partir des données obtenues par la caractérisation de ces coulées synthétiques.

Les méthodes de caractérisations métallographiques et mécaniques sont également présentées dans ce chapitre.

2.2. Préparation des matériaux de base

2.2.1. Matériaux à étudier

Dans cette étude, les joints soudés sont classés en deux catégories par la composition chimique des aciers de base assemblés :

- les joints soudés de l'assemblage hétérogène en 22MnB5 et 6Mn6 avec une faible addition d'aluminium;
- les joints soudés de l'assemblage homogène en 22MnB5 avec ou sans éléments d'addition tels que l'aluminium et le carbone via un fil d'apport.

Dans l'ensemble de l'étude, le pourcentage chimique des éléments est décrit en masse (les % sont à lire comme masse%).

2.2.2. Choix des compositions chimiques

2.2.2.1 Choix des compositions chimiques des joints soudés en 22MnB5 et 6Mn6

Les joints soudés de l'assemblage hétérogène en aciers 22MnB5 et 6Mn6 peuvent être de combinaisons d'épaisseurs différentes, sans métal d'apport. Après le soudage, la composition chimique moyenne du joint soudé dépend ainsi des contributions volumiques respectives des deux aciers.

Le joint soudé lui-même peut comporter des zones de compositions chimiques différentes, dictées par la répartition locale de la matière issue des deux métaux de base. Le joint soudé peut donc être considéré comme un assemblage multi-matériaux qui reste à caractériser. Cet effet de l'hétérogénéité chimique induit par le soudage au laser a été étudié dans la littérature. (cf. Chapitre 1.2.2.) Mais la transformation microstructurale et le comportement mécanique de chaque zone à composition chimique différente reste encore inconnus.

Il est observé que les joints soudés des pièces industrielles peuvent contenir environ 0,2% à 0,3% d'aluminium, venant de la couche intermétallique du revêtement laissée intentionnellement lors de l'ablation. (cf. Chapitre 1.1.4.4)

Il est également constaté que la contamination en aluminium en solution solide dans le joint soudé, si la teneur est faible (inférieure à 0,7%) a peu d'effet sur les propriétés mécaniques d'usage de l'assemblage après un cycle thermique typique de l'emboutissage à chaud. Dans la gamme d'épaisseurs envisagée pour l'automobile, lors d'un essai de traction uni-axiale quasi-statique ou dynamique, la rupture a toujours lieu dans le métal de base 6Mn6. Le joint soudé s'avère plus résistant que le métal de base 6Mn6.

La mesure de micro-dureté des pièces industrielles en 22MnB5 et 6Mn6 montre souvent la présence d'un palier de dureté dans le joint soudé. Il apparait que malgré le mélange hétérogène, le joint soudé aurait un comportement mécanique relativement homogène après le traitement thermique.

L'étude se focalise donc sur le comportement métallurgique et les propriétés mécaniques des matériaux en fonction du mélange entre le 22MnB5 et le 6Mn6, avec ajout d'une faible teneur en aluminium dans les différentes conditions de traitement thermique. On choisit donc de ne pas étudier l'effet de la teneur en aluminium dans ces assemblages hétérogènes en 22MnB5 et 6Mn6. La teneur en aluminium est fixée à la valeur typique de 0,3%. La variation éventuelle de teneur d'aluminium, étant donné son effet faible sur le comportement mécanique de ce type d'assemblage, n'est pas prise en compte.

Il est choisi d'élaborer seulement quatre matériaux de synthèse, issus du mélange entre 22MnB5, 6Mn6 avec 0,3% d'aluminium. Les matériaux, appelés ici A80B20, A60B40, A40B60 et A20B80 contiennent respectivement 20%, 40%, 60% et 80% en masse de 6Mn6 et le reste en 22MnB5 (Figure 2-1). Ces quatre matériaux permettent de couvrir l'ensemble des combinaisons d'épaisseur industrielles entre le 22MnB5 et le 6Mn6, et de représenter quasiment la totalité des zones fondues de ces joints.

En se basant sur la caractérisation de ces matériaux de synthèse, cette partie de l'étude a donc pour but de comprendre l'origine de cette relative constance de propriétés, et de construire des lois constitutives applicables pour tous les taux de mélange pour prédire les comportements métallurgique et mécanique. Par conséquent, on espère que le joint soudé peut être reconstruit avec cette vue d'ensemble de toute la gamme de composition chimique entre le 22MnB5 et le 6Mn6, qui présente un gradient de teneur chimique entre les matériaux, notamment en carbone (0,22% dans le 22MnB5, 0,06% dans le 6Mn6) et en manganèse (1,2% dans le 22MnB5, 1,8% dans le 6Mn6).

Dans cette étude, on évalue aussi, au passage, la faisabilité de décrire le joint soudé par une unique représentation paramétrique de microstructure et de caractéristiques mécaniques, ce qui permettrait de prédire le comportement d'un joint quelles que soient les épaisseurs relatives de 22MnB5 et de 6Mn6.



Figure 2-1 : Les taux de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6 pour les quatre matériaux à étudier

2.2.2.2 Choix des compositions chimiques des joints soudés en 22MnB5 et 22MnB5

Pour les joints soudés de l'assemblage homogène en 22MnB5, la composition chimique du joint soudé est presque identique à celle du métal de base. La contamination par l'aluminium venant du revêtement, même en faible teneur, peut avoir un effet significatif sur le comportement mécanique du joint soudé après le traitement thermique, en abaissant sa résistance mécanique au-dessous de celle du métal de base. (cf. Chapitre 1.1.4.2)

La solution proposée pour compenser l'effet indésirable de l'aluminium est d'apporter des éléments trempants au bain fondu lors du soudage, par un fil d'apport, en vue d'assurer la résistance mécanique du joint soudé après le traitement thermique.

Plusieurs éléments ont été considérés tels que le carbone, le manganèse, le nickel et le chrome. L'ajout du ou des éléments trempants doit pouvoir compenser l'effet de l'aluminium à la fois sur la température de fin d'austénitisation et sur la vitesse critique de trempe martensitique. En plus, il est désirable d'augmenter légèrement la dureté du joint soudé par

rapport à celle du métal de base afin d'obtenir un effet protecteur lors d'une sollicitation mécanique. En même temps, le besoin industriel veut que le fil riche en élément choisi soit facile à se procurer sur le marché à un coût raisonnable. (cf. Chapitre 1.2.5)

L'élément d'addition choisi ici est le carbone, qui permet *a priori* de répondre à ces exigences. Cependant, il peut mener au risque de fragilité à haute teneur. Ce risque est évalué dans la présente thèse par une caractérisation mécanique des joints soudés à basse température et à défauts géométriques artificiels, pour induire des concentrations de contraintes représentatives de celle potentiellement rencontrées en service.

Il est constaté que lorsque la quantité d'aluminium (au moins jusqu'à 0,7%) et/ou de carbone (au moins jusqu'à 0,4%) est faible et que le procédé du soudage par laser avec fil d'apport est bien maîtrisé, la distribution de ces deux éléments dans le joint soudé est quasiment uniforme. Le joint soudé peut alors être considéré comme un matériau homogène.

On s'intéresse donc ici à la compréhension de l'influence des teneurs en aluminium et en carbone sur le comportement métallurgique, les propriétés mécaniques et le risque de fragilité des matériaux à base de 22MnB5.



Onze matériaux à base de 22MnB5 avec ajout d'aluminium et/ou de carbone ont été choisis.

Figure 2-2 : La composition chimique de cible des onze matériaux à base de 22MnB5 à étudier

Les onze chimies cibles doivent former un nuage de points couvrant un domaine des matériaux à base de 22MnB5 chargé jusqu'à 0,7 masse% d'aluminium et 0,35 masse% de carbone, et peuvent être classés en trois catégories (Figure 2-2) :

La première catégorie comprend les coulées à base de 22MnB5 avec uniquement la modification de teneur en carbone. Bien que dans les pièces industrielles, on trouve toujours de l'aluminium au joint soudé, cette catégorie de matériaux nous permet d'étudier l'effet du carbone seul sur les comportements métallurgiques et les propriétés mécaniques résultantes. La teneur maximum en carbone est fixée à 0,35%, seuil de risque de fragilité selon des études antérieures de soudabilité.

La seconde catégorie comprend les coulées à base de 22MnB5 avec uniquement la modification de teneur en aluminium, permettant d'isoler l'effet de l'aluminium. Il est observé sur les pièces industrielles que la teneur en aluminium dans les joints soudés est dans la plupart de cas aux alentours de 0,20 à 0,30%, et peut montrer à 0,70% en cas d'incident de production. La teneur maximum en aluminium est donc fixée à 0,70%.

La dernière catégorie inclut les coulées avec à la fois la modification de la teneur en carbone et la modification de la teneur en aluminium. L'objectif est d'étudier l'interaction entre ces deux éléments vis-à-vis du comportement métallurgique et mécanique de cette famille d'aciers.

2.2.3. Elaboration des matériaux

2.2.3.1 Contrainte de préparation par soudage

La méthode naturelle pour préparer les matériaux d'étude est le soudage par laser des deux aciers 22MnB5 et 6Mn6 à épaisseurs différentes pour les chimies à taux de mélange variable, et de l'acier 22MnB5 avec/sans une certaine quantité de revêtement et/ou un fil d'apport introduisant l'ajout de carbone pour les chimies à base de 22MnB5 avec aluminium.

Cependant, cette méthode présente trois difficultés, sur l'élaboration des matériaux, le traitement thermique, et la fabrication des éprouvettes pour les caractérisations mécaniques:

- Le joint soudé par laser de l'assemblage hétérogène en 22MnB5 et 6Mn6 est potentiellement un matériau de forte hétérogénéité chimique et métallurgique. Il est difficile d'obtenir par soudage laser un matériau de la composition chimique désirée moyennant celle de deux aciers de base, de façon homogène.
- Les joints soudés peuvent contenir des défauts géométriques ou un saut d'épaisseur si les aciers de base sont d'épaisseurs hétérogènes. La non-planéité de surface peut rendre inefficace le traitement thermique par les outils de presse en raison de conditions de contact mal contrôlées, et difficile pour les simulateurs thermiques au chauffage par effet joule en raison de changement de section.
- Les caractérisations mécaniques du joint soudé nécessitent de pouvoir solliciter indépendamment le joint soudé sans être influencé par le métal de base. Mais la faible largeur de la zone soudée, environ 1 mm, rend difficile l'usinage d'éprouvettes dans le joint réel et limite potentiellement les résultats accessibles.

Les études métallurgiques et mécaniques ont besoin d'une solution permettant de réaliser des matériaux de composition chimique homogène dans un volume suffisant pour l'usinage des éprouvettes de caractérisation.

2.2.3.2 Elaboration par coulées synthétiques

La méthode adoptée pour la thèse est l'élaboration des coulées synthétiques, qui consiste à élaborer le matériau par le mélange des éléments à l'état liquide dans un four dédié.

Le four (Figure 2-3) continent un système de double creuset (Figure 2-4). Un petit creuset est entouré par un autre plus grand. Les deux creusets sont séparés par une couche d'alumine qui assure l'isolation thermique. Le métal de base massif est placé dans le petit creuset avant l'élaboration. Il est chauffé par induction jusqu'à une température légèrement

supérieure au liquidus du métal. La composition chimique du métal fondu peut être modifiée par l'introduction d'éléments d'addition afin d'obtenir la chimie désirée.

Lors de l'élaboration, le bain fondu est agité par brassage électromagnétique. L'intérieur du four est rempli par de l'hélium pur qui protège le bain fondu contre l'oxydation. La pression du gaz de protection est légèrement supérieure à celle de l'atmosphère.

Le diamètre intérieur du petit creuset fait environ 55mm. La masse maximale de matière qui peut être élaborée dans le creuset est d'environ 1 kg.



Figure 2-3 : Installation de l'équipement d'élaboration des coulées synthétiques



Figure 2-4 : Schéma en coupe de l'intérieur du four d'élaboration de coulées synthétiques

Une fois que le bain de fusion que contient le creuset est suffisamment mélangé, on introduit par le haut du four une canne de silice creuse dans le bain fondu. Par l'écart de pression atmosphérique entre l'intérieur et l'extérieur du four, le métal liquide monte dans la canne. Ensuite, il solidifie après stabilisation du niveau et retrait de la canne du four pour former un échantillon métallique en forme de crayon. La dimension de l'échantillon est ainsi définie par la géométrie de la canne. Dans la présente étude, nous utilisons des cannes de diamètre intérieur de 5mm et de longueur 200mm (Figure 2-5). 5 à 7 échantillons sont prélevés pour chaque composition chimique.



Figure 2-5 : Un échantillon en forme de crayon issu de l'élaboration de coulées synthétiques

Les quatre compositions chimiques correspondant aux différents taux de mélange de 22MnB5 et 6Mn6 sont élaborées par le mélange des deux métaux de base. Chaque chimie est réalisée par une coulée distincte.

Les onze compositions chimiques correspondant au 22MnB5 avec l'ajout d'aluminium et/ou de carbone sont élaborées par l'ajout de poudres d'aluminium et/ou de carbone dans le bain de fusion de 22MnB5 en tant que métal de base. Plusieurs matériaux de synthèse sont élaborés en une seule coulée dans le cas où la chimie du matériau successeur peut être obtenue par ajout d'éléments dans la chimie du matériau qui le procède : une coulée pour

les chimies avec l'ajout d'aluminium seul, une coulée pour les chimies avec l'ajout de carbone seul et sans autre ajout d'éléments, une dernière coulée pour les chimies avec l'ajout de carbone et aluminium.

Après le prélèvement de tous les échantillons par aspiration et l'extinction du four, la matière résiduelle dans le creuset solidifie dans l'air et forme un lingotin de diamètre 55 mm (Figure 2-6a). La taille de grains dans le lingotin est d'environ 200 µm (Figure 2-6b).



Figure 2-6 : Un lingotin obtenu dans le creuset après l'élaboration de coulées synthétiques (a) vue générale (b) surface supérieure montrant la taille de grains

Après le prélèvement de 5 à 7 échantillons avant extinction du four, le lingotin présente une épaisseur faible (environ 20mm). Les éprouvettes de caractérisation mécanique sont donc prélevées dans les échantillons « crayon ».

2.2.3.3 Défauts observés dans certaines coulées synthétiques

Des fissurations et porosités ont été observées à l'intérieur des échantillons « crayon » prélevés à base de 22MnB5 contenant de hautes teneurs de carbone (supérieure ou égale à 0,30%). Dans le cas extrême, des échantillons creux, voire des « tubes » (Figure 2-7) sont obtenus pour les plus hautes teneurs en carbone (supérieures ou égales à 0,35%).



Figure 2-7 : Extrémité d'un échantillon « crayon » à 0,35 masse% de carbone montrant le manque de matière au milieu

Des défauts locaux tels que des retassures contenant des dendrites peuvent être observés sur les faciès de rupture prématurée de certains échantillons (cf. Chapitre 4.4).

Ces défauts ne sont pas observés dans tous les échantillons à haute teneur en carbone dédiés aux essais mécaniques, mais peuvent entrainer une rupture prématurée des éprouvettes. Par conséquent, une forte proportion d'essais mécaniques n'a pas donné de résultats valides sur les compositions à haute teneur en carbone.

Avant les essais mécaniques, une analyse par radiographie X a été effectuée sur les échantillons crayons dans le but de détecter les retassures et porosités, mais cela n'a pas donné de résultats satisfaisants en raison de la résolution insuffisante de l'appareil (la précision de mesure est d'environ 0,5mm).

2.2.4. Représentativité des matériaux par rapport aux joints soudés

Comme décrit dans le premier chapitre, le joint soudé est un matériau issu du mélange principalement entre les deux métaux de base, et éventuellement des éléments additionnels introduits via le fil d'apport ou entrainés par le bain de fusion. Le cycle thermique subi par le matériau lors du soudage consiste en trois étapes :

- Un chauffage très rapide par le faisceau laser au-delà du liquidus de l'acier, jusqu'à environ 2500°C³⁸ ;
- Le bain de fusion reste liquide pendant environ 2 secondes après le passage du capillaire de vapeur ;
- Le bain de fusion est solidifié et refroidi à une vitesse de l'ordre de 1000°C/s.

A l'état brut de solidification, de manière générale, la zone fondue du joint soudé présente des grains fins d'environ 10µm (Figure 2-8a) et une microstructure riche en martensite ou bainite selon sa composition chimique.

Les matériaux destinés ici aux études métallurgiques sont les échantillons cylindriques issus de l'élaboration des coulées synthétiques. Comme illustré par les précédents sous-chapitres, le cycle thermique de cette méthode est assez différent au celui du soudage par laser. Il consiste en trois étapes :

- Un chauffage rapide par induction légèrement au-delà du liquidus de l'acier, aux alentours de 1500°C ;
- Le bain de fusion reste liquide pendant quelques minutes ;
- Le bain de fusion est solidifié et refroidi dans la canne en silice, à une vitesse de l'ordre de 10°C/s.

Le refroidissement des échantillons est nettement moins rapide que celui des joints soudés. Par conséquent, à l'état brut de solidification, la taille de grains est plus importante. Elle peut montrer jusqu'à 100µm (Figure 2-10b). Les joints des anciens grains austénitiques sont essentiellement parallèles au gradient de température. De même la microstructure est moins riche en martensite et/ou en bainite que pour le joint soudé.



Figure 2-8 : (a): Observation par MEB d'un joint soudé à base de 22MnB5 présentant une microstructure majoritairement martensitique et à grains fins; (b): Observation optique d'un échantillon élaboré à base de 22MnB5 présentant une microstructure ferrito-bainito-martensitique et à taille de grains austénitiques plus élevée

Visiblement, la microstructure des échantillons élaborés s'éloigne de celle des vrais joints soudés à l'état brut de solidification, qui démontre un manque vraisemblable de représentativité microstructurale à ce stade de leur élaboration. Cependant, selon les observations métallographiques, il paraît possible que l'histoire de solidification du matériau, qui gouverne la formation de la microstructure à ce stade, soit au moins partiellement « oubliée » par le traitement thermique pendant l'emboutissage à chaud qui consiste en une ré-austénitisation complète et une décomposition de l'austénite à une vitesse de refroidissement représentative des conditions d'emboutissage à chaud. Par conséquent, la microstructure du matériau final pourrait ne dépendre quasiment que de la composition chimique et du cycle thermique d'emboutissage à chaud. Cela reste à vérifier. Ce sujet est étudié au Chapitre 3.

2.3. Traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud

2.3.1. Choix des cycles thermiques

2.3.1.1 Conditions du cycle thermique industriel

Comme décrit dans le chapitre précédent, dans les conditions industrielles, le cycle thermique appliqué sur la pièce pendant l'emboutissage à chaud consiste en quatre étapes principales :

- le chauffage : la température de la pièce monte de l'ambiante jusqu'à environ 930°C avec une vitesse en moyenne d'environ 10°C/s. Cette vitesse dépend notamment de la capacité du four et de l'épaisseur de la pièce, introduite dans le four chaud.
- le maintien de la température : la température de la pièce est maintenue à 930°C pendant 5 à 10 minutes. Une durée plus longue est nécessaire pour l'austénitisation complète des pièces épaisses et le développement de l'alliage du revêtement sur ces pièces épaisses. Les épaisseurs typiques des pièces sont entre 0,8 mm et 2,5 mm.
- le transfert : la pièce est transférée du four à la presse. Le temps de transfert entre la sortie du four et le début de l'emboutissage sous outils est en général de l'ordre de 5

secondes. La température de la pièce peut s'abaisser jusqu'à environ 750°C en fonction du procédé de transfert. Le matériau reste encore austénitique avant l'emboutissage.

 le refroidissement : la pièce est refroidie par les outils d'emboutissage jusqu'à la température ambiante avec une vitesse de refroidissement moyenne entre 30°C/s et 100°C/s selon les conditions locales de contact avec les outils tout au long de la déformation à chaud.

Néanmoins, dans le cas d'un mauvais contact entre l'outil et le joint soudé, il est possible que la vitesse de refroidissement soit localement inférieure à 30°C/s. Cette vitesse n'est pas toujours constante pendant l'emboutissage à chaud. Elle dépend notamment du contact et de l'échange thermique entre l'outil et le joint soudé.

Le refroidissement peut être accompagné par la mise en forme de la pièce. La déformation de l'austénite survenant lors du refroidissement peut entraîner un changement du comportement en transformation de phases. Pour les vitesses de refroidissement entre 20°C/s et 50°C/s, les températures de début et de fin de transformation martensitique sont comparables entre les cas de l'austénite déformée et de l'austénite non déformée. Dans le cas sans déformation de l'austénite, une vitesse de refroidissement plus élevée amène à des températures plus élevées de transformation martensitique. (Figure 2-9)

La déformation de l'austénite augmente aussi la vitesse critique de trempe martensitique. 1% de déformation plastique de la pièce peut générer 1°C/s d'augmentation de la vitesse critique de trempe martensitique dans la gamme de vitesse entre 15°C/s et 60°C/s³⁹.



Figure 2-9 : Température de début (M_s) et de fin (M_f) de transformation martensitique du 22MnB5 en fonction de la vitesse de refroidissement (a) sans déformation de l'austénite (b) avec déformation de l'austénite (DRX : recristallisation dynamique)³⁹

2.3.1.2 Simplification des paramètres du traitement thermique

Afin de limiter l'étude aux paramètres a priori les plus importants, les simplifications suivantes sont effectuées sur chaque étape du cycle thermique appliqué aux coulées synthétiques (Figure 2-10) :

- le chauffage : la température de la pièce monte lentement de l'ambiante jusqu'à environ 930°C avec une vitesse constante de 10°C/s.
- le maintien en température : le chauffage est effectué ici par effet Joule sur les échantillons cylindriques. La température de l'échantillon est maintenue à 930°C pendant 5 minutes.
- le transfert : nous ne tenons pas compte du temps de transfert et de la perte de température correspondante.
- le refroidissement : l'échantillon est refroidi de 930°C à la température ambiante avec une vitesse constante sans déformation de l'austénite.

Plusieurs vitesses de refroidissement entre 20°C/s et 100°C/s sont employées dans l'étude :

- des vitesses autour de 27°C/s qui est la vitesse critique de trempe martensitique du 22MnB5 (austénite non déformée);
- la vitesse proche du maximum atteignable par l'emboutissage à chaud : 100°C/s.

Ces mesures de simplification nous permettent de focaliser l'étude sur la transformation de phases et le comportement mécanique des matériaux résultants en fonction de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement, cette dernière étant le paramètre le plus variable et le plus difficile à maîtriser pendant l'emboutissage à chaud.



Figure 2-10 : Schéma des cycles thermiques choisis dans l'étude pour simuler l'emboutissage à chaud

Les échantillons sont traités thermiquement selon trois méthodes :

 traitement thermique par un simulateur thermomécanique Gleeble 1500 pour obtenir les quatre premières vitesses de refroidissement inférieures à 50°C/s. Les échantillons traités sont utilisés pour l'usinage de certaines éprouvettes d'essais mécaniques et les observations métallographiques

- chauffage au four puis trempe à l'huile pour obtenir une vitesse de refroidissement rapide, de 100°C/s pour l'usinage de certaines éprouvettes d'essais mécaniques et les observations métallographiques
- traitement thermique sur un dilatomètre de trempe pour étudier la transformation de phases au chauffage et en refroidissement continu en vue d'établir des courbes TRC en fonction de la composition chimique.

2.3.2. Traitement thermique par simulateur thermomécanique

Les traitements thermiques instrumentés sont effectués à l'aide d'une machine simulateur thermomécanique Gleeble 1500 (Figure 2-11). Cette machine d'essai servo-hydraulique permet de piloter la charge ou le déplacement des éprouvettes chauffées par effet Joule. Cela nous permet de reproduire des cycles thermiques définis.

Les ébauches utilisées pour réaliser cette campagne d'essais ont été prélevées directement par découpe de tronçons d'échantillons cylindriques de coulées synthétiques. Ces ébauches ont donc une section circulaire de 5 mm de diamètre.



Figure 2-11 : Montage de l'éprouvette sur la machine Gleeble⁴⁰

L'éprouvette est tenue entre deux mors de fixation en alliage de cuivre. Un courant de chauffage par effet Joule passe des mors à l'éprouvette. La distance entre les deux mors est fixée à 20 mm. Pendant l'ensemble du cycle thermique, l'éprouvette est traitée sous vide primaire, en permettant de limiter l'oxydation et la décarburation, et à charge imposée nulle pour compenser les effets de dilation thermique.

Le cycle thermique est contrôlé à l'aide d'un thermocouple Chromel-Alumel qui donne un signal de retour à l'unité de pilotage Eurotherm. La longueur de la zone en température « homogène », d'après de précédentes études, est estimée à environ un tiers de la distance entre mors⁴¹.

Le refroidissement des éprouvettes est obtenu par la conduction thermique via les mors. Ces mors ne sont munis d'aucun dispositif de refroidissement mais leur température n'excède guère 100°C. La vitesse de refroidissement maximum peut être obtenue par extinction du chauffage. Dans ce cas, la zone à température contrôlée passe de 700°C à 300°C en environ 8 secondes. (vitesse moyenne de refroidissement d'environ 50°C/s)

Les premiers essais de traitement thermique ont montré un retard de la température mesurée par le thermocouple par rapport à la température de consigne, et ainsi une diminution progressive de la vitesse de chauffage mesurée au cours de l'essai. Le nettoyage régulier des résidus d'oxydation sur les mors de cuivre permet de diminuer ces variations.

Afin d'obtenir les cycles thermiques désirés, un décalage balistique de la consigne est appliqué. Les vitesses de refroidissement réellement obtenues sont 21°C/s, 24°C/s, 27°C/s et 31°C/s.

2.3.3. Traitement thermique des coulées synthétiques par trempe à l'huile

Limitée par la capacité de conduction thermique des mors métalliques, la méthode de traitement thermique par le simulateur thermomécanique à disposition ne permettait pas d'atteindre une vitesse de refroidissement plus élevée que 50°C/s pour les éprouvettes d'acier en diamètre 5 mm. Il est nécessaire de trouver une solution instrumentée qui permet d'obtenir le cycle thermique avec une vitesse de refroidissement aux alentours de 100°C/s. Une solution développée est le chauffage par un four suivi par la trempe dans un fluide bien choisi.

Les éprouvettes utilisées pour réaliser cette campagne d'essais ont été prélevées directement par découpe des échantillons cylindriques de coulées synthétiques. Ces éprouvettes ont donc une section circulaire de 5 mm de diamètre et une longueur d'environ 30 mm. Pendant le traitement thermique, la température des éprouvettes est surveillée par l'intermédiaire d'un thermocouple soudé selon l'axe de l'éprouvette grâce à un trou de 5mm de profondeur percé à une extrémité.

Les éprouvettes sont d'abord chauffées dans un four à 930°C pendant 5 minutes. Ensuite, elles sont trempées dans un liquide agité en vue d'obtenir une vitesse de refroidissement à cœur de 100°C/s en moyenne entre 700°C et 300°C (4 secondes).

La trempe dans l'eau d'après ces mesures donne une vitesse de refroidissement de l'ordre de 300°C/s entre 700°C et 300°C. Cette vitesse est nettement supérieure à notre cible.

La vitesse de refroidissement dépend de la viscosité du liquide de trempe qui influence fortement le coefficient de transfert thermique.⁴² II a donc été décidé d'augmenter la viscosité du liquide par rapport à l'eau distillée afin de diminuer l'efficacité du transfert thermique et de réduire la vitesse de refroidissement.

Le liquide utilisé est un mélange entre une huile spécifique (*Castrol Aquatrempe 500T®*) à forte viscosité et de l'eau distillée. La viscosité du liquide est modifiable par le taux de dilution (Figure 2-12).



Figure 2-12 : Viscosité du liquide de mélange entre l'huile et l'eau à 40°C en fonction de la fraction volumique d'huile (1 cSt = 0,01 St = $10^{-6} m^2/s$, unité de la viscosité cinématique)⁴³

La solution de mélange est maintenue à environ 25°C. Différentes vitesses de refroidissement peuvent être obtenues en modifiant le taux de mélange entre l'huile et l'eau (Figure 2-13).

Le liquide adopté dans l'étude est donc le mélange d'un tiers d'huile et deux tiers d'eau distillée.



Figure 2-13 : Corrélation entre la proportion de l'eau dans le fluide de trempe, en pourcentage volumique et le temps de refroidissement entre 700°C et 300°C

2.3.4. Traitement thermique par dilatomètre

L'appareil utilisé est un dilatomètre DT1000 dit « de trempe ». Il est équipé d'un four à radiations permettant d'atteindre des vitesses de chauffage comprises entre 10^{-2°}C/s et environ 200°C/s et une température maximale avoisinant 1300°C. Les vitesses de refroidissement obtenues s'échelonnent de -200°C/s à -10^{-2°}C/s. Les vitesses les plus élevées sont obtenues par injection, dans l'enceinte, d'hélium refroidi à l'azote liquide. Le débit d'azote liquide est piloté par des électrovannes asservies. Cette configuration a été utilisée pour obtenir les vitesses de trempe visées dans le cadre de l'étude. Les essais ont été réalisés sous vide primaire.

La variation de longueur de l'échantillon est transmise à un extensomètre par l'intermédiaire d'un poussoir en silice. Les températures sont mesurées à l'aide d'un thermocouple soudé directement sur l'échantillon.

Les éprouvettes utilisées pour réaliser cette campagne d'essais ont été prélevées directement par découpe des échantillons cylindriques de coulées synthétiques, puis un usinage permettant de réduire le diamètre et de réaliser les deux extrémités coniques. Ces éprouvettes ont une section circulaire de 4 mm de diamètre et une longueur d'environ 20 mm.

Les cycles thermiques appliqués sur les coulées de synthèse sont en trois étapes :

 le chauffage : de la température ambiante jusqu'à 930°C avec une vitesse constante de 10°C/s.

- le maintien de la température à 930°C pendant 5 minutes.
- le refroidissement : l'échantillon est refroidi de 930°C à la température ambiante avec une vitesse constante.

Les vitesses de refroidissement employées sont

- 10°C/s, 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s et 35°C/s pour les coulées à base de 22MnB5 avec ajout de carbone et/ou d'aluminium. Les vitesses étudiées sont aux alentours de la vitesse critique de trempe martensitique de 22MnB5 (27°C/s). La vitesse lente de 10°C/s est aussi étudiée pour les chimies à forte teneur en carbone qui auraient éventuellement une faible vitesse critique de trempe martensitique.
- 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s, 35°C/s et 50°C/s pour les coulées de mélange de 22MnB5 et 6Mn6 avec ajout d'aluminium de 0,30 %. Les vitesses étudiées sont aux alentours de la vitesse critique de trempe martensitique du 22MnB5 (27°C/s). La vitesse rapide de 50°C/s est aussi étudiée pour les chimies à proportion élevée de 6Mn6 qui décalerait fortement les courbes de TRC vers les temps longs par rapport à celles du 22MnB5.

2.3.5. Représentativité des matériaux élaborés par rapport aux joints soudés

Après le traitement thermique, on a vérifié que la microstructure de l'échantillon élaboré était quasiment identique à la microstructure du joint soudé si la composition chimique et le cycle thermique appliqué sont les mêmes. Pour le matériau à base de 22MnB5, après le traitement thermique consistant en un chauffage à 930°C, un maintien à 930°C pendant 5 minutes puis un refroidissement jusqu'à 300°C à 100°C/s, la microstructure est identique à celle d'un joint soudé en iso-matériau de 22MnB5 ayant subi le même cycle thermique du traitement via une trempe en liquide. La microstructure présente de fines lattes de martensite, dont la longueur est de l'ordre de 10µm. (Figure 2-14)



Figure 2-14 : Microstructure observée au MEB (a) d'un joint soudé à base de 22MnB5 ; et (b) d'un échantillon élaboré à base de 22MnB5 ayant subi un traitement thermique avec décomposition de l'austénite à 100°C/s

Les échantillons issus de l'élaboration en coulée synthétique ont donc été considérés comme représentatifs des joints soudés pour les études métallurgiques et mécaniques au moins lors du refroidissement final.

2.4. Caractérisation microstructurale

2.4.1. Observation de la microstructure

Les observations au microscope optique ou microscope électronique à balayage ont été réalisées sur des échantillons polis jusqu'à 1µm puis attaqués.

Les attaques chimiques utilisées sont l'attaque au Nital 2% pour révéler les phases ferritiques et martensitiques, et l'attaque Béchet-Beaujard pour visualiser les ségrégations de solidification. Les deux attaques peuvent être superposées (Béchet-Beaujard puis Nital).

2.4.2. Identification des phases par diffraction des électrons rétrodiffusés

La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD « Electron BackScatter Diffraction ») permet de caractériser la micro-texture d'un cristal dans un échantillon polycristallin. C'est une technique d'analyse de surface.

Les analyses EBSD ont été effectuées dans un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champ de type Schottky. La tension d'accélération est de 20 kV. L'échantillon est fixé sur un support incliné, dont la normale fait un angle de 70° avec le faisceau. Cette inclinaison permet de récupérer un maximum d'électrons rétrodiffusés. Le support est placé sur la platine du microscope face à un écran phosphorescent.

Cette méthode a été utilisée ici pour l'identification des phases dans les joints soudés.

2.4.3. Mesure de la composition chimique avec la microsonde de Castaing

Les mesures de compositions chimiques ont été réalisées par une microsonde de Castaing sur les joints soudés en 22MnB5 et/ou 6Mn6 avec ou sans mélange du revêtement.

Les mesures sont réalisées sous une tension de 20kV, une intensité de 30nA et un angle de collection de 40°.

Les éléments à mesurer sont l'aluminium, le silicium, le manganèse et le fer. Les teneurs massiques de l'aluminium et du silicium peuvent être très faibles (0,05% à 2%) et une précision de mesure élevée (à l'échelle de 0,05%) est nécessaire. Il n'est donc pas possible de quantifier par la mesure MEB/EDX.

Entant donnée la difficulté de mesure pour la quantification de la teneur du carbone, il a été décidé de quantifier la teneur de carbone par méthode inverse, via la dureté de la martensite en tenant compte des teneurs des autres éléments (Si, Mn, Al).

2.5. Caractérisation mécanique des matériaux synthétiques

2.5.1. Microdureté

Les mesures de dureté sur les joints soudés et les coulées synthétiques ont été réalisées avec un microduromètre semi-automatique Buehler Micromet 5114 et un logiciel de mesure OmniMet MHTSA.

Les mesures de microdureté sont réalisées sur des échantillons polis manuellement jusqu'à 1µm. La charge utilisée est 500g. La taille de l'empreinte est de l'ordre de 20µm à 50µm en diagonale. Le pas entre deux mesures de dureté est 0,1 mm.

Les mesures de microdureté permettent notamment de :

- Estimer la résistance mécanique du joint soudé et des coulées synthétiques, avant et après le traitement thermique. Nous ne réalisons pas d'essais mécaniques sur les échantillons avant le traitement thermique.
- Evaluer l'homogénéité de la résistance mécanique du joint soudé et des coulées synthétiques après le traitement thermique
- Rétro-calculer la teneur de carbone dans le matériau par mesure de dureté après la trempe martensitique. Il n'est pas possible de mesurer quantitativement et localement la teneur de carbone avec la microsonde de Castaing. Pour les faibles teneurs en jeu ici, la mesure de microdureté sur une coupe est ainsi une méthode simple et rapide pour détecter la teneur et la répartition du carbone dans le joint soudé ou les coulées synthétiques.

2.5.2. Essais mécaniques sur les matériaux synthétiques

Les objectifs de cette partie de l'étude sont d'établir les lois constitutives du comportement élastoplastique de cette famille d'aciers en fonction de la composition chimique et du cycle thermique appliqué, d'évaluer les risques de fragilité liés entre autres aux hautes teneurs en carbone, et de définir des critères de rupture adéquats. Pour cela, il est nécessaire de réaliser des essais sur des éprouvettes prélevées à partir des coulées synthétiques élaborées à différentes compositions chimiques et traitées par différents cycles thermiques.

Les essais mécaniques comprennent d'abord la conception géométrique des éprouvettes. Les éprouvettes sont usinées à partir des échantillons traités thermiquement. Il est raisonnable de supposer que l'acier 22MnB5, après le cycle thermique conventionnel de l'emboutissage à chaud, devient un matériau isotrope⁴⁴. Ici nous considérons que les échantillons de coulées synthétiques sont isotropes après le traitement thermique quelle que soit leur composition chimique. En fait, les échantillons ont déjà une symétrie de révolution avant le traitement thermique.

Nous optons donc pour des éprouvettes cylindriques. Les charges de traction s'appliquent sur l'axe des « crayons ». La longueur totale de l'éprouvette est fixée à 18mm dans le but d'économiser la matière. Le diamètre maximum de l'éprouvette est limité à 5mm par la géométrie des échantillons élaborés.

2.5.2.1 Essais de traction quasi-statique sur éprouvettes lisses

Pour les éprouvettes lisses, la longueur de la zone utile est fixée à 5mm pour les raisons suivantes :

- lors du traitement thermique des échantillons par Gleeble 1500, la distance entre les deux mors est fixée à 20 mm (Chapitre 2.2.2). Cela nous donne environ 7mm de longueur de traitement homogène et sûr.
- la limite de mesure de l'extensomètre disponible afin de pouvoir mesurer le déplacement longitudinal.

Cependant, il reste encore à vérifier l'homogénéité de la distribution de contrainte dans la zone en question. La vérification préliminaire de cette condition lors de la conception de la géométrie de l'éprouvette a été effectuée par F. Tankoua dans le cadre de sa thèse⁴⁵. Il a réalisé des simulations par éléments finis, à l'aide d'une loi de comportement élastoplastique d'un acier pour gazoducs. (Figure 2-15)



Figure 2-15 : Distribution de contrainte équivalente de Von Mises et de contrainte axiale au début de la déformation plastique. Le point A est le nœud utilisé pour le mesure de déplacement numérique⁴⁶

La géométrie de l'éprouvette lisse pour la traction quasi-statique uni-axiale est illustrée sur le dessin (Figure 2-16). 3 essais en température ambiante sont visés par condition. Les essais sont effectués sur une machine de traction MTS793.



Figure 2-16 : Géométrie choisie de l'éprouvette lisse de traction quasi-statique uni-axiale

Un problème technique rencontré lors des essais mécaniques est le glissement indésirable de l'extensomètre sur l'éprouvette qui fausse les résultats de déformation mesurée. La solution développée est la mesure par corrélation d'image via une caméra rapide, en suivant des taches marquées sur l'éprouvette aux extrémités de la zone utile, et de mesurer l'évolution de la distance entre deux voire plusieurs taches grâce à un logiciel de traitement d'image. (Figure 2-17)



Figure 2-17 : Une éprouvette de traction marquée avec des taches noires sur un fond de peinture blanche, vue par la caméra rapide durant un essai de traction, Images de gauche à droite : de l'amorçage de rupture jusqu'à la rupture totale

Afin de vérifier la fiabilité de la géométrie et l'équivalence entre les matériaux en tôles et crayons, les résultats obtenus sur le matériau à base (tôle) de 22MnB5 avec les éprouvettes cylindriques sont comparés ici avec ceux obtenus sur une tôle d'acier 22MnB5 ayant subi le même traitement thermique (vitesse de refroidissement à environ 50°C/s) et usinée en éprouvette de traction standard ISO 12,5mm x 50mm. (Figure 2-18) Les deux courbes sont superposées, tant en termes de limite d'élasticité que d'écrouissage. Les matériaux issus des coulées synthétiques sont donc considérés comme pertinents en vue d'obtenir les lois constitutives des joints d'acier embouti à chaud.



Figure 2-18 : Comparaison entre les courbes de traction quasi-statique uni-axiale obtenues pour une éprouvette standard ISO 12,5 x 50 mm (tôle industrielle) et une éprouvette cylindrique (crayon traité thermiquement)

2.5.2.2 Essais de traction quasi-statiques sur éprouvettes entaillées

L'objectif de ces essais est d'étudier le comportement à rupture des matériaux élaborés en fonction de la composition chimique et du cycle thermique appliqué à l'ambiante et à -50°C (l'absence de risque de rupture fragile prématurée jusqu'à cette température est exigé par certains constructeurs automobiles), pour évaluer le risque de rupture fragile prématurée, notamment pour les matériaux à haute teneur en carbone. Les essais mécaniques comprennent d'abord la conception géométrique des éprouvettes. Les éprouvettes ont été usinées à partir des échantillons traités thermiquement.

Comme pour les éprouvettes lisses, nous optons donc pour des éprouvettes cylindriques. Les charges de traction sont appliquées selon l'axe des crayons. La longueur totale de l'éprouvette est fixée à 18mm dans le but d'économiser la matière. Le diamètre maximum de l'éprouvette est limité à 5mm par la géométrie des échantillons élaborés. Le volume de la zone la plus sévèrement sollicitée doit être suffisamment élevé pour que l'hypothèse de mécanique des milieux continus reste valide.

Une entaille a été introduite dans la zone centrale afin de favoriser la concentration de contrainte et de favoriser la rupture, et rendre faisable l'analyse élastoplatique pour des déformations plus élevées que sur une éprouvette lisse qui strictionne. L'ouverture de l'entaille doit être plus grande que 0,5mm pour permettre l'accès de l'extensomètre diamétral (épaisseur 0,5mm).

La géométrie de l'entaille a été choisie comme sévère pour induire la rupture par clivage de l'éprouvette lors de la traction si le matériau y est sensible. Cette condition est en accord avec le modèle statique de *Ritchie-Knott-Rice* qui suppose que la contrainte maximale principale excède la valeur critique sur un volume contenant plusieurs défauts capables de déclencher la rupture par clivage⁴⁷. Il est également observé par Lambert-Perlade⁴⁸ que les éprouvettes cassées avec une rupture par clivage présentent une réduction diamétrale jusqu'à 30% en moyenne à la rupture. La géométrie des éprouvettes a également été conçue au cours de la thèse de F. Tankoua⁴⁹. Dans son étude, la géométrie de l'entaille a été décidée pour un acier pour gazoduc pour lequel cette valeur critique n'excède pas 2000 MPa⁴⁹, et la condition pour la réalisation de la rupture complète par clivage peut être résumée comme suit : une zone sollicitée avec une contrainte axiale d'au moins 2000 MPa et une déformation de 30% doit contenir des phases microstructurales fragiles ou des amas de grains ferritiques plus gros, qui constituent dans son cas des amorces potentielles de rupture par clivage.

