



HAL
open science

Influence du micro-alliage sur la population inclusionnaire, le comportement élastoplastique et la résistance à la rupture ductile d'aciers martensitiques

Adrien Milani

► **To cite this version:**

Adrien Milani. Influence du micro-alliage sur la population inclusionnaire, le comportement élastoplastique et la résistance à la rupture ductile d'aciers martensitiques. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2022. Français. NNT : 2022UPSLM013 . tel-03738399

HAL Id: tel-03738399

<https://pastel.hal.science/tel-03738399>

Submitted on 26 Jul 2022

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.



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

**Influence du micro-alliage sur la population
inclusionnaire, le comportement élastoplastique et la
résistance à la rupture ductile d'aciers martensitiques**

Soutenue par

Adrien MILANI

Le 20 avril 2022

Ecole doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Energétique**

Spécialité

**Sciences et génie des
matériaux**

Composition du jury :

Véronique FAVIER Professeur des universités, Arts et Métiers ParisTech	<i>Présidente</i>
Damien FABREGUE Professeur des universités, INSA Lyon	<i>Rapporteur</i>
Thomas PARDOEN Professeur, UC Louvain	<i>Rapporteur</i>
Véronique AUBIN Professeur des universités, CentraleSupélec	<i>Examinatrice</i>
Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON Professeur, Mines Paris	<i>Directrice de thèse</i>
Clément PHILIPPOT Ingénieur, ArcelorMittal R&D	<i>Examineur</i>
Vladimir ESIN Chargé de recherche, Mines Paris	<i>Examineur</i>

« Ce qui est simple est faux, mais tout ce qui ne l'est pas est inutilisable. »

Paul Valéry

« Ce qui est affirmé sans preuve, peut être rejeté sans preuve. »

Euclide

À mes parents.

Remerciements

Dès le début de mes études supérieures, j'avais déjà en tête de faire un doctorat, alors que je ne savais même pas encore en quoi. Mais j'aimais le principe de se spécialiser pendant 3 ans sur un seul sujet scientifique, à l'approfondir encore et encore, jusqu'à mettre en avant des phénomènes qu'on ne comprend pas, et puis quand même essayer de les comprendre un peu. À la base, j'aimais la science de l'infiniment petit, tout ce qui se passe à l'échelle de l'atome et à l'intérieur, qu'on pense comprendre jusqu'à ce qu'on comprenne qu'on n'a rien compris. Mais j'aimais aussi la rationalité et l'applicabilité des sciences de l'ingénieur et de la mécanique. Puis j'ai découvert la science des matériaux, ce vaste univers qui permet de lier ces deux mondes. Il s'agit d'une science qui analyse ce qu'il se passe à l'échelle du groupe d'atomes, pour décrire comment une voiture se déforme lors d'un accident. Et en plus, on peut agir pour améliorer les interactions entre ces groupes d'atomes. C'est comme ça que j'ai choisi de me spécialiser là-dedans.

Il m'arrivait alors de lire des thèses trouvées sur internet. De mes professeurs par exemple. Ne comprenant alors pas la moitié des mots et des équations, je lisais l'introduction, les conclusions, mais surtout les remerciements. Cette page où chaque auteur énumère une liste de prénoms que lui seul connaît entièrement, tentant de n'oublier personne sans pour autant rédiger un roman. On en vient à remercier tout le monde, la famille, les amis, même ceux qui n'ont pas eu de lien avec la thèse. Alors peut-être que parmi les lecteurs de mes remerciements, il y en aura dans mon cas, à l'époque.

En premier lieu je souhaite remercier les rapporteurs et les autres membres du jury.

Damien Fabrègue, merci pour ces échanges, à la fois scientifiques et humains.

Thomas Pardoën, merci pour avoir traversé la Gaule afin d'être présent lors de cette journée très importante pour moi. Après vous avoir vu plusieurs fois en conférence durant ma thèse, cela a été un honneur de vous avoir en tant que rapporteur.

Véronique Aubin, merci pour vos remarques et les discussions qui en ont suivi, ainsi que pour votre présence dans mon jury malgré votre emploi du temps très chargé.

Véronique Favier, merci de m'avoir suivi des cours de matériaux des Arts et Métiers jusqu'à la présidence de mon jury de thèse. Cette continuité est en partie grâce à vous.

Anne-Françoise, merci pour cet encadrement sans faille. Pour ta gestion de la thèse dans son ensemble, autant scientifique qu'administrative. Pour ceux qui ne te connaissent pas, il faut savoir qu'avec l'encadrement hors pair d'Anne-Françoise en tant que directrice de thèse, ces 265 pages de manuscrit ont nécessité au moins le double par mail. En échange, en discussion et en soutien.

Vladimir, merci pour les discussions toujours intéressantes dans les domaines presque atomistiques de la science des matériaux, que tu m'as fait découvrir. Ainsi qu'également pour les nombreuses corrections, qui ont apporté de la précision à mon manuscrit.

Farida, merci pour ton temps et ta rigueur sur la simulation numérique, traduit par des zooms devenus innombrables.

Emmanuel, merci pour ta disponibilité et ton implication sur la formation des inclusions. À notre premier entretien, je me rappelle avoir été perdu face au tableau dans ton bureau où tu me parlais de nitrures et de carbonitrures avec passion. Nos nombreux échanges sur toute cette thèse me permettent aujourd'hui d'être un peu moins perdu. Quoique.

Clément, merci pour... tout. Cette thèse n'aurait pas été la même sans ta présence et ton encadrement. Encadrement qui a été scientifique, et humain. Tu as su me comprendre et agir en fonction de ça. Au début de la thèse je me souviens que nos discussions étaient principalement là pour combler mes lacunes, et nous pouvons le dire il y en avait. Mais ces discussions se sont progressivement transformées en échanges constructifs, et j'ai apprécié ressentir cette évolution durant ces 3 années.

Le Thésarium, alias **Constance, Chloé, Romain, Jean-Baptiste, Nicolas, Laury-Hann, Arthur, Edouard**, (et aussi les plus anciens), merci pour toutes les discussions (parfois scientifiques), et pour avoir réussi à créer un groupe comme celui-là.

« Gladouche et les 7 mains », merci pour l'ambiance que vous avez fait régner pendant ces 3 années de thèse. Dans le labo, mais surtout en dehors. Je ne saurais même pas me rappeler de tout ce qu'on a vécu ensemble, et je crois que c'est peut-être mieux ainsi.

Gladouche pour m'avoir appris à nager 6km en moins d'un mois.

Benji l'organisateur pour avoir toujours été partant, pour tout, et en plus en l'organisant.

Hugo Tinder pour le soutien.

Lucky pour m'avoir accepté dans ton academy.

Robin pour toujours avoir le mot juste.

Romain the coach pour ta motivation des fois trop débordante.

Hugros pour ton organisation légendaire des soirées. Et aussi pour les petits zooms de dépannage de ligne de code.

Amarito pour m'avoir prouvé qu'on ne pouvait pas rédiger une thèse en 21 jours.

Chiraz pour la découverte du graviton.

Un merci à mes amis de Maizières qui ont accepté un sudiste dans leur région. **Matthieu pique-nique, Charlène trappe à skis, Arthur wagon bar, Quentin vivan's, Déborah décoration intérieure, Pascal cacahuètes, Pierre le brasseur, Rémi la machette, Romain le tireur, et tous les autres.**

Une spéciale dédicace aux deux qui m'ont dépanné plus que les autres.

Fabrice, tu avais raison. « Au moins en ce qui concerne le polissage des inclusions, l'alcool est la solution. »

Sandra, pour m'avoir si bien intégré dans mon quotidien à Maizières.

Je remercie de manière plus générale toutes les personnes qui ont contribué à ce travail. En particulier **Jacques Besson** pour toutes les discussions passionnantes, **Laurent** pour la simulation, ainsi que l'atelier et les techniciens du CdM.

Egalement une dédicace particulière à la Fam's 25-125 pour tous les moments passés et futurs. En espérant ne pas rester longtemps le seul docteur.

Je tiens aussi à remercier les inclusions, trop nombreuses pour toutes les citer, d'être présentes dans les aciers, et sans qui rien de tout cela n'aurait été possible.

Papa, merci pour m'avoir toujours poussé à faire les meilleures études possibles. Pour m'avoir poussé à avoir les meilleures notes possibles, même si je disais « on s'en fout de l'histoire, ce qui compte c'est le futur. »

Maman, merci pour les kinder délice à la noix de coco (et surtout pas au cacao) à la sortie du collège. Voilà, les devoirs sont finis maman.

Faustine, merci pour ton soutien sur mes choix. Je mets déjà tellement longtemps à les faire...

Tiphaine, merci pour avoir ouvert la voie des longues études dans la famille. On recommence une licence ?

Evidemment un merci au reste de la famille, **Tonton, Kôkô, Mimi, Jacquie et Colette.**

Enfin, merci à **Camille**, pour ton soutien pendant mes journées de remise en question. Ces encouragements ont directement contribué à ce travail, et à garder le moral. Il s'agit de petits riens qui ont fait beaucoup.

Résumé

La présente étude s'intéresse à l'optimisation de la composition chimique, de la microstructure, ainsi qu'au contrôle d'inclusions grossières de type $Ti(C,N)$, sur des aciers martensitiques à haute résistance pour des applications automobiles. Il s'agit des principaux facteurs connus comme influençant la rupture ductile.

Afin de faire varier la résistance mécanique et la propreté inclusionnaire, des coulées ont été réalisées en laboratoire avec différents teneurs en carbone et en titane. L'effet de la taille de grains austénitiques a été étudié en réalisant différents traitements thermiques d'austénitisation, alors que l'incidence des populations de carbure de fer a été déterminée en comparant deux matériaux industriels à différents teneurs en carbone, suivant quatre conditions de revenu, permettant la comparaison à iso résistance mécanique.

Cette étape a permis d'isoler et de déterminer l'influence des différents paramètres microstructuraux sur les comportements élasto-plastiques et à rupture. Pour cela, des essais de traction, de pliage, ainsi que de déchirure ont été réalisés.

Sur la base des résultats obtenus, et en accord avec la littérature, la composition chimique (et principalement la teneur en carbone) est le paramètre de premier ordre influençant la résistance mécanique ainsi que la ductilité locale à rupture. Cependant, quelle que soit la teneur en carbone, la diminution de la taille de grain austénitique induit une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance à l'amorçage de fissure, ainsi que dans une moindre mesure de la résistance mécanique. L'augmentation de la température de revenu homogénéise la répartition spatiale des carbures de fer et augmente leur taille. Un optimum de température a été trouvé, permettant d'augmenter la ductilité locale à rupture en n'engendrant qu'une faible diminution de la résistance mécanique.

Une analyse thermodynamique a montré que l'augmentation de la teneur en carbone induit une sursaturation en titane dans le liquide inter-dendritique au front de solidification. Celle-ci dépend de la nature de la phase solide (ferrite ou austénite) en présence et donc de la composition chimique de l'alliage, favorisant la formation d'inclusions de type $Ti(C,N)$ lors d'une solidification en austénite. L'ajout de titane augmente la température de formation de ces inclusions sans influencer sur la température de solidus de l'acier, amplifiant également la fraction surfacique d'inclusions. L'augmentation de la teneur en titane au premier ordre, et en carbone au second ordre, augmente la densité spatiale d'inclusions. La démonstration et la quantification de cette élévation constitue un résultat novateur de la thèse.

L'ajout de titane induit également un affinement des grains austénitiques, et ainsi des microconstituants de la martensite, bénéfique sur l'amorçage de rupture. Il existe donc une compétition entre l'effet délétère des inclusions et l'effet favorable de l'affinement de la microstructure.

L'anisotropie d'amorçage de rupture en pliage est accentuée avec l'augmentation de la fraction surfacique d'inclusions, via les alignements de $Ti(C,N)$ dus au laminage. Les essais de traction interrompus avant rupture sur éprouvettes entaillées ont permis d'observer le développement de l'endommagement. Enfin, la détermination de lois de comportement élasto-plastiques des aciers de l'étude a permis de modéliser, grâce à des calculs sur cellule élémentaire, les champs de contrainte et de déformation au voisinage d'inclusions caractéristiques, et de déterminer un

critère de rupture des inclusions. Pour ce faire, les modules d'Young de ces inclusions ont été déterminés de manière innovante via des essais de nano-indentation.

Cette thèse a donc permis de quantifier des liens entre la composition chimique, les traitements thermiques, la propreté inclusionnaire et les caractéristiques mécaniques et à rupture d'aciers martensitiques ; permettant de servir de lignes maîtresses pour le contrôle de production et les futures conceptions d'alliages.

Introduction : contexte général.....	14
Chapitre I Bibliographie.....	16
1.1 Processus de fabrication des aciers emboutissables à chaud _____	18
1.1.1 Elaboration et contrôle de la composition chimique.....	18
1.1.2 Coulée continue et coulée en lingots.....	18
1.1.3 Le laminage.....	20
1.1.4 Le revêtement.....	21
1.2 Procédé d'emboutissage à chaud _____	22
1.2.1 Traitement d'austénitisation.....	23
1.2.2 Transfert du flan.....	23
1.2.3 Emboutissage à chaud.....	23
1.3 Aciers à très haute résistance _____	24
1.3.1 Description.....	24
1.3.2 Aciers Martensitiques pour l'automobile.....	25
1.3.3 Microstructure de la martensite.....	26
1.3.4 Bilan de l'état de l'art sur la microstructure des PHS.....	34
1.4 Précipitation et inclusions _____	34
1.4.1 Types de précipités et d'inclusions observables dans les PHS.....	35
1.4.2 Les nitrures de titane dans les PHS.....	38
1.5 Bilan de l'état de l'art de la précipitation du titane dans les PHS _____	40
1.6 Les ductilités de la martensite _____	41
1.6.1 Ténacité de la martensite.....	41
1.6.2 Ductilité locale à rupture en pliage.....	42
1.6.3 Effet du revenu sur les propriétés mécaniques.....	50
1.6.4 Effet de la taille de grain austénitique sur les propriétés mécaniques et la ductilité de la martensite.....	55
1.6.5 Effet du microalliage sur les propriétés mécaniques des aciers martensitiques.....	58
1.7 Endommagement de la martensite _____	64
1.7.1 Endommagement : mécanismes et modèles.....	65
1.7.2 Bilan de l'état de l'art sur la ductilité et l'endommagement des aciers martensitiques.....	68
1.8 Conclusion du chapitre I _____	70
Chapitre II Elaboration des matériaux de l'étude et procédures expérimentales	72
2.1 Aciers industriels et laboratoires _____	73
2.2 Aciers industriels _____	73
2.3 Aciers de laboratoire _____	74
2.3.1 Compositions chimiques.....	74
2.3.2 Laminages, traitements thermiques et emboutissage.....	75
2.4 Analyse microstructurale après emboutissage _____	78
2.4.1 Anciens grains austénitiques.....	78
2.4.2 Décarburation de surface.....	79

2.4.3	Synthèse des informations sur les analyses microstructurales	79
2.5	Caractérisation inclusionnaire	80
2.5.1	Observation qualitative des inclusions par microscopie optique	80
2.5.2	Quantification automatique des inclusions au MEB	81
2.5.3	Synthèse des informations sur l'analyse inclusionnaire	85
2.6	Caractérisation mécanique des aciers et des inclusions	85
2.6.1	Conception de la campagne d'essais mécaniques	86
2.6.2	Traction uniaxiale sur éprouvettes lisses	86
2.6.3	Essais de traction sur éprouvettes entaillées	88
2.6.4	Essais de déchirure sur éprouvette Kahn	91
2.6.5	Essais de pliage VDA238-100	93
2.6.6	Caractérisation mécanique des inclusions par nano-indentation	95
2.6.7	Synthèse des informations sur la caractérisation mécanique	98
Chapitre III Microstructure : incidence sur la ductilité		100
3.1	Influence de la température de revenu sur les ductilités des aciers martensitiques emboutis à chaud	101
3.1.1	Objectif et protocole expérimental	101
3.1.2	Matériaux sélectionnés	101
3.1.3	Conditions d'austénitisation	102
3.1.4	Conditions de revenu	102
3.1.5	Caractérisation microstructurale et mécanique	103
3.1.6	Analyse de la microstructure et des carbures	104
3.1.7	Effet du revenu sur le comportement élastoplastique	109
3.1.8	Effet du revenu sur le comportement en pliage	116
3.1.9	Conclusion	120
3.2	Influence de la taille de grain austénitique sur la ductilité et la résistance mécanique	121
3.2.1	Démarche expérimentale	121
3.2.2	Evolution de la taille de grain en fonction du temps et des températures de traitement thermique	126
3.2.3	Corrélations entre comportement élastoplastique, pliabilité et PAGS	128
3.2.4	Conclusion	135
3.3	Conclusion du chapitre III	136
Chapitre IV Inclusions, de leurs formations à leurs propriétés mécaniques		138
4.1	Thermodynamique et thermocinétique de la précipitation de nitrures de titane dans les PHS	139
4.1.1	Analyse thermodynamique	139
4.1.2	Analyse thermocinétique	144
4.2	Analyse inclusionnaire	151
4.2.1	Influence de la direction de laminage	152
4.2.2	Effet de la teneur en titane sur les populations d'inclusions	154
4.2.3	Effet de la teneur en carbone	158
4.3	Propriétés mécaniques des TiN et des TiC	163
4.3.1	Module d'Young et dureté	163
4.3.2	Effet de l'orientation cristalline	165

4.4	Conclusion du chapitre IV	167
Chapitre V Micro-alliage, impact sur la ductilité et l'amorçage de rupture ductile		
..... 168		
5.1	Comportement élastoplastique en traction uniaxiale	169
5.1.1	Influence de la composition chimique sur le comportement élastoplastique des PHS	170
5.1.2	Effet de la triaxialité sur le comportement mécanique des PHS	175
5.1.3	Ductilité locale à rupture via la pliabilité	180
5.1.4	Résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures lors d'essais de déchirure	183
5.1.5	Application aux PHS microalliés au niobium	190
5.2	Conclusion du chapitre V	200
Chapitre VI Compréhension des mécanismes de rupture et leur modélisation		
..... 202		
6.1	Modélisation du comportement mécanique des matériaux de l'étude	203
6.1.1	Choix du modèle de comportement élastoplastique	203
6.1.2	Validation des résultats	219
6.2	Endommagement de la martensite	225
6.2.1	Observation et quantification de l'endommagement	225
6.2.2	Corrélation avec la déformation plastique cumulée et la triaxialité des contraintes	230
6.3	Analyses locales par simulation numérique sur cellule élémentaire.	233
6.3.1	Paramétrage de la cellule unitaire	233
6.3.2	Critère de rupture d'inclusion	235
6.3.3	Influence de la présence d'un nitrure de titane sur la déformation locale de la matrice	238
6.3.4	Etude du cas de trois nitrures de titane alignés	238
6.4	Conclusion du chapitre VI	243
Conclusion générale		
..... 244		
Annexe 1 : Les états de contraintes		
..... 249		
Annexe 2 : Incertitudes de mesures		
..... 250		
Références bibliographiques		
..... 252		

Introduction : contexte général

Deux des priorités actuelles des constructeurs automobiles sont la réduction des émissions de CO₂ de leurs véhicules ainsi que l'augmentation de la résistance au crash, en particulier pour les véhicules électriques plus lourds. Pour répondre à ces objectifs, les constructeurs développent des véhicules plus légers afin de diminuer la consommation de carburant et ainsi limiter les émissions de gaz à effet de serre, et plus résistants afin de respecter les exigences de plus en plus sévères des tests crash. La réduction de la masse du véhicule passe notamment par la réduction des épaisseurs de tôle et l'utilisation d'aciers à haute résistance et à ductilité améliorée. Une des familles largement utilisée dans l'industrie automobile est constituée par les aciers emboutis à chaud, appelés PHS (Press Hardened Steels). L'emboutissage à chaud est un procédé permettant de produire des pièces en acier à très haute résistance mécanique sans retour élastique, contrairement aux aciers emboutis à froid. De plus, elles ne présentent pas ou peu de pré-déformation. Livrés après recuit d'aluminage chez l'emboutisseur, les ébauches sont austénitisées à 900°C puis déformées aux alentours de 700-750°C. La trempe et la déformation ont lieu simultanément sous l'outil, ce qui leur confère une microstructure martensitique. Leur résistance mécanique est élevée, typiquement entre 1000 et 2000 MPa. Ils ont notamment été développés pour les pièces d'anti-intrusion et d'absorption d'énergie des structures automobiles. La Figure 1 représente les applications typiques des aciers emboutis à chaud, avec en rouge les pièces d'anti-intrusion et en jaune les pièces d'absorption d'énergie. [Hein2005] [Kopchick 1984] [Lamm 2001] [Reinhardt 2000]

Ces aciers ont connu un essor remarquable, en particulier la famille Usibor® au sein d'ArcelorMittal. La concurrence internationale est rude pour le développement de ces nouveaux matériaux, en progression constante sur le marché. L'augmentation supplémentaire de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité de ces aciers permettrait de réduire les épaisseurs des tôles utilisées et par conséquent la masse du véhicule.

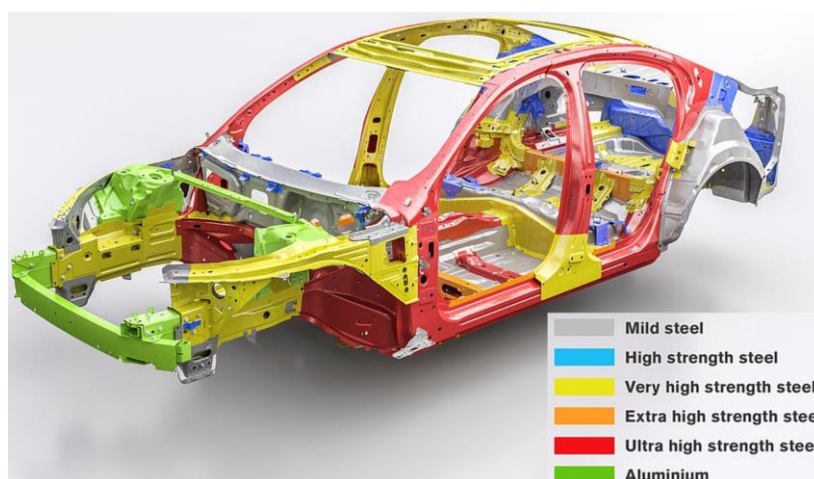


Figure 1 : Application typiques des aciers à haute résistance mécanique pour caisse en blanc automobile. Modèle présenté : Volvo S60 2019, les PHS représentent 33% de la masse totale de sa caisse en blanc [BoronExtrication 2019]

La très haute résistance mécanique obtenue après emboutissage à chaud ainsi que la facilité à mettre en forme les pièces sans retour élastique significatif et sous de faibles efforts de presse,

permet à ces aciers d'être de plus en plus utilisés pour la production de voitures. Pour la marque Volvo par exemple, entre 2000 et 2010, leur part est passée de 7 à 17% (Figure 2).

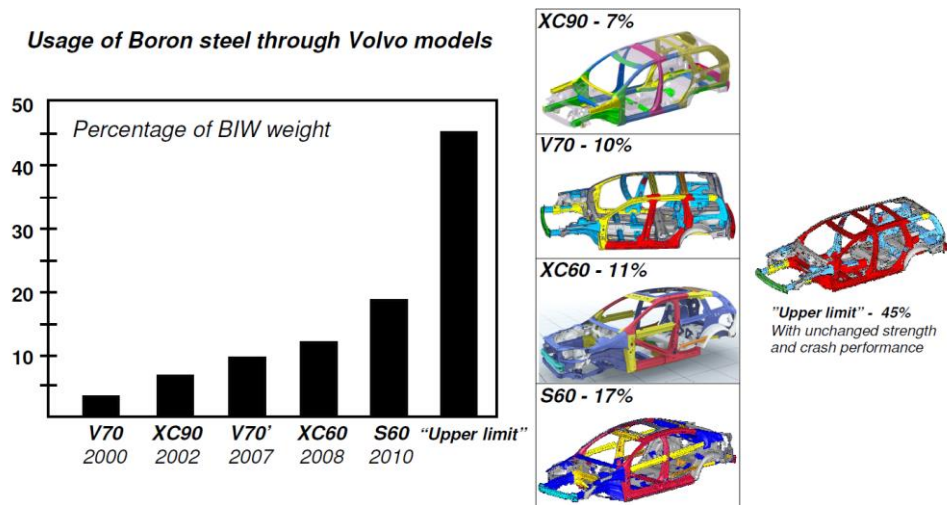


Figure 2 : Evolution de l'utilisation des aciers au bore sur les modèles de la marque Volvo (BIW : body in white) [Drillet 2015]

Dans ces aciers, du bore (entre 15 et 40 ppm) est ajouté dans le but de retarder la transformation ferritique et bainitique, permettant ainsi d'augmenter la trempabilité martensitique. Pour cela, le bore doit rester en solution solide et ségréger aux joints de grains austénitiques, il est donc nécessaire de l'empêcher de précipiter. Cependant le bore réagit avec l'azote naturellement présent en quantité résiduelle dans le matériau, formant des nitrures de bore (BN). Afin de « protéger » le bore et de conserver son effet retardataire sur la transformation ferritique et bainitique, du titane est ajouté, piégeant l'azote avec la formation de nitrures de titane (TiN) ; qui sont plus stables thermodynamiquement que les BN. Il s'agit d'inclusions de forme polygonale se formant lors de la solidification de l'acier. Du niobium peut également être ajouté, il permet l'affinement de la taille de grains austénitiques et donc d'augmenter la limite à la rupture ainsi que la ductilité. Le titane présent et n'ayant pas formé de TiN a également un effet de réduction de la taille de grains austénitique, moins prononcé cependant que celui du niobium. Le dernier rôle de ces éléments d'addition est de produire une fine précipitation durcissante de taille submicronique (10 à 300 nm) de carbures ou carbonitrures TiC, NbC, (Ti,Nb)(C,N) au sein de la martensite. Le rôle durcissant de ces précipités est néanmoins limité dans les aciers martensitiques, où le durcissement est gouverné par d'autres phénomènes. En premier ordre la teneur en carbone sous forme de solution solide ou de précipités, la densité de dislocation, les contraintes internes et les dimensions des microconstituants martensitiques. Les ajouts de titane et de niobium vont cependant de pair avec une précipitation plus grossière au début de l'élaboration (en particulier la solidification), susceptibles d'affecter la tenue à la rupture, en particulier lors de sollicitations en déformations planes comme lors des essais de pliage qui sont utilisés comme référence pour évaluer la tenue au crash. Il est donc primordial d'établir le lien, encore mal connu dans la littérature, entre teneurs en titane et niobium, microstructure associée, et tenue à la fissuration ductile lors d'un essai de pliage. Plus généralement, ce travail s'est concentré sur l'amélioration de la résistance à la rupture ductile des aciers martensitiques emboutis à chaud. Pour cela, le chapitre bibliographique suivant a eu pour but d'identifier les paramètres sur lesquels se focaliser. Une problématique ciblée sera alors formulée, suivie de sa démarche de résolution.

Chapitre I

Bibliographie

L'étude de la microstructure martensitique, l'optimisation de la composition chimique des PHS, ainsi que l'impact d'inclusions grossières sur les propriétés mécaniques, sont trois paramètres qui sont présents de manière indépendante dans la littérature scientifique. Cependant peu d'études ont étudié simultanément les interactions entre ces facteurs, en dissociant leurs impacts sur la ductilité et sur la résistance mécanique des aciers emboutis à chaud.

Ce chapitre a pour but de présenter l'état actuel de la connaissance scientifique sur ce sujet. Avant cela une introduction au processus de fabrication ainsi qu'aux aciers à très haute résistance pour application automobile sera réalisée.

Chapitre I Bibliographie	16
1.1 Processus de fabrication des aciers emboutissables à chaud	18
1.1.1 Elaboration et contrôle de la composition chimique	18
1.1.2 Coulée continue et coulée en lingots	18
1.1.3 Le laminage	20
1.1.4 Le revêtement	21
1.2 Procédé d'emboutissage à chaud	22
1.2.1 Traitement d'austénitisation	23
1.2.2 Transfert du flan	23
1.2.3 Emboutissage à chaud	23
1.3 Aciers à très haute résistance	24
1.3.1 Description	24
1.3.2 Aciers Martensitiques pour l'automobile	25
1.3.3 Microstructure de la martensite	26
1.3.4 Bilan de l'état de l'art sur la microstructure des PHS	34
1.4 Précipitation et inclusions	34
1.4.1 Types de précipités et d'inclusions observables dans les PHS	35
1.4.2 Les nitrures de titane dans les PHS	38
1.5 Bilan de l'état de l'art de la précipitation du titane dans les PHS	40
1.6 Les ductilités de la martensite	41
1.6.1 Ténacité de la martensite	41
1.6.2 Ductilité locale à rupture en pliage	42
1.6.3 Effet du revenu sur les propriétés mécaniques	50
1.6.4 Effet de la taille de grain austénitique sur les propriétés mécaniques et la ductilité de la martensite	55
1.6.5 Effet du microalliage sur les propriétés mécaniques des aciers martensitiques	58

1.7	Endommagement de la martensite	64
1.7.1	Endommagement : mécanismes et modèles	65
1.7.2	Bilan de l'état de l'art sur la ductilité et l'endommagement des aciers martensitiques.	68
1.8	Conclusion du chapitre I	70

1.1 Processus de fabrication des aciers emboutissables à chaud

1.1.1 Elaboration et contrôle de la composition chimique

Il s'agit de la première étape du processus de fabrication, elle consiste à combiner les composants chimiques essentiels de l'acier qui sont le fer et le carbone.

Le minerai de fer subit une homogénéisation, puis est chargé sur la chaîne d'agglomération avec des additions de chaux et de poussière de coke. Le chauffage du mélange donne un minerai aggloméré. Celui-ci est versé dans le haut-fourneau avec du coke, où de l'air chauffé à 1250°C est injecté dans des tuyères en partie basse. Une réduction des oxydes de fer a lieu grâce au carbone du coke. La fonte liquide est obtenue en partie basse dans le creuset. Une fois le gangue liquide retiré par différence de densité, la fonte liquide est extraite et acheminée vers l'aciérie. Elle est ensuite versée dans le convertisseur avec de la chaux et de la ferraille. L'ajout d'oxygène permet de brûler en grande partie les éléments indésirables (silicium, phosphore, ...) et de réduire la teneur en carbone. Les oxydes ainsi formés sont fixés par la chaux et forment un laitier qui est évacué. Cette combustion augmente la température du bain qui passe de 1250°C à 1600°C, le fer est alors presque pur. L'ensemble de ces étapes sont schématisées sur la Figure 3.

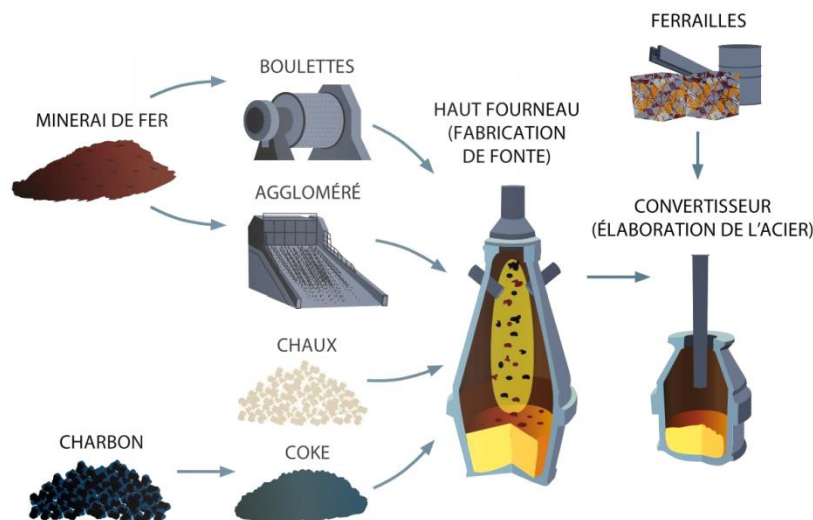


Figure 3 : Schématisation de la métallurgie primaire [FFA 2012]

Lors de la métallurgie secondaire, la composition chimique de l'acier est ajustée via d'une part l'ajout d'éléments d'additions, et d'autre part grâce à divers traitements visant à améliorer la pureté et la qualité du métal (dégazage, homogénéisation, etc...). Dans certaines usines, il est possible d'utiliser des unités de dégazage sous vide, appelé procédé RHOB, permettant de réduire la teneur en azote dans l'acier.

1.1.2 Coulée continue et coulée en lingots

Le procédé de coulée continue permet d'obtenir directement des demi-produits sans étape de laminage, ceux-ci ont une forme élancée qui permettra par la suite de faciliter le laminage à

chaud. La productivité de ce procédé est grande. De nos jours, environ 95% de l'acier brut produit dans le monde a été coulé via ce procédé [FFA 2012].

En résumé, le métal en fusion est versé dans le répartiteur, qui est un réservoir intermédiaire, avant d'être emmené dans le moule oscillant. Les mouvements de ce moule permettent à la matière en fusion de ne pas adhérer à la paroi. Lors de cette étape, de fins morceaux de brique réfractaire du répartiteur peuvent être entraînés dans le liquide. Ces éléments sont des inclusions dites exogènes. Les techniques de fabrication actuelles permettent de limiter très fortement la présence de ce type d'inclusions, celles-ci ne seront donc pas traitées dans cette étude.

La solidification commence à l'étape suivante, en lingotière. La peau se solidifie en premier, formant ainsi une paroi, le reste de la solidification a lieu entre les rouleaux, où la vitesse de refroidissement est contrôlée par des pulvérisations d'eau. Il s'agit d'une étape délicate car des contraintes sont engendrées par le mouvement des rouleaux et par la contraction lors de la solidification ainsi que pendant le cintrage et décintrage. On extrait des brames solides, qui sont découpées à la longueur désirée. La Figure 4 permet de visualiser et de représenter de manière schématique ces différentes étapes.

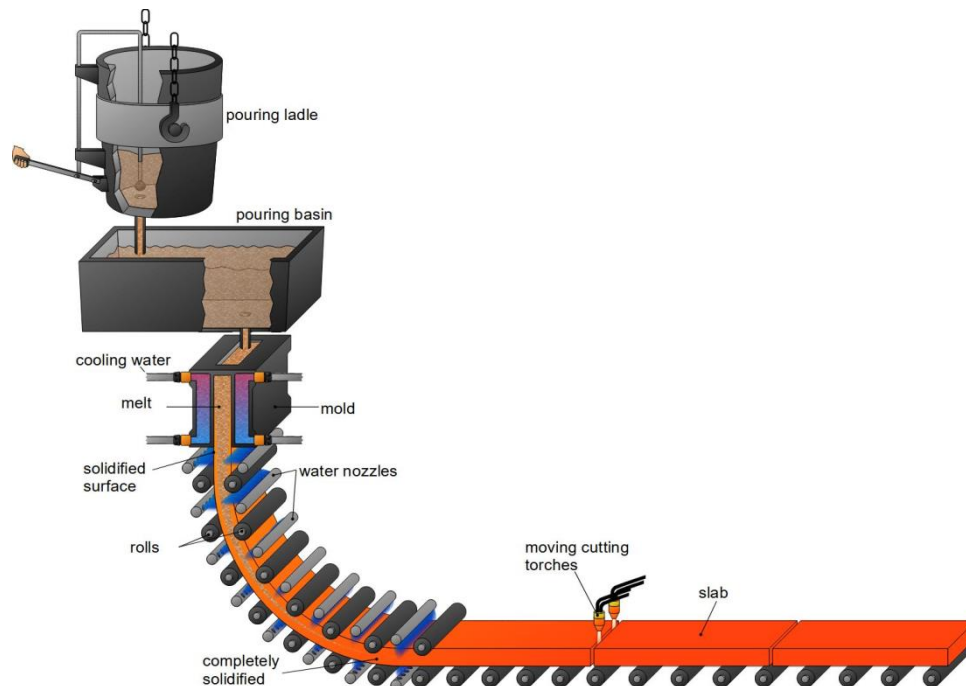


Figure 4 : Schéma de la coulée continue [TechScience 2018]

Le second procédé de coulée est celui en lingots. Bien que moins utilisé, ce procédé permet notamment la réalisation de pièces massives ou à contrario de réaliser des coulées de petits volumes, pour l'étude en laboratoire notamment, ce qui sera le cas dans la suite de notre étude.

L'acier est coulé dans un moule que l'on appelle lingotière, où il va se solidifier (Figure 5). Une fois solidifiés, les lingots sont démoulés, puis réchauffés à 1200°C pour être laminés. Ils sont alors transformés en ébauches.

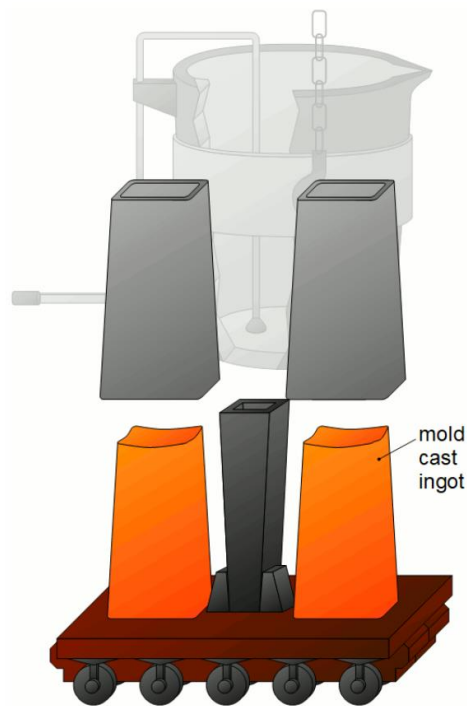


Figure 5 : Procédé de coulée en lingots [FFA 2012].

1.1.3 Le laminage

Le laminage se décompose en deux étapes : le laminage à chaud et le laminage à froid. Le laminage à chaud est effectué entre 800 et 1200°C. Qu'il s'agisse d'un produit issu de coulée continue ou bien de coulée en lingots, le principe général du laminage à chaud reste identique. Il consiste à entraîner et écraser le métal chaud entre deux cylindres tournant en sens inverse l'un de l'autre. L'opération est répétée afin de diminuer progressivement l'épaisseur du produit. Le laminage à chaud s'impose comme première étape de la réduction d'épaisseur pour différentes raisons.

La première, d'ordre mécanique, est de porter le métal à une température suffisante pour diminuer les efforts de formage, accroître la ductilité de l'acier de façon à pouvoir lui appliquer des déformations importantes.

La seconde, qui est plutôt une conséquence favorable du point précédent, est de se placer dans le domaine austénitique afin d'effacer partiellement la structure grossière issue de la solidification et de réduire les gradients de composition dus au phénomène de ségrégation.

Enfin, le dernier objectif de cette phase de réchauffage est la remise en solution des précipités apparus au cours de la solidification, en premier lieu parce que ceux-ci sont trop gros pour contribuer au durcissement de l'acier à température ambiante.

Les différentes étapes du procédé sont schématisées sur la Figure 6.

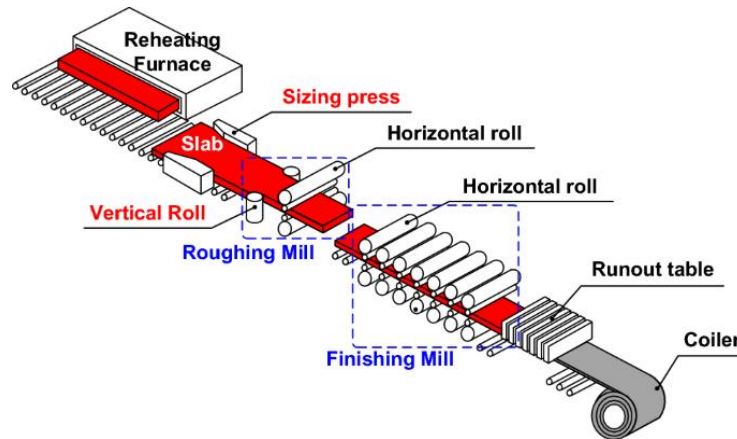


Figure 6 : Schéma des étapes de laminage des brames [Kim 2020]

Le laminage à froid s'effectue dans un second temps, soit sur laminoirs réversibles multicylindriques, où plusieurs cages se succèdent. On parle de train de laminage. Le laminage à froid permet d'obtenir des tolérances dimensionnelles serrées ainsi qu'un bon état de surface. De plus, la déformation plastique engendre un durcissement de la matière par écrouissage. Lors des étapes de laminage, la matière est déformée suivant une orientation préférentielle, pouvant engendrer de la texture, ou encore aligner les inclusions apparues lors de la solidification, dans la direction de laminage.

1.1.4 Le revêtement

Afin d'assurer une bonne résistance à la corrosion des aciers non inoxydables, il est nécessaire d'appliquer un revêtement sur les tôles une fois laminées. L'un des revêtements couramment utilisés sur les aciers martensitiques emboutis à chaud est le revêtement AluSi [Grigorieva 2010]. Ce dernier est obtenu en trempant la tôle dans un bain en fusion composé à 90% (.mass) d'aluminium et à 10% (.mass) de silicium (procédé d'aluminiage). D'autres revêtements à base de zinc et d'aluminium sont également utilisés.

Il est possible de détailler le procédé en plusieurs étapes, qui sont schématisées sur la Figure 7.