La géométrie retenue avec un rayon d'entaille de 0,4 mm est choisie pour la conception des éprouvettes (Figure 2-19). Pour cette géométrie, la triaxialité des contraintes près de l'axe est d'environ 1,6 à 30% de réduction diamétrale moyenne⁴⁹. En tenant compte des éventuels défauts de solidification dans les crayons, trois essais valides à basse température (-50°C) sont visés par condition (composition chimique et traitement thermique).



Figure 2-19 : Géométrie choisie de l'éprouvette entaillée de traction quasi-statique

2.6. Etude des propriétés mécaniques d'assemblages soudés réels

2.6.1. Objectif de l'étude

Les caractérisations mécaniques des échantillons de coulées synthétiques permettent d'établir des lois constitutives et des critères de rupture de ces matériaux en fonction de la composition chimique et du cycle de traitement thermique. Néanmoins, comme illustré dans les sous-chapitres précédents, l'objectif final reste de reconstruire le comportement des vrais joints soudés, considérés comme des multi-matériaux contenant plusieurs zones de compositions chimiques et de microstructures différentes.

Afin d'examiner l'applicabilité des lois de comportement obtenues via les coulées de synthèse sur les assemblages réels, il est nécessaire de comparer le comportement mécanique des joints réels avec ceux obtenus par calcul numérique en modélisant un joint soudé reconstruit à partir des lois de comportement des matériaux homogènes de coulées synthétiques.

Les matériaux étudiés sont des tôles d'aciers monolithiques de 22MnB5 et de 6Mn6, des flans soudés de l'assemblage homogène à base de 22MnB5, et des assemblages hétérogènes entre 22MnB5 et 6Mn6.

2.6.2. Préparation des matériaux de base

2.6.2.1 Flans monolithiques

Les flans monolithiques sont respectivement en 22MnB5 d'épaisseur 1,5mm et 6Mn6 d'épaisseur 1,5mm, couverts par un revêtement AlSi.

2.6.2.2 Assemblage homogène à base de 22MnB5

Les assemblages homogènes à base de 22MnB5 sont réalisés par le soudage laser de deux flans de 22MnB5 d'épaisseur 1,5mm.

Une préparation de bords consistant en l'enlèvement du revêtement d'aluminium est effectuée avant le soudage. Mais certains joints soudés sont réalisés avec une préparation intentionnellement imparfaite afin d'introduire dans le joint soudé une contamination par l'aluminium, à une teneur moyenne calculée et contrôlée. Pour certains joints soudés, un fil enrichi en carbone est introduit dans le bain de fusion lors du soudage laser. On rappelle que lors que la quantité d'aluminium (au moins jusqu'à 0,7 %) et/ou de carbone (au moins jusqu'à 0,4 %) est faible et que le procédé du soudage par laser avec fil d'apport est bien maîtrisé, la distribution de ces deux éléments dans le joint soudé est quasiment uniforme. Le joint soudé peut alors être considéré comme un matériau chimiquement homogène.

2.6.2.3 Assemblage hétérogène à base de 22MnB5 et 6Mn6

Les assemblages hétérogènes à base de 22MnB5 et 6Mn6 sont réalisés par le soudage laser de ces deux grades d'aciers en deux combinaisons d'épaisseurs en vue d'obtenir des assemblages présentant différents comportements mécaniques :

- 22MnB5 1,2mm et 6Mn6 1,5mm, ici on attend une composition chimique en zone fondue légèrement plus proche de celle du 6Mn6 que de celle du 22MnB5 (en moyenne, A45B55)
- 22MnB5 1,8mm et 6Mn6 1,5mm, ici on attend l'effet inverse sur la composition chimique de la zone fondue (en moyenne, A55B45).

Une préparation de bords consistant en l'enlèvement partiel du revêtement d'aluminium a été effectuée avant le soudage.

2.6.3. Création de défauts géométriques sur les joints soudés

En plus des propriétés mécaniques intrinsèques du joint soudé, les éventuels défauts géométriques du joint ont aussi une influence sur le comportement mécanique de l'ensemble de l'assemblage. Dans le but d'étudier la sensibilité du comportement mécanique des assemblages envers les défauts géométriques, notamment les caniveaux, des défauts artificiels ont été réalisés par usinage sur les joints soudés avant le traitement thermique (Figure 2-20).



Figure 2-20 : Illustration schématique des défauts géométriques artificiels à étudier

Des défauts superficiels sont usinés à l'aide d'une fraise. Les flans soudés sont fixés sur un plateau de bridage incliné de 45° par rapport au plan horizontal. Le joint soudé est parallèle au plan horizontal. L'axe de rotation de la fraise est perpendiculaire au plan horizontal. Elle intervient sur le joint soudé pour usiner un caniveau à angle droit sur la totalité de la longueur du joint soudé.

Les flans soudés sont découpés en coupons d'environ 30mm de largeur (sens du cordon soudé) et d'environ 300mm de longueur (sens perpendiculaire au cordon soudé) afin d'éviter

la variation importante de profondeur d'usinage sur la longueur du joint soudé si ce dernier est long. L'objectif est d'assurer que la profondeur de l'usinage soit la plus constante possible pour une éprouvette donnée. (Figure 2-21)



Figure 2-21 : Réalisation par usinage des défauts géométriques sur un joint soudé

L'usinage est réalisé sur les joints soudés avant le traitement thermique. Le traitement thermique est effectué donc sur les éprouvettes usinées. Les contraintes internes créées par l'usinage sont ainsi libérées par le traitement thermique.

Un ou deux défauts peuvent être créés sur le même joint soudé (Figure 2-22). Les défauts peuvent être créés sur la surface supérieure, non plane du fait des rattrapages d'épaisseurs, ou sur la face inférieure plane.



Figure 2-22 : Sections de joints soudés avec caniveaux réalisés par usinage : (a) sur la face inférieure ; (b) sur la face supérieure et sur la face inférieure

Cette réalisation mécanique est très empirique. La profondeur des caniveaux est mesurée par coupe micrographique localement et par triangulation optique le long du joint soudé. Le caniveau artificiel présente un angle quasiment droit, qui favorise une concentration de contrainte plus élevée par rapport aux caniveaux réels. Cela nous permet d'étudier l'influence du caniveau sur le comportement mécanique du joint soudé dans le cas le plus sévère possible.

La qualité des surfaces usinées est très propre et sans amorçage de rupture observé par contrôle visuel.

La somme des profondeurs d'entailles sur les joints soudés varie entre 0 et environ 40% de l'épaisseur de la tôle la moins épaisse, comme le recommande la pratique des constructeurs automobiles.

2.6.4. Traitement thermique

Les flans monolithiques et les flans soudés sont traités en laboratoire par des outils et selon un cycle thermique similaires aux conditions industrielles (mise à part l'absence de déformation de l'austénite) de l'emboutissage à chaud. Le traitement thermique consiste en plusieurs étapes :

- l'introduction du flan dans le four : le flan est introduit dans un four puis chauffé à 930°C.
- le maintien en température : le flan est laissé dans le four pendant environ 5 minutes.
- le flan est très rapidement sorti du four et transféré sur une presse. Le temps de transfert entre la sortie du four et le début de l'emboutissage sous presse est de l'ordre de 5 secondes.
- le flan est trempé par la presse dont les plateaux sont refroidis à l'eau. La vitesse de refroidissement de la pièce est en moyenne aux alentours de 35°C/s.

Les essais mécaniques ont été effectués sur les flans après ce traitement thermique.

2.6.5. Essais de traction uni-axiale quasi-statique

L'objectif de ces essais mécaniques est d'étudier l'influence du caniveau sur le comportement mécanique du joint soudé, et d'évaluer la fiabilité des lois de comportement et les modèles de prédiction de rupture établies par l'étude des matériaux synthétiques.

La géométrie de l'éprouvette utilisée dans l'étude est l'éprouvette ISO 12,5 x 50mm (la longueur calibrée est de 75mm) couramment utilisée par le Centre de Recherches d'ArcelorMittal de Montataire. (Figure 2-23)



Figure 2-23 : Géométrie de l'éprouvette de traction uni-axiale quasi-statique des flans monolithiques et flans soudés

L'éprouvette a une longueur totale d'environ 240mm et une largeur maximale de 30mm. La zone utile mesure 12,5mm en largeur et au moins 50mm en longueur. L'épaisseur de l'éprouvette est identique à l'épaisseur des flans monolithiques ou des flans soudés à solliciter. Dans ce dernier cas, le joint soudé est positionné au milieu de l'éprouvette et perpendiculaire à la direction de la charge appliquée en traction.

La vitesse de déplacement de vérin est à 15 x 10⁻³ mm/s. La déformation de la zone utile est mesurée par extensomètres. La contrainte est calculée par la charge du vérin et la section de l'éprouvette.

Les essais de traction ont été réalisés à l'ambiante et à froid (-50°C). La levée de risque de rupture fragile prématurée jusqu'à cette température est exigé par certains constructeurs automobiles.

2.7. Conclusions

Une nouvelle méthodologie a été développée pour étudier le comportement métallurgique et mécanique de ces joints soudés hétérogènes. La méthode choisie est d'élaborer des coulées synthétiques représentant les différentes compositions chimiques rencontrées dans le joint soudé réel. Le comportement du joint soudé est reconstruit à partir des données obtenues par la caractérisation de ces coulées synthétiques.

Avec les mêmes morphologies microstructurales que les joints soudés réels après le traitement thermique, les échantillons issus de l'élaboration en coulée synthétique ont été considérés comme représentatifs des joints soudés pour les études métallurgiques et mécaniques au moins lors du refroidissement, et seront utilisés dans les études suivantes de la transformation microstructurale et la caractérisation mécanique.

Les essais mécaniques ont été spécifiquement conçus en s'adaptant à la géométrie des échantillons « crayons » issus des coulées synthétiques. Nous optons pour des éprouvettes cylindriques. Les charges de traction s'appliquent sur l'axe des « crayons ». Les caractérisations mécaniques des échantillons de coulées synthétiques permettent d'établir des lois constitutives et des critères de rupture de ces matériaux en fonction de la composition chimique et du cycle de traitement thermique.

Afin d'examiner l'applicabilité des lois de comportement obtenues via les coulées de synthèse sur les assemblages réels, il est nécessaire de comparer le comportement mécanique des joints réels avec ceux obtenus par calcul numérique en modélisant un joint soudé reconstruit à partir des lois de comportement des matériaux homogènes de coulées synthétiques. Dans l'étude, cette vérification est réalisée par le biais de comparaison du seuil de défaut géométrique critique menant à une rupture au joint soudé, entre ceux obtenus respectivement par les essais et par le calcul.

³⁸ T. Zacharia, 1989. Weld Pool Development during GTA and Laser Beam Welding of Type 304 Stainless Steel, Part II—Experimental Correlation. The welding journal, December 1989, pp 510-519

³⁹ Nikravesh, 2012. Influence of hot plastic deformation and cooling rate on martensite and bainite start temperatures in 22MnB5 steel. Materials Science and Engineering A, 540 (2012) 24– 29

⁴⁰ Kalck, 2012. Caractérisation métallurgique et modélisation de la tenue en fluage à 550°C des liaisons soudées en acier Grade 92. Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris 2012

⁴¹ Bilat, 2007. Estimation du risque de rupture fragile de soudure de pipelines en aciers à haut grade : caractérisation et modélisation. Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris 2007

⁴² A. Buczek, 2013. Investigation of heat transfer coefficient during quenching in various cooling agents. International Journal of Heat and Fluid Flow 44 (2013) 358–364

⁴³ Cahier de charges du produit Aquatrempe 500T ® par Castrol Insdustrie

⁴⁴ Mohr, 2009. Plasticity and fracture of martensitic boron steel under plane stress conditions. International Journal of Solids and Structures 46 (2009) 3535–3547

⁴⁵ Tankoua, 2014. Quantitative investigation of brittle out-of-plane fracture in X70 pipeline steel. 20th European Conference on Fracture (ECF20)

⁴⁶ Tankoua, 2013. Ductile to brittle transition of modern pipeline steels. OCAS internal report

⁴⁷ Ritchie et al,1973. On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel. J. Mech. Phys. Solids, 1973, Vol. 21, pp. 395 to 410.

⁴⁸ Lambert-Perlade, 2004. Mechanisms and modeling of cleavage fracture in simulated heat-affected zone microstructures of a high-strength low alloy steel. Metallurgical and Materials Transactions A March 2004, Volume 35, Issue 3, pp 1039-1053

⁴⁹ Tankoua, 2015. Ph.D. thesis. Ecole des Mines de Paris

3. Comportement métallurgique : effets de la composition chimique et des paramètres de traitement thermique sur l'évolution microstructurale

3.1. I	Introduction	62	2
3.2. I	Etat de l'art : effets attendus des conditions de traitement thermique s	sur la	а
transfo	rmation de phases	62	2
3.2.1.	Formation de l'austénite lors du traitement thermique	62	2
3.2.2.	Microstructure ferritique après refroidissement continu	64	4
3.2.3.	Formation de bainite et de martensite au cours d'un refroidissement continu	64	4
3.3. I	Effets attendus de la composition chimique sur les transformations de phases	66	6
3.3.1.	Effet du bore	66	6
3.3.2.	Effet de l'aluminium	67	7
3.3.3.	Effet du carbone	69	9
3.3.4.	Effet du niobium	7 [,]	1
3.3.5.	Effet du manganèse	72	2
3.4.	Objectifs de l'étude du comportement métallurgique	74	4
3.5.	Comportement métallurgique des métaux de base	7	5
3.5.1.	Transformations microstructurales du métal de base 22MnB5		5
3.5.2.	Transformation microstructurales du métal de base 6Mn6	76	6
3.6.	Comportement métallurgique des matériaux de synthèse représentatifs des diff	érent	s
taux de	e mélange entre 22MnB5 et 6Mn6	79	9
3.6.1.	Caractérisation des matériaux à l'état brut de solidification	79	9
3.6.2.	Transformation de phases en chauffage continu	80	0
3.6.3.	Transformation de phases en refroidissement continu	83	3
3.6.4.	Microstructure des joints soudés réels entre tôles de 22MnB5 et 6Mn6	100	0
3.6.5.	Discussion	102	2
3.7.	Comportement métallurgique du mélange de 22MnB5 avec carbone et/ou alumir	nium .	
		103	3
3.7.1.	Composition chimique des matériaux de synthèse	10:	3
3.7.2.	Matériaux à teneur en carbone variable	10	5
3.7.3.	Matériaux à teneur en aluminium variable	112	2
3.7.4.	Matériaux à teneurs en aluminium et en carbone variables	12(0
3.7.5.	Description paramétrique du comportement métallurgique	128	В
3.7.6.	Microstructure des joints soudés réels en 22MnB5	147	7
3.7.7.	Discussion	154	4
3.7.8.	Perspectives	15	5
3.8.	Conclusions	156	6

3.1. Introduction

La microstructure de la zone fondue, avant et après traitement thermomécanique postsoudage, est encore mal connue, du moins pour les échelles les plus fines. Cette partie de l'étude est consacrée à la compréhension de la formation de cette microstructure avant et après traitement thermomécanique simulant l'emboutissage à chaud.

Les matériaux issues des coulées synthétiques seront étudiés en dilatométrie en vue de déterminer les températures nécessaires d'austénitisation et de tracer les diagrammes de transformation de phases lors du refroidissement continu. La microstructure de chaque coulée avant et après le traitement thermique a été étudiée par métallographie.

Sur la base de ces résultats expérimentaux, des modèles quantitatifs sont ensuite établis pour décrire les proportions relatives des constituants principaux de la microstructure, et pour prédire la dureté du matériau en fonction de sa composition chimique et du cycle thermique. Les prédictions de ces modèles sont enfin comparées à des résultats expérimentaux obtenus sur joints réels.

3.2. Etat de l'art : effets attendus des conditions de traitement thermique sur la transformation de phases

3.2.1. Formation de l'austénite lors du traitement thermique

Pendant le traitement thermique, les microstructures issues de la coulée, qu'elles soient ferritiques, ferrito-perlitiques, bainites ou martensitiques se transforment d'abord en austénite lors du chauffage.

La formation de l'austénite de nos aciers à bas carbone entraîne la mise en solution de tout le carbone dans l'acier. La solubilité du carbone dans l'austénite (phase γ) est plus élevée que dans la ferrite (phase α).

Deux températures sont importantes à retenir pour l'austénitisation, Ac_1 et Ac_3 , qui correspondent au début et à la fin de l'austénitisation (au chauffage), respectivement. Ces valeurs sont notamment gouvernées par la composition chimique du métal, et aussi par sa microstructure. Pour l'acier 22MnB5 par exemple qui a une microstructure ferrito-perlitique avant ce traitement thermique, la transformation de la perlite va gérer la température Ac_1 (qui sera proche de l'eutectoïde), tandis que la transformation de la ferrite va gérer la température Ac_3 .

Afin qu'un acier puisse être complètement austénitisé, il est nécessaire que la température de maintien du traitement thermique se trouve au-dessus de sa température Ac_3 .⁵⁰

Il est démontré que la température Ac_3 est influencée par la vitesse de chauffage lors de l'austénitisation. Une vitesse de chauffage plus faible mène, dans certains cas, à une température Ac_3 plus élevée ⁵¹.

Une fois la température maximale atteinte, il est nécessaire de maintenir l'acier à cette température sur une durée suffisamment longue afin de permettre une bonne

homogénéisation de l'austénite et la dissolution des carbures résiduels éventuels. (Figure 3-1)



Figure 3-1 : Diagramme d'austénitisation en conditions isothermes d'un acier de composition : 0,34 %C - 1,07 %Cr – 0,17 %Mo (pourcentages massiques) ; la taille des grains d'austénite est indiquée en indices ASTM ⁵²

Pour un maintien isotherme, le grossissement des grains d'austénite peut être défini par un paramètre d'équivalence entre temps et température d'austénitisation. Ce paramètre repose sur une énergie d'activation. Il est défini par la formule suivante ⁵³ :

$$P_{A} = \left[\frac{1}{T} - \frac{R}{\Delta H} \ln\left(\frac{t_{c}}{t_{0}}\right)\right]^{-1}$$
(3.1)

- P_A est un paramètre d'austénitisation en Kelvin

- T est la température de maintien isotherme pendant l'austénitisation en Kelvin ;

- *t_c* est la durée de l'austénitisation en heures ;
- t_0 est l'unité de temps en heures ($t_0 = 1$ heure);
- ΔH est l'énergie d'activation de l'austénitisation, pour les aciers au carbone faiblement alliés, $\Delta H \approx 460 kJ/mol$;
- *R* est la constante des gaz parfaits = 8,314 $J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$,

Dans le cas de notre étude, la taille de grain d'austénite s'élève à environ 30 à 35µm après une austénitisation à 930°C pendant 5 à 15 minutes.

La croissance de l'austénite est pilotée par la diffusion rapide du carbone à haute température, notamment du fait de la dissolution des carbures. Cette diffusion se produit préférentiellement aux joints de grains et conduit à la germination de la phase austénitique. La phase austénitique croît de façon isotrope à partir du joint de grains d'origine, parallèlement à la dissolution des carbures. ⁵⁴

3.2.2. Microstructure ferritique après refroidissement continu

Pour les aciers faiblement alliés, la microstructure ferritique est en général formée par la décomposition de l'austénite selon des vitesses de refroidissement peu élevées.

La transformation de l'austénite en ferrite implique le rejet du carbone de la ferrite vers l'austénite, en fonction de la limite de solubilité dynamique. Même pour les aciers faiblement alliés et à faible teneur en carbone, si la vitesse de refroidissement est très élevée, ou pour des aciers à haute trempabilité, l'austénite ne peut être transformée en ferrite.

Les microstructures de ferrite polygonale sont formées par décomposition de l'austénite à haute température. Les microstructures ferritiques formées par décomposition de l'austénite à température intermédiaire, telles que la ferrite aciculaire / bainitique et la ferrite granulaire / granulaire bainitique sont également courantes dans les conditions de refroidissement continu des aciers à bas carbone (<0,25 %)⁵⁵. Ces deux constituants microstructuraux sont formés dans le même domaine de température que la transformation bainitique.

3.2.3. Formation de bainite et de martensite au cours d'un refroidissement continu

A 900°C, un acier bas carbone classique est complètement transformé en austénite. Lors du refroidissement continu, l'austénite devient instable thermodynamiquement si la température est inférieure à environ 700°C. En condition de quasi-équilibre, l'austénite se décompose et forme la perlite. En plus des conditions thermodynamiques indiquées par le diagramme de phases $Fe - Fe_3C$, la transformation de phases dans l'acier est fortement influencée par la cinétique, qui se traduit par une forte influence de la vitesse de refroidissement sur la transformation microstructurale.

Si la vitesse de refroidissement est suffisamment faible, la transformation suit les prédictions des diagrammes d'équilibre et la microstructure sera dominée par la perlite et la ferrite proeutectoïde ou la cémentite selon la composition chimique de l'acier. Cependant, la transformation de l'austénite en perlite est une réaction reconstructive dépendant du temps, qui nécessite une diffusion à grande distance des atomes de fer et de carbone. Par conséquent, un refroidissement rapide peut mener l'acier à atteindre un état d'austénite
métastable à une température où la diffusion des atomes est relativement lente et la microstructure ferrite + perlite ne peut être formée.

Si l'austénite est refroidie très rapidement, la martensite est formée sans diffusion des éléments, par le cisaillement de la structure cristalline CFC de l'austénite en une structure CC distordue. Les phases hors équilibre ne peuvent être formées qu'à basse température où la force motrice pour la réaction est suffisante pour surmonter la contrainte considérable imposée par la transformation. La réaction est réalisée sans diffusion substitutionnelle ou interstitielle des atomes. Par conséquent, la martensite hérite de la composition chimique de l'austénite mère.

La bainite prend place entre la transformation en ferrite et la transformation en martensite, dans les conditions de refroidissement où la diffusion des éléments en substitution est limitée mais où la force motrice thermodynamique n'est pas suffisante pour former la martensite (Figure 3-2). Contrairement à la perlite, où la ferrite et la cémentite croissent d'une manière coopérative, la bainite est formée par la transformation de l'austénite en ferrite sursaturée en carbone, suivie ou accompagnée par la diffusion du carbone et la précipitation de carbures si la composition chimique s'y prête.



Figure 3-2 : Diagramme de transformation par refroidissement continu d'un acier Ni-Cr-Mo contenant 0.15 % C, 0.32 % Mn, 0,31Si, 2,72% Ni, 0.41% Mo⁵⁶

Une distinction est souvent relevée entre la bainite inférieure, formée à une température proche du début de la transformation martensitique, et la bainite supérieure, formée à une température plus élevée. La distinction est fondée sur la cinétique de diffusion du carbone à la température où la bainite est formée. Si la température est élevée, le carbone peut diffuser rapidement hors de la ferrite bainitique récemment formée et forme des carbures dans l'austénite chargée en carbone, entre les lattes de ferrite bainitique, et éventuellement laisse la microstructure sans carbure si la formation de Fe_3C est empêchée, par exemple par une teneur en silicium suffisamment élevée. Si la température est basse, le carbone diffuse plus lentement et peut précipiter avant de quitter la latte de ferrite bainitique. Dans ce dernier cas, on trouve des carbures au sein des lattes de bainite.

3.3. Effets attendus de la composition chimique sur les transformations de phases

Dans ce chapitre nous ne mentionnerons que les éléments chimiques pertinents pour l'étude.

3.3.1. Effet du bore

Peu d'articles mentionnent l'effet du bore sur l'évolution microstructurale pendant l'austénitisation et la croissance de grains de l'austénite. Il est démontré que les caractéristiques des joints de grains sont modifiées par la formation de précipités riches en bore⁵⁷. Lors du refroidissement rapide à partir d'une haute température d'austénitisation, la quantité de bore ségrégé au niveau des joints de grains austénitiques augmente et/ou dépasse la solubilité à l'équilibre. Dans notre cas, pendant le soudage par laser dont la cinétique de refroidissement est très sévère, il serait raisonnable d'imaginer que le bore se trouve aux joints de grains de la zone fondue. Et lors du traitement thermique à une température de 930°C pendant quelques centaines de secondes, simulant l'emboutissage à chaud, les précipités *Fe*₂₃(*C*,*B*)₆ seraient remis en solution, et le niveau de bore retournerait à l'équilibre en solution solide par diffusion. ⁵⁸

Pendant le refroidissement continu du joint soudé lors de l'emboutissage à chaud, il est démontré que l'addition de 30 ppm de bore dans les aciers faiblement alliés permet d'augmenter la trempabilité⁵⁹ par ségrégation de bore aux joints de grains⁶⁰, qui retarde la germination de la ferrite^{61 62}, et repousse le diagramme temps-température-transformation vers la droite, ce qui augmente la vitesse critique de trempe martensitique.

Quant à la teneur minimum de bore permettant obtenir l'effet positif sur la trempabilité, il est démontré qu'à environ 5 ppm de bore, les atomes de bore sont juste localisés dans la matrice proche des joints de grains, et la solution solide de bore sera localement saturée à environ 20 ppm en teneur globale avant de créer les précipités intergranulaires⁶³. Dans ce cas, le bore peut précipiter aux joints de grains de l'austénite sous forme de $Fe_{23}(C,B)_6$. Ce phénomène abaisse considérablement l'énergie de surface des joints⁶⁴, par conséquent, la germination de ferrite est empêchée^{65 66} et la décomposition de l'austénite est retardée⁶⁷.

Cependant le bore perd son effet à haute teneur globale, supérieure à 60 ppm environ, en raison de la germination de ferrite sur les borures ou boro-carbures formés à haute concentration de bore⁶⁸. Bien que le bore retarde la transformation de ferrite pro-eutectoïde par les précipités *Fe-C-B* intergranulaires, en cas de teneur excessive, ces précipités favorisent également la formation de cémentite pro-eutectoïde et de perlite, impactant ainsi négativement à la trempabilité⁶⁹.

L'effet du bore sur la trempabilité de l'acier peut varier selon les paramètres des traitements thermiques, notamment l'histoire thermique du matériau, la teneur globale en bore bien sûr et sa forme d'existence (en solution ou sous forme de précipités), la teneur en d'autres éléments comme le carbone, l'azote, le titane et l'aluminium.

La température et la durée de l'austénitisation, ainsi que la taille de grain de l'austénite sont des paramètres importants jouant sur la précipitation intergranulaire de bore : il est suggéré ^{69 70} que l'austénitisation entière doive être réalisée à la température la plus basse possible supérieure à Ac_3 . Il existe une compétition entre la ségrégation de bore sur les joints de grains et la dilution du bore en solution solide. Plus la température d'austénitisation est élevée, plus la concentration en bore en solution solide peut être élevée dans les grains. Par conséquent, la concentration de bore aux joints de grains devient plus faible et la trempabilité martensitique est diminuée.

L'efficacité du bore est aussi influencée par la teneur en carbone. L'augmentation de la teneur de carbone atténue l'effet du bore. Le bore est plus efficace sur la trempabilité des aciers à faible teneur en carbone. Il perdra son effet si la teneur en carbone est proche de, ou supérieure à 0.8% en masse⁷¹. Dans notre étude, nous travaillons sur des aciers contenant entre 0,2% et 0,35% de carbone, l'effet de la teneur de carbone sur l'efficacité du bore est très faible dans ce domaine de valeurs. (Figure 3-3)



Figure 3-3 : Effet du bore sur la trempabilité de l'acier en fonction de la teneur en carbone⁷¹

3.3.2. Effet de l'aluminium

L'aluminium joue un double rôle sur la formation et la décomposition de l'austénite lors du traitement thermique des aciers emboutissables à chaud.

L'aluminium a un effet important sur la température d'austénitisation de l'acier⁷². Il est démontré que l'aluminium augmente les températures de transformation austénitique⁷³⁷⁴. Pour les aciers faiblement alliés, ce qui est notre cas, il est possible d'estimer l'effet de l'aluminium sur la température Ac_3 par la formule empirique suivante⁷⁵ :

$$Ac_{3}[^{\circ}C] = 912 - 370 \cdot C - 27, 4 \cdot Mn + 27, 3 \cdot Si - 6, 35 \cdot Cr + 72 \cdot Al + 16, 2 \cdot C \cdot Mn$$
(3.2)

Domaine de validité : C \leq 0.83%, Mn \leq 2.0%, Si \leq 1.0%, Cr \leq 2.0%, Mo \leq 1.0%, Ni \leq 3.0%, V \leq 0.5%, W \leq 1.0%, Ti \leq 0.15%, Al \leq 0.2%, Cu \leq 1.0%, Nb \leq 0.20%, P \leq 0.040%, S \leq 0.040%, N \leq 0.025%, B \leq 0.010%.

Cette augmentation de Ac_3 est attribuée à la diffusion de l'aluminium à partir des grains d'austénite vers les grains de ferrite⁷⁶. La teneur importante en aluminium dans ces derniers grains de ferrite stabiliserait ces phases, par conséquent retarderait la fin de transformation austénitique. De ce fait, Ac_3 est dépendant de la microstructure de départ et de la vitesse de chauffage. Par exemple, si la microstructure est martensitique comme dans le cas des joints soudés au laser des aciers à haute résistance, Al affecte plus Ac_3 lors d'un chauffage rapide que lors d'un chauffage lent. Si la microstructure est une ferrite issue d'une solidification plus lente, comme pour les échantillons de crayons, ces grains de ferrite seront eux-mêmes chargés en aluminium et se transformeront en dernier, par conséquent donneront un Ac_3 plus élevé. Par rapport à l'effet significatif sur la température Ac_3 , l'aluminium affecte assez peu Ac_1 pour une microstructure ferritique au départ de l'austénitisation.⁵¹ Au refroidissement, l'aluminium accélère la décomposition de l'austénite : en favorisant la stabilité des grains ferritiques, il augmente les températures Ar_3 et Ar_1 , et raccourcit la durée nécessaire à la transformation de l'austénite en ferrite⁵¹.

Selon le diagramme TRC du 22MnB5, après austénitisation, la microstructure peut se transformer entièrement en martensite si la vitesse de refroidissement est supérieure à $27^{\circ}C/s$.⁷⁷ Cependant, selon les résultats de trempe sur les pièces industrielles dont les joints soudés sont contaminés par de l'aluminium, celui-ci, même en faible quantité, dissous dans la matrice de fer favorise la formation de ferrite et de bainite au lieu de la martensite lors du refroidissement après l'emboutissage à chaud.

Le diagramme TRC n'est alors plus la même que celui du 22MnB5. Il serait décalé vers la gauche. Ainsi la transformation en martensite nécessiterait une vitesse de refroidissement supérieure à 27°C/s même pour une austénite non-déformée. Pour un joint soudé contenant environ 1 % d'aluminium, la vitesse critique de refroidissement pour une trempe martensitique devrait être supérieure à 100°C/s. (Figure 3-4)



Figure 3-4 : Diagramme TRC estimé d'un acier à base de 22MnB5 mélangé avec environ 1% massique d'aluminium (pointillés rouges), en supposant que la forme du diagramme soit similaire à celle du 22MnB5, comparé au diagramme TRC du 22MnB5 (en noir)⁷⁸

Aujourd'hui, l'effet de l'aluminium sur la décomposition de l'austénite dans les aciers emboutissables à chaud tels que le 22MnB5 et le 6Mn6 n'est pas clairement déterminé. Pour une teneur en aluminium entre 0 et 1%, il n'existe aucune donnée quantitative sur la trempabilité dans le domaine de vitesses de refroidissement typique de l'emboutissage à chaud. Ainsi, nous essayerons dans ce chapitre de déterminer et de quantifier l'effet de l'aluminium sur les transformations de phases dans le joint soudé.

3.3.3. Effet du carbone

Pour les aciers faiblement alliés, l'augmentation de la teneur en carbone permet de diminuer la température Ac_3 et de réduire la force motrice de la décomposition de l'austénite à toutes les températures⁷⁹.

Le carbone abaisse la limite basse du domaine de stabilité de l'austénite. Pour un joint soudé en acier faiblement allié, selon la formule (3.2) (Chapitre 3.2.2), la température Ac_3 pourrait descendre d'environ $40^{\circ}C$ si la teneur de carbone augmentait de 0,1%.

L'ajout du carbone pourrait compenser celui de l'aluminium sur Ac_3 . (Figure 3-5) Cependant, cet effet, est encore mal connu pour les joints soudés de l'acier 22MnB5. Il nécessite d'acquérir des données expérimentales complémentaires dont certaines seront établies dans la suite de ce chapitre.



Figure 3-5 : Coupes isothermes du diagramme d'équilibre ternaire du système Fe-C-Al à 800°C, 1000°C, 1100°C et 1200°C ⁸⁰ BCC_A2 : ferrite ; FCC : austénite ; C : cémentite

Le carbone stabilise l'austénite par rapport à la ferrite et favorise la formation des microstructures hors équilibre telles que la bainite et la martensite lors du refroidissement.

La corrélation entre la vitesse critique de refroidissement pour obtenir 100% de martensite (V_{M}) et la composition chimique de l'acier suit une évolution exponentielle⁸¹ :

$$\ln(V_{M}) = 9.81 - (4.62 \cdot C + 1.05 \cdot Mn + 0.5 \cdot Cr + 0.66 \cdot Mo + 0.54 \cdot Ni + 0.00183 \cdot P_{A})$$
(3.3)

Les teneurs sont en pourcentages massiques. P_A est un paramètre d'austénitisation. (cf. Chapitre 3.1.1, équation 3.1)

Cette formule a été obtenue par ajustement sur les résultats expérimentaux sur les aciers faiblement alliés dont le domaine de composition chimique couvre les aciers à étudier dans notre cas.

De nombreux articles illustrent un effet important du carbone à la vitesse critique de transformation martensitique. L'ajout de carbone permet de diminuer cette vitesse critique⁸² ⁸³. Cependant, très peu d'articles concernent l'effet de l'aluminium. L'aluminium est rarement pris en compte dans les équations empiriques et ne l'est pas dans l'équation (3.3).

Il est également montré que les éléments gamma-gènes tels que le carbone, le manganèse, le nickel abaissent la température de début de transformation martensitique (M_s). En même temps, les éléments tels que l'aluminium, le tungstène ou le vanadium mènent à la décomposition de l'austénite et augmente la température M_s .^{84 85 86 87}

Bien que plusieurs éléments comme le chrome, le manganèse, le bore... puissent donner le même effet que le carbone sur la vitesse de refroidissement et la température d'austénitisation, le carbone est l'élément le plus efficace qui agisse sur la dureté de la martensite HV_M . Cet effet a été observé par des expériences préliminaires à la thèse⁸⁸, et synthétisé par des formules empiriques sur des aciers faiblement alliés, par exemple⁸⁹ :

$$HV_{M} = 127 + 949 \cdot C + 27 \cdot Si + 11 \cdot Mn + 16 \cdot Cr + 8 \cdot Ni + 21 \cdot \ln(V_{R})$$
(3.4)

 $V_{_{R}}$ – vitesse de refroidissement en K/s

3.3.4. Effet du niobium

Le 6Mn6 est un acier micro-allié contenant environ 0,04 % de niobium. Le 22MnB5 ne contient quasiment pas de niobium.

Le niobium n'a pas d'effet significatif sur l'austénitisation⁹⁰ mis à part sur la croissance des grains d'austénite. Cependant, le niobium a un effet important sur la décomposition de l'austénite. Il existe une faible corrélation entre la température du début de décomposition de l'austénite (Ar_3) et la teneur en niobium dans un acier faiblement allié. (Figure 3-6)



Figure 3-6 : Effet du niobium sur la température du début de décomposition de l'austénite pour des aciers HSLA (haute résistance, faiblement alliés) à différentes teneurs en niobium, austénitisés à 950°C puis refroidis à environ 1°C/s. ⁹¹

L'effet observé est un retard du début de la transformation de ferrite pro-eutectoïde généré par l'ajout du niobium⁹². L'effet de retard maximal peut être observé à environ 0,04 % de niobium⁹³ pour cet acier faiblement allié et cette vitesse de refroidissement. Une explication de cet effet sur la température du début de transformation est la compétition entre les effets respectifs du niobium en solution solide et sous forme de précipités. A faible teneur (inférieure à 0,06 %), une petite proportion de niobium peut former des précipités pendant le refroidissement mais la grande majorité reste en solution solide. Par conséquent, le niobium ségrège aux joints de grains de l'austénite, empêche la diffusion de carbone hors des germes de ferrite et retarde la germination globale de la ferrite⁹⁴. A ce niveau, l'effet de niobium est proche de celui du bore. La teneur en niobium du 6Mn6 est bien dans ce domaine.

Cependant, pour une teneur de niobium plus élevée, une formation rapide de précipités NbC survient⁹⁵. Il serait aussi imaginable que des précipités NbC se forment si le joint soudé est transformé par une cinétique de refroidissement très sévère. Ces précipités de NbC sur les joints de grains d'austénite peuvent devenir des sites de germination pour la ferrite, et réduire significativement la teneur en niobium et en carbone de la solution solide. Par conséquent, l'effet de retard sur la germination de ferrite disparaîtrait. La formation de ferrite serait alors largement favorisée. Il faut cependant former les NbC lors du refroidissement, ce qui n'est pas évident dans ces conditions.

Il est possible de dissoudre les petites particules de NbC pendant l'austénitisation. La solubilité de NbC dépend de la température, en tenant en compte l'effet du manganèse sur la stabilité des carbures⁹⁶.

Par exemple, il est possible de calculer la limite de solubilité par la formule suivante⁹⁷ :

$$\log_{10} (Nb \cdot C) - 0.248 \cdot Mn = 1.8 - \frac{6770}{T}$$
(3.5)

- Nb, C et Mn sont les teneurs en niobium, carbone et manganèse (% en masse),
- T est la température en Kelvin.

Avec la composition chimique du 6Mn6, la température seuil pour la dissolution des précipités NbC est d'environ 680°C. Il est donc raisonnable de conclure qu'après le chauffage pendant le traitement thermique, le joint soudé ne devrait plus contenir de précipités de NbC, à part éventuellement quelques NbC primaires grossiers.

3.3.5. Effet du manganèse

Le manganèse est un des éléments le plus importants dans les aciers à bas carbone. Cet élément stabilise l'austénite et abaisse la température de l'eutectoïde. Il augmente les température d'équilibre entre ferrite et austénite (Ae_3 et Ae_1). (Figure 3-7)



manganèse et (b) 1,67 % de manganèse ⁹⁸

Le manganèse élargit également la plage de température dans laquelle l'austénite est stable lors du chauffage (Ac_3 et Ac_1) (Figure 3-8)

Pour un joint soudé en acier faiblement allié, selon la formule (3.2) du paragraphe 3.2.2, la température Ac_3 pourrait descendre d'environ $30^{\circ}C$ si la teneur de manganèse augmentait de 1%.



Figure 3-8 : Effet du manganèse sur le domaine de stabilité de l'austénite dans les alliages Fe-C-Mn 99

3.4. Objectifs de l'étude du comportement métallurgique

Comme décrit dans le chapitre précédent, le joint soudé est un matériau issu du mélange, parfois imparfait à l'état liquide, de deux voire plusieurs matériaux tels que le ou les métaux de base, éventuellement le revêtement et un fil d'apport fournissant des éléments en teneurs différentes de celles du métal de base.

Un joint soudé est ensuite formé par solidification. Tout comme le métal de base, le joint soudé est traité par un cycle thermique spécifique lors de l'opération d'emboutissage à chaud.

Le comportement métallurgique de ces joints soudés est étudié ici par l'intermédiaire de matériaux modèles, « de synthèse », représentant une large gamme de compositions chimiques.

Pour les matériaux représentatifs des joints soudés en 22MnB5 et 6Mn6, la variation de composition chimique est unidimensionnelle, elle peut être décrite par le taux de mélange entre les deux aciers de base, avec un ajout d'aluminium fixé à 0,3% pour étudier l'effet d'une légère contamination par le revêtement lors du soudage.

Pour les matériaux représentatifs des joints soudés en 22MnB5 et 22MnB5, la variation de composition chimique est basée sur deux paramètres, à la fois sur la teneur en carbone et sur la teneur en l'aluminium afin de quantifier séparément, puis conjointement l'effet de la teneur en ces deux éléments.

Le traitement thermique consiste en un chauffage à 930°C pendant environ 5 minutes en vue d'assurer une austénitisation (complète ou partielle) du matériau, suivi par un refroidissement rapide à une vitesse qui varie entre 20°C/s et 100°C/s, où les grains d'austénite peuvent se décomposer en ferrite, bainite ou martensite selon la composition chimique considérée.

L'objectif de l'étude est de relier le comportement métallurgique, notamment la température de fin de l'austénitisation et la vitesse critique de trempe martensitique, à la composition chimique, en vue d'établir un modèle de prédiction de la microstructure en fonction d'une part de la composition chimique, et d'autre part des paramètres du traitement thermique appliqués, qui sera par la suite applicable aux joints soudés réels.

L'étude est composée de deux parties : la première sur les joints soudés en 22MnB5 et 6Mn6, la deuxième sur les joints soudés en 22MnB5 et 22MnB5. Dans chaque partie, on décrira d'abord les résultats expérimentaux, puis la modélisation quantitative en s'appuyant sur les coulées synthétiques (matériaux modèles). On montrera ensuite l'application de ces modèles sur des joints soudés réels.

3.5. Comportement métallurgique des métaux de base

3.5.1. Transformations microstructurales du métal de base 22MnB5

5µm

3.5.1.1 Microstructure à l'état brut de livraison

Figure 3-9 : Microstructure de l'acier 22MnB5 à l'état brut de livraison, image MEB après attaque Nital

L'échantillon analysé est prélevé dans une tôle laminée à froid de 1,5mm d'épaisseur avec un revêtement à base d'aluminium et silicium (Al-Si). Sa microstructure à l'état de livraison est majoritairement ferritique avec des colonies de perlite dispersées (Figure 3-9), ce qui lui donne une résistance mécanique d'environ 550 MPa et une microdureté moyenne d'environ $200 HV_{0.5}$.

3.5.1.2 Transformation de phases en chauffage continu

Comme décrit précédemment, les échantillons de l'acier 22MnB5 sans revêtement sont chauffés dans un dilatomètre, de la température ambiante jusqu'à 930°C à 10°C/s. Respectivement, les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation de l'acier 22MnB5 sont de 740°C et 850°C. La taille de grain d'austénite est d'environ 30µm après 5 minutes à 930°C.