Un recuit métallurgique est réalisé sur la tôle. Les paramètres thermiques ainsi que l'atmosphère du four permettent de recristalliser l'acier, restituant ainsi la ductilité perdue lors de l'écrouissage au laminage à froid, et permet également l'affinement de la taille de grains tout en évitant l'oxydation de la surface.

La bande est immergée dans le bain d'alliage en fusion, puis refroidie à l'air. L'étape dite de « Skin Pass » est une opération qui permet de contrôler la rugosité de surface de la bande d'acier et d'assurer une bonne planéité.

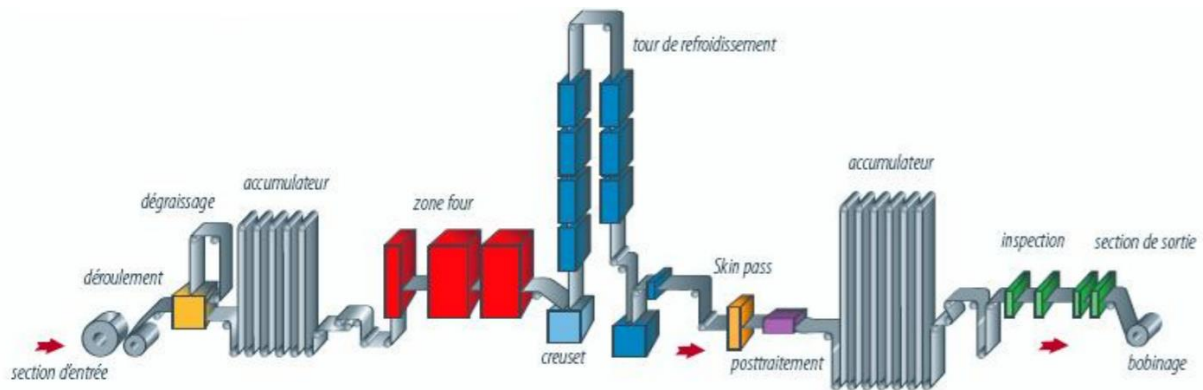


Figure 7 : Schéma d'une ligne d'aluminiage industrielle [Kobayashi 1996]

A ce stade, le revêtement est composé d'une couche alliée à l'interface avec l'acier et d'une couche majoritaire de composition chimique identique à celle du bain liquide. L'épaisseur totale du revêtement varie de 10 à 30 μm .

Dans le cas d'un revêtement AluSi, typique des PHS, ses propriétés finales ne seront obtenues qu'après austénitisation, où il en résultera un revêtement multiphasé complexe et parfaitement adhérent (Figure 8) [Grigorieva 2010].

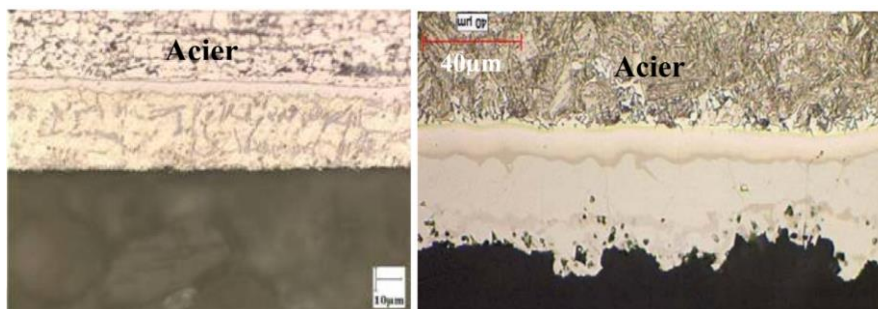


Figure 8 : Micrographies illustrant l'évolution du revêtement avant et après le traitement thermique d'austénitisation et de trempe. Acier 22MnB5 revêtu Al-Si [Grigorieva 2010].

1.2 Procédé d'emboutissage à chaud

L'emboutissage à chaud est un procédé permettant de produire des pièces en acier à ultra haute résistance dont l'utilisation sera majoritairement faite pour la réalisation de la caisse en blanc. Au cours de cette étape, la tôle d'acier est chauffée au-dessus de la température A_{c3} (température de fin de transformation en austénite au chauffage) (Figure 9). La tôle d'acier austénitisée est transférée du four à une presse, le temps de transfert est conventionnellement inférieur à 8 secondes. La tôle est mise en forme rapidement et simultanément refroidie par contact avec l'outil. Cette chute rapide de température va provoquer la transformation martensitique. La presse est retenue en position basse jusqu'à ce que toute la tôle d'acier soit suffisamment refroidie. La vitesse de refroidissement doit être suffisamment élevée pour obtenir une microstructure 100% martensitique. Elle doit par exemple être supérieure à 50°C/s pour l'Usibor 1500, et supérieure à 70°C/s pour du Ductibor 1000. Il convient donc d'éviter toute transformation bainitique et/ou ferritique. Pour cela, on retarde la transformation de phase au refroidissement grâce aux ajustements de la composition chimique.

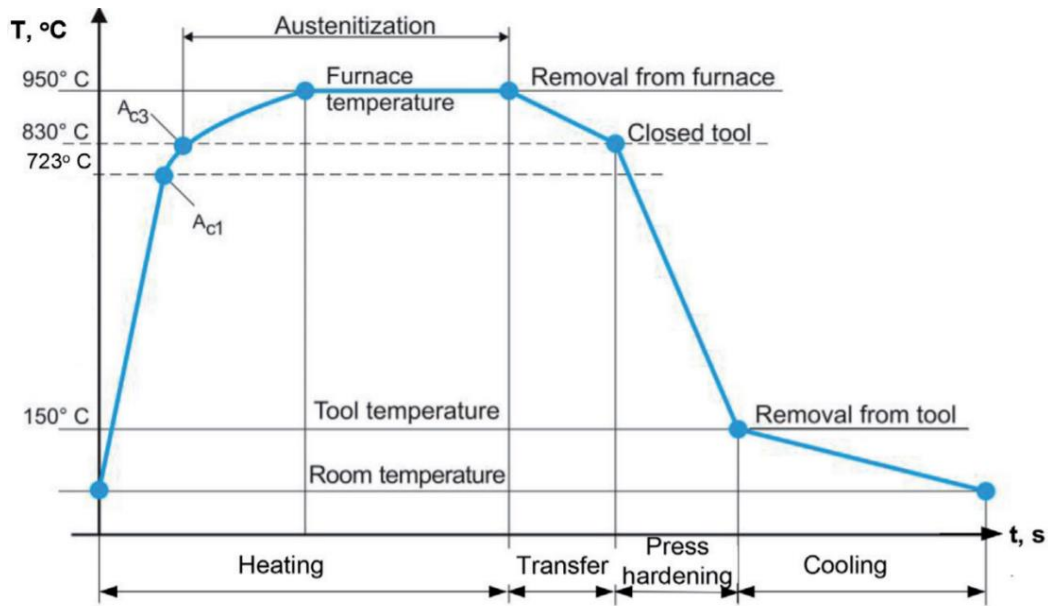


Figure 9 : Exemple de cycle thermique réalisé lors d'un emboutissage à chaud (22MnB5) [Tisza 2020]

Les principaux avantages de l'emboutissage à chaud sont l'excellente précision dimensionnelle des pièces obtenues ainsi que la possibilité de produire des pièces à ultra haute résistance sans retour élastique significatif. En effet, la transformation martensitique se fait à géométrie imposée par l'outil, une fois la pièce déformée. L'effet de retour élastique est ainsi limité. Le procédé d'emboutissage à chaud peut être décomposé en différentes étapes.

1.2.1 Traitement d'austénitisation

La tôle est chauffée entre 900 et 950°C pendant plusieurs minutes. À ces températures, l'acier, en phase austénitique, est très malléable. Il est ainsi possible de former des géométries complexes avec de faibles efforts de presse. Le temps de chauffage dépend de l'épaisseur de la tôle en premier lieu, mais également du revêtement ainsi que de la microstructure désirée.

1.2.2 Transfert du flan

L'opération de transfert doit être réalisée le plus rapidement possible pour garantir les propriétés mécaniques de la pièce. Conformément au diagramme TRC la tôle ne doit pas descendre en dessous d'une valeur limite avant l'emboutissage sous presse, qui se situe aux alentours de 780°C. Sinon, il existe un risque de transformation partielle en bainite ou ferrite.

1.2.3 Emboutissage à chaud

L'acier encore chaud est placé par le bras robotisé dans l'outil puis embouti. Les outils sont refroidis à l'eau en continu, ce qui provoque la diminution rapide de la température de la tôle. La transformation martensitique est ainsi réalisée sous l'outil. Après un temps d'environ 15 secondes dans l'outil, la pièce est extraite à une température inférieure à 200°C. Cela permet de garantir une bonne géométrie après le refroidissement à l'air final. Ainsi, la cadence de production permet de réaliser 6 ou 8 pièces par minute pour un outil simple.

1.3 Aciers à très haute résistance

1.3.1 Description

Les aciers à très haute résistance sont usuellement classés en sous-catégories via leur résistance à la rupture. Les aciers HSS (High Strength Steel), ayant une résistance mécanique (R_m) >500 MPa, les VHSS (Very High Strength Steel) avec un $R_m > 800$ MPa, ainsi que les UHSS (Ultra High Strength Steel) qui ont généralement un $R_m > 1200$ MPa. Parmi ces aciers, les différentes familles sont :

- Aciers faiblement alliés à faible teneur en carbone (HSLA)
- Dual Phase
- Transformation Induced Plasticity (TRIP)
- Complex phase (CP)
- Aciers Martensitiques

Ils sont représentés sur la Figure 10.

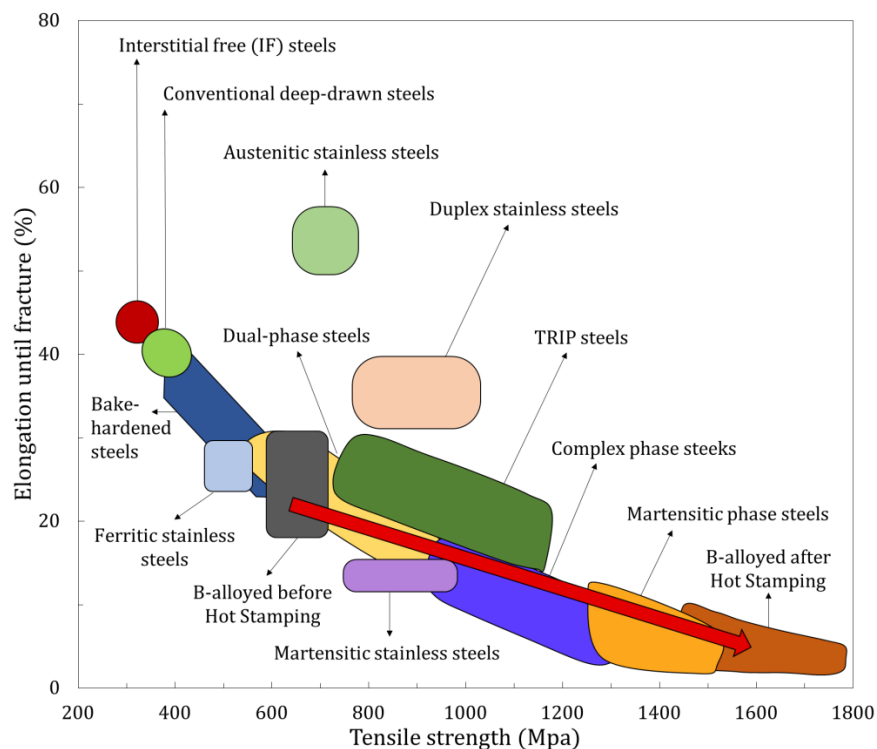


Figure 10 : Familles usuelles d'aciers répertoriées suivant leur allongement et leur résistance mécanique [D'après Srikanth 2013], la flèche rouge représente l'évolution des propriétés mécaniques des PHS avant et après emboutissage.

Dans le cas des aciers durcis par transformation martensitique, au cœur de notre étude, le traitement thermique d'un acier 22MnB5, couramment utilisé pour l'emboutissage à chaud, permet de lui conférer résistance à la traction de plus de 1500 MPa et une limite d'élasticité de 1100 MPa. Ces aciers permettent un gain de masse important, jusqu'à 50% comparé aux composants structurels de qualité HSLA (emboutis à froid). De nos jours, de nombreuses entreprises fabriquent ces pièces de structure automobile et de nombreux autres composants de carrosserie à l'aide de ce procédé. En conclusion, les avantages de ce procédé peuvent être résumés comme suit :

- Aptitude à la mise en forme de géométries complexes,
- Faible effort nécessaire pour la mise en forme,
- Très haute résistance après emboutissage,
- Bonnes tolérances dimensionnelles dues à l'absence de retour élastique,
- Bonne soudabilité.

En raison des avantages mentionnés, la plupart des constructeurs automobiles utilisent des pièces embouties à chaud pour leurs véhicules. En particulier, dans les zones où des chocs importants sont attendus en cas d'accident et où une intégrité de la structure doit être maintenue.

1.3.2 Aciers Martensitiques pour l'automobile

La tôle d'acier martensitique est disponible dans une plage de résistance mécanique allant de 1000 à 2000 MPa. Ces bornes de résistance sont majoritairement déterminées par la teneur en carbone. En effet, pour des aciers à faible teneur en carbone (typiquement < 0,1% massique), la trempabilité est grandement réduite et la vitesse critique de trempé peut alors devenir trop élevée pour être obtenue grâce au procédé d'emboutissage à chaud. À l'inverse, une composition chimique présentant plus de 0,3% mass. de carbone présente des problèmes liés au soudage des pièces ou bien encore dus à la rupture différée des pièces via le piégeage de l'hydrogène.

La dureté de ces aciers martensitiques est, elle aussi, principalement fonction de la teneur en carbone (Figure 11). D'autres propriétés primordiales telles que la ductilité, la ténacité et la résistance à la rupture différée sont fortement influencées par d'autres facteurs comme les autres éléments d'alliage et les paramètres de traitement thermique. Cette section récapitule les principales caractéristiques métallurgiques de la martensite. Il traite également de l'influence sur la microstructure de divers éléments d'alliage tels que Ti, B et Nb.

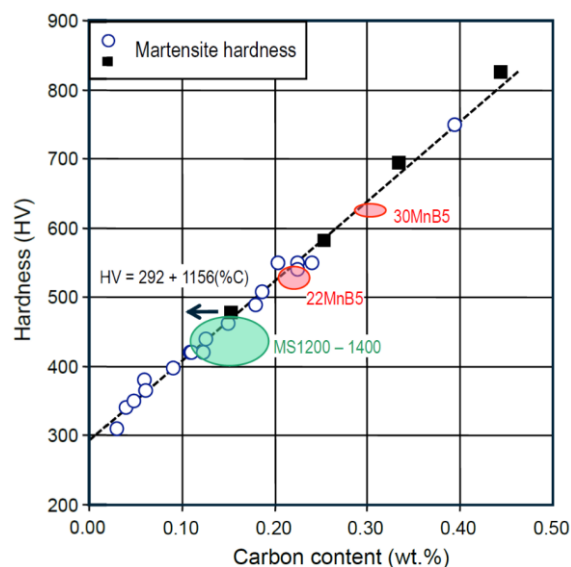


Figure 11 : Relation entre teneur en carbone et dureté d'aciers martensitiques bruts de trempé. [Mohrbacher 2015]

1.3.3 Microstructure de la martensite

La martensite (α') est une phase métastable des aciers, issue de la transformation sans diffusion de l'austénite γ en dessous d'une température de début de transformation martensitique M_s . C'est une solution solide d'insertion sursaturée en carbone, de même composition que l'austénite initiale. La transformation austénite - martensite consiste en une modification du réseau cristallin (avec un faible déplacement des atomes), sans qu'il y ait de diffusion des atomes : on appelle ce type de transformation "displacive" [Porter 2009].

La transformation se déroule très rapidement à une température inférieure à M_s . La fraction transformée dépend de la température à laquelle l'échantillon est refroidi et non du temps passé à cette température. Finalement, la transformation est complète (100% de martensite formée) à une certaine température, appelée M_f . Dans notre étude, les aciers seront 100% martensitiques

La martensite est formée via le cisaillement de la structure cristalline de l'austénite. Les atomes de carbone sont piégés dans des sites interstitiels octaédriques entre les atomes du réseau substitutionnel, produisant une structure tétragonale sursaturée. La structure tétragonale est représentée sur la Figure 12. En plus de la transformation de phase (mécanisme de Bain), les aciers faiblement alliés à bas carbone forment une grande densité de dislocations du fait de la transformation martensitique.

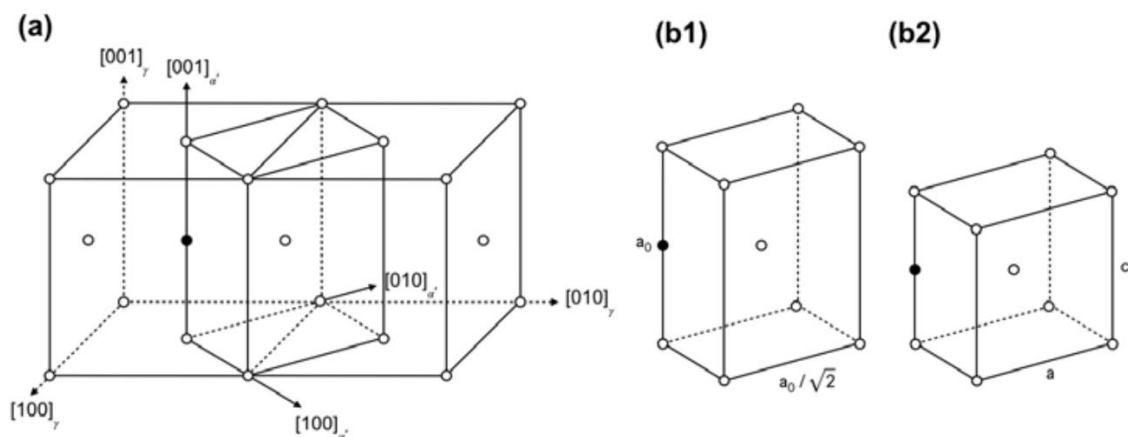


Figure 12 : Structure cristalline de la martensite. a) tétragonale, b1) avant la déformation due à la transformation, b2) après la déformation due à la transformation [Bahdeshia 2006]

La martensite fraîche est une solution solide sursaturée dans laquelle les solutés interstitiels interagissent fortement avec les dislocations [Bahdeshia 2006][REF].

La microstructure des aciers martensitiques est complexe et varie d'un acier à l'autre en fonction de la teneur en carbone et donc de la température de début de transformation M_s . En effet, l'augmentation de la teneur en carbone abaisse la température M_s , comme illustré sur la Figure 13 [Krauss 2001]. La martensite peut se décomposer en lattes ou en plaquettes suivant la teneur en carbone. La martensite en lattes se forme dans des aciers ayant une température M_s élevée ($>300^{\circ}\text{C}$) et une teneur en carbone inférieure à 0,6% de carbone [Krauss 2001]. Il convient de noter que non seulement la teneur croissante en carbone, mais également celle d'autres éléments d'alliage, abaisse le M_s , en particulier Mn, Cr, Ni et Mo [Capdevila 2003]. Dans notre étude, les aciers étudiés possèdent entre 0,1% et 0,3% massique de carbone, et peu

d'éléments d'alliage. L'ensemble des microstructures seront 100% martensitiques et sous forme de lattes.

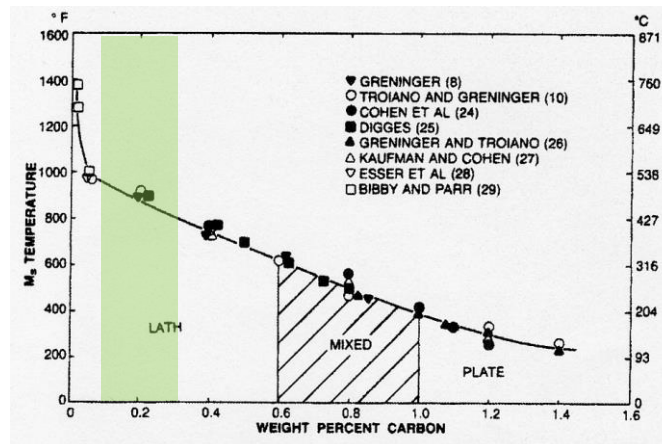


Figure 13 : Evolution de la température M_s (°C sur l'axe de droite) en fonction du pourcentage de carbone [d'après Krauss 2001], le rectangle vert correspond à l'intervalle de teneur en carbone des aciers étudiés.

a) Effet de la taille de grains austénitiques sur la microstructure martensitique

Dans la martensite il n'existe plus de grains γ une fois le changement de phase réalisé. Les anciens grains d'austénite vont être divisés en un grand nombre de microconstituants qui sont schématisés sur la Figure 14.

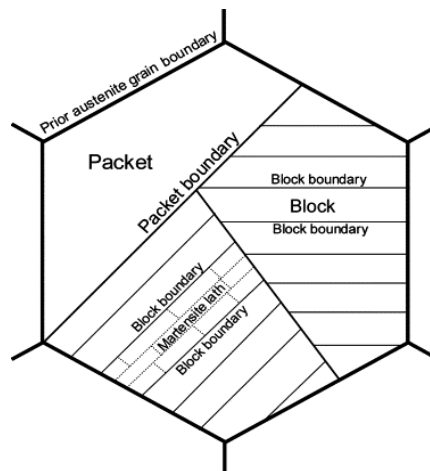


Figure 14 : Représentation de la microstructure martensitique [Kitahara 2006]

Les paquets sont des groupes de lattes voisines, morphologiquement parallèles les unes aux autres. Les dimensions des lattes et des paquets sont directement dépendantes de la taille de grains austénitiques [Galindo 2015] . La Figure 15 permet de représenter cette évolution. En moyenne, les grains austénitiques se décomposent en deux ou trois paquets.

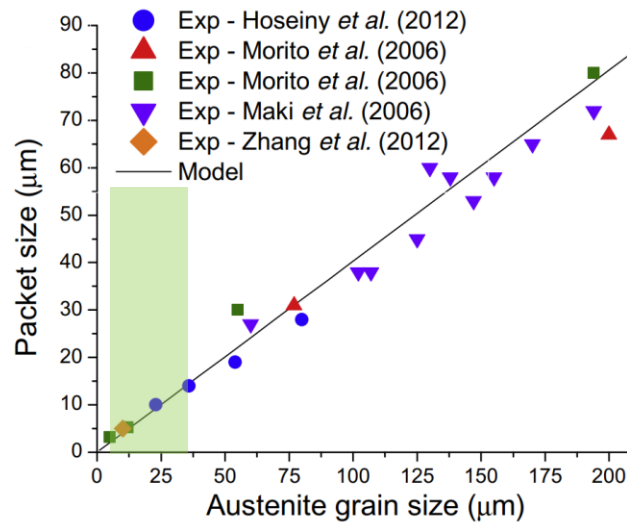


Figure 15 : Relation entre la taille de paquet de martensite et la taille de grain austénitique, déterminé par EBSD. [Galindo 2015]. Le rectangle vert correspond à l'intervalle de taille de grains austénitique des aciers étudiés.

Dans un même bloc, les lattes sont séparées par de faibles désorientations angulaires. Les lattes sont alignées parallèlement les unes aux autres, au sein d'éléments volumiques appelés blocs si les orientations de tous les cristaux parallèles sont proches, ou des paquets si des cristaux de martensite ont des orientations différentes tout en restant morphologiquement parallèles. Dans un bloc donné, les lattes ont des orientations cristallographiques proches, produisant des figures de diffraction simples à un seul variant, ou deux variants très proches l'un de l'autre. Des densités de dislocations élevées d'environ 10^{12} à 10^{13} cm^{-2} ont été mesurées dans les lattes de martensite [Morris 2001]. Les joints de lattes constituent des barrières efficaces au mouvement des dislocations, déterminant ainsi la limite d'élasticité. Une analyse EBSD permet de mettre en évidence les différents microconstituants (Figure 16).

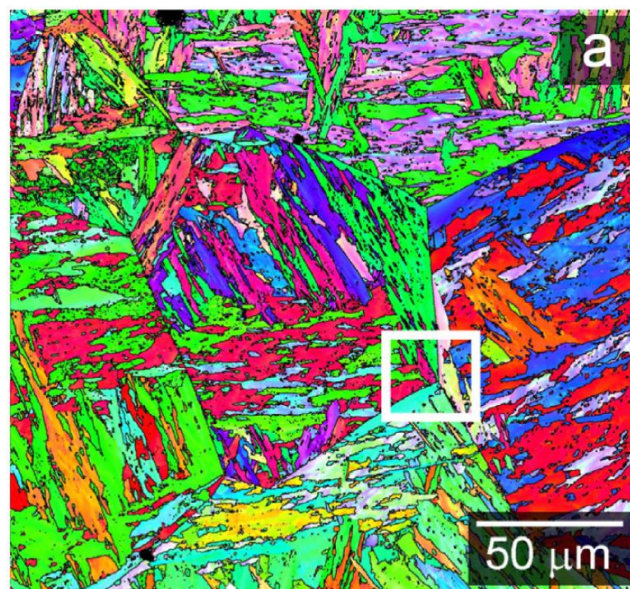


Figure 16 : Image EBSD d'un ancien grain austénitique permettant de visualiser les microconstituants de la martensite. Acier 10Cr-0.01B [Fedorova 2018]

Une étude récente [Golem 2019] a déterminé l'influence des paramètres d'austénitisation sur la taille des anciens grains austénitiques d'un acier 22MnB5 embouti à chaud. Des traitements à différentes températures et pendant différents temps ont été réalisés. L'acier a été austénitisé entre 850 et 1025°C pendant un temps compris entre 3 et 30 min avant la trempe sous outil. Comme le montre la Figure 17, à une température donnée, une augmentation du temps de traitement thermique induit directement une augmentation de la taille des anciens grains austénitiques (Prior Austenitic Grain size : PAGS). Ces tailles de grains ont été mesurées par méthode des interceptes en optique après attaque chimique. L'intervalle représenté en vert correspond à la gamme de températures de traitement thermique que nous réaliserons dans la suite des travaux. Dans cet intervalle, nous pouvons voir que la taille de grain a doublé (11 à 22 μm). Cette croissance se poursuit encore pour les températures plus élevées.

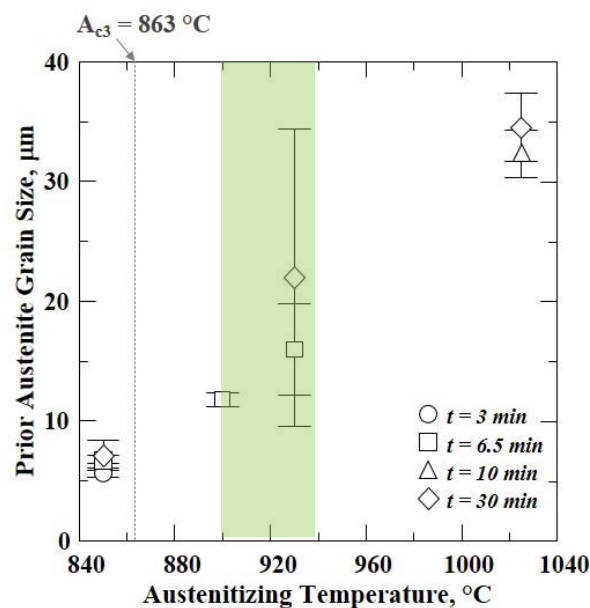


Figure 17 : Diamètre des PAGS en fonction de la température d'austénitisation et du temps de maintien [Golem 2019]. Le rectangle vert correspond à l'intervalle de température d'austénitisation utilisé dans nos travaux.

Golem et al. ont observé de la ferrite non transformée pour les températures proches d' A_{c3} . Les points référencés sous A_{c3} n'étant pas 100% martensitique ne seront pas tenus en compte pour l'analyse des résultats. Le volume de ferrite est compris entre 0,16 et 0,46% pour ces trois conditions de traitement thermique (à 850°C pour une durée de 3min/6.5min/30min). Notre étude se concentre sur les aciers 100% martensitiques, les données récoltées sous A_{c3} ne seront pas étudiées par la suite.

La Figure 18 montre l'ensemble des microstructures après attaque Nital à 2%.

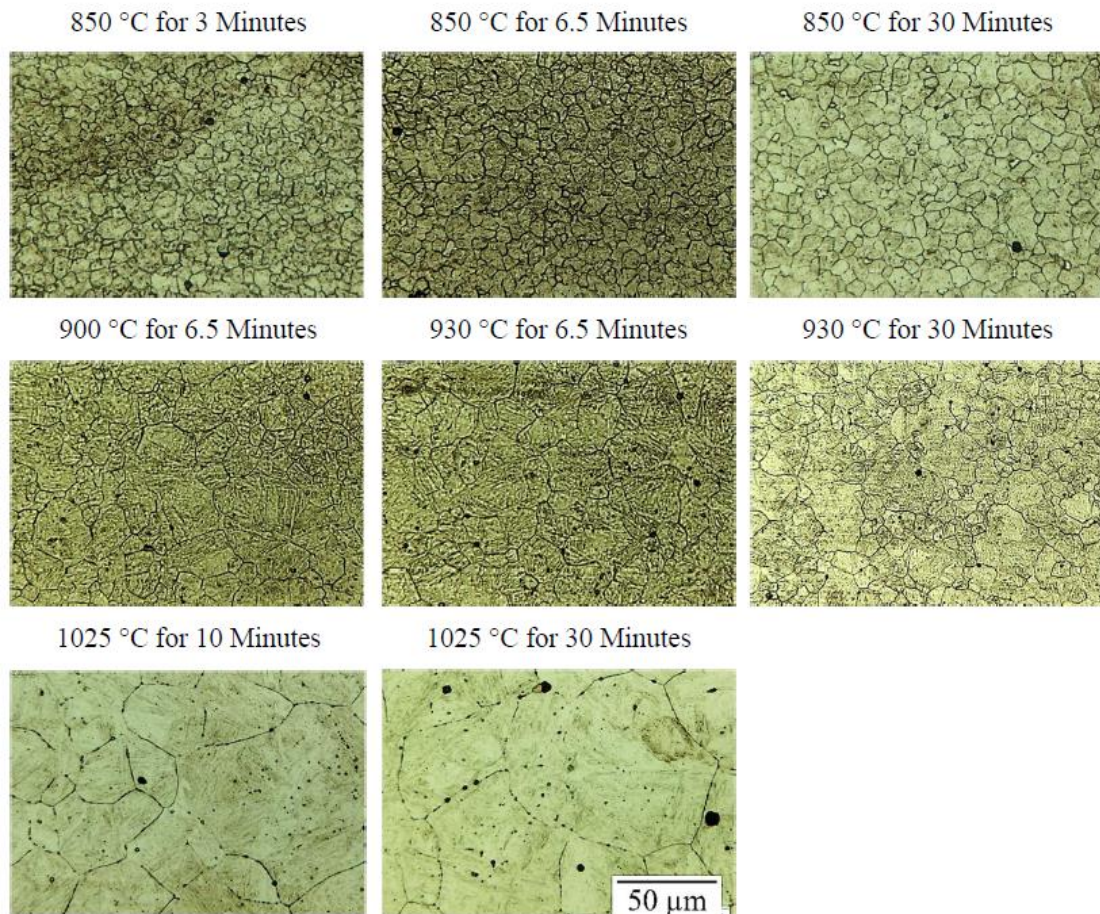


Figure 18 : Anciens grains austénitiques pour différentes conditions de temps et températures sur 22MnB5 [Golem 2019]

b) Ajout de Bore

Cet élément a pour effet principal de retarder la transformation d'austénite en ferrite équiaxe qui a généralement lieu entre 900 et 600°C pour les aciers hypoeutectoïdes.

La transformation ferritique classique se produit suivant le principe suivant : la germination de la ferrite a lieu aux joints de grains austénitiques ainsi que sur les bandes de déformation intenses, puis la phase ferritique se développe dans le grain austénitique. Sur les aciers à forte teneur en bore (0,002 à 0,005% .mass), le bore ségrège aux joints de grains austénitiques s'il est « protégé » des interactions avec l'azote présent dans le matériau. Cette ségrégation du bore retarde la germination de la ferrite et maintient l'acier à un état 100% austénitique pendant le transfert de l'ébauche du four d'austénitisation à la presse d'emboutissage à chaud (Figure 19).

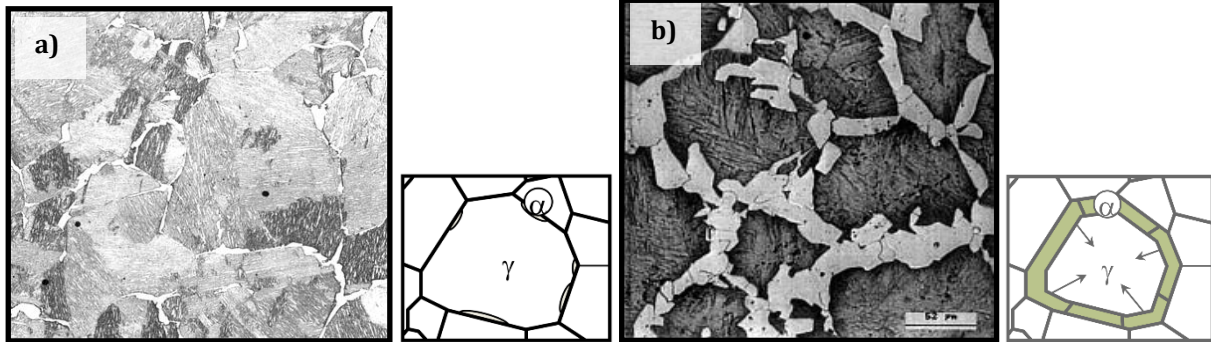


Figure 19 : Micrographies et schémas de a) la germination de Ferrite (α) aux joints de grains austénitiques (γ), b) croissance de la ferrite qui rejette le carbone dans l'austénite [Drillet 2015]

c) Revenu de la martensite

i. Evolutions microstructurales induites par le revenu

Le traitement de revenu est une pratique courante pour améliorer la ductilité de la martensite. Le carbone est majoritairement présent en solution solide après la trempe. Durant le revenu, plusieurs phénomènes métallurgiques peuvent être observés comme référencé dans la Figure 20.

Pour les plus basses températures de revenu (<200°C), le carbone précipite en carbures de transition [Mohrbacher 2015]. Le revenu à ces températures induit également une ségrégation du carbone. Ces deux phénomènes entraînent une diminution de la dureté du matériau, qui est plus importante pour les aciers à plus haute teneur en carbone (Figure 20).

Lors d'un revenu à une température comprise entre 200 et 300°C, la taille des précipités de carbone augmente, et leur nature change. La stœchiométrie des carbures de transitions métastables évolue progressivement vers celle de la cémentite. Au-delà de 300°C, la cémentite précipite sur les sites de dislocations, puis aux joints de lattes et aux anciens joints de grains austénitiques [Mohrbacher 2015].

Lors du processus de fabrication de la caisse automobile, le traitement de cuisson peinture typique est de 170°C pendant 20 minutes. La gamme de température comprise entre 0 et 300°C est définie comme étant d'intérêt car elle est directement applicable au traitement des pièces automobiles. Un revenu à plus haute température diminue fortement la dureté de l'acier. Lors du processus d'emboutissage à chaud, la vitesse de refroidissements sous l'outil est plus faible que lors d'une trempe à l'eau, et de plus, la tôle est retirée de la presse alors que celle-ci est aux alentours de 150°C. Ces deux phénomènes font que l'acier subit un auto-revenu. Des carbures de transition peuvent donc être observés avant la réalisation du revenu de cuisson peinture [Badinier 2015].

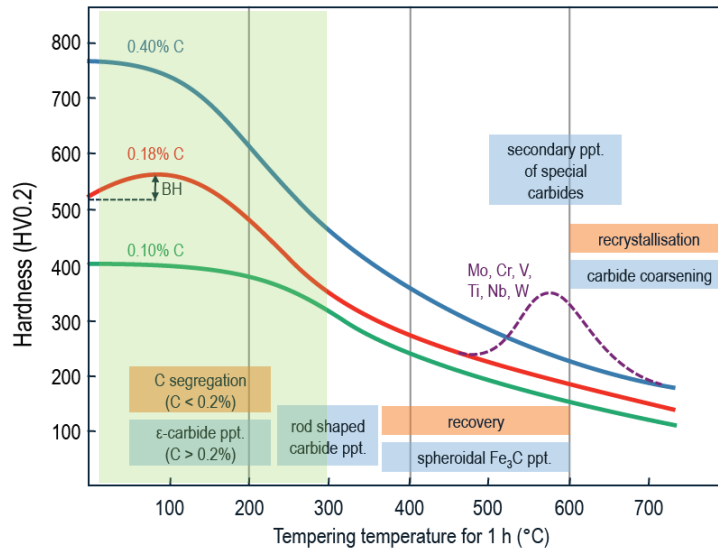


Figure 20 : Principaux effets métallurgiques durant le revenu des aciers martensitiques [Mohrbacher 2015]. Le rectangle vert correspond à l'intervalle de température de revenu réalisé sur les aciers étudiés.

Les modes de rupture des aciers martensitiques peuvent être classés en fonction de leur pourcentage de carbone ainsi que leur température de revenu (Figure 21). Pour une application automobile, les aciers doivent rester dans un mode de rupture ductile. Pour notre étude, il sera donc impératif de réaliser des revenus à des températures inférieures à 300°C, sur des aciers bas carbone. Cela correspond ainsi à des aciers martensitiques à température de revenu faible (LTT : Low Temperature Tempering), représenté sur la Figure 21.

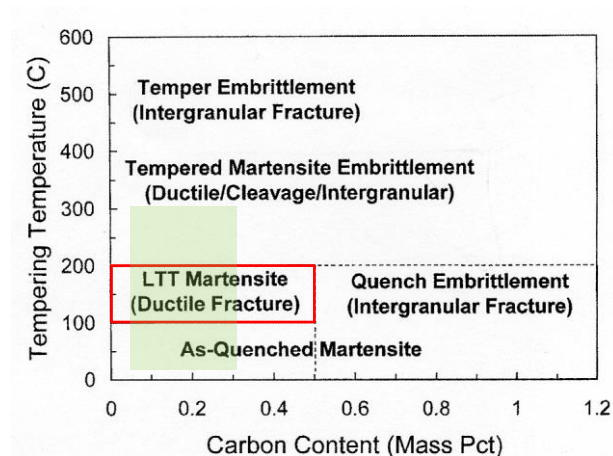


Figure 21 : Mode de rupture des aciers martensitiques en fonction du pourcentage de carbone et de la température de revenu [Krauss 2001]. Le rectangle vert correspond à l'intervalle de teneur en carbone et de température des revenus réalisés sur les aciers étudiés.

ii. Carbures de transition

La précipitation de carbures de transition intervient pour des revenus entre 60 et 200 °C, il s'agit du premier changement microstructural dû au revenu. Les carbures ϵ et η sont les principaux observés, et sont uniformément répartis dans la matrice martensitique (Figure 22). Lors d'un revenu à des températures supérieures à 200 °C, les carbures de transition se transforment en cémentite. Jack est le premier à avoir identifié que les carbures ϵ étaient de structure hexagonale. Il a identifié par diffraction des rayons X les relations d'orientation entre le carbure et la matrice [Jack 1974] :

$$(0001)_\varepsilon \parallel (011)_{\alpha'}$$

$$(10\bar{1}1)_\varepsilon \parallel (101)_{\alpha'}$$

Wells a également trouvé ces relations expérimentalement [Wells 1964].

Jack a suggéré que la stoechiométrie du carbure ε devrait se situer entre Fe_2C et Fe_3C . Cependant les différents auteurs ne s'accordent pas sur une valeur précise. Nous pouvons par exemple référencer :

- $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ Jack [Jack 1951]
- $\text{Fe}_{2,2}\text{C}$ Lement [Lement 1953]
- Entre Fe_2C et $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ Arbutov [Arbutov 1962]
- $\text{Fe}_{2,3}\text{C}$ Speich [Speich 1972]

Williamson et al. ont montré que la diffraction des précipités pouvaient être indexées aussi bien sur les relations d'orientation des carbures ε que η [Williamson 1979]. Taylor et al. ont également suggéré qu'il pourrait être approprié de les appeler ε' [Taylor 1989].