3.5.1.3 Transformation de phases en refroidissement continu

En refroidissement continu après austénitisation, sans déformation appliquée, si la vitesse de refroidissement est égale ou supérieure à 27°C/s, l'austénite se transforme entièrement en martensite. La dureté de martensite est d'environ 480HV et la température M_s est de 400°C. Si la vitesse de refroidissement est plus faible, des microstructures bainitiques ou ferritiques se forment lors de la décomposition de l'austénite. (Figure 3-10)



3.5.2. Transformation microstructurales du métal de base 6Mn6

3.5.2.1 Caractérisation du matériau à l'état brut de livraison



Figure 3-11 : Microstructure de l'acier 6Mn6 à l'état brut de livraison, image MEB après attaque Nital

L'échantillon analysé est prélevé dans une tôle laminée à froid et recuite, de 1,5mm d'épaisseur. Cet acier micro-allié a une microstructure majoritairement ferritique avec des carbures fins, dispersés dans la microstructure. (Figure 3-11) La résistance mécanique est d'environ 600 MPa, et la microdureté moyenne est d'environ 200 $HV_{0,5}$, assez proche de celle du 22MnB5.

3.5.2.2 Transformations de phases en refroidissement continu

Des éprouvettes cylindriques du diamètre 2,5mm extraites des tôles épaisses ont été traitées thermiquement à l'aide d'un simulateur thermomécanique Gleeble.¹⁰¹

Les échantillons ont été chauffés jusqu'à 1000°C. La vitesse de montée de température est de 10°C/s. (Figure 3-12)



Figure 3-12 : Courbe TRC du 6Mn6 construite par des essais expérimentaux (A : austénite ; B : bainite ; F : ferrite ; M : martensite ; P : perlite) ¹⁰¹

Selon les résultats expérimentaux de la Figure 3-12 et de la Figure 3-13 :

- La bainite se forme pour une vitesse de refroidissement entre 5°C/s et 30°C/s.
- La vitesse critique de refroidissement pour une transformation de l'austénite en 100% de martensite devrait être entre 250°C/s et 2000°C/s (Figure 3-13-d).
- La microstructure après un refroidissement avec une vitesse entre 20°C/s et 50°C/s est toujours un mélange ferrite + moins de 10% de martensite ou de bainite.



Figure 3-13 : Microstructure du 6Mn6 après une austénitisation à 1000°C et un refroidissement à (a) 20°C/s, (b) 50°C/s, (c) 250°C/s, (d) 2000°C/s. Microscopie optique.

Les deux métaux de base, 22MnB5 et 6Mn6 ont donc des comportements métallurgiques très différents. Pour une vitesse de refroidissement entre 20°C/s et 50°C/s après l'austénitisation complète, qui est le domaine d'intérêt pour cette étude, le premier se transforme majoritairement en martensite et le dernier majoritairement en ferrite.

3.6. Comportement métallurgique des matériaux de synthèse représentatifs des différents taux de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6

3.6.1. Caractérisation des matériaux à l'état brut de solidification

Les quatre matériaux élaborés ont des compositions chimiques très proches des cibles de mélange entre les deux matériaux, fixées dans le Chapitre 2 : (Tableau 3-1)

Référence	С	Mn	Si	Cr	Ti	Nb	В	AI
A80B20	0,19	1,2	0,25	0,2	0,05	0.01	0,0025	0,31
A60B40	0,16	1,4	0,21	0,1	0,04	0,02	0,0015	0,30
A40B60	0,12	1.5	0,15	0,1	0,05	0,03	0,0007	0,32
A20B80	0,09	1,5	0,08	0,06	0,07	0,04	0,0003	0,30

 Tableau 3-1 : Compositions chimiques réellement mesurées (éléments principaux en pourcentages massiques) des quatre matériaux de synthèse

A l'état brut de solidification, après un refroidissement à une vitesse de l'ordre de 10°C/s, les matériaux de synthèse présentent des microstructures différentes. (Tableau 3-2)

Référence	Microstructure (pourcentage volumique)	Micro-dureté ($HV_{0,5}$)	Taille de grain ferritique (μm)	
A80B20	40% de ferrite, 10% de perlite, et 50% de bainite	260 ± 25	10 - 20	
A60B40	90% de ferrite, 10% de perlite, et quelques carbures fins	250 ± 25	20 - 100	
A40B60	95% de ferrite, 5% de perlite, et quelques carbures fins	220±20	20 - 100	
A20B80	quasiment 100% de ferrite avec quelques îlots de carbures fins	170±15	20 - 150	

Tableau 3-2 : Microstructure et micro-dureté des 4 matériaux élaborés

Les matériaux les plus proches du 6Mn6 présentent une microstructure plus ferritique, avec une dureté plus faible. En même temps, la taille de grain est plus élevée (Figure 3-14).

La microstructure et la micro-dureté sont homogènes sur les 4 mm proches du cœur de l'éprouvette cylindrique. On observe aussi la solidification colonnaire après une attaque Béchet-Beaujard. La dimension des grains ferritiques est plus élevée parallèlement au rayon de l'éprouvette que dans la direction tangentielle de l'éprouvette. Ceci traduit un effet d'histoire métallurgique qui n'a pas été exploré plus avant, car probablement effacé par l'austénitisation ultérieure.



Figure 3-14 : Microstructure à l'état brut de solidification, observée par microscopie optique après attaque chimique au Nital 2% des matériaux (a) A80B20 ; (b) A60B40 ; (c) A40B60 ; (d) A20B80

3.6.2. Transformation de phases en chauffage continu

3.6.2.1 Austénitisation en chauffage continu

Les températures de début (Ac_1) et de fin (Ac_3) d'austénitisation des quatre matériaux ont été mesurées par dilatométrie. L'austénitisation complète a été atteinte pour ces quatre matériaux avant 930°C. 5 éprouvettes ont été testées par matériau. (Tableau 3-3)

La température Ac_3 augmente également lorsque la composition chimique se rapproche de celle du 6Mn6, plus rapidement que ne le fait Ac_1 .

Référence	Ac ₁ (°C)	Ac ₃ (°C)
A80B20	746± 10	871± 10
A60B40	751± 10	885± 10
A40B60	755± 10	889± 10
A20B80	754± 10	907± 10

Tableau 3-3 : Températures d'austénitisation des 4 matériaux élaborés

Puisque tous les échantillons sont complètement austénitisés à 930°C (Ac_3 atteinte pour tous), il est possible de calculer la taille des grains d'austénite afin d'identifier la situation microstructurale avant le refroidissement, en fonction de la composition chimique.

La taille de grain d'austénite des aciers faiblement alliés peut être estimée par la formule empirique suivante (qui ne tient pas compte du faible micro-alliage) ¹⁰² :

$$d_{\gamma} = 76671 \cdot \exp\left(-\frac{89098 + 3587C + 1443Cr}{RT}\right) t_{c}^{0,211}$$
(3.6)

- d_{ν} est la taille moyenne des grains d'austénite en μ m ;
- *R* est la constante des gaz parfaits;
- *T* est la température de maintien pendant l'austénitisation en *Kelvin* ;
- *t_c* est la durée de l'austénitisation en secondes ;
- les teneurs des éléments sont en pourcentages massiques.

Selon cette formule, la taille des grains austénitiques varie entre 30µm et 35µm pour tous ces matériaux de synthèse. Ce résultat est très cohérent avec les observations sur les pièces industrielles en 22MnB5 (taille de grain d'austénite mesurée : 30µm à 35µm), ainsi qu'avec les tailles prédites par la Figure 3-1, bien que les compositions chimiques soient différentes.

3.6.2.2 Formules descriptives des températures d'austénitisation

Les quatre matériaux élaborés sont issus de quatre taux de mélange différents entre 22MnB5 et 6Mn6, avec l'ajout d'aluminium, qui génèrent une variation de composition chimique, notamment en carbone, en manganèse, en silicium, en chrome, le niobium et en bore.

Pendant l'austénitisation, les quatre matériaux ont des températures de début (Ac_1) et de fin d'austénitisation (Ac_3) différentes. Quand le taux de 6Mn6 augmente, les températures

d'austénitisation augmentent également, sachant qu'à l'état brut de solidification, les matériaux concernés présentent également une plus grande taille de grain ferritique.

La température Ac_1 , qui correspond au début d'austénitisation par la transformation des zones riches en carbone, est relativement peu influencée par la composition chimique du matériau de mélange. Il est raisonnable de conclure que Ac_1 reste constante pour les quatre matériaux de mélange élaborés :

$$Ac_1 \approx 750^{\circ}C \tag{3.7}$$

Cependant, l'effet est plus visible sur la température Ac_3 qui est plus influencée par la composition chimique via un déplacement de l'équilibre thermodynamique et/ou la modification de la microstructure de départ.

Blen qu'on ne dispose pas de ces données pour un matériau de type 22MnB5 avec ajout d'aluminium, il est ici soupçonné que l'ajout de l'aluminium augmente fortement la température Ac_3 (entre 871°C et 907°C), en comparant les coulées synthétiques avec le métal de base de 22MnB5 (850°C). La teneur en aluminium est quasiment la même pour ces quatre matériaux. Cela rend impossible l'estimation de l'effet de l'aluminium. Cet effet sera étudié dans la section 3.6.

Une seule condition d'austénitisation a été utilisée pour les quatre matériaux élaborés. Il n'est pas possible d'évaluer l'influence de la vitesse de chauffage sur les températures de fin d'austénitisation. Nous nous intéressons donc à la description de la variation du point Ac_3 en fonction de la composition chimique.

Les formules existant sur le calcul de la température Ac_3 , pour les aciers faiblement alliés, sont en général linéaires par rapport aux teneurs massiques des éléments pour des conditions initiales identiques. Selon ces formules, les pondérations affectées aux pourcentages massiques des éléments principaux (en °C/%) sont de l'ordre de ^{103 104 105}:

$$C: \begin{bmatrix} -400; -350 \end{bmatrix}; Mn: \begin{bmatrix} -40; -20 \end{bmatrix}; Si: \begin{bmatrix} 20; 30 \end{bmatrix}; Cr: \begin{bmatrix} -15; 0 \end{bmatrix}; Nb: \begin{bmatrix} 50; 100 \end{bmatrix}; Ti: \begin{bmatrix} 100; 200 \end{bmatrix}$$

En multipliant avec la variation chimique maximum entre ces quatre matériaux (Tableau 3-1), la variation de Ac_3 en °C, liée à la contribution de chaque élément est de :

$$C: [-40; -35]; Mn: [-12; -6]; Si: [3; 5]; Cr: [-2; 0]; Nb: [1; 3]; Ti: [2; 4]$$

Il est raisonnable de négliger l'effet des éléments dont la contribution à la variation de température Ac_3 est faible devant l'incertitude de mesure : le silicium, le chrome, le niobium et le titane.

Ainsi, il est possible de déterminer les coefficients relatifs au carbone et au manganèse, en utilisant les températures Ac_3 mesurées à 10°C/s pour ces quatre matériaux (Figure 3-15).

$$Ac_3 \approx 980^{\circ}C - 370 \cdot C - 28 \cdot Mn \tag{3.8}$$

Pour les mélanges entre 22MnB5 et 6Mn6, la température Ac_3 semble linéaire par rapport au taux de mélange entre les deux matériaux. On rappelle que la formule (3.8) est valable pour un ajout de 0,3% en masse d'aluminium.



Figure 3-15 : Température Ac_3 des quatre matériaux intermédiaires entre 22MnB5 et 6Mn6 à 0,3%AI : comparaison entre les résultats expérimentaux et l'estimation par le calcul

L'estimation par le calcul est en bon accord avec les valeurs expérimentales pour les quatre matériaux intermédiaires entre 22MnB5 et 6Mn6. Du fait de la prise en compte implicite (dans la constante) de l'influence de l'aluminium, cette formule donne des valeurs plus élevées que celles mesurées pour les compositions des métaux de base 22MnB5 et 6Mn6. Cette formule n'est donc valable que pour les matériaux de mélange avec 0,3% d'aluminium.

3.6.3. Transformation de phases en refroidissement continu

Comme décrit dans le Chapitre 2, on détermine une partie du diagramme de transformation de refroidissement continu (TRC) de ces quatre matériaux de synthèse par traitement thermique instrumenté dans le dilatomètre.

Les échantillons (90mm x diamètre 5mm) sont chauffés à 930°C à 10°C/s, puis maintenus à cette température pendant 300 secondes. Selon les résultats précédents sur Ac_3 , cette température de chauffage permet aux échantillons de subir une austénitisation complète.

Ensuite, les échantillons sont refroidis en suivant cinq vitesses de refroidissement (une par échantillon) : 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s, 35°C/s et 50°C/s. Ces cinq vitesses ont été utilisées pour tous les échantillons présentés dans ce chapitre, à part quelques cas (valeurs soulignées dans la suite) pour lesquels la vitesse cible est différente de la vitesse obtenue, du fait d'un problème de réglage de la Gleeble.





Figure 3-16 : Courbes de transformation de phases en refroidissement continu de l'acier A80B20

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{0,5})	Taille de grains de la ferrite (µm)
A80B20	50 °C/s	Ferrite + 35% bainite + rare martensite	255 ^{±10%}	5
	35 °C/s	Ferrite + 30% bainite	250 ^{±10%}	5
	27 °C/s	Ferrite + 20% bainite	230 ^{±10%}	7
	23 °C/s	Ferrite + 15% bainite	220 ^{±10%}	10
	20 °C/s	Ferrite + 15% bainite	200 ^{±10%}	10

Tableau 3-4 : Microstructure et micro-dureté des échantillons A80B20 après le traitement thermique

Avec les vitesses de refroidissement étudiées, l'austénite se décompose principalement en ferrite et bainite. De rares îlots de martensite peuvent être observés à 50°C/s. La microdureté est approximativement en corrélation avec la proportion de bainite, qui est plus dure que la ferrite.





Figure 3-17 : Courbe de transformation de phases en refroidissement continu de l'acier A60B40

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{0,5})	Taille de grains de ferrite (µm)
A60B40	50 °C/s	Ferrite + 20% bainite	225 ^{±10%}	5
	35 °C/s	Ferrite + 19% bainite	215 ^{±10%}	5
	27 °C/s	Ferrite + 15% bainite	210 ^{±10%}	10
	23 °C/s	Ferrite + 14% bainite	200 ^{±10%}	10
	20 °C/s	Ferrite + 12% bainite	190 ^{±10%}	10

Tableau 3-5 : Microstructure et micro-dureté des échantillons A60B40 après le traitement thermique

Avec les vitesses de refroidissement étudiées, l'austénite se décompose principalement en ferrite et bainite. La transformation en martensite n'est pas observée même à 50°C/s. La micro-dureté de la microstructure après le refroidissement est approximativement en corrélation avec la proportion de bainite. On note une faible dépendance des températures de transformation et de la microstructure envers la vitesse de refroidissement.





Figure 3-18 : Courbe de transformation de phases en refroidissement continue de l'acier A40B60

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{0,5})	Taille de grains de ferrite (µm)
A40B60	50 °C/s	Ferrite + 15% bainite	220 ^{±10%}	7
	35 °C/s	Ferrite + 15% bainite	210 ^{±10%}	10
	27 °C/s	Ferrite + 12% Bainite	200 ^{±10%}	10
	23 °C/s	Ferrite + 10% bainite	200 ^{±10%}	10
	20 °C/s	Ferrite + 10% bainite	200 ^{±10%}	10

Tableau 3-6 : Microstructure et micro-dureté des échantillons A40B60 après le traitement thermique

La microstructure de ce matériau est assez similaire au matériau A60B40. Dans la plage de vitesse de refroidissement étudiée, l'austénite se décompose en ferrite et bainite. La sensibilité de la microstructure et de la microdureté envers la vitesse de refroidissement est plus faible que pour les compositions chimiques précédentes.





E'			f totte	<i>C</i>	N
Figure 3-19 : Co	ourbe de transformatior	i de bhases el	n retrolaissement	continue de	1 acier A20B80
J					

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{0,5})	Taille de grains de ferrite (µm)
A20B80	50 °C/s	Ferrite + 10% bainite	210 ^{±10%}	10
	35 °C/s	Ferrite + 10% bainite	190 ^{±10%}	10
	27 °C/s	Ferrite + 8% Bainite	185 ^{±10%}	10
	23 °C/s	Ferrite + 7% bainite	185 ^{±10%}	10
	20 °C/s	Ferrite + 5% bainite	180 ^{±10%}	10

Tableau 3-7 : Microstructure et micro-dureté des échantillons A20B80 après le traitement thermique

Il s'agit du matériau contenant le plus de 6Mn6 parmi les quatre matériaux élaborés. La microstructure après le refroidissement contient encore plus de ferrite que celles des trois autres matériaux de mélange.

3.6.3.5 Effet de la composition chimique sur la décomposition de l'austénite

Les traitements thermiques ont été effectués avec des vitesses de refroidissement entre 20°C/s et 50°C/s. Tous les échantillons traités présentent des microstructures ferritobainitiques. Le point M_s n'est atteint que pour un seul échantillon à forte proportion de 22MnB5 et à forte vitesse de refroidissement.

On superpose les courbes de transformation de phases en refroidissement continu des quatre matériaux de composition intermédiaire entre 22MnB5 et 6Mn6 sur les figures 3-20 et 3-21.



Figure 3-20 : Températures du début de décomposition de l'austénite en refroidissement continu (Ar_3) des quatre matériaux élaborés



Figure 3-21 : Températures du début d'apparition de la bainite en refroidissement continu des quatre matériaux élaborés

Les températures des débuts de transformations ferritique (Ar_3) et bainitique (on appelle ici cette température « B_s » de façon pratique, en sachant que cela n'est pas le « vrai » B_s au sens usuel car de la ferrite s'est formée avant la bainite) sont influencées à la fois par la composition chimique et par la vitesse de refroidissement. Une plus grande proportion de 22MnB5 mène à des plus basses valeurs de Ar_3 et de B_s . Ces deux températures sont aussi réduites lorsque la vitesse de refroidissement est plus élevée.

L'augmentation de la teneur en éléments gamma-gènes tels que le carbone et le manganèse retarde la décomposition de l'austénite et permet ainsi de diminuer la température $Ar_3^{106\ 107}$

L'aluminium élargit le domaine de stabilité de la ferrite, et augmente la température Ar_3 . En même temps, l'aluminium produit un autre effet, qui est d'accélérer la transformation ferritique ¹⁰⁹. Comme les températures de transformation de phases du métal 6Mn6 pur ne suivent pas la même tendance que celles de ces quatre matériaux intermédiaires (Figure 3-12), nous soupçonnons ici que les températures Ar_3 et B_s des matériaux intermédiaires sont déjà influencées par la teneur en aluminium, de 0,3% dans le cas présent. Cela sera étudié au Chapitre 3.6.

Il est possible d'estimer la température du début de décomposition de l'austénite (Ar_3) par un calcul à partir de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. Dans notre cas, les quatre matériaux intermédiaires ont des tailles de grain d'austénite similaires, de 30µm à 35µm à la fin de l'austénitisation. Il n'est donc pas possible d'évaluer l'influence de la microstructure en fin d'austénitisation. L'effet de la composition chimique, déjà évalué par de nombreuses formules empiriques pour les aciers faiblement alliés ¹¹⁰ ¹¹¹ ¹¹² ¹¹³ ¹¹⁴ ¹¹⁵ ¹¹⁶, peut être décrit ici par une fonction de la forme :

$$Ar_{3} = T_{A} + X_{C}^{Ar3} \cdot C + X_{Mn}^{Ar3} \cdot Mn + X_{Si}^{Ar3} \cdot Si + X_{Cr}^{Ar3} \cdot Cr + X_{Nb}^{Ar3} \cdot Nb + X_{B}^{Ar3} \cdot B + X_{CMn}^{Ar3} \cdot C \cdot Mn + X_{V}^{Ar3} \ln(V_{R})$$
(3.9)

- Ar₃ est la température de début de décomposition de l'austénite en ferrite en °C;
- les teneurs des éléments sont en pourcentages massiques ;
- V_{R} est la vitesse de refroidissement en °C/s ;

Les coefficients multiplicateurs sur le pourcentage massique des éléments principaux sont de l'ordre de [64-70]:

$$C: [-600; -100]; Mn: [-100; -20]; Si: [20; 50]; Cr: [-30; -10]; C \cdot Mn: [150; 400]$$

Il est mentionné dans ces publications que le bore a un effet réducteur sur la température Ar_3 ,¹¹⁷ mais cet effet n'a pas été quantifié.

Le niobium joue un rôle important sur la croissance de l'austénite. Il n'est pas inclus dans la formule car son effet est peu significatif si la durée de l'austénitisation n'est pas importante¹¹⁸ ou si la température d'austénitisation est basse, ce qui est le cas dans notre étude.

En multipliant par la variation de composition chimique entre ces quatre matériaux élaborés (Tableau 3-1), la variation attendue sur Ac_3 liée à l'influence de chaque élément est de (°C/%) :

 $C:[-60;-10]; Mn:[-30;-6]; Si:[5;8]; Cr:[-4;-1]; C \cdot Mn:[5;12];$

Il est raisonnable de négliger l'effet du chrome dans la formule dans le cas des matériaux étudiés. Ainsi, il est possible de déterminer les coefficients par régression, avec les valeurs de Ar_3 mesurée pour ces quatre matériaux :

$$Ar_3 \approx 1086 - 512C - 41Mn - 25000B - 260C \cdot Mn - 37\ln(V_R)$$
(3.10)

La fiabilité de la quantification des influences de $C \cdot Mn$ et de *B* est discutable en raison de la variation faible de leurs teneurs entre les quatre matériaux élaborés. Les coefficients dans cette formule de calcul restent exploratoires. Si l'on fait abstraction de ces deux contributions, qui restent faibles, le modèle est une fonction quadratique de la composition chimique via le produit C.Mn, et linéaire à la fois envers le taux de mélange entre les deux aciers de base, et envers le logarithme de la vitesse de refroidissement.



Figure 3-22 : Températures Ar_3 : mesures expérimentales et estimation par le calcul (3.10) pour les matériaux modèles : (a)A80B20, (b) A60B40, (c) A40B60, (d) A20B80

Les valeurs données par l'équation (3.10) sont cohérentes avec les résultats expérimentaux. (Figure 3-22). L'écart (entre le résultat du calcul et les données expérimentales) reste dans l'incertitude de mesure. Il est donc possible d'estimer la température du début de décomposition de l'austénite par l'équation (3.10) pour les compositions chimiques intermédiaires entre 22MnB5 et 6Mn6.

3.6.3.6 Description de la température de début de formation de la bainite

La bainite est formée pour les quatre compositions chimiques dans le domaine de vitesses de refroidissement testé. La formation de bainite est notamment favorisée par le carbone, le manganèse, le chrome, le bore et le niobium¹¹⁹ ¹²⁰ ¹²¹ ¹²² ¹²³.

L'aluminium, même à raison d'une teneur relativement faible (0,3% dans notre étude) augmente la température de formation de la bainite supérieure.¹²⁴

Un phénomène intéressant est l'interaction entre le bore et le niobium sur la transformation de l'austénite en bainite. Il a été observé que pendant le refroidissement continu, l'addition de bore baisse légèrement la température du début de transformation¹²⁵. Mais l'addition combinée du bore et du niobium baisse de façon assez significative la température de transformation. Une explication à ce phénomène de synergie est que l'ajout de niobium en solution solide ou sous forme de composé Nb(C,N) permet de protéger le bore notamment vis-à-vis de l'azote, et favoriser la formation de précipités très fins de carbures de bore. Ces atomes de bore ou précipités fins de bore couvrent les joints des grains d'austénite. Par conséquent, les sites de germination pour la formation de bainite sont significativement réduits¹²⁶. Ce mécanisme pourrait aussi être actif pour la formation de ferrite, mais cela n'a pas été étudié. (cf. Chapitre 3.2.1)

Les formules empiriques publiées sur la température de transformation en bainite pour les aciers faiblement alliés, sont en fait basées sur la transformation directe de l'austénite en bainite, en tenant compte de la composition chimique, de l'état d'austénitisation, ainsi que la vitesse de refroidissement. ¹²⁷ ¹²⁸ ¹²⁹ ¹³⁰ ¹³¹ ¹³² ¹³³ ¹³⁴

Dans notre cas, l'apparition de la transformation intervient après que la ferrite commence à se former. On appelle ici cette température « B_s » de façon pratique, en sachant que cela n'est pas le « vrai » B_s au sens usuel. La bainite commence à se former à partir de l'austénite déjà enrichie en carbone rejeté par la ferrite. La vraie teneur en carbone dans l'austénite est le résultat de sa transformation partielle en ferrite entre Ar_3 et « B_s ». Cette condition est plus complexe que la transformation directe de l'austénite initiale, y compris en ce qui concerne la germination de la bainite.

On essaie ici d'estimer la température du début de la transformation de bainite « B_s » de ces quatre matériaux intermédiaires, d'une manière simple, par une formule de la forme :

$$B_{S} = T_{B} + X_{C}^{B_{S}} \cdot C + X_{Mn}^{B_{S}} \cdot Mn + X_{Si}^{B_{S}} \cdot Si + X_{Cr}^{B_{S}} \cdot Cr + X_{Nb,B}^{B_{S}} \cdot Nb \cdot B + X_{V}^{B_{S}} \ln(V_{R})$$
(3.11)

- B_s est la température de début de formation de la bainite en °C.

- les teneurs des éléments sont en pourcentages massiques ;

lci nous ne prenons pas explicitement en compte l'aluminium dont la teneur est identique pour les quatre matériaux.

Ainsi, les coefficients sont déterminés par régression, avec les températures « B_s » mesurées de ces quatre matériaux, en °C :

$$B_{S} = T_{0} - 1056C - 25Mn - 43Si - 30Cr - 514000B \cdot Nb - X_{V} \cdot \ln(V_{R})$$
(3.12)

Il est raisonnable de négliger les contributions du silicium et du chrome en considérant la faible variation de leurs teneurs entre les quatre matériaux élaborés. En même temps, le coefficient sur le couple $B \cdot Nb$ est complètement exploratoire et le terme correspondant donne aussi une variation de température très faible (<10°*C*).

Par conséquent, le modèle a été simplifié à deux variables, le carbone et la vitesse de refroidissement, de la manière suivante:

$$B_{\rm s} \approx 955 + 1100 \cdot C + 48 \ln(V_{\rm R}) \tag{3.13}$$

Comme pour la température Ar_3 , ce modèle simplifié est linéaire à la fois envers le taux de mélange entre les deux aciers de base, et envers la valeur logarithmique de la vitesse de refroidissement.



Figure 3-23 : Températures « B_s » expérimentales et calculées des matériaux élaborés : (a) A80B20, (b) A60B40, (c) A40B60, (d) A20B80

Il est difficile d'établir un modèle de calcul simplifié basé sur la composition chimique à l'état initial du matériau pour cette température qui n'est pas la vraie B_s . Le calcul simplifié montre un écart non négligeable avec les valeurs mesurées. (Figure 3-23) Un calcul thermocinétique serait nécessaire pour une prédiction précise. Néanmoins, dans notre cas, il nous suffit de déterminer la plage de température où la bainite commence à apparaitre, dans le but de mieux prédire la morphologie de la microstructure.

3.6.3.7 Microstructure après le traitement thermique

L'essentiel des échantillons des quatre matériaux élaborés sont transformés en une microstructure de mélange entre ferrite et bainite. (Figure 3-24)



Figure 3-24 : Micrographies optiques des quatre matériaux transformés avec une vitesse de refroidissement de 35°C/s (a) A80B20, (b) A60B40, (c) A40B60, (d) A20B80, après une attaque chimique Nital 2%

On trouve quelques îlots de martensite uniquement dans la coulée à plus haut carbone et à plus grande vitesse de refroidissement.

Après le traitement thermique, on ne voit pas de trace de la solidification lors de l'élaboration. La microstructure est équiaxe.

La répartition entre la ferrite et la bainite est gouvernée à la fois par la composition chimique, intermédiaire entre les deux aciers de base à part l'addition d'aluminium, et par la vitesse de refroidissement lors de la transformation (Figure 3-25).

Pour une même vitesse de refroidissement, les matériaux élaborés à plus forte proportion de 22MnB5 se transforment en une microstructure contenant plus de bainite (identifiée par microscopie et microdureté). Plus la proportion du 6Mn6 est importante, plus la taille de grain de ferrite est élevée. (Figure 3-24)



Figure 3-25 : Observation optique des microstructures du matériau A60B40 transformé avec des vitesses de refroidissement de (a) 23°C/s, (b) 27°C/s, (c) 35°C/s, (d) 50°C/s, après une attaque chimique Nital 2%

3.6.3.8 Estimation paramétrique de la fraction de bainite

Puisque la microstructure finale est un mélange de ferrite et de bainite, la proportion de bainite transformée peut être calculée par la proportion volumique de ferrite, qui est gouvernée par la cinétique de décomposition de l'austénite et le temps disponible pour la transformation ferritique.

On peut estimer la proportion volumique de bainite par un modèle empirique :

$$\chi_B = a \cdot \ln\left(\frac{V_R}{b}\right) \left(P_{22MnB5} + c\right) \tag{3.14}$$

- χ_B est la fraction volumique de bainite
- V_R est la vitesse de refroidissement en °C/s
- P_{22MnB5} est le taux de mélange de 22MnB5 dans le matériau élaboré

L'ajustement sur les résultats expérimentaux donne les valeurs suivantes:

$$a = 0,35$$
; $b = 13$; $c = 0$



Figure 3-26 : Fraction volumique de bainite dans les matériaux élaborés (a)A80B20, (b) A60B40, (c) A40B60, (d) A20B80 après le traitement thermique en fonction de la vitesse de refroidissement : comparaison entre les valeurs mesurées et celles calculées selon l'équation ci-avant.

Une bonne cohérence est observée entre les valeurs mesurées et celles estimées par le calcul. (Figure 3-27)

Comme la microstructure de tous les matériaux après le traitement thermique est composée presque exclusivement de bainite et de ferrite, une autre méthode possible pour calculer la fraction volumique de bainite est d'estimer la proportion de ferrite, pour ensuite en déduire celle de bainite.

La formule empirique, notamment utilisée dans le domaine du soudage, sur le refroidissement de la zone affectée thermiquement, basée sur la concurrence de transformation de l'austénite en ferrite et en bainite,¹³⁵ ce qui est le cas dans la présente étude où les matériaux sont transformés d'abord partiellement en ferrite puis en bainite, pourrait être présentée comme ci-dessous :

$$\chi_{FP} = a + b \cdot \arctan\left(c \cdot \frac{\ln(\Delta t_{800^\circ C - 500^\circ C}) - \ln(\Delta t_{FP})}{\ln(\Delta t_A) - \ln(\Delta t_{FP})} + d\right)$$
(3.15)

- χ_{FP} est la fraction volumique de ferrite/perlite.

- $\Delta t_{800^\circ C-500^\circ C}$ est le temps de refroidissement de 800°C à 500°C en secondes
- Δt_{FP} est le temps minimal de refroidissement nécessaire pour la transformation de l'austénite au moins partielle en ferrite, en secondes
- Δt_A est le temps de refroidissement minimal nécessaire pour la transformation de l'austénite entièrement en ferrite, en secondes

$$\chi_B = 1 - \chi_{FP} = a' + b' \cdot \arctan\left(c' \cdot \frac{\ln(\Delta t_{800^\circ C - 500^\circ C}) - \ln(\Delta t_{FP})}{\ln(\Delta t_A) - \ln(\Delta t_{FP})} + d'\right)$$
(3.16)

Dans la présente étude, la durée $\Delta t_{800^\circ C-500^\circ C}$ peut être présentée par $\frac{\Delta T}{V_R}$, où $\Delta T = 300^\circ C$.

Mais les essais expérimentaux ne permettent pas de déterminer les durées Δt_{FP} ou Δt_A . Une hypothèse basée sur les résultats expérimentaux pourrait être que les différents taux de mélange affectent peu la forme des diagrammes TRC. Par conséquent, le rapport $\frac{\Delta t_A}{\Delta t_{FP}}$ resterait peu variable entre les quatre matériaux élaborés et sera ici considéré comme

constant. En même temps, la durée Δt_{FP} peut être représentée par $\frac{\Delta T}{V_{FP}}$, V_{FP} est la vitesse

de refroidissement minimale pour la transformation au moins partielle en ferrite, et devrait être gouvernée par la composition chimique du matériau, représentée par un carbone équivalent C_{eq} . Ainsi :

$$\chi_B = 1 - \chi_{FP} = a' + b' \cdot \arctan\left(c' \cdot \left(C_{eq} + e' - \ln(V_R)\right) + d'\right)$$
(3.17)

Une formule empirique est ainsi identifiée en ajustant les coefficients avec des résultats expérimentaux :

$$\chi_B = 0.5 + 0.48 \cdot \arctan\left(0.72\left(\left(C_{eq} + 4.2\right) - \ln\left(V_R\right)\right) - 2\right)$$
(3.18)

Le carbone équivalent est calculé par la formule ci-dessous¹³⁶ ¹³⁷, en prenant en compte uniquement les éléments d'alliage principaux de ces matériaux :

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr}{8} + \frac{Si}{24} + \frac{Nb}{3}$$
(3.19)

Les teneurs des éléments sont en pourcentages massiques. L'effet de l'aluminium n'est pas explicitement pris en compte par ce modèle.

Les estimations à l'aide de ces formules montrent une meilleure cohérence avec les valeurs mesurées, comparé avec le modèle précédent, sur les microstructures majoritairement ferritiques. Par contre, pour les microstructures à proportion importante de bainite (>30 vol%), il y a un écart significatif entre le modèle et les données expérimentales. (Figure 3-27) La population des données mesurées ne nous permet pas de calibrer ce modèle dans ce domaine. Ce modèle sera rediscuté dans le Chapitre 3.6.



Figure 3-27 : Fraction volumique de bainite dans les matériaux élaborés (a)A80B20, (b) A60B40, (c) A40B60, (d) A20B80 après le traitement thermique en fonction de la vitesse de refroidissement : comparaison entre les valeurs mesurées et celles calculées selon l'équation (3.18).

3.6.3.9 Micro-dureté de la microstructure transformée

La micro-dureté moyenne des microstructures transformées peut être estimée à l'aide de la répartition de la microstructure entre ferrite et bainite, et de la micro-dureté de chacun de ces deux constituants¹³⁸, HV_F pour la ferrite, et HV_B pour la bainite.

On trouve très peu de martensite dans la microstructure des échantillons traités thermiquement. La fraction de martensite χ_M est négligée ici. Le modèle considère donc deux contributions, liées à la fraction de ferrite, χ_F , et à la fraction de bainite, χ_B :

$$HV = \chi_F \cdot HV_F + \chi_B \cdot HV_B \tag{3.20}$$

Les duretés respectives de la ferrite et de la bainite ont été exprimées dans la littérature en fonction de leur composition chimique, notamment en carbone, et de la vitesse de refroidissement.

Une formule empirique basée sur la formule existante (Blondeau) ¹³⁹ est utilisée en ajustant les coefficients sur nos résultats expérimentaux :

$$HV_F = 91 \cdot C_{eq} + 7.8 \cdot \ln(V_R) + 114, \qquad (3.21)$$

$$HV_{B} = 197 \cdot C_{eq} + 41 \cdot \ln(V_{R}) + 117, \qquad (3.22)$$

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr}{8} + \frac{Si}{24} + \frac{Nb}{3}$$
(3.23)

Ici la dureté de la bainite est une estimation à partir de la teneur globale en carbone, donc sans tenir compte de la teneur en carbone réelle dans la bainite, après la formation de ferrite quasiment dépourvue de carbone.

Les fractions volumiques de ferrite et de bainite χ_F et χ_B sont celles calculées par les formules données par le précédent modèle.

Les estimations sont globalement en cohérence par rapport aux résultats expérimentaux. En revanche, la forme de la courbe n'est toujours pas bonne pour A80B20, matériau contenant la plus forte proportion de 22MnB5. (Figure 3-28)



Figure 3-28 : Micro-dureté moyenne des quatre matériaux élaborés (a) A80B20, (b) A60B40, (c) A40B60, (d) A20B80 après le traitement thermique en fonction de la vitesse de refroidissement

En raison de l'imprécision de calcul de la fraction volumique de bainite, pour les plus hautes valeurs, par le modèle précédent, les micro-duretés calculées s'écartent davantage des valeurs expérimentales pour les microstructures à haute proportion de bainite (>30 vol%).

3.6.3.10 Conclusions

Les quatre matériaux intermédiaires entre 22MnB5 et 6Mn6 ont des comportements métallurgiques similaires. Après le traitement thermique avec une vitesse de refroidissement entre 20°C/s et 50°C/s, la microstructure est toujours un mélange de ferrite et de bainite.

Les températures de transformation de phases pour la ferrite et la bainite sont très élevées. (entre 680°C et 830°C pour Ar_3 , et entre 540°C et 750°C pour l'apparition de la bainite « B_s »). Ces températures sont d'abord influencées par la composition chimique, notamment la teneur en carbone, et en second degré, par la vitesse de refroidissement.

A part le matériau A80B20 traité avec des vitesses de refroidissement élevées, les 3 autres matériaux ont des microstructures relativement proches, à fractions volumiques de bainite similaires. Un modèle empirique a permis la description paramétrique de la microstructure (fraction volumique de bainite) après le traitement thermique, en fonction de la composition chimique (taux de mélange entre les deux aciers de base) et de la vitesse de refroidissement. (Figure 3-29)



Figure 3-29 : Corrélation entre la fraction volumique de bainite mesurée et celle estimée à partir de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement

L'accord entre les estimations et les mesures expérimentales est satisfaisant, à part pour A80B20 aux vitesses de refroidissement les plus élevées.

La même conclusion peut être tirée pour la micro-dureté de ces matériaux. Les microduretés, fortement dépendantes de la fraction volumique de bainite, sont assez proches les unes des autres, à part pour le matériau A80B20 traité avec des vitesses de refroidissement élevées. Une description empirique permet d'estimer la micro-dureté des matériaux intermédiaires, après le traitement thermique, en utilisant la fraction volumique de bainite calculée par le modèle précédent, basé sur la composition chimique (taux de mélange entre les deux aciers de base) et la vitesse de refroidissement. (Figure 3-30). Dans le paragraphe suivant, on évaluera la capacité de ce modèle à prévoir les propriétés de joints soudés réels dans ces domaines de composition.



Figure 3-30 : Corrélation entre la micro-dureté mesurée et celle estimée à partir de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement

3.6.4. Microstructure des joints soudés réels entre tôles de 22MnB5 et 6Mn6

Selon les observations micrographiques et les mesures de micro-dureté, les joints soudés d'assemblage hétérogène de 22MnB5 et 6Mn6 sont des matériaux complexes en termes de microstructure et aussi de comportement mécanique.

Dans l'étude, on ne s'intéresse qu'à la zone fondue, non à la zone affectée thermiquement, qui n'est plus visible après le traitement thermique final.

Après le traitement thermique, la microstructure du métal de base 6Mn6 est majoritairement ferritique tandis que celle du métal de base 22MnB5 est complètement martensitique. Le
joint soudé, issu du mélange potentiellement imparfait entre les deux matériaux, présente une microstructure globalement hétérogène ferrito-bainitique. La proportion entre fractions de ferrite et de bainite dépend du taux de mélange local entre les deux métaux de base et du cycle thermique appliqué à la pièce, notamment de la vitesse de refroidissement. Les observations microstructurales montrent une très légère tendance sur la répartition ferrite/bainite et la taille des grains : en allant depuis le 6Mn6 vers le 22MnB5, on trouverait plus de grains bainitiques et la taille de grains est affinée. Une vitesse de refroidissement plus élevée, à 50°C/s par exemple, permet de générer une plus grande proportion de bainite, ainsi une dureté plus importante. (Figure 3-31)

L'analyse de joints soudés entre 22MnB5 1,8 mm et 6Mn6 1,5 mm (proche d'un A55B45), traités thermiquement et refroidis aux alentours de 50°C/s montre des microstructures en cohérence avec les résultats obtenus avec les coulées synthétiques. Le joint soudé présente une bonne homogénéité microstructurale. Néanmoins, il est difficile de prédire la composition microstructurale exacte dans toutes les zones d'un joint soudé sans effectuer une analyse chimique plus précise.



Figure 3-31 : Vue en coupe d'un joint soudé entre 22MnB5 1,8mm et 6Mn6 1,5mm après le traitement thermique au cycle thermique conventionnel (austénitisation à 930°C pendant 5 minutes puis refroidissement à environ 50°C/s): (a) microscopie optique après attaque Nital 5%; (b), (c) et (d) analyse par EBSD sur 3 zones dans le joint soudé marquées sur l'image (a) : (b) zone 1 ; (c) zone 2 : (d) zone 3. (e) code de couleurs des trois images EBSD

3.6.5. Discussion

Les modèles précédents permettent de calculer les températures de principaux changements de phases des matériaux issus du mélange de 22MnB5 et 6Mn6, avec l'addition de l'aluminium, d'estimer la microstructure et la micro-dureté après le traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud.

Les valeurs calculées ont un bon niveau de cohérence avec les résultats expérimentaux.

L'analyse des résultats et leur représentation paramétrique en fonction de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement démontrent l'origine du phénomène de l'homogénéité microstructurale dans les joints soudés réels en 22MnB5 et 6Mn6 après le traitement thermique : la robustesse de la composition microstructurale vis-à-vis des variations de composition chimique et de vitesse de refroidissement (Figure 3-32).



Figure 3-32 : Micro-dureté estimée par le modèle en fonction de la vitesse de refroidissement (calculée)

Seuls les résultats des matériaux riches en 22MnB5 combinés avec une vitesse de refroidissement supérieure à 50°C/s sont moins cohérents avec l'estimation. Mais en pratique on ne rencontrera pas ce cas sur des vrais joints soudés.

Pour les autres matériaux intermédiaires, la micro-dureté est peu sensible à la composition chimique (variation de moins de 50HV), du fait de la grande robustesse du 6Mn6 vis-à-vis du traitement thermique. Dans la plupart de cas, les joints soudés réels ont un rapport de mélange entre A40B60 et A60B40, ce qui réduit encore la dispersion possible des valeurs de micro-dureté.

Cette homogénéité microstructurale mène par conséquent à l'homogénéité de la microdureté des quatre aciers de mélange. Après le traitement thermique avec une vitesse de refroidissement donnée, comme la composition de la ferrite varie peu et que la bainite est généralement très minoritaire, de très faibles variations de micro-dureté sont générées. Ceci permet d'expliquer l'effet de « palier » de la micro-dureté observé dans le joint soudé entre 22MnB5 et 6Mn6, avec l'addition d'environ 0,3% d'aluminium. La contribution de la ferrite est toujours prépondérante sur la dureté, d'où cette stabilité de la dureté tout le long du joint soudé.