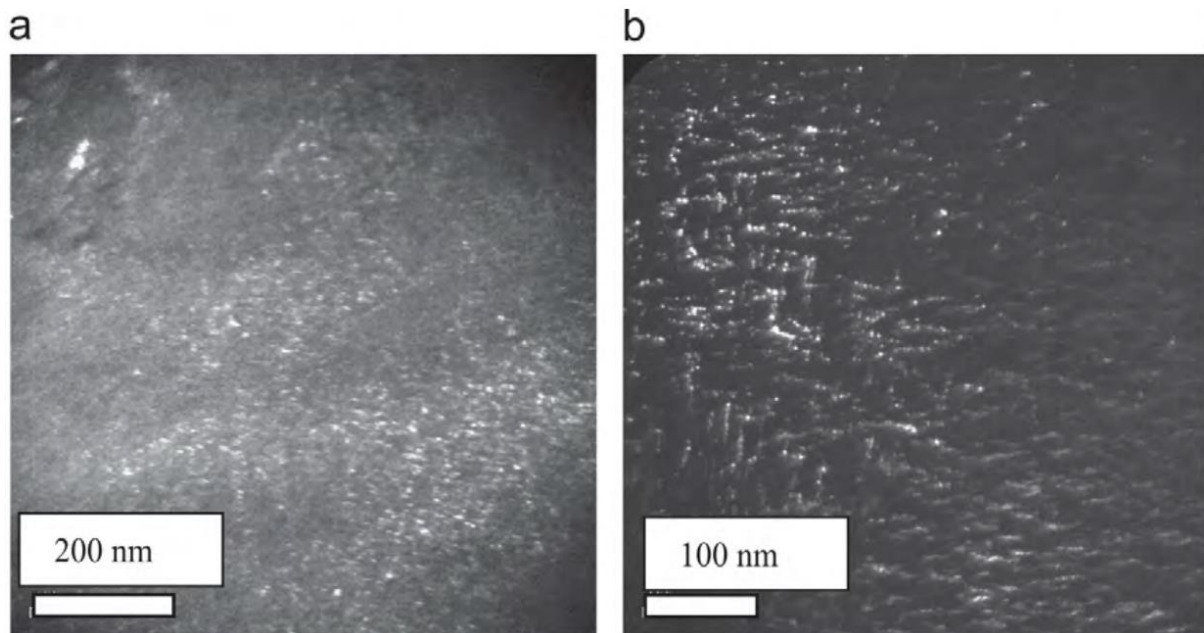


Figure 22 : Images MET en champ sombre montrant des carbures η dans un acier 36CrNiMo4 revenu pendant une heure à a) 120°C et b) 150°C [Badinier 2015]

Nous pouvons voir que les carbures de transition restent mal connus de la littérature. De plus, les relations entre leur taille, leur répartition spatiale et leur structure cristalline ne sont pas référencées dans la bibliographie.

iii. Cémentite

À des températures de revenu plus élevées, la précipitation de cémentite (ou transformation de carbure de transition en cémentite) a lieu [Speich 1992, Speich 1972]. La cémentite a une structure orthorhombique et une stœchiométrie Fe_3C [Fasiska 1965]. Après un revenu compris entre 250 et 350 °C, les particules de cémentite adoptent une morphologie en forme d'aiguille similaire aux carbures de transition. À plus haute température (entre 350 et 600 °C), les

particules de cémentites grossissent et se rapprochent progressivement de celui d'une forme globulaire (Figure 23).

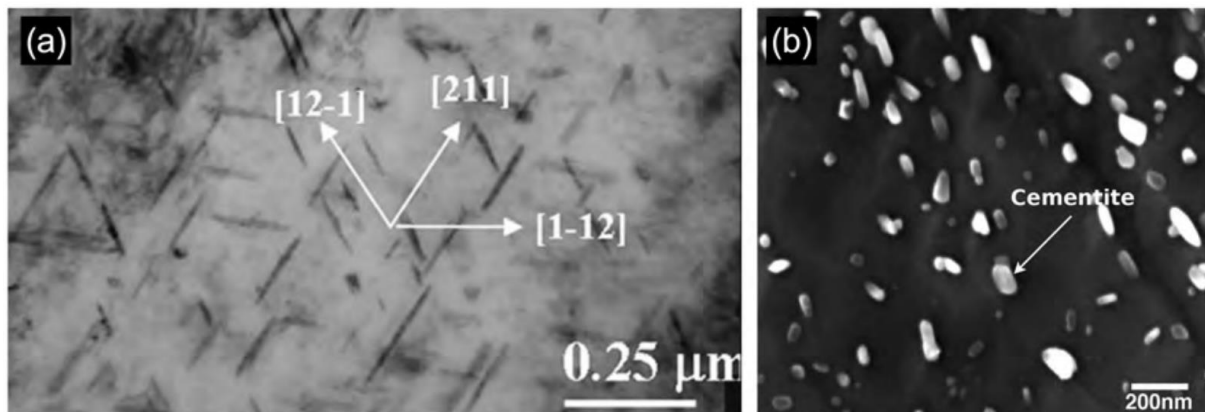


Figure 23 : Morphologie de particules de cémentite dans la matrice revenue. A) Image MET de cémentite sous forme d'aiguilles dans un acier Fe-0,15C-1,97Mn (%.mass) revenu à 400°C pendant 3 secondes [Massardier 2014]. B) Image MEB de particules de cémentite sous forme globulaires dans un acier Fe-0,1C-2Mn (%.mass) revenu à 600°C pendant 30 min [Wu 2018]

1.3.4 Bilan de l'état de l'art sur la microstructure des PHS

Comme nous venons de le voir, la microstructure martensitique ainsi que ses microconstituants sont bien connus de la littérature pour les aciers bas carbone. L'évolution de la taille des anciens grains austénitiques peut être contrôlée grâce aux paramètres de traitements thermiques avant l'emboutissage. Pour un acier 22MnB5, et dans les gammes de température de traitement thermiques étudiés, la taille des grains austénitiques varierait de 10 à 20 μm. Cependant la cinétique de croissance de grain dépend, entre autres, de la composition chimique du matériau. Si cette cinétique est connue et répertoriée pour des PHS très couramment étudiés comme le 22MnB5, il conviendra de la déterminer pour l'étude d'autres aciers pour emboutissage à chaud, afin de cibler les paramètres de traitements thermiques à réaliser.

L'évolution des carbures de transition en cémentite pendant le revenu est référencée dans la littérature. Cependant, la répartition spatiale ainsi que la taille de ces carbures n'a été que peu étudiée sur les revenus à basse température. Ces paramètres pourraient influencer le comportement mécanique et en particulier la résistance à la rupture ductile. Il s'agit par conséquent d'un paramètre d'intérêt pour notre étude. L'effet de la taille de grain austénitique, sur la distribution spatiale des carbures, est également un point manquant de la littérature. L'étude sur aciers martensitiques bas carbone de différents revenus à basse température (typiquement inférieur à 300°C) sur la nature des carbures, leur taille, ainsi que leur répartition spatiale, est un point manquant de la littérature

1.4 Précipitation et inclusions

Dans les aciers, il existe des hétérogénéités chimiques qui peuvent être en solution (ségrégations) ou hors solution (précipités et inclusions). Dans notre étude nous nous intéresserons uniquement à ces dernières. Ces phases sont composées d'éléments métalliques présents dans l'acier, ainsi que de métalloïdes, comme le carbone, l'oxygène, l'azote, ou le soufre.

Les précipités apparaissent dans le métal solide. Leurs tailles sont comprises entre quelques nanomètres et quelques centaines de nanomètres de diamètre.

Les inclusions sont des particules formées lorsque l'acier est en phase liquide ou pâteuse, puis piégées dans la matrice. Les inclusions sont des particules non-désirées mais qui restent présentes du fait du processus de fabrication.

La maîtrise des propriétés mécaniques passe par la connaissance la plus exhaustive qui soit de l'état de la précipitation à l'issue d'un traitement thermomécanique. Elle est relative à la nature des précipités, leur distribution de taille, leur degré de cohérence avec la matrice et leur fraction volumique.

La présence d'azote dans les aciers induit la nécessité de comprendre la précipitation de carbonitrides contenant des éléments d'alliage. Cependant, une des difficultés majeures réside dans la prise en compte de précipités tri-atomiques de type Nb(C,N) ou Ti(C,N) pour lesquels le rapport $\frac{C}{N}$ n'est pas défini.

Le paramètre qui gouverne la précipitation des éléments de micro-alliage est le produit de solubilité. Il permet de caractériser à l'équilibre la capacité qu'ont deux éléments à former des précipités. Le coefficient de diffusion des éléments chimiques est le deuxième paramètre qui intervient dans la formation d'un précipité.

Il est ainsi possible de considérer la précipitation grâce à ces deux paramètres, avec une approche thermodynamique et en une approche cinétique. Il convient de rappeler que ces paramètres sont directement dépendants de la température du système.

1.4.1 Types de précipités et d'inclusions observables dans les PHS

Les carbonitrides de titane et de niobium sont les plus susceptibles de se former dans les aciers pour emboutissage à chaud. Ils possèdent une structure cubique à faces centrées de type NaCl [Acevedo 2007]. La structure cristallographique d'un carbonitride de titane-niobium est présentée sur la Figure 24.

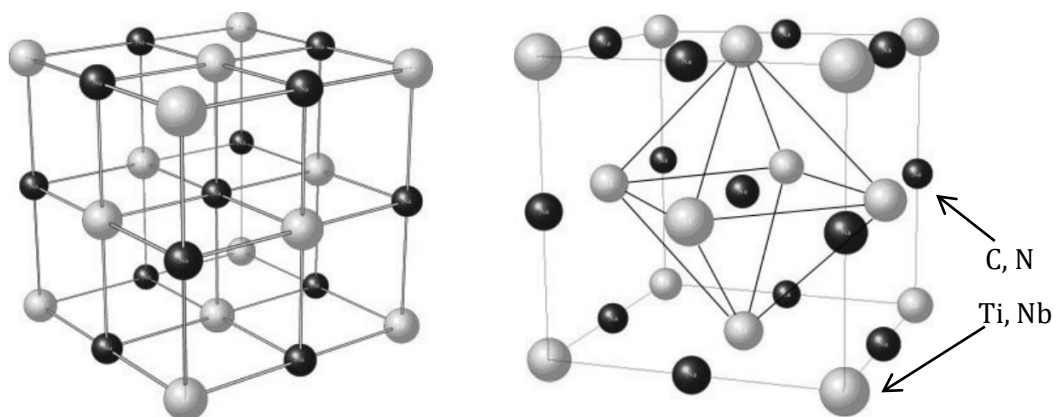


Figure 24 : Structure cristalline des carbures et nitrures de titane et de niobium [Acevedo 2007].

Lorsque du titane et du niobium précipitent, plusieurs scénarios sont possibles en fonction des compositions chimiques. Les carbures de titane et de niobium n'ont pas nécessairement d'interaction les uns avec les autres, donnant lieu dans ce cas à des précipités TiC et NbC distincts. (Figure 25a). Les carbures de titane se forment à plus haute température que les

carbures de niobium, il est également possible que ces derniers se servent des carbures de titane comme site de germination préférentiels (Figure 25b). Ces précipités sont hétérogènes et reconnaissables facilement. La troisième possibilité est d'obtenir des carbonitrides homogènes, ayant une même composition chimique en tout point (Figure 25c) [Acevedo 2007]. Il reste cependant possible que l'état de précipitation réel dans un alliage soit composé d'un mélange de ces trois types de populations.

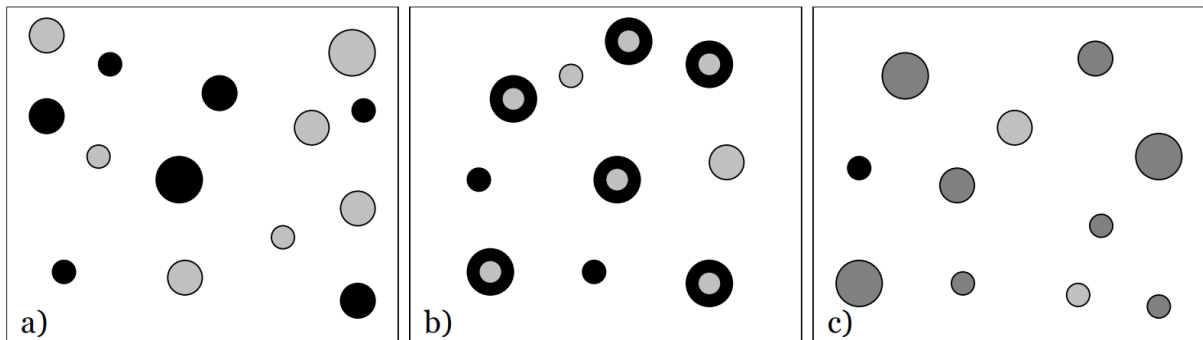


Figure 25 : Schéma des différents cas possibles de précipitation dans un acier présentant du titane et du niobium qui précipitent. a) précipités binaires indépendants, b) précipités ternaires avec une structure cœur-coquille, c) précipités ternaires mixtes. [Acevedo 2007].

Les aciers laminés à chaud peuvent contenir des précipités et des inclusions formés à partir des éléments de micro-alliage à haute température. Il est possible de répertorier les différents types de précipités et d'inclusions de titane qui se forment entre 700 et 1400°C. La Figure 26 permet de visualiser la température et le mode de formation des principaux précipités de titane rencontrés dans les aciers PHS ne présentant pas de niobium.

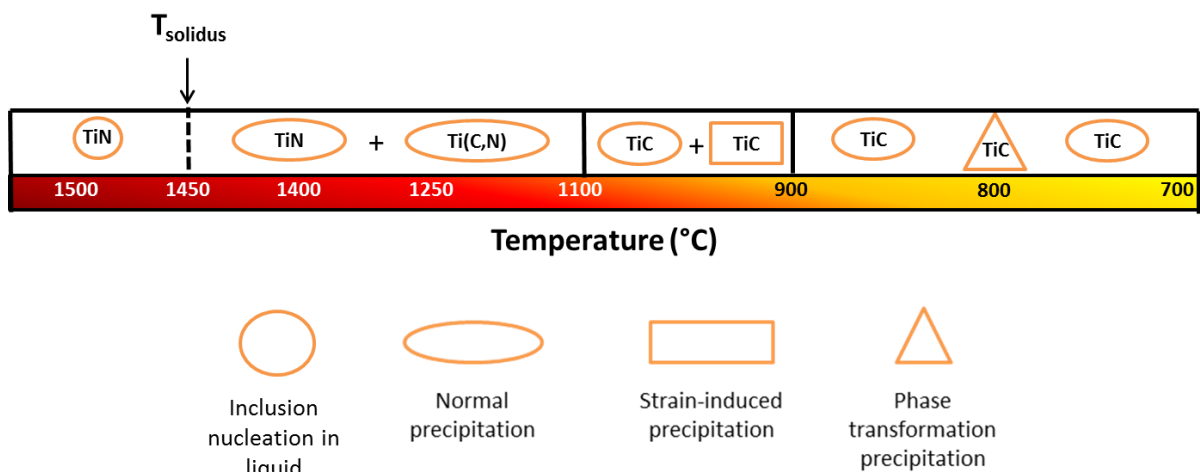
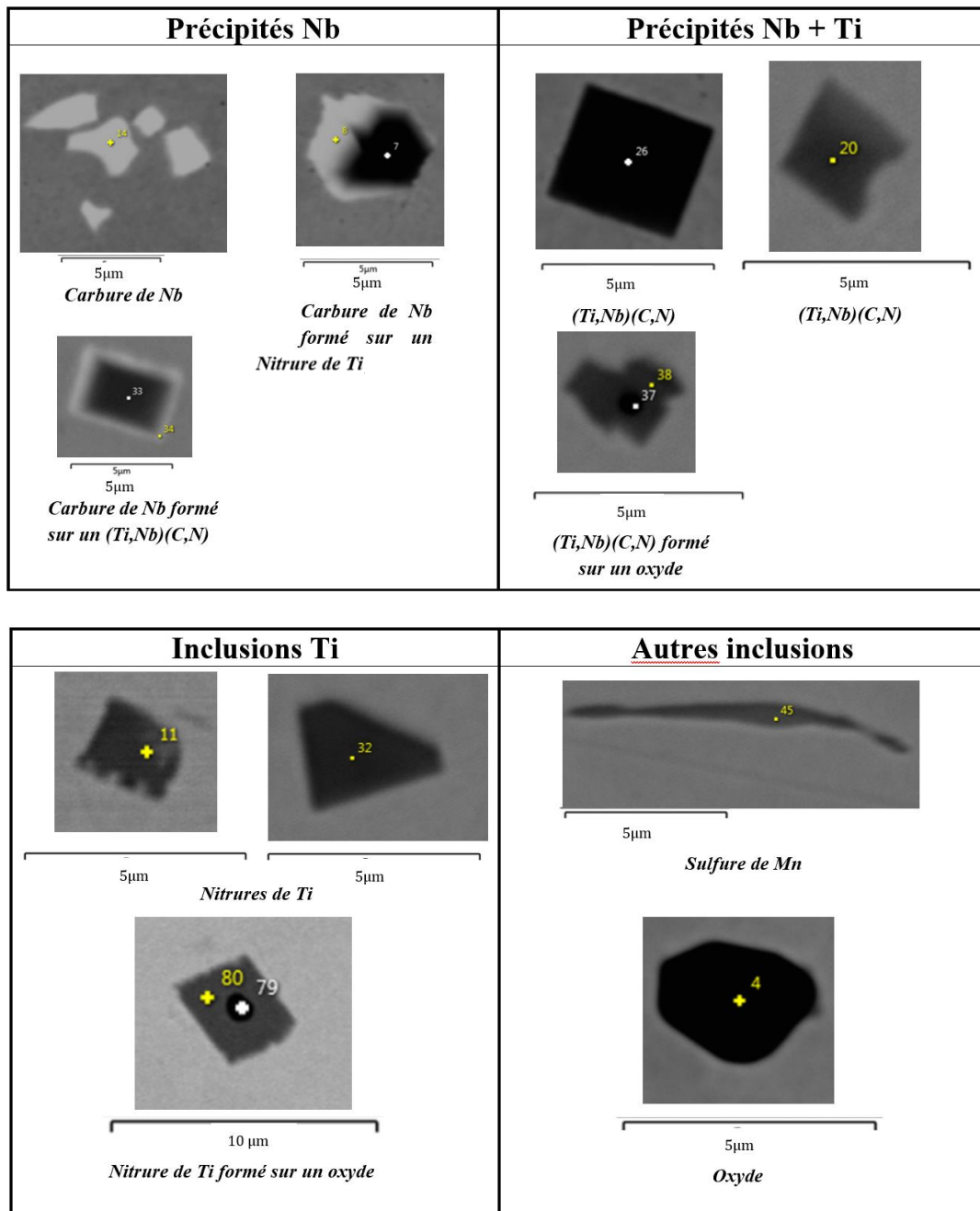


Figure 26 : Différents précipités de titane existants dans les aciers micro-alliés [Bellavoine 2017]

Ces précipités et ces inclusions peuvent être détectés au MEB (Microscope Electronique à Balayage), le Tableau 1 permet d'avoir une représentation concrète des différentes familles susceptibles d'être observées. De plus fins précipités de type TiC sont également présents dans les aciers emboutis à chaud, cependant leurs tailles inférieures à 30 nm les rendent difficilement observable au MEB.

Tableau 1 : Différents types d'inclusions observés au MEB sur aciers emboutis à chaud [d'après Julia 2017]



Il a de plus été montré que les fins précipités de titane et de niobium ont un effet affinant sur la taille de grain austénitique, venant ralentir la croissance des grains par épinglage des joints de grains [Maalekian 2007]. Subramanian a aussi démontré que les fins nitrures de titane, formés à haute température, pouvait servir de site de germination pour les carbures de niobium (Figure 27). La quantité de TiN présente guidant ainsi également la densité de NbC [Subramanian 2016]

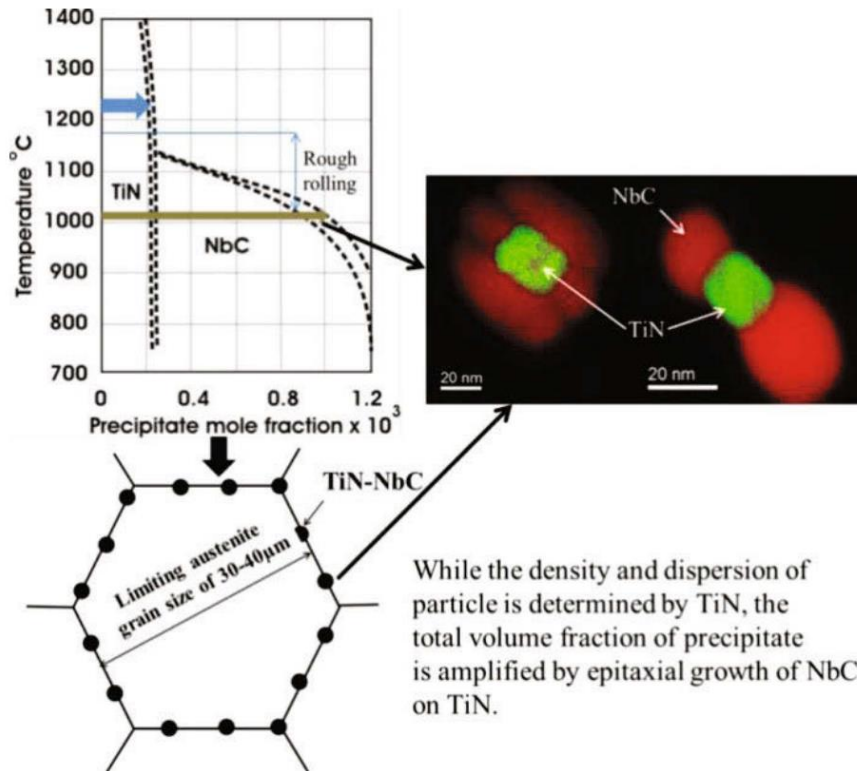


Figure 27 : Croissance épitaxiale de NbC sur des TiN préexistants. Acier Ferrito-perlitique [Subramanian 2016]

1.4.2 Les nitrures de titane dans les PHS

Pour maintenir le bore en solution solide, le titane est ajouté afin de piéger l'azote. Le titane précipite ainsi avec l'azote pour former des TiN. L'azote est ainsi consommé presque entièrement et le bore est préservé en solution solide. Les nitrures de titane se forment à très haute température et restent stables qu'elle que soit la température à l'état solide. La Figure 28 répertorie l'évolution des produits de solubilité de différents nitrures en fonction de la température.

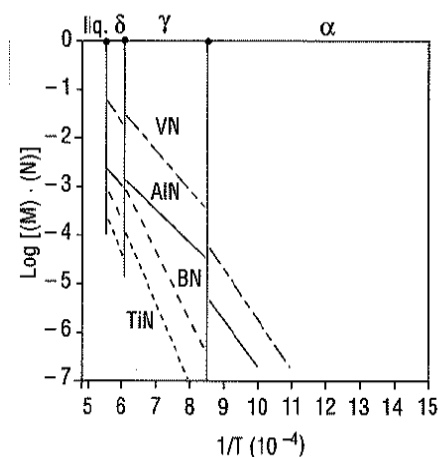


Figure 28 : Produits de solubilité de différents nitrures dépendant de $1/T$ (K^{-1}) depuis le liquide jusqu'à la phase ferritique. [Sanz 1994]

a) Germination des inclusions de TiN dans les PHS

Pour qu'un TiN se forme, le système doit présenter une sursaturation suffisamment forte en titane et en azote. J.Kunze et al. [Kunze 1997] ont déterminé cette expression de η (eq. 1) :

$$\eta = \frac{[\%Ti][\%N]}{L_{TiN}} \quad (1)$$

[%Ti], [%N] : teneur en Ti et N (pourcentages massiques)

L_{TiN} : produit de solubilité du nitrure de titane dans du fer pur liquide à la température considérée.

La formation de TiN est possible si la valeur de η est supérieure à 1.

J.Du et al. [Du 2012] affirment que ces inclusions peuvent être observées sous forme de cubes dorés/orangés ou sous forme de prismes. Ils peuvent précipiter sur une inclusion d'oxyde (telle que Al_2O_3) qui se présente sous la forme d'un petit point noir en MEB (<1 μm) au centre du nitrure. Les inclusions de TiN peuvent aussi germer seules ou sur des germes trop petits pour être détectés ou présents sur le plan d'observation. Dans les deux cas, la première phase qui a précipité fournit un support qui permet à l'inclusion de se développer.

Dans le calcul à l'équilibre, la température de précipitation du TiN peut être calculée par la relation suivante [Turkdogan 1998] (eq. 2):

$$L_{TiN} = \frac{-17\ 040}{T^L} + 6,4 \quad (2)$$

T^L : Température de précipitation du TiN dans le liquide (K)

b) Effet de la composition chimique sur la précipitation

La formation des inclusions est gouvernée par la thermodynamique ainsi que par les paramètres du procédé de fabrication, via des phénomènes thermocinétiques, en particulier l'enrichissement du liquide en solutés au-delà des concentrations à l'équilibre.

Le rapport stœchiométrique des fractions massiques dans les TiN est $Ti / N = 3,42$. En dessous de cette valeur, le titane sera déficitaire, il existe donc un risque de ne pas piéger tout l'azote et ainsi de former des BN. Au-dessus de cette valeur, le titane sera en excès, la formation de $Ti(C,N)$ grossiers va être amplifiée. Cependant, celle-ci pourra aller de pair avec une précipitation fine de TiC .

Bracke et al. [Bracke 2016] ont signalé qu'il est nécessaire de limiter le niveau d'azote (tel que 55 ppm) pour éviter les inclusions grossières de TiN dans les aciers laminés à chaud lors de la solidification.

Saikaly montre qu'à 99% de fraction solide et en l'absence de précipitation, la sursaturation, comme définie équation (1), est inférieure à 6 dans le liquide en présence de ferrite et supérieure à 30 en présence d'austénite (cf Figure 29). Les TiN sont supposés précipiter dans le liquide à un niveau de sursaturation supérieur à 1 [Yan 2006]. En conséquence, ils se formeraient plus facilement dans le liquide en présence d'austénite que dans la ferrite. La plus grande quantité de TiN se forme dans l'acier liquide et dans les zones interdendritiques [Saikaly 2001].

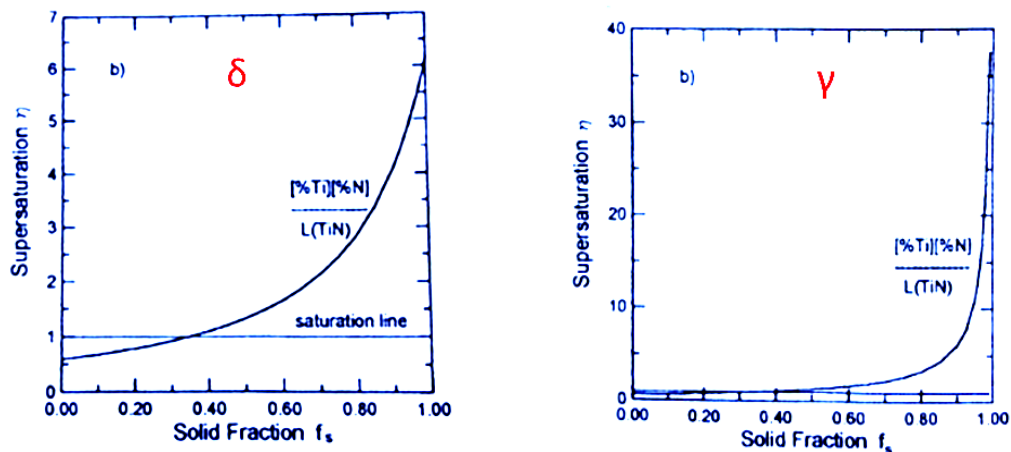


Figure 29 : Sursaturation dans le liquide (définie équation 1)), dans les phases δ et γ , en fonction de la fraction solide. Acier Dual-Phase micro-allié Ti [Saikaly 2001]

Selon la teneur en carbone de l'acier, le chemin de solidification passe par la ferrite ou l'austénite, ce qui donnera un degré de microségrégation différent ([Kunze 1997]; [Hiroki 2007]). Ainsi, une teneur en carbone élevée, induisant une solidification par l'austénite, pourrait induire une sursaturation de titane au front de solidification plus importante et donc une plus grande population inclusionnaire. De plus, les inclusions de type Ti(C,N) pourraient également contenir plus de carbone. Cependant aucune étude n'a quantifié l'impact de ces deux chemins de solidification sur les populations d'inclusions obtenues.

1.5 Bilan de l'état de l'art de la précipitation du titane dans les PHS

L'approche thermodynamique permet de calculer les fractions de TiN qui seront présentes à l'équilibre. Cependant il a été montré que la cinétique de solidification joue un rôle majeur dans la quantité totale de TiN réellement formés, notamment à cause de la sursaturation au front de solidification. Des auteurs, comme Kunz [Kunz 1997] ont quantifié ces impacts sur la formation d'inclusions. Cependant, ces modèles sont tributaires de paramètres de germination qui sont complexes à identifier. Il n'existe pas aujourd'hui de modèle permettant une prédiction fine de l'état de précipitation des nitrures de titane dans les PHS. Celle-ci dépend notamment du nombre d'oxydes en flottaison dans le liquide et pouvant servir de sites de germination. Aucune étude statistique n'a de plus référencé la part de TiN s'étant effectivement formée sur une autre inclusion.

S'il a été montré que la sursaturation des éléments d'alliage était différente lors d'une solidification par la ferrite ou par l'austénite, l'impact de l'augmentation de la teneur en carbone sur la formation de nitrures via la modification du trajet de solidification reste une question non abordée. De plus, les TiN sont parfois des Ti(C,N). Ces deux types de particules sont quantifiés ensemble dans les analyses inclusionnaires. L'augmentation de la teneur en carbone pourrait ainsi avoir un double impact sur la population inclusionnaire, en augmentant la fraction d'inclusions obtenue ainsi que leurs tailles. Les relations existantes entre teneur en carbone et population de Ti(C,N) reste une question ouverte.

1.6 Les ductilités de la martensite

1.6.1 *Ténacité de la martensite*

La rupture ductile de la martensite en lattes est classiquement caractérisée par un faciès présentant des cupules, comme pour la plupart des matériaux métalliques. Les premières cavités germent sur les discontinuités du matériau, principalement les inclusions. Ainsi, la taille des inclusions et leur espacement sont deux paramètres importants pour la résistance à la germination de cavités. Les autres cavités se forment sur les carbures, qui vont former des cupules de plus petites tailles et moins profondes que celles germées sur inclusion. Des critères de rupture ont été développés et se basent sur une valeur critique de déformation via des essais de traction sur éprouvette entaillée, déformation à partir de laquelle la germination de cavités et la croissance débutent [Gudas 1988].

Dans le cadre de la mécanique non linéaire de la rupture, et sous réserve de certaines hypothèses, la ténacité (J_{IC}) peut être reliée à la déformation locale à rupture (ε_f) et à l'espacement entre les inclusions (l_0^*) grâce à l'approche locale de la rupture, notamment grâce à l'équation suivante [Ritchie 1985] (eq. 3) :

$$J_{IC} \sim \sigma_0 \varepsilon_f l_0^* \quad (3)$$

- J_{IC} : Ténacité
- σ_0 : Contrainte d'écoulement
- ε_f : Déformation locale à rupture
- l_0^* : Distance critique à laquelle ε_f est atteinte, souvent liée à l'espacement entre inclusions.

Cette équation nous suggère que la ténacité peut être augmentée grâce à une déformation locale à rupture plus importante ou un espacement inclusionnaire plus grand. Elle suppose aussi que l'énergie à rupture est directement proportionnelle à la contrainte d'écoulement.

En revanche, elle montre que la taille de grain austénitique n'a pas de rôle direct sur l'énergie absorbée pendant la rupture ductile via la déviation de la fissure comme l'a proposé Morhbacher [Morhbacher 2015], mais peut avoir un effet indirect via l'augmentation de la limite d'élasticité. Dans les aciers martensitiques en lattes, l'effet de la taille de grain sur la ténacité est souvent faible. La Figure 30 montre l'évolution de l'énergie absorbée grâce à des essais Charpy d'après deux études [Kennett 2014, Wang 2016]. La température de transition ductile-fragile est diminuée avec l'affinement de la taille de grain. En revanche, l'énergie absorbée au plateau ductile ne varie pas de manière significative avec la taille de grain austénitique. Wang et al. [Wang 2016] a étudié un acier 22MnB5 suivant trois traitements d'emboutissage afin d'obtenir différentes tailles de grains, ainsi qu'un acier martensitique revenu à 0,3%C micro-allié au niobium afin de réduire encore plus la taille de grain. Pour cet alliage, Wang obtient une taille de grain moyenne de 12 μm , il est à noter cependant que cette taille de grain semble grande vis-à-vis du micro-alliage utilisé. Une résistance mécanique de 1800 MPa est annoncée. La résistance mécanique du 22MnB5 est de 1500 MPa, ce qui signifie que l'acier 0,3%C micro-allié possède une résistance mécanique 20% plus élevée, correspondant aux 20% d'énergie absorbée en plus dans l'alliage 0,3%C+Nb, par rapport au 22MnB5. De plus, l'acier microallié au niobium possède une taille de grain plus fine une énergie absorbée plus importante.

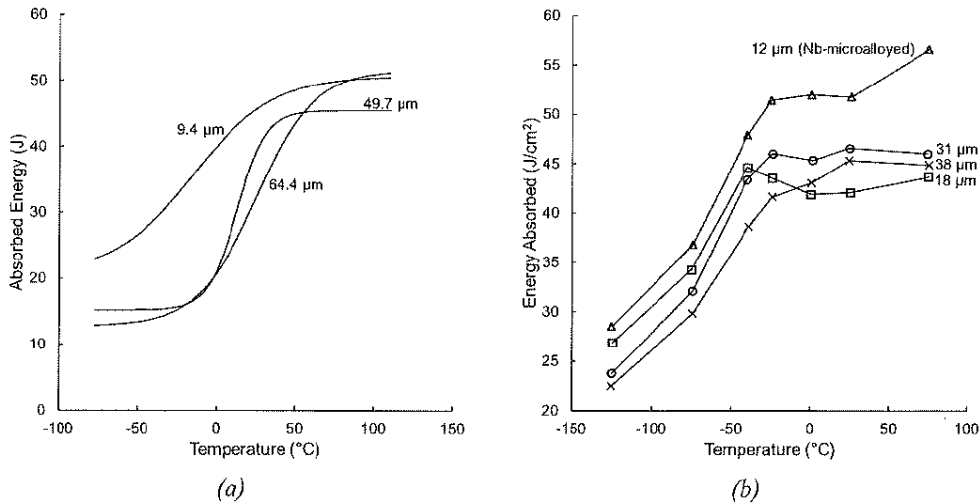


Figure 30 : Evolution de l'énergie absorbée en fonction de la température via des essais de résilience Charpy sur a) un acier martensitique 0,2%C [Kennett 2014]. b) un 22MnB5 avec trois traitements d'emboutissage ainsi qu'un acier 0,3%C+Nb [Wang 2016]

1.6.2 Ductilité locale à rupture en pliage

Avec le développement rapide d'aciers à haute résistance pour l'allègement des véhicules, la pliabilité s'est imposée comme étant une mesure de la performance, en particulier en ce qui concerne la résistance au crash [Dietsch 2017]. Lors d'un accident automobile, les composants de structure subissent une déformation impliquant in-fine une succession de plis ayant un faible rayon de courbure.

Le test de pliage est un test normalisé (VDA 238-100), qui consiste essentiellement en une flexion trois points avec un rayon de poinçon faible (0,4 mm) et un espacement défini entre les rouleaux (3,35 mm). De même, les dimensions telles que la largeur de l'échantillon et le rayon des rouleaux sont normalisées (Figure 31). La procédure de réalisation de cet essai est décrite plus précisément dans le [Chapitre II](#).

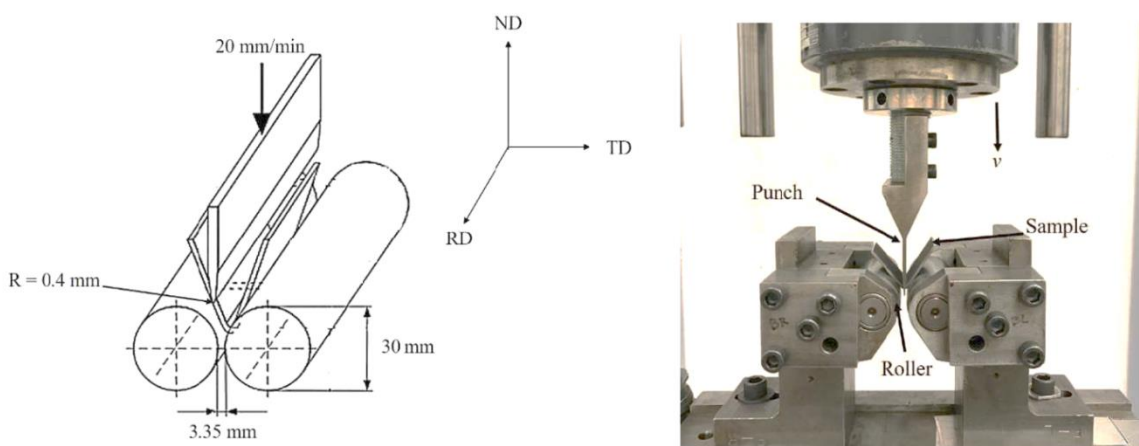


Figure 31 : Schéma et photographie d'un essai de pliage en sens transverse (TD) [Golem 2019]

Plus l'angle de pliage est élevé, plus le matériau possède une capacité importante de déformation plastique locale importante. La Figure 32 représente une tôle avant et après essai de pliage à

rupture sur un acier embouti à chaud. L'angle de pliage (ici 33°) correspond à l'angle entre les droites vertes sur la droite de l'image.

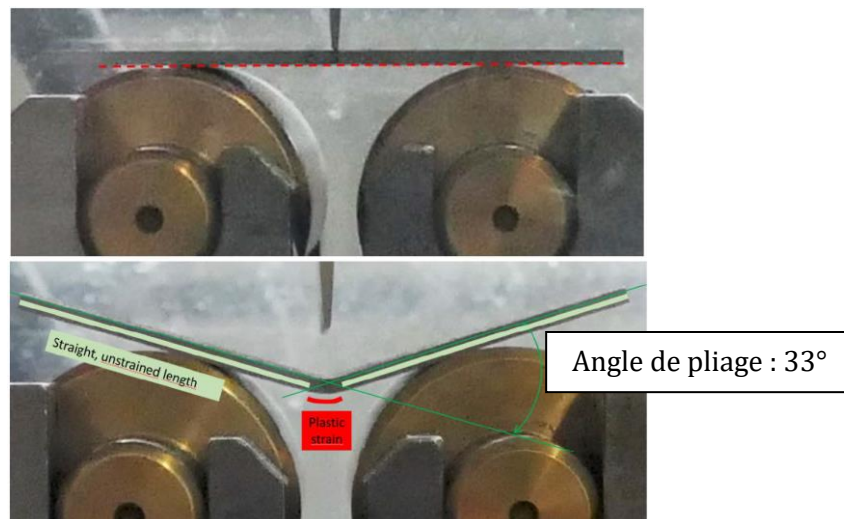


Figure 32 : Essai de pliage sur acier martensitique embouti à chaud 0,3%C, définition de l'angle de pliage à rupture (représenté en vert) d'après [Bittendiebel 2019]

En pliage, la limite à la rupture peut être définie comme la déformation locale maximale avant l'amorçage d'une fissure en surface de l'éprouvette. L'indicateur de performance couramment utilisé est appelé « fracture strain » (déformation à rupture). Une corrélation entre cette valeur et l'angle de pliage maximal avant rupture peut être établie. Ainsi, l'angle de pliage peut apporter une information sur la capacité d'un matériau à se déformer lors d'un crash automobile.

Il résulte de ce test une courbe force/déplacement dont l'aire sous la courbe peut être considérée, en première approximation, comme l'énergie nécessaire à la réalisation d'un pli de la matière jusqu'à rupture locale de l'éprouvette. La suite de la propagation n'est pas étudiée.

a) Analyse mécanique et cinématique de l'essai de pliage

Durant un essai de pliage, les contraintes de flexion sont générées et ne sont pas homogènes dans l'épaisseur. Cette distribution a une influence directe sur le comportement à la rupture.

De la même manière que lors d'un essai de traction, pendant la sollicitation en flexion la déformation est élastique puis plastique, jusqu'à la rupture (la rupture sera ici considérée comme l'amorçage de fissure à l'extrados de l'éprouvette). Les contraintes sont perpendiculaires au pli et nulles à la fibre neutre, en compression sur la partie interne de l'éprouvette, et en traction sur sa partie externe.

Beranger et al. [Beranger 1994] ont démontré qu'en flexion pure, la fibre neutre est exactement à la moitié de l'épaisseur, comme schématisé sur la Figure 33a. En revanche la fibre neutre se décale en présence de frottement et de traction, car la section n'est alors plus constante (Figure 33b).

Cependant un rayon de poinçon faible, ainsi que les rouleaux montés sur roulements, permettent de diminuer fortement les phénomènes de frottement. De plus, Rèche a montré qu'il n'était pas nécessaire d'en tenir compte pour décrire la courbe charge/déplacement [Rèche 2011].

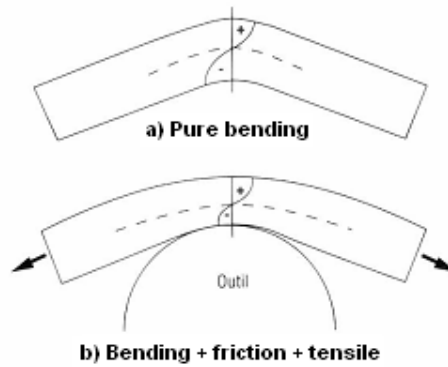


Figure 33 : Distribution des contraintes : a) flexion pure, b) flexion + frottement + traction [Beranger 1994]

En pliage simple et sans traction, la fibre neutre est proche du milieu de l'épaisseur si le rayon de courbure est grand devant l'épaisseur elle-même. D'après de nombreuses études [Chakrabarty 2000 ; Livatyali 2003 ; Quach 2004], la déformation axiale peut être définie par l'éq. 4):

$$\varepsilon(y) = \ln \left(1 + \frac{y}{R_0} \right) \quad (4)$$

où R_0 correspond au rayon à la fibre neutre et y est la distance à la fibre neutre. Cette équation reste vraie à condition que la fibre neutre ne soit pas déplacée.

Cependant, il existe des formes plus complexes permettant de prendre en compte le déplacement de la fibre neutre grâce au terme ε_0 (eq. 5):

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \frac{1}{2} \ln \left(1 + \frac{2y}{R_0} e^{-\varepsilon_0} \right) \quad (5)$$

où ε_0 est la déformation de la matière située initialement à la fibre neutre.

Lemoine et al. [Lemoine 2009] valident cette équation pour le pliage « en V » à condition que l'épaisseur de la tôle soit au moins 10 fois inférieure au rayon de pliage. Pour un poinçon de rayon 0,4 mm comme défini dans la norme VDA, l'épaisseur maximale correspond donc à 4 mm. Dans notre étude, les tôles mesurent 1,5 mm d'épaisseur. Cette équation reste valide pour nos cas d'études.

b) Modes de rupture en pliage

Il a été montré dans plusieurs études [Steninger 1982, Giovanola 1999, Rèche 2010, Rèche 2011, Soyarslan 2012, Kaupper 2013] que des fissures apparaissent sur la surface de l'éprouvette de pliage. La rupture en pliage résulte soit d'une localisation de la déformation sous forme de bandes de cisaillement, soit de la croissance de micro-cavités [Rèche 2011, Soyarslan 2012, Kaupper 2013].

Dans le cas d'une fissuration ductile, la rupture apparait suivant plusieurs étapes :

- Localisation de la déformation en surface de l'éprouvette
- Apparition de bandes de cisaillement macroscopiques

- Germination et croissance de cavités dans les bandes de cisaillement
- Coalescence des cavités avec l'augmentation de la déformation locale

Il en résulte une fissure dans le plan parallèle de l'éprouvette qui suit un angle de 45° par rapport à la surface. (Figure 34).

Dans leurs travaux, Nagataki et al. [Nagataki 1994] ont observé des fissures à la surface d'une éprouvette de pliage prélevée sur une tôle d'aluminium. Ils montrent que la rupture en pliage est due à un cisaillement local de la matière suivi par une croissance de cavités. Steninger et al. [Steninger 1982] ont réalisé des tests de pliage sur des tôles d'acier de 5 mm d'épaisseur et ayant des limites à la rupture comprises entre 240 et 390 MPa. Ils ont observé des fissures le long des bandes de cisaillement et de la croissance de cavités majoritairement suivant ces mêmes bandes. Ces fissures suivant des bandes de cisaillement ont également été observées et modélisées par éléments finis par Rèche et al. Sur acier TRIP [Rèche 2014] (Figure 35).

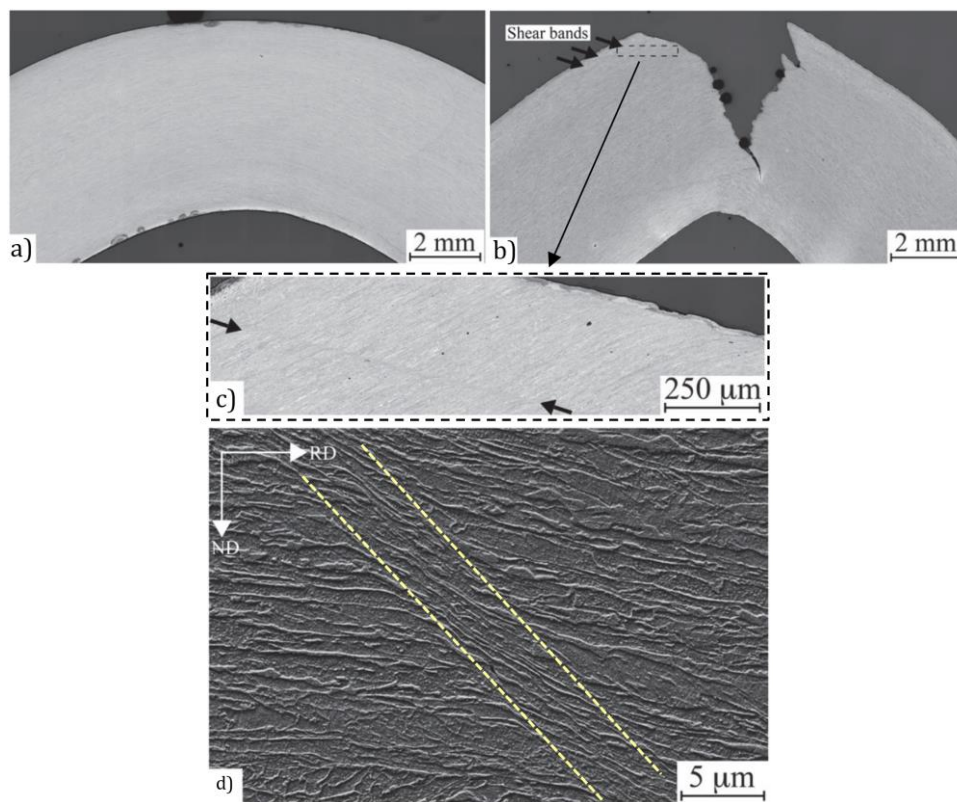


Figure 34 : Acier bainitique avec a) une bonne pliabilité, b) une mauvaise pliabilité, c) zoom sur la bande de cisaillement, d) observation de la bande de cisaillement au MEB après attaque nital [Kaijalainen 2016]

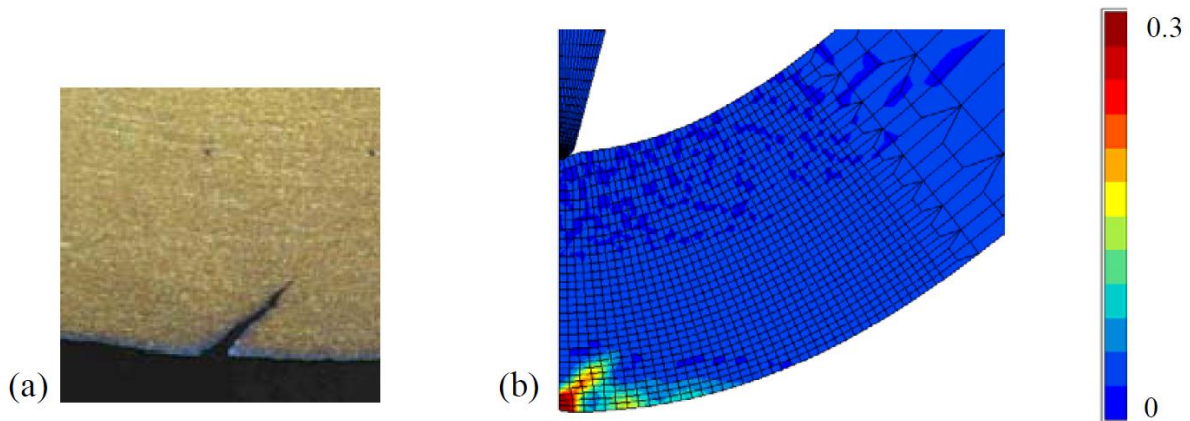


Figure 35 : (a) Fissure de surface lors d'un test de pliage, (b) Modélisation de l'endommagement à la fin de l'essai de pliage. Acier TRIP non-revêtu [Rêche 2014]

Des modèles de rupture ductile ont été élaborés et prenant en compte la localisation plastique de la matrice entre les cavités. Le premier réalisé par Pardoen et Hutchinson (P&H) [Pardoen 2000] et le second par Ragab [Ragab 2005]. McClintock a développé un modèle dont la déformation est premièrement homogène puis qui localise dans les bandes de cisaillement (Figure 36).

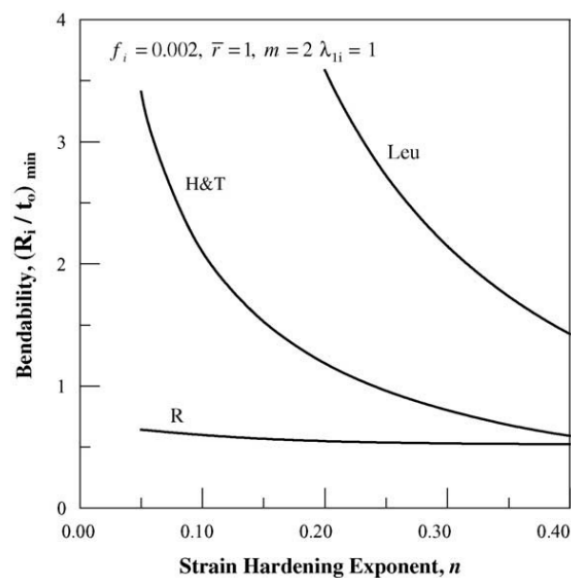


Figure 36 : Variation de la pliabilité en fonction de l'écroutissage pour trois critères de ruine : micro-striction "R" [Ragab 2005], formation de bandes de localisation "H&T" [Pardoen 2000], et moment maximum de pliage "Leu" [Leu 1997].

L'application de modèles de plasticité sur la prédiction de la pliabilité des tôles a été réalisée par Ragab et al. [Ragab 2005], qui en a conclu que les matériaux avec un fort coefficient d'écroutissage combiné à une faible fraction volumique initiale de cavités, étaient les plus susceptibles de résister au pliage. Ils précisent également que les tôles anisotropes ont une meilleure aptitude en flexion suivant la direction transverse au laminage. Cependant, l'ensemble de ces modèles ne tiennent pas compte des inclusions présentes dans les matériaux. L'anisotropie inclusionnaire présente entre les deux sens de laminage peut être à l'origine de la différence de pliabilité observée en sens long et en sens transverse.

c) Effets de la microstructure sur les propriétés en pliage

La première cause de rupture en pliage est la présence d'hétérogénéités. Dans le cas des aciers, on peut distinguer les hétérogénéités microstructurales et les inclusions.

Col [Col 2010] a montré que les inclusions de type sulfure de manganèse (MnS) peuvent être responsables de l'amorçage d'une fissure, diminuant ainsi la pliabilité du matériau. Des hétérogénéités de ce type induisent une diminution de l'angle de pliage, notamment en fonction de leur orientation et leur proximité à la surface externe. Ces inclusions sont généralement orientées dans la direction du laminage. Cela pourrait expliquer la différence que l'on peut obtenir si l'on réalise le test de pliage dans le sens du laminage (pli de la matière perpendiculaire au sens de laminage : RD) ou dans le sens transverse (pli de la matière parallèle au sens de laminage : TD). Ainsi, l'angle de pliage sera inférieur dans le sens transverse car les inclusions seront principalement orientées perpendiculairement à la contrainte principale maximale [Leu 1997]. Cependant les rares études disponibles sur le sujet se concentrent principalement sur l'alignement d'inclusions de type MnS [Col 2010], et non sur les autres familles d'inclusions comme les nitrures.

Ces hétérogénéités anisotropes impliqueront donc par la suite de caractériser l'effet des inclusions suivant ces deux directions différentes.

Yamazaki [Yamazaki 1995] a montré que la pliabilité des HSS qui ont une résistance à la rupture en traction supérieure à 780 MPa est davantage corrélée avec l'homogénéité microstructurale qu'avec l'allongement à rupture. Dans cette étude, ils ont défini un indice d'homogénéité de la microstructure grâce aux variations observées lors de tests de dureté sur le matériau. Plus la dispersion des mesures est importante, plus l'indice d'homogénéité est faible. Ils ont ainsi pu observer que l'angle de pliage à rupture n'a pas de lien direct avec l'allongement obtenu via un essai de traction uniaxial, cependant une corrélation existe avec l'indice d'homogénéité (Figure 37). De plus, l'amorçage de fissures est observé à l'interface entre la phase ferritique et martensitique.

Nagataki [Nagataki 1994] a également confirmé l'intérêt de l'homogénéité de la microstructure sur des aciers 100% martensitiques dont la résistance mécanique varie entre 1100 et 1650 MPa. Ils ont montré que la microstructure doit être affinée et homogène pour améliorer la pliabilité. Cependant, ils n'ont pas comparé la pliabilité de matériaux à iso-résistance mécanique et iso-taille de grain austénitique. Isoler la résistance mécanique et la taille des anciens grains austénitiques pour quantifier le gain de pliabilité n'a pas été réalisé dans la littérature.

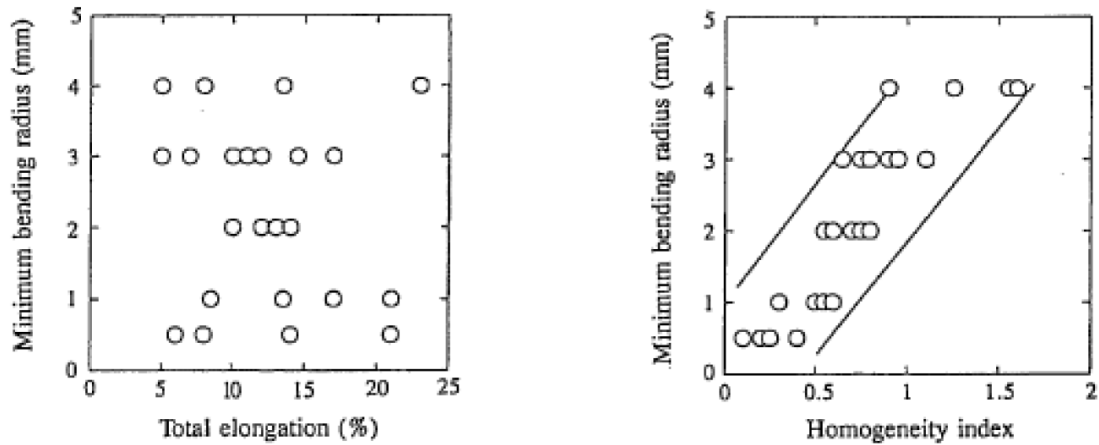


Figure 37 : Relations entre le rayon minimal de pliage à rupture, l'allongement, et l'indice d'homogénéité. [Yamazaki 1995]

Une étude récente a montré l'impact de différents paramètres microstructuraux sur les courbes de pliage d'aciers martensitiques emboutis à chaud. En premier lieu, l'effet de la teneur carbone, lié ici à la résistance mécanique, a été illustré sur la Figure 38. L'augmentation du pourcentage de carbone et de la résistance mécanique permet une augmentation de la force maximale à rupture en pliage, mais une diminution du déplacement du poinçon à rupture. Nous pouvons voir qu'après la charge maximale, la chute de force est d'autant plus rapide que la résistance mécanique est élevée, témoignant d'une instabilité après rupture. Les angles de pliages à la force maximale, référencés à côté des groupes de courbes, montrent que l'augmentation de la résistance mécanique induit une diminution de l'angle de pliage à rupture.

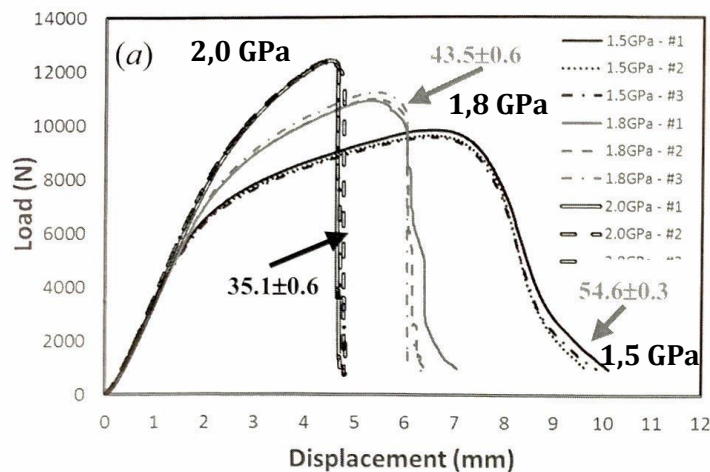


Figure 38 : Effet de la résistance mécanique, principalement liée à la teneur en carbone, sur la pliabilité (1,5 GPa : 22MnB5, 1,8 GPa : 30MnB5+Nb, 2,0GPa : 35MnB5, revenu 170°C-20min) [Liu 2019]

Les effets de la direction de pliage vis-à-vis de celle du laminage ont également été examinés. Un pliage dans le sens long (RD : Rolling Direction) permet d'obtenir un déplacement à rupture légèrement supérieur à un pliage dans le sens travers (TD : Transverse Direction) (Figure 39). Ceci induit une augmentation de 5° d'angle de pliage en sens RD. Ces écarts pourraient être dus aux alignements d'inclusions qui réduisent la déformation locale à rupture lorsqu'ils sont parallèles au pli. Cette hypothèse n'a pas été vérifiée dans l'étude de Liu.

Nous pouvons voir que les propagations de fissures sont stables et les essais répétables.

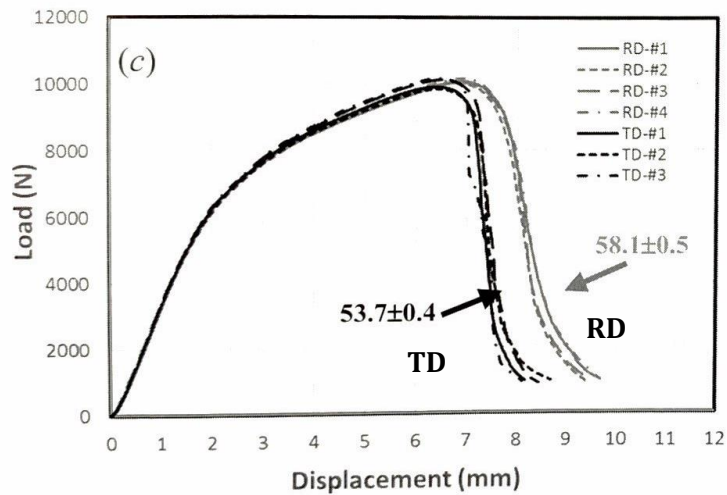


Figure 39 : Effet de l'orientation de l'éprouvette dans la tôle sur la pliabilité (22MnB5 revenu 170°C-20min) [Liu 2019]

L'analyse de la pliabilité a également été menée sur des aciers emboutis à chaud bruts de trempe sous presse et d'autres ayant subi un revenu à 170°C pendant 20 min afin de simuler le traitement de cuisson peinture. Le matériau ayant subi le revenu présente un effort à rupture sensiblement égal à celui du matériau brut de trempe, avec un durcissement légèrement plus progressif, et un déplacement à rupture est supérieur. L'acier revenu présente donc une aire sous la courbe plus importante et ainsi une énergie absorbée plus grande. De plus, la rupture sensiblement moins brutale sur cet acier (Figure 40).

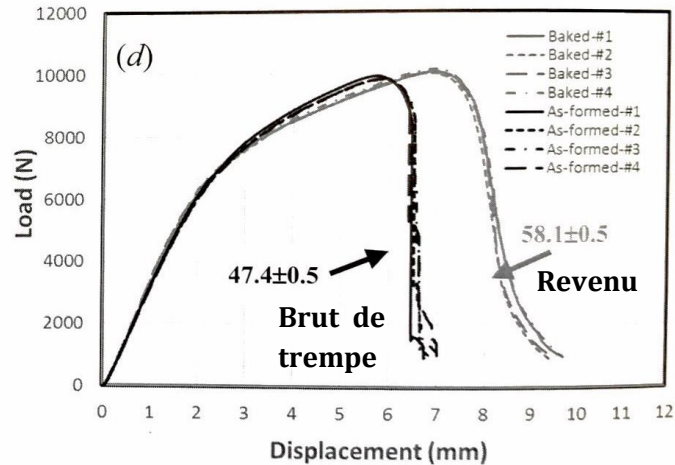


Figure 40 : Effet du revenu sur la pliabilité (22MnB5 brut de trempe et revenu 170°C-20 min) [Liu 2019]

Le dernier phénomène notable concerne la décarburation de surface. En adaptant les paramètres du procédé, il est possible de diminuer localement la teneur en carbone en surface des tôles. La dureté superficielle peut ainsi être diminuée, et l'allongement à rupture local augmente. Une décarburation importante peut générer de la ferrite sur une profondeur de plusieurs dizaines de micromètres. La Figure 41 montre une augmentation significative de la force et du déplacement à rupture en pliage. La diminution de la dureté locale en surface devrait diminuer la réponse mécanique de la structure, ce qui ne semble pas être le cas.

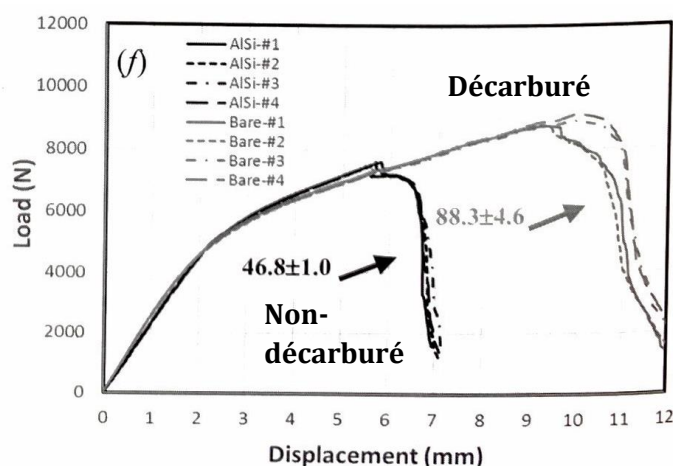


Figure 41 : Effet de la décarburation de surface sur la pliability d'un acier embouti à chaud (22MnB5 revêtu AISi et nu décarbure). D'après [Liu 2019]

1.6.3 Effet du revenu sur les propriétés mécaniques

a) Evolution des propriétés mécaniques en fonction de la température et du temps de revenu

Speich et Leslie se sont intéressés aux propriétés mécaniques des aciers martensitiques revenus dès les années 1970 [Speich 1972]. Depuis, Krauss et ses collaborateurs ont régulièrement étudié les propriétés mécaniques des aciers martensitiques revenus [Krauss 1999 ; Krauss 2001 ; Krauss 2017]. Ces études se sont souvent focalisées uniquement sur l'évolution de la limite d'élasticité et ont rarement étudié l'écroutissage, principalement en raison des applications limitées des aciers martensitiques à cette époque, et de par le fait que la limite d'élasticité est souvent considérée comme un critère de dimensionnement. Ce n'est que récemment que la communauté a accordé plus d'attention à l'écroutissage et à toute la courbe contrainte-déformation de la martensite revenue, principalement grâce au développement des aciers à haute résistance pour l'automobile, ainsi que des aciers maraging.

Les premiers travaux de Hollomon et Jaffe [Hollomon 1945] ont démontré que l'évolution de la dureté de la martensite suivait une régression linéaire en fonction de la température et de la durée de revenu. Le paramètre d'Hollomon-Jaffe (TP : tempering parameter) est défini avec l'éq. 6) :

$$TP = T(K) \times [A + \log (t(s))] \quad (6)$$

où A est une constante du matériau, usuellement choisie à 11,8 pour les aciers [Gladman 2002].

La Figure 42 montre l'évolution de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique, de la dureté ainsi que du rapport $R_{p0,2}/R_m$, en fonction du paramètre de revenu, pour trois aciers différents (0,3%C, 0,4%C et 0,5%C). Alors que le R_m et la dureté diminuent de manière linéaire avec l'augmentation du paramètre d'Hollomon-Jaffe, à la fois le $R_{p0,2}$ et le rapport $R_{p0,2}/R_m$ semblent décrire une fonction quadratique et passent par un maximum. L'augmentation de $R_{p0,2}$ avec la réalisation d'un revenu à basse température coïncide avec les résultats de Muir, qui a indiqué que la limite d'élasticité atteignait un maximum pour un revenu compris entre 205 et 370°C

[Muir 1955]. Cette augmentation a été attribuée à la réduction des contraintes résiduelles dues à la trempe par Muir et Hutchinson, alors qu'Allain [Allain 2012] suggère que cela est dû à une diffusion du carbone et à un réarrangement des dislocations. Cette seconde hypothèse semble plus probable car en diffusant, le carbone est susceptible d'épingler des dislocations, ce qui aura bien pour conséquence d'augmenter le $R_{p0,2}$ alors que le R_m diminuera à cause d'un moindre durcissement par solution solide.

Le durcissement par précipitation de carbure de fer augmente pour un paramètre d'Hollomon-Jaffe plus élevé [Wu 2018]. À température plus élevée, la cémentite va grossir, réduisant à la fois le $R_{p0,2}$ ainsi que le R_m .

Le rapport $R_{p0,2} / R_m$ est ici représenté pour estimer la capacité d'écroûissage du matériau. Un rapport élevé indique une capacité d'écroûissage plus faible. Ce rapport atteint un maximum pour un paramètre d'Hollomon-Jaffe de 12000, puis diminue. Cela correspond à un revenu à 500°C pendant 1 h. Mohrbacher a observé une augmentation de l'allongement à rupture pour des revenus au-delà de 300°C pendant 1 h, sur un acier martensitique 22MnB5 (Figure 43). À la fois la capacité d'écroûissage et l'allongement à rupture semblent donc augmenter pour des revenus à haute température.

Ces paramètres de temps et températures sont très élevés vis-à-vis de ceux utilisés actuellement sur les PHS. La gamme de température comprise entre la température ambiante et 300°C est définie comme étant d'intérêt car elle est directement applicable au traitement des pièces automobile. Le gain d'écroûissage à des températures supérieures ne sera donc pas abordé dans la suite du manuscrit.

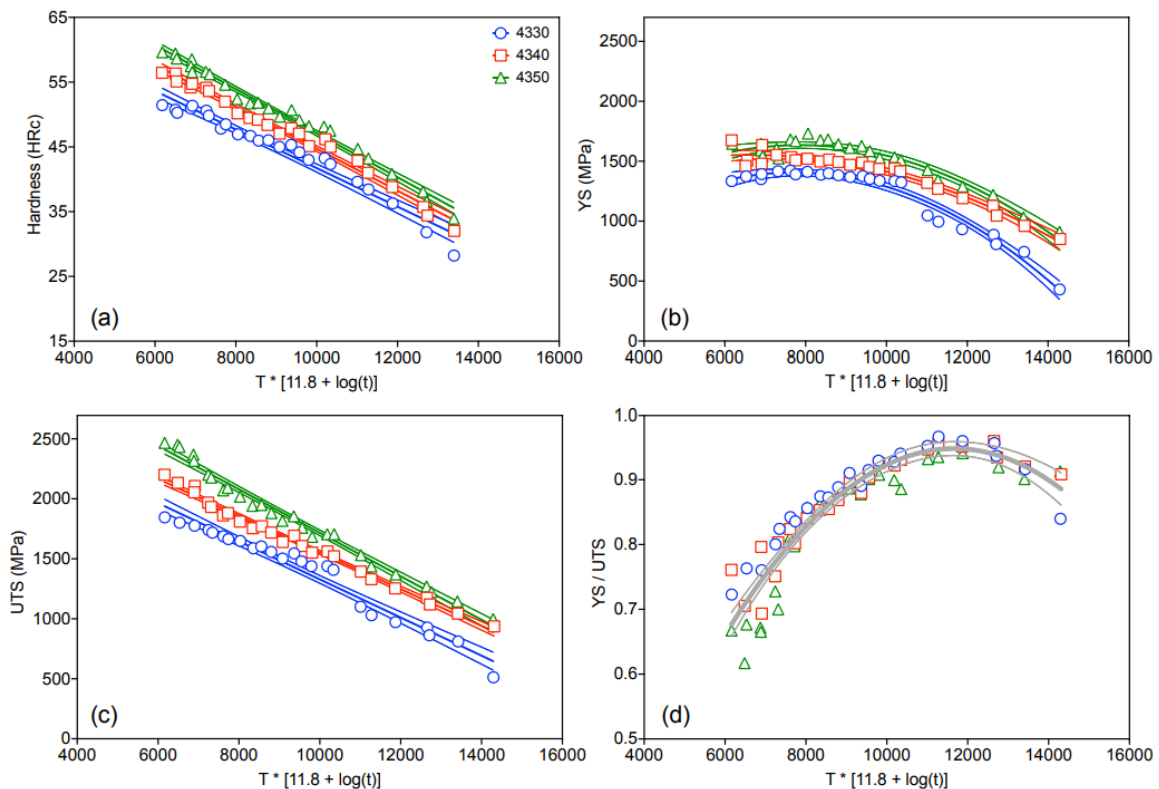


Figure 42 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction du paramètre d'Hollomon-Jaffe. (a) la dureté, (b) la limite d'élasticité (Yield Strength (YS)), (c) la résistance mécanique (UTS (ultimate tensile strength)), (d) le rapport entre la limite d'élasticité et la résistance mécanique. (Aciers moyen carbone trempés revenus) [Wang 2020]

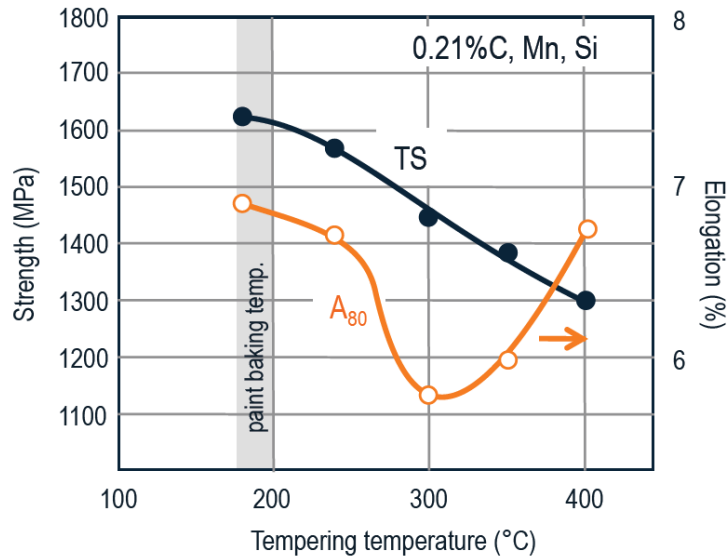


Figure 43 : Effets du revenu sur la résistance mécanique (TS) et sur l'allongement à rupture (A80). Acier Martensitique 22MnB5 trempé sous presse, revenu 1h [Mohrbacher 2015]

b) Effet des revenus à basses températures (<300°C) sur l'allongement et l'écroutissage des aciers martensitiques.

Comme le montre la Figure 44, tous les paramètres de ductilité mesurés par des essais de traction uniaxiale diminuent avec l'augmentation de la teneur en carbone, à l'exception de l'allongement uniforme. Ces essais ont été réalisés après un revenu à 150°C pendant 1 h. L'allongement uniforme augmente pour des teneurs en carbone plus élevées. La diminution de l'allongement total est principalement le résultat de la diminution de l'allongement post-uniforme après striction [Krauss 1999].

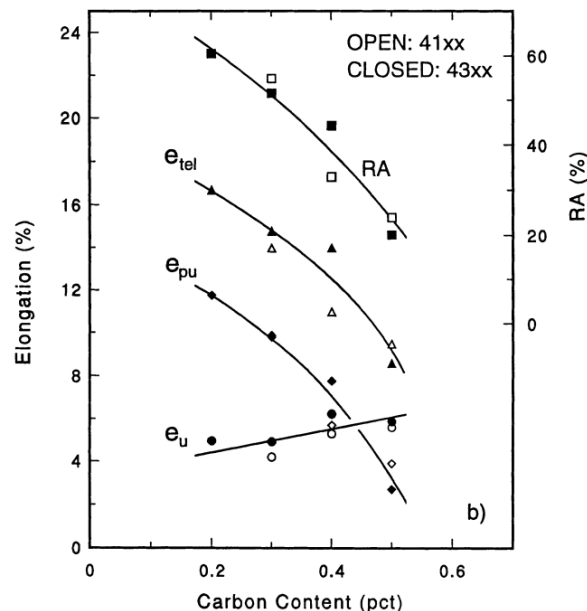


Figure 44 : Ductilité en fonction de la teneur en carbone d'aciers martensitiques trempés puis revenus à 150°C pendant 1h – Essais de traction sur éprouvettes cylindriques – e_u : allongement uniformément réparti, e_{pu} : allongement post-striction, e_{tel} : allongement total à rupture, RA : Réduction d'aire [Krauss 1999].

Dans les aciers martensitiques revenus à basse température, plus la teneur en carbone est élevée, plus le taux d'écroissage et la résistance mécanique sont élevés. En revanche, les aciers à faible teneur en carbone possèdent une résistance mécanique plus faible, la déformation locale doit par conséquent être supérieure pour atteindre la contrainte critique de rupture, pour une distribution de particules donnée. La ductilité des aciers martensitiques est déterminée par ses capacités d'écroissage.

c) Effet du revenu sur la pliabilité des aciers martensitiques

Si l'effet du revenu sur la ductilité au sens d'allongement lors d'essais de traction est connu de la littérature, il existe cependant moins de travaux qui concernent l'évolution de la pliabilité en fonction des paramètres de revenu.

Nagataki et al. ont observé une diminution de l'allongement à rupture avec l'augmentation de la température de revenu, l'allongement atteignant un minimum aux alentours de 300°C [Nagataki 2013] (Figure 45a). Ils ont cependant montré que le rayon minimal de pliage avant rupture augmentait jusqu'à un maximum atteint pour un revenu de 300°C pendant 1 h, puis diminuait. L'augmentation du rayon minimal avant rupture indique une diminution de la pliabilité, car un rayon faible induit une déformation locale élevée.

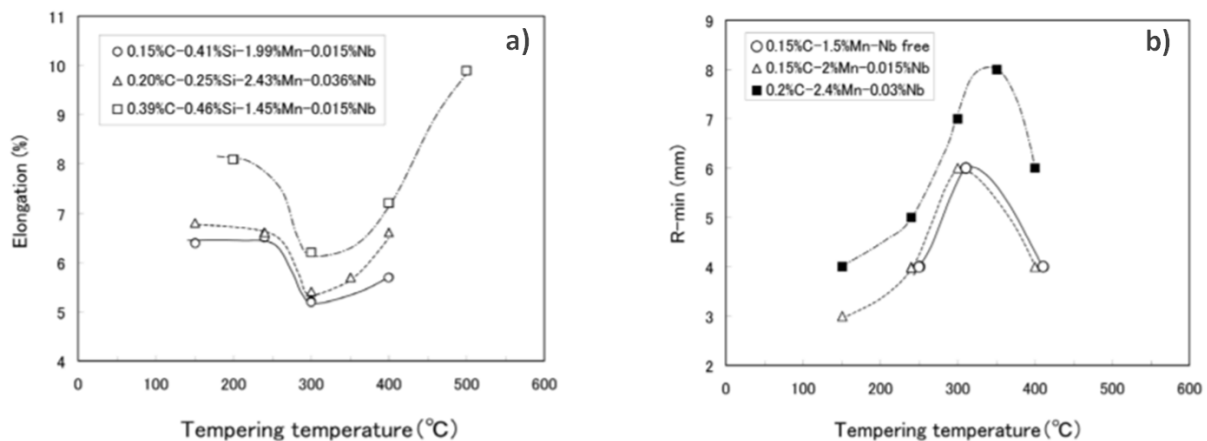


Figure 45 : Effet de la température de revenu sur a) l'allongement b) le rayon minimal de pliage. [Nagataki 2013]

Nagataki montre ainsi une correspondance entre la diminution de l'allongement à rupture en traction et une diminution de la pliabilité.

Nagataki a quantifié, à partir d'analyses MEB, la densité de particules de cémentite ainsi que la proportion de ces particules ayant une forme allongée. À la fois la densité totale de particules et la densité de particules de forme allongées augmentent avec l'augmentation de la température de revenu (Figure 46).

Le rayon de courbure minimal avant rupture a été corrélé avec la densité de particules de cémentite allongée (Figure 47). Des fissures le long des particules de cémentite allongées ont été fréquemment observées par les chercheurs (Figure 48). Ces résultats suggèrent que la détérioration de la pliabilité dans les aciers trempés et revenus à température supérieure à 200°C, a été causée par l'accélération de la propagation de fissures due aux particules de cémentite allongées. À des températures de revenu supérieures à 300°C, la cémentite peut se présenter comme de grosses particules fragilisantes.

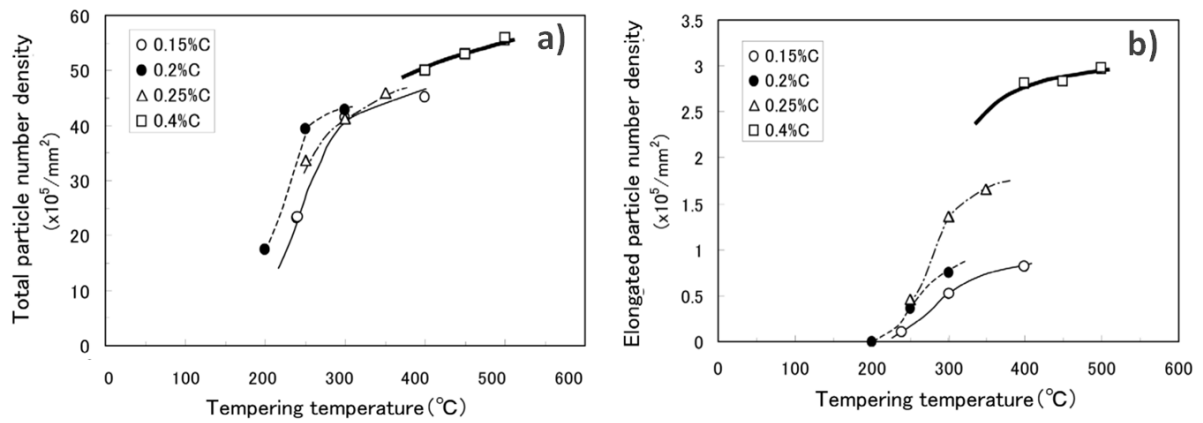


Figure 46 : Effet de la température de revenu et de la teneur en carbone sur la densité de particules de cémentite : a) totale et b) allongées [Nagataki 2013]

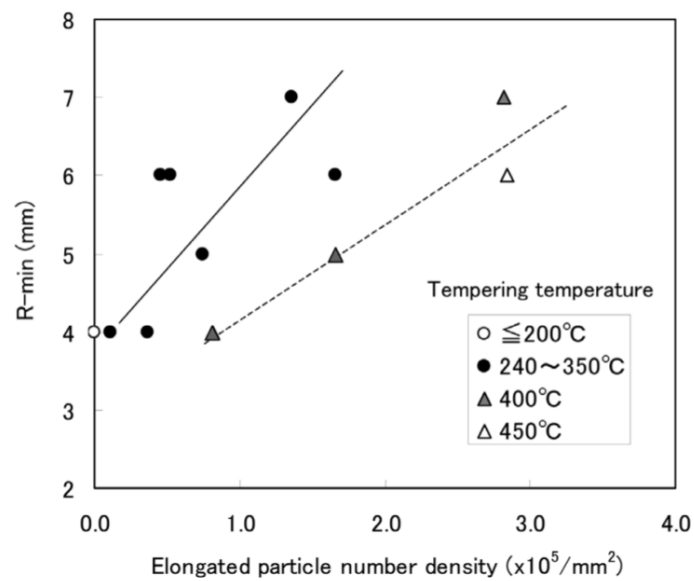


Figure 47 : Evolution du rayon minimal de pliage en fonction de la densité de particules allongées de cémentite [Nagataki 2013].

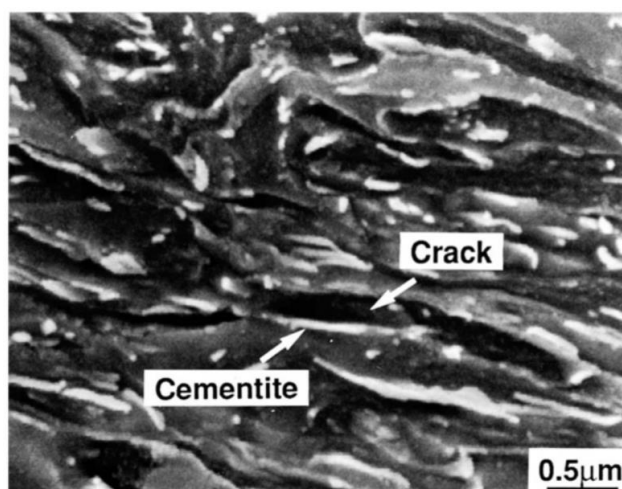


Figure 48 : Image MEB d'une vue en coupe d'une éprouvette de pliage (rayon mini 2 mm) d'un acier 0.18C-0.47Si-1.95Mn-0.032Nb(%mass) revenu à 400 $^{\circ}\text{C}$. [Nagataki 2013]

En résumé, l'augmentation de la température de revenu sur les aciers martensitiques va diminuer sa résistance mécanique. Le $R_{p0,2}$ va en revanche augmenter pour les revenus à basse température (<300°C), puis diminuer au-delà. L'allongement à rupture en traction va également diminuer avec l'augmentation de la température de revenu. Jusqu'à une température de 300°C, la réalisation d'un revenu semble également diminuer la pliabilité. Cependant les études n'ont pas comparé les résultats de pliabilité avec un PHS brut de trempe. La réalisation d'essais de traction et de tests de pliage après différentes température de revenu, permettrait de comprendre plus finement les conséquences du traitement peinture sur les propriétés mécaniques des PHS. La comparaison avec un PHS n'ayant subi que l'auto-revenu n'est pas réalisée dans la littérature.