Il est maintenant très intéressant de regarder plus en détail le comportement mécanique de ces aciers synthétiques issus de différents taux de mélange entre les deux métaux de base. Si l'homogénéité microstructurale mène à une homogénéité de l'ensemble du comportement mécanique, peu dépendant envers la composition chimique locale ou envers la vitesse de refroidissement, alors il sera possible d'utiliser une seule loi de comportement sur l'ensemble du joint soudé dans le calcul de structure. Ce point sera abordé dans le chapitre suivant.

3.7. Comportement métallurgique du mélange de 22MnB5 avec carbone et/ou aluminium

3.7.1. Composition chimique des matériaux de synthèse

L'étude porte sur la compréhension de l'influence de la teneur en aluminium et/ou en carbone sur le comportement métallurgique des matériaux de base 22MnB5.

Onze matériaux de synthèse à base de 22MnB5, avec l'ajout d'aluminium et/ou de carbone ont été élaborés sous la forme de coulées de laboratoire.

Pour rappel, l'objectif de fabrication des coulées synthétiques est de modifier la teneur en carbone et en aluminium du métal de base, par ajout de ces éléments de la manière la plus homogène possible, la teneur des autres éléments restent alors quasiment constantes.

Une matrice de compositions chimiques à différentes teneurs de carbone/aluminium a donc été créée pour étudier séparément l'influence de ces deux éléments sur le comportement métallurgique, ainsi que l'interaction entre ces deux éléments.

Cependant, des incidents se sont produits pendant l'élaboration de certaines coulées de synthèse, comme (dans certains cas) une perte de carbone. La composition chimique des matériaux obtenus est donc parfois légèrement différente des cibles.

Les teneurs en éléments principaux des coulées élaborées sont les suivantes : (Tableau 3-8)

Référence	С	AI	Mn	Si	Cr	Nb	Ti	В
22C	0,22	0,041	1,2	0,27	0,15	0,003	0,043	0,003
30C	0,30	0,038	1,2	0,26	0,18	0,003	0,045	0,003
36C	0,36	0,051	1,2	0,26	0,17	0,003	0,040	0,003
20C16AI	0,20	0,16	1,2	0,45	0,28	0,003	0,049	0,003
19C20AI	0,19	0,20	1,2	0,33	0,26	0,003	0,051	0,003
19C53AI	0,19	0,53	1,2	0,27	0,20	0,003	0,055	0,003
18C73AI	0,18	0,73	1,2	0,34	0,19	0,003	0,052	0,003
25C29AI	0,25	0,29	1,2	0,51	0,12	0,003	0,025	0,003
30C28AI	0,30	0,28	1,2	0,49	0,11	0,003	0,037	0,003
30C63AI	0,30	0,63	1,2	0,42	0,08	0,003	0,033	0,003
38C60AI	0,38	0,60	1,2	0,47	0,10	0,003	0,035	0,003

Tableau 3-8 : Composition chimique (éléments principaux) des onze matériaux élaborés, en pourcentages massiques



Figure 3-33 : Matrice de compositions chimiques élaborées

La première série de matériaux élaborés comprend les matériaux à base de 22MnB5 avec uniquement la modification de la teneur en carbone, permettant d'étudier l'effet du carbone seul sur le comportement métallurgique et les propriétés mécaniques. Elle comprend les matériaux 22C, 30C et 36C. Cette série parcourt une plage de teneurs en carbone entre 0,22% et 0,36% en masse. Les trois matériaux contiennent aussi environ 0,05% d'aluminium, comme l'acier 22MnB5.

La seconde série comprend les matériaux à base de 22MnB5 avec uniquement une modification de la teneur en aluminium, permettant d'isoler l'effet de l'aluminium. Néanmoins, des incidents de perte de carbone se sont produits. Par conséquent, la teneur en carbone de ces coulées est légèrement plus faible que celle du 22MnB5. Cette catégorie comprend les matériaux 22C16Al, 19C20Al, 19C53Al et 18C73Al, contenant entre 0,16 % et 0,73% en masse d'aluminium.

La dernière série comprend les matériaux avec à la fois une modification de la teneur en carbone et une modification de la teneur en aluminium. L'objectif est d'étudier l'interaction entre ces deux éléments vis-à-vis des comportements métallurgique et mécanique. Les matériaux 25C29AI, 31C28AI, 30C63AI et 38C60AI forment un nuage de teneurs en carbone entre 0,25% et 0,38% en masse, et de teneur en aluminium entre 0,28% et 0,63% en masse. (Figure 3-33)

Dans l'ensemble des coulées, on note qu'il est possible d'étudier l'effet de l'aluminium sur trois compositions à 0,3% de carbone, ainsi que l'effet du carbone à 0,6% d'aluminium.

On commence par l'étude des matériaux à teneur en carbone variable, qui nous permet de comparer les résultats avec la référence sur le métal de base 22MnB5, afin de valider la démarche « crayon » sur le comportement métallurgique.

Ensuite, on continue avec les matériaux à teneur en aluminium variable, et ceux à la fois variables en aluminium et en carbone.

3.7.2. Matériaux à teneur en carbone variable

3.7.2.1 Matériau 22C

Le matériau 22C est issu de l'élaboration d'une coulée synthétique à base de l'acier 22MnB5 sans modification de composition chimique. La microstructure brute de solidification consiste en un mélange de 30% de ferrite, 50% de bainite et 20% de martensite. (Figure 3-34)



Figure 3-34 : Microstructure du 22C à l'état brut de solidification

Les échantillons sont chauffés dans le dilatomètre, de l'ambiante jusqu'à 930°C avec une vitesse de chauffage à 10°C/s. Respectivement, les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation de l'acier 22C sont de 725°C et 845°C en moyenne. La température Ac_3 est similaire à celles mesurées dans les mêmes conditions de cycle thermique pour le métal de base industriel 22MnB5 laminé à froid et recuit. Mais la température Ac_1 est plus faible que celle du 22MnB5 en raison de la plus importante proportion des zones non ferritiques. (cf. Chapitre 3.4.1.2)

Par la suite, on essaie de reproduire une partie du diagramme de transformation de refroidissement continu (TRC) de l'acier 22C. Les échantillons sont austénitisés à 930°C pendant 300 secondes. Selon le résultat obtenu par chauffage continu, cette température de chauffage permet aux échantillons d'obtenir l'austénitisation complète. La taille de grain d'austénite est de l'ordre de 35µm.

Les résultats obtenus par dilatométrie sur la coulée synthétique sont globalement cohérents avec le diagramme TRC obtenu sur des échantillons issus du laminage à froid (en bleu dans la Figure 3-35). La vitesse critique de trempe martensitique pour le matériau 22C est d'environ 27°C/s : pour une vitesse égale ou supérieure à 27°C/s, le matériau se transforme complètement en martensite.

Si la vitesse de refroidissement est entre 10°C/s et 27°C/s, alors une partie de l'austénite se décompose en bainite. La microstructure à l'issue de ces traitements thermiques consiste en un mélange de bainite supérieure et de martensite. (Tableau 3-9)

La température du début de la transformation martensitique M_s (ici 370°C) est légèrement inférieure à celle de la bibliographie (400°C). Cela peut être dû à la taille de grain d'austénite avant la transformation. Dans notre cas, nous avons la taille de grain comparable à celle d'un joint soudé par laser. Le diagramme de TRC de 22MnB5 a été obtenu en utilisant des tôles d'acier 22MnB5, la taille de grains d'austénite avec le même cycle thermique est souvent plus élevée, entre 50µm et 100µm.



Figure 3-35 : Courbe TRC de l'acier 22C tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe de TRC du 22MnB5 laminé à froid et recuit (lignes bleues)

Les microstructures obtenues à des vitesses de refroidissement entre 10°C/s et 35°C/s sont cohérentes avec celles de l'acier 22MnB5 traité dans les mêmes conditions. La cohérence avec la courbe TRC de 22MnB5 nous laisse imaginer qu'une transformation partielle en ferrite devrait avoir lieu si la vitesse de refroidissement était inférieure à 10°C/s.

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	35 °C/s	Martensite	490
22C	27 °C/s	Martensite	488
	23 °C/s	Martensite + rare bainite	478
	20 °C/s	Martensite + 20% bainite	443
	10 °C/s	Bainite + rare martensite	332

Tableau 3-9 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 22C après le traitement thermique

3.7.2.2 Matériau 30C

Le matériau 30C est issu de l'élaboration d'une coulée synthétique à base de l'acier 22MnB5 avec ajout de carbone jusqu'à 0,30% sans modification de la teneur chimique en d'autres éléments. La microstructure brute de solidification est un mélange de 30% de ferrite, 40% de bainite et 30% de martensite. (Figure 3-36 a)

La composition chimique de ce matériau est similaire à l'acier de grade 30MnB5 disponible sous forme de tôle. Cependant, pour comparaison, l'acier 30MnB5 laminé à chaud puis recuit à froid présente une microstructure ferrito-perlitique.¹⁴⁰ (Figure 3-36 b)



Figure 3-36 : Microstructure (a) du 30C à l'état brut de solidification ; (b) du 30MnB5 à l'état brut de livraison : les zones blanches sont des grains de ferrite, les zones noires sont des colonies de perlite

Cette différence de microstructure est due au cycle thermomécanique appliqué lors de la fabrication de ces matériaux.

Les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation de l'acier 30C sont de 745°C et 815°C en moyenne. L'augmentation en carbone influence peu la valeur de Ac_1 , cependant, on peut voir un effet significatif sur la valeur de Ac_3 .

En ajoutant plus de carbone dans l'acier élaboré, la courbe de début de transformation de phases au refroidissement est décalée vers la droite (vitesse critique de trempe martensitique) et en même temps légèrement vers le bas (M_s). Avec une vitesse de refroidissement supérieure à 20°C/s, le matériau est totalement transformé en martensite. Il semble que la vitesse critique de trempe martensite soit située entre 20°C/s et 10°C/s, donc au moins 7°C/s inférieure à celle du 22C. (Figure 3-37)



Austénitisation à 930°C, 300s, taille de grain γ = 35µm

Figure 3-37 : Courbe TRC du matériau 30C tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe de TRC tracée du 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	35 °C/s	Martensite	580
30C	27 °C/s	Martensite	575
	23 °C/s	Martensite	580
	20 °C/s	Martensite	565
	10 °C/s	Martensite + 50% bainite	438

Tableau 3-10 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 30C après le traitement thermique

La température M_s est d'environ 20°C (350°C) inférieure à celle de 22C (370°C) en raison d'une plus forte teneur en carbone dans l'austénite.

La transformation en bainite a eu lieu uniquement pour la vitesse de refroidissement de 10°C/s. Les données obtenues ne nous permettent pas de construire la zone de transformation bainitique. (Tableau 3-10)

3.7.2.3 Matériau 36C

La microstructure brute de solidification du 36C consiste en un mélange de martensite et de ferrite (environ 10%). (Figure 3-38)



Figure 3-38 : Microstructure du matériau 36C à l'état brut de solidification

En chauffage continu à une vitesse de 10°C/s, les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation de l'acier 36C sont de 740°C et 795°C en moyenne. Par comparaison avec les deux matériaux précédents, 22C et 30C, l'augmentation de la teneur en carbone influence peu la valeur de Ac_1 (745°C – 745°C – 740°C). L'effet du carbone est plus visible sur la valeur de Ac_3 (845°C – 815°C – 795°C).

Sur l'ensemble de 5 vitesses étudiées, le matériau est toujours transformé entièrement en martensite. (Tableau 3-11) La vitesse critique de trempe martensitique est donc inférieure à 10°C/s. La température M_s est très légèrement décalée vers le bas (345°C) par rapport au matériau 30C (350°C). (Figure 3-39)

Il n'est pas possible de construire le diagramme de TRC complet du matériau 36C. La transformation en ferrite, perlite ou bainite n'a pas été observée avec les vitesses étudiées.



Figure 3-39 : Courbe de TRC de l'acier 36C tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe de TRC tracée de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	35 °C/s	Martensite	643
	27 °C/s	Martensite	628
36C	23 °C/s	Martensite	634
	20 °C/s	Martensite	632
	10 °C/s	Martensite	612

Tableau 3-11 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 36C après le traitement thermique

La micro-dureté du matériau 36C après le traitement thermique varie de 643 $HV_{0,5}$ à 612 $HV_{0,5}$ selon la vitesse de refroidissement. Une hypothèse pour interpréter ce phénomène est qu'un refroidissement plus sévère mène à des microstructures martensitiques à contrainte interne plus élevée, donc plus dures.

3.7.3. Matériaux à teneur en aluminium variable

3.7.3.1 Matériau 20C16AI

La microstructure après solidification consiste en un mélange de ferrite, de 30% de bainite et de carbures. (Figure 3-40)



Figure 3-40 : Microstructure du matériau 20C16Al à l'état brut de solidification

Les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 20C16Al sont de 755°C et 854°C en moyenne sur 5 échantillons. Comparé avec l'acier 22C qui contient uniquement 0,05 % d'aluminium, la montée en teneur d'aluminium augmente assez peu les températures de début et fin d'austénitisation.

Le chauffage à 930°C permet aux échantillons de subir une austénitisation complète. La microstructure des échantillons issus des traitements thermiques en refroidissement continu est toujours un mélange de martensite et de bainite. Même la vitesse de refroidissement la plus élevée, 35°C/s, ne permet pas d'atteindre une microstructure complètement martensitique. (Tableau 3-12)

Les vitesses de refroidissement étudiées ne nous permettent d'obtenir qu'une partie très limitée du diagramme de TRC. La transformation en ferrite ou perlite n'a pas été observée dans cette plage de vitesses. Les températures B_s et M_s ont été repérées pour toutes les vitesses par la dilatométrie. La fraction volumique de bainite baisse de 80% pour la vitesse de refroidissement de 20°C/s à 20% pour la vitesse de refroidissement de 35°C/s. Une vitesse supérieure à 35°C/s est nécessaire pour la transformation entière en martensite. L'ajout d'environ 0,11 % d'aluminium décale donc la vitesse critique de transformation martensitique d'au moins 10°C/s. (Figure 3-41)



Figure 3-41 : Courbe TRC de l'acier 20C16Al tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec les courbes TRC de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	35 °C/s	Martensite + 20% bainite	433
20C16AI	30 °C/s	Martensite + 20% bainite	422
	27 °C/s	Martensite + 40% bainite	406
	23 °C/s	Martensite + 60% bainite	357
	20 °C/s	Martensite + 80% bainite	336

Tableau 3-12 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 20C16Al après le traitement thermique

3.7.3.2 Matériau 19C20Al

Le matériau 19C20Al a eu une perte de carbone pendant l'élaboration. Par conséquent, la teneur en carbone dans le matériau est à 0,19 % au lieu de 0,22 % pour l'acier 22MnB5. La microstructure de solidification consiste en un mélange de ferrite et de 30% de bainite supérieure. La microstructure de départ est similaire à celle du matériau 20C16Al. (Figure 3-42)



Figure 3-42 : Microstructure du matériau 19C20Al à l'état brut de solidification

En chauffage continu, les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 19C20Al sont de 762°C et 873°C en moyenne sur 5 échantillons. Comparé avec le matériau précédent avec 0,16 masse% d'aluminium et quasiment la même teneur en carbone, l'augmentation de la teneur en aluminium augmente encore les températures de début et fin d'austénitisation.

Les échantillons sont chauffés à 930°C et austénitisés pendant environ 300 secondes. Selon le résultat obtenu par chauffage continu, cette température de chauffage permet aux échantillons d'obtenir l'austénitisation complète. Les échantillons sont refroidis par cinq vitesses de refroidissement : 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s, <u>29°C/s</u> et 30°C/s. (les vitesses réellement obtenues ont été un peu décalées par rapport aux consignes en raison d'un problème du réglage de la machine, par conséquent, nous n'avons pas eu la vitesse à 35°C/s)

Même la vitesse de refroidissement la plus élevée, 30°C/s, ne permet pas d'atteindre une microstructure complètement martensitique. (Tableau 3-13)

Comparé avec le matériau précédent avec 0,16 masse% d'aluminium, la teneur plus élevée en aluminium décale la courbe TRC (le nez de la bainite) vers la gauche et fait apparaître la transformation ferritique à faible vitesse de refroidissement (20°C/s). (Figure 3-43) En comparant avec 20C16AI, nous supposons que la vitesse critique de refroidissement pour la trempe martensitique est supérieure à 50°C/s.

Par rapport à l'acier 22MnB5, la forme du diagramme TRC n'est pas tout à fait la même. La position relative du nez de ferrite par apport à celui de la bainite est plus à gauche pour le matériau 19C20Al que l'acier de base 22MnB5.



Figure 3-43 : Courbe TRC de l'acier 19C20Al tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe TRC de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	30 °C/s	Martensite + 40% bainite	399
	29 °C/s	Martensite + 40% bainite	388
19C20AI	27 °C/s	Martensite + 40% bainite	365
	23 °C/s	Rare martensite + Bainite	336
	20 °C/s	Bainite + 40% ferrite	297

Tableau 3-13 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 19C20Al après le traitement thermique

3.7.3.3 Matériau 19C53Al

A l'état brut de solidification, la microstructure consiste en un mélange de ferrite et de 40% de bainite. (Figure 3-44). La taille de grain de ferrite est plus élevée par rapport au matériau précédent qui contient moins d'aluminium (0,20%).



Figure 3-44 : Microstructure du matériau 19C53Al à l'état brut de solidification

En chauffage continu à 10°C/s, les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 19C53Al sont de 765°C et 889°C en moyenne sur 5 échantillons. Comparé avec le matériau 19C20Al avec 0,20 masse% d'aluminium et la même teneur en carbone, la température Ac_1 est quasiment la même, mais la température Ac_3 augmente d'environ 20°C.

Ensuite, les échantillons sont refroidis après l'austénitisation complète à 930°C. La microstructure des échantillons issus des traitements thermiques est un mélange de martensite, bainite et ferrite. Même la vitesse de refroidissement la plus élevée, 35°C/s, ne permet pas d'atteindre une microstructure complètement martensitique. Pour les vitesses les plus faibles, on ne trouve pas de martensite. (Tableau 3-14)

Comparé avec les matériaux précédents, sur le diagramme du matériau 19C53Al, le nez ferritique est tiré vers la gauche. De ce fait, l'austénite restante est enrichie en carbone et le nez bainitique est repoussé vers la droite. Par conséquent, à 35°C/s, la microstructure transformée est un mélange de ferrite et de martensite, sans transformation en bainite. (Figure 3-45)

Avec 0,53 masse% d'aluminium, nous avons profondément modifié la forme du TRC par rapport à celui du métal de base de 22MnB5. Les données que nous avons obtenues ne nous permettent pas d'obtenir une estimation fiable de la vitesse critique de trempe martensitique de ce matériau.



Figure 3-45 : Courbe TRC de l'acier 19C53Al tracée (en pointillés noir) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe TRC de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
19C53AI	35 °C/s	Ferrite + 30% martensite	324
	30 °C/s	Ferrite + 20% martensite	329
	27 °C/s	Ferrite + rare martensite + 20% bainite	307
	23 °C/s	Ferrite + 20% bainite	270
	20 °C/s	Ferrite + 20% bainite	251

Tableau 3-14 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 19C53Al après le traitement thermique

3.7.3.4 Matériau 18C73Al

Pour ce matériau contenant 0,73 masse% d'aluminium, la microstructure à l'état brut de solidification consiste en un mélange de ferrite et de 40% de bainite. (Figure 3-46) La microstructure est similaire au matériau précédent contenant moins d'aluminium (0,53 masse%) mais la taille de grains ferritiques est plus grosse.



Figure 3-46 : Microstructure du matériau 18C73Al à l'état brut de solidification

La température de début (Ac_1) d'austénitisation du matériau 18C73Al est de 779°C en moyenne sur 5 échantillons. Jusqu'à 930°C, la température de fin (Ac_3) d'austénitisation n'est pas atteinte. L'ajout d'aluminium augmente fortement la température Ac_3 .

Après l'austénitisation (partielle) à 930°C, les échantillons sont refroidis par cinq vitesses de refroidissement : <u>22°C/s</u>, 23°C/s, 27°C/s, 30°C/s et 35°C/s. La vitesse de consigne de 20°C/s n'a pas été réellement obtenue en raison du problème de réglage de la machine.

La microstructure des échantillons issus des traitements thermiques est majoritairement ferritique avec des îlots martensitiques. Cependant, la transformation en martensite n'a pas été observée sur le signal de dilatation lors du refroidissement. (Tableau 3-15)

Sur le diagramme TRC, nous pouvons imaginer un nez ferritique tiré encore plus vers la gauche par rapport au matériau précédent. Nous n'avons pas assez d'éléments pour estimer la limite de cette zone ferritique ou la vitesse critique de refroidissement pour la trempe martensitique. (Figure 3-47)



Figure 3-47 : Courbe TRC de l'acier 18C73Al tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe TRC de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	35 °C/s	Ferrite + 10% martensite	240
18C73AI	30 °C/s	Ferrite + 10% martensite	243
	27 °C/s	Ferrite + (<10%) martensite	235
	23 °C/s	Ferrite + rare martensite	221
	22 °C/s	Ferrite + rare martensite	222

Tableau 3-15 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 18C73Al après le traitement thermique

3.7.4. Matériaux à teneurs en aluminium et en carbone variables

3.7.4.1 Matériau 25C29Al

Le matériau 25C29Al est obtenu par l'ajout de carbone et d'aluminium dans un acier de base de 22MnB5. La microstructure à l'état brut de solidification est un mélange de 30% de ferrite, de 30% de bainite et de martensite. (Figure 3-48)



Figure 3-48 : Microstructure du matériau 25C29Al à l'état brut de solidification

Les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 25C29Al sont de 750°C et 847°C en moyenne sur 5 échantillons. Ces deux températures caractéristiques sont comparables avec celles du matériau 22C (745°C et 845°C, respectivement).

Les échantillons sont chauffés à 930°C et austénitisés pendant environ 300 secondes. Selon le résultat obtenu par dilatométrie, cette température permet aux échantillons d'obtenir l'austénitisation complète. Les échantillons sont refroidis par cinq vitesses de refroidissement : 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s, 30°C/s et <u>33°C/s.</u> (au lieu de 35°C/s en raison du réglage de la machine)

La microstructure des échantillons issus des traitements thermiques est toujours un mélange de martensite, bainite et/ou ferrite. Même la vitesse de refroidissement la plus importante, 33°C/s, ne permet pas d'atteindre une microstructure complètement martensitique. La vitesse critique de refroidissement pour la transformation entièrement martensitique devrait être légèrement supérieure à 33°C/s. (Tableau 3-16)

Comparé avec le matériau 22C, la teneur plus élevée en aluminium décale le haut du diagramme TRC vers la gauche et fait apparaître la transformation ferritique à faible vitesse de refroidissement. (Figure 3-49)



Figure 3-49) : Courbe de	TRC de l'acier	r 25C29Al tracée	(en pointillés	noirs) à l'aide	des résultats de
dilatométrie	(points noirs),	, superposée a	avec la courbe de	TRC tracée	de l'acier 22C	(en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	33 °C/s	Martensite + rare bainite	484
25C29AI	30 °C/s	Martensite + 20% bainite	438
	27 °C/s	Martensite + 30% bainite	412
	23 °C/s	Martensite + 60% bainite	328
	20 °C/s	Martensite + 70% bainite	320

Tableau 3-16 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 25C29Al après le traitement thermique

3.7.4.2 Matériau 30C28AI

Comparé avec le matériau précédent, le matériau 30C28Al contient plus de carbone avec une teneur en aluminium quasiment équivalente. Et il contient plus d'aluminium à même teneur de carbone si on le compare avec le matériau 30C. La microstructure à l'état brut de solidification est un mélange de ferrite, de 50% de bainite et de 40% de martensite. (Figure 3-50)



Figure 3-50 : Microstructure du matériau 30C28AI à l'état brut de solidification

Les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 30C28Al sont de 749°C et 826°C en moyenne sur 5 échantillons. L'ajout de carbone permet de baisser la température Ac_3 par rapport au matériau 25C29Al. Et l'ajout d'aluminium augmente la température Ac_3 par rapport au matériau 30C (815°C).

Après l'austénitisation complète à 930°C. Les échantillons sont refroidis par cinq vitesses de refroidissement : 20°C/s, 23°C/s, <u>26°C/s</u>, <u>29°C/s</u> et <u>33°C/s</u>. (Des vitesses réellement obtenues sont écartées avec la consigne en raison du problème de réglage de la machine)

Par rapport au matériau 25C29Al contenant quasiment la même teneur en aluminium, en rajoutant plus de carbone dans ce matériau élaboré, la courbe de transformation de phases est décalée vers la droite, et en même temps légèrement vers le bas. (Figure 3-51)

Avec une vitesse de refroidissement supérieure ou égale à 26°C/s, le matériau est totalement transformé en martensite. Il apparaît que la vitesse critique de trempe martensitique est située entre 26°C/s et 23°C/s.

La transformation en ferrite n'a pas été observée même pour une vitesse à 20°C/s. Entre 23°C/s et 20°C/s, la microstructure est un mélange de martensite et de bainite. (Tableau 3-17)

Selon le diagramme de TRC (partiel) tracé, le comportement métallurgique dans ce domaine de vitesse de refroidissement est assez similaire à celui du matériau 22C, mise à part une légère baisse de M_s .



Figure 3-51 : Courbe de TRC de l'acier 30C28Al tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe de TRC tracée de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
30C28AI	33 °C/s	Martensite	545
	29 °C/s	Martensite	540
	26 °C/s	Martensite	541
	23 °C/s	Martensite + 20% bainite	450
	20 °C/s	Martensite + 50% bainite	405

Tableau 3-17 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 30C28AI après le traitement thermique

3.7.4.3 Matériau 30C63AI

Le matériau 30C63Al contient plus d'aluminium à même teneur de carbone si on le compare avec le matériau 30C28Al, encore plus que le matériau 30C. La microstructure à l'état brut de solidification est un mélange de ferrite et de 50% de bainite. (Figure 3-50)



Figure 3-52 : Microstructure du matériau 30C63Al à l'état brut de solidification

Les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 30C63Al sont de 756°C et 857°C en moyenne sur 5 échantillons. La teneur plus importante en aluminium fait augmenter la température Ac_3 par rapport à la modalité précédente iso-carbone contenant 0,28% d'aluminium. Néanmoins, à 0,63% d'aluminium et 0,30% de carbone, Ac_3 est encore inférieure à 900°C.

Après l'austénitisation complète, les échantillons sont refroidis par cinq vitesses de refroidissement : 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s, 30°C/s et <u>33°C/s.</u> (au lieu de 35°C/s en raison du problème de réglage de la machine)

Par rapport au matériau 30C28Al contenant quasiment la même teneur en carbone, en rajoutant plus d'aluminium dans le matériau élaboré, la courbe de transformation de phases est de nouveau décalée vers la gauche et en même temps légèrement vers le haut. La vitesse critique de trempe martensitique est entre 30°C/s et 33°C/s. (Figure 3-53)

La transformation en ferrite n'a pas été observée même à 20°C/s. Entre 20°C/s et 30°C/s, la microstructure est toujours un mélange de martensite et de bainite. (Tableau 3-18)



Figure 3-53 : Courbe de TRC de l'acier 30C63Al tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe de TRC tracée de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})
	33 °C/s	Martensite	550
30C63AI	30 °C/s	Martensite + rare bainite	500
	27 °C/s	Martensite + 30% bainite	500
	23 °C/s	Martensite + 80% bainite	451
	20 °C/s	Rare martensite + bainite	367

Tableau 3-18 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 30C63AI après le traitement thermique

3.7.4.4 Matériau 38C60Al

Le matériau 38C60Al contient 0,08% de plus de carbone par rapport au matériau précédent, le 30C63Al, à une teneur en aluminium proche. A l'état brut de solidification, La microstructure est un mélange de 10% de ferrite, de 30% de bainite et de martensite. (Figure 3-54)



Figure 3-54 : Microstructure du matériau 38C59Al à l'état brut de solidification

Les températures de début (Ac_1) de fin (Ac_3) d'austénitisation du matériau 38C59Al sont de 752°C et 830°C en moyenne sur 5 échantillons. L'ajout de carbone permet de baisser la température Ac_3 d'environ 25°C par rapport au matériau 30C63Al contenant quasiment le même pourcentage massique d'aluminium.

Après l'austénitisation complète, les échantillons sont refroidis par cinq vitesses de refroidissement : 20°C/s, 23°C/s, 27°C/s, 30°C/s et 35°C/s.

Par rapport au matériau 30C63Al contenant quasiment la même teneur en aluminium, en rajoutant du carbone, la courbe de transformation de phases est de nouveau décalée vers la droite. (Figure 3-55)

La microstructure des échantillons après le traitement thermique est quasiment 100% martensitique malgré la teneur élevée en aluminium. La fraction de bainite pour les deux vitesses les plus faibles (23°C/s et 20°C/s) est inférieure à 5%. (Tableau 3-19)

La vitesse critique de trempe martensitique devrait être légèrement supérieure à 23°C/s. Et la température M_s est très basse, soit 320°C. La dureté après refroidissement à 23°C/s est particulièrement élevée, l'origine de ce point singulier n'a pas été élucidée.



Figure 3-55 : Courbe de TRC de l'acier 38C60Al tracée (en pointillés noirs) à l'aide des résultats de dilatométrie (points noirs), superposée avec la courbe de TRC tracée de l'acier 22C (en tirets rouges)

Matériau	Vitesse de refroidissement	Microstructure	Micro-dureté (HV _{500g})	
38C60AI	35 °C/s	Martensite	646	
	30 °C/s	Martensite	639	
	27 °C/s	Martensite	599	
	23 °C/s	Martensite + rare bainite	611	
	20 °C/s	Martensite + rare bainite	536	

Tableau 3-19 : Microstructure et micro-dureté des échantillons 38C60Al après le traitement thermique

3.7.5. Description paramétrique du comportement métallurgique

Le comportement métallurgique des différentes nuances de synthèse est synthétisé dans le Tableau 3-20.

Matériau	Microstructure de départ (%)		Austénitisation (°C)		Microstructure (TRC) à V_R croissante	V _M (°C/s)	М _s (°С)	
	F	В	М	Ac_1	Ac_3			
22C	30	50	20	725	845	$M \rightarrow B$	27	370
30C	30	40	30	745	815	M+50%B \rightarrow M	∈]10,20[350
36C	10	-	90	740	795	М	<10	345
20C16AI	70	30	-	755	854	M+80%B → M+20%B	>35	?
19C20AI	70	30	-	762	873	$F+60\%B \rightarrow B \rightarrow M + 40\%B$	>30	?
19C53AI	60	40	-	765	889	$F+20\%B \rightarrow F + 30\%M$	>35	?
18C73AI	60	40	-	779	>930	$F \rightarrow F+10\%M$ (pas de B)	>35	?
25C29AI	30	30	40	745	845	M+70%B \rightarrow M	~33	380
30C28AI	10	50	40	749	826	M+50%B \rightarrow M	∈]23,26[340
30C63AI	50	50	-	756	857	$B \rightarrow M$	∈]30,33[360
38C60AI	10	30	60	752	830	M+ traces $B \rightarrow M$	~23	320

Tableau 3-20 : Microstructure initiale et comportement métallurgique des matériaux de synthèse à C et Al variables. F : ferrite ; B : bainite ; M : martensite.

3.7.5.1 Températures de transformation en austénite au chauffage

La première série comprend des matériaux élaborés à base de 22MnB5 avec uniquement la modification de teneur de carbone, dont les matériaux 22C, 30C et 36C. Pour rappel, cette catégorie parcourt une plage de teneur de carbone entre 0,22% et 0,36%. Cela nous permet d'isoler l'effet de la teneur en carbone.

Le carbone a peu d'effet sur la température du début d'austénitisation (Ac_1), qui reste toujours à environ 740°C (Tableau 3-20).

L'effet du carbone sur la température Ac_3 est plus visible. Une teneur plus élevée en carbone favorise clairement le développement de l'austénite. Si l'on simplifie la description de ce phénomène en une équation linaire, l'effet de la teneur en carbone sur Ac_3 est

d'environ $-370^{\circ}C/\%$. Ce coefficient est cohérent avec les formules empiriques de la bibliographie¹⁴¹, et cohérent avec la formule empirique ajustée sur les matériaux de mélange entre le 22MnB5 et le 6Mn6 (équation (3.8).

$$Ac_3 \approx 927 - 370 \cdot C$$

- Ac_3 est en °C
- La teneur en carbone (C) est en pourcentage massique

Ces deux formules sont en bonne cohérence avec les valeurs mesurées. (Figure 3-56)



Figure 3-56 : Températures Ac_1 et Ac_3 des matériaux élaborés à 0,22%, 0,30% et 0,36% de carbone à base de l'acier 22MnB5 : comparaison entre les valeurs mesurées et la représentation paramétrique

La seconde série comprend les matériaux élaborés à base de 22MnB5 avec uniquement une modification de la teneur en aluminium, permettant d'isoler l'effet de l'aluminium. Néanmoins, des incidents de perte de carbone se sont produits. Par conséquent, la teneur en carbone de ces coulées est légèrement plus faible que celle du 22MnB5.

Pour rappel, cette catégorie comprend les matériaux 22C16AI, 19C20AI, 19C53AI et 18C73AI, contenant de 0,16% jusqu'à 0,73% d'aluminium.

La microstructure à l'état brut de solidification de ces 4 matériaux élaborés est toujours un mélange de ferrite et de 30-40% de bainite (Tableau 3-20). Une teneur plus élevée en aluminium mène à une proportion volumique plus importante de ferrite et la taille de grain ferritique est plus élevée.

Pour les teneurs entre 0,16 masse% et 0,73 masse%, l'aluminium augmente légèrement la température du début de l'austénitisation (Ac_1). Si l'on simplifie la description de ce

(3.24)

phénomène en une équation linaire prenant en compte à la fois le carbone et l'aluminium, l'influence de l'aluminium sur Ac_1 est d'environ $36^{\circ}C/masse\%$.

$$Ac_1 \approx 752 - 35 \cdot C + 36 \cdot Al \tag{3.25}$$

- Ac_1 est en °C
- Les teneurs en carbone (C) et en aluminium (Al) sont en pourcentages massiques

En même temps, la teneur en aluminium modifie significativement la température de fin de l'austénitisation (Ac_3). L'aluminium stabilise la ferrite et retarde la transformation de la ferrite en austénite. Si l'on simplifie la description de ce phénomène en une équation linaire, l'influence de l'aluminium sur Ac_3 est d'environ $85^{\circ}C/masse\%$.

$$Ac_3 \approx 922 - 370 \cdot C + 85 \cdot Al$$
 (3.26)

- Ac_3 est en °C
- Les teneurs en carbone (C) et en aluminium (Al) sont en pourcentages massiques



Figure 3-57 : Températures du début et de la fin d'austénitisation (Ac_1 et Ac_3) des matériaux élaborés à 0,16 %, 0,20 %, 0,53 % et 0,73 % d'aluminium à base de 22MnB5 : comparaison entre les valeurs mesurées et la description paramétrique

Les deux formules (3.25) et (3.26) prédisent des valeurs cohérentes avec les valeurs mesurées, en tenant compte de la variation de teneur en carbone. (Figure 3-57)

La dernière série inclut les matériaux élaborés avec à la fois la modification de la teneur en carbone et la modification de teneur de la teneur en aluminium. L'objectif est d'étudier l'interaction, s'il en y a, entre ces deux éléments sur les différentes propriétés métallurgiques et mécaniques d'intérêt. Les matériaux 25C29AI, 30C28AI, 30C63AI et 38C60AI permettent d'explorer un intervalle de teneurs en carbone entre 0,25 % et 0,38 %, et de teneurs en aluminium entre 0,28 % et 0,63 %.

Pendant l'austénitisation, il semble y avoir peu d'interaction coopérative entre ces deux éléments par des précipités complexes ou l'effet de concurrence. L'effet de ces deux éléments sur les températures d'austénitisation est correctement décrit par la combinaison simple de chacun des effets séparément. Les températures Ac_1 et Ac_3 peuvent donc être bien décrites par les formules linéaires. (Figure 3-58 et Figure 3-59)

Inspirés par les équations précédemment décrites dans la bibliographie, les modèles de prédiction linaires ainsi établis montrent un bon niveau de cohérence par rapport aux résultats expérimentaux. L'extrapolation de l'équation (3.26) suggère que la température de fin d'austénitisation de l'acier 18C73Al à un teneur important d'aluminium est sans doute proche de 930°C. Il serait utile de vérifier ce point par dilatométrie.

Il est donc possible de tracer des iso-valeurs pour les températures Ac_1 et Ac_3 en fonction des teneurs en aluminium et en carbone, dans un domaine de compositions chimiques proche des conditions industrielles d'intérêt et pour une vitesse de chauffage de 10°C/s. (Figure 3-60)



Figure 3-58 : Températures de début d'austénitisation (Ac_1) des 11 matériaux élaborés : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par (3.25)



Figure 3-59 : Températures de fin d'austénitisation (Ac_3) des 11 matériaux élaborés (sauf 18C73Al : manque de donnée) : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par (3.26)



Figure 3-60 : Estimation de Ac_3 à 10°C/s en fonction des teneurs en carbone et en aluminium

Selon (3.26), si un joint soudé de 22MnB5 (contenant environ 0,22% de carbone) contient localement plus de 0,7 % d'aluminium, alors il ne pourrait plus être complètement austénitisé s'il est chauffé à moins de 900°C. Par conséquent, quelle que soit la vitesse de refroidissement, cette zone du joint soudé ne peut être transformée à 100% en martensite.

L'effet de l'aluminium sur la température du début et de fin d'austénitisation peut être compensé par l'addition de carbone. Si cette même zone du joint soudé contient 0,7 % d'aluminium et 0,35% de carbone, alors la température de fin d'austénitisation est d'environ 850°C, comparable à celle du métal de base 22MnB5 à l'état recuit.

Ces résultats permettent également d'expliquer l'observation de gros grains ferritiques dans certains joints soudés où nous mesurons localement également des teneurs en aluminium d'environ 1 à 2 masse%. En effet, ces zones ne sont pas complètement austénitisées lors du chauffage à 930°C. De ce fait, des phases α y restent après la trempe. (cf. Chapitre 1.2.3)

Afin d'élargir la description phénoménologique de l'austénitisation à une gamme plus étendue de compositions chimiques, on utilise les deux familles de matériaux de synthèse (mélange 22MnB5/6Mn6 et base 22MnB5+C+AI) pour ajuster les coefficients des autres éléments d'alliage. En partant des nombreuses formules existantes sur les aciers faiblement alliés¹⁴¹ ¹⁴² ¹⁴³, on essaie ici d'étendre la description paramétrique précédente des températures d'austénitisation à une composition chimique plus complète. Les coefficients de chaque élément dans ces formules sont exploratoires, du fait des faibles variations de teneurs explorées. Le résultat de l'ajustement est reporté ci-dessous. Il est cohérent avec les formules (3.7) et (3.8) établies sur les matériaux mélanges entre le 22MnB5 et le 6Mn6 :

$$Ac_{1} \approx 755 - 35 \cdot C - 6.8 \cdot Mn + 2 \cdot Si + 11.7 \cdot Cr + 36 \cdot Al$$
(3.27)

$$Ac_3 \approx 937 - 370 \cdot C - 27, 4 \cdot Mn + 27, 3 \cdot Si - 6, 35 \cdot Cr + 190 \cdot Ti + 85 \cdot Al + 64, 5 \cdot Nb$$
 (3.28)

 Ac_1 et Ac_3 sont en °C et les teneurs des éléments sont en pourcentages massiques. On rappelle que ces formules sont valables sur l'intervalle de composition exploré (donc en particulier, elles ne sont pas valables pour le fer pur).

3.7.5.2 Transformation martensitique

Cette section se focalise sur la transformation martensitique après l'austénitisation. Les paramètres les plus importants sont la vitesse critique de refroidissement pour la transformation à 100% martensitique (V_M), et la température de début de transformation martensitique (M_s). Les valeurs expérimentales sont rappelées dans le tableau 3-20 pour l'ensemble des matériaux modèles.

Un point particulier des aciers à base de 22MnB5 est la teneur en bore qui favorise la transformation martensitique. Il est nécessaire de la prendre en considération pour le calcul de la vitesse critique V_{M} .

Selon le même principe que les sous-chapitres précédents, les onze matériaux élaborés sont répartis en trois séries : addition de carbone, addition d'aluminium et addition des deux éléments afin d'identifier l'effet de chaque élément.

La reconstruction des courbes de TRC avec les résultats expérimentaux de dilatométrie montre que l'ajout de carbone dans le matériau permet de décaler les courbes TRC vers la droite, et de diminuer significativement la vitesse critique de trempe martensitique (V_{M}).

Inspiré par les équations empiriques publiées ¹⁴⁴ ¹⁴⁵ (y compris celles citées précédemment), nous optons pour un modèle logarithmique décrivant la vitesse critique de trempe martensitique en fonction de la composition chimique. Du fait que les matériaux de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6 n'ont pas été testés en termes de trempabilité martensitique, nous prenons en compte ici uniquement le carbone et l'aluminium :

$$\ln\left(\frac{V_{M}}{V_{0}}\right) = x_{1} \cdot C^{\alpha} + x_{2} \cdot Al^{\beta}$$
(3.29)

Avec les matériaux 22C, 30C et 36C, nous pouvons ajuster les coefficients liés au carbone (x_1 et α). Il est observé que la relation est linéaire envers la teneur en carbone. (Figure 3-61)

$$x_1 = 9,1\%^{-1}$$
; $\alpha = 1$



0.3

Teneur en carbone (masse%)

0,35

0,25

1 +-0,2

En même temps, la teneur plus élevée de carbone décale légèrement la température de début de transformation martensitique (M_s) vers le bas. (Figure 3-62)

0,4



Figure 3-62 : Description de la température M_s des 3 matériaux élaborés à base de 22MnB5 avec l'addition de carbone (22C, 30C et 36C) : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées par l'équation (3.30)

Pour les matériaux élaborés à base de 22MnB5 avec une teneur en carbone entre 0,22 masse% et 0,36 masse%, si l'on simplifie la description de M_s en une équation linaire comme dans les nombreuses formules empiriques développées sur les aciers faiblement alliés ¹⁴⁶ ¹⁴⁷ ¹⁴⁸ ¹⁴⁹ ¹⁵⁰ ¹⁵¹ ¹⁵² ¹⁵³, le coefficient du carbone sur la température M_s est d'environ $-350^{\circ}C/\%$. (Figure 3-62, équation 3.30)

$$M_s \approx 457 - 350 \cdot C$$

- M_s est en °C
- La teneur en carbone (C) est en pourcentage massique

Ce coefficient est cohérent avec les formules issues de la bibliographie.