1.6.4 Effet de la taille de grain austénitique sur les propriétés mécaniques et la ductilité de la martensite

Dans de nombreuses études précédentes sur l'effet de la teneur en carbone, la taille des sous constituants de la martensite (épaisseurs de lattes, largeurs de bloc, tailles des paquets et tailles des anciens grains austénitiques) a été ignorée [Speich 1968, Petch 1953]. En réalité, les microconstituants résultant de la transformation martensitique peuvent induire un durcissement supplémentaire, s'ils sont de petite taille.

Selon la relation de Hall-Petch pour un matériau monophasé [Hall 1951] l'effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité peut être estimée par l'équation 7) :

$$\Delta\sigma_{gb} = \frac{k_{gb}}{\sqrt{D_g}} \quad (7)$$

k_{gb} : constante de Hall-Petch dépendant du matériau ;

D_g : la taille de grain effective.

Dans les microstructures martensitiques, les anciens joints de grains austénitiques, les joints de paquets, et la plupart des joints de blocs peuvent tous être classés comme joints de forte désorientation (désorientation supérieure à 15°), et contribuent donc au durcissement [Morito 2003, Swarr 1976, Morito 2006, Roberts 1970]. Cela a été confirmé expérimentalement par des études qui montrent qu'une diminution de la température d'austénitisation pendant le processus d'emboutissage à chaud permet le raffinement des PAGS, entraînant une augmentation des propriétés en traction (Figure 49) et de la résistance à l'impact [Wang 2016 ; Hoseiny 2012 ; Jo 2017].

Il est à noter que ces modèles sont empiriques et phénoménologiques, et qu'il n'existe pas de modèle à base physique permettant d'appliquer une loi de Hall-Petch à la martensite. La valeur de k_{gb} obtenue par Golem [Golem 2019] pour le 22MnB5 est relativement basse, aux alentours de 9 MPa.mm^{0,5}. Cela indique une moindre dépendance de la limite d'élasticité vis-à-vis des PAGS comparé aux valeurs rapportées pour les autres aciers martensitiques dans la littérature (9.5-17.5 MPa.mm^{0,5}) [Morito 2006].

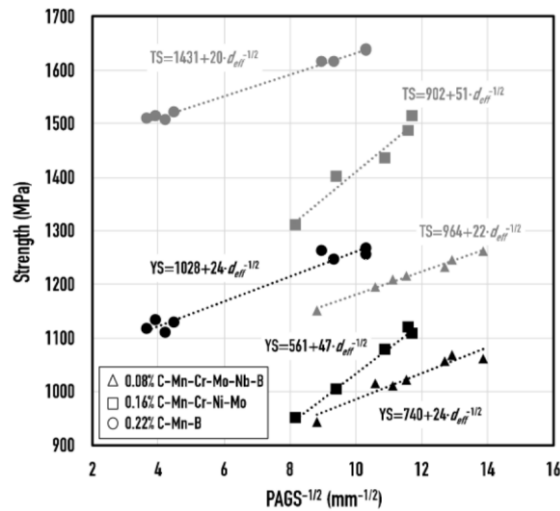


Figure 49 : Relation de type Hall-Petch entre la taille des anciens grains austénitiques et la limite d'élasticité (en noir), et avec la limite à la rupture (en gris) [Wang 2016]

Golem et al. [Golem 2019] ont réalisé des essais de traction pour diverses conditions d'austénitisation pour évaluer la résistance et la ductilité de l'acier 22MnB5. La Figure 50 résume l'évolution des principales propriétés. La limite d'élasticité et la résistance mécanique décroissent toutes les deux avec l'augmentation de la température et du temps d'austénitisation. La résistance mécanique passe notamment de 1580 MPa pour les temps et température les plus faibles, à 1510 MPa pour un traitement de 20 min à 1025°C. L'allongement à rupture ne présente en revanche pas de variations en fonction des paramètres d'austénitisation.

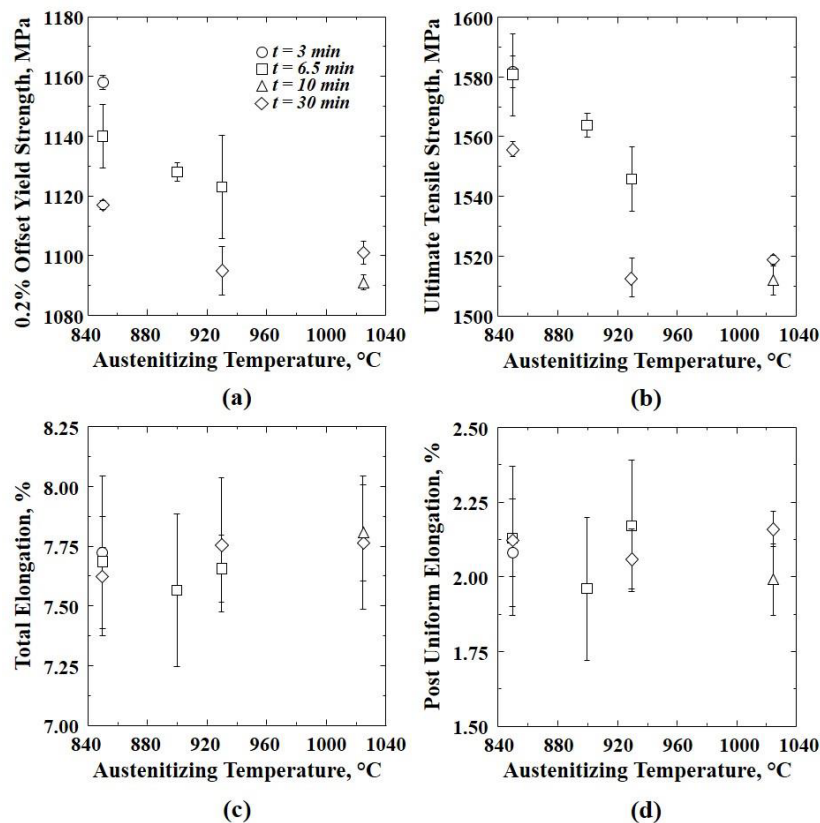


Figure 50 : Comparaison des propriétés mécaniques obtenues en traction d'acier PHS 22MnB5 : a) $R_{p0.2}$, b) R_m , c) allongement total, d) allongement après début de striction, en fonction de la température d'austénitisation [Golem 2019]

L'effet de la taille de grain austénitique sur les courbes de pliage a été montré récemment par Liu, et illustré sur la Figure 51. Différents traitements d'emboutissage ont été réalisés pour limiter ou favoriser la croissance de grain. L'affinement de la taille de grain permet d'augmenter la force à rupture ainsi que le déplacement à rupture. Cette augmentation est modérée, mais reste notable.

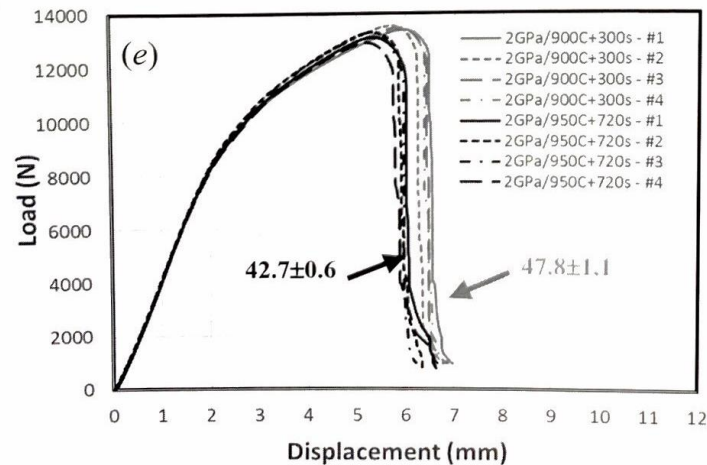


Figure 51 : Effet de la taille de grain austénitique sur la pliability, les valeurs référencées correspondent aux angles de pliage à F_{max} (35MnB+NbCrMo, emboutissage 900°C-5min et 950°C-12min) [Liu 2019]

Golem et al. [Golem 2019] ont également montré qu'en pliage, la force maximale décroît avec l'augmentation des paramètres du traitement thermique d'austénitisation. Cela est un effet direct de l'augmentation de la taille des PAGS mais aussi de la variation de l'épaisseur de l'intermétallique, situé entre le revêtement et la matrice. Une température plus élevée combinée à un temps plus long engendre une meilleure adhésion du revêtement avec le substrat, impliquant une plus grande probabilité de propagation de fissure du revêtement au substrat [Golem 2019].

L'angle de pliage à rupture diminue également avec l'augmentation de la température d'austénitisation, mais la corrélation semble tout de même limitée car des points ne respectant pas cette tendance sont observables (Figure 52). Le manque de données sur certains temps de traitement à différentes températures d'austénitisation ne nous permet pas d'obtenir des tendances plus générales.

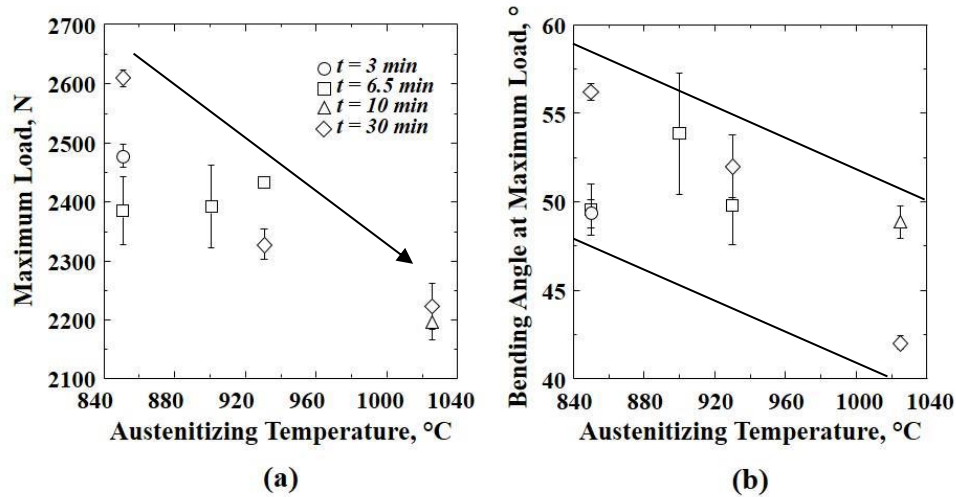


Figure 52 : Valeurs issues d'essais de pliage qui représentent, a) la charge maximale, b) l'angle de pliage, en fonction de la température et du temps d'austénitisation [Golem 2019].

L'étude de Golem et al. [Golem 2019] permet de mettre en évidence une diminution de la ductilité des PHS avec l'augmentation des PAGS. Wang et al. [Wang 2016] ont indiqué que l'affinement de la microstructure des aciers martensitiques est bénéfique car les joints de paquets permettent de freiner la propagation de fissure par clivage. L'affinement des PAGS est également bénéfique dans le cas d'une rupture ductile par croissance de cavités. L'effet de la réduction des PAGS sur l'augmentation de la résistance à la fissuration ductile n'est pas explicité clairement dans la littérature. L'affinement de la taille de grain austénitique va de pair avec un affinement des microconstituants, mais également une modification de la densité de dislocations, ainsi qu'un décalage de la température M_s et donc de l'auto-revenu. L'ensemble complexe de ces modifications ne permettent pas d'avoir à l'heure actuelle d'explication claire du phénomène d'augmentation de la ductilité avec la diminution de la taille de grain austénitique. De plus, les effets du traitement de cuisson peinture n'ont pas été abordés et peuvent avoir un impact significatif sur la rupture en pliage. Peu d'informations sont aujourd'hui disponibles pour corrélérer de manière fiable l'angle de pliage d'une tôle avec les paramètres microstructuraux des aciers PHS, ainsi qu'avec les paramètres de traitement thermique et la nature du revêtement.

1.6.5 Effet du microalliage sur les propriétés mécaniques des aciers martensitiques

a) Lien entre précipités et propriétés mécaniques

Le mécanisme d'Orowan [Orowan 1949] devrait être le plus favorable aux carbures de fer ainsi qu'aux fins précipités de TiC [Saikaly 2001]. L'impact du durcissement par précipitation sur la limite d'élasticité peut être estimé avec l'approche Orowan-Ashby selon l'équation 8) :

$$\Delta\sigma_p = \frac{0,538 \cdot G \cdot b \sqrt{f_v}}{d} \ln\left(\frac{d}{2b}\right) \quad (8)$$

f_v : fraction volumique des précipités

G : le module de cisaillement
d : taille moyenne des précipités
b : module de vecteur de Burgers.

En particulier, les carbures fins sont réputés être bénéfiques pour les propriétés mécaniques car ils entravent le mouvement des dislocations et renforcent ainsi le matériau jusqu'à quelques centaines de MPa (limite d'élasticité et résistance à la traction).

Il existe donc deux mécanismes principaux de renforcement dus aux précipités : le durcissement par précipitation et l'épinglage aux joints des grains (Figure 53). Saikaly et al. [Saikaly 2001] ont prouvé que la contribution des TiC masque la contribution des Ti(C,N). Ce phénomène est principalement dû au plus grand nombre de TiC. Les carbures de fer de type cémentite sont majoritairement présents dans les aciers pour emboutissage à chaud, ils jouent un rôle durcissant via le mécanisme de contournement.

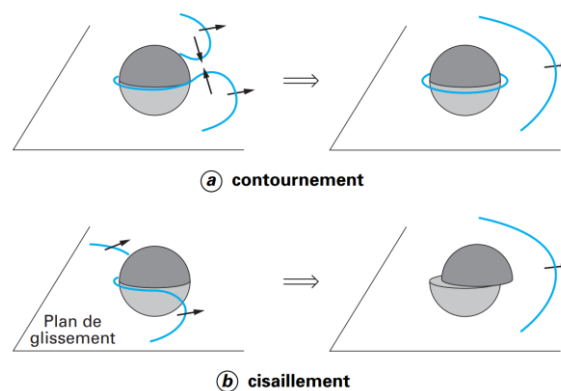


Figure 53 : Franchissement des particules par les dislocations par (a) la mécanique de contournement (b) le mécanisme de cisaillement [Thomas 2002]

Les inclusions de TiN ont une taille généralement supérieure à 1 μm . De plus l'espacement entre particules important, de ce fait leur contribution au durcissement par précipitation est négligeable.

Il est cependant souvent difficile de différencier TiN, TiC et Ti(C,N) par une analyse au MEB. En effet leurs apparences (morphologies, niveau de gris en imagerie par électrons rétrodiffusés) sont proches. La microscopie optique est alors le meilleur moyen de comparer les différents types existants grâce à leurs différences de couleurs (pour les particules supérieures à 1 μm).

b) Effet des inclusions grossières sur la rupture des aciers

Les premières études des inclusions non métalliques dans les aciers, ont mis en évidence l'importance du contrôle de la propreté inclusionnaire, sans en quantifier alors leurs impacts sur les propriétés mécaniques [McCance 1918].

La fabrication de l'acier industriel a évolué et est suffisamment efficace pour limiter la présence de grosses inclusions comme les oxydes. Dans la suite de notre étude, les inclusions étudiées seront les TiN, Ti(C,N) ainsi que les TiC.

Les études disponibles dans la littérature ont principalement été menées sur des tôles d'acier d'épaisseur supérieure à 10 mm et avec des teneurs en azote variant de 45 à 300 ppm

[Champenois 2015]. Peu d'efforts ont été déployés pour comprendre l'influence des inclusions de TiN sur le comportement des tôles d'acier martensitiques d'épaisseurs typiques inférieures à 3 mm. En particulier, il existe peu de travaux publiés sur l'effet des particules de TiN sur le comportement à la rupture d'acier de type 22MnB5, et sur la résistance à la rupture de pièces embouties à chaud.

Des études réalisées par Philippot ont notamment mis en évidence la présence de nitrures de titane sur le trajet de fissuration lors d'essais de pliage. Ces essais ont été réalisés sur matériau martensitique à haute fraction volumique de TiN, dont la densité et la taille semblent avoir un impact sur la déformation locale à rupture en pliage (Figure 54).

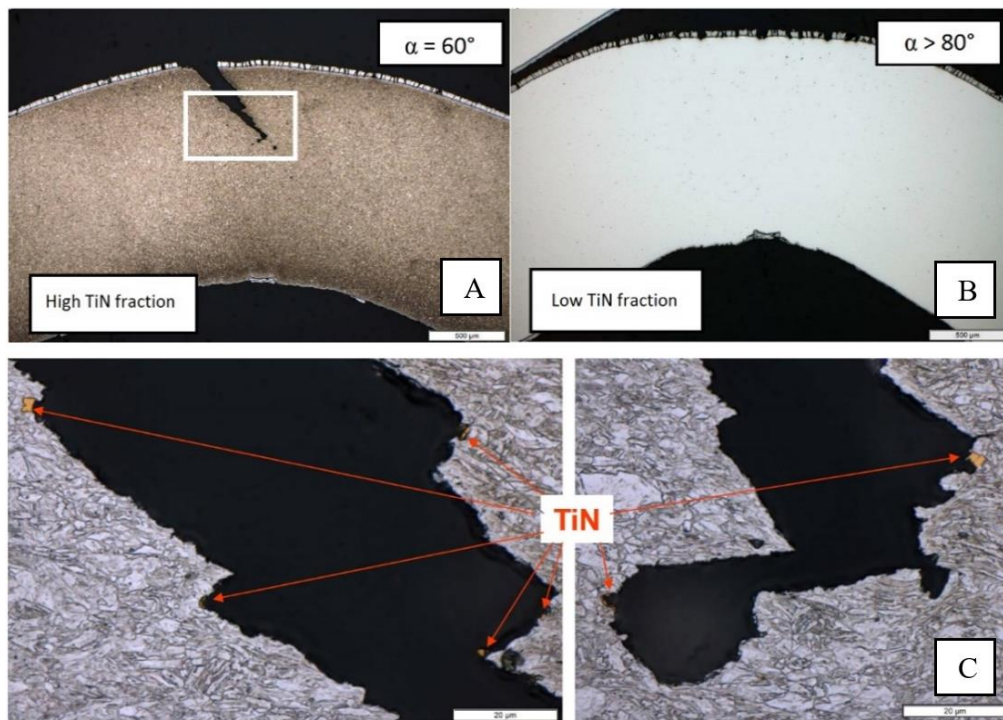


Figure 54 : A) Propagation de fissure dans un acier martensitique à haute fraction de TiN, B) éprouvette pliée mais dont la ductilité est améliorée par la diminution de la fraction volumique de TiN, C) zoom sur la propagation de fissure de A)[Philippot 2019]

Hofer a récemment analysé la pliabilité de deux aciers martensitiques de compositions chimiques 22MnB5 et 20MnB8 [Hofer 2021]. Dans le cas de l'acier 22MnB5, à la fois la force maximale à rupture et l'angle de pliage ont été inférieurs lors de pliage TD par rapport aux pliages RD. La population inclusionnaire semble influencer l'anisotropie en pliage. Entre les deux directions de sollicitation, l'angle de pliage a en moyenne diminué de 6 degrés (Figure 55). Pour le 20MnB8 en revanche, aucune diminution notable n'a été observée entre les résultats de pliage suivant les deux directions. Les résultats des essais de traction ont montré une diminution de la résistance mécanique d'en moyenne 17 MPa lors d'essais RD par rapport aux essais TD pour l'acier 22MnB5 (moyenne sur 8 essais). À l'inverse, dans le cas du 20MnB8 une augmentation de 17 MPa a été notée. Ces faibles variations et la variabilité des mesures conduisent les auteurs à négliger la contribution de la résistance mécanique dans les écarts obtenus en pliage.

Les angles de pliage entre les deux matériaux ne peuvent pas être comparés pour diverses raisons microstructurales. Une décarburation de surface a été observée sur l'acier 22MnB5, ainsi

que des anciens grains austénitiques plus fins que ceux du 20MnB8. Ces deux paramètres influent sur l'angle de pliage comme cela a été démontré précédemment. Cependant, il est possible d'avoir l'anisotropie entre les deux directions de sollicitation pour un même matériau.

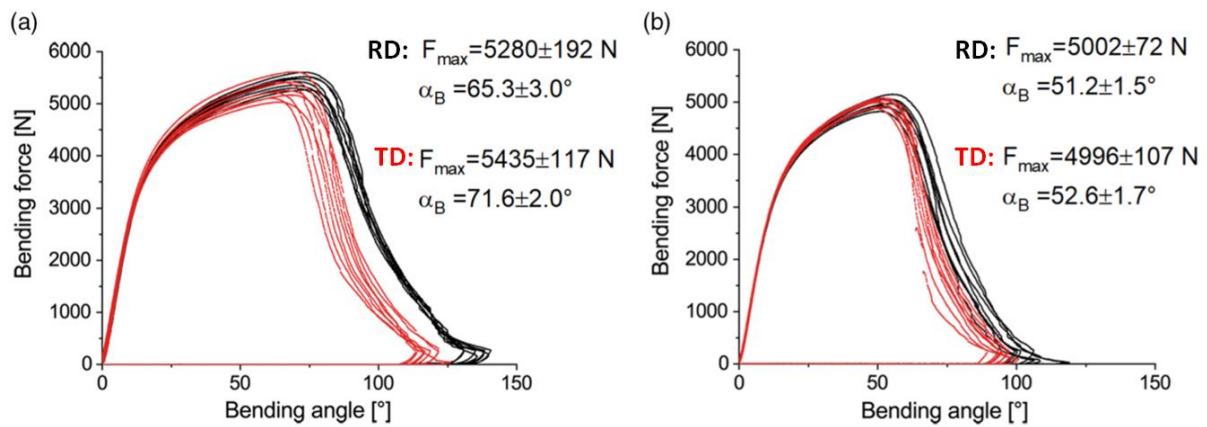


Figure 55 : Courbes force/angle de pliage issues d'essais de pliage pour a) 22MnB5 et b) 20MnB8 [Hofer 2021]

Des quantifications d'inclusions ont été réalisées au MEB. Parmi les inclusions détectées, les nitrures sont présents en plus grand nombre, leur fréquence de distribution est représentée sur la Figure 56. Celles-ci ont été réalisées dans le sens RD, et sont comparables entre les deux matériaux. Si les densités de nitrures sont proches (73 nitrures/mm² pour le 22MnB5 contre 69 nitrure/mm² pour le 20MnB8), il est à noter que la teneur en azote est plus élevée dans le 20MnB8 (52 ppm contre 32 ppm pour le 22MnB5), les teneurs en titane (0,036% et 0,032% mass) sont considérées équivalentes.

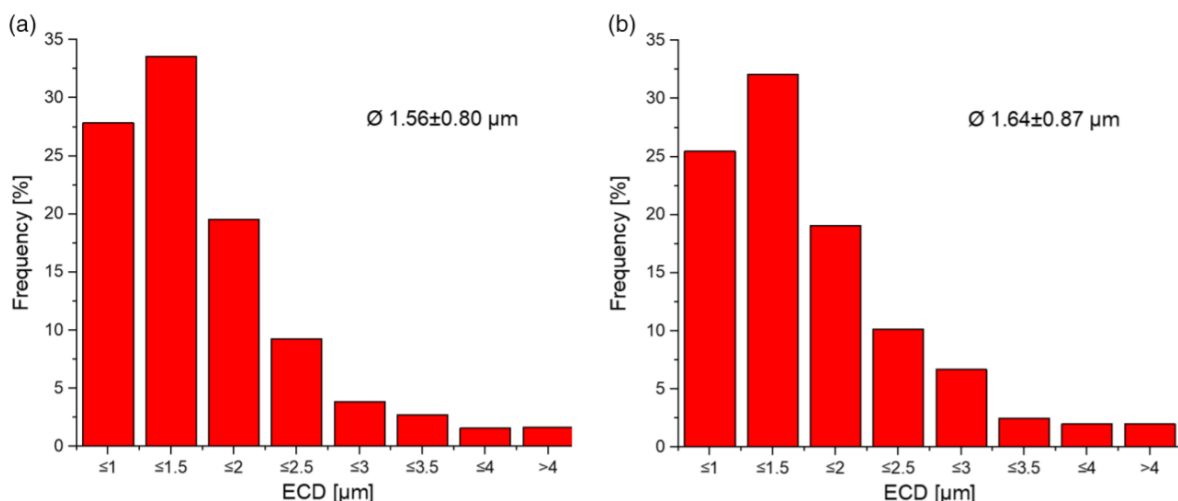


Figure 56 : Distribution des tailles de nitrures détectés pour a) 22MnB5 et b) 20MnB8 [Hofer 2021]

Les auteurs se sont donc intéressés à la distribution spatiale de ces nitrures. Cette représentation est visible sur la Figure 57. Dans le cas de l'acier 22MnB5, des alignements de nitrures sont visibles et sont répartis sur toute la surface analysée. Sur le 20MnB8 en revanche, aucune anisotropie de répartition d'inclusions n'est observable dans ce plan. Les auteurs

émettent l'hypothèse que ces alignements observés dans le 22MnB5 sont responsables de l'anisotropie de pliage entre RD et TD, mais n'ont pas quantifié le nombre d'alignements d'inclusions, leurs longueurs, ou encore leurs distances à la surface.

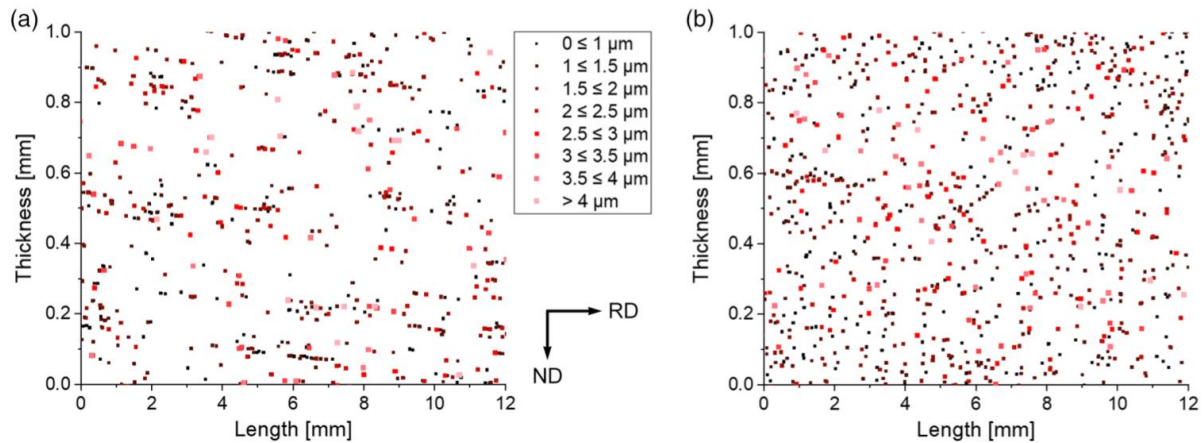


Figure 57 : Distribution spatiale des nitrures de titane détectés dans l'analyse de 12mm² a) 22MnB5 et b) 20MnB8 [Hofer 2021]

Pang a analysé deux aciers 22MnB5 contenant 29 ppm (LN) et 44 ppm (HN) d'azote, et une même teneur en titane (300 ppm). Les distributions de taille des nitrures de titane dans ces deux matériaux sont indiquées sur la Figure 58. Cette augmentation du nombre et de la taille des particules semble élevée vis-à-vis de la relativement faible augmentation d'azote. Une valeur de 44 ppm, considérée par l'auteur comme « High N » correspond aux teneurs usuelles industriellement obtenues sur les PHS.

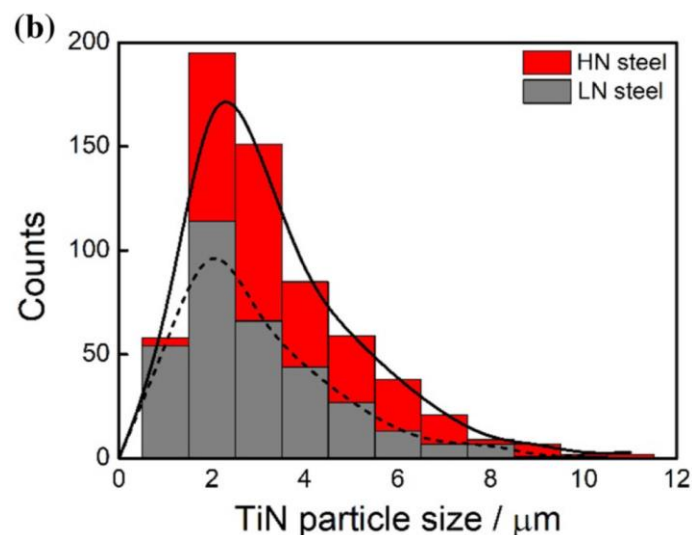


Figure 58 : Distribution de taille des TiN, acier 22MnB5 [Pang 2019]

Le comptage plus précis des particules est détaillé dans le Tableau 2. Il référence également la fraction de particules et leur espacement moyen.

Tableau 2 : Comptage des particules de TiN en fonction de leur taille, acier 22MnB5 [Pang 2019]

Steel	TiN particle (counts)	Area fraction (%)	Spacing (μm)	Particle counts of different inclusion sizes					
				< 1 μm	1-2 μm	2-5 μm	5-7 μm	7-9 μm	> 9 μm
HN	627	1.52	134.6	58	195	295	59	16	4
LN	332	1.20	184.8	54	112	137	20	9	-

Les deux aciers 22MnB5 étudiés ont la même composition chimique de base (à l'exception de l'azote) et présentent des microstructures et des propriétés de traction similaires, telles que la résistance mécanique, l'allongement et l'écroutissage. Des essais de pliage ont été réalisés, les courbes charge-déplacement sont représentées sur la Figure 59. L'acier bas azote (LN) présente une force et un déplacement à rupture supérieur à ceux de l'acier haut azote (HN). Cette différence a été attribuée par les auteurs à la moindre présence d'inclusions. Cependant, il est aussi possible d'observer un comportement plastique différent entre les deux matériaux, ce qui n'est pas un phénomène connu comme étant dû aux populations inclusionnaires.

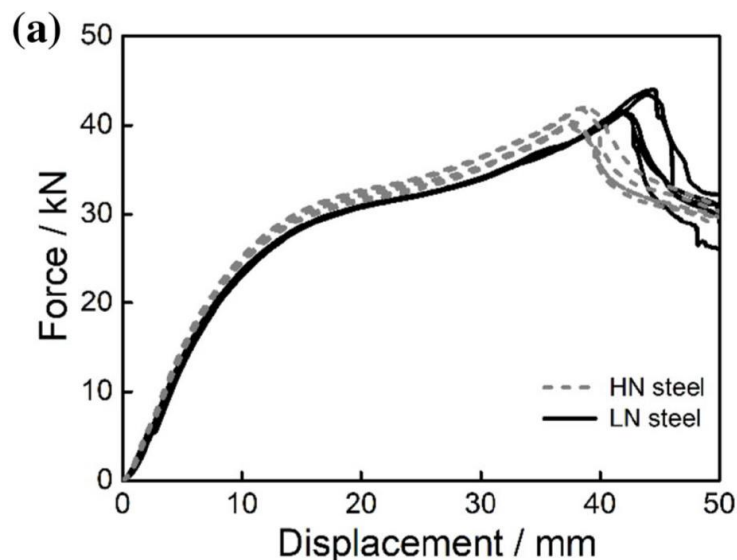


Figure 59: Courbe force déplacement de tests de pliage sur 22MnB5 à bas azote (LN) et haut azote (HN) [Pang 2019]

Une étude interne ArcelorMittal sur les aciers martensitiques a montré qu'une teneur plus élevée en azote et par conséquent une teneur plus élevée en nitrures, diminuait les performances de pliage comme le montre la Figure 60. Cette diminution est nettement plus importante dans le sens RD. Cependant, à une densité de TiN donnée, les essais TD présentent des angles de pliage inférieurs aux essais RD.

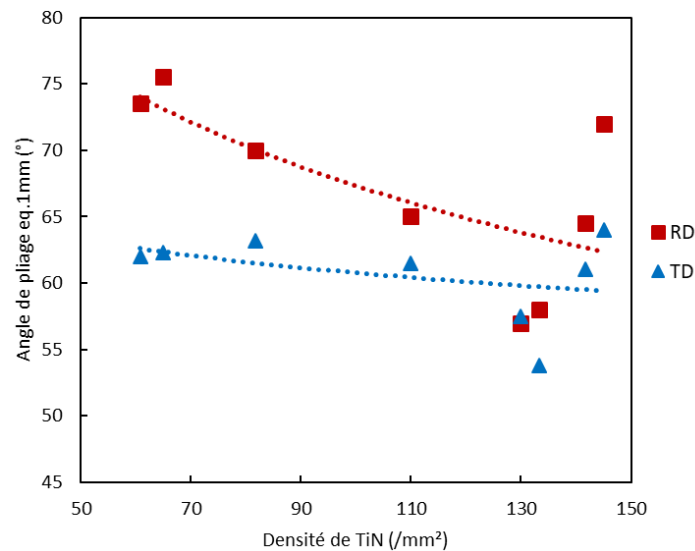


Figure 60 : Evolution de l'angle de pliage sur acier martensitique 22MnB5 en fonction de la densité de TiN (RD : Pliage sens long, TD : Pliage sens travers) [Beauvais 2016]

Une plus grande population d'inclusions est suspectée de réduire la déformation locale nécessaire à la germination de micro-cavités ainsi qu'à leur coalescence, et par conséquent l'aptitude au pliage.

Cependant la littérature ne quantifie pas de manière précise le lien de ces écarts entre RD et TD, et la diminution de la ductilité locale en pliage en fonction de la population inclusionnaire reste une problématique non quantifiée dans la littérature.

1.7 Endommagement de la martensite

Si la rupture ductile survient généralement par germination, croissance et coalescence de cavités, elle peut également se produire via des instabilités mécaniques de l'échantillon lui-même. Comme le montre la Figure 61, les cavités peuvent soit se former sur les particules et grossir grâce à la déformation plastique afin de créer la rupture via la coalescence de celles-ci, soit se développer suite à une localisation de la déformation.

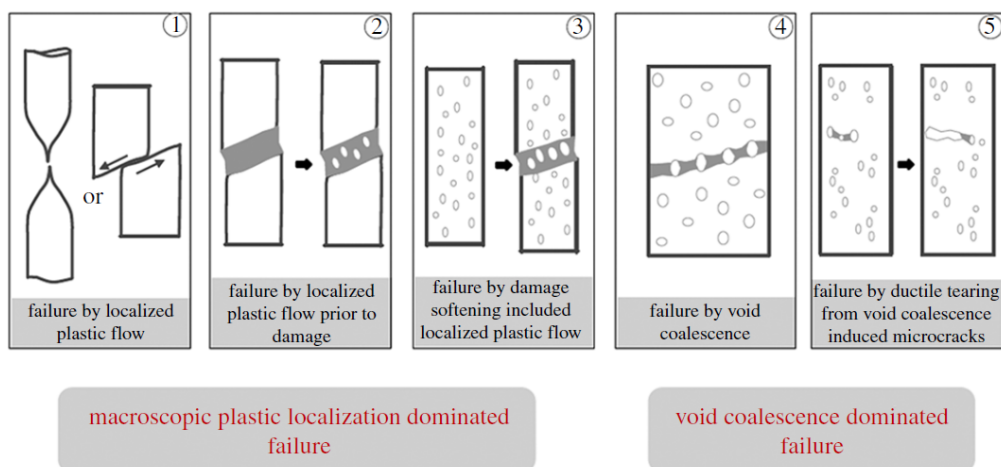


Figure 61 : Modes de rupture ductile [Tekoglu 2015]

Cette compétition peut provoquer divers modes de ruine (Figure 61) qui montrent tous de la rupture ductile. En l'absence d'endommagement diffus (cas n°2), on conclut que le critère de

ruine est associé à la localisation de la déformation, mais celle-ci pourrait être influencée par la présence d'une cavitation (diffuse) précoce sur inclusion.

Il est connu que la présence de cupules est couramment utilisée pour certifier du mode de rupture par croissance de cavités. Cependant cette observation ne nous informe pas sur la cinétique de croissance des cavités, ni ne précise l'origine de toutes les cupules. Les cupules principales sont généralement dues aux plus grosses particules ou aux inclusions. Les autres cupules sont de plus petites tailles et il subsiste parfois une incertitude sur leur origine et à quel stade du processus de déformation et d'endommagement elles se sont formées.

L'état actuel de compréhension des mécanismes élémentaires de germination, de croissance et de coalescence des cavités et de leurs interactions mutuelles est relativement avancé dans le cas d'endommagement diffus. Cette compréhension a permis le développement de modèles prédictifs. Cependant, la microstructure et la composition peuvent être hétérogènes, ce qui affecte le processus de rupture ductile d'une manière qui reste à élucider, en présence d'une forte localisation plastique et en l'absence d'endommagement diffus.

1.7.1 Endommagement : mécanismes et modèles

La modélisation de l'endommagement ductile a fait l'objet de nombreuses études depuis les années 1970. Plusieurs approches ont été développées et proposées dans la littérature par de nombreux auteurs.

Deux catégories de modèles d'endommagement existent : les modèles découplés ([Mc Clintock68], [Rice69], [Oyane80]) et les modèles couplés au comportement du matériau ([Gurson77], [Lemaitre85], [Rousselier81]).

L'approche découplée est basée sur des modèles prenant en compte une variable externe qui prédit la rupture lorsqu'une valeur critique est atteinte. En revanche, l'endommagement calculé en post-traitement n'interagit pas avec les caractéristiques mécaniques du matériau. Le calcul élastoplastique est mené sans tenir compte de l'endommagement.

La deuxième approche (modèles couplés) permet de rendre compte de l'affaiblissement des propriétés mécaniques dû au développement de l'endommagement. Cette approche peut être décomposée en deux catégories différentes :

- les modèles basés sur une approche micro-mécanique,
- les modèles basés sur une approche macro-mécanique ou phénoménologique.

L'une des principales problématiques dans la rupture ductile des aciers martensitiques concerne la germination des premières cavités. En effet, de par la forte tendance à la localisation de la déformation, ce paramètre est de première importance dans la rupture globale d'un PHS. C'est pourquoi nous ne détailleront par la suite que la phase de germination, qui correspond à la principale inconnue dans les aciers de l'étude. Par « germination », nous comprendrons la réalisation des premières cavités générées dans la matrice, par décohésion ou rupture d'inclusions ou de carbures.

a) Germination

En ce qui concerne la germination des cavités, différents types d'hétérogénéités sont en général impliquées, comme : la distribution de la taille, de la forme, de l'orientation vis-à-vis du chargement et de la position de particules de seconde phase.

Concernant les aciers martensitiques emboutis à chaud, les inclusions sont principalement de forme polygonale (TiN) et/ou allongée (MnS), et leur distribution est hétérogène (fragmentation au laminage, ségrégation, ...).

Une différence importante de dureté est attendue entre les inclusions non-métalliques et la matrice martensitique.

Straffelini [Straffelini 2003] a développé une équation simple pour décrire la germination, qui repose sur une déformation critique pour une décohésion fragile, elle-même reposant sur un critère en contrainte critique (eq. 9):

$$\varepsilon_n = C \frac{R}{f_0} (\sigma_c - \sigma_0)^2 \quad (9)$$

où :

- f_0 est la fraction volumique de particules ;
- C est une constante du matériau ;
- σ_c est la contrainte critique de décohésion ;
- σ_0 est la contrainte d'écoulement plastique ;
- R est le rayon moyen des particules.

Le modèle de Straffelini est un modèle simplifié, car la décohésion aux interfaces est un processus avec une phase d'amorçage et une phase de propagation. Ce critère convient pour la germination des cavités, mais la triaxialité des contraintes joue un rôle sur la formation complète de la cavité. De plus, au-delà d'une certaine taille de particule, il n'y a pas d'effet de la taille de la particule sur la déformation plastique requise pour la germination de cavités par décohésion. Cependant, il existe également une taille minimale en dessous de laquelle les fissures de décohésion ne sont pas énergétiquement viables. Cette taille critique aurait été comprise entre 25 et 100 nm [Pineau 2016].

Dans les aciers martensitiques au carbone, les particules pouvant potentiellement être impliquées dans la rupture ductile sont des carbures et des inclusions. Le Tableau 3 présente les valeurs rapportées dans la littérature pour σ_c .

Tableau 3 : Contrainte critique de germination pour différentes particules

	Particules	Matrice	Contrainte critique (MPa)	Référence
Particule fracturée	MnS (allongé)	A508 (acier)	1100	Beremin 1981
	TiN	4330 (acier)	2300	Shabrov 2004
	TiN	Inconel 718	1280-1540	Alexandre 2005
Interface	MnS	A508 (acier)	800	Beremin 1981

fracturée	Fe ₃ C	AISI 1045 (acier)	1650	Argon 1975
	TiC	Acier maraging	1820	Argon 1975

Arola a observé lors d'essais de pliage sur un acier Dual Phase (0,09C-0,2Si-1,1Mn-1,2Cr-0,15Mo-0,02Ti %mass), la présence de cavités au voisinage d'inclusions (Figure 62) [Arola 2021]. Des cavités ont été observées par décohesion de la particule avec la matrice, mais aussi par rupture de l'inclusion. Les mêmes observations ont également été rapportées par Pathak, qui a observé des cavités aux voisinages des TiN sur un acier CP800, principalement quand les inclusions étaient situées dans les zones de fortes déformations [Pathak 2017].