La seconde série concerne les matériaux à base de 22MnB5 avec une modification de teneur en aluminium et une faible variation de la teneur en carbone, permettant d'isoler l'effet de l'aluminium entre 0,16% et 0,73%.

En tenant compte de la faible variation de teneur en carbone à l'aide de l'équation (3.29), il est observé que la valeur critique V_M dépend quasiment linéairement de la teneur en aluminium. (Figure 3-63)

(3.30)



Figure 3-63 : Description de la vitesse critique de trempe martensitique (V_M) des 3 matériaux élaborés à base de 22MnB5 avec l'addition d'aluminium (20C19Al, 19C20Al et 19C53Al) : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées par l'équation (3.31)

Ainsi, tous les coefficients de l'équation (3.29) sont déterminés :

$$\ln\left(\frac{V_M}{185}\right) = 9.1 \cdot C + 2.2 \cdot Al \tag{3.31}$$

- V_{M} est la vitesse critique de refroidissement pour la trempe martensitique en °C/s

- Les teneurs en éléments sont en pourcentages massiques

Si on extrapole cette formule (3.31) à tous les matériaux élaborés à base de 22MnB5, il semble qu'il n'y a peu d'interaction coopérative entre le carbone et l'aluminium, ce qui est connu du fait de l'absence de précipités complexes ou d'effet de concurrence. L'effet de ces deux éléments sur V_M reste bien la combinaison simple de chacun des deux effets pris séparément. Les estimations à partir de l'équation (3.32) sont cohérentes avec les valeurs mesurées, y compris sur les coulées sur lesquelles les coefficients n'ont pas été ajustés (Figure 3-64)


Figure 3-64 : Description de la vitesse critique de trempe martensitique (V_M) des 10 matériaux élaborés (sauf 18C73Al pour raison d'austénitisation incomplète) : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées par l'équation (3.31)

On essaie également d'identifier l'effet de l'aluminium sur la température M_s , avec les données des matériaux pour lesquelles cette température a pu été mesurée (25C29Al, 30C28Al, 30C63Al, 38C60Al, voir Tableau 3-20). En tenant compte de l'effet du carbone calculé par la formule (3.30), il apparaît que la teneur en aluminium a assez peu d'effet sur la M_s . Si l'on réduit le calcul de M_s à une équation linéaire comme décrit par des rares formules empiriques développées sur les aciers faiblement alliés¹⁵³ ¹⁵⁴, le coefficient de l'aluminium sur la valeur de M_s pourrait être de l'ordre de $30^{\circ}C/masse\%$, cohérent avec les formules empiriques de la bibliographie. Par conséquent on utilisera la formule suivante, proche de (3.30) :

$$M_s = 456 - 350 \cdot C + 30 \cdot Al \tag{3.32}$$

- M_s est la température du début de transformation martensitique en °C
- Les teneurs en éléments sont en pourcentages massiques



Figure 3-65 : Description de la température M_s des 7 matériaux disponibles (22C, 30C, 36C, 25C29Al, 30C28Al, 30C63Al et 38C60Al) : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculée par l'équation (3.32)

Ce modèle linéaire fournit des estimations en accord avec les valeurs mesurées. (Figure 3-65)

3.7.5.3 Microstructure après le refroidissement

Si la température de fin d'austénitisation Ac_3 est inférieure à celle imposée au cours du chauffage et si la vitesse de refroidissement est supérieure à V_M , alors la microstructure après le traitement thermique est complètement martensitique.

Si la vitesse de refroidissement est inférieure à V_M , la microstructure peut être un mélange entre la martensite, la bainite et/ou la ferrite. (Figure 3-66, Tableau 3-20)

La répartition des différents constituants de la microstructure est déterminée à la fois par la composition chimique, dépendant ici de l'addition de carbone et/ou d'aluminium, et par la vitesse de refroidissement.

L'objectif de cette section est d'établir une description paramétrique de la microstructure de ces matériaux après le traitement thermique, en termes de fraction volumique des constituants, en fonction de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement.



Figure 3-66 : Microstructure de l'acier 20C16Al transformé avec une vitesse de refroidissement de (a) 35°C/s (martensite + 20% de bainite), (b) 30°C/s, (c) 27°C/s, (d) 20°C/s (martensite + 80% de bainite)

Une description empirique a été établie par Yurioka pour estimer la fraction volumique de martensite dans des zones affectées thermiquement par le soudage.¹⁵⁵ Ce modèle repose sur la compétition entre la transformation de l'austénite en martensite et en bainite. Il prend la forme suivante : (Figure 3-67)

$$\chi_{M} = a_{M} + b_{M} \cdot \arctan\left(c_{M} \cdot \frac{\ln(\Delta t_{R}) - \ln(\Delta t_{M})}{\ln(\Delta t_{B}) - \ln(\Delta t_{M})} + d_{M}\right)$$
(3.33)

- χ_M est la fraction volumique de martensite
- Δt_R est le temps de refroidissement, entre 800°C et 500°C dans le modèle, en secondes ; il décrit une vitesse moyenne de refroidissement dans cet intervalle de température
- Δt_{M} est la valeur maximale de Δt_{R} pour la transformation en martensite entre 800°C et 500°C dans le modèle, en secondes (elle correspond à une vitesse critique de trempe martensitique)
- Δt_B est la valeur minimale de Δt_R pour éviter la transformation en martensite, entre 800°C et 500°C dans le modèle, en secondes (vitesse maximale de trempe bainitique)

- Les quatre paramètres, a_M ; b_M ; c_M ; d_M , sont à déterminer. Dans le modèle original, $a_M = 0.5$; $b_M = -0.455$.



Time (sec)

Figure 3-67 : Vitesses critiques de refroidissement et durées critiques dans un diagramme TRC

Inspirée (formellement) par cette description, une formule prenant en compte la compétition entre la transformation de l'austénite en ferrite et en bainite peut être établie pour la prédiction de la proportion volumique de ferrite :

$$\chi_F = a_F + b_F \cdot \arctan\left(c_F \cdot \frac{\ln(\Delta t_R) - \ln(\Delta t_F)}{\ln(\Delta t_A) - \ln(\Delta t_F)} + d_F\right)$$
(3.34)

- χ_F est la proportion volumique de ferrite
- Δt_R est le temps de refroidissement, entre 800°C et 500°C dans le modèle, en secondes
- Δt_F est la valeur maximale de Δt_R pour la transformation en bainite entre 800°C et 500°C dans le modèle, en secondes ; elle correspond à une vitesse minimale de trempe bainitique
- Δt_A est la valeur minimale de Δt_R pour éviter la transformation en martensite ou en bainite, entre 800°C et 500°C dans le modèle, en secondes ; elle correspond à une vitesse maximale de refroidissement permettant une transformation en ferrite-perlite, sans bainite
- Les quatre paramètres suivants restent à déterminer : a_F ; b_F ; c_F ; d_F

Dans notre cas, les temps Δt_M , Δt_F , Δt_B , Δt_A et Δt_R peuvent être représentés par les quatre vitesses critiques de refroidissement correspondantes, notées respectivement V_M , V_F , V_B , V_A et V_R (cette dernière est constante dans les essais menés ici). Nous avons donc la possibilité d'exprimer les descriptions des équations (3.33) et (3.34) en termes de vitesse de refroidissement. Ainsi :

$$\chi_{M} = a'_{M} + b'_{M} \cdot \arctan\left(c'_{M} \cdot \frac{\ln\left(\frac{V_{M}}{V_{R}}\right)}{\ln\left(\frac{V_{M}}{V_{B}}\right)} + d'_{M}\right)$$

$$\chi_{F} = a'_{F} + b'_{F} \cdot \arctan\left(c'_{F} \cdot \frac{\ln\left(\frac{V_{F}}{V_{R}}\right)}{\ln\left(\frac{V_{F}}{V_{A}}\right)} + d'_{F}\right)$$
(3.35)
(3.36)

- V_M , V_F , V_B , V_A et V_R sont en °C/s.

Les vitesses critiques de refroidissement V_M , V_F , V_B et V_A sont calculées en fonction de la composition chimique des aciers à l'aide des descriptions calibrées sur nos résultats, dont :

$$\ln\left(\frac{V_{M}}{185}\right) = -9.1 \cdot C + 2.2 \cdot Al \quad \text{(équation (3.31))}$$

La vitesse critique V_F est déterminée à l'aide des résultats sur les matériaux dont le diagramme de TRC partiel parcourt la zone de transition de transformation en bainite avec et sans ferrite :

$$\ln\left(\frac{V_F}{60}\right) = -7,5 \cdot C + 1,9 \cdot Al \tag{3.37}$$

La vitesse critique V_{B} est déterminée à l'aide des résultats sur les matériaux dont le diagramme de TRC partiel parcourt la zone de transition de transformation en bainite, avec ou sans apparition de martensite :

$$\ln\left(\frac{V_B}{7,6}\right) = -0.72 \cdot C + 1.8 \cdot Al$$
 (3.38)

La vitesse V_A est estimée à l'aide de la seule donnée disponible : le diagramme TRC de 22MnB5, soit environ 0,8 °C/s. ¹⁵⁶

Nous déterminons ensuite les coefficients des équations (3.35) et (3.36) à l'aide des données expérimentales sur la fraction volumique des différents constituants :

Si
$$V_R < V_M$$
, $\chi_M = 0.5 - 0.455 \cdot \arctan\left(5.9 \cdot \frac{\ln\left(\frac{V_M}{V_R}\right)}{\ln\left(\frac{V_M}{V_B}\right)} - 1.92\right)$ (3.39a)

Si
$$V_R \ge V_M$$
, $\chi_M = 1$ (3.39b)

Si
$$V_R < V_F$$
, $\chi_F = 0.5 + 0.455 \cdot \arctan\left(10 \cdot \frac{\ln\left(\frac{V_F}{V_R}\right)}{\ln\left(\frac{V_F}{V_A}\right)} - 2\right)$ (3.40a)

Si
$$V_R \ge V_F$$
, $\chi_F = 0$ (3.40b)

La proportion volumique de bainite, χ_B peut être déduite à partir des proportions de ferrite et de martensite χ_M et χ_F car il n'y a pas d'autre constituant que la ferrite, la bainite et la martensite dans les microstructures étudiées :

$$\chi_B = 1 - \left(\chi_M + \chi_F\right) \tag{3.41}$$

Les estimations faites à l'aide de ces descriptions paramétriques sont généralement en accord avec les valeurs mesurées. La fraction volumique de martensite estimée par ce moyen est très cohérente avec les valeurs observées. (Figure 3-68) La fraction volumique de ferrite correspond moins bien avec les mesures, en raison de la population faible de données disponible pour l'ajustement des coefficients (équation (3.40a). (Figure 3-69)



Figure 3-68 : Fraction volumique de martensite des matériaux élaborés (χ_M): comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées à l'aide des équations (3.39)



Fraction volumique de ferrite calculée

Figure 3-69 : Fraction volumique de ferrite des matériaux élaborés (χ_F): comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées à l'aide des équations (3.40)

3.7.5.4 Micro-dureté de la microstructure transformée

La micro-dureté des microstructures après traitement thermique peut être estimée à l'aide de la répartition de phases de martensite, bainite et ferrite/perlite, d'une loi des mélanges et de la micro-dureté de chacune de ces trois phases¹³⁸.

$$HV = \chi_M \cdot HV_M + \chi_B \cdot HV_B + \chi_F \cdot HV_F$$
(3.42)

Les duretés de la martensite, de la bainite et de la ferrite sont paramétrées par leur composition chimique, notamment leur teneur en carbone, et la vitesse de refroidissement⁸³. Des formules empiriques ont également été développées sur les aciers faiblement alliés en tenant directement compte de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement, sans calculer séparément la dureté de chaque phase¹⁴⁴ ¹⁵⁷ ¹⁵⁸, mais ces descriptions, très globales, établies sur des microstructures différentes des nôtres ne permettent pas de donner de résultats cohérents avec les nôtres. Nous adopterons donc la première de ces deux approches, plus satisfaisante en termes de prise en compte de la microstructure, pour établir notre description paramétrique.

Il est observé que la micro-dureté de la martensite ne dépend quasiment que de la teneur de carbone, et de la vitesse de refroidissement (voir par exemple les résultats sur le matériau

36C). Une description paramétrique a été établie et ajustée sur les résultats expérimentaux des échantillons transformés entièrement en martensite. (Figure 3-70, équation 3.42)



$$HV_{M} = 884 \cdot C + 21 \cdot \ln\left(\frac{V_{R}}{V_{M}}\right) + 294$$
(3.43)

Figure 3-70 :Micro-dureté de la martensite : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées à l'aide de l'équation (3.43)

La micro-dureté de la bainite est estimée par une formule empirique, par une approche inverse (avec la loi des mélanges 3.42), à l'aide des valeurs expérimentales de micro-dureté des microstructures de mélange de martensite et de bainite.

$$HV_B = 197 \cdot C + 41 \cdot \ln\left(\frac{V_R}{V_F}\right) + 292 \tag{3.44}$$

Selon le même principe, la micro-dureté de la ferrite est estimée par une approche inverse, à l'aide de la loi des mélanges (3.42) et des résultats sur les microstructures contenant de la ferrite, en tenant compte des contributions respectives de la bainite et de la martensite.

$$HV_F = 91 \cdot C + 16 \cdot \ln\left(\frac{V_R}{V_F}\right) + 145 \tag{3.45}$$

Les vitesses de refroidissement V_M , V_F sont estimées à partir de la composition chimique (cf. Chapitre 3.6.5.2. et 3.6.5.3., équations 3.31 et 3.37). V_R est la vitesse de refroidissement réelle.

Les prédictions à l'aide des équations (3.42) à (3.45) sont en bonne cohérence par rapport aux résultats expérimentaux, même pour les microstructures de mélange complexes de ferrite, de bainite et de martensite. (Figure 3-71) Ceci est sans doute lié à l'intervalle réduit de composition chimique (on n'a fait varier que deux éléments) et de vitesse de refroidissement exploré, bien que l'intervalle de valeurs de duretés soit remarquablement large (200 à 650 HV). Cette robustesse de la description permet maintenant son évaluation dans le cas des joints soudés réels entre deux tôles de 22MnB5, avec ajout éventuel d'un fil d'apport.



Figure 3-71 : Micro-dureté de tous les matériaux à base de 22MnB5 après le traitement thermique : comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées à l'aide des équations (3.42) à (3.45)

3.7.6. Microstructure des joints soudés réels en 22MnB5

3.7.6.1 Identification du problème lié la composition chimique et au cycle thermique

Les sections précédentes de ce chapitre ont montré que l'aluminium joue un rôle important sur la décomposition de l'austénite pendant le refroidissement. Par ailleurs, sur joints réels, les joints soudés à dilution excessive d'aluminium peuvent contenir des phases blanches de ferrite même après trempe dans l'eau (refroidissement très rapide) comme décrit dans le Chapitre 1.

Dans le cycle thermique en condition industrielle, la température d'austénitisation est fixée par celle du four dans lequel est placée la pièce avant emboutissage. La vitesse de refroidissement localement appliquée au joint soudé est variable à la fois dans l'espace et dans le temps. Elle dépend notamment des conditions locales de contact entre les outils de la presse d'emboutissage (qui sont refroidis) et la pièce (qui est initialement dans le domaine austénitique).

Afin de tester le modèle établi dans les sections précédentes sur des cas plus représentatifs de l'application, des joints soudés bout à bout ont été réalisés par l'assemblage d'un sousflan de 22MnB5 d'épaisseur 1,05mm avec un autre sous-flan de 22MnB5 d'épaisseur 1,4mm. Une ablation partielle du revêtement a été pratiquée, suivie par une mesure de l'épaisseur du revêtement résiduel, pour que le joint soudé contienne d'environ 0,30 masse% d'aluminium, sans l'ajout d'autres éléments par un fil d'apport. On vise donc une composition moyenne de la zone fondue du type 22C30Al.

Pour simuler l'emboutissage à chaud, deux vitesses de refroidissement différentes ont été appliquées sur le joint soudé austénitisé :

La première condition (joint soudé A) est la trempe par des outils de presse (tas plats) à pression élevée. La vitesse de refroidissement locale a été mesurée à l'aide de thermocouples. La vitesse de refroidissement appliquée sur la tôle la plus épaisse est alors de $100^{\circ}C/s \pm 20\%$ près du joint soudé, et de $50^{\circ}C/s \pm 20\%$ dans la tôle la plus mince près du joint soudé. La vitesse de refroidissement du joint soudé devrait être située entre ces deux valeurs, les conditions de contact étant intermédiaires entre celles sur chacune des deux tôles.

La seconde condition (joint soudé B) est la trempe par les mêmes outils de presse, mais à pression réduite afin de dégrader les conditions de contact. La vitesse de refroidissement est estimée aux alentours de 30°C/s.

L'attaque chimique Nital 5% permet de révéler la microstructure de ces deux joints soudés après le traitement thermique. Le joint soudé A est complètement transformé en martensite, la micro-dureté est comparable avec celles des deux sous-flans (métal de base 22MnB5). Le joint soudé B présente un mélange de martensite et de bainite supérieure, qui s'accompagne d'une chute de micro-dureté dans la zone fondue.



Figure 3-72 : Zone fondue des joints soudés réels ayant subi (a) une vitesse de refroidissement élevée, joint A ; et (b) une vitesse de refroidissement plus faible, joint B

Il est possible d'estimer la microstructure et la micro-dureté du joint soudé, à l'aide de sa composition chimique moyenne et de la vitesse de refroidissement, à l'aide des équations établies pour les matériaux modèles. On suppose, pour ce calcul, que le gradient de vitesse de refroidissement entre les deux métaux de base est linéaire.

Selon les équations (3.31), (3.37) et (3.38), pour la soudure contenant 0,3 masse% d'aluminium, les vitesses caractéristiques du diagramme TRC sont estimées de la manière suivante :

$$\ln\left(\frac{V_{M}}{185}\right) = -9.1 \cdot C + 2.2 \cdot Al \Rightarrow V_{M} \approx 47^{\circ}C/s$$
$$\ln\left(\frac{V_{F}}{60}\right) = -7.5 \cdot C + 1.9 \cdot Al \Rightarrow V_{F} \approx 20^{\circ}C/s$$
$$\ln\left(\frac{V_{B}}{7.6}\right) = -0.72 \cdot C + 1.8 \cdot Al \Rightarrow V_{B} \approx 11^{\circ}C/s$$

On introduit ensuite ces valeurs dans les équations (3.39) et (3.40) pour la prédiction de la microstructure.

Dans le cas de la condition thermique A, l'estimation indique que la zone fondue doit être entièrement transformée en martensite, avec un niveau de micro-dureté aux alentours de 500HV. Ces résultats sont en accord avec les mesures et les observations. (Figure 3-73)



Figure 3-73 : Micro-dureté du joint soudé A. Comparaison entre la mesure expérimentale et le profil estimé par les équations(3.39), (3.40) et (3.43). La tôle la plus épaisse est à gauche.

Dans le cas du joint B, nous préférons d'abord estimer plus précisément la vitesse de refroidissement dans l'assemblage, à l'aide de la micro-dureté des deux tôles de métal de base.

Le sous-flan le plus épais (à gauche sur la Figure 3-72)) a une micro-dureté moyenne de 491 $HV_{0,5}$. Selon les équations (3.42) à (3.44) pour cette composition chimique, on en déduit que la microstructure est complètement martensitique. La vitesse de refroidissement est estimée à 35°C/s à partir de l'équation (3.43). Ces résultats sont en accord avec l'observation métallographique et les mesures de dureté sur ce métal de base (environ 500 $HV_{0.5}$).

Le sous-flan de droite, le plus mince donc le moins bien refroidi, a une micro-dureté moyenne de 474 $HV_{0.5}$. D'après les équations (3.42) à (3.44) et pour cette composition chimique, la microstructure est un mélange de 95% de martensite et 5% de bainite, et la vitesse de refroidissement est de 25°C/s. Ces résultats sont en accord avec l'observation métallographique (martensite + très rare bainite) et les valeurs expérimentales de la dureté (environ 475 $HV_{0.5}$).

La vitesse de refroidissement du joint soudé devrait donc se situer entre 25°C et 35°C. On suppose que le gradient de vitesse de refroidissement dans la zone fondue, entre les deux métaux de base est linéaire.

La micro-dureté et la composition microstructurale du joint soudé peuvent ainsi être estimées à l'aide des équations précédentes, à partir de la vitesse de refroidissement que nous venons d'estimer et de la composition chimique moyenne de la zone fondue.

Le calcul prédit que la microstructure du joint soudé est un mélange de bainite et de 20 à 80% environ de martensite. (Figure 3-74)

2



Figure 3-74 : Micro-dureté et microstructure du joint soudé B prédite par le modèle de calcul. La zone à 35°C/s est proche de la tôle la plus épaisse, la zone à 25°/C est proche de la tôle la plus mince



Figure 3-75 : Micro-dureté du joint soudé B. Comparaison entre les mesures et l'estimation par le calcul, avec un gradient linéaire de vitesse de refroidissement. La tôle la plus épaisse est à gauche

En réalité, le joint soudé présente une microstructure de mélange entre la martensite et la bainite. Les autres constituants éventuels tels que la ferrite, la cémentite ou la perlite ne sont pas observés. Il y a un gradient de proportion de bainite entre les deux cotés. En moyenne, la fraction volumique de bainite observée est de 50% dans le joint soudé. Le modèle de calcul prédit une valeur moyenne en accord avec l'observation, sauf que la microstructure

observée est plus homogène que celle prédite par le modèle. Ceci nous laisse imaginer que la variation de la vitesse de refroidissement dans le joint soudé suive une autre évolution qu'une linéarité simple entre les vitesses estimée à partir des deux tôles de métal de base. (Figure 3-75) Il serait nécessaire d'effectuer un calcul thermique complet pour clarifier ce point ; le traitement numérique des conditions de contact (thermique) est cependant délicat et nécessiterait une étude à part entière, qui sort du périmètre de la thèse.

3.7.6.2 Optimisation de la composition chimique en vue d'améliorer la trempabilité du joint soudé

La microstructure du joint soudé est le résultat de la transformation microstructurale pilotée d'une part par sa composition chimique, qui gouverne la température de fin d'austénitisation et la vitesse critique de refroidissement, et d'autre part par la condition de contact local entre pièce et outils qui donne la vitesse de refroidissement réelle.

Dans la réalité industrielle, le traitement thermique doit pouvoir être réalisé dans des conditions dégradées, sans altérer la microstructure et la dureté finales de l'assemblage. On décide donc, pour tester la robustesse d'une amélioration du procédé, de subir une condition thermique dégradée mais de modifier la composition chimique du joint soudé afin de favoriser la trempe et de baisser la température Ac_3 du joint soudé. On restera néanmoins vigilant sur les propriétés mécaniques du joint soudé après le traitement thermomécanique.

Des essais expérimentaux ont donc été effectués sur les joints soudés en 22MnB5, en modifiant la composition chimique de la zone fondue à l'aide d'un fil d'apport. On prend l'exemple d'un joint soudé réalisé bout à bout entre un sous-flan de 22MnB5 d'épaisseur 1,2mm avec un autre sous-flan de 22MnB5 d'épaisseur 1,2mm. Le soudage a été réalisé de façon instrumentée et l'ablation du revêtement a été contrôlée pour que le joint soudé contienne d'environ 0,35 % d'aluminium. Un fil d'apport riche en carbone est introduit pour remettre la teneur de carbone dans le joint soudé à environ 0,30 % sans modifier les teneurs pour les autres éléments d'alliage.

Le joint soudé est ensuite rectifié pour regagner la même épaisseur que les métaux de base et éviter les difficultés liées l'hétérogénéité d'épaisseur au sein de l'assemblage soudé, lors du traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud.

Pour simuler l'emboutissage à chaud, on choisit cette fois de s'affranchir de l'incertitude liée aux conditions de contact entre outil et assemblage soudé. Deux vitesses de refroidissement contrôlées sont appliquées sur le joint soudé à l'aide du simulateur thermomécanique (*Gleeble*) déjà utilisé pour les matériaux modèles. Les échantillons ont les dimensions suivantes : 90mm en longueur, 25mm en largueur et 1,0mm en épaisseur, le joint soudé étant situé à mi-longueur. (Figure 3-76)



Figure 3-76 : Dimension de l'échantillon d'assemblage soudé réel pour les traitements thermiques par Gleeble

La pièce C est chauffée à 930°C pendant 5 minutes puis refroidie jusqu'à l'ambiante avec une vitesse de refroidissement de 35°C/s (supérieure à la vitesse critique de refroidissement de 22MnB5 de base, 27°C/s, tout en restant dans le domaine des diagrammes de TRC établis précédemment).

La pièce D est chauffée à 930°C pendant 5 minutes puis refroidie jusqu'à l'ambiante avec une vitesse de refroidissement de 20°C/s (inférieure à la vitesse critique de refroidissement de 22MnB5 de base, 27°C/s, pour simuler un cas de trempe très défavorable tout en restant dans le domaine des diagrammes de TRC établis précédemment).

Après le traitement thermique, les échantillons sont préparés en coupe pour l'observation optique après une attaque chimique Nital 5%, qui permet de révéler la microstructure des joints soudés après le traitement thermique.

D'après les résultats des essais sur matériaux modèles et sur les joints A et B, pour 0,22 masse% de carbone avec 0,30 masse% d'aluminium, aucune de ces deux vitesses ne permet au joint soudé de retrouver une microstructure complètement martensitique après le traitement thermique, et la dureté du joint soudé est largement inférieure à celle du métal de base.

Il est observé qu'avec 0,30 % d'aluminium et 0,35 % de carbone, le joint soudé C est complètement transformé en martensite. De son côté, le modèle de calcul prédit que le joint soudé à cette vitesse de refroidissement doit être 100% martensitique, ce qui est donc cohérent avec l'observation.

La micro-dureté du joint soudé, prédite par les équations (3.42) à (3.44), reste dépendante de la teneur en carbone et de la vitesse de refroidissement. La micro-dureté estimée pour le joint soudé C est en très bon accord avec celle mesurée. (Figure 3-77)



Figure 3-77 : Micro-dureté du joint soudé C. Comparaison entre les mesures et les valeurs prédites par le calcul

Avec une vitesse de refroidissement à 20°C/s, le joint soudé D présente une microstructure majoritairement martensitique avec environ 20% de bainite. Cela est cohérent avec la fraction volumique des constituants calculée par la description paramétrique. (Figure 3-78)



Figure 3-78 : Observation par MEB de la microstructure du joint soudé D

Néanmoins, la micro-dureté mesurée est encore supérieure à 500HV, plus élevée que celle du métal de base trempée dans la même condition sans addition d'aluminium, du fait d'une grande dureté des constituants microstructuraux, riches en carbone. La micro-dureté calculée à l'aide des équations (3.42) à (3.44) est en bon accord avec la mesure. (Figure 3-79)



Figure 3-79 : Micro-dureté du joint soudé D. Comparaison entre les mesures et les valeurs prédites par le calcul

3.7.7. Discussion

L'approche simplifiée développée dans la thèse a pour objectif de répondre à des questions précises, notamment :

- la caractérisation et la quantification de l'effet de l'aluminium et du carbone comme éléments d'addition dans le joint soudé à base de 22MnB5 sur les températures de changements de phase dans des conditions thermiques représentatives de l'emboutissage à chaud;
- la détermination de la fraction volumique des constituants principaux de la microstructure du joint soudé avec ces deux éléments d'addition à teneurs précises, en fonction de la vitesse de refroidissement ;
- la prédiction de la résistance mécanique (via la micro-dureté HV) de ces joints soudés ;

en prenant des risques identifiés tels que la ségrégation à la solidification des crayons à haute teneur en carbone, la différence entre la microstructure des crayons à l'état brut de solidification et celle des joints soudés, et les conditions de traitement thermique bien mieux maitrisées qu'en conditions industrielles, mais représentatives de celles-ci.

L'étude présentée dans ce chapitre fournit des éléments de réponse à toutes ces questions, exceptée la dernière qui fait l'objet du chapitre suivant.

Par cette approche simplifiée, nous avons pu établir des modèles qui permettent d'estimer, de manière simple, les températures de transformation de phases, la fraction volumique des constituants de la microstructure (ferrite, bainite et martensite) et la micro-dureté en HV. Ces estimations sont en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus avec les coulées synthétiques.

Malgré les risques mentionnés, les valeurs, estimées par ces modèles, des fractions de constituants microstructuraux, ainsi que de la micro-dureté après le traitement thermique sont aussi en très bon accord avec les observations réalisées sur des joints soudés réels.

L'ensemble de ces résultats et la modélisation démontrent que l'ajout de carbone est une solution prometteuse, permettant de compenser les effets indésirables de l'aluminium sur la trempabilité du joint soudé, à la fois sur la température d'austénitisation et sur la vitesse critique de trempe martensitique, cette dernière étant le critère la plus critique.

En termes d'efficacité de compensation sur la vitesse critique de trempe martensitique, il est possible d'estimer que 0,1% d'addition de carbone permet de compenser environ 0,4% de pollution d'aluminium.

3.7.8. Perspectives

Les modèles établis ici sont des modèles empiriques, essentiellement basés sur des résultats phénoménologiques. Il nous reste encore à comprendre les mécanismes physiques qui gouvernent les effets du carbone et de l'aluminium sur les transformations de phases.

En termes opératoires, l'étude est effectuée sur un domaine de composition chimique assez étroit (jusqu'à environ 0,7 % pour l'aluminium). Il est nécessaire d'élargir l'étude sur un domaine de teneurs plus élevées en aluminium, afin de trouver une solution métallurgique de compensation plus robuste. Dans ce cas, il serait possible que les effets d'une plus haute teneur en aluminium à une haute teneur ne soit pas compensables par l'addition de carbone sans provoquer le risque de fragilité. Des métallurgies avec d'autres éléments compensateurs que le carbone seraient à étudier. D'autre part, il est aussi nécessaire d'étudier de plus près l'hétérogénéité chimique des crayons et son influence sur les transformations de phase.

Les vitesses de refroidissement que nous avons explorées ne nous permettaient d'obtenir que de diagrammes de TRC incomplets. Pour certaines compositions chimiques, notamment celles avec une forte proportion d'aluminium, dont la forme de TRC est déjà profondément modifiée (le nez ferritique avance plus à gauche que le nez bainitique par exemple), il est nécessaire d'effectuer des essais de dilatométrie avec des vitesses plus faibles afin de compléter ce diagramme de TRC et d'améliorer le modèle de calcul de la fraction volumique de ferrite et de bainite.

3.8. Conclusions

Le traitement thermique des flans soudés comprend l'austénitisation et le refroidissement. L'étude porte sur la transformation de phases pendant les deux étapes. Des matériaux synthétiques ont été élaborés et représentent des compositions chimiques moyennes similaires à celles de joints soudés en 22MnB5 et 6Mn6, et en 22MnB5 et 22MnB5. Les échantillons ont été étudiés en dilatométrie afin de déterminer les températures nécessaires d'austénitisation et de tracer les diagrammes de transformation de phases lors du refroidissement continu. La microstructure de chaque coulée avant et après le traitement thermique a été étudiée par métallographie.

Pour les mélanges de 22MnB5 avec 6Mn6, une description paramétrique a été établie et validée pour estimer les températures de transformation austénitique (Ac₁ et Ac₃) et la taille de grains de l'austénite en fonction de la proportion de mélange entre les deux métaux de base.

Nous avons aussi établi un modèle prédictif simplifié sur la microstructure et la micro-dureté finales en fonction du taux de mélange et de la vitesse de refroidissement.

Pour les mélanges à base de 22MnB5, l'étude est également focalisée sur la température de début et fin d'austénitisation (Ac₁ et Ac₃ respectivement) et la vitesse critique de refroidissement pour la transformation de l'austénite en martensite (trempe)

Les effets du carbone et de l'aluminium sur la transformation de phases ont été étudiés. Par exemple, il est constaté que l'addition d'aluminium peut modifier profondément le comportement du matériau. L'aluminium augmente significativement la température Ac₃, peut-être du fait de la présence des gros grains de ferrite, sans doute riches en éléments alphagènes, dans la microstructure de solidification. Il augmente également nettement la vitesse de refroidissement critique de trempe martensitique. L'ajout d'éléments trempants comme le carbone peut faire décroître la température Ac₃ et la vitesse critique de trempe. Des expressions ont aussi été établies pour estimer la micro-dureté du matériau en fonction des conditions de traitement thermique et de la composition chimique, notamment de l'addition de l'aluminium et du carbone. Ces effets ont été quantitativement dentifiés sur la base expérimentale constituée par les matériaux modèles.

Les modèles empiriques obtenus sur les coulées synthétiques montrent également un bon accord avec les quelques résultats disponibles sur joints soudés réels.

Dans un deuxième temps, il est nécessaire d'établir la liaison quantitative entre la composition chimique de ces joints soudés et leur histoire thermique, avec le comportement mécanique, via la microstructure. L'objectif du chapitre suivant sera donc de déterminer le comportement mécanique des matériaux modèles, de formuler des modèles de lois constitutives des joints soudés réels, et d'établir des critères de rupture pertinents pour ces assemblages soudés.

50 R.F. Mehl et C. Wells, Constitution of High purity iron carbon alloys, Technical publication n°798, AIME, Iron and steel Division, 125, (1937)

51 Palizdar. Phd. Thesis. University of Leeds. 2011

52 M. Economopoulos, N. Lambert et L. Habraken, Diagramme de transformation des aciers fabriqués

dans le Bénélux, CRM, Liège, (1967)

53 J. Barralis et G. Marder, Précis de Métallurgie, Elaboration structures propriétés, normalisation (1992)

54 W.J. Kaluba, R. Taillard et J. Foet, The bainitic mechanism of austenite formation during rapid heating, Acta Mater. 46, 16, 5917-5927 (1998)

55 G. Krauss and S. W. Thompson, Ferritic Microstructures in Continuously Cooled Low and Ultra Low Carbon Steels, ISIJ Journal, Vol. 35, No. 8, pp.937-945, 1995.

56 B. L. Bramfitt and J. G. Speer, A Perspective on the Morphology of Bainite, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, pp. 817-829, April 1990.

57 E. D. Hondros, M. P. Seah, Int. Met. Rev. 22, 1977, 262.

58 X. L. He, Y.Y. Chu, J. J. Jonas, Acta Metall. 37, 1989, 2905 - 2916.

59 K. E. Thelning, Steel and its Heat Treatment, Butterworths, 1984, 409 - 419

60 W.C. Leslie, The Physical Metallurgy of steels, McGraw-Hill international

book Company, USA, 1981, 269 - 281

61 B.M. Kapadia, Hardenability concepts with application to steel, A.I.M.E., Warrendale, USA, 1978, 448.

62 J. E. Morral, J.B. Cameron, Boron hardenability mechanisms, the Metallurgical. Society of the A.I.M.E., 1980.

63 J. Haga, N. Miziu, T. Nagamichi, Okamoto, A.: ISIJ Int. 38, 1998, 580

64 W. F. Jandeska, J. E. Morral, Metall.Trans.3, 1972, 2933

65 P. Maitrepierre, D. Thivellier, J. Roves-Vernis, D. Rousseau, R. Tricot,

Hardenability concepts with application to steel, A.I.M.E., Warrendale, USA, 1978, 421.

66 R. C. Sharma, G. R. Purdy, Met. Trans. 5, 1974, 939.

67 D. A. Mortimer, M. G. Nicholas, Met.Sci. 10, 1976, 326.

68 G.L. Fisher, R.H. Geils. Trans TMS-AIME. 1969. p. 2405-2412

69 R. A. Grange and J. B. Mitchell, Trans.ASM, 53, 1961, 157

70 S. Chongzhe, The influences of austenizing temperature on the hardenability of boron steel, IGHTM.

71 B. Kapadia, Prediction of the boron hardenability effect in steel- A comprehensive review, Hardenability concepts with applications to steel, Con. Proc. Chicago, 24 – 26 Oct. 1977, 448 – 482.

72 K. R. Kinsman, H. I. Aaronson. Influence of al, co, and si upon the kinetics of the proeutectoid ferrite reaction. Metallurgical Trans. April 1973, Volume 4, Issue 4, pp 959-967

73 Hutchinson B. Microstructure development during cooling of hot rolled steels. Ironmaking and Steelmaking, 2001, vol.28, No.2, pages 145-151.

74 Garcia-Gonzalez J.E., Garcia C.I. Fundamental study of the austenite formation and decomposition in high strength low-Si, Al aided Nb-Mo TRIP steels, Materials Science & Technology, 2005, pages 3-14.

⁷⁵ O.G. Kasatkin, B.B. Vinokur, Calculation models for determining the critical points of steel, Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov 1 (1984) 20-22.

76 Lis A.K., Gajda B., De Ardo A.J., New Steel Chemistry Design for TRIP and Dual-Phase Structures, Developments in Sheet Products for Automotive Applications, Materials Science & Technology, 2005, pages 47-52.

77 Cahier de charges de l'Usibor : Pascal Drillet, ArcelorMittal Research Maizières

78 Rapport interne Montataire 2009

79 M.P.Puls, J.S.Kirkaldy. Mutallurgical transactions. Vol.3A, 1972, p. 2777

80 Phan, 2014. Phase equilibria and thermodynamics of the Fe–AI–C system: Critical evaluation, experiment and thermodynamic optimization. Acta Materialia 79 (2014) 1–15

81 P. Maynier, J. Dollet, P. Bastien, Prediction of microstructure via empirical formulae based on CCt diagrams, Hardenability Concepts With Applications to Steel, The Metallurgical Society of AIME (1978) 163 - 178

82 Yurioka, N. et al.: Metal Construction, 19, 1987, 217R.

83 Blondeau, R. et al.: Mathematical Model for the Calculation of Mechanical Properties of Low-Alloy Steel Products: A Few Examples of its Application. In: 16th International Heat Treatment Conference – Heat Treating '76, The Metals Society Stratford-upon-Avon, 1976, 189-200.

84 Krauss, G. Principles of Heat Treatment and Processing of Steels, ASM International, 1990, p. 43-87.

85 LI, C. et al. Computation of Ms Temperature in Carbon Equivalence Method. Journal of Liaoning Technology University, 17, 1998, 293-298.

86 KUNITAKE, T. Prediction of Ac1, Ac3 and Ms Temperatures by Empirical Formulas. Heat Treating (Japan), 41, 2001, p. 164-168.

87 LEE, S.J. & VAN TYNE, C.J. A Kinetics Model for Martensite Transformation in Plain C and Low-Alloyed Steels. Metallurgical and Materials Transactions A, 43A:12, February 2012, 423-427.

⁸⁸ Rapport interne ArcelorMittal R&D Montataire

89 P. Maynier, B. Jungmann, J. Dollet, Creusot-Loire System for the prediction of the mechanical properties of low alloy steel products, Hardenability Concepts With Applications to Steel, The Metallurgical Society of AIME (1978) 518-545

90 B. Pawlowski. Critical points of hypoeutectoid steel - prediction of the pearlite dissolution finish temperature Ac1f. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Volume 49 Issue 2 December 2011

91 A. P. Colderen, G.T. Eldis. Journal of Metals. Vol 32, Issue 3, 1980, p. 41.

92 M.H. Thomas, G. M. Michal. Solid-solid phase transformation. TMS-AIME, 1981, p. 469

93 L. E. Collins, W.J.Liu. Phase transformation during the thermal mechanical processing of Steel. The Metallurgical Society of CIM. 1995, p 419

94 C. Fossaert, G. Rees, T. Maurickx, H.K.D.H. Bhadeshia. Metallurgical and material transactions A. Vol 26A, 1995, p21

95 Ohmori, Y, Transactions ISIJ. Vol 11, 1971, p.333

96 G.I. Rees, J. Perdrix, T. Maurickx, H.K.D.H. Bhadeshia. The effect of niobium in solid solution on the transformation kinetics of bainite. Materials Science and Engineering A194 (1995) 179-186

97 C. Perdrix, B. Chamont, E. Amoris, H. Biausser. IRSID report, RE 88.332, IRSID, Paris, July 1988

98 Calcagnotto, 2012. On the Effect of Manganese on Grain Size Stability and Hardenability in Ultrafine-Grained Ferrite/Martensite Dual-Phase Steels. Metall and Mat Trans A (2012) 43:37-46

99 Bain, E.C., Alloying Elements in Steels, ASM, Cleveland, Ohio, USA (1939).

100 Garcia Aranda, L., Chastel, Y., Fernandez Pascual, J., Dal Negro, T., 2002. Experiments and simulation of hot stamping of quenchable steels. Advanced Technology of Plasticity 2, 1135–1140.

101 P. Drillet. CCT curve of Ductibor. Internal ArcelorMittal report 2008

102 LEE, S.J. et al.: Prediction of Austenite Grain Growth During Austenitization of Low Alloy Steels. *Materials and Design*, 29, 2008, 1840-1844.

103 H.P. Hougardy, Werkstoffkunde Stahl Band 1: Grundlagen, Verlag Stahleisen G.m.b.H. Düsseldorf, 1984, 229.

104 O.G. Kasatkin, B.B. Vinokur, Calculation models for determining the critical points of steel, Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov 1 (1984) 20-22.

105 J. Trzaska, L.A. Dobrza ski, Modelling of CCT diagrams for engineering and constructional steels, Journal of Materials Processing Technology 192-193 (2007) 504-510.

106 SHIGA, C. et al.: Development of Large Diameter High Strength Line Pipes for Low Temperature Use. Kawasaki Steel Technical Report, December 1981, 97-109.

107 YUAN, X.Q. et al.: The Onset Temperatures of gamma to alpha-Phase Transformation in Hot Deformed and Non-Deformed Nb Micro-Alloyed Steels. ISIJ International, 46:4, Apr. 2006, 579-585.

108 ZHAO, J.: Continuous Cooling Transformations in Steels. Materials Science and Technology, 8:11, November 1992, 997-1002.

109 F. Equihua. Effect of aluminum content on austenite-ferrite transformation temperature in low carbon (Si-AI) hot rolled GNO electrical steels. REVISTA DE METALURGIA, 46 (1) ENERO-EBRERO, 78-85, 2010

110 BLÁS, J.G. et al.: Influência da Composição Química e da Velocidade de Resfriamento sobre o Ponto Ar3 em Aços de Baixo C Microligados ao Nb. In: 44° Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais, ABM, São Paulo, vol. 1, Outubro 1989, p 11-29.