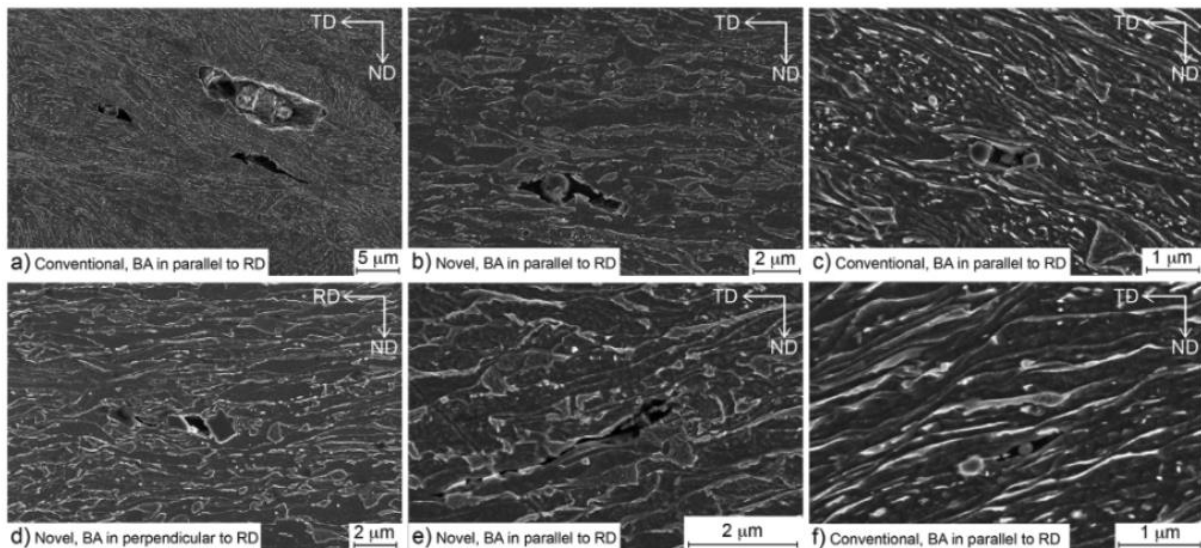


Figure 62 : Image MEB montrant des cavités observées au voisinage d'inclusions dans un acier DP [Arola 2021]

Heibel a également observé cela sur différents aciers Dual Phase et Complex Phase, où les premières cavités semblent avoir été générées par décohesion ou par rupture des inclusions [Heibel 2018].

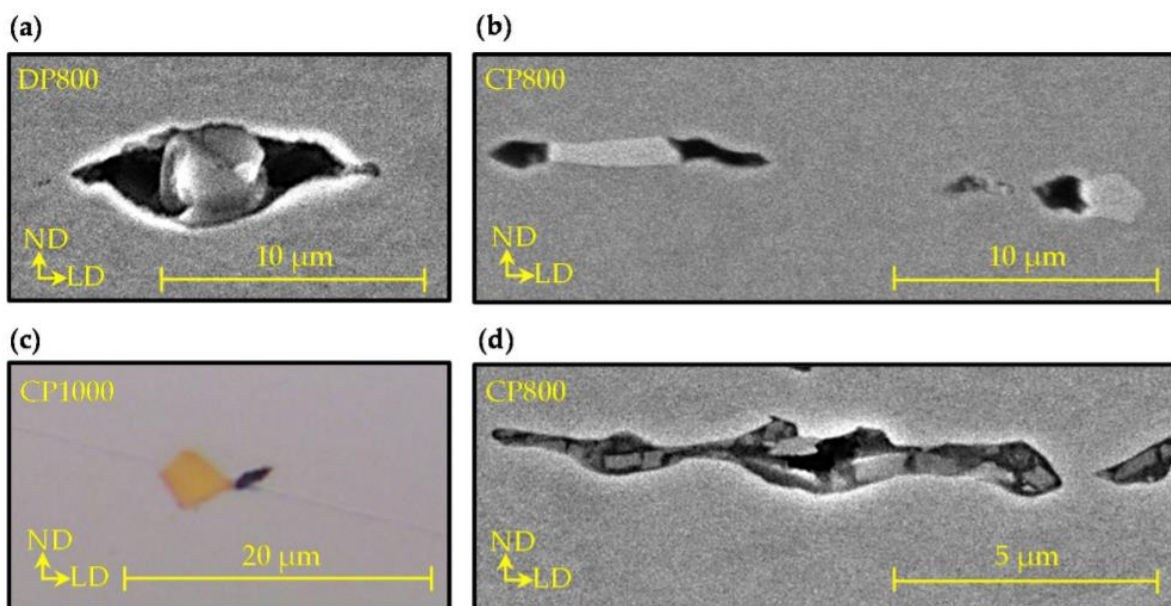


Figure 63 : Exemple d'endommagement sur inclusions dans des aciers DP et CP sur : a) alumine, b) carbures de niobium, c) nitrure de titane et d) sulfure de manganèse [Heibel 2018].

Si la rupture de TiN a déjà observée sur des aciers DP et CP, la littérature ne fait pas état d'endommagement sur les nitrures de titane dans les PHS. Leur tendance à la localisation de la déformation rend difficile l'observation des premiers sites de germination.

1.7.2 Bilan de l'état de l'art sur la ductilité et l'endommagement des aciers martensitiques.

Le durcissement engendré par l'affinement de la taille de grain austénitique est connu pour les aciers martensitiques, bien que limité. Si l'augmentation de la limite d'élasticité est prouvée dans la littérature, le rôle de la taille des différents microconstituants reste mal connu, et difficile à traduire dans une loi de type Hall-Petch.

La réduction de la taille des anciens grains austénitiques semble également induire une augmentation de la pliabilité des aciers 22MnB5. Cependant il n'existe pas de loi définie permettant de la quantifier. De plus ces résultats ont été acquis sur des aciers présentant peu d'éléments en microalliage (et uniquement le titane), et ayant par conséquent une tendance plus importante à la croissance de grain lors des traitements d'austénitisation précédent l'emboutissage. L'intérêt de l'affinement de la microstructure sur la pliabilité des PHS à plus petite taille de grain (microalliés au niobium, par exemple) n'a que peu été étudiée.

Les revenus à basses températures permettent la précipitation de carbures de transition puis de cémentite. Le revenu de la martensite a pour conséquence de diminuer l'allongement à rupture jusqu'à des températures d'environ 300°C. Cependant le lien entre la nature des carbures, leur taille, leur répartition spatiale, et les propriétés mécaniques des aciers martensitiques, reste des points non détaillés dans la littérature. La modification de la taille de grain austénitique modifie la valeur de M_s , et ainsi la taille et la distribution spatiale des carbures de fer. Les interactions entre ces deux paramètres sont également peu étudiées.

L'ajout d'éléments de microalliage induit une augmentation de la limite d'élasticité. De plus le microalliage va affiner la microstructure par épinglage des joints de grains, et durcir le matériau. La quantification de fines précipitations (quelques dizaines de nanomètres) reste compliquée à grande échelle dans ces microstructures riches en dislocations et en carbure. Les densités effectives de carbures de titane présents dans les aciers PHS sont peu référencées dans la littérature scientifique. L'interaction entre ces nanoprecipités, les carbures de fer, et leurs rôles sur la rupture en pliage, reste non abordé.

Différentes familles d'inclusions sont présentes dans les PHS. Les TiN font partie de celles dont il est difficile de se séparer totalement car l'azote est naturellement présent dans l'acier liquide et difficile à extraire, et le titane volontairement ajouté pour « protéger » le bore de la formation de nitrure. Leur taille grossière et leur répartition spatiale peu dense font qu'ils ne contribuent pas au durcissement. Cependant leurs rôles sur la rupture a été étudié dans plusieurs articles, et la littérature s'accorde à dire que leur effet est néfaste sur la ductilité locale à rupture. Cependant il n'existe pas de corrélation entre la taille, la position, la densité de particules et la ductilité. Ceci est en partie dû à la complexité d'étudier leurs impacts. La propriété inclusionnaire, en termes de TiN, est liée aux teneurs en titane et azote. Cependant la modification de la composition chimique (notamment l'augmentation de la teneur en titane) induit d'autres phénomènes métallurgiques susceptibles de masquer l'effet inclusionnaire. Au rang desquels, la précipitation de TiC contribuera au durcissement ainsi qu'à l'affinement de la microstructure, et donc à l'augmentation de la ductilité locale à rupture. Décorréliser les effets sur la ductilité de la

composition chimique, de la microstructure martensitique, et des inclusions reste aujourd'hui une problématique non abordée. De plus, l'alignement de TiN dus à la solidification ainsi qu'au laminage, est suspecté d'entraîner une diminution de la ductilité, sans que cela n'ait été quantifié vis-à-vis de la quantité, de la localisation, ou de la taille des alignements d'inclusions. Lors de fortes déformations, aussi bien une décohésion avec la matrice qu'une rupture de TiN a été observée dans la littérature. Le mécanisme de germination des cavités sur ce type d'inclusion reste incompris et peu quantifié.

1.8 Conclusion du chapitre I

Cette revue bibliographique a permis de synthétiser les caractéristiques microstructurales des aciers martensitiques emboutis à chaud ainsi que leur influence sur les propriétés mécaniques, pour plusieurs compositions chimiques.

Le premier paramètre de la microstructure étudié est la **taille de l'ancien grain austénitique**. Il a un effet direct sur les propriétés mécaniques de l'acier. Il a été montré que la réduction de la taille de grain austénitique permet à la fois une augmentation de la limite d'élasticité et de l'angle de pliage à rupture. L'allongement à rupture en traction n'est cependant pas affecté. De plus, la taille des microconstituants de la martensite est liée à cette même taille de grain. Cependant, l'effet des tailles de ces microconstituants et en particulier des lattes, sur les propriétés de la matrice martensitique est mal connue de la littérature.

À l'heure actuelle, aucun modèle ne permet de prédire précisément l'évolution de la déformation locale à rupture avec l'évolution de la taille des microconstituants de la martensite.

Le second paramètre lié à la microstructure présenté concerne **l'effet du revenu**. Ce traitement thermique réalisé après l'emboutissage engendre une diminution de la résistance mécanique, mais une augmentation de la pliabilité. Les conditions de revenu souvent répertoriées dans la littérature sont 170°C-20min, car elles correspondent à la cuisson peinture réalisée industriellement sur la caisse en blanc automobile. L'évolution des propriétés mécaniques est liée à une modification de la taille et de la densité des carbures dans la matrice martensitique. Cependant les corrélations entre le type de carbures, leurs densités, leurs tailles et les propriétés de la matrice martensitique restent mal comprises.

À ce jour, aucun lien solide n'a été établi entre la taille des microconstituants de la martensite, l'état de revenu de la matrice et les propriétés mécaniques.

Dans cet état de l'existant, **la précipitation des éléments de micro-alliage** a également été abordée. L'utilisation d'éléments de micro-alliage dans les aciers pour emboutissage à chaud présente plusieurs avantages, dont notamment la réduction de la taille de grain austénitique. La cinétique ainsi que la thermodynamique de précipitation dans ces aciers sont des sous-domaines dans lesquels une littérature riche est disponible. En revanche, très peu d'informations ont pu être trouvées concernant les distributions des fins précipités dans les aciers martensitiques. Ainsi, le rôle entre la composition de ces particules (principalement TiC, NbC, (Ti,Nb)(C,N)), leur taille, leur répartition spatiale et les propriétés mécaniques n'a pas encore été mis en lumière. Ceci est principalement dû au fait que les précipités de très petites tailles tels que les TiC (<30nm), plus nombreux et plus fins, jouent un rôle durcissant plus important que les (Ti,Nb)(C,N) qui ont une taille de plusieurs centaines de nanomètres. Leur contribution est ainsi masquée. Cependant, il a été montré que l'ajout de micro-alliage permet une forte diminution de la taille de grain austénitique. Ce phénomène est abondamment référencé dans la littérature et il permet d'agir sur les propriétés mécaniques.

Un second type de particules de secondes phases présentes dans les aciers emboutis à chaud, sont **les inclusions**. Formées dans le matériau à l'état liquide, elles ne sont pas désirées et difficilement contrôlables. Un rôle néfaste de ces particules sur la rupture a été référencé. La quantification de l'évolution des propriétés mécaniques avec la présence d'inclusions n'est

cependant que peu abordée dans la littérature. En effet, l'ajout d'éléments de micro-alliage susceptibles d'augmenter la densité inclusionnaire va de pair avec une diminution de la taille de grain austénitique, rendant intrinsèquement liés deux phénomènes métallurgiques ayant des conséquences contraires sur la ductilité du matériau. Les effets négatifs des inclusions pourraient possiblement être masqués par la diminution de la taille de grain austénitique.

Des modèles de rupture ductile autour de particules de secondes phases existent, mais leur utilisation sur des matériaux à forte localisation plastique et densité d'inclusions élevée reste peu abordée. Aucun modèle ne décrit actuellement le lien la population inclusionnaire d'un acier martensitique et la rupture ductile en pliage.

Parmi les paramètres cités précédemment, il est important d'observer les corrélations qu'il peut exister entre eux. À titre d'exemple, l'ajout d'éléments d'addition réduit la taille de grain austénitique et augmente les populations inclusionnaires, modifiant ainsi les propriétés mécaniques du matériau. La réduction de la taille de grain engendre à son tour une évolution de M_s et donc des carbures d'autorevenu, qui ont un rôle sur les propriétés de la matrice martensitique.

Ainsi, ces phénomènes physiques sont difficilement dissociables et par conséquent difficilement corrélables avec les évolutions des propriétés mécaniques macroscopiques observées.

Cette thèse a donc pour objectif principal l'étude de l'effet des nitrures de titane sur la ductilité des aciers pour emboutissage à chaud. Pour cela il sera nécessaire de quantifier les liens entre la composition chimique, les traitements thermiques, la propreté inclusionnaire et les caractéristiques mécaniques et à rupture des PHS.

Dans ce but, une approche en trois étapes a été réalisée.

- La première consiste à produire de différentes tailles de grains austénitiques afin d'en quantifier l'impact sur la ductilité locale à rupture. Cette quantification a pour but dans un second temps, de s'affranchir de l'effet taille de grain dans des aciers à teneurs en éléments d'additions, et donc propreté inclusionnaire, variables.

- La seconde se concentre sur l'effet du revenu sur la martensite. La réalisation de revenus sur deux compositions d'aciers à teneurs en carbone différentes va permettre la comparaison de la ductilité des matériaux pour des tailles de grains austénitiques et des résistances mécaniques identiques, mais des populations de carbures de fer variables.

- Une fois les influences de la taille de grain et du revenu déterminées, la réalisation de coulées en laboratoire présentant différentes compositions chimiques et des populations inclusionnaires variées, combinée à des traitements thermiques judicieusement choisis sur la base des études précédentes, met en avant les effets des inclusions sur la rupture en pliage en s'affranchissant des conséquences métallurgiques pouvant masquer ce phénomène. Les premiers stades de l'endommagement ductile seront étudiés et corrélés à la composition chimique ainsi qu'à la propreté inclusionnaire des aciers.

Chapitre II

Elaboration des matériaux de l'étude et procédures expérimentales

Dans le chapitre I, il a été mis en évidence que de nombreux paramètres métallurgiques impactent la déformation locale à rupture des aciers martensitiques. Dans le but de quantifier leurs conséquences, l'élaboration d'aciers de différentes compositions ainsi que l'utilisation d'outils de caractérisation spécifiques ont été nécessaires.

Tout d'abord les choix de compositions chimiques seront détaillés, ainsi que les différentes étapes du procédé d'élaboration de l'acier en laboratoire. La caractérisation de ces aciers sera détaillée ensuite en trois temps. Premièrement, l'analyse de la microstructure après emboutissage sera abordée, deuxièmement, la caractérisation inclusionnaire via de l'imagerie optique et MEB, et troisièmement, la caractérisation mécanique grâce à des essais à rupture. Les résultats de ces caractérisations seront détaillés dans les chapitres III et IV.

Chapitre II Elaboration des matériaux de l'étude et procédures expérimentales __ 72

2.1	Aciers industriels et laboratoires	73
2.2	Aciers industriels	73
2.3	Aciers de laboratoire	74
2.3.1	Compositions chimiques	74
2.3.2	Laminages, traitements thermiques et emboutissage	75
2.4	Analyse microstructurale après emboutissage	78
2.4.1	Anciens grains austénitiques	78
2.4.2	Décarburation de surface	79
2.4.3	Synthèse des informations sur les analyses microstructurales	79
2.5	Caractérisation inclusionnaire	80
2.5.1	Observation qualitative des inclusions par microscopie optique	80
2.5.2	Quantification automatique des inclusions au MEB	81
2.5.3	Synthèse des informations sur l'analyse inclusionnaire	85
2.6	Caractérisation mécanique des aciers et des inclusions	85
2.6.1	Conception de la campagne d'essais mécaniques	86
2.6.2	Traction uniaxiale sur éprouvettes lisses	86
2.6.3	Essais de traction sur éprouvettes entaillées	88
2.6.4	Essais de déchirure sur éprouvette Kahn	91
2.6.5	Essais de pliage VDA238-100	93
2.6.6	Caractérisation mécanique des inclusions par nano-indentation	95
2.6.7	Synthèse des informations sur la caractérisation mécanique	98

2.1 Aciers industriels et laboratoires

L'objectif principal du processus d'élaboration en laboratoire est de faire varier la composition chimique des aciers à plus petite échelle que lors du procédé industriel. Cette réalisation est faite le plus fidèlement possible en suivant différentes étapes du procédé réalisé en usine. Il s'agit d'obtenir une microstructure après emboutissage très proche de celle du matériau industriel, en respectant les étapes clés de la route métallurgique. Chacune de ces étapes sera détaillée, en commençant par la coulée, puis par les différentes étapes de laminage et de traitements thermiques.

Si les microstructures et les propriétés mécaniques des aciers réalisés en laboratoires sont très proches de celles obtenues sur les aciers industriels, il existe tout de même quelques différences notables entre ces deux types de matériaux. Les aciers industriels sont réalisés en coulée continue puis revêtus après laminage et recuit. À contrario, les aciers laboratoires sont coulés en lingots et l'épaisseur finale est obtenue par rectification de la surface.

Il est possible de lister leurs avantages respectifs.

Les aciers industriels :

- Disponibles en grandes quantités et rapidement ;
- Très bons états de surface (revêtus) ;
- Bonne reproductibilité des propriétés mécaniques.

Les aciers laboratoire :

- Compositions chimiques sur mesure ;
- Absence de revêtement (l'AluSi peut influencer sur certains essais mécaniques)

Dans les chapitres suivants, à la fois des matériaux laboratoires et industriels ont été utilisés.

L'utilisation d'aciers industriels a permis la réalisation d'essais suivant un grand nombre de conditions grâce à la disponibilité en grande quantité d'une même matière. Les influences des paramètres microstructuraux ont donc été déterminées grâce à ces aciers.

En revanche, la détermination des conséquences inclusionnaires a nécessité la réalisation d'aciers laboratoires possédant des compositions chimiques non disponibles dans la gamme conventionnelle d'aciers industriels. De plus, le recul apporté par les résultats sur les aciers industriels a permis d'affiner le choix des conditions de traitement thermique à réaliser, ainsi que le choix des essais mécaniques, permettant d'optimiser l'utilisation de la matière laboratoire.

2.2 Aciers industriels

Les aciers industriels ont été réalisés par coulée continue suivant les étapes définies au [chapitre bibliographique](#). Ils ont également subi les différentes étapes de laminage, de recuit et de revêtement, précédemment définies dans ce même chapitre.

Les aciers industriels choisis pour cette étude contiennent quatre teneurs en carbone distinctes (0,07 - 0,18 - 0,23 - 0,33% .mass). Deux d'entre elles contiennent également des éléments de

micro-alliage. Ces éléments sont le niobium et le molybdène (notés « + μ » dans le tableau (Tableau 4)), et contribuent à l'affinement de la taille de grain austénitique.

Ces quatre nuances d'aciers ont été utilisées pour répondre à deux objectifs.

Le premier est de déterminer l'influence de différentes populations de carbures sur la ductilité d'aciers martensitiques à iso-résistance mécanique. Les deux matériaux utilisés pour cela sont le Grade 0,18C et le Grade 0,23C (Tableau 4). Cette variation de la teneur en carbone devrait induire un écart estimé de résistance mécanique de l'ordre de 145 MPa, d'après l'équation développée par Takaki [Takaki 2012]. Afin de compenser une partie de cette perte de durcissement dans le but d'étudier la ductilité à iso-résistance mécanique, du manganèse est ajouté à hauteur de 2% massique. Néanmoins, cet ajout ne permet pas à lui seul de compenser la différence de teneur en carbone dont l'effet durcissant est plus important. Le Grade 0,23C possède donc a priori une résistance mécanique supérieure au Grade 0,18C pour un même traitement thermique. Cette différence sera compensée par des traitements de revenus plus longs. Les autres éléments d'addition, tels que Ti et B, sont présents en quantités similaires dans les deux aciers. Les teneurs en éléments résiduels (tels que P et S), non présentées ici, sont également équivalentes.

Le deuxième objectif est d'évaluer l'impact de la taille de grain austénitique sur la ductilité des PHS. Les nuances 0,07C+ μ - 0,23C et 0,33C+ μ ont été utilisées pour cela. L'étude porte sur trois teneurs en carbone différentes ce qui permettra de valider les tendances sur différentes matrices martensitiques. Ces teneurs en carbone éloignées permettent de quantifier l'influence de la taille de grain austénitique sur une grande partie du domaine de résistance mécanique industriellement atteignable sur des martensites carbone-manganèse.

Tableau 4 : Composition chimique (% massique) des quatre aciers industriels étudiés

% .mass	C	Mn	Ti	B	N	Si+Cr	Nb+Mo
Grade 0,07C + μ	0,072	1,62	0,018	0,003	<0,01	0,442	0,051
Grade 0,18C	0,18	2,01	0,032	0,002	0,0022	0,256	
Grade 0,23C	0,23	1,18	0,034	0,003	0,0042	0,425	
Grade 0,33C + μ	0,33	0,66	0,023	0,002	0,0005	0,901	0,243

2.3 Aciers de laboratoire

Les coulées en laboratoire ont été réalisées par fusion sous vide par induction (Vacuum Induction Melting (VIM)). Ce procédé permet d'ajuster les compositions chimiques plus aisément que lors des coulées industrielles. Il s'agit d'un four de fusion par induction permettant de couler 3 lingots de 20 kg chacun avec trois nuances d'aciers différentes, en ajoutant un élément chimique (ou plusieurs) entre les coulées.

2.3.1 *Compositions chimiques*

Pour cette étude, nous avons décidé d'étudier les effets de la concentration en titane à azote constant, à la fois sur la microstructure finale mais aussi sur les propriétés mécaniques, sur des aciers contenant 0,1, 0,2 et 0,3 % de carbone (%mass). Ces compositions chimiques ont été choisies de sorte à obtenir des populations de nitrures de titane (TiN) et de carbonitrures de titane-niobium (Ti,Nb)(C,N) variées mais industriellement réalistes, sur trois matrices

martensitiques différentes. Les propriétés mécaniques finales (résistance mécanique typiquement comprise entre 900 et 1800 MPa) ont pour but de cibler le vaste intervalle des nuances martensitiques commercialisées. La teneur en azote a été choisie constante à 40 ppm massique, ce qui est typique de la production. Les teneurs en titane varient entre un minimum réalisable industriellement (200 ppm) et une valeur approximative de 1000 ppm (comprises ici entre 1060 et 1270 ppm), qui correspond à une limite de la définition d'un microalliage. Les teneurs des autres éléments d'alliage sont dans l'intervalle des valeurs usuellement utilisées dans les aciers pour emboutissage à chaud de type 22MnB5. Pour chacune des trois teneurs en carbone (0,1%C, 0,2%C et 0,3%C), le titane a été ajouté en trois étapes lors de la coulée afin de réaliser successivement les lingots « Low Ti », puis « Med Ti », et enfin « High Ti ».

Dans la dernière série, une teneur en niobium constante d'environ 650 ppm été ajoutée sur trois aciers 0,2%C contenant les trois mêmes concentrations de titane que les coulées précédentes. Cette addition correspond aux valeurs maximales utilisées dans les aciers industriels carbone-manganèse micro-alliés au niobium. Il est également à noter que cette dernière série contient davantage d'azote.

Cet ajout permettra de déterminer les effets du niobium sur trois aciers ayant une même teneur en carbone mais des teneurs en titane variables.

Douze nuances ont donc été réalisées et sont répertoriées dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Compositions chimiques (% mass.) des aciers élaborés en laboratoire (coulées VIM)

%mass.	Noms	C	Si	Mn	S	Cr	Al	Ti	B	N	Nb
0,1%C (Low C)	Low Ti	0,104	0,259	1,210	<0,001	0,150	0,030	0,025	0,0025	0,0040	
	Med Ti	0,106	0,259	1,210	<0,001	0,150	0,031	0,043	0,0027	0,0047	
	High Ti	0,105	0,259	1,210	<0,001	0,149	0,030	0,127	0,0027	0,0053	
0,2%C (Med C)	Low Ti	0,211	0,268	1,220	<0,001	0,178	0,023	0,021	0,0045	0,0041	
	Med Ti	0,203	0,270	1,230	<0,001	0,179	0,022	0,041	0,0046	0,0038	
	High Ti	0,198	0,267	1,230	<0,001	0,180	0,020	0,111	0,0048	0,0040	
0,3%C (High C)	Low Ti	0,304	0,258	1,200	<0,001	0,153	0,034	0,026	0,0026	0,0038	
	Med Ti	0,303	0,259	1,200	0,0015	0,153	0,034	0,041	0,0026	0,0042	
	High Ti	0,303	0,261	1,200	0,0011	0,153	0,034	0,106	0,0026	0,0045	
0,2%C+Nb (Med C+Nb)	Low Ti	0,216	0,270	1,230	0,0014	0,179	0,030	0,019	0,0025	0,0072	0,065
	Med Ti	0,217	0,273	1,220	0,0014	0,179	0,032	0,043	0,0025	0,0076	0,068
	High Ti	0,216	0,269	1,230	0,0013	0,179	0,033	0,080	0,0025	0,0077	0,066

2.3.2 Laminages, traitements thermiques et emboutissage

Après la solidification, les lingots sont démoulés puis laminés à chaud une première fois pour simuler l'étape de dégrossissage industriel (pour obtenir l'ébauche).

L'ébauche va suivre ensuite un schéma thermomécanique qui se rapproche le plus possible du procédé industriel (Figure 64), excepté que l'on part d'une épaisseur de 30 mm et non de 270 mm comme sur une brame industrielle. Elle est chauffée à 1200 °C (comme dans un four de réchauffage industriel), puis laminée à chaud une seconde fois en 5 passes, ce qui donne une tôle de 2,7 mm d'épaisseur. Elle est ensuite refroidie à l'eau jusqu'à 600 °C puis à l'air pulsé, ce qui permet l'obtention d'une microstructure ferrito-perlitique. Sans repasser par la température ambiante, les tôles sont ensuite placées dans un four à 550 °C pendant 15 h pour simuler le

processus de bobinage utilisé dans l'industrie après le laminage à chaud afin de faciliter le transport. Elles sont ensuite refroidies à 15 °C par heure. À ce stade, les tôles sont dites brutes de laminage à chaud, ou également appelées plus couramment « tôles à chaud » (TAC).

La tôle subit ensuite un décapage puis un laminage à température ambiante, appelé laminage à froid (LAF). Cela permet l'obtention d'une tôle de 1,9 mm d'épaisseur ce qui correspond à un taux de laminage de 50% (dite brute de LAF), qui sera finalement traitée thermiquement à une température d'austénitisation comprise entre 900 et 950 °C pendant un temps variable entre 3 et 15 minutes. L'emboutissage est réalisé sur une tôle brute de laminage à froid, et donc ferrito-perlitique déformée. Industriellement, l'emboutissage est réalisé après recuit continu et dépôt de revêtement, l'acier est alors ferrito-perlitique recuit et revêtu.

Dans cette étude, deux traitements thermiques d'austénitisation seront présentés, le premier est réalisé 900 °C pendant 7 min, et le second à 950 °C pendant un temps d'enfournement de 15 min. Ces conditions d'austénitisation permettent de cibler les valeurs typiques (7 min) et extrêmes (15 min) de traitement thermique utilisées au cours du processus d'emboutissage à chaud industriel.

La tôle est ensuite placée sur une presse où sa température chute légèrement mais reste dans le domaine de stabilité de l'austénite. Elle est emboutie à chaud entre deux matrices refroidies à l'eau ce qui réalise une trempe sous presse. L'emboutissage est réalisé à plat et ne comporte pas de fortes déformations plastiques comme lors de la mise en forme d'une pièce automobile industrielle. Cependant l'effort exercé peut engendrer des contraintes supplémentaires lors de la transformation martensitique. Cette étape permet l'obtention d'une microstructure 100% martensitique. Cette martensite est cependant auto-revenue car après la transformation martensitique, la vitesse de refroidissement dans la presse est suffisamment lente pour former des carbures de transition, qui seront étudiés au [Chapitre III](#). Une schématisation du suivi de la température de la tôle lors de l'étape d'emboutissage est disponible sur la Figure 65.

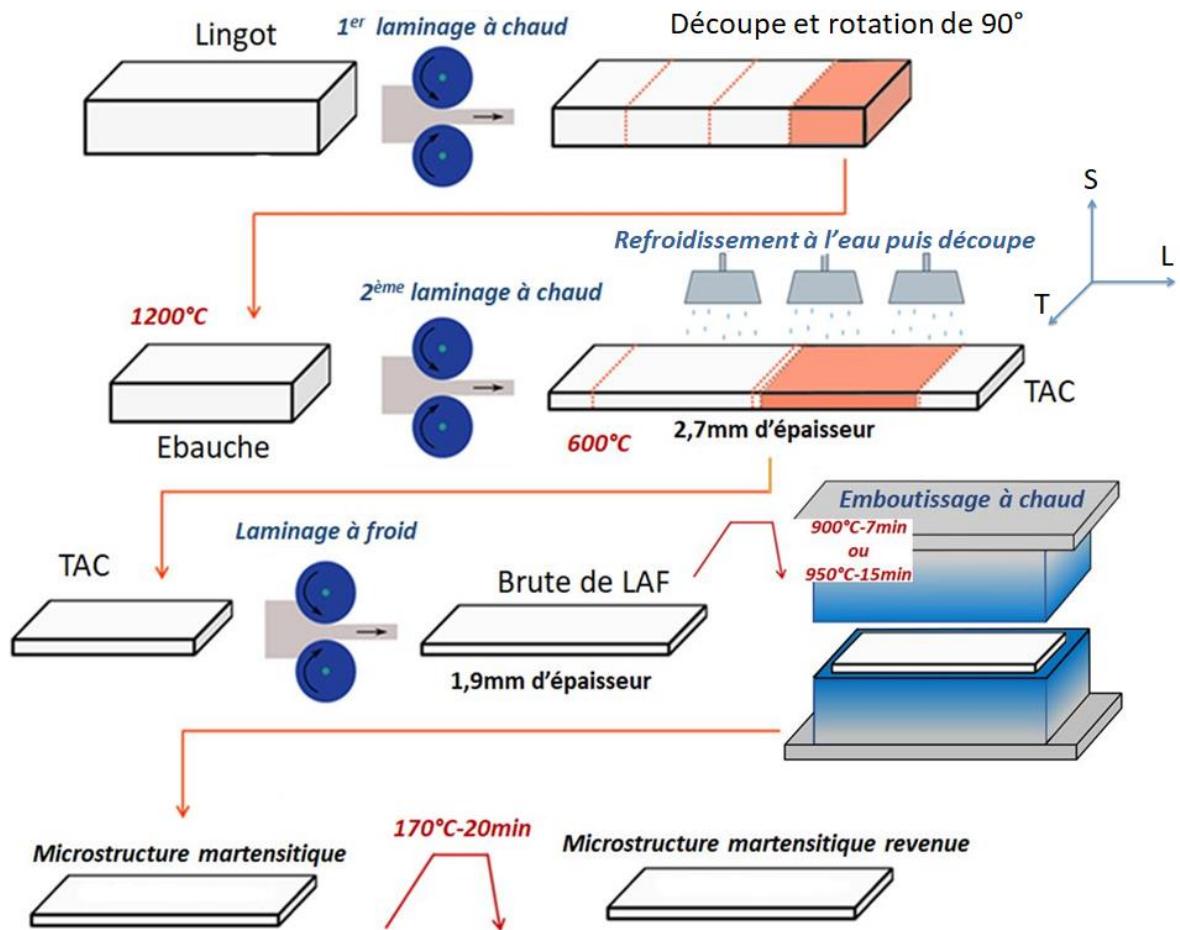


Figure 64 : Processus d'élaboration de l'acier laboratoire, du lingot issu de la coulée à la tôle emboutie et revenue

Un revenu, d'une durée conventionnelle de 20 min est ensuite réalisé dans un four à une température de 170 °C. Cela permet de simuler le traitement de cuisson peinture réalisé sur la caisse en blanc automobile. Il en résulte une martensite revenue.

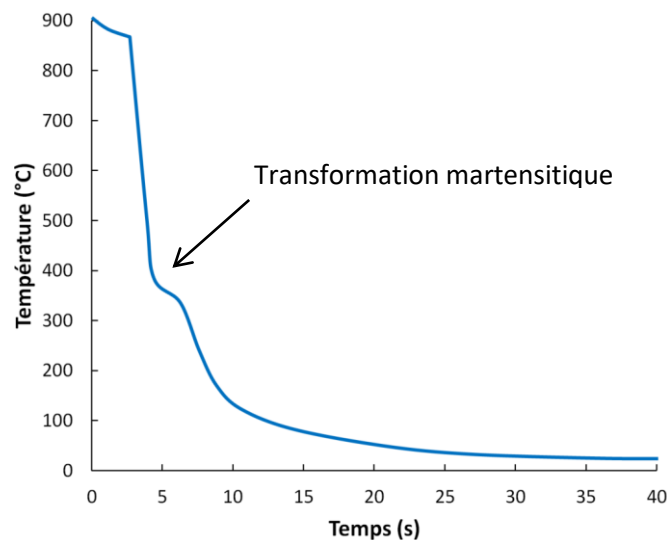


Figure 65 : Schéma de l'évolution de la température lors du processus d'emboutissage lors d'élaboration d'acier en laboratoire. Four de traitement thermique : 900°C. Outil refroidi à 20°C.

2.4 Analyse microstructurale après emboutissage

L'analyse microstructurale des aciers élaborés a été réalisée en utilisant la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB). Les échantillons ont été prélevés parallèlement au sens de laminage de la tôle, enrobés à chaud dans de la résine polymère conductrice, puis polis à la pâte diamantée jusqu'au grade 1 μm en utilisant de l'éthanol comme lubrifiant afin d'éviter l'oxydation de surface et le déchaussement de particules. Les observations ont pour objectifs de mesurer la taille des anciens grains austénitiques, visualiser la zone de décarburation éventuelle et faire l'analyse inclusionnaire.

2.4.1 Anciens grains austénitiques

La réalisation d'une attaque chimique Nital (2 ou 4%), permet de vérifier la présence d'une microstructure 100% martensitique. De plus, elle permet d'observer et de comparer les différentes morphologies de microstructure martensitique suivant les compositions chimiques. Cette attaque permet notamment de révéler les microconstituants de la martensite, tels que les paquets et les lattes.

En revanche, elle ne permet pas une observation distincte des anciens joints de grains austénitiques. Pour cela, une attaque de type Marshall (28 mL acide oxalique 5%, 80 mL d'eau distillée, 4 mL de peroxyde d'hydrogène 30%) est nécessaire. Cette attaque chimique est suivie d'un léger repolissage afin de laisser uniquement les anciens joints de grains austénitiques visibles (Figure 66). La détermination de la taille de grain austénitique est ensuite réalisée en utilisant le logiciel METALIA en suivant la norme ISO 643. Par la méthode des intercepts sur plusieurs images, une taille moyenne de grain est déterminée manuellement. Des lignes horizontales et verticales sont tracées par le logiciel, la détermination des joints de grains s'effectue visuellement. Un minimum de 100 mesures est effectué par microstructure, et jusqu'à ce que l'indice de convergence sur les mesures des 5 dernières images soit inférieur à 0,5%. Cette quantification s'effectue toujours au quart de l'épaisseur de la tôle, afin de s'affranchir des effets de bord (refroidissement plus rapide), de la décarburation de surface, ainsi que d'un possible effet de ségrégation centrale du Mn, bien que peu présent dans les coulées de laboratoire.

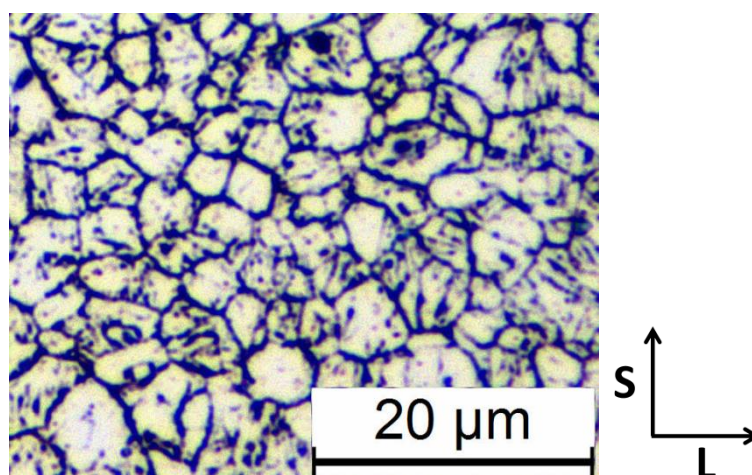


Figure 66 : Exemple de l'observation des anciens joints de grains austénitiques en microscopie optique dans un acier Low C High Ti après attaque Marshall puis léger repolissage (L : sens de laminage, S : épaisseur de la tôle)

2.4.2 Décarburation de surface

Durant le traitement thermique d'austénitisation, entre 900 et 950°C, et en l'absence de revêtement sur les aciers réalisés en laboratoire, le carbone diffuse vers la surface de la tôle et réagit avec l'oxygène de l'atmosphère, formant du CO₂ gazeux. Une zone appauvrie en carbone est alors formée proche de la surface avec un gradient de concentration. La diminution de la teneur en carbone en peau de la tôle induit une hétérogénéité microstructurale (Figure 67) pouvant affecter les propriétés mécaniques locales. L'utilisation d'un revêtement aluminé sur les aciers industriels permet de s'affranchir de ce phénomène. La seconde possibilité pour ne pas être impacté par ce gradient de propriétés mécaniques est de mesurer la profondeur de décarburation via des filiations de micro-indentation. Pour mesurer finement la profondeur de décarburation, des indentations Knoop sont réalisées tous les 5 µm de profondeur. La tôle est ensuite rectifiée sur une profondeur suffisante (d'environ 200 µm) pour obtenir un matériau homogène. Cette seconde option a été appliquée pour les aciers de l'étude. Dans certains cas, de la ferrite peut être observée en extrême peau comme sur la Figure 67. Cette approche par rectification a néanmoins l'inconvénient de modifier la rugosité de surface qui pourrait avoir un effet sur l'amorçage de fissure en pliage.

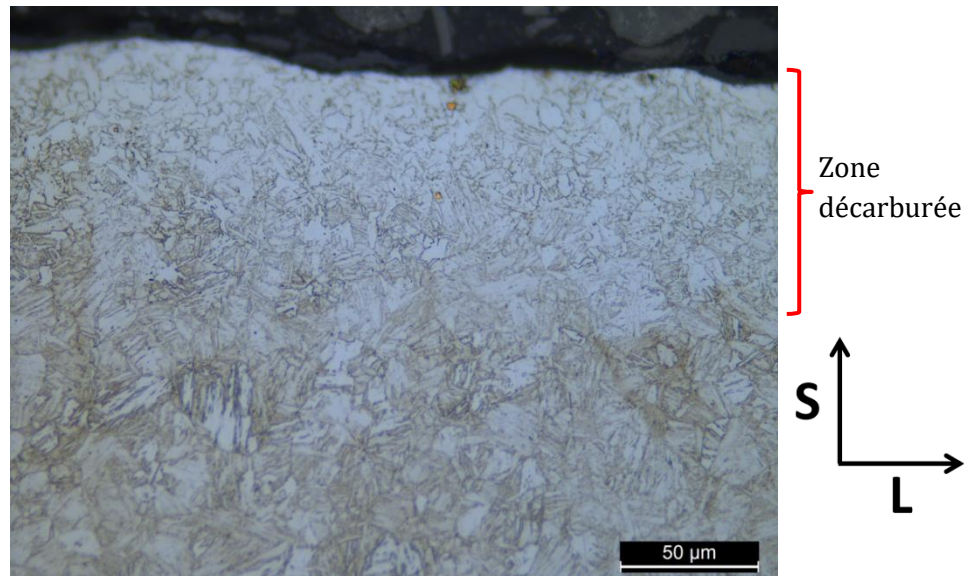


Figure 67 : Observation par microscopie optique de la décarburation proche de la surface présente sur un acier High C Low Ti après austénitisation pendant 7 min à 900°C suivie d'une trempe sous presse

2.4.3 Synthèse des informations sur les analyses microstructurales

Les méthodes d'analyses microstructurales des aciers de l'étude ont été présentées dans ce chapitre. Un récapitulatif des informations à retenir est présenté dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Synthèse des informations extraites lors de l'analyse microstructurale, ainsi que leurs limitations respectives

Informations	Utilité pour l'étude	Moyens	Limitations
Révélation de la microstructure	S'assurer de l'obtention systématique d'une matrice martensitique 100%	Attaque Nital + microscopie optique	Sur les compositions bas carbone (Low C), la distinction visuelle entre une fine microstructure martensitique et bainitique peut-être complexe
Taille moyenne	Permettre de décorréler	Attaque	Les différentes nuances ne

des anciens grains austénitiques	les effets mécaniques induits par la taille de grains austénitiques de ceux dus à la présence d'inclusions	Marshall + repolissage + microscopie optique + logiciel d'analyse d'images	présentent pas les mêmes comportements aux attaques chimiques, pouvant induire des difficultés à révéler les anciens joints de grains d'austénite. De plus, l'analyse s'effectue manuellement, ce qui limite le nombre possible de grains quantifiables.
Profondeur de décarburation	S'assurer que le matériau ne présente pas de gradient de propriétés, risquant d'influer sur les résultats des essais mécaniques	Filiations de micro-dureté	La profondeur de rectification est déterminée de sorte à retirer la couche décarburée mesurée par micro-indentation, mais il est très difficile de contrôler que l'épaisseur retirée est uniforme en tout point de la tôle. La rectification pourra également induire un léger écrouissage de surface et une différence de rugosité entre le sens de rectification et le sens transverse.