111 CHOQUET, P. et al.: Mathematical Model for Predictions of Austenite and Ferrite Microstructures in Hot Rolling Processes. IRSID Report, St. Germain-en-Laye, 1985. 7 p.

112 KARIYA, N. High Carbon Hot-Rolled Steel Sheet and Method for Production Thereof. European Patent Application EP 2.103.697.A1, 23.09.2009, 15 p.

113 OUCHI, C. et al. The Effect of Hot Rolling Condition and Chemical Composition on the Onset Temperature of Gamma-Alpha Transformation After Hot Rolling. Transactions of the ISIJ, March 1982, 214-222.

114 PICKERING, F.B.: Steels: Metallurgical Principles. In: Encyclopedia of Materials Science and Engineering, vol. 6, The MIT Press, Cambridge, 1986.

115 SANTOS, A.A.: Previsão das Temperaturas Críticas de Decomposição da Austenita em Ferrita e Perlita Durante Resfriamento Contínuo. In: 41° Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Joinville, 2004, 10 p.

116 TAMURA, I. et al.: Thermomechanical Processing of High-Strength Low-Alloy Steels. Butterworths, London, 1988, 248 p.

117 O.G. Kasatkin, B.B. Vinokur, Calculation models for determining the critical points of steel, Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov 1 (1984) 20-22.

118 MINTZ, B. et al. Regression Equation for Ar3 Temperature for Coarse Grained as Cast Steels. Ironmaking and Steelmaking, 38:3, March 2011, 197-203.

119 X. Fang. In• uence of accelerated cooling on microstructure and mechanical properties of C – Mn steels. Materials Science and Technology January 2002 Vol. 18 p. 47-53

120 ZHAO, Z. et al. A New Empirical Formula for the Bainite Upper Temperature Limit of Steel. Journal of Materials Science, 36, 2001, 5045-5056.

121 KIRKALDY, J.S. et al. Prediction of Microstructure and Hardenability in Low Alloy Steels. In: Phase Transformations in Ferrous Alloys, AIME, Philadelphia, 1983, 125-148.

122 KUNITAKE, T. & OKADA, Y. The Estimation of Bainite Transformation Temperatures in Steels by Empirical Formulas. Tetsu-to-Hagané, 84:2, February 1998, 137-141.

123 LEE, J.K. et al. Prediction of Tensile Deformation Behaviour of Formable Hot Rolled Steels. Posco Technical Research Laboratories Report, Pohang, 1999.

124 Staňková H. INFLUENCE OF ALUMINIUM ON RETAINED AUSTENITE STABILIZATION DURING THERMOMECHANICAL TREATMENT OF LOW-ALLOYED TRIP STEEL. Acta Metallurgica Slovaca, 13, 2007, (208 - 213)

125 Anjana Deva. Influence of Boron on the Hardenability of Unalloyed and Low Alloyed Steel. International Journal of Metallurgical Engineering 2013, 2(1): 47-51

126 Kangying Zhu, Effect of B and B +Nb on the bainitic transformation in low carbon steels. Materials Science and Engineering A 528 (2011) 4222–4231

127 LEE, Y.K. et al. Empirical Formula of Isothermal Bainite Start Temperature of Steels. Journal of Materials Science Letters, 21:16, 2002, 1253-122.

128 LI, M. et al. A Computational Model for the Prediction of Steel Hardenability. Metallurgical and Materials Transactions B, 29:6, June 1998, 661-672.

129 STEVEN, W. & HAYNES, A.G. The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low Alloy Steels. Journal of the Iron and Steel Institute, 183, 1956, 349-359.

130 TAKADA, H. Alloy Designing of High Strength Bainite Steels for Hot Forging. Tetsu-to-Hagané, 88:9, September 2002, 534-538.

131 SUEHIRO, M. et al. A Kinetic Model for Phase Transformation of Low C Steels during Continuous Cooling. Tetsu-to-Hagané, 73:8, June 1987, 1026-1033.

132 van Bohemen, S.M.C. Bainite and Martensite Start Temperature Calculated with Exponential Carbon Dependence. Materials Science and Technology, 28:4, April 2012, 487-495.

133 WANG, S. & KAO, P. The Effect of Alloying Elements on the Structure and Mechanical Properties of ULCB Steels. J. of Materials Science, 28, 1993, 5169-75.

134 ZHAO, J.: Continuous Cooling Transformations in Steels. Materials Science and Technology, 8:11, Nov. 1992, 997-1002.

135 Kasuya, 1993. Carbon Equivalent and Multiplying Factor for Hardenability of Steel. The welding journal, June 1993, pp 263-268

136 YURIOKA, N. et al.: Metal Construction, 19, 1987, 217R.

137 J. H. DEVLETIAN. Effect of Boron Content on Carbon Steel Welds. Welding research supplement, Feb 1975 p. 51-53

138 R. Blondeau, P. Maynier, J. Dollet, Forecasting the hardness and resistance of carbon and lowalloy steels according to their structure and composition, Memoires Scientifiques de la Revue de Metallurgie 12 (1973) 883-892

139 BLONDEAU, R. et al.: Mathematical Model for the Calculation of Mechanical Properties of Low-Alloy Steel Products: A Few Examples of its Application. In: 16th International Heat Treatment Conference – Heat Treating '76, The Metals Society Stratford-upon-Avon, 1976, 189-200.

140 Güler. Characteristics of 30MnB5 boron steel at elevated temperatures. Materials Science & Engineering A 578(2013)417–421

141 H.P. Hougardy, Werkstoffkunde Stahl Band 1: Grundlagen, Verlag Stahleisen G.m.b.H. Düsseldorf, 1984, 229.

142 O.G. Kasatkin, B.B. Vinokur, Calculation models for determining the critical points of steel, Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov 1 (1984) 20-22.

143 J. Trzaska, L.A. Dobrza ski, Modelling of CCT diagrams for engineering and constructional steels, Journal of Materials Processing Technology 192-193 (2007) 504-510.

144 LORENZ, K. et al.: Evaluation of Large Diameter Pipe Steel Weldability by Means of the Carbon Equivalent. In: International Conference on Steels for Linepipe and Fittings, Metals Society, London, Oct. 1981, 322-332.

145 MURRY, G.: Transformations Dans les Aciers, Document M 1 115, Techniques de l'Ingénieur, Paris, 1985, 54 p.

146 ANDREWS, K.W. Empirical Formulae for the Calculation of Some Transformation Temperatures. Journal of the Iron and Steel Institute, 203, Part 7, July 1965, 721-727.

147 CAPDEVILA, C. et al. Determination of Ms Temperature in Steels: A Bayesian Neural Network Model. ISIJ International, 42:8, August 2002, 894-902.

148 EICHELMAN, G.H. & HULL, F.C. The Effects of Composition on the Temperature of Spontaneous Transformation of Austenite to Martensite in 18-8 Stainless Steels. Transactions of the American Society for Metals, 45, 1953, p. 77-104.

149 BARRALIS, J. & MAEDER, G. Métallurgie Tome I: Métallurgie Physique. Collection Scientifique ENSAM, 1982, 270 p.

150 FINKLER, H. & SCHIRRA, M. Transformation Behavior of High Temperature Martensitic Steels with 8 to 14% Chromium. Steel Research, 67:8, August 1986, p. 328-336.

151 GRANGE, R.A. & STEWART, H.M. The Temperature Range of Martensite Formation. Transactions of the AIME, 167, 1946, 467-490.

152 HOUGARDY, H.P. Description and Control of Transformations in Technical Applications. Steel: A Handbook for Materials Research and Engineering – Volume 1: Fundamentals, Springer-Verlag, Berlin, 1992, 167-200.

153 LIU, C. et al. A New Empirical Formula for Ms Temperature in Pure Iron and Ultra Low Carbon Alloy Steels. Journal of Materials Processing Technology, 113:1-3, 2001, 556-562.

154 TAMURA, I. Steel Material Study on the Strength. Nikkan Kogyo Shinbun Ltd., Tokyo, 1970, 40.

155 N. Yurioka et al., "Prediciton of HAZ hardness of ferritic steels", Metal Construction, vol19 (1987), p.217R

156 Dupuy. Rapport interne de Maizières-lès-Metz. CCT diagrams and Flag HAZ diagrams for automotive and industrial grades

157 MURRY, G.: Transformations Dans les Aciers, Document M 1 115, Techniques de l'Ingénieur, Paris, 1985, 54 p.

158 Okumura, M., Yurioka, N., Kasuya, T., Cotton, H.: Int. Conf. Residual Stress and Stress Relieving, IIW, Sofia, Bulgaria, 1987, p.61

4. Comportement mécanique du joint soudé

4.1.	Objectif et démarche	164
4.2.	Etat de l'art : Effet de la microstructure sur le comportement mécanique	165
4.2.	1. Transition de rupture ductile – fragile des aciers	165
4.2.	2. Effet de la taille de grains sur les caractéristiques mécaniques	169
4.2.	.3. Effets de la composition chimique et des éléments d'alliage	172
4.2.	4. Constituants microstructuraux	173
4.2.	.5. Exploitation de l'essai de traction uni-axiale	174
4.3.	Comportement mécanique des métaux de base 22MnB5 et 6Mn6	176
4.3.	1. Comportement mécanique du métal de base 22MnB5	176
4.3.	2. Comportement mécanique du métal de base 6Mn6	178
4.4.	Comportement mécanique des matériaux de synthèse représentatifs d	es différents
taux	de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6	179
4.4.	1. Introduction	179
4.4.	.2. Comportement des matériaux de synthèse en traction uni-axiale quasi-statique	e 180
4.4.	.3. Formulation de la loi de comportement quasi-statique	186
4.4.	.4. Conclusions sur le comportement mécanique des matériaux de synthèse i	intermédiaires
entr	re 22MnB5 et 6Mn6	190
4.4.	.5. Caractérisation mécanique des joints soudés 22MnB5/6Mn6 réels en présenc	ce d'un défaut
géo	ométrique	191
4.4.	.6. Modélisation par éléments finis des essais sur joints soudés avec défaut géom	étrique 193
4.5.	Comportement mécanique à base de 22MnB5 avec l'ajout de ca	arbone et/ou
d'alur	minium	194
4.5.	1. Introduction	194
4.5.	2. Résultats des essais de traction uniaxiale	195
4.5.	.3. Formulation de la loi de comportement quasi-statique	202
4.5.	4. Caractérisation mécanique des joints soudés réelles en présence d'un défaut g	géométrique
		207
4.5.	5. Analyse mécanique par éléments finis des essais sur joints soudés avec défau	It géométrique
	.6. Evaluation du risque de rupture fragile à basse température, à l'aide des matér	iaux modèles
4.5.		
4.5.		213
4.5. 4.5.	7. Conclusions	213 219
4.5. 4.5. 4.6.	7. Conclusions Conclusions	213 219 220

4.1. Objectif et démarche

Comme décrit dans le chapitre précédent, le joint soudé après le traitement thermique est un matériau dont la microstructure peut contenir, selon les cas, de la ferrite, de la bainite et/ou de la martensite. La fraction de chacun de ces constituants microstructuraux, ainsi que le comportement mécanique de chaque constituant, résultent de la composition chimique du joint soudé et du cycle thermique simulant l'emboutissage à chaud, notamment de la vitesse de refroidissement. Ces effets ont été quantitativement formalisés dans le Chapitre 3.

Le comportement mécanique macroscopique du joint soudé est déterminé dans ce chapitre en fonction sa microstructure, pour être finalement paramétré par sa composition chimique et le cycle thermique. Nous suivons dans cette partie de la thèse la même méthodologie que dans le chapitre précédent, en commençant par établir la phénoménologie et la représentation paramétrique des propriétés mécaniques à l'aide des matériaux modèles.

Comme dans le chapitre précédent, pour les matériaux représentatifs des joints soudés en 22MnB5 et 6Mn6, la variation de composition chimique est unidimensionnelle, représentée par la variation de taux de mélange entre les deux aciers de base, avec un ajout d'aluminium constant, de 0,3%. La microstructure après le traitement thermique avec des vitesses de refroidissement entre 20°C/s et 50°C/s est toujours un mélange de ferrite et de bainite.

Pour les matériaux représentatifs des joints soudés en 22MnB5 et 22MnB5, la variation de composition chimique est représentée à l'aide de deux paramètres, les teneurs en carbone et en aluminium. Après un traitement thermique avec une vitesse de refroidissement entre 20°C/s et 100°C/s, l'austénite peut se décomposer en ferrite, bainite ou martensite.

Ici nous nous intéressons au comportement mécanique du joint soudé après le traitement thermique représentatif du cycle thermique de l'emboutissage à chaud. Les deux tôles assemblées sont souvent d'épaisseurs différentes, il se forme donc une marche d'épaisseur au droit du joint soudé, qui constitue une irrégularité géométrique. (Figure 4-1) L'objectif de l'étude est d'évaluer le comportement mécanique des joints soudés, en lien avec la microstructure de la zone fondue, en vue d'établir un modèle constitutif paramétrique en fonction de la composition chimique et du cycle thermique, en appuyant sur les essais mécaniques sur matériaux modèles, et de déterminer le critère de rupture d'un joint soudé en fonction des conditions de chargement.



Figure 4-1 : Une éprouvette de traction quasi-statique uni-axiale avec le joint soudé au centre, perpendiculaire à la direction de la charge appliquée

Le comportement mécanique des matériaux modèles a fait l'objet d'une première évaluation quantitative par microdureté dans le chapitre 3. Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés au comportement en traction, avec les objectifs suivants :

- Etudier les effets des différents paramètres (composition chimique, traitement thermique) séparément sur la limite d'élasticité et la capacité d'écrouissage
- Se doter d'une base expérimentale et d'un modèle constitutif paramétrique, en vue d'analyser mécaniquement des sollicitations sur joints soudés réels en fonction de leur composition chimique et du cycle thermique d'emboutissage à chaud, en particulier lors des essais avec défaut géométrique usiné dans le joint soudé
- Evaluer la sensibilité de ces matériaux à la rupture fragile, notamment pour les compositions à teneur élevée en éléments carbone et/ou aluminium.

4.2. Etat de l'art : Effet de la microstructure sur le comportement mécanique

4.2.1. Transition de rupture ductile – fragile des aciers

La rupture d'un acier peut être décrite en termes comme ductile ou fragile (ou mixte entre ces deux modes). La rupture ductile est associée à une plasticité considérable avant la rupture, au moins à l'échelle locale. Elle est en général lente et provient de la germination, de la croissance et de la coalescence de porosités (elle peut toutefois être très instable pour certains aciers tels que les TWIP et les aciers maraging, et s'accompagner d'une plasticité très localisée). Au contraire, la rupture fragile est caractérisée par avec la propagation rapide de fissures de clivage et une plasticité globale très faible.

Pour un matériau sans défaut, la contrainte à rupture correspond à la rupture des liaisons atomiques dans un plan donné :

$$\sigma_C = \left(\frac{EU_s}{a_0}\right)^{\frac{1}{2}}$$
(4.1)

Où σ_c est la contrainte à rupture théorique ; *E* est le module d'*Young* ; a_0 est une distance interatomique ; et U_s est l'énergie par unité de surface de la fissure.

La contrainte à rupture théorique est donc d'environ $\frac{E}{\pi}$. Cela est très loin de l'observation de la réalité dans la plupart des aciers (de l'ordre de $10^2 MPa - 10^3 MPa$).

Cette différence peut être expliquée par des fissures préexistantes dans le matériau solide. Pour les matériaux élastiques fragiles, si une fissure aiguë existe déjà dans le matériau, elle peut se propager quand l'énergie élastique relâchée est suffisante pour compenser l'augmentation de surface libre générée par la propagation de la fissure.¹⁵⁹

Si la contrainte appliquée à l'infini, $\sigma_{,}$ est suffisamment élevée, une fissure de longueur 2c va se propager et relâche l'énergie élastique stockée U_{e} :

$$U_e = -\frac{\pi\sigma^2 c^2}{E}$$
(4.2)

Par conséquent, la propagation de la fissure crée deux nouvelles surfaces libres dont l'énergie de surface totale absorbée pendant la propagation, U_s , est :

$$U_s = 4c\gamma_s \tag{4.3}$$

Où γ_s est l'énergie de surface libre du matériau. Ainsi :

$$\Delta U = U_e + U_s = -\frac{\pi \sigma^2 c^2}{E} + 4c\gamma_s.$$
(4.4)

La fissure peut se propager si $\Delta U < 0$. Et l'équilibre s'établit si $\frac{dU}{dc} = 0$, i.e.

 $-\frac{2\pi\sigma^2 c}{E} + 4\gamma_s = 0$. La contrainte critique à la rupture pour la propagation instable de cette fissure est donc :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi c}} \tag{4.5}$$

Dans le cas pour des aciers ferritiques, le comportement n'est pas élastique-fragile mais plastique-fragile. Une faible déformation plastique se produit pendant la création de surface libre. La fissure a besoin de plus d'énergie avant de pouvoir se propager. ¹⁶⁰

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{E(2\gamma_s + \gamma_P)}{\pi c}}$$
(4.6)

Il a été observé que cette énergie nécessaire correspondant à la déformation plastique $\gamma_P \left(10^2 - 10^3 J \cdot m^{-2}\right)$ est beaucoup plus importante que $\gamma_S \left(1 - 2J \cdot m^{-2}\right)$, ¹⁶¹ ce qui permet de simplifier l'expression de σ_f :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{E\gamma_P}{\pi c}} \tag{4.7}$$

Ainsi la fissure se propage si $K = \sigma \sqrt{\pi c} > E \gamma_P$. Si $K_C = \sigma_f \sqrt{\pi c}$, dans le cas d'une fissuration en mode l (ouverture en traction), on peut relier K_{IC} au taux de restitution d'énergie critique, G_{IC} :

$$K_{IC} = \sqrt{EG_{IC}}$$
 : en condition de contraintes planes (4.8a)

167

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{EG_{IC}}{(1-v^2)}}$$
 : en condition de déformations planes (4.8b)

v est le coefficient de *Poisson* dans ces équations (4.8).

Pour un acier ferritique, la fissure provoque une concentration locale de contrainte et déformation et peut être amorcée par les particules comme les carbures. Après la formation de la microfissure, elle se propage par clivage dans les grains de ferrite si la contrainte locale d'ouverture est suffisamment élevée. La dimension et la distribution de ces particules initiatrices de fissure sont des facteurs importants. Si on suppose que des particules sont sphériques de diamètre unique, c_0 :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{\pi E \gamma_P}{2c_0}} \tag{4.9}$$

 $\sigma_{\rm f}$ est la résistance à rupture ; $c_{
m 0}$ est le diamètre des particules (typiquement, des carbures).

Pour les aciers bainitiques et martensitiques, la microstructure en lattes est constituée de paquet bordés par des joints de forte désorientation. Dans ces microstructures, la taille de paquet est le facteur le plus important pour la propagation des fissures de clivage, du moins dans le domaine de la transition ductile-fragile.¹⁶² Dans ce cas, la résistance à la rupture est :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{4\pi E\gamma_P}{\left(1 - \nu^2\right)d_P}} \tag{4.10}$$

 d_{P} est la largeur du paquet. ¹⁶³

Dans ce domaine de température, l'amorçage du clivage n'est pas une condition suffisante pour la rupture. La ténacité n'est pas gouvernée par l'amorçage de la fissure de clivage mais par sa propagation instable à l'ensemble de l'éprouvette. Celle-ci est effectivement gérée par la taille des entités (grains, paquets de lattes) séparées par des joints de forte désorientation.

Pour que la rupture par clivage se produise, il faut que les trois conditions suivantes soient réalisées successivement :

- 1. Amorçage d'une fissure, par déformation plastique hétérogène, sous l'action de contraintes de cisaillement τ_c qui conduisent à la formation d'un germe de fissure (rupture de particule, décohésion entre une particule dure et la matrice).
- 2. Propagation de cette amorce dans un grain, sous l'action de la contrainte d'ouverture σ_{c} .
- 3. Franchissement de la première barrière rencontrée par la fissure, le joint de grains (de forte désorientation) par exemple. Cette étape se produit également sous l'action d'une contrainte critique d'ouverture, $\sigma_{\rm B}$.

Selon la température, parmi ces trois obstacles, l'un est plus déterminant que les autres et conditionne à lui seul la rupture par clivage. La contrainte de rupture macroscopique

)

mesurée, σ_f , est la contrainte nominale pour laquelle l'obstacle le plus difficile est franchi. Si la limite d'élasticité σ_y est inférieure à la contrainte de rupture σ_f , le matériau sera partiellement ou totalement ductile ; si σ_y est supérieure à la contrainte de rupture σ_f , le matériau se cassera sans se déformer significativement ($\varepsilon_f \approx 0$). Cet aspect est abordé dans le traitement de la transition fragile ductile.

La limite d'élasticité des phases d'acier de structure cubique centrée (α) ou tétragonale centrée (α ') présente une dépendance importante envers la température. L'écoulement plastique de ces microstructures à basse température devient particulièrement difficile en raison de la structure de cœur des dislocations vis, qui génère une forte barrière de *Peierls*. Ce phénomène augmente les niveaux de contrainte nécessaires pour mettre en mouvement les dislocations.¹⁶³

La transition de rupture ductile – fragile d'un acier de structure cubique centrée est liée à la température. Quand la température est plus basse, l'écoulement plastique devient plus difficile et nécessite des contraintes élevées. Comme la contrainte de clivage est peu sensible à la température (tant que la déformation plastique n'est pas importante), la contrainte d'écoulement devient plus élevée que celle nécessaire pour le clivage à basse température. Par conséquent, le matériau devient fragile.¹⁶⁴

La température et la vitesse de déformation ont un effet significatif sur le mécanisme de rupture. La baisse de la température et l'augmentation de la vitesse de déformation peuvent mener à l'augmentation importante de la limite d'élasticité du matériau, ainsi que de la contrainte à rupture (fragile). Néanmoins, comme la contrainte de clivage est nettement moins sensible à la température que la limite d'élasticité, dans certaines conditions notamment de basse température et forte vitesse, il se peut que la rupture ait lieu pour une contrainte inférieure à la limite d'élasticité macroscopique. (Figure 4-2) ¹⁶⁵



Figure 4-2 : Illustration de l'évolution de la contrainte à rupture et de la limite d'élasticité en fonction de la température et de la vitesse de déformation (Busso 2009 Lecture Notes Mines ParisTech)

La transition de rupture ductile – fragile résulte d'une compétition entre les deux modes de rupture. Comparées avec les éprouvettes de traction lisses, les éprouvettes entaillées sollicitées en traction ont une limite d'élasticité plus importante (mesurée par la force rapportée à la section minimale de l'éprouvette) que leurs homologues lisses. Une

éprouvette d'un matériau peut se comporter de manière ductile sous traction uniaxiale mais se révéler fragile en présence d'une entaille. (Figure 4-3) ¹⁶⁶ La présence d'une entaille induit une importante composante de tension hydrostatique près de son axe, y compris sous un chargement macroscopique de traction. Pour une même contrainte de cisaillement, la contrainte principale maximale au centre d'une éprouvette entaillée est supérieure à celle subie par une éprouvette lisse. La contrainte critique de clivage est donc plus facilement atteinte dans une éprouvette entaillée, chargée à la limite de l'écoulement plastique macroscopique, que dans une éprouvette lisse.



Figure 4-3 : Illustration schématique de la comparaison entre l'éprouvette lisse et l'éprouvette entaillée (Busso 2009 Lecture Notes Mines ParisTech)

Dans le cas des aciers, cela signifie que la transition ductile-fragile est gouvernée par la microstructure, la composition chimique et la limite d'élasticité.

Des améliorations ont été portées sur ce modèle en tenant compte des paramètres de la microstructure comme la taille de grains effective (cf. chapitre 4.2.2) ou la morphologie des carbures. ¹⁶⁷

4.2.2. Effet de la taille de grains sur les caractéristiques mécaniques

Pour les matériaux métalliques, il est constaté que la limite d'élasticité est dépendante de la taille de grains. Cette relation peut être formulée par une équation de puissance de racine carrée de la taille de grains (loi de Hall et Petch)^{169 170} :

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}} \tag{4.11}$$



ou σ_0 et k_y sont des constantes et d est la taille de grains. (Figure 4-4)

Figure 4-4 : Effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité d'aciers ferritiques à différentes teneurs en carbone ¹⁷¹

Ici, le coefficient k_y sur la taille de grains est interprété comme la contrainte locale nécessaire pour transmettre la déformation plastique d'un grain à son voisin¹⁷². Les dislocations sont émises dans un grain et s'empilent devant le joint ce grain et son voisin. L'augmentation de nombre de dislocations de la pile génère une concentration de contrainte en tête d'empilement. Sous l'effet de cette concentration de contrainte, une source du grain voisin, située à une distance r du joint de grain est activée. (Figure 4-5)



Figure 4-5 : Empilement de dislocations dans un grain 173

Cette théorie a été développée initialement pour les matériaux monophasés¹⁷⁴, puis extrapolée vers les matériaux composés de plusieurs phases.

La taille de grain influence à la fois la limite d'élasticité et la contrainte à rupture.

Pour un acier dans un régime de déformation élastoplastique, la relation entre la taille de grains et la résistance à la rupture fragile peut être décrite comme :

$$\sigma_f = \sigma_y + \Delta \sigma \ge \frac{C?\gamma_s}{k_y} d^{-\frac{1}{2}}$$
(4.12)

 σ_f est la résistance à rupture ; σ_y est la limite d'élasticité ; $\Delta\sigma$ est l'augmentation en limite d'élasticité par durcissement au-delà de σ_y ; *C* est une constante dépendant de l'état de la contrainte et du rapport en moyenne entre les contraintes au sens normale et au sens du cisaillement ; μ est le module du cisaillement ; γ_s est l'énergie de surface ; k_y est la pente de *Hall-Petch* (équation 4.11); *d* est la taille de grains. ¹⁷⁵

La taille de grains *d* pertinente pour la rupture par clivage n'est pas forcément celle mesurée en métallographie optique. Des grains individuels à orientations identiques ou avec une très faible désorientation peuvent former des paquets ou amas de grains. Ces paquets définissent une taille de grains cristallographique différente de la taille conventionnelle. ¹⁷⁶ Cela signifie que les fissures par clivage peuvent se propager sans déviation significative à travers les zones à orientation de cristaux similaires, dont la taille correspond à celle du faciès de rupture fragile.

Par exemple, il convient de définir la taille de grains effective par la distance que parcourt la fissure de façon cohérente le long de plans $\{100\}$ dans les aciers cubiques centrés. Dans les aciers ferrito-perlitiques, le chemin de propagation de fissures de clivage est associé à la taille de grain ferritique. Cependant, pour les aciers bainitiques et martensitiques, la taille de grains effective pourrait être celle de l'austénite avant la trempe.

Pour un même type de microstructure, les aciers à taille de grains plus faible ont des contraintes à rupture fragile plus élevées. (Figure 4-6)



Figure 4-6 : Dépendance de la contrainte à rupture fragile envers la taille de grain à -77K (fer et aciers doux)¹⁷⁷

4.2.3. Effets de la composition chimique et des éléments d'alliage

Les éléments d'alliage peuvent être des facteurs déterminants de la ténacité des aciers. Les carbures peuvent avoir un effet négatif sur la ténacité. Les carbures grossiers peuvent être des sites d'amorçage de la fissure. Par micro-alliage, les carbures fins peuvent cependant aider à affiner la microstructure et améliorer la ténacité. (Figure 4-7)



Figure 4-7 : Effet de la teneur de carbone sur la résilience Charpy d'aciers au carbone ferritoperlitiques ¹⁷⁸

L'azote est en général nuisible à la ténacité. En même temps, il est en interaction avec de nombreux d'éléments tels que le titane, le vanadium et le niobium pour former des nitrures qui sont des sites d'amorçage de rupture à basse température.

Le phosphore et le molybdène ont pour effet d'augmenter la température de transition ductile – fragile. Et le chrome a peu d'effet direct sur cette température mais il est un élément trempant qui favorise la formation de bainite ou de martensite au détriment de la ferrite.¹⁷⁹

En règle générale, le manganèse peut avoir un effet positif sur la ténacité en raison de la réduction de la taille des carbures aux joints de grains et leur redistribution dans les sites intergranulaires. Mais il est aussi un élément qui favorise la formation de martensite. ¹⁸⁰

Le nickel peut modifier la contrainte de Peierls et mène à l'adoucissement de la solution solide. ¹⁸¹

Le silicium a un effet négatif sur la ténacité par la réduction de l'énergie de surface au clivage. ¹⁸²
Le niobium et le titane peuvent être bénéfiques à la ténacité par leur effet sur l'raffinement de grains, notamment en favorisant la ferrite aciculaire. ¹⁸³ ¹⁸⁴

Le bore augmente la taille de grains effective, avec un effet négatif sur la ténacité. 185

4.2.4. Constituants microstructuraux

Basé sur l'hypothèse de déformation homogène entre les différents constituants, le comportement mécanique macroscopique d'un acier consistant en deux ou plusieurs constituants microstructuraux (ferrite, bainite, martensite...) peut être estimé par la somme du comportement mécanique de chaque constituant multiplié par sa fraction volumique (loi de mélange de Voigt, 1889).

La limite d'élasticité de ce matériau composite σ_y peut être décrite par l'équation suivante ¹⁸⁶ :

$$\sigma_{y} = \sum_{i=1}^{n} \left(f_{i} \sigma_{y}^{i} \right)$$
(4.12)

 f_i et σ_y^i sont respectivement la fraction volumique et la limite d'élasticité du constituant microstructural *i*. Cette dernière peut à son tour être paramétrée comme nous le verrons dans la suite de ce chapitre.

L'équation (4.12) suppose qu'à la limite d'élasticité du matériau, la déformation totale de tous les constituants microstructuraux est la même. Il a été montré que cette loi des mélanges permettait de prédire avec une bonne précision le comportement élastoplastique des matériaux contenant des particules dures et douces en distribution spatiale homogène.¹⁸⁷

La loi de mélange linéaire pour la contrainte d'écoulement peut être divisée en deux catégories, selon l'hypothèse de l'homogénéité de déformation ¹⁸⁸:

$$\varepsilon^{i} = \varepsilon^{C} \text{ et } \sigma_{f}^{C} = \sum_{i=1}^{n} (f_{i} \sigma_{f}^{i})$$
(4.13)

 ε^{c} et σ_{f}^{c} est la déformation et contrainte d'écoulement du matériau de composite ;

ou l'homogénéité de contrainte (estimation Reuss), en supposant que la contrainte de l'écoulement dans toute les phases ou constituants est la même. Et les phases constituant sont alignés parallèlement à la direction perpendiculaire à la direction de traction ¹⁸⁹:

$$\sigma_f^i = \sigma_f^C$$
, et $\varepsilon^C = \sum_{i=1}^n (f_i \varepsilon^i)$
(4.14)

Les deux modèles d'estimation ci-dessus ne sont pas toujours cohérents avec la réalité dans un acier composé de plusieurs phases ou constituants dispersés dans la microstructure. Dans ce dernier cas, un modèle empirique basé sur la loi de mélange modifiée a été proposé pour un chargement de traction uni-axiale¹⁹⁰ :

$$\sigma_f^C = \sum_{i=1}^n \left(f_i \overline{\sigma}_f^i \right), \text{ et } \varepsilon_T^C = \sum_{i=1}^n \left(f_i \overline{\varepsilon}_T^i \right)$$
(4.15)

Les contraintes et déformations σ et ε sont des valeurs en moyenne des phases ou constituants *in situ*, sur la plane normale à la direction de charge pour la contrainte, et sur la ligne parallèle à la direction de charge pour la déformation. Cette estimation empirique peut donner un bon accord avec les résultats expérimentaux.^{191 192}

Pour un matériau donné, la température de transition ductile – fragile T peut être éventuellement estimée par un modèle simple de la forme :

$$T = f(\text{composition}) + g(\sigma_y) - 11.5d^{-\frac{1}{2}}$$
(4.16)

f est une fonction de la composition chimique de l'acier ; g est une fonction de la résistance mécanique de l'acier : d est la taille de grain en µm ¹⁹³. Ce type de formulation est empirique, les effets de composition et de limite d'élasticité n'étant pas indépendants.

4.2.5. Exploitation de l'essai de traction uni-axiale

Les essais de traction uni-axiale consistent à solliciter une éprouvette sous un chargement de traction simple jusqu'à la rupture.

$$\frac{dh}{dt} = \dot{h} \tag{4.17}$$

Pour rappel, deux types de géométrie ont été utilisées dans l'étude, l'éprouvette axisymétrique lisse, et l'éprouvette axisymétrique entaillée.

Lors des essais de traction uni-axiale sur les éprouvettes axisymétriques lisses (cf. Chapitre 2.4.2), les courbes de déformation / contrainte sont établies par les mesures de charge, de déplacement du vérin et de déformation locale de la zone utile de l'éprouvette par corrélation d'images.

Sont notamment mesurés dans les essais de traction :

- La charge avec l'incertitude associée (F)
- L'allongement de l'éprouvette avec l'incertitude associée (ΔL)

Une seule vitesse de déplacement est utilisée pour ces essais quasi-statiques :

$$\frac{\Delta L}{dt \cdot L_0} = 5 \times 10^{-4} \, s^{-1} \tag{4.18}$$

Et nous calculons directement de ces mesures de force et de déplacement :

- Limite d'élasticité :

$$R_{p0,2} = \frac{F(\varepsilon_p = 0.002)}{S_0}$$
(4.19)

- Résistance mécanique maximale:

$$R_m = \frac{F_{\text{max}}}{S_0} \tag{4.20}$$

- Allongement total (élastique et plastique) maximal uniforme :

$$A_{gt} = \frac{L(F_{\max}) - L_0}{L_0}$$
(4.21)

2 à 4 éprouvettes ont été testées par configuration.

La contrainte conventionnelle (*R*) et la déformation conventionnelle (*e*) peuvent être calculées par la charge (*F*) et le déplacement (ΔL) de la zone déformée avec la section (A_0) et la longueur initiale (L_0) de la partie utile de l'éprouvette :



Figure 4-8 : Développement de la striction dans une éprouvette lors d'un essai de traction uni-axiale

La courbe conventionnelle suffit pour la plupart des applications. Mais si l'on s'intéresse de manière fine aux phénomènes aux grandes déformations, il faut tenir compte de la modification des dimensions de l'éprouvette. On définit pour cela :

- la déformation longitudinale vraie (ε) en prenant en compte le cumul des allongements :

$$d\varepsilon = \frac{dL}{L}$$
 et $\varepsilon = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln(1+e)$, ou $\varepsilon = 2\ln\left(\frac{d_0}{d}\right)$ pour les éprouvettes cylindriques (4.23)

 la contrainte vraie (σ) calculée à partir de la section réelle à l'instant considéré basée sur l'hypothèse de l'incompressibilité plastique :

$$\sigma = \frac{F}{S} = R(1+e) \tag{4.24}$$

Pour les matériaux ductiles, lors des essais en déplacement imposé, une instabilité se produit à la fin de l'essai de traction : la striction. Dans cette zone, l'état de contrainte n'est plus uni-axial et la contrainte axiale σ_{B} est localement supérieure à la valeur nominale σ . ¹⁹⁴ (Figure 4-9) II existe des formules simplifiées sur la corrélation entre la contrainte vraie et la contrainte nominale calculée avec la charge et la section réelle :

$$\tilde{\sigma}_B = B \tilde{\sigma}$$
, (4.25a)

$$B = \frac{1}{\left(1 + \frac{4R}{d}\right)\ln\left(1 + \frac{d}{4R}\right)}$$
 pour $\varepsilon \le 0,15$, ou R est le rayon de courbure de la zone de

striction194

$$B = 0.83 - 0.186 \cdot \log_{10} \left(\tilde{\varepsilon}\right) \text{ pour } 0.15 \le \varepsilon \le 3^{-195}$$
(4.25c)

Ainsi pour les matériaux à rupture fragile, la résistance à rupture $\sigma_f \approx \sigma_u = \frac{F_{\text{max}}}{A_0}$ (4.26)

4.3. Comportement mécanique des métaux de base 22MnB5 et 6Mn6

4.3.1. Comportement mécanique du métal de base 22MnB5

Après un traitement thermique à 930°C avec une vitesse de refroidissement supérieure à 27°C/s, le 22MnB5 est entièrement transformé en martensite. (Figure 3-10)

Pour une vitesse de refroidissement entre 30°C/s et 100°C/s, la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) est de l'ordre de 1100 MPa et la résistance conventionnelle à la rupture (R_m) est de l'ordre de 1500 MPa. L'allongement à rupture (A_r) est de l'ordre de 5%. (Figure 4-9)

(4.25b)



Figure 4-9 : Courbe de traction uni-axiale statique de 22MnB5 et 6Mn6 en résistance nominale $(F \mid A_0)$ et déformation nominale $(\Delta l \mid l_0)$ après un traitement thermique représentatif de la condition industrielle ($V_R \approx 50^{\circ}C \mid s$) d'emboutissage à chaud sans déformation de l'austénite

Si la vitesse de refroidissement est inférieure à 27°C/s, vitesse critique de trempe martensitique, alors le 22MnB5 peut être transformé en un mélange de martensite, de bainite et/ou de ferrite. Son comportement mécanique sera proche d'un acier multiphasé, avec des résistances mécaniques à rupture nettement inférieures à 1500 MPa.

Le comportement mécanique avec traction uni-axiale de 22MnB5 a été bien caractérisé dans la littérature. Il est constaté que la résistance mécanique varie avec la vitesse de refroidissement, même dans un domaine de vitesses où la microstructure est complètement martensitique. (Figure 4-10)



Figure 4-10 : Courbe de traction conventionnelle de 22MnB5 avant la striction, après le traitement thermique avec différentes vitesses de refroidissement ¹⁹⁶

4.3.2. Comportement mécanique du métal de base 6Mn6

Contrairement au 22MnB5 dont le comportement mécanique est très sensible aux paramètres du traitement thermique, le 6Mn6 est relativement peu sensible à la vitesse de refroidissement. Pour une vitesse de refroidissement entre 20°C/s et 200°C/s, la microstructure de 6Mn6 consiste toujours en une matrice de ferrite, avec des ilots de martensite dont la fraction volumique n'excède pas 10%. (cf. Chapitre 3.4.2)

Pour une vitesse de refroidissement qui varie entre 30°C/s et 100°C/s, la limite d'élasticité varie peu selon le traitement thermique. Pour une éprouvette de traction de géométrie ISO dont la zone calibrée est de 12,5mm x 50mm, et de 1,5mm en épaisseur, cette valeur varie entre 350 et 450 MPa. Et la résistance conventionnelle à rupture (R_m) est de l'ordre de 500MPa, jusqu'à 700 MPa pour la vitesse la plus importante (environ 100°C). L'allongement uniforme (A_g) est de l'ordre de 10%, et l'allongement à rupture (A_r) est de l'ordre de 15%. (Figure 4-9)

4.4. Comportement mécanique des matériaux de synthèse représentatifs des différents taux de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6

4.4.1. Introduction

On s'intéresse ici aux quatre matériaux A80B20, A60B40, A40B60 et A20B80 qui ont des compositions chimiques intermédiaires entre celles de 22MnB5 et 6Mn6. (cf. Tableau 3.5.1)

Après le traitement thermique qui consiste en une austénitisation complète suivie par le refroidissement à différentes vitesses entre 20°C/s et 35°C/s, la microstructure de ces matériaux est quasiment toujours ferrito-bainitique (5% à 20% de bainite). (cf. Figure 3-26) La micro-dureté varie peu (entre 180HV et 240HV) entre les différentes compositions chimiques et vitesses de refroidissement. (Figure 4-11) (cf. Chapitre 3.5.5)

Ici nous nous intéressons au comportement mécanique de ces matériaux synthétiques représentatifs des zones locales du joint soudé. Via les essais de traction uni-axiale avec des éprouvettes lisses, nous essayons de caractériser la loi de comportement de ces matériaux, et surtout d'appréhender quantitativement les différences entre ces matériaux, qui pourraient se répercuter en hétérogénéités de propriétés mécaniques sur un joint soudé réel. Il est donc intéressant de vérifier et de quantifier l'échelle de la variation entre les comportements de ces matériaux, et les paramètres ou facteurs déterminants de ce phénomène.



Figure 4-11 : Micro-dureté estimée par le modèle du Chapitre 3 en fonction de la vitesse de refroidissement

4.4.2. Comportement des matériaux de synthèse en traction uni-axiale quasi-statique

4.4.2.1 Résultats des essais de traction

Les résultats de traction de ces seize matériaux (quatre compositions chimiques et quatre vitesses de refroidissement) sont présentés dans le Tableau 4-1. La rupture de toutes les éprouvettes est ductile.

Matériau	Vitesse de refroidissement	Micro-dureté (HV _{500g})	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A _{gt} (%)
400500	35 °C/s	250	515	722	11,5
	27 °C/s	230	500	677	12,0
AOUDZU	23 °C/s	220	490	655	11,4
	20 °C/s	200	475	602	11,9
	35 °C/s	215	450	623	12,2
	27 °C/s	210	442	595	10,4
A00D40	23 °C/s	200	438	591	12,5
	20 °C/s	190	433	590	12,6
	35 °C/s	210	443	605	12,5
A 40R60	27 °C/s	200	430	594	12,1
A40D00	23 °C/s	200	435	587	10,3
	20 °C/s	200	430	590	11,7
A20B80	35 °C/s	190	421	570	12,6
	27 °C/s	185	414	562	11,2
	23 °C/s	185	415	558	12,3
	20 °C/s	180	400	535	11,1

Tableau 4-1 : Comportement mécanique des matériaux modèles AxBy après le traitement thermique

Il est observé que pour chaque matériau, une vitesse de refroidissement plus élevée génère des valeurs de limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) (Figure 4-12) et de résistance mécanique (R_m) plus élevées (Figure 4-13).

Pour une vitesse de refroidissement identique, les matériaux à proportion massique plus importante de 22MnB5 ont des valeurs de limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et de résistance mécanique (R_m) plus élevées. La contribution de la variation de vitesse de refroidissement à la limite d'élasticité et à la résistance en traction s'élève jusqu'à 50 et 125 MPa, respectivement, la nuance A80B20 étant clairement la plus sensible à ce paramètre.



Figure 4-12 : Limite d'élasticité des quatre compositions chimiques avec quatre vitesses de refroidissement différentes



Figure 4-13 : Résistance mécanique des quatre compositions chimiques avec quatre vitesses de refroidissement différentes

Cependant, pour chaque matériau, l'allongement uniforme (A_{gt}) reste peu dépendant de la variation de la vitesse de refroidissement et de la composition chimique. (Figure 4-14)



Figure 4-14 : Courbes conventionnelles de traction uni-axiale statique après des traitements à quatre vitesses de refroidissement (V_{R}) précédés par l'austénitisation complète à 930°C pendant 5 minutes

Les seize matériaux se comportement différemment en termes de résistance mécanique et d'écrouissage. Ce comportement est en accord avec la proportion de bainite. On y trouve donc trois catégories typiques, avec des matériaux tels que les suivants :

- A80B20 avec une vitesse de refroidissement à 35°C/s : contenant plus de 30% de bainite, ce matériau présente une haute résistance mécanique et un fort écrouissage
- A60B40 avec une vitesse de refroidissement à 35°C/s : contenant 20% de bainite, ce matériau présente une résistance mécanique moyenne mais un fort écrouissage
- A20B80 avec une vitesse de refroidissement à 35°C/s : contenant 10% de bainite, ce matériau présente une faible résistance mécanique et un moindre écrouissage

Le comportement mécanique de ces matériaux après le traitement thermique est gouverné par la proportion volumique de ces deux constituants, et par leur comportement élastoplastique propre.

Il est observé qu'après le traitement thermique, les paquets de bainite sont répartis de façon dispersée avec les grains de ferrite. Les grains ferritiques et les paquets bainitiques de tous ces matériaux sont équiaxes. La taille de grains effective est celle des grains (ou paquets)

réels. Pour la matrice en ferrite, la taille de grains varie entre 5µm et 10µm. (Tableaux 3-4 et 3-7)

Sous un chargement de traction uni-axiale, les aciers ferrite/perlite ont une courbe d'écrouissage plutôt plate avec une grande déformation avant d'atteindre la charge maximale, tandis que les aciers martensitiques sont caractérisés par un fort coefficient d'écrouissage à faible déformation. L'écrouissage des aciers bainitiques se situe entre les deux. (Figure 4-15)



Figure 4-15 : Illustration des courbes conventionnelles de traction des aciers martensitiques, bainitiques et ferritiques ¹⁹⁷

Afin de vérifier la représentativité des matériaux synthétiques issus d'une solidification lente par rapport à des aciers industriels obtenus par coulée continue, transformation à chaud et/ou à froid,, on compare ici le comportement mécanique de certains des matériaux modèles avec celui d'aciers à proportion de constituants similaires et résistance mécanique proche, à savoir les aciers ferrito-bainitiques (FB) obtenus sur ligne de production industrielle.

Pour cette comparaison, on choisit une nuance FB560, qui se rapproche du matériau A60B40 en termes de proportion ferrite/bainite et de résistance mécanique. L'évolution de la contrainte avec la déformation du matériau A60B40 est similaire à celle de l'acier ferritobainitique conventionnel. (Figure 4-16) Les deux aciers ont des limites d'élasticité ($R_{P0,2}$) proche et un écrouissage similaire (légèrement plus rapide pour le A60B40).



Figure 4-16 : Courbes de traction uni-axiale statique en résistance nominale (F/A_0) et déformation nominale ($\Delta l/l_0$) de l'acier A60B40 après des traitements à vitesse de refroidissement (V_R) de 27°C/s, et de l'acier ferrito-bainitique FB560 ¹⁹⁸

Comme la micro-dureté, la contrainte équivalent uni-axiale peut être déterminé par la microstructure (notamment les fractions respectives de ferrite, bainite et martensite χ_F , χ_B et χ_M), les propriétés mécaniques de chaque phase constituante (représentées par exemple par leur micro-dureté dans l'équation 4.27 ci-dessous)), la taille de grains réelle ou effective, et la température d'essai.

$$\sigma = \sigma\left(\varepsilon, \varepsilon\right) = f\left(\chi_{F,B,M}, HV_{F,B,M}, d_{F,B,M}, T\right)$$
(4.27)

Dans le chapitre précédent, il a été conclu que la microstructure finale de ces matériaux modèles résulte essentiellement de la transformation de phase issue du traitement thermique. Il a en effet été observé que l'état brut de solidification de ces aciers a peu d'effet sur la transformation de phase après une austénitisation complète. Ainsi, elle est gouvernée par :

- le cycle thermique du traitement thermique, qui consiste au chauffage à 930°C pendant 5 minutes en vue d'obtenir l'austénitisation complète suivie par le refroidissement en continu à une vitesse constante, mais variable d'un traitement thermique à l'autre (V_R);
- et par la composition chimique du matériau, i.e. le taux de mélange entre les deux matériaux de base, le 22MnB5 et le 6Mn6.

La température *T* reste à l'ambiante pour tous les essais (environ 20° C). Il n'est pas possible d'évaluer pour ces matériaux l'influence de la température (*T*) sur le comportement mécanique. Ici,

$$\sigma = \sigma \left(\varepsilon, \varepsilon \right) = f \left(V_R, \% 22 \text{MnB5} \right)$$
(4.28)

4.4.2.2 Corrélation entre la micro-dureté et le comportement mécanique

Le comportement mécanique des aciers tel que la limite d'élasticité et la résistance mécanique peuvent être corrélés avec les valeurs de micro-dureté. On se propose ici d'évaluer et de quantifier cette corrélation.

Selon de nombreuses corrélations publiées sur les aciers ^{199 200 201 202}, il est possible de formuler une corrélation linéaire entre la micro-dureté en *Vickers* et les caractéristiques de traction uni-axiale (dans un domaine de sollicitation quasi-statique) de la manière suivante :

$$R_{P0,2} = C_y \cdot HV + \sigma_y^0 \tag{4.29a}$$

$$R_m = C_{UTS} \cdot HV + \sigma_{UTS}^0 \tag{4.29b}$$

Les coefficients C_{y} , σ_{y}^{0} , C_{UTS} et σ_{UTS}^{0} sont à déterminer pour chaque matériau.

Les courbes de traction montrent des comportements globalement similaires. Il est envisageable d'appliquer les mêmes coefficients pour tous ces matériaux de microstructure ferrito-bainitique.

Ainsi, pour les seize matériaux considérés ici les coefficients sont déterminés par ajustement sur les données expérimentales :

$$R_{p0,2}(MPa) = 1,65 \cdot HV_{0,5} + 110 \tag{4.30a}$$

$$R_m(MPa) = 2.5 \cdot HV_{0.5} + 95 \tag{4.30b}$$

L'estimation à partir des équations (4.30) donne des valeurs très cohérentes par rapport aux résultats expérimentaux (Figure 4-17), notamment pour la résistance à la rupture (R_m).

Néanmoins, la variation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique (de l'ordre de 110MPa pour $R_{P0,2}$, et 170MPa pour la R_m) est très faible comparée avec l'écart de ces valeurs entre les deux matériaux de base, le 22MnB5 ($R_m \approx 1500MPa$ avec $V_R = 27^{\circ}$ C/s) et le 6Mn6 ($R_m \approx 500MPa$ avec $V_R = 27^{\circ}$ C/s).



Figure 4-17 : Corrélation entre la microdureté et les contraintes nominales des quatre matériaux A80B20, A60B40, A40B60 et A20B80 après le traitement thermique

4.4.3. Formulation de la loi de comportement quasi-statique

Comme décrit dans le sous-chapitre précédent, le comportement mécanique des matériaux issus du mélange entre le 22MnB5 et le 6Mn6 est peu dépendant du taux de mélange, dans les conditions thermiques étudiées. Cela nous permet de réaliser une simplification. Une seule formulation mathématique de la loi constitutive peut être appliquée à l'ensemble des matériaux à taux de mélanges variables qui constituent le joint soudé entre 22MnB5 et 6Mn6.

La déformation uniforme totale (A_{gt}) est quasiment identique pour tous les matériaux. Elle varie entre 10% et 12%, sans corrélation évidente avec la variation de la microstructure ou la composition chimique.

Les matériaux des mélanges après le traitement thermique sont des matériaux isotropes. (Chapitre 3) nous appliquons ici des critères isotropes à l'écrouissage isotrope.

Afin de déterminer le comportement de l'écrouissage de ces matériaux, nous prenons les résultats de mesures de contrainte – déformation du matériau A60B40 après le traitement thermique à vitesse de refroidissement (V_R) de 20°C/s, représentatif à la moyenne des 16 modalités.

La courbe de contrainte réelle – déformation réelle peut être ainsi déduite avec :

$$\varepsilon_{p,eng} = \frac{\Delta l}{l_0} - \varepsilon_{e,eng}$$
(4.31)

Et si l'on néglige la déformation élastique avant la limite d'élasticité initiale $(\frac{\sigma_y}{E})$:

$$\sigma = \frac{F}{A_0 \left(1 + \varepsilon_{p,eng} \right)} ;$$

$$\varepsilon_p = \ln \left(1 + \varepsilon_{p,eng} \right)$$
(4.32a)
(4.32b)

Cette déduction est valable entre le début de l'écrouissage jusqu'à l'amorçage des fissures d'endommagement. (Figure 4-18)

Pour décrire le comportement élastoplastique des éprouvettes axisymétriques, la relation entre la contrainte et la déformation pendant l'écrouissage peut être formulée de la manière suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p$$
, (décomposition additive des déformations) (4.33)

$$\sigma = E\left(\underbrace{\varepsilon - \varepsilon_{p}}_{\sim} \right), \text{ (loi de Hooke)}$$
(4.34)

Sous une hypothèse d'isotropie initiale, on fait le choix d'exprimer la limite d'élasticité en fonction de la contrainte équivalente de *von Mises*, définie de la manière suivante :

$$\sigma_{eq} = J_2^{\sigma} \left(\sigma \right) = \sqrt{\frac{3}{2}} \sigma_{ij} \cdot \sigma_{ij}$$
(4.35)

Ici on considère un écrouissage isotrope, ce qui donne une fonction de charge de la forme :

$$f = \sigma_{eq} - R = 0 \tag{4.36a}$$

$$R = R(p) \tag{4.36b}$$

avec R(0) = 0

Il n'y a écoulement plastique que lorsque f = 0. Par l'hypothèse de normalité et la condition de cohérence $\dot{f} = 0$ on trouve l'évolution de la déformation plastique cumulée, définie de la manière suivante :

$$\overset{\bullet}{p} = J_{2}^{\varepsilon} \begin{pmatrix} \bullet \\ \varepsilon_{p} \\ \tilde{\varepsilon} \end{pmatrix} = \sqrt{\frac{2}{3}} \overset{\bullet}{\varepsilon_{p_{ij}}} \overset{\bullet}{\varepsilon_{p_{ij}}}$$

$$(4.37)$$

Parmi les lois d'écrouissage phénoménologiques de la littérature, les plus fréquemment utilisées pour les métaux sont les lois puissance (*Hollomon, Ludwik, Swift, Gosh*) ou les lois exponentielles (*Voce, Hockett/Sherby*), ou encore des modèles empiriques plus sophistiqués qui combinent une partie linéaire avec une partie non-linéaire (*El-Magd, Bergström*). (Tableau 4-2) Les coefficients tels que σ_0 , σ_{sat} , σ_u , p_0 , p_1 , k, l, m et n peuvent être déterminés par l'approximation de la courbe de déformation plastique – contrainte obtenue par essai de traction uniaxiale quasi-statique dans le cas d'un matériau isotrope.

Modèle	Fonction d'écrouissage
Hollomon ²⁰³	$R(p) = k \cdot p^n$
Ludwik ²⁰⁴	$\sigma(p) = \sigma_0 + k \cdot p^n$
Swift ²⁰⁵	$\sigma(p) = k(p_0 + p)^n$
Gosh ²⁰⁶	$\sigma(p) = \sigma_0 + k(p_0 + p)^n$
Voce ²⁰⁷	$\sigma(p) = \sigma_0 + \sigma_{sat} \cdot (1 - \exp(-m \cdot p))$
Hockett - Sherby ²⁰⁸	$\sigma(p) = \sigma_u - (\sigma_u - \sigma_0) \cdot \exp(-m \cdot p^n)$
El Magd ²⁰⁹	$\sigma(p) = \sigma_0 + k \cdot p + l \cdot [1 - \exp(-m \cdot p)]$
Bergström ²¹⁰	$\sigma(p) = \sigma_0 + l \cdot \left(k \cdot (p_0 + p) + \left[1 - \exp\left(-m \cdot (p_1 + p)\right)\right]^n\right)$

Tableau 4-2 : Fonctions d'écrouissage couramment utilisées dans les modèles de comportement phénoménologiques

Les modèles en loi puissance ne permettent pas de simuler le comportement des nuances étudiées car ils surestiment les contraintes pendant l'évolution de l'écoulement et surestiment l'écrouissage. (Figure 4-18)



Figure 4-18 : Identification des coefficients caractéristiques d'écrouissage du matériau A60B40 avec une vitesse de refroidissement à 20°C/s, selon la loi de puissance Hollomon ajustée en priorité sur les déformations les plus élevées

Les modèles *El-Magd* et *Bergström* sont destinées aux matériaux à fort taux d'écrouissage, qui donne de fortes contraintes à forte déformation. Les modèles Swift ou Gosh sont appropriés aux aciers à faible déformabilité plastique comme les aciers martensitiques.²¹¹

Pour les aciers à faible écrouissage et fortement déformables, il convient de décrire le comportement d'écrouissage par le modèle de Voce. Les paramètres à calibrer sont σ_{sat} et *m*. On exprime donc l'écrouissage isotrope de la manière suivante :

$$R(p) = \sigma_{sat} \cdot (1 - \exp(-m \cdot p)) \tag{4.38}$$

Afin de déterminer une première valeur de σ_{sat} la condition de ruine plastique (début de striction) est calculée en se fondant sur la loi de *Considère* dF = 0:

$$R(p) = \frac{dR}{dp}(p) \tag{4.39}$$

$$p = \frac{1}{m} \ln \left(\frac{(m+1) \cdot \sigma_{sat}}{\sigma_0 + \sigma_{sat}} \right)$$
(4.40)

Puisque les matériaux de mélange ici ont des microstructures ferrito-bainitiques similaires, nous avons essayé d'établir des corrélations quantitatives entre les coefficients σ_0 , σ_{sat} et m avec la fraction de ferrite et de bainite. Cependant, la valeur de ces fractions, notamment de χ_B est entachée d'une incertitude élevée. Par conséquent, ici nous essayons d'établir un seul jeu de formules de corrélation directes entre la micro-dureté et les coefficients σ_0 , σ_{sat} et m.

$$\sigma_0(HV) = 1,65HV + 120$$
, en MPa (4.41a)

 $\sigma_{sat}(HV) = 1,55HV - 60$, en MPa

(4.41b)



A partir des données sur les aciers ferrito-bainitiques,

Figure 4-19 : Comparaison entre les courbes en déformation logarithmique et contrainte vraie des quatre matériaux trempés à 27°C/s, et les courbes prédites par le modèle phénoménologique

Ces descriptions fournissent des estimations en très bonne cohérence avec les résultats des essais. (Figure 4-19) Ceci montre, entre autres, que la loi d'écrouissage de Voce est effectivement bien adaptée à la description du comportement de ces matériaux en traction uniaxiale.

Dans la gamme de vitesses de refroidissement étudiées, les comportements mécaniques de ces quatre matériaux de mélange sont proches les uns des autres. Les légères différences sont bien captées par le modèle.

4.4.4. Conclusions sur le comportement mécanique des matériaux de synthèse intermédiaires entre 22MnB5 et 6Mn6

Le joint soudé, qui est un mélange entre les deux matériaux de base à taux de mélange variable, pourrait être considéré comme un matériau mécaniquement homogène, indépendamment de la composition chimique locale tant qu'elle reste dans la gamme 20%-80% de 22MnB5) et de la vitesse de refroidissement si cette dernière se situe dans la gamme des vitesses investiguées entre 20°C/s et 35°C/s, notamment en le comparant avec les deux métaux de base, le 22MnB5 (cf. Chapitre 4.3.1) et le 6Mn6 (cf. Chapitre 4.3.2).

Cela nous permet de simplifier l'étude du comportement du joint soudé. On peut tenter d'appliquer un seul jeu de paramètres constitutifs à l'ensemble du joint soudé comme une bonne première approximation de son comportement réel. Cette hypothèse est testée dans la section suivante.

4.4.5. Caractérisation mécanique des joints soudés 22MnB5/6Mn6 réels en présence d'un défaut géométrique

En plus des propriétés mécaniques intrinsèques du joint soudé, les éventuels défauts géométriques du joint soudé ont aussi une influence sur le comportement mécanique de l'ensemble de l'assemblage. Dans le but d'étudier la sensibilité du comportement mécanique des assemblages envers les défauts géométriques de soudage, notamment les caniveaux, des défauts artificiels ont été réalisés par usinage sur les joints soudés avant le traitement thermique. (cf. Figure 2-20)

Pour rappel, les assemblages hétérogènes à base de 22MnB5 et 6Mn6 sont réalisés par le soudage laser de ces deux grades d'aciers en deux combinaisons d'épaisseurs en vue d'obtenir des assemblages présentant différentes compositions chimiques et différents comportements mécaniques. On utilisera deux joints soudés dont la composition chimique moyenne, calculée en utilisant les taux de dilution et la conservation de la matière, sont les suivantes : (cf. Chapitre 2.5)

- Pour le joint soudé en 22MnB5 1,8mm avec 6Mn6 1,5mm : A55B45
- Pour le joint soudé en 22MnB5 1,2mm avec 6Mn6 1,5mm : A45B55.

Les compositions chimiques de ces deux combinaisons sont bien dans la gamme des matériaux synthétiques étudiés.

La somme des profondeurs d'entailles sur les joints soudés varie entre 0 et environ 40% de l'épaisseur de la tôle la moins épaisse, qui présente les cas réels dans la production industrielle.

Ces caniveaux artificiels ont un angle quasiment droit à fond d'entaille, qui favorise une concentration de contrainte supérieure à celle des caniveaux réels dans le cas le plus sévère. Cela nous permet d'étudier l'influence du caniveau sur le comportement mécanique du joint soudé dans le cas le plus sévère. (Figure 4-20)

anar ana	er till Deber Kill nen i bester Kall nen	Solar U (Solar U C) U C) U C) U C) U C) U C) U C) U C)			
Undercut	Тор		294µm	287µm	304µm
(%	Bottom	Reference	205µm	228µm	198µm
blank)	Total		499µm (33,7%)	515µm (34,8%)	502µm (33,9%
Failure oc	curred in	6Mn6	6 <mark>M</mark> n6	6Mn6	6Mn6

	USBOR 1.44 r			Distant Lations	
Undercut	Тор	343µm	399µm	403µm	
(%	Bottom	188µm	175µm	172µm	
blank)	Total	531µm (36%)	574m (38,7%)	575m (38,8%)	
Failure occ	urred in	Weld	Weld	Weld	

Figure 4-20 : Exemple des soudures avec caniveaux et localisation de la rupture lors d'un essai de traction uni-axiale quasi-statique des flans soudés en 22MnB5 1,8mm avec 6Mn6 1,5mm, avec une charge appliquée perpendiculairement à la soudure. L'éprouvette de référence ne contient pas de caniveau.

Pour les joints soudés en 22MnB5 1,8mm avec 6Mn6 1,5mm, la soudure est insensible la rupture avec en présence de défauts géométriques réduisant l'épaisseur du joint d'environ 35% de l'épaisseur de la tôle la moins épaisse. (Figure 4-21)



Figure 4-21 : Corrélation entre le défaut géométrique, la résistance à rupture nominale et la localisation de rupture des soudures en 22MnB5 1,8mm et 6Mn6 1,5mm

Les soudures d'une combinaison d'épaisseurs différente, en 22MnB5 1,2mm et 6Mn6 1,5mm présentent un comportement similaire. Selon les résultats expérimentaux, la soudure est

exempt de la rupture avec une sommes de défaut géométrique jusqu'à l'équivalence d'environ 35% de l'épaisseur de la tôle la moins épaisse. (Figure 4-22)



Figure 4-22 : Corrélation entre le défaut géométrique, la résistance à rupture nominale et la localisation de rupture des soudures en 22MnB5 1,2mm et 6Mn6 1,5mm

Les ruptures qui ont eu lieu dans la soudure sont ductiles, amorcée à partir des caniveaux. (Figure 4-23)



Figure 4-23 : Faciès de rupture d'une soudure en 22MnB5 et 6Mn6 ; (a) vue globale (b) vue locale sur une zone représentative de l'ensemble du faciès de rupture

4.4.6. Modélisation par éléments finis des essais sur joints soudés avec défaut géométrique

Un seul jeu de paramètres de comportement est appliqué pour représenter la zone du joint soudé (Figure 4-19), qui correspond à un mélange de 22MnB5 et 40% de 6Mn6, avec une vitesse de refroidissement de 27°C/s. Pour simplifier le calcul, la section du joint soudé est représentée comme trapézoïdale. La largeur du joint soudé est identique pour l'entrée, le

milieu et la sortie du cordon, et fixée à 1mm. (Figure 4-24) Ces calculs sont une première approche, du fait du maillage grossier utilisé.

On attribue les lois de comportement (identifiées de la même manière sur le 22MnB5 et le 6Mn6) aux matériaux de base respectifs. Des calculs par éléments finis sont effectués sur les joints soudés avec des caniveaux dont la profondeur varie entre 35% et 38% de l'épaisseur de la tôle la moins épaisse, en traction uni-axiale quasi-statique.



Figure 4-24 : Corrélation entre le défaut géométrique, la résistance à rupture nominale calculée et la localisation de rupture calculés des soudures en 22MnB5 1,8mm et 6Mn6 1,5mm

Le résultat calculé est cohérent avec les essais expérimentaux en termes de profondeur de défaut entraînant la rupture par ruine plastique dans la soudure. (Figure 4-24)

4.5. Comportement mécanique à base de 22MnB5 avec l'ajout de carbone et/ou d'aluminium

4.5.1. Introduction

Cette partie de la thèse porte sur la compréhension de l'influence de la teneur en aluminium et/ou en carbone sur les propriétés mécaniques et le risque de fragilité des matériaux à base de 22MnB5. Les onze matériaux de synthèse à base de 22MnB5 avec ajout d'aluminium et/ou de carbone ont été caractérisés mécaniquement.

Les matériaux modèles ont subi une austénitisation à 930°C suivie par un refroidissement à différentes vitesses entre 20°C/s et 35°C/s. La microstructure finale consiste en un mélange de ferrite, de bainite et/ou de martensite. (cf. Chapitre 3.6.)

La variation de fraction des constituants microstructuraux, ainsi que de la composition chimique donne une large plage de micro-duretés sur les matériaux après le traitement thermique, de 200HV pour une microstructure ferritique jusqu'à 650HV pour une microstructure complètement martensitique. (cf. Figure 3-71) La base de données fournie par ces matériaux permet donc d'étudier la relation entre microstructure et propriétés pour une large gamme de microstructures.

4.5.2. Résultats des essais de traction uniaxiale

Comme la micro-dureté, le comportement élastoplastique en traction uni-axiale quasistatique peut être déterminés par la microstructure, notamment les fractions respectives de ferrite, de bainite et de martensite χ_F , χ_B et χ_M , les propriétés mécaniques de chaque phase constituante et la taille de grains réelle ou effective, et la température d'essai :

$$\sigma(\varepsilon) = f(\chi_{F,B,M}, HV_{F,B,M}, d_{F,B,M}, T)$$
(4.41)

La présence de porosités dans les éprouvettes de traction a mené à l'échec de certains essais, dans lesquels l'éprouvette casse prématurément avant le développement de la déformation plastique, notamment pour les matériaux à forte teneur en carbone (30C et 35C).

A l'intérieur des porosités, nous trouvons des microstructures dendritiques. Ces porosités sont des retassures formées lors de la solidification du matériau dans la canne de silice. (cf. Chapitre 2) La vitesse de refroidissement lors de la solidification étant assez faible (de l'ordre de 10°C/s), la plus haute teneur en carbone mène à un plus fort effet de rétrécissement. (Figure 4-25)



Figure 4-25 : Une porosité dans un échantillon rompu contenant 0,35 masse% de carbone (a) vue globale ; (b) vue locale illustrant la microstructure dendritique

Des zones dendritiques avec ponts solides ont été observées dans certains échantillons, (Figure 4-26) En raison de ces défauts de fabrication, les essais de traction n'ont pas pu être réalisés avec succès sur toutes les compostions chimiques.



Figure 4-26 : (a) et (b) : Deux zones présentant la microstructure dendritique et une rupture ductile des ponts solides, dans un échantillon contenant 0,35 masse% de carbone

4.5.2.1 Effet du carbone sur le comportement élastoplastique

Les trois matériaux modèles à base de 22MnB5 avec ou sans l'ajout de carbone, après le traitement thermique présentent une microstructure complètement martensitique ou majoritairement martensitique avec de la bainite supérieure. (cf. Chapitre 3.6)

Le comportement à l'écrouissage de ces matériaux est semblable à celui de 22MnB5 après un traitement thermique à une vitesse de refroidissement à 27°C/s. (cf. Chapitre 2) Les valeurs de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction suivent la même tendance que la micro-dureté. (Tableau 4-3)

Alliage	Vitesse de refroidissement	Micro-dureté (HV _{500g})	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A _{gt} (%)
	35 °C/s	490	1100	1505	4,2
220	27 °C/s	488	1065	1460	4,7
220	23 °C/s	478	1050	1410	4,9
	20 °C/s	443	980	1335	5,5
	35 °C/s	580	1255	1710	3,0
200	27 °C/s	575	1250	1720	2,8
300	23 °C/s	580	1255	1695	3,5
	20 °C/s	565	1145	1630	3,3
36C	35 °C/s	643	1380	2010	1,8
	27 °C/s	628	1365	1990	2,2
	23 °C/s	634	1370	1970	2,1
	20 °C/s	632	1360	1980	2,3

Tableau 4-3 : Résultats des essais de traction uni-axiale quasi-statique des matériaux à base de22MnB5 avec/sans l'ajout de carbone

4.5.2.2 Effet de l'aluminium sur le comportement élastoplastique

Les quatre alliages à base de 22MnB5 avec ajout d'aluminium ont des comportements métallurgiques et mécaniques différents selon la teneur en aluminium. (cf. Chapitre 3.6)

Alliage	Vitesse de refroidissement	Micro-dureté (HV _{500g})	$R_{p0,2}({ m MPa})$	R_m (MPa)	A _{gt} (%)
20C16AI	30 °C/s	422	930	1295	6,0
	27 °C/s	406	900	1265	5,9
	23 °C/s	357	-	-	-
	20 °C/s	336	-	-	-
19C20AI	30 °C/s	399	810	1230	5,5
	27 °C/s	365	780	1242	6,8
	23 °C/s	336	720	1010	5,3
	20 °C/s	297	-	-	-
22MnB5	27°C/s	480	1100	1450	6

Tableau 4-4 : Résultats des essais de traction uni-axiale quasi-statiques sur les matériaux à base de22MnB5 avec/sans l'ajout modéré d'aluminium

Les deux alliages contenant 0,16% et 0,20% d'aluminium présentent une microstructure complètement martensitique ou majoritairement martensitique avec de la bainite supérieure, leur comportement en traction est assez similaire à celui de 22MnB5. (Tableau 4-4)

Les deux alliages contenant 0,53% et 0,73% d'aluminium présentent une microstructure majoritairement ferritique avec moins de 20% en volume de martensite ou bainite. Par conséquent, le comportement mécanique est assez proche de celui des mélanges entre le 22MnB5 et le 6Mn6. (Tableau 4-5)

Nous n'avons pas pu obtenir les résultats dans toutes les conditions, en raison des défauts de solidification présents à l'intérieur de certaines éprouvettes.

Matériau	Vitesse de refroidissement	Micro-dureté (HV _{500g})	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A _{gt} (%)
19C53AI	30 °C/s	329	620	920	9,1
	27 °C/s	307	610	880	10,3
	23 °C/s	270	550	790	9,5
	20 °C/s	251	510	720	9,8
18C73AI	30 °C/s	243	510	700	11,0
	27 °C/s	235	495	680	12,8
	23 °C/s	221	480	650	14,5
22MnB5	27°C/s	480	1100	1450	6,0

 Tableau 4-5 : Résultats des essais de traction uni-axiale quasi-statiques des matériaux à base de 22MnB5 avec/sans un fort ajout d'aluminium

4.5.2.3 Effet combiné de l'aluminium et du carbone

Les quatre alliages à base de 22MnB5 avec l'ajout à la fois d'aluminium et de carbone présentent une microstructure complètement martensitique ou majoritairement martensitique avec de la bainite supérieure, un comportement métallurgique et un écrouissage assez similaires à celui du 22MnB5. (Tableau 4-6)

L'allongement uniforme diminue en général avec l'augmentation de la résistance mécanique.

Matériau	Vitesse de refroidissement	Micro-dureté (HV _{500g})	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A _{gt} (%)
	30 °C/s	438	950	1394	5,5
	27 °C/s	412	830	1305	6,5
25029AI	23 °C/s	328	-	-	-
	20 °C/s	320	750	1045	5,8
	30 °C/s	540	1170	1610	4,3
200200.41	27 °C/s	541	1165	1545	3,4
30028AI	23 °C/s	450	1050	1505	3,5
	20 °C/s	405	850	1190	5,1
	30 °C/s	500	1030	1460	3,8
2006241	27 °C/s	500	1030	1450	3,9
30063AI	23 °C/s	451	990	1320	5,2
	20 °C/s	367	550	990	8,5
38C60AI	30 °C/s	639	1280	1920	2,5
	27 °C/s	599	1170	1750	3,1
	23 °C/s	611	1180	1870	1,2
	20 °C/s	536	1150	1585	2,3

 Tableau 4-6 : Résultats des essais de traction uni-axiale quasi-statiques des matériaux à base de 22MnB5 avec ajout de carbone et d'aluminium

La rupture est ductile pour la majorité des éprouvettes sans défaut de solidification majeur, à l'exception des éprouvettes du matériau 38C60Al dont la surface de rupture est un mélange de zones de cupules et de zones de clivage.

Les ruptures prématurées des éprouvettes ont souvent eu lieu en présence d'une retassure importante. Bien que nous n'ayons pas effectué d'analyse quantitative basée sur ces résultats, cela montre une sensibilité à la rupture fragile en présence d'un défaut géométrique assimilable à une entaille, et aussi une des limites de l'approche crayons puisque ce défaut n'est pas attendu à cette échelle dans les joints soudés réels. (cf. Chapitre 2)

4.5.2.4 Corrélation entre la micro-dureté et le comportement mécanique

Comme décrit dans le sous-chapitre précédent, les valeurs caractéristiques du comportement mécanique, telles que la limite d'élasticité et la résistance mécanique peuvent être corrélés avec la micro-dureté. Il est possible de formuler une corrélation entre la micro-dureté en *Vickers* et la résistance mécanique mesurée par l'essai de traction uni-axiale quasi-statique.

Dans cette section, nous prenons en compte seulement les éprouvettes qui n'ont pas été victimes de l'effet d'une retassure sur la rupture.

Néanmoins, compte tenu de la variation importante de la microstructure, donc du comportement en écrouissage entre les matériaux testés, il est difficile d'appliquer les mêmes coefficients sur l'ensemble de la base de données avec variation de teneur en carbone et en aluminium.

Nous considérons donc plutôt deux familles de matériaux, déterminés par la typologie microstructurale suivante.

Les matériaux à haute teneur en aluminium présentent une microstructure ferrito-bainitique. Cela est assez similaire à celle des matériaux de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6 (cf. Chapitre 4.4). Nous appliquons ici ainsi les mêmes coefficients que dans les équations (4.30), à savoir : $R_{P0,2} = 1,65 \cdot HV_{0.5} + 110$, $R_m = 2,5 \cdot HV_{0.5} + 95$.



Figure 4-27 : Limité d'élasticité des matériaux après le traitement thermique: comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculée par les équations (4.30a) et (4.42a)

Cette cohérence a montré l'applicabilité des corrélations (4.30a) entre la microdureté et la limite d'élasticité à un domaine de résistance plus étendu que son domaine d'identification.

Les matériaux contenant moins d'aluminium présentent après le traitement thermique une microstructure complètement martensitique ou un mélange de martensite et de bainite supérieure à haute teneur de carbone, sans présence de ferrite ou avec très peu de ferrite. Ils ont des coefficients linéaires assez proches du 22MnB5 trempé avec une vitesse de refroidissement supérieure à 27°C/s. L'ajustement sur les valeurs expérimentales donne :

$$R_{P0,2} = 2 \cdot HV_{0,5} + 75 \tag{4.42a}$$

$$R_m = 2.9 \cdot HV_{0.5} + 70 \tag{4.42b}$$



Rm mesurée (MPa)

Figure 4-28 : Résistance à la traction des matériaux à base de 22MnB5 avec ajout de carbone et/ou d'aluminium: comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées par les équations (4.30b) et (4.42b)

Les estimations par les équations (4.30) et (4.42) donnent des valeurs cohérentes avec les résultats expérimentaux (Figure 4-27 et Figure 4-28), notamment pour la résistance à la rupture.

Ces corrélations entre la limite d'élasticité, la résistance et la micro-dureté fonctionnent donc pour un très large domaine de caractéristiques mécaniques. Elles pourraient se révéler très utiles pour la conception d'alliage pour ces soudures.

4.5.3. Formulation de la loi de comportement quasi-statique

4.5.3.1 Approche

Les matériaux des mélanges après le traitement thermique sont des matériaux isotropes. (Chapitre 3) nous appliquons ici le même formalisme général que pour les matériaux de mélange entre 22MnB5 et 6Mn6, avec un critère de plasticité critères isotropes et on s'intéresse à une formulation plus riche de la loi d'écrouissage isotrope.

Il est difficile d'appliquer une loi d'écrouissage universelle pour tous les matériaux du fait de la variabilité de microstructure. Un modèle d'écrouissage de Voce, modifié et pondéré par la composition volumique des constituants microstructuraux, a été choisi pour décrire l'évolution de l'écrouissage lors de la traction uni-axiale, toujours en utilisant un critère de plasticité portant sur la contrainte équivalente de *Von Mises* et un écrouissage isotrope. Les paramètres à calibrer sont σ_0 , σ_{sat} et *m* doivent maintenant être déterminés pour chacun des constituants de la microstructure.

Pour estimer les valeurs de σ_{sat} , la ruine plastique est calculée en utilisant le critère de *Considère*.

Comme nous avons une très grande variation de microstructure (ferrite, bainite et/ou martensite, cf. Chapitre 3) entre les différents matériaux modèles, il est nécessaire de paramétrer le comportement mécanique par les fractions de constituant du matériau. Cela suppose d'identifier un comportement mécanique pour chaque constituant et donc une approche plus complexe mais plus prédictive que celle du Chapitre 4.4. Les données du Chapitre 4.4 sont utilisées ici en complément des données du Chapitre 4.5.

Le modèle est construit sur l'hypothèse de la loi de mélange à iso-déformation de chaque composant constituant de la microstructure : la ferrite, la bainite et la martensite.

$$R(p) = \sum_{i} \chi_{i} \cdot \sigma_{i}(p) = \chi_{F} \cdot \sigma_{F}(p) + \chi_{B} \cdot \sigma_{B}(p) + \chi_{M} \cdot \sigma_{M}(p)$$
(4.43)

Dans la démarche, nous commençons par l'identification des lois constitutives de la martensite à partir des matériaux complètement martensitiques (mono-constituant). Par la suite, l'identification des lois de comportement de la ferrite peut être réalisée à l'aide le comportement des matériaux contenant seulement la ferrite et la martensite (bi-constituants). En fin, celles de la bainite est réalisée de façon similaire à partir des matériaux consistant en bainite et martensite.

 χ_F , χ_B et χ_M sont la proportion volumique de la ferrite, la bainite et la martensite (cf. Chapitre 3), et peuvent être quantitativement prédites par les équations dans le Chapitre 3. Pour les matériaux dans notre étude, les autres constituants tels que la perlite n'est pas observé, donc $\sum \chi_i = 1$

Il est observé que les matériaux complètement martensitiques ont des comportements en écrouissage quasiment identiques. Idem pour les matériaux majoritairement ferritiques. Nous décidons donc de déterminer une loi de comportement par constituant *i*,

$$R_i(p) = \sigma_{i,0} + \sigma_{i,sat} \cdot (1 - \exp(-m_i \cdot p))$$

$$(4.44)$$

Dans le Chapitre 3, nous avons établi une corrélation quantitative entre la microdureté, la composition chimique et la vitesse de refroidissement. Dans ce chapitre, nous avons montré que la limite d'élasticité et la résistance sont bien corrélées à la microdureté. Nous décidons donc de poursuivre jusqu'au bout cette approche, pour relier *in fine* le comportement en traction à la composition chimique et à la vitesse de refroidissement.

Pour chaque constituant *i*, nous essayons d'établir un unique jeu de coefficients de corrélation entre la micro-dureté de ce constituant et les coefficients σ_0 , σ_{sat} et *m*.

$$\sigma_{i,0} = \sigma_{i,0}(HV_i) ; \ \sigma_{i,sat} = \sigma_{i,sat}(HV_i) \ \text{et} \ m_i = m_i(HV_i)$$
(4.45)

4.5.3.2 Martensite

Des corrélations les plus simples possibles ont été déterminées avec nos résultats expérimentaux sur les échantillons transformés entièrement en martensite, en bainite et en ferrite.

Dans le cas d'un matériau martensitique :

$$\sigma_{M,0}(HV_M) = 2 \cdot HV_M + 75 \text{ en MPa}$$

$$(4.46a)$$

$$\sigma_{M,sat}(HV_M) = HV_M + 15 \text{ en MPa}$$
(4.46b)

$$m_M = 105$$
 (4.46c)

On rappelle que la microdureté peut être estimée à partir de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. (cf. Chapitre 3)

Les coefficients ainsi ajustés des équations (4.46) fournissent des prédictions en accord avec les courbes d'essais sur les éprouvettes. (Figure 4-29) lci on ne présente que quatre matériaux représentatifs de la gamme pour éviter le chevauchement des courbes. Les données complètes sont en cohérence avec les résultats de la Figure 4-29.



Figure 4-29 : Comparaison entre les courbes de traction rationnelles des matériaux martensitiques (en nuages de points), et les courbes prédites en utilisant la loi d'écoulement de Voce des équations (4.43) à (4.46) (en lignes continues)

4.5.3.3 Ferrite

Pour le constituant ferrite, les coefficients ont été calculés par approche inverse à l'aide des matériaux qui consistent en un mélange de ferrite et de martensite. Le calcul repose sur l'hypothèse de mélange décrite précédemment :

$$R(p) = \chi_F \cdot R_F(p) + \chi_M \cdot R_M(p)$$
(4.47)

On obtient donc :

 $\sigma_{F,0}(HV_F) = 1,65 \cdot HV_F + 120 \tag{4.48a}$ $\sigma_{F,sat}(HV_F) = 0,95HV_F + 60 \tag{4.48b}$

$$m_F = 15,5$$
 (4.48c)

Les formules montrent de bonne cohérence avec les essais. Cependant, en raison de la faible population (deux essais en total), il est difficile de juger de la précision de ces coefficients. (Figure 4-30)



Figure 4-30 : Comparaison entre les courbes de traction rationnelles des matériaux majoritairement ferritiques avec moins de 10% de martensite ou bainite (en nuages de points de couleurs), et les courbes prédites en utilisant la loi d'écoulement de Voce des équations (4.43) à (4.48) (en lignes continues noires)

4.5.3.4 Bainite

Pour la microstructure bainitique, les coefficients ont été calculés par approche inverse avec les matériaux qui consistent en un mélange de bainite et de martensite, qui représente quasiment la moitié des matériaux étudiés. Le calcul est basé sur l'hypothèse de mélange décrite précédemment :

$$R(p) = \chi_B \cdot R_B(p) + \chi_M \cdot R_M(p)$$
(4.49)

Ainsi :

$$\sigma_{B,0}(HV_B) = 2 \cdot HV_B + 50 \tag{4.50a}$$

$$\sigma_{B,sat}(HV_B) = 1,2HV_B - 35 \tag{4.50b}$$

$$m_B = 75$$
 (4.50c)

Le comportement en traction prédit par la loi de mélange sur R(p) et cet ensemble de coefficients sont en accord avec les courbes d'essais sur les éprouvettes des matériaux modèles bainito-martensitiques. (Figure 4-31).



Figure 4-31 : Comparaison entre les courbes de traction rationnelles des matériaux mélanges de martensite et de bainite (en nuages de points), et les courbes prédites en utilisant la loi d'écoulement de Voce des équations (4.43) à (4.50) (en lignes continues)

4.5.3.5 Conclusions

La corrélation entre les résultats calculées par ce modèle et ceux en traction montre une très bonne cohérence et un succès inespéré. Cette corrélation est même meilleure que celle entre la microdureté, et la composition chimique et la vitesse de refroidissement.

4.5.4. Caractérisation mécanique des joints soudés réelles en présence d'un défaut géométrique

4.5.4.1 Joints soudés en 22MnB5 sans fil d'apport

Les joints soudés à base de 22MnB5 ont une résistance mécanique élevée et peuvent potentiellement être plus sensibles à la présence d'une entaille que les joints soudés entre 22MnB5 et 6Mn6. Dans le but d'étudier la sensibilité du comportement mécanique des assemblages entre tôles 22MnB5 envers les défauts géométriques, notamment les caniveaux, des défauts artificiels ont été réalisés par usinage sur les joints soudés avant le traitement thermique. (cf. Figure 2-20)

Pour ces soudures iso-épaisseur (1,9mm) en 22MnB5, les entailles sont réalisées selon deux configurations :

- Sur un seul côté de la soudure (face supérieure)
- Sur deux côtés de la soudure (faces supérieure et inférieure) ; dans ce dernier cas, la profondeur du défaut est obtenue en additionnant les profondeurs de chacune des deux entailles.

Après le traitement thermique avec une vitesse de refroidissement d'environ 50°C/s (vitesse moyenne entre 800°C et 300°C), la dureté dans le joint soudé est quasiment équivalente à la dureté du métal de base, de l'ordre de 500HV.

Avec cette condition thermique particulière, le métal de base 22MnB5 1,9mm enregistre en moyenne une résistance mécanique de 1550 MPa (mesurée par traction avec l'éprouvette extraite du métal de base).