2.5 Caractérisation inclusionnaire

La caractérisation des inclusions a été effectuée en deux temps. Tout d'abord, une approche qualitative a été réalisée par microscopie optique afin de contrôler la qualité de la préparation métallographique et la bonne cohésion des inclusions avec la matrice. Un polissage non-adapté peut avoir tendance à déchausser des inclusions, faussant l'analyse quantitative. Celle-ci a été réalisée dans un second temps grâce à une cartographie au MEB ainsi que des analyses par Spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie (Energy Dispersive X-ray spectroscopy, EDS).

2.5.1 *Observation qualitative des inclusions par microscopie optique*

Des observations au microscope optique ont été effectuées afin d'obtenir une information qualitative sur la propreté inclusionnaire des aciers. Ces observations permettent une différenciation facile entre les TiN et les TiC. La différence entre ces deux types de particules est aisée en microscopie optique car les TiN sont cubiques et de couleur orange [Pokorny 2000] (Figure 68a) alors que les TiC n'ont pas de géométrie fixe et sont gris sombre (Figure 68b). Les inclusions Ti(C,N) sont biphasées, elles sont constituées d'un TiN à cœur, avec un contour gris-bleu supposé plus chargé en carbone (Figure 68c). La préparation métallographique pour l'observation des inclusions est réalisée sans attaque chimique. Les particules étant plus dures que la matrice, lors du polissage celles-ci se retrouvent généralement en légère surépaisseur.

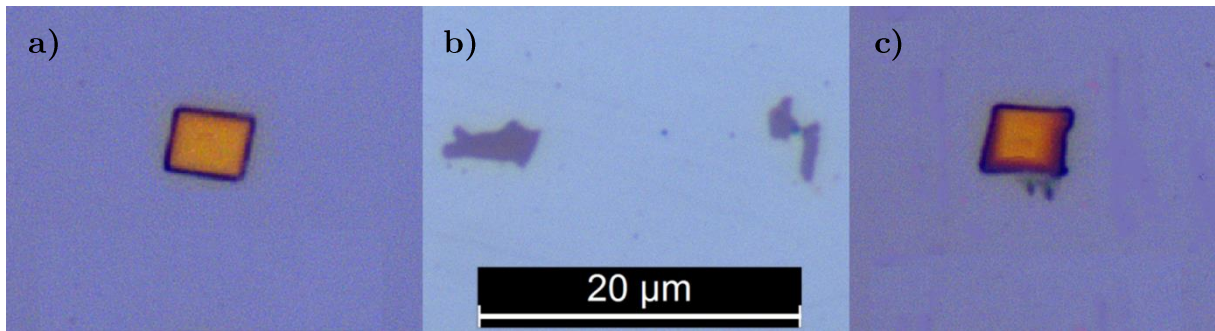


Figure 68 : Micrographies optiques d'inclusions présentes dans les aciers de l'étude : a) TiN, b) TiC, c) Ti(C,N)

D'autres familles d'inclusions, principalement des sulfures et des oxydes, ont également été observées lors des analyses en microscopie optique et en MEB grâce à l'identification des éléments chimiques en EDS. Des sulfures et des oxydes sont principalement observés. Le Tableau 7 répertorie les principales inclusions observables dans les aciers pour emboutissage à chaud.

Tableau 7 : Principales familles d'inclusions observables dans les aciers. [POKORNY2000]

NATURE	Nitrure de titane Chromite Aluminates isolés	Oxydes de fer et de manganèse Silice Aluminates de calcium	Sulfures de fer et de manganèse	Silicates basiques	Silico-aluminates
MALLÉABILITÉ	Non malléables	Très peu malléables	Très malléables	Malléables	Non malléables
FORME					
COULEUR	En fond clair Sombres sauf nitrures de titane : jaune-rosés	En fond noir Sombres Oxydes sombres silice brillante	En fond clair Clairs Sulfures sombres	En fond clair Sombres Silicates ± brillants	En fond clair Sombres

2.5.2 Quantification automatique des inclusions au MEB

Le MEB utilisé est un Tescan Mira3 à canon à effet d'émission de champ (Field Emission Gun ou FEG). L'utilisation de l'EDS permet la détection d'éléments légers comme l'azote. Deux détecteurs de marque Bruker sont ici utilisés, chacun d'une surface de 60 mm², permettant d'obtenir 100 000 coups par seconde.

Afin de mesurer les tailles et les densités spatiales d'inclusions, l'analyse automatique se déroule en trois étapes : Une cartographie de l'échantillon, une analyse d'images, puis une analyse EDS.

Ces étapes sont réalisées grâce au logiciel ASCAT (Automated Steel Cleanliness Analysis Tool).

a) Cartographie de l'échantillon

Les échantillons enrobés et polis sont disposés par 6 dans un barillet du MEB, comme le montre la Figure 69.

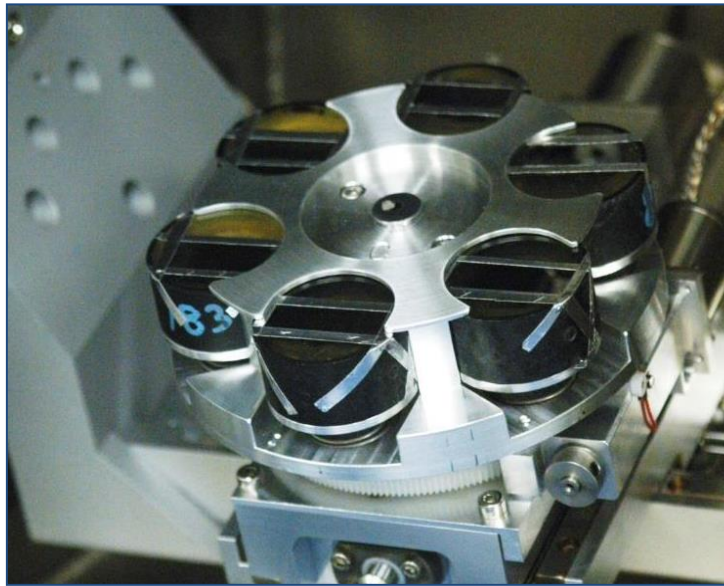


Figure 69 : Echantillons disposés dans le barillet pour l'analyse inclusionnaire en MEB

L'acquisition de la cartographie de surface de chaque échantillon se déroule en plusieurs étapes. Premièrement, une mise au point est réalisée à grossissement faible au centre de la platine sur le porte échantillon. Deuxièmement, un seuillage de niveau de gris est effectué sur un insert en aluminium et un second en acier inoxydable. L'aluminium est défini avec un seuil de gris de 50, et 200 pour l'acier inoxydable. Cela permet un étalonnage sur une grande partie de la gamme de niveau de gris utile à l'analyse. Troisièmement, une vérification du nombre de coups obtenus en EDS est réalisée via un insert de cobalt.

Une fois ces étapes effectuées, l'échantillon est détecté à faible grandissement (x70), puis la surface d'intérêt est quadrillée (Figure 70).

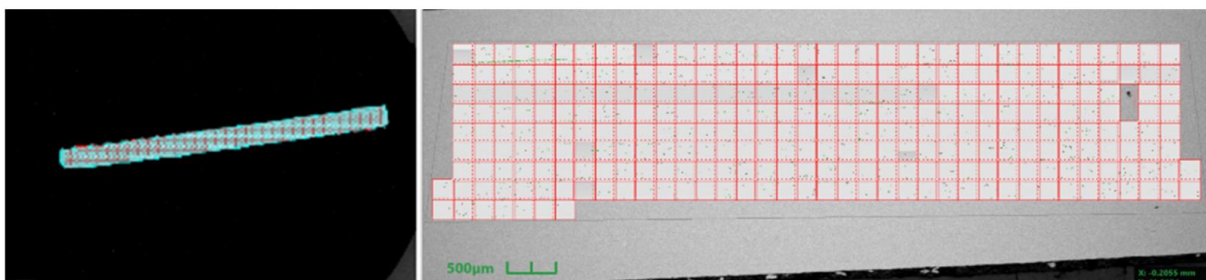


Figure 70 : Détection de l'échantillon et quadrillage de surface à faible grandissement lors de l'analyse inclusionnaire en MEB

Les zones cartographiées sont divisées en trois types en fonction de leur localisation : la peau supérieure, le cœur, et la peau inférieure (Figure 71). Sur les tôles de 1,5 mm d'épaisseur, les 150 µm proches de surface sont considérés comme étant la peau, ce qui correspond à 10% de l'épaisseur de la tôle.

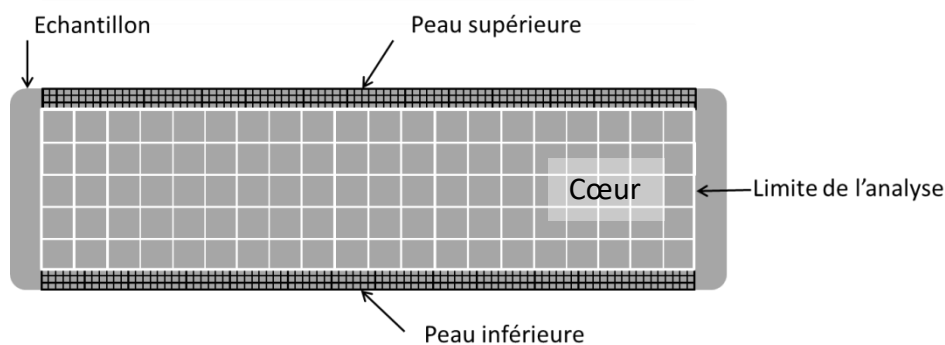


Figure 71 : Désignation des différentes zones lors d'une analyse inclusionnaire en MEB

Sur les zones de peau, le grossissement est de 2000, contre 500 pour la zone de cœur. Cela permet une analyse plus fine de la surface tout en limitant le temps d'analyse. Les images mesurent ainsi 50 μm de côté en peau, et 250 μm à cœur tout en ayant une légère zone de recouvrement (Figure 72).

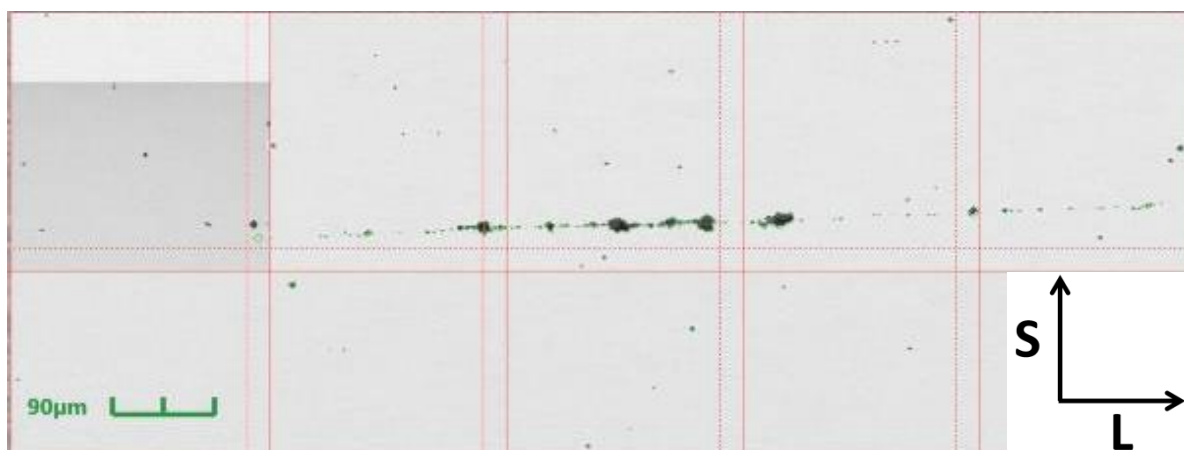


Figure 72 : Cartographie MEB réalisée au cœur d'un échantillon (x500) d'un acier CP800 [Lucas 2020]

Afin de réaliser une acquisition nette tout au long de l'analyse, un plan d'analyse est défini. Pour cela, le logiciel sélectionne trois inclusions ayant un fort contraste avec la matrice (niveau de gris <150), afin de réaliser une mise au point sur chacune d'elles. Le plan de l'échantillon est donc défini suivant ces mesures. Les images sont prises avec une tension d'accélération de 14 kV. Cette tension a été choisie car elle optimise la détection des raies des éléments formateurs d'inclusions, qui sont principalement entre le magnésium et le manganèse (Mg, Al, Si, S, Ca, Ti).

b) Analyse d'images et EDS

En utilisant la cartographie obtenue, les inclusions sont détectées sur chaque image grâce à leur contraste d'origine chimique (imagerie en mode électrons rétrodiffusés). Un zoom est alors réalisé sur chacune d'elles de sorte que celle-ci occupe environ le tiers de l'image. Pour une particule d'un micromètre de diamètre moyen, le grandissement utilisé pour l'analyse sera de x33 000.

Si une particule se retrouve dans plusieurs champs d'observation, le logiciel ASCAT reconstruira l'inclusion. Dans notre étude, toute la surface de l'échantillon a été analysée afin d'obtenir une plus grande statistique inclusionnaire, ainsi que la position individuelle des particules dans l'épaisseur de l'échantillon.

Une fois que les particules sont détectées, une analyse EDS est réalisée sur chaque d'elle pendant 0,5 seconde. L'EDS utilise le spectre des rayons X émis par un échantillon bombardé par un faisceau d'électrons focalisé pour obtenir une analyse chimique locale. Un balayage est réalisé sur l'ensemble de l'inclusion, permettant de déterminer les inclusions dites complexes. Celles-ci sont généralement des inclusions ayant germé sur une autre inclusion, comme un TiN ayant pris pour germe un oxyde présent en phase liquide. La détection des contours de la particule ainsi que leur analyse chimique s'effectuent comme illustré sur la Figure 73. Sur cette figure, chaque tranche de couleur représente un élément détecté dans l'inclusion, la valeur de la teneur de cet élément dans l'inclusion est également indiquée. Les bornes de classification ont été définies à la suite d'études internes permettant de détecter et classer le plus fidèlement possible les inclusions détectées.

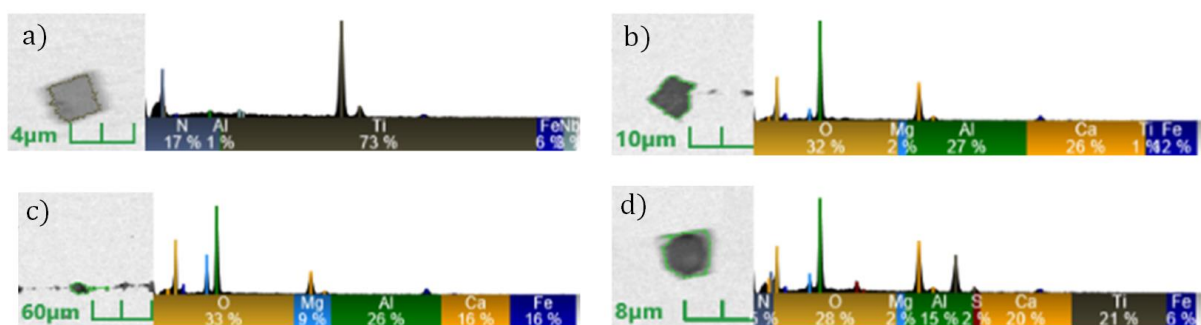


Figure 73 : Détection et analyse EDS de quatre inclusions : a) TiN, b) Oxyde complexe, c) Oxyde complexe, d) TiN germé sur oxyde complexe

c) Classification des inclusions

A l'issue de l'analyse automatique décrite ci-dessus, le logiciel ASCAT génère une feuille Excel avec les données concernant la morphologie (Feret min, Feret max, surface...) et la composition chimique de chaque particule. Un script Python, développé en interne chez ArcelorMittal et appelé « Mebanillon », est utilisé pour trier et filtrer les données de sortie. Pour être considérée comme étant une inclusion, chaque particule doit avoir une teneur massique de fer inférieure à 80% massique (critère chimique) et une taille supérieure à 0,5 µm (critère morphologique). Ces paramètres peuvent être ajustés librement à chaque post-traitement. Il en résulte un fichier de synthèse avec les graphiques préalablement demandés dans le post-traitement, ainsi que le repérage de la composition chimique de chaque inclusion dans le diagramme ternaire approprié. Ces diagrammes sont tracés en fonction des différentes inclusions recensées.

Dans les aciers de l'étude, différents types d'inclusions sont présents et doivent donc être classifiés. Par conséquent, des critères sur leur composition chimique sont appliqués. Tous les pourcentages utilisés sont des pourcentages massiques (%.mass)

TiN, TiC ou Ti(C,N) :

- %Ti > (Mg + Al + Ca + S + Si + Mn) **et** %Ti > 2% **et** - %O < 7%

MnS :

- %(Mn + S) > (Mg + Al + Ca + Si + Nb + Ti) **et** %Mn > 1% **et** %S > 1%

Al₂O₃ :

- %Al > 5 (Si + Mn + S + Ca + Ti + Mg + Nb) **et** %Al > 2%

Oxydes complexes :

- %Al < 5 (Si + Mn + S + Ca + Ti + Mg + Nb) **et** %S < 2% **et** %O > 7%

Oxysulfures :

- %Al < 5 (Si + Mn + S + Ca + Ti + Mg + Nb) **et** %S > 2% **et** %O > 7%

Le carbone est un élément léger qui est difficilement quantifiable en EDS, notamment car il peut être présent sur l'échantillon à cause du craquage du carbone sous le faisceau. La détection et la quantification de l'azote sont réalisables, cependant sa teneur dans les Ti(C,N) est variable. C'est pourquoi dans cette étude les différentes inclusions de titane ne seront pas différenciées lors de la quantification.

Les oxydes complexes sont des oxydes tels que Al₂O₃-CaO, Al₂O₃-MgO ou Al₂O₃-MgO-SiO₂. Les oxysulfures sont un mélange d'oxydes et de sulfures, comme par exemple CaS-Al₂O₃.

Pour chaque type de particule, le post-processing à l'aide d'un script Python calcule également les paramètres suivants :

- Nombre de particules dans le champ analysé
- Taille moyenne d'inclusion : la taille est choisie comme étant $\frac{feret\ min + feret\ max}{2}$ (en µm)
- Densité inclusionnaire : nombre de particules par unité de surface $\frac{\text{nombre de particules}}{\text{surface totale des particules}}$ (en mm⁻²)
- La fraction surfacique d'inclusions : somme des surfaces des inclusions, divisée par la surface totale analysée. Ce paramètre donne une évaluation de la propreté inclusionnaire de l'échantillon. $\frac{\sum \text{surfaces des particules}}{\text{Surface analysée}}$ (en ppm, soit 10⁻⁴% surfacique)

De plus, il est également possible de remonter à la position spatiale de chaque inclusion.

2.5.3 Synthèse des informations sur l'analyse inclusionnaire

Les méthodes d'analyse inclusionnaire des aciers de l'étude ont été présentées dans ce chapitre. Un récapitulatif des informations à retenir est présenté dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Synthèse des informations extraites lors de l'analyse inclusionnaire, ainsi que leurs limitations respectives

Informations	Utilité pour l'étude	Moyens	Limitations
Evaluation qualitative des inclusions	Vérifier le non-déchaussement des particules au polissage ainsi que leur éventuelle fragmentation	Microscopie optique	La microscopie optique se limite à un grossissement x1000 ce qui ne permet une étude que des plus grosses inclusions (typiquement > 2 µm)
Quantification des populations inclusionnaires et classification	Corréler les paramètres inclusionnaires aux résultats d'essais mécaniques	Microscopie électronique à balayage + EDS + post-traitement	La taille limite de détection des particules est de 0,5 µm. Les TiN, TiC et Ti(C,N) ne peuvent pas être différenciés.

2.6 Caractérisation mécanique des aciers et des inclusions

Cette partie a pour but de lister et détailler les propriétés mécaniques nécessaires pour la suite de l'étude ainsi que les moyens d'essais mécaniques utilisés pour les obtenir. La modélisation

par éléments finis ainsi que la détermination d'un modèle de comportement et de rupture seront présentées dans le chapitre III et ne seront pas détaillées ici.

2.6.1 Conception de la campagne d'essais mécaniques

Différents types d'essais mécaniques ont été effectués sur la tôle après emboutissage à chaud et revenu. Chaque type d'essai a eu pour but de caractériser une ou plusieurs propriétés mécaniques spécifiques :

- Le comportement élastoplastique en traction uniaxiale et notamment la résistance à la localisation de la déformation ont été étudiés en utilisant des essais de traction sur des éprouvettes lisses prélevées dans la direction de laminage (L) et dans le sens transverse (T), afin d'étudier l'anisotropie plastique du matériau.

- L'effet de la triaxialité des contraintes sur les propriétés mécaniques macroscopiques a été étudié grâce à la réalisation d'essais de traction sur éprouvettes entaillées. L'utilisation des différentes géométries d'entailles a pour but de caractériser le matériau dans des conditions de grandes déformations tout en étant capable d'analyser l'essai mécanique jusqu'à apparition de la fissure. Les résultats ainsi obtenus seront notamment primordiaux pour la détermination de la loi de comportement élasto-plastique, présentée au [chapitre VI](#).

- La déformation locale maximale avant l'amorçage de fissure est une donnée intrinsèque au matériau qui ne peut pas être obtenue dans un essai de traction sur éprouvette lisse. La connaissance de la déformation locale maximale avant l'amorçage de fissure est pourtant essentielle car permet de quantifier la capacité d'un matériau à se déformer plastiquement, notamment lors d'un crash automobile. Cette valeur peut être corrélée avec l'angle de pliage à rupture obtenu lors d'un essai suivant la norme VDA 238-100, définie au [Chapitre II](#).

- L'énergie nécessaire à l'amorçage, puis à la propagation d'une fissure, sont des informations qui permettent une analyse globale de la rupture. Ces données sont déterminées dans un essai de déchirure sur éprouvettes entaillées dites Kahn.

- Les inclusions présentes dans les aciers sont l'un des paramètres qui gouvernent la rupture ductile. Leur faible fraction n'induit pas de modification du comportement élastoplastique, cependant la détermination de leurs propriétés mécaniques est l'un des critères nécessaires à la compréhension du mécanisme local de rupture. À cause de la taille réduite des inclusions (quelques micromètres), les propriétés des nitrures de titane ont été déterminées à l'aide d'essais de nano-indentation. L'évolution de la profondeur d'indentation en fonction de la charge permet la détermination de propriétés mécaniques des inclusions comme leur dureté ainsi que leur module d'Young. Ces valeurs seront par la suite utilisées dans le modèle numérique pour la simulation numérique des mécanismes d'endommagement et de rupture.

Les parties suivantes ont pour but de détailler chacun des moyens d'essais utilisés.

2.6.2 Traction uniaxiale sur éprouvettes lisses

Dans notre étude les essais de tractions sont réalisés selon les normes NF EN ISO 6892-1 / ISO 10113 / ISO 10275 avec des éprouvettes ISO 12,5x50 représentées sur la Figure 74 et fréquemment utilisées à ArcelorMittal. Une première campagne de trois essais a été réalisée dans le sens L ainsi que deux dans le sens T sur les nuances 0,1%C et 0,3%C. Cependant suite à des besoins de valeurs complémentaires (détaillés au [Chapitre II](#)), une seconde campagne d'essais a été nécessaire. Les quantités de matière produites en laboratoire étant restreintes, ces

essais ont été réalisés sur de plus petites éprouvettes de traction (référencées 4,5x25,5), pouvant être prélevées dans différentes chutes de matière. Ces éprouvettes sont présentées sur la Figure 75. Les essais ont systématiquement été doublés dans chaque condition, montrant une bonne reproductibilité.

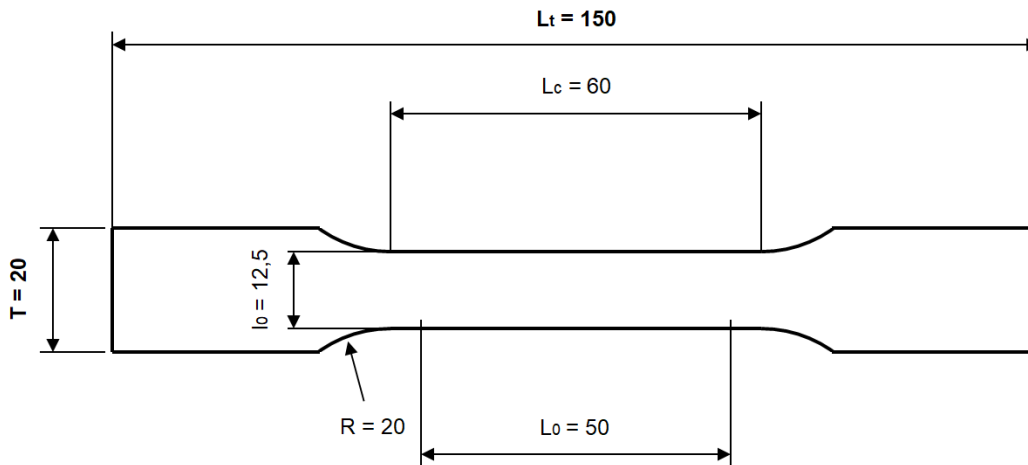


Figure 74 : Schéma et dimensions (mm) de l'éprouvette de traction uniaxiale ISO 12,5x50 (épaisseur 1,5 mm)

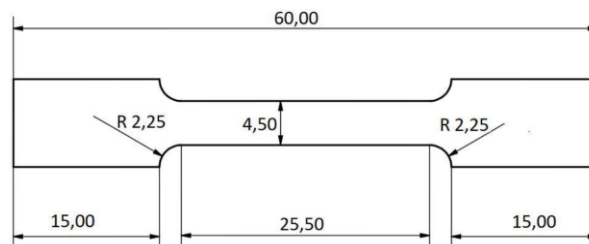


Figure 75 : Schéma de l'éprouvette de traction uniaxiale de petite dimension (4,5x25,5), permettant la réalisation d'essais complémentaires. (épaisseur 1,5 mm)

Les essais sur éprouvette 12,5x50 ont été effectués sur machine Zwick (servo-hydraulique pilotée en déplacement) avec une vitesse de déformation initiale imposée de $6,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Cette valeur est couramment utilisée au sein d'ArcelorMittal pour les aciers martensitiques. Les essais sur les éprouvettes présentées sur la Figure 75 ont été réalisés sur une machine MTS (servo-hydraulique pilotée en déplacement) avec cellule de charge de 100 kN à la même vitesse de déformation initiale imposée de $6,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Les données obtenues à partir de ces essais sont la force appliquée, F , en fonction de déplacement.

Pour les éprouvettes 12,5x50, la force est mesurée à l'aide d'une cellule de charge de 100 kN, tandis qu'un extensomètre numérique donne le déplacement. Deux rayons laser projetés sur l'éprouvette (avec une longueur initiale L_0 de 50 mm) réalisent des marqueurs, une caméra permet de suivre la déformation au cours de l'essai.

Pour les éprouvettes 4,5x25,5, un extensomètre à contact est positionné sur la zone utile de l'éprouvette, et maintenu par des élastiques. La valeur du L_0 a été mesurée par microscopie

optique à 22,818 mm. Elle est suffisamment grande pour couvrir une grande partie de la zone utile qui est de 25,5 mm.

La variation entre la longueur initiale et la longueur à un instant donné est appelée ΔL . La déformation longitudinale ε_i , est appelée allongement relatif et peut être calculée via l'équation 10) :

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (10)$$

La contrainte nominale σ_i , est calculée grâce à l'équation 11 :

$$\sigma_i = \frac{F}{S_0} = \frac{F}{L_0 \cdot e} \quad (11)$$

où L_0 est la largeur initiale de l'éprouvette, S_0 la section initiale et e l'épaisseur de l'éprouvette.

Les essais de traction permettent d'obtenir :

- $R_{p0,2}$: la contrainte à 0.2% de déformation plastique (limite d'élasticité) ;
- R_m : la résistance mécanique ;
- A_g : l'allongement maximal réparti.

2.6.3 Essais de traction sur éprouvettes entaillées

Les mécanismes d'endommagement des matériaux ductiles sont liés à l'augmentation de la déformation plastique ainsi qu'à la triaxialité des contraintes (un rappel des définitions et des désignations utilisées concernant les états de contrainte est disponible en Annexe 1). Les démonstrations analytiques ont d'abord été effectuées par McClintock [McClintock 1968] puis par Rice et Tracey [Rice1969] et ont également été développées dans les travaux de Gurson [Gurson 1977]. Depuis, de nombreux auteurs ont confirmé le lien existant entre triaxialité des contraintes et endommagement des matériaux ductiles [Rousselier 1981 ; Chaboche 1984 ; Johnson 1985 ; Lemaitre 2009].

Dans ce contexte, des éprouvettes de géométrie plane entaillées, permettant d'augmenter la triaxialité locale des contraintes pour ces matériaux de faibles épaisseurs, ont été testées dans cette étude. Ces éprouvettes ont notamment été utilisées dans les travaux de Bron [Bron 2004]. L'objectif de l'utilisation des éprouvettes de géométries planes entaillées est double. En premier lieu, elles permettent l'obtention de fortes déformations locales à rupture, permettant ainsi l'identification d'une loi de comportement fiable pour de grandes déformations. Cette information ne pouvant pas être extraite à partir des essais sur éprouvettes lisses car les aciers martensitiques ont une forte tendance à la localisation de la déformation.

Deuxièmement, l'augmentation de la triaxialité des contraintes induite par le design de ces éprouvettes, permettra l'analyse de l'endommagement des aciers de l'étude ainsi que des inclusions qui les composent.

Une première géométrie d'éprouvette entaillée, appelée « notch » a été utilisée. Elle est employée lors d'essais au sein d'ArcelorMittal. La géométrie de cette éprouvette est représentée

sur la Figure 76. Les essais notch sont réalisés sur machine Zwick avec une vitesse de déplacement de 0,34 mm/s.

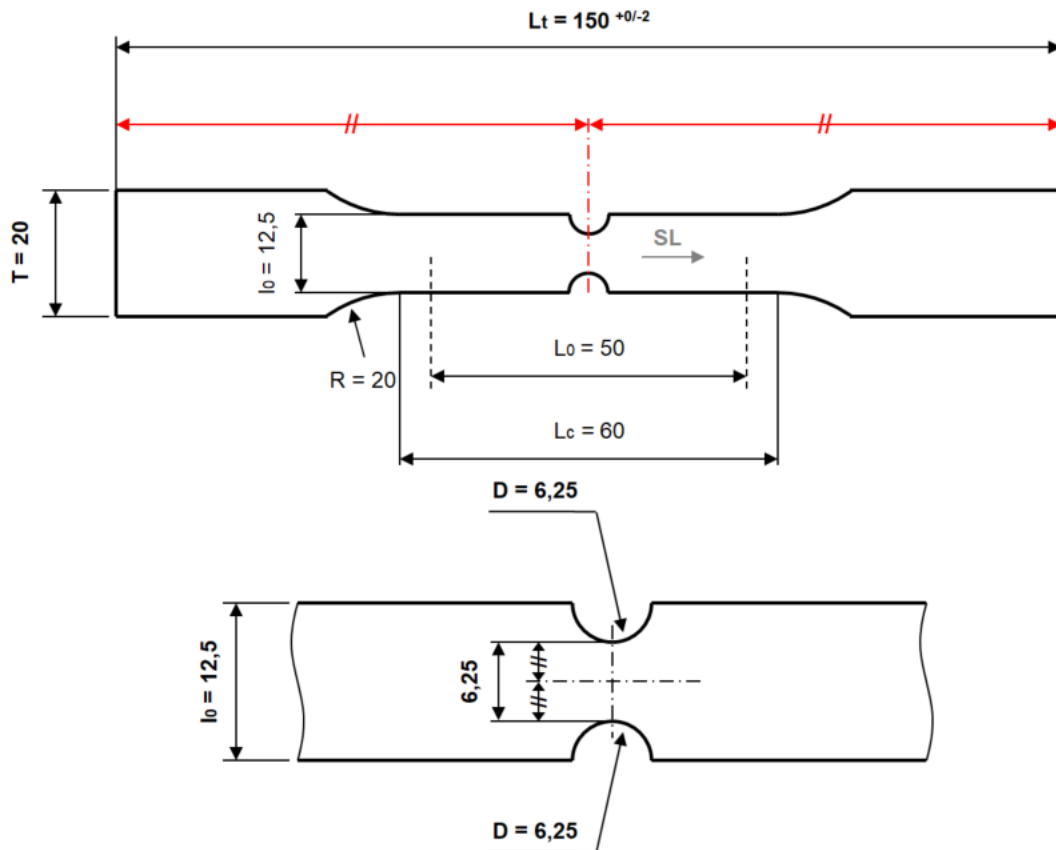


Figure 76 : Schéma de l'éprouvette notch couramment utilisée au sein d'ArcelorMittal

Ces essais sont instrumentés comme les essais sur éprouvettes de traction lisse 12,5x50, à l'aide de deux lasers positionnés à 50 mm d'intervalle. Cependant cette instrumentation ne permet pas un suivi de l'ouverture d'entaille. Pour cela, deux autres géométries d'éprouvettes ont été retenues et sont présentées sur la Figure 77. Ces éprouvettes ont été usinées par électro-érosion, permettant une grande précision sans affecter les propriétés locales du matériau en bord de découpe. Les dimensions exactes de chaque éprouvettes pouvant varier légèrement à cause des intervalles de tolérances, la métrologie a été réalisée avant chaque essai à l'aide d'un pied à coulisse dont l'incertitude est de +/- 0,01 mm. L'ensemble des incertitudes expérimentales associées à des essais mécaniques est détaillé dans [l'annexe 2](#).

L'utilisation de deux rayons d'entaille (1 mm : EU1 et 2 mm : EU2) permet d'obtenir deux taux de triaxialité des contraintes différents. Cela permet une meilleure précision lors de la détermination de la loi de comportement élastoplastique et une étude plus fine des mécanismes d'endommagement ([Chapitre VI](#)). De plus, ces éprouvettes possèdent des encoches permettant la mesure du déplacement au voisinage direct de l'entaille via un extensomètre numérique. Ces essais ont été réalisés sur machine MTS avec cellule de charge 100 kN pilotée en déplacement.

L'alignement de l'éprouvette avec l'axe de sollicitation est indispensable car un désalignement induirait une déformation non-symétrique. Les éprouvettes ont été alors alignées en utilisant une équerre de précision puis une vérification au laser a été effectuée avant chaque essai (Figure 78).

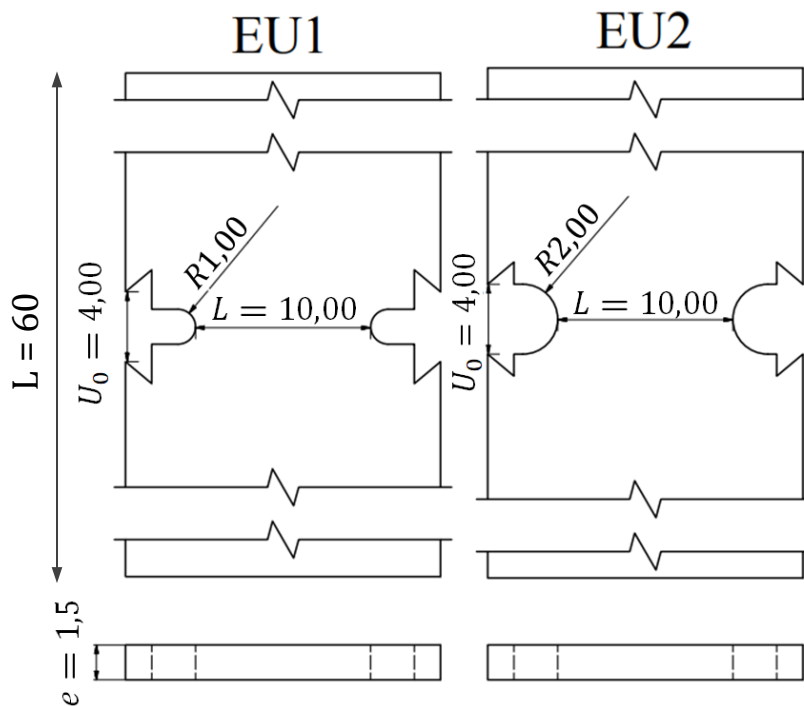


Figure 77 : Schéma des éprouvettes de géométrie plane entaillées, appelées EU1 et EU2 (toutes les dimensions sont données en mm)

La variation de l'ouverture d'entaille ΔU au cours de l'essai est mesurée via deux extensomètres, positionnés au voisinage de chaque entaille. La présence de deux extensomètres de part et d'autre de l'éprouvette permet la vérification de l'alignement de l'éprouvette en comparant des valeurs d'ouverture de chaque extensomètre pour une charge donnée (Figure 78). Une fois cette vérification effectuée, la moyenne des deux valeurs sera conservée. Si l'écart entre les courbes est supérieur à 5%, l'essai n'est pas comptabilisé.

À cause de la faible quantité de matière laboratoire, les essais se sont concentrés sur les nuances Med Ti pour la détermination des paramètres de la loi de comportement, et High Ti pour l'étude de l'endommagement, car il s'agit du matériau le plus riche en inclusions.

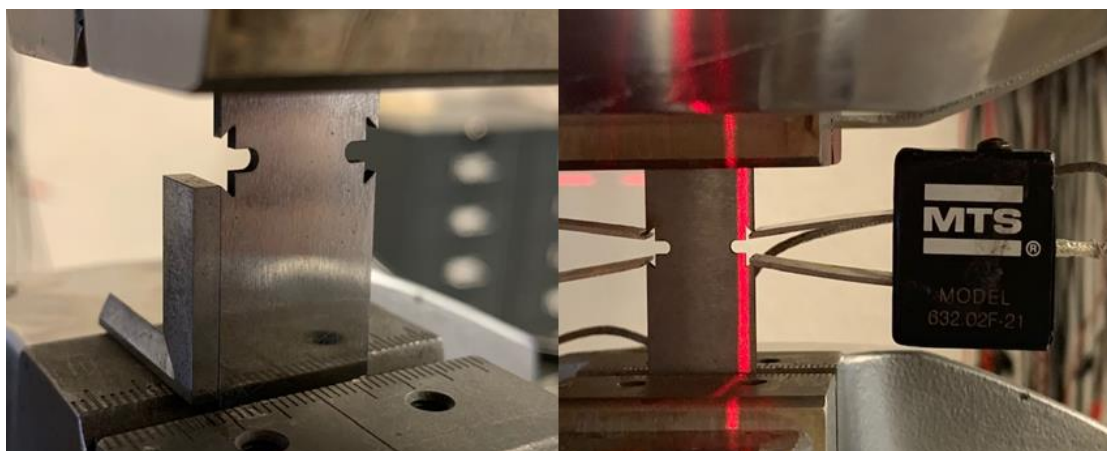


Figure 78 : Alignement d'une éprouvette EU1 avec équerre de précision et vérification au laser après la pose des deux extensomètres.

2.6.4 Essais de déchirure sur éprouvette Kahn

Les essais de déchirure de type Kahn ont été initialement développés par Kaufman et Knoll [Kaufman 1964] pour caractériser la résistance à l'amorçage et la propagation de fissure sur des tôles fines d'aluminium destinées à des applications aéronautiques. Cet essai consiste à appliquer un effort sur une éprouvette de traction avec une entaille à 60° et un faible rayon sur un seul bord. L'essai s'effectue sur éprouvette non-pré-fissurée, dans notre cas le rayon en fond d'entaille est d'environ 150 μm (Figure 79). L'usinage est réalisé par électro-érosion afin de d'obtenir une bonne précision dimensionnelle et sans générer de contrainte résiduelle. Dans notre étude, cette géométrie d'éprouvette a pour but de caractériser la résistance à l'amorçage de fissure sur des aciers à différentes fractions surfaciques d'inclusions afin de voir si celles-ci influent sur la capacité d'un acier à résister à l'amorçage de fissure.