- Pour les soudures de la première configuration, il est observé dans les essais que la rupture intervient dans le métal de base pour un défaut géométrique d'une profondeur inférieure ou égale à 6% de l'épaisseur du métal de base le plus mince.
- Pour les soudures de la seconde configuration, la profondeur du défaut critique menant à une rupture au joint soudé est d'environ 8% de l'épaisseur du métal de base le plus mince. (Figure 4-32)

Les ruptures sont toutes ductiles.

Les ruptures ayant lieu dans la soudure sont initiées par le caniveau.



Figure 4-32 : Gauche : une soudure avec 5% de défaut géométrique ; droite : une soudure avec 15% de défaut géométrique

Pour comparaison, une deuxième série d'assemblages à saut d'épaisseur en 22MnB5 1,9mm et 22MnB5 1,0mm a également été réalisés par soudage laser. Cette combinaison

donne le rapport d'épaisseur le plus élevé parmi toutes les applications industrielles envisagées dans l'état actuel de l'étude.

Les entailles sont été réalisées sur un seul côté de la soudure (face supérieure du cordon soudé). La profondeur d'entaille sur les joints soudés varie entre 0 et environ 20% de l'épaisseur de la tôle la plus mince.

Dans ce cas, on observe expérimentalement que la soudure est insensible à la rupture avec une profondeur de défaut géométrique inférieure à environ 12% de l'épaisseur de la tôle la plus mince. (Figure 4-33)

Les ruptures sont toutes ductiles.

Les ruptures ayant lieu dans la soudure sont initiées par le caniveau.



Figure 4-33 : Corrélation entre la profondeur relative du défaut géométrique, la résistance à rupture nominale et la localisation de la rupture des soudures en 22MnB5 1,9mm et 22MnB5 1,0mm sans fil d'apport

4.5.4.2 Joints soudés en 22MnB5 réalisés avec ajout d'aluminium

Des assemblages en 22MnB5 1,9mm et 22MnB5 1,0mm sont réalisés par soudage laser, avec l'ajout intentionnel d'environ 0,5% d'aluminium. Le procédé est réglé de telle sorte que l'aluminium soit dispersé dans le joint soudé de façon homogène.

Les entailles sont réalisées sur les deux côtés de la soudure (côté entrée et coté sortie de cordon soudé). La somme de profondeur d'entailles sur les joints soudés varie entre 0 et environ 10% de l'épaisseur de la tôle la moins épaisse.

Le même traitement thermique est appliqué sur ces soudures. Selon le calcul par le modèle développé sur les coulées synthétiques, cette composition chimique et cette condition thermique confèrent à la soudure une résistance mécanique d'environ 1200 MPa en traction uniaxiale.
Toutes les éprouvettes de traction ont cassé dans le cordon soudé. Les ruptures sont toutes ductiles. Ces résultats sont cohérents avec une rupture par ruine plastique dans la zone la plus faible de l'assemblage.

4.5.4.3 Joints soudés en 22MnB5 réalisé avec un fil d'apport riche en carbone

Des joints soudés utilisant deux tôles 22MnB5 1,9mm, donc iso-épaisseur ont été réalisés avec un fil d'apport riche en carbone. Après le soudage, le joint soudé contient en moyenne 0,3% de carbone.

Après une austénitisation à 930°C suivie par une trempe à plat instrumentée avec une vitesse de refroidissement d'environ 50°C/s, la dureté dans le joint est de l'ordre de 550HV, tandis que la dureté dans le métal de base est de l'ordre de 500HV.

Il est observé dans les essais que la rupture intervient dans le métal de base pour une profondeur de défaut géométrique inférieure ou égale à 11 — 13% de l'épaisseur de la tôle la plus mince. (Figure 4-34) L'augmentation de dureté du joint soudé (par rapport au métal de base) permet de conserver la résistance mécanique de la pièce soudée en cas d'occurrence de défaut géométrique dans le cordon de soudure.

Les ruptures qui ont eu lieu dans la soudure sont ductiles. Cette augmentation de résistance de la soudure, liée à l'apport en carbone, n'est pas contrebalancée par une fragilisation suffisante pour déclencher la rupture par clivage.

Si on compare ce résultat avec le matériau 30C, ce dernier a plus une faible ductilité. Cela montre la limite de l'approche crayon, qui est plus conservatif par rapport aux joints soudés réels, du fait de la présence de défauts de solidification.



Figure 4-34 : Corrélation entre la profondeur relative du défaut géométrique, la résistance à rupture nominale et la localisation de la rupture des soudures en 22MnB5 1,9mm avec un fil d'apport riche en carbone

4.5.5. Analyse mécanique par éléments finis des essais sur joints soudés avec défaut géométrique

4.5.5.1 Joints soudés en 22MnB5 avec l'ajout de 0,5% d'aluminium

Afin de modéliser le comportement mécanique des joints soudés avec caniveaux et apport d'éléments chimiques, un maillage en trois dimensions a été utilisé en distinguant la soudure des deux tôles de métal de base 22MnB5. Les équations constitutives attribuées aux joints soudés à différents duretés, selon leur niveau de dureté, ont été déterminées par le modèle développé à partir des coulées de synthèse. On applique donc les lois de comportement définies dans le Chapitre 4.5.3, avec le critère de rupture de ruine plastique.

On applique au métal de base le comportement du 22MnB5, avec un niveau de dureté à 500HV après un traitement thermique représentatif de la condition industrielle : chauffage à 930°C pendant 5 minutes puis une trempe à environ 50°C/s.

Selon le calcul, même sans défaut géométrique, l'éprouvette casse par ruine plastique dans le joint soudé, du fait de sa moindre résistance mécanique par rapport au métal de base, malgré la différence d'épaisseur importante entre les deux tôles de métal de base.

La simulation numérique prédit que toutes les éprouvettes de traction cassent dans le cordon soudé. (Figure 4-35) Ce résultat est cohérent avec les essais.



Figure 4-35 : Calcul par éléments finis d'une éprouvette en 22MnB5 1,9mm et 22MnB5 1,0mm avec une soudure contenant 0,5% d'aluminium sous sollicitations de traction uni-axiale quasi-statique

4.5.5.2 Joints soudés en 22MnB5 réalisés sans ou avec un fil d'apport riche en carbone

Les lois de comportement attribuées aux joints soudés sont tirées de la modélisation réalisée à partir des matériaux synthétiques. Pour simplifier le calcul, la section du joint soudé est considérée comme trapézoïdale. La largeur du joint soudé est identique dans toute l'épaisseur de la tôle, et fixée à 1mm. (Figure 4-36)

On applique les mêmes équations constitutives que précédemment au métal de base.

Des calculs par éléments finis ont été effectués sur les joints soudés en simulant quatre teneurs en carbone : 0,22% (sans fil d'apport) ; 0,27% ; 0,30% et 0,35%. Selon la modélisation développée dans le Chapitre 3, ces taux de carbone sous la condition thermique décrite dans le paragraphe précédent donnent aux joints soudés des microstructures purement martensitiques avec des microduretés de 500HV ; 530HV ; 550HV et 600HV, respectivement.

Le calcul porte sur des éprouvettes avec des caniveaux dont la profondeur varie entre 5% et 20% de l'épaisseur de la tôle la plus mince, en traction uni-axiale quasi-statique. (Figure 4-36)



Figure 4-36 : Cartes d'iso-déformation illustrant les cas de rupture dans le métal de base et rupture dans le joint soudé en 22MnB5 1,9 iso-épaisseur avec une soudure contenant 0,3% de carbone



Figure 4-37 : Corrélation entre le défaut géométrique critique et le taux de carbone dans la zone fondue, pour des soudures 22MnB5 iso-épaisseur

Les calculs montrent que pour un joint soudé à iso-dureté avec le métal de base après le traitement thermique, un caniveau dont la profondeur est de 6% de l'épaisseur du métal de base mène à une rupture dans le joint soudé.

Cependant, un joint soudé dont la dureté est à 10% supérieure à celle du métal de base peut tolérer jusqu'à 12% de caniveau avant de produire une rupture. (Figure 4-37)

Le résultat calculé est cohérent avec les essais expérimentaux (Figure 4-34).

4.5.5.3 Influence de la localisation des défauts géométriques

Afin de comprendre l'influence de la localisation des défauts géométriques sur la profondeur maximale tolérée, des calculs ont été menés sur des soudures à défauts géométriques localisés uniquement sur une face du cordon soudé et sur les soudures dont les défauts, de profondeurs identiques, sont usinés sur les deux faces du cordon soudé.

Les calculs ont été effectués sur les joints soudés à deux taux de carbone : 0,22% (sans fil d'apport) et 0,30%. Selon les formules de calcul du Chapitre 3, ces taux de carbone sous la condition thermique décrite dans le paragraphe précédent donnent aux joints soudés des microstructures purement martensitiques à des microduretés de 500HV et 550HV, respectivement. On relève alors la géométrie critique pour ces différentes conditions.



Figure 4-38 : Calcul de la taille de défaut géométrique menant à la rupture du joint soudé

On trouve une profondeur critique de défaut d'environ 6% (défaut simple face) ou 8,5% (défaut double face) de l'épaisseur de la tôle la plus mince, dans le cas d'une soudure à

0,22% de carbone. Ce résultat est cohérent avec l'observation expérimentale (Chapitre 4.5.4.1). (Figure 4-38).

4.5.6. Evaluation du risque de rupture fragile à basse température, à l'aide des matériaux modèles

4.5.6.1 Essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées

Afin d'étudier le risque de fragilité des joints soudés réels, en particulier pour les compositions chimiques chargées en carbone et/ou en aluminium, certains matériaux modèles ont été traités thermiquement, en appliquant une condition de traitement thermique représentative d'un cas industriel sévère :

- Chauffage à 930°C pendant 5 minutes
- Refroidissement avec une vitesse à environ 100°C/s entre 800°C et 300°C

Après le traitement thermique, tous les matériaux (Figure 4-20) ont une microstructure complètement martensitique, à l'exception de 19C53AI (martensite + bainite), et 18C73AI (ferrite + îlots martensitiques).

Les essais de traction sur éprouvettes entaillées ont été dépouillés en termes de déformation moyenne et contrainte axiale moyenne, définies par :

$$\varepsilon_{moy} = 2 \cdot \ln\left(\frac{d_0}{d}\right) \tag{4.51}$$

$$\sigma_{moy} = \frac{4 \cdot F}{\pi \cdot d^2} \tag{4.52}$$

où d_0 est le diamètre initial de l'éprouvette, d est le diamètre courant mesuré par un extensomètre diamétral placé sur la section minimale de l'éprouvette, et F est la charge mesurée.

Les résultats sont présentés sous la forme de courbes $\sigma_{moy} = f(\varepsilon_{moy})$.

4.5.6.2 Résultats des essais

A -50°C, les éprouvettes à base de 22MnB5, sans ou avec l'ajout de carbone (22C, 30C, 36C) montrent un comportement non linéaire à partir respectivement de 1250MPa, 1350MPa et 1500MPa. (Figure 4-39)



Figure 4-39 : Courbes déformation diamétrale moyenne – contrainte axiale moyenne des éprouvettes entaillées en matériaux 22C, 30C et 35C à -50°C

La surface de rupture montre majoritairement en clivage pour ces trois matériaux, avec une faible ductilité, cohérente avec la faible réduction de diamètre à rupture. (Figure 4-40, Figure 4-41, Figure 4-42)



Figure 4-40 : Faciès de rupture d'une éprouvette entaillée du matériau 22C traction à -50°C



Figure 4-41 : Faciès de rupture d'une éprouvette entaillée du matériau 30C après traction à -50°C



Figure 4-42 : Faciès de rupture d'une éprouvette entaillée du matériau 36C après traction à -50°C

Les matériaux à base de 22MnB5, avec faible ajout d'aluminium, tout en restant complètement martensitiques après le traitement thermique (20C16Al, 19C20Al), ont des comportements mécaniques très similaires à celui du 22C. (Figure 4-43)



Figure 4-43 : Courbes déformation diamétrale moyenne – contrainte axiale moyenne des matériaux 22C, 20C16AI et 19C20AI à -50°C

La rupture de ces deux matériaux présente de légères améliorations de ductilité par rapport au 22C sans l'ajout de l'aluminium.

De façon similaire, les matériaux à base de 22MnB5, avec l'ajout de carbone jusqu'à 0,3% et une faible teneur en aluminium, restant complètement martensitiques après le traitement thermique (25C29AI, 30C28AI et 30C63AI), ont un comportement élastoplastique similaire à celui du 22C et du 30C. (Figure 4-44)

Cependant, ces trois matériaux, notamment 30C28Al et 30C63Al comparés avec 30C à iso teneur de carbone, ont des ruptures majoritairement ductiles avec peu de zones de clivage. L'ajout d'aluminium permet d'améliorer significativement la résistance au clivage de ces matériaux martensitiques, en préservant la même résistance à la déformation plastique pour les vitesses de refroidissement considérées. (Figure 4-45)



Figure 4-44 : Courbes déformation – contrainte des matériaux 22C, 30C, 25C29AI, 30C28AI et 30C63AI à basse température



Figure 4-45 : Faciès de rupture d'une éprouvette du matériau 30C28AI après l'essai de traction

Une fois que la teneur de carbone atteint 0,38% le risque de fragilité devient plus important, même avec l'ajout de 0,59% d'aluminium (38C59AI). Les éprouvettes de cette composition chimique ont eu une rupture fragile prématurée avant d'atteindre la limite entre comportement linéaire et non linéaire de l'éprouvette.

Pour les microstructures non martensitiques :

- Le matériau 19C53Al a une microstructure de mélange de martensite et de bainite (20%). La rupture est majoritairement ductile.
- Le matériau 18C73Al a une microstructure ferritique. La rupture est fragile en raison du clivage des grains ferritiques. (Figure 4-46)



Figure 4-46 : Courbes déformation – contrainte des matériaux 19C53AI et 18C73AI à basse température

L'ensemble des modes de rupture, en fonction de la composition chimique, est récapitulé dans la Figure 4-47. La présence d'une petite quantité d'aluminium semble protéger la microstructure martensitique de la rupture par clivage dans ces conditions bien précises (éprouvettes sévèrement entaillées usinées dans un produit de fonderie de petites dimensions). Ce n'est pas le cas si la teneur en carbone est trop élevée, ou si la microstructure contient de la ferrite.

On constate que quel que soit le mode de rupture (ductile ou fragile), la déformation diamétrale à rupture des éprouvettes entaillées reste très faible (quelques pour-cent). Il est possible que cette caractéristique soit liée à la présence des défauts de fonderie dans les crayons, qui pénaliseraient fortement la ductilité sur éprouvettes entaillées. Ces défauts sont en effet plus nombreux près de l'axe de l'éprouvette (zone de fin de solidification), qui est aussi la zone la plus sévèrement chargée dans les éprouvettes entaillées.



Figure 4-47 : Graphe récapitulatif des modes de rupture des matériaux étudiés sur éprouvette axisymétrique entaillée testée à -50°C.

4.5.7. Conclusions

Le comportement mécanique macroscopique du joint soudé est déterminé par sa microstructure, elle-même gouvernée par sa composition chimique, et par la condition thermique appliqué sur le matériau simulant l'emboutissage à chaud.

Pour les mélanges à base de 22MnB5, l'étude des effets de l'ajout de carbone et de l'aluminium a permis de développer une loi de comportement mécanique en fonction de la composition chimique et de la condition thermique, via une loi des mélanges et le paramétrage de la microstructure développé dans le chapitre précédent. Ce modèle reproduit remarquablement bien le comportement mécanique en traction uniaxiale.

Les modèles phénoménologiques obtenus sur les coulées synthétiques montrent également un bon accord avec les essais sur joints soudés réels, et ont permis de montrer, dans le cas de la rupture ductile, que l'effet de défaut géométrique (caniveaux artificiels) peut être prédit à l'aide d'un critère de ruine plastique, à partir de la forme du défaut, du cycle thermique et de la composition chimique de la zone fondue.

La sensibilité à la rupture fragile a été étudiée pour ces matériaux après une trempe à grande vitesse (100°C/s). La détermination précise du comportement à rupture se heurte à la présence de défauts de fonderie (retassures), qui rendent l'approche par coulées de petit format (« crayons ») particulièrement pénalisante par rapport au cas des joints soudés réels. Il conviendrait de trouver une voie alternative, à l'aide d'échantillons plus représentatifs d'une soudure sans porosité, éventuellement sous forme de produit plat.

4.6. Conclusions

L'approche simplifiée sur la caractérisation mécanique développée dans la thèse a pour objectif de répondre à des questions précises, notamment, pour ce chapitre :

Pour les mélanges de 22MnB5 avec 6Mn6, des lois de comportement ont été établies en fonction de la proportion de mélange entre les deux métaux de base. Il est constaté que ces mélanges ont des comportements mécaniques très similaires pour les conditions du cycle thermique ciblées de l'étude, pour des proportions de l'alliage majoritaire ne dépassant pas 80%. Pour les mélanges usuels, le joint soudé, malgré sa légère hétérogénéité, peut être considérés comme un seul matériau du point de vue de son comportement mécanique.

Pour les mélanges à base de 22MnB5,

- la quantification de l'effet de l'aluminium et du carbone comme éléments d'addition dans le joint soudé à base de 22MnB5 sur la microstructure et le comportement mécanique
- l'élaboration de lois de comportement en fonction de la composition chimique et les conditions de refroidissement après traitement thermique
- l'évaluation du risque de rupture fragile à basse température

En prenant des risques identifiés tels que la ségrégation à la solidification des crayons à haute teneur en carbone, la présence de défauts de fonderie tels que des retassures, la différence de microstructure entre les crayons à l'état brut de solidification et les joints soudés, et la condition thermique bien mieux maîtrisée qu'en condition industrielle.

L'étude ici apporte des éléments de réponse à toutes ces questions.

En constituant une base expérimentale consistante et en poursuivant l'approche simplifiée développée dans le chapitre précédent, des modèles phénoménologiques ont été établis dans la thèse. Les prédictions sur la limite d'élasticité, l'écrouissage lors de la sollicitation en traction sont en bonne cohérence avec les résultats expérimentaux obtenus avec les coulées synthétiques.

Les lois de comportement ont ensuite été appliquées pour le calcul par éléments finis de joints soudés réels, dans l'objectif de déterminer le défaut géométrique critique. Les résultats calculés sont aussi en très bon accord avec les essais expérimentaux. Sous réserve que les lois constitutives soient bien représentatives des zones soudées, il semble que la sensibilité à l'entaille, du moins à la température ambiante, soit gouvernée par la ruine plastique. Malgré leur simplicité (notamment la taille de maille élevée), les calculs semblent rendre correctement compte de la compétition entre perte de section, renforcement par effet d'entaille et écart de propriétés mécaniques entre zone fondue et métal de base.

L'analyse des résultats expérimentaux et la modélisation démontrent que l'ajout de carbone est une solution prometteuse permettant d'améliorer la robustesse du joint soudé vis-à-vis des défauts géométriques. Mais cette voie technique fera face à un risque de fragilité à basse température une fois que la teneur de carbone dans le joint soudé dépasse 0,38%.

4.7. Perspectives

Les modèles établis ici sont des modèles empiriques, essentiellement basés sur des résultats phénoménologiques. Il nous reste encore à comprendre les mécanismes physiques qui gouvernent le comportement plastique et la rupture de ces microstructures.

En termes opératoires, l'étude est effectuée sur un domaine de composition chimique assez limité (jusqu'à environ 0,7% pour l'aluminium). Il est nécessaire d'élargir l'étude sur un domaine de teneur plus importante en aluminium afin de trouver une solution métallurgique de compensation en cas de plus forte pollution. Dans ce cas, il serait possible que cet effet d'aluminium à une haute teneur ne soit pas compensable par l'addition de carbone sans entraîner un risque de fragilité. Des métallurgies avec autres éléments que le carbone seraient à étudier.

Pour les compositions chimiques riches en carbone, le développement de nouvelles soudures nécessitent encore une étude approfondie de la ténacité et du comportement à rupture. Des essais de traction sur éprouvettes entaillées à différents rayons d'entailles sont à considérer afin de pouvoir établir un modèle de rupture complet s'appuyant sur les mécanismes physiques à déterminer. La présence des défauts de fonderie pose alors question sur une approche par coulées de synthèse de très petit format : la nécessité d'un corroyage à chaud, permettant de s'affranchir de ces défauts, serait à étudier.

L'approche utilisée sur la caractérisation des coulées synthétiques a démontré des limites pour représenter les joints réels :

- les échantillons présentent un risque de retassures qui favorise localement la concentration de contrainte. Dans ce cas, il est possible que les résultats de traction soient fortement influencés par la sensibilité à la présence de ces retassures au lieu du comportement du matériau. Les joints réels n'ont pas ce risque. Donc ces coulées à retassures ne sont pas vraiment représentatives aux joints réels. Afin d'éviter la présence de ces retassures dans les coulées synthétique, il serait envisageable de laminer ces coulées avant le prélèvement des échantillons.
- les entailles réalisées par usinage sur les joints soudés ont un angle droit, qui est trop sévère pour bien représenter un vrai caniveau. Il serait envisageable de produire des entailles avec une courbure lisse.
- Les essais complémentaires notamment avec mesure de champs de déformation et calcul numérique seront prévus pour l'évaluation des propriétés mécaniques des joints soudés : il s'agirait en premier temps d'étudier la ténacité du joint soudé à haute teneur en carbone, à basse température (risque de transition ductile-fragile) et la sensibilité du joint soudé à haute teneur de carbone envers la présence d'une entaille, et analyser ces essais par éléments finis pour identifier un critère de rupture. Au passage, l'approche locale permettra de déterminer le comportement mécanique intrinsèque du joint soudé et de formuler la loi de comportement appropriée.

¹⁵⁹ Griffith, A. A.: The phenomena of rupture and flow in solids. Phil. Trans. Roy. Soc., London, vol. 22, pp. 163–198, 1921.

¹⁶⁰ Orowan, E.:Energy criteria of fracture. Welding J., vol. 34, pp.1575–1605, 1955.

¹⁶¹ Orowan, E.:Energy criteria of fracture. Welding J., vol. 34, pp.1575–1605, 1955.

¹⁶² Bhadeshia, H. K. D. H.: Bainite in Steels.2nd ed., The Institute of Materials, London, 2001.

¹⁶³ Bhadeshia, H. K. D. H. and Honeycombe, R. W. K. .: Steels. 3rd ed., Elsevier Ltd., 2006

¹⁶⁴ Kameda, J.: A kinetic model for ductile–brittle fracture mode transition behaviour. Acta metall., vol. 34(12), pp. 2391–2398, 1986.

¹⁶⁵ Meguid , S. A.: Engineering Fracture Mechanics. Elsevier, New York, USA, 1989.

¹⁶⁶ E. Busso. Materials Science and Mechanics 2009, Lecture Notes Mines ParisTech

¹⁶⁷ Mintz, B., Morrison, W. B. and Jones, A.:Influence of carbide thickness on impact transition temperature of ferritic steels. Met. Technol., vol.6, pp. 252–260, 1979.

¹⁶⁸ Bhattacharjee, D., Knott, J. F. and Davis, C. L.:Charpy–impact–toughness prediction using an 'effective' grain size for thermomechanically controlled rolled microalloyed steels. *Met. Mater. Trans. A, vol. 35A, pp.121–130, 2004.*

¹⁶⁹ E. O. Hall: Proc. Phys. Soc. London. 1951, 864, 747.

¹⁷⁰ N.I. Petch: 1. Iron and Steel Inst, 1953, 174.25.

¹⁷¹ MORRISON, W B; LESLIE, W C. Metallurgical Transactions. Vol. 4, pp. 379-381. Jan. 1973

¹⁷² J. D. Eshelby, F. C. Frank and F. R. N. Nabarro. Phil. Mag .• 1951.42. 351

173 T.H. Courtney, Mechanical Behavior of Materials, McGraw-Hill, ISBN 0-07-013265-8, 620.11292,C86M

¹⁷⁴ U. F. Kocks, Met Trans., 1970, 1, 1121

¹⁷⁵ Cottrell, A. H.: Theory of Brittle Fracture in Steel and Similar Metals. Trans. TMS–AIME, pp. 192–203, 1958.

¹⁷⁶ Gourgues, A. F., Flower, H. M. and Lindley, T. C.: Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. Mater. Sci. Technol., vol. 16(1), pp. 26–40, 2000.

¹⁷⁷ Mechanical Behavior of Materials (1966), F. McClintock and A. S. Argon, Addison Wesley

¹⁷⁸ Rinebolt, J. A. and Harris, W. J.: Effect of Alloying Elements on Notch Toughness of Pearlitic Steels. Trans. Am. Soc. Met., vol. 43, p. 1197, 1951.

¹⁷⁹ Dieter, G. E.:Mechanical Metallurgy.McGraw–Hill, London, 1988.

¹⁸⁰ Stoloff, N. S.: Fracture, volume VI: fracture of metals, chapter 1: effects of alloying on fracture Characteristics. Academic Press, New York, 1969.

¹⁸¹ Gerberich, W. W., Chen, Y. T., Atteridge, D. G. and Johnson, T.: Plastic flow of Fe-BINARY alloys–II. Application of the description to the ductile–brittle transition, Acta Metallugica, vol. 29, pp. 1187–1201, 1981.

¹⁸² François, D. and Pineau, A.: From Charpy to present impact testing. Elsevier, 2002.

¹⁸³ Tsunekage, N., Kobayashi, K. and Tsubakino, H.:Influence of sulphur and vanadium additions on toughness of bainitic steels.Mater. Sci. Technol., vol. 17, pp. 847–855., 2001

¹⁸⁴ Beidokhti, B., Koukabi, A. H. and Dolati, A.:Effect of titanium addition on the microstructure and inclusion formation in submerged arc welded HSLA pipeline steel.Journal of Materials Processing Technology,vol.209, pp. 4027–4035, 2009.

¹⁸⁵ Shin, S. Y., Han, S., Y., Hwang, B. C., Lee, C., G. and Lee, S. H.:Effects of Cu and B addition on microstructure and mechanical properties of high–strength bainitic steels.Materials Science and Engineering A, vol. 517, pp. 212–218, 2009a.

¹⁸⁶ Whitney IM. and McCullough R.L., 1990. Micromechanical Material Modeling, Vol. 2,

Technomic Publishing Company, Inc., Lanchester, Pennsylvania, USA.

¹⁸⁷ Kim H.S., Hong S.1. and Kim SJ, 2001. On the Rule of Mixtures for Predicting the

Mechanical Properties of Composites with Homogeneously Distributed Soft and Hard

Particles, Journal of Materials Processing and Technology, Vol. 112, pp. 109-113

¹⁸⁸ M. Taya and R. J. Asenault (eds.): "Metal Matrix Comp.", Pergamon Press, 1989.

¹⁸⁹ K. Cho and J. Gurland: Met. Trans., 1988, 19A, 2027.

¹⁹⁰ H. Fischmeister and B. Karlson: Z. Metallkd, 1977.68,311

¹⁹¹ P. D. Funkenbusch. J. K. Lee and T. H. Courtney: Met. Trans., 1987, 18A, 1249

¹⁹² Y. L. Su and J. Gurland: Mat. Sci. Eng., 1987,95, 151

¹⁹³ Pickering, F. B. and Gladman, T.:Metallurgical development in carbon steels.ISI Spec. Rep., vol. 81, p. 10, 1963.

¹⁹⁴ Bridgman, P.W.: The Stress Distribution at the Neck of a Tension Specimen, Transactions of American Society for Metals, Vol. 32, 1944, p. 553.

195 Dowling, N.A.: Mechanical Behavior of Materials, Prentice-Hall, 1993.

¹⁹⁶ Bardelcik, 2012. A strain rate sensitive constitutive model for quenched boron steel with tailored properties. International Journal of Impact Engineering 50 (2012) 49e62

¹⁹⁷ Tom K. Eller. CONSTITUTIVE MODELING OF QUENCH-HARDENABLE BORON STEEL WITH TAILORED PROPERTIES. Forming Technology Forum 2013 September 19 – 20, 2013, utg, TUM, Germany

¹⁹⁸ ArcelorMittal Flat Carbon Europe Catalogue

¹⁹⁹ V. Keryvin, Acta Mater. 55 (2007) 2565–2578

²⁰⁰ R. Vaidyanathan, M. Dao, G. Ravichandran, S. Suresh, Acta Mater. 49 (2001) 3781–3789

²⁰¹ H.E. Boyer, T.L. Gall (Eds.), Metals Handbook, Desk Edition, ASM International, Metals Park, Ohio, 1985.

²⁰² W.D. Callister Jr., Materials Science and Engineering – An Introduction, John-Wiley, NewYork, 1992.

²⁰³ Hollomon, J.H.: Tensile deformations. Trans. Metall. Soc. AIME 162 (1945) pp. 268-290.

²⁰⁴ Ludwik, P.: Elemente der technologischen Mechanik. Springer Verlag Berlin (1909).

²⁰⁵ Swift, M.W.: Plastic instability under plane stress. J. Mech. Phys. Solid, 1 (1952) pp.1-18.

²⁰⁶ Gosh, A.K.: Tensile instability and necking in materials with strain hardening and strainrate hardening. Acta Met., 25 (1977) pp. 1413-1424.

²⁰⁷ Voce, E.: The relationship between stress and strain for homogeneous deformation. J. Int. Metals, 74 (1948) pp. 537-562.

²⁰⁸ Hockett, J.E.; Sherby, O.D.: Large strain deformation of polycrystalline metals at low homologous temperatures. J. Mech. Phys. Solid, 23-2 (1975) pp. 87-98.

²⁰⁹ Totten, G.E; Xie, L.; Futanani, K.: Modeling and simulation for material selection and mechanical design. Marce Dekker (2004).

²¹⁰ Bergström, Y.: A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline α-Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations. *Mat. Sci. Eng.*, 5 (1969/1970) pp. 193-200.

²¹¹ T.K. Eller et al. / Journal of Materials Processing Technology 214 (2014) 1211–1227

5. Conclusions

Le flan rabouté laser est constitué de deux tôles d'acier soudées en bout à bout à l'aide d'un faisceau laser. L'opération de soudage laser génère une très forte hétérogénéité de la jonction soudée due au mélange imparfait des deux matériaux et du revêtement, dans notre étude, à base de l'aluminium. Les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques du joint soudé sont déterminées par la qualité du mélange (homogénéité chimique), la composition chimique locale et le cycle thermique lors de l'emboutissage à chaud.

La thèse visait à améliorer la compréhension et la quantification du lien entre composition chimique, évolution microstructurale au cours du cycle thermique et propriétés mécaniques, en visant une gamme de compositions chimiques représentative d'assemblages entre aciers emboutissables à chaud.

Deux catégories de joints soudés ont été étudiées selon les matériaux de mélange : les mélanges en diverses proportions de 22MnB5 avec 6Mn6, à teneur fixe en aluminium, et les mélanges à base de 22Mn6, avec ajout d'aluminium (simulant une pollution par le revêtement au cours du soudage) et de carbone.

Une nouvelle méthodologie a été développée pour étudier le comportement métallurgique et mécanique de ces joints soudés hétérogènes. La méthode choisie est d'élaborer des coulées synthétiques représentant les différentes compositions chimiques potentiellement rencontrées dans le joint soudé réel. Le comportement du joint soudé est reconstruit à partir des données obtenues par la caractérisation de ces coulées synthétiques. Les coulées synthétiques élaborées par cette méthode originale ont été montrées comme représentatives des joints soudés réels en termes de tailles de grains et de comportement mécanique après le traitement thermique.

Pour les mélanges de 22MnB5 avec 6Mn6, les microstructures après traitement thermique sont essentiellement ferrito-bainitiques, avec une majorité de ferrite dont la dureté dépend peu de la composition chimique globale. Une description paramétrique a été établie et validée pour estimer les températures de transformation austénitique (Ac₁ et Ac₃) et la taille de grains de l'austénite en fonction de la proportion de mélange entre les deux métaux de base. Nous avons aussi établi un modèle prédictif simplifié de la microstructure et de la micro-dureté finales, en fonction du taux de mélange et de la vitesse de refroidissement lors du cycle thermique. Il est constaté que ces mélanges ont des comportements mécaniques très similaires pour les conditions du cycle thermique étudiées, pour des proportions de l'alliage majoritaire ne dépassant pas 80%. Pour les mélanges usuels, le joint soudé, malgré sa légère hétérogénéité, peut être considéré comme un seul matériau du point de vue de son comportement mécanique.

Pour les mélanges à base de 22MnB5, Les effets du carbone et de l'aluminium sur la transformation de phases ont été étudiés. L'étude est focalisée sur les températures de début et de fin d'austénitisation (Ac₁ et Ac₃ respectivement) et sur la vitesse critique de refroidissement pour la transformation de l'austénite en martensite (trempe). Il est constaté que l'addition d'aluminium peut modifier profondément le comportement du matériau. L'aluminium augmente significativement la température Ac₃, peut-être du fait de la présence des gros grains de ferrite, sans doute riches en éléments alphagènes, dans la microstructure de solidification. Il augmente également nettement la vitesse de refroidissement critique de trempe martensitique. L'ajout d'éléments trempants comme le carbone peut faire décroître la température Ac₃ et la vitesse critique de trempe. Des expressions ont été établies pour estimer la micro-dureté du matériau en fonction des conditions de traitement thermique et de la composition chimique, notamment de l'addition de l'aluminium et du carbone. Ces effets ont été quantitativement dentifiés sur la base expérimentale constituée par les matériaux

modèles. Les modèles empiriques obtenus sur les coulées synthétiques montrent également un bon accord avec les quelques résultats disponibles sur joints soudés réels. En constituant une base expérimentale consistante, nous avons ensuite pu établir des modèles phénoménologiques du comportement mécanique, avec comme données d'entrée les caractéristiques microstructurales et la composition chimique globale (qui gouverne la dureté des constituants tels que la bainite et la martensite). La description de la limite d'élasticité et de l'écrouissage en traction est cohérente avec les résultats expérimentaux obtenus avec ces coulées synthétiques.

Les lois de comportement ainsi établies ont ensuite été appliquées pour le calcul par éléments finis de joints soudés réels en 22MnB5 et 6Mn6, et de joints soudés en 22MnB5 avec ajout d'aluminium et de carbone, comportant un défaut géométrique représentatif de ceux utilisés lors des essais de validation de joints soudés réels. Le calcul élastoplastique a permis d'évaluer le caractère prédictif d'un critère de ruine élastoplastique (localisation de la déformation) pour la détermination de la taille critique de défaut menant à la rupture dans le joint soudé. Les résultats calculés sont aussi en très bon accord avec les essais expérimentaux. Sous réserve que les lois constitutives soient bien représentatives des zones soudées, il semble que la sensibilité à l'entaille, du moins à la température ambiante, soit gouvernée par la ruine plastique. Malgré certaines hypothèses très simplificatrices (notamment la taille de maille élevée), les calculs semblent rendre correctement compte de la compétition entre hétérogénéité de section, renforcement par effet d'entaille et écart de propriétés mécaniques entre zone fondue et métal de base.

Pour les joints soudés en 22MnB5, l'analyse des résultats expérimentaux et la modélisation démontrent que l'ajout de carbone est une solution prometteuse permettant d'améliorer la robustesse du joint soudé vis-à-vis des défauts géométriques. Mais cette voie métallurgique fera face à un risque de fragilité à basse température une fois que la teneur de carbone dans le joint soudé dépasse 0,38%.

6. Perspectives

Les modèles métallurgiques et mécaniques établis dans la thèse sont des modèles empiriques, essentiellement basés sur des résultats phénoménologiques. Il nous reste encore à comprendre les mécanismes physiques qui gouvernent les effets du mélange, de la composition chimique, notamment le carbone et l'aluminium sur les transformations de phases, et le comportement mécanique.

L'étude est effectuée sur un domaine de composition chimique assez étroit (jusqu'à environ 0,7% pour l'aluminium, et 0,38% pour le carbone).

Il est nécessaire d'élargir l'étude sur un domaine de teneurs plus élevées en aluminium, afin de trouver une solution métallurgique de compensation plus robuste. Dans ce cas, il serait possible que les effets d'une plus haute teneur en aluminium ne soient pas compensables par l'addition de carbone sans provoquer le risque de fragilité. Des métallurgies avec d'autres éléments compensateurs que le carbone seraient à étudier. D'autre part, il est aussi nécessaire d'étudier l'hétérogénéité chimique des crayons et son influence sur les transformations de phase, en particulier lors de l'austénitisation.

Les vitesses de refroidissement que nous avons explorées ne nous permettaient d'obtenir que de diagrammes de TRC incomplets. Pour certaines compositions chimiques, notamment celles avec une forte proportion d'aluminium, dont la forme de TRC est déjà profondément modifiée (le nez ferritique avance plus à gauche que le nez bainitique par exemple), il est nécessaire d'effectuer des essais de dilatométrie avec des vitesses plus faibles afin de compléter ce diagramme de TRC, de mieux comprendre les modifications de cinétiques de transformations ferritique et bainitique par l'aluminium et d'améliorer le modèle de calcul de la fraction volumique de ferrite et de bainite.

Pour les compositions chimiques riches en carbone, le développement de nouvelles soudures nécessitent encore une étude approfondie de la ténacité et du comportement à rupture. Des essais de traction sur éprouvettes entaillées à différents rayons d'entailles sont à considérer afin de pouvoir établir un modèle de rupture complet s'appuyant sur les mécanismes physiques à déterminer.

Quant à la caractérisation mécanique, l'approche de coulée synthétique peut encore être améliorée. Les échantillons présentent un risque de retassures qui favorise localement la concentration de contrainte. Il est possible que les résultats de traction soient fortement influencés par la sensibilité à la présence de ces retassures au lieu du comportement du matériau. Les joints réels ne présentent pas ce risque, du fait de la solidification sous pression induite par la formation du capillaire de vapeur. Afin d'éviter la présence de ces retassures dans les coulées synthétiques, il serait envisageable de laminer ces coulées avant le prélèvement des échantillons, quitte à faire des coulées moins nombreuses mais de format plus important.

Des essais complémentaires, notamment avec mesure de champs de déformation et analyse mécanique plus poussée par éléments finis sur la base des modèles établis au cours de cette thèse, seront prévus pour l'évaluation des propriétés mécaniques des joints soudés : il s'agirait en premier temps d'étudier la ténacité du joint soudé à haute teneur en carbone, à basse température (risque de transition ductile-fragile) et la sensibilité du joint soudé à haute teneur de carbone envers la présence d'une entaille, et analyser ces essais par éléments finis pour identifier un critère de rupture. Au passage, l'approche locale permettra de déterminer le comportement mécanique intrinsèque du joint soudé et de valider la loi de comportement utilisée, voire de l'améliorer.

Influence de la composition chimique sur la formation de la microstructure et les caractéristiques mécaniques de soudures en aciers emboutissables à chaud

RESUME : La thèse porte sur deux aciers emboutissables à chaud, soudés en configuration homogène ou hétérogène en termes de composition chimique et d'épaisseur. Les solutions en flans raboutés laser présentent en effet de remarquables performances à l'impact et connaissent un fort développement dans le contexte actuel de l'industrie automobile (réduction des émissions de CO₂ et amélioration de la sécurité passive des véhicules). L'opération de soudage laser peut générer une hétérogénéité de la jonction soudée, due au mélange imparfait des deux matériaux et des conditions thermiques de solidification et d'emboutissage à chaud. Les propriétés mécaniques du joint soudé sont donc déterminées par la qualité du mélange, la composition chimique locale et le cycle thermique.

La première partie de l'étude est consacrée à la quantification de l'hétérogénéité du joint soudé et la compréhension de la microstructure. Une nouvelle méthodologie a été développée pour étudier le comportement métallurgique et mécanique de ces joints hétérogènes, en élaborant des coulées synthétiques représentant les différentes compositions chimiques attendues dans le joint réel. Le comportement du joint soudé est reconstruit à partir des données obtenues par la caractérisation de ces coulées synthétiques. La deuxième partie de l'étude porte sur la compréhension de la formation de la microstructure de la zone fondue avant et après traitement thermomécanique simulant l'emboutissage à chaud. Des modèles quantitatifs ont été établis pour calculer les températures de changement de phase, les proportions relatives des constituants microstructuraux ainsi que la dureté de ces alliages en fonction de la composition chimique et du cycle thermique. La dernière partie de l'étude porte sur le comportement mécanique après traitement thermique. Des lois de comportement des matériaux synthétiques ont été déterminées en fonction de leur composition chimique et du cycle thermique. La sensibilité à la rupture fragile par clivage a été évaluée par des essais de traction sur éprouvettes sévèrement entaillées. Les lois de comportement obtenues ont été appliquées pour déterminer la tolérance du joint soudé à un défaut géométrique, sous sollicitation de traction uniaxiale.

Mots clés : Soudage laser ; aciers emboutissables à chaud ; transformation de phase ; comportement mécanique

Influence of chemical composition on the microstructural development and on the mechanical behaviour of welds made of hot stamping steel grades

ABSTRACT : This thesis is focused on the study of welded steel grades deformed by hot stamping. Typically, a laser welded blank is formed by butt joining two steel sheets, which can be identical or differ in chemical composition and/or sheet thickness. Such laser welded blank solution offers excellent crash performance, significant CO_2 emission reduction and passive car safety thus it is of great interest for the automotive industry. The laser welding process may induce chemical and metallurgical heterogeneities arising from an incomplete mixture of the two base metals and from the thermal cycle conditions during welding and the subsequent heat treatment. The mechanical behaviour of the weld is therefore determined by the mixing quality, the chemical composition and the thermal cycle.

The first part of the study aims at the quantification of the weld heterogeneity and the characterisation of the resulting microstructure. In this work, a new method is proposed to study the metallurgical and mechanical behaviour of those heterogeneous welds, by elaborating synthetic casted alloys representative of the different chemical compositions that can be locally found in the weld. The behaviour of the weld is then reconstructed from the results obtained from the characterisation of those synthetic casted alloys. The second part of the study concerns the understanding of the microstructure formation in the molten zone before and after a thermo-mechanical treatment which replicates the hot stamping conditions. Quantitative models have been established to calculate the phase transformation temperatures, the proportion of the principal constituents in the microstructure, and hardness of the weld as a function of chemical composition and thermal cycle parameters. The last part of the study is dedicated to the evaluation of the mechanical behaviour of the synthetic alloys after heat treatment. The constitutive material behaviour laws for each alloy have been identified. The sensitivity to brittle cleavage fracture has been assessed by tensile tests on severely notched bars. The constitutive material models are then applied to determine the sensitivity of the weld to geometrical defects under uniaxial loading.

Keywords : Laser welding; hot stamping steels; phase transformation; mechanical behaviour