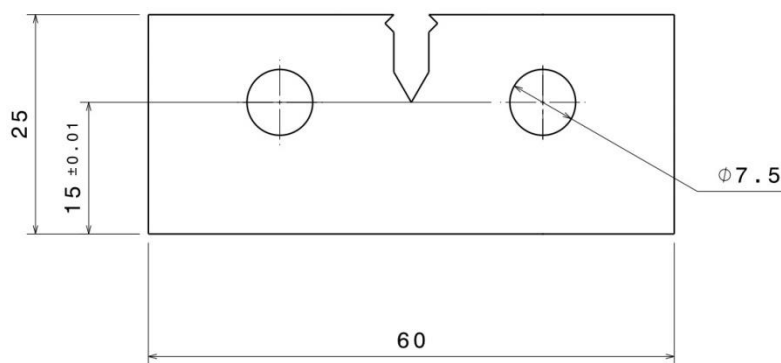


Figure 79 : Schéma des éprouvettes de type Kahn (cotes en mm, épaisseur 1,5mm)

La procédure standardisée pour la réalisation d'essais Kahn sur tôle mince d'aluminium est décrite dans la norme [ASTM B871]. Bien que développée pour les alliages d'aluminium, de nombreux auteurs ont montré la possibilité d'utiliser ces procédures d'essais pour caractériser la résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures sur des aciers à haute résistance mécanique [Walp 2007][Ying 2013][Lorthios 2009] [Frometa 2019].

Par exemple, Ying a utilisé l'essai Kahn pour caractériser les effets de différents paramètres d'emboutissage à chaud sur un acier 22MnB5. Il a montré que l'énergie à l'amorçage de fissure était plus élevée de 20% après une austénitisation à 920 °C pendant 1 min suivi d'un emboutissage à 650 °C que lors de l'utilisation des paramètres conventionnels 900°C-7min. La diminution de la résistance mécanique étant de 2,4%. [Ying 2013].

Lorthios a utilisé les essais Kahn pour étudier les mécanismes d'endommagement dans des aciers TWIP (twinning induced plasticity) à haute teneur en manganèse. Elle avait notamment pu observer la présence d'endommagement localisé en avant de la fissure alors que toutes les autres éprouvettes, notamment traction lisse et EU, rompaient de manière instable sans développement d'endommagement dans le volume. Ceci est lié à la géométrie de l'éprouvette, qui favorise une propagation stable de la fissure. Aucune corrélation directe n'a cependant été établie entre ces cavités et la présence de particules [Lorthios 2009]. Cette information nous permet de savoir qu'il est possible d'observer de l'endommagement sur ces géométries d'éprouvettes.

L'essai Kahn, de par la géométrie d'éprouvette utilisée, force la localisation de la déformation sur une zone de faibles dimensions ce qui induit une sensibilité à l'amorçage de fissure. L'essai Kahn a été choisi pour cette raison dans notre étude qui a pour but de déterminer si les populations

inclusionnaires peuvent avoir un impact sur la création de la première fissure. De plus, la sollicitation en mode I suivant les deux directions (L et T) aidera à conclure sur l'éventuel rôle des alignements d'inclusions sur la résistance à la rupture ductile. L'anisotropie lors d'essais Kahn pourra être comparée à celle obtenue avec les essais de pliage.

Conventionnellement, les directions seront notées L-T et T-L, la première lettre correspond à la direction de sollicitation, la seconde à la direction de propagation de la fissure.

Pour obtenir une mesure précise du déplacement, un extensomètre est positionné dans deux encoches de part et d'autre de l'entaille (Figure 80). Quatre éprouvettes par composition chimique ont été testées, deux dans le sens de laminage (L-T) ainsi que deux dans le sens transverse au laminage (T-L). L'étude de la rupture dans les deux directions a pour but de déterminer et de quantifier une éventuelle anisotropie due à des alignements inclusionnaires.

Une corrélation d'images a été effectuée sur les éprouvettes afin de pouvoir réaliser un suivi d'avancée de fissure. Les éprouvettes ont été peintes en blanc, puis un mouchetis noir a été réalisé sur la surface plane. La taille moyenne du mouchetis réalisé est d'environ 50 μm . L'essai a été filmé à l'aide d'une caméra avec une fréquence d'acquisition de 10 images par seconde. Afin d'effectuer la corrélation d'images, celle-ci a été effectuée à la fin de l'essai via le logiciel VIC-2D.

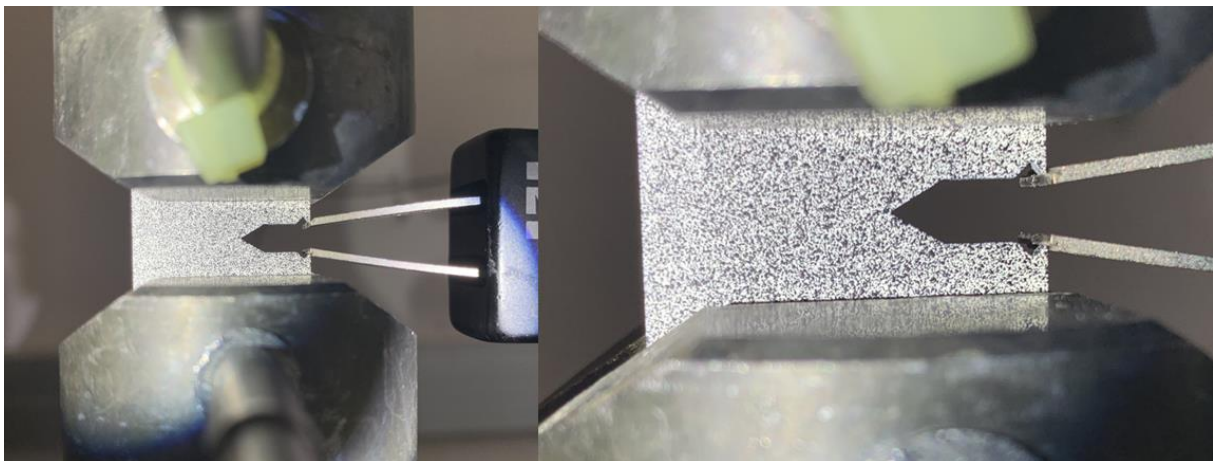


Figure 80 : Dispositif expérimental pour la réalisation d'un essai Kahn avec suivi de champ cinématique par corrélation d'images numériques

L'essai se déroule à une vitesse d'ouverture d'entaille normalisée de 0,083 mm/s et jusqu'à rupture, sur une machine MTS avec cellule de charge de 100 kN. Il en résulte une courbe de l'effort en fonction du déplacement suivant l'axe de la force appliquée. Une courbe typique de l'essai est représentée sur la Figure 81. La résistance à la déchirure est caractérisée pour l'amorçage de la fissure par l'UIE (Unit Initiation Energy), et pour la propagation de la fissure par l'UPE (Unit Propagation Energy) [FROMETA2019]. L'amorçage de fissure est supposé débiter au chargement maximal.

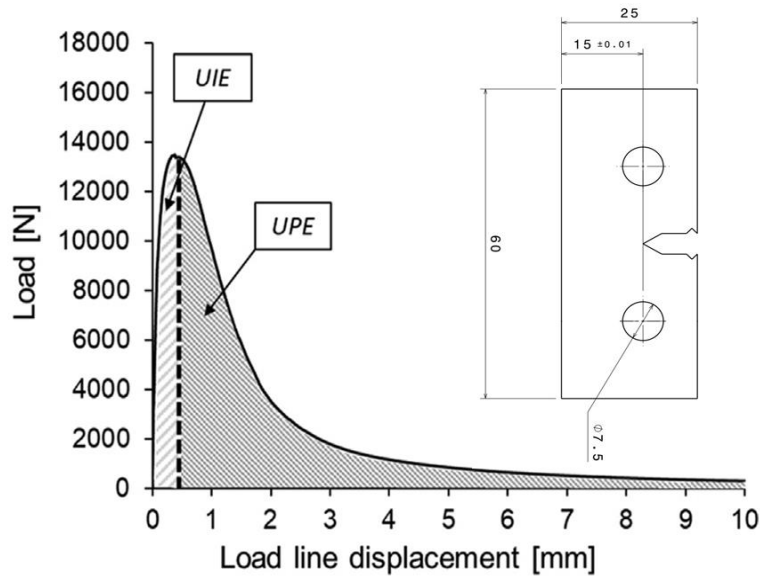


Figure 81 : Courbe force en fonction du déplacement obtenu dans un essai de déchirure ainsi que la géométrie de l'éprouvette Kahn [Frometa 2019]

L'UIE, également appelée énergie d'amorçage par unité de surface, représente l'énergie totale apportée à l'éprouvette (élastique et plastique) nécessaire pour générer une fissure. Elle est obtenue conventionnellement par intégration de la courbe jusqu'au déplacement correspondant à la charge maximale (Figure 81).

L'UPE, également appelée énergie de propagation par unité de surface, est l'énergie par millimètre carré de ligament nécessaire pour propager une fissure dans l'éprouvette de déchirure. Cette valeur est obtenue en divisant l'aire sous la courbe après la charge maximale par la surface de la zone fissurée. Un suivi de propagation de fissure est donc nécessaire.

Notons que de bonnes corrélations ont été constatées entre l'énergie de propagation de fissure et la ténacité en déformation plane sur des alliages d'aluminium [Kaufman 1965]. L'énergie de propagation de fissure obtenue dans les essais Kahn peut donc être un paramètre approprié pour quantifier la résistance à l'amorçage de fissure des tôles minces des alliages ductiles.

2.6.5 Essais de pliage VDA238-100

Cet essai implique l'utilisation d'un poinçon de faible rayon (0,4 mm) venant exercer un effort localisé sur une éprouvette carrées (60x60 mm) placée en contact sur deux rouleaux en rotation, le contact est non lubrifié mais considéré sans frottement du fait que les rouleaux tournent librement autour de leur axe. Les éprouvettes sont découpées puis les bords sont ébavurés afin d'éviter que l'amorçage de fissure ne provienne d'un défaut dû à la découpe. La Figure 82 montre un schéma représentatif de l'essai de pliage réalisé conformément à la norme VDA238-100 couramment utilisée pour ce test [VDA 2017]. Les essais ont été réalisés sur machine Zwick 100 avec une vitesse de déplacement 20 mm/min.

Les principales différences avec un pli généré lors d'un crash sont que lors de l'essai de pliage le lieu et la vitesse de déformation sont imposés, et la vitesse de sollicitation est plus élevée lors d'un crash. L'essai est interrompu lorsque la chute de charge dépasse 60 N, il s'agit du critère indiquant la fissuration à l'extrados de l'éprouvette. Une vérification visuelle est réalisée afin de s'assurer qu'une ou des fissures sont générées sur l'extrados. Les principales valeurs qui vont

être extraites de cet essai sont l'angle de pliage à rupture, la force maximale et le déplacement maximal.

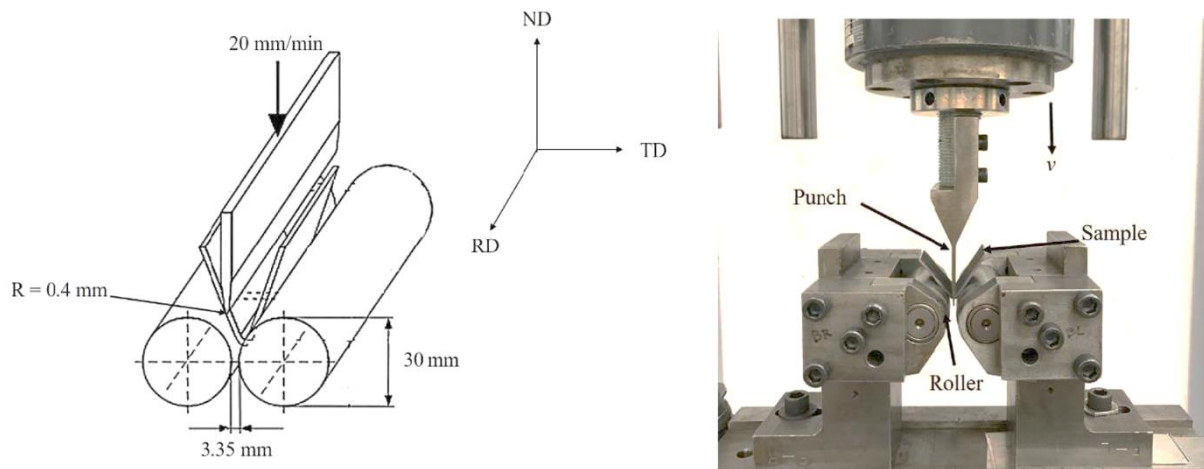


Figure 82 : Schéma et photographie d'un essai de pliage en sens transverse de la tôle laminée (TD) [GOLEM2019]

L'essai de pliage permet de quantifier les « conséquences mécaniques » de phénomènes métallurgiques n'ayant pas d'incidence détectables sur la courbe de traction uniaxiale (présence et alignements d'inclusions [Philippot 2019], décarburation de surface [Liu 2019], ségrégations [Rèche 2011], taille des anciens grains austénitiques [Golem 2019]). Ainsi des matériaux ayant des comportements en traction similaires ($R_{p0,2}$, R_m , A_g) peuvent avoir des déformations à rupture en pliage nettement variables si ces différents paramètres varient.

La déformation maximale à rupture (fracture strain) dépendra donc de la loi de comportement macroscopique, mais également de ces paramètres matériaux que nous venons d'énumérer. Ceux-ci peuvent être différents suivant les deux directions de sollicitations, les essais seront donc réalisés suivant la direction de laminage (RD) ainsi que la direction transverse (TD), 3 essais par condition. Un schéma a été réalisé pour représenter la direction du pli lors d'un essai, par rapport à la direction de laminage de la tôle (Figure 83).

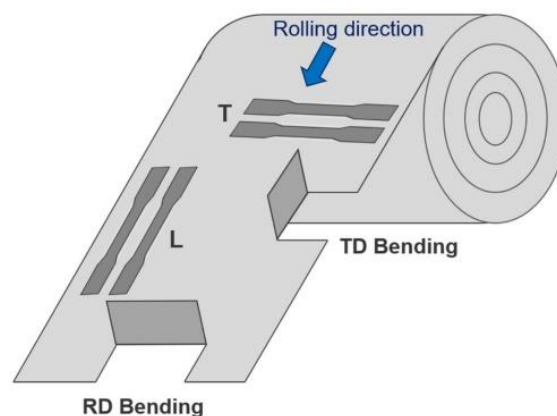


Figure 83 : Schéma du prélèvement des éprouvettes par rapport à la direction de laminage.

Un angle de pliage élevé signifie que le matériau permet d'obtenir localement des déformations plastiques élevées sans générer de fissure. La combinaison entre des propriétés mécaniques élevées déterminées dans les essais de traction ($R_{p0,2}$, R_m) et un angle de pliage à rupture important, sont des informations de premier ordre pour l'estimation de la capacité d'absorption d'énergie en déformations planes. De plus, en raison de la faible sensibilité à la vitesse de

déformation de ces aciers martensitiques [Mishra 2017], la déformation à rupture peut être utilisée efficacement pour la prédiction des performances dans les conditions de déformation d'un crash [Dietsch 2017]. Lors de cet essai, des bandes de localisation vont être générées à l'extrados de l'éprouvette et suivant un angle de 45°. Elles ont notamment été observées et modélisées par Rèche et sont observable sur la Figure 84 [Rèche 2011].

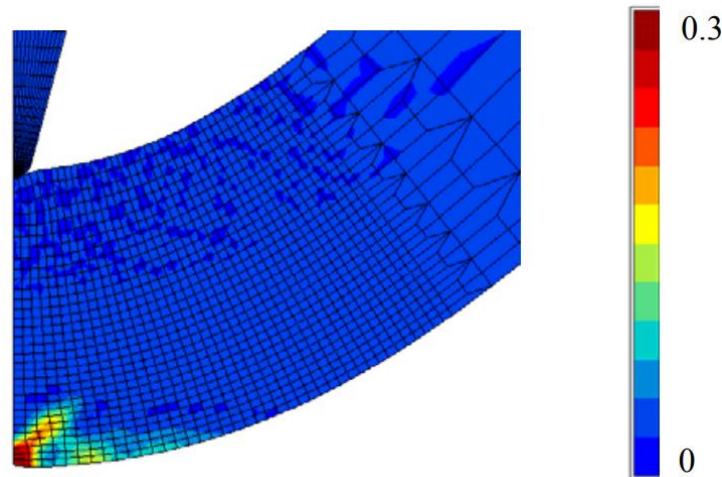


Figure 84 : Bande de localisation de la déformation obtenue via la simulation numérique d'un essai de pliage sur un acier TRIP. [Reche 2011]

La principale valeur à extraire de ces essais est l'angle de pliage. Cette valeur servira de critère de comparaison en fonction des paramètres métallurgiques des nuances étudiées. De plus, les courbes charge-déplacement pourront être comparées, les aires sous celles-ci correspondent à l'énergie absorbée lors de l'essai pour réaliser un pli de la matière.

2.6.6 Caractérisation mécanique des inclusions par nano-indentation

La rupture ductile des aciers est gouvernée par la présence d'inclusions mais aussi par leurs propriétés mécaniques ainsi que leur cohésion avec la matrice. Le module d'Young des particules va influencer sur le report de charge lors de fortes déformations. Cette propriété, ainsi que la taille de l'inclusion, sa ténacité à l'amorçage et sa cohésion avec la matrice, sont des paramètres qui vont influencer sa rupture. Il est nécessaire de déterminer le comportement mécanique des nitrures de titane dans le but d'améliorer la compréhension de la rupture ductile macroscopique des PHS, et également d'implémenter ces caractéristiques mécaniques dans le modèle numérique afin de simuler le plus fidèlement possible le comportement de la matrice au voisinage des inclusions lors de fortes déformations plastiques qui ont lieu dans un crash automobile.

Cependant, peu de méthodes expérimentales sont disponibles pour déterminer les propriétés mécaniques des TiN directement dans les aciers à cause de leur taille (1-5 μm). Depuis plusieurs années, les essais de nano-indentation se sont révélés compatibles avec la mesure de la dureté et du module d'Young sur des zones de faibles dimensions comme des couches minces ou des inclusions [Shojaei I1998] [Chen 2017] [Costaesilva 2019].

Le principe est identique aux tests de dureté ou de micro-dureté instrumentés mais à des échelles de pénétration de l'ordre d'une centaine de nanomètres. La géométrie et les propriétés

mécaniques de la pointe sont connues. Cependant lors d'essais de nano-indentation l'empreinte est trop petite pour être mesurée en imagerie optique comme cela pourrait être le cas en micro-indentation. La méthode utilisée est une mesure de la profondeur d'indentation qui est réalisée continuellement lors de l'essai, permettant de déterminer de la dureté du matériau car la géométrie de l'indenteur est connue. Il s'agira dans nos essais d'un indenteur de type Berkovich en diamant.

En se basant sur la théorie de la déformation élasto-plastique et en utilisant la méthode de Oliver-Pharr [Oliver 1992], une dureté H ainsi qu'un module de contact E_r peuvent être extraits des courbes expérimentales charge-déplacement.

En se basant sur la théorie de Hertz pour déterminer le module d'élasticité de deux solides en contact, Sneddon [Sneddon 1965] détermine que le module d'Young E du matériau peut-être calculé grâce au module de contact réduit E_r et au coefficient de Poisson du matériau ν d'après l'équation 12 :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (12)$$

Où E_i est le module d'Young et ν_i le coefficient de Poisson de l'indenteur, dont les valeurs valent respectivement 1140 GPa et 0,07 [Oliver 1992].

Le coefficient de Poisson utilisé pour les inclusions de nitrure de TiN vaut 0,295 [Perry 1990].

La détermination du module de contact réduit E_r est réalisée via l'équation 13 :

$$S = \frac{2}{B \cdot \sqrt{\pi}} \cdot E_r \cdot \sqrt{A_p} \quad (13)$$

Où :

- B est un paramètre géométrique dépendant de l'indenteur,
- S : La pente de la courbe au début de la décharge,
- A_p : la surface projeté de l'indent après relâchement de la charge.

Dans notre étude, le paramètre géométrique de l'indenteur de type Berkovich vaut 1,034 [Oliver 1992].

Une représentation schématique de l'indentation est disponible sur la Figure 85.

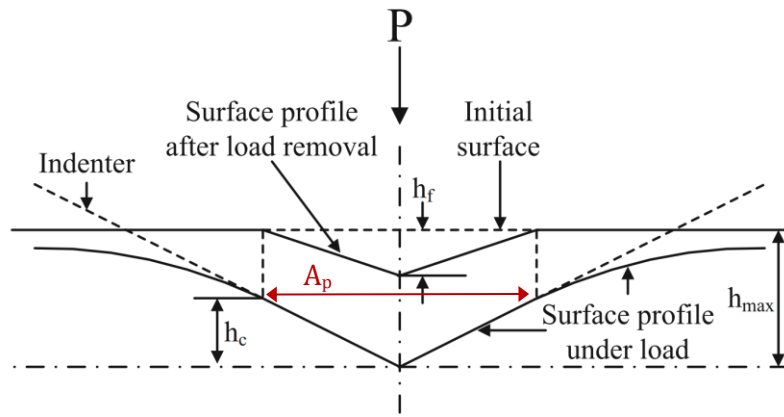


Figure 85 : Schéma d'une indentation sur matériau élasto-plastique [WANG2014]

- h_c : profondeur suivant laquelle de contact indent-matrice est effectué,
- h_f : profondeur finale après décharge,
- P : Charge d'indentation,
- h_{max} : profondeur de l'indent à la charge maximale

Dans l'hypothèse d'un matériau purement plastique, $h_f=h_{max}$

Une représentation de la courbe charge-déplacement issue de cet essai est donnée sur la Figure 86.

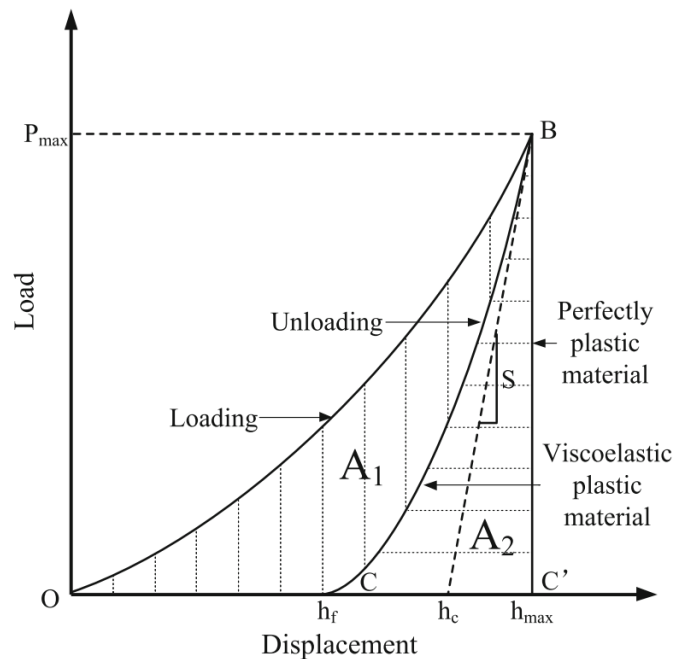


Figure 86 : Schéma de la courbe force déplacement issue d'un essai de nano-dureté [Wang 2014]

- A_1 : Travail plastique (dans le cas d'un matériau visco-plastique),
- A_2 : Travail élastique (dû au retour élastique au déchargement).
- S : La pente de la courbe au début de la décharge
- P_{max} : Charge maximale

En nano-indentation, la dureté est définie comme le rapport de la charge (P) par la surface projetée de l'indent (A_p) (eq. 14) :

$$H = \frac{P}{A_p} \quad (14)$$

La dureté Vickers HV peut être déterminée à partir de la dureté issue de nano-indentation H suivant la norme ISO14577 [ISO 14577] (eq. 15):

$$HV = 92,62 \cdot H \quad (15)$$

L'objectif principal est de déterminer les propriétés de nitrures de titane. Cet agencement peut induire une anisotropie élastique suivant la direction de sollicitation par rapport au plan atomique. Pour la déterminer, les essais de nano-dureté ont réalisés sur plusieurs particules de différentes formes et orientations cristallines par rapport à la direction de sollicitation. Une analyse EBSD des particules indentées a été réalisée afin d'évaluer les valeurs obtenues avec l'orientation de la particule.

Pour la détermination des propriétés des particules, d'autres précautions sont à prendre en compte. La taille de la particule peut avoir une influence sur la dureté et le module d'Young déterminés par nano-indentation. Si ces valeurs, intrinsèques à l'inclusion, ne sont pas censées varier en fonction de sa taille, l'essai d'indentation va sonder un volume équivalent à plusieurs fois la dimension de l'indent. La valeur apparente pourra ainsi être affectée par celle de la matrice sous-jacente. D'après la littérature le module d'Young d'un TiN se situe entre 251 et 600 GPa, soit systématiquement plus élevé que la matrice martensitique. La réalisation d'essais sur différentes tailles d'inclusions et sous différentes charges a eu pour but de s'affranchir de cette incertitude.

2.6.7 Synthèse des informations sur la caractérisation mécanique

Les méthodes de caractérisation mécanique des aciers de l'étude ont été présentées. Un récapitulatif des informations est présenté dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Synthèse des informations extraites lors des essais de caractérisation mécanique, ainsi que leurs limitations respectives.

Informations	Utilité pour l'étude	Moyens	Limitations
Comportement élastoplastique petites déformations	Déterminer les valeurs de Rp0.2, Rm et Ag, ainsi qu'obtenir l'allure de l'érouissage en faible déformations	Traction uniaxiale	-Les essais normalisés 12x50 (base de données ArcelorMittal) nécessitent des quantités de matière importantes au vu des disponibilités des matériaux laboratoire. -La tendance à la localisation de la déformation ne permet pas d'étudier le comportement en grande déformation avec cet essai.
Comportement élastoplastique en grandes déformations	Modéliser le comportement élastoplastique en grandes déformations. Déterminer un critère	Traction sur éprouvettes entaillées	Nécessite un suivi précis et symétrique des ouvertures d'entaille. Un faible endommagement suffit à générer la rupture instable, son

	d'endommagement des inclusions		étude est donc délicate.
Ductilité locale à rupture en déformations planes	Etudier l'amorçage de fissure et l'endommagement en déformations planes	Essai de pliage VDA 238-100	Sensibilité forte à l'état de surface ainsi qu'aux propriétés mécaniques de la peau des éprouvettes.
Energie nécessaire à l'amorçage ainsi qu'à la propagation de fissure	Déterminer l'impact des populations sur l'énergie nécessaire à l'amorçage ainsi qu'à la propagation de fissure.	Essai de déchirure sur éprouvette de type Kahn	Coût matière important. Nécessite un montage spécifique anti-flambement pour les faibles épaisseurs. Suivi de fissuration complexe pour les aciers à très haut Rm (>1500MPa) car potentiellement instable.
Module d'Young et dureté des inclusions	Implémenter ces valeurs dans les modèles mécaniques pour obtenir une répartition la plus exacte possible de l'état de contraintes au voisinage d'une inclusion. Permettre la modélisation de la germination et de l'endommagement.	Essai de nano-dureté	Tailles d'inclusions faibles (<5µm) rendant la mesure complexe et augmentant les incertitudes. Risque d'enfoncement de la particule dans la matrice sous l'effort, induisant une diminution de la dureté par rapport à la valeur réelle.

Chapitre III

Microstructure : incidence sur la ductilité

D'après des données disponibles dans la littérature et présentées dans le **Chapitre I**, ainsi que des résultats internes d'ArcelorMittal, la distribution des carbures de fer et la taille de grains austénitiques sont des facteurs influençant la ductilité des aciers emboutis à chaud.

Ce chapitre présente deux études qui ont permis d'isoler autant que possible ces paramètres métallurgiques et d'en quantifier les conséquences sur les propriétés mécaniques et à rupture d'aciers industriels et de laboratoire.

Chapitre III Microstructure : incidence sur la ductilité 100

3.1 Influence de la température de revenu sur les ductilités des aciers martensitiques emboutis à chaud	101
3.1.1 Objectif et protocole expérimental	101
3.1.2 Matériaux sélectionnés.....	101
3.1.3 Conditions d'austénitisation	102
3.1.4 Conditions de revenu	102
3.1.5 Caractérisation microstructurale et mécanique	103
3.1.6 Analyse de la microstructure et des carbures.....	104
3.1.7 Effet du revenu sur le comportement élastoplastique.....	109
3.1.8 Effet du revenu sur le comportement en pliage.....	116
3.1.9 Conclusion.....	120
3.2 Influence de la taille de grain austénitique sur la ductilité et la résistance mécanique	121
3.2.1 Démarche expérimentale	121
3.2.2 Evolution de la taille de grain en fonction du temps et des températures de traitement thermique.....	126
3.2.3 Corrélations entre comportement élastoplastique, pliabilité et PAGS	128
3.2.4 Conclusion.....	135
3.3 Conclusion du chapitre III	136

3.1 Influence de la température de revenu sur les ductilités des aciers martensitiques emboutis à chaud

La distribution des carbures de fer formés pendant le revenu à basse température après trempe est un facteur primordial dans les mécanismes de déformation (mécanisme d'Orowan) et d'endommagement de la martensite (sites de germination potentiels de cavités ou de microfissure). Cependant les corrélations entre le type de carbures, leur répartition spatiale, leur taille et les propriétés de la matrice martensitique restent mal comprises.

Cette partie des travaux a pour but de déterminer l'influence de différentes populations de carbures sur la ductilité de deux aciers martensitiques à iso résistance mécanique, au travers d'essais de traction uniaxiale et de pliage.

3.1.1 Objectif et protocole expérimental

a) Approche

Les aciers de cette étude possèdent une microstructure initiale ferrito-perlitique, qui va être austénitisée puis trempée sous presse afin d'obtenir une microstructure 100% martensitique. Ils subiront ensuite un revenu d'une durée de 20 minutes dont la température de traitement sera augmentée par rapport à celle utilisée industriellement. Il est connu de la littérature que l'augmentation de la température de revenu diminue la résistance mécanique des PHS [Haiko 2019]. Un tel changement de température de revenu va permettre de forcer la diminution de résistance mécanique du Grade 0,23C, et la rendre comparable à celle d'un Grade 0,18C ayant subi un revenu à plus basse température. Cela va permettre d'obtenir deux aciers ayant des résistances mécaniques équivalentes, mais avec des distributions de carbures de transition différentes.

Dans cette étude, deux séquences de traitements thermiques seront réalisées afin d'obtenir deux tailles de grains austénitiques différentes, et par conséquent de faire varier la taille des microconstituants [Galindo 2015]. La comparaison des tendances pour deux tailles de grains austénitiques sera réalisée. L'étude fine des effets de la taille de grains austénitiques sur les propriétés de la martensite sera présentée dans la deuxième partie de ce chapitre.

3.1.2 Matériaux sélectionnés

Les deux matériaux étudiés ici sont le Grade 0,18C et le Grade 0,23C qui ont été présentés dans le Chapitre II.2), et dont les compositions chimiques sont rappelées dans le Tableau 10. Cette variation modeste de la teneur en carbone devrait induire un écart estimé de résistance mécanique de la martensite de l'ordre de 145MPa, d'après l'équation développée par Takaki [Takaki 2012]. Afin de compenser une partie de cette perte de durcissement, du manganèse est ajouté à hauteur de 2% massique. Les autres éléments d'addition tels que Ti et B sont présents en quantités similaires dans les deux aciers. Les teneurs en éléments résiduels, non présentées ici, sont équivalentes. Afin d'être comparés entre eux, les deux aciers possèdent des états de surface similaires après emboutissage (revêtus).

Tableau 10 : Composition chimique (% massique) des deux aciers étudiés

% .mass	C	Mn	Ti	B	N
Grade 0,18C	0,18	2,01	0,032	0,002	0,0022
Grade 0,23C	0,23	1,18	0,034	0,003	0,0042

3.1.3 Conditions d'austénitisation

Afin de faire varier la taille de grains austénitiques, deux conditions d'austénitisation ont été appliquées à chacun des deux grades. Le premier, 900°C-6min, est un cycle « classique » utilisé pendant l'emboutissage à chaud réalisé industriellement. Il permet une austénitisation complète de l'ensemble de la tôle tout en minimisant le temps dans le four afin de limiter la croissance de grain austénitique, et permettant une bonne productivité industrielle. Le second, 930°C-12min, permet de favoriser la croissance des grains austénitiques tout en restant dans le domaine des conditions applicables industriellement.

3.1.4 Conditions de revenu

L'approche expérimentale proposée repose sur la réalisation de revenus d'une durée de 20 minutes, qui correspond au temps classique utilisé industriellement pour la cuisson de la peinture sur la caisse en blanc. La température appliquée pour le traitement industriel est de 170 °C. Dans notre étude, nous nous intéressons à quatre conditions de revenus, afin de cibler les trois domaines précédemment décrits, plus une condition brute d'emboutissage, n'ayant subi que l'auto-revenu. Ces températures ont été choisies afin de cibler les différents phénomènes métallurgiques décrits par Speich [Speich 1969], pour en comprendre les effets sur le comportement mécanique :

- Brut d'emboutissage (mélange de martensite fraîche et de martensite auto-revenue, noté « Revenu 20°C » pour la suite)
- 170°C - 20min
- 230°C - 20min
- 300°C - 20min

Pour résumer les traitements thermiques réalisés sur les deux aciers industriels, la Figure 87 représente schématiquement les différentes conditions d'essais qui vont être réalisées. Pour un même traitement thermique d'emboutissage, un léger écart entre les matériaux a été représenté sur le schéma afin d'améliorer la lisibilité, sans suggérer de différence de taille de grains austénitiques significatives entre les deux aciers à iso traitement thermique d'emboutissage.

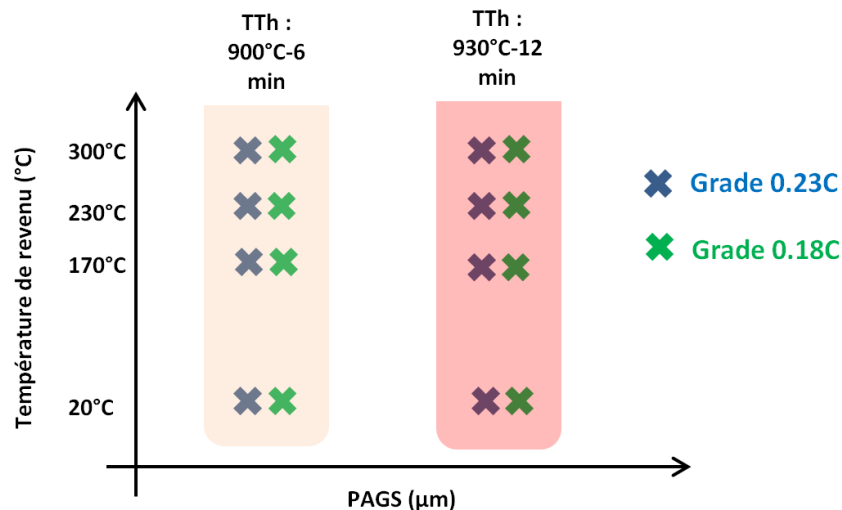


Figure 87 : Schéma des traitements thermiques réalisés (austénitisation, trempe et revenus) sur les deux aciers industriels Grade 0.18C et Grade 0.23C

3.1.5 Caractérisation microstructurale et mécanique

En premier lieu, une quantification de la taille des anciens grains austénitiques a été réalisée via la méthode décrite au [chapitre II](#).

L'analyse des carbures a été effectuée via des répliques carbonées. Une attaque Nital 4% a été effectuée sur les deux grades après les différents revenus. Les carbures, ainsi que les différents précipités, ont pu être extraits grâce à l'application puis au retrait d'une feuille d'acétate de cellulose. Une feuille d'acétate de cellulose a été appliquée sur l'échantillon, préalablement arrosé d'acétone. Après séchage, la feuille d'acétate est retirée, puis placée dans l'évaporateur carbone. Les carbures, ainsi que les différents précipités, ont été extraits sur la feuille. Un dépôt de carbone d'environ 50 nm d'épaisseur a été réalisé sur la face contenant les carbures. Des carrés de 3mm de côté ont été découpés, puis placés sur des grilles en cuivre. La feuille de cellulose est dissoute grâce à un mélange de dichlorométhane et de méthanol. La couche de carbone, contenant les précipités, adhère à la grille en cuivre. L'analyse de ces particules a ensuite été réalisée via un microscope électronique en transmission (MET).

Les essais de traction ont permis d'obtenir le comportement élastoplastique (limite d'élasticité, écrouissage, résistance mécanique à la rupture) pour l'ensemble des états obtenus.

Les essais de pliage ont été réalisés pour quantifier la pliabilité qui permet d'estimer la déformation locale à rupture en déformations planes.

3.1.6 Analyse de la microstructure et des carbures

La Figure 88 permet de visualiser les microstructures obtenues pour les deux aciers après austénitisation et trempe, dans les deux conditions d'emboutissage.

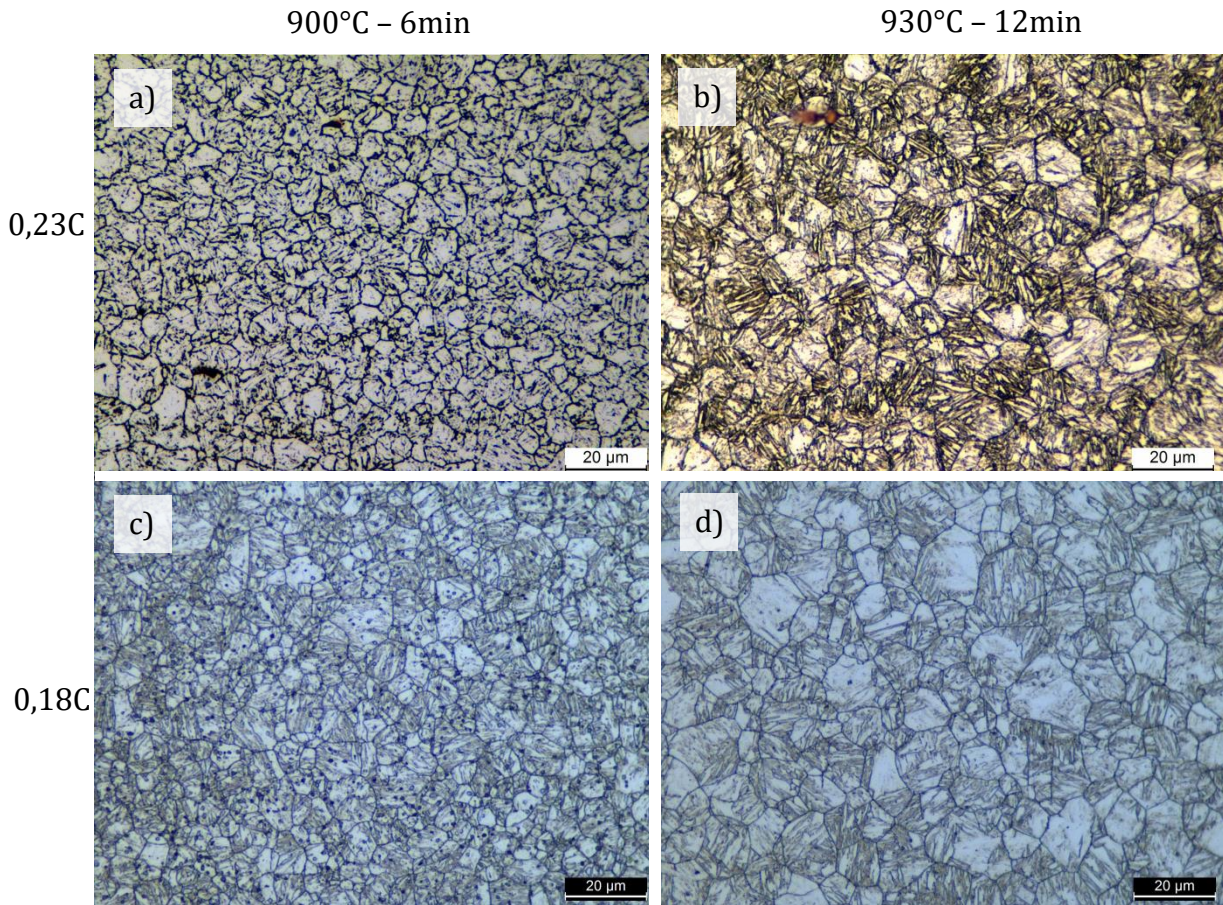


Figure 88 : Micrographie après attaque Marshall : a) Grade 0.23C 900°C-6min, b) Grade 0.23C 930°C-12min, c) Grade 0.18C 900°C-6min, d) Grade 0.18C 930°C-12min

Les tailles de grains austénitiques moyennes sont répertoriées dans le Tableau 11.

Tableau 11 : Tailles moyennes des anciens grains austénitiques pour les Grade 0.18C et Grade 0.23C suivant les deux traitements thermiques d'austénitisation

	Température (°C)	Temps (min)	PAGS (µm)
	900	6	6,0
Grade 0.18C	930	12	9,7
	900	6	5,6
Grade 0.23C	930	12	10,4

Pour un même traitement d'austénitisation, les valeurs de PAGS obtenues sont proches pour les deux matériaux. Cela est cohérent avec le fait que les éléments et quantités de microalliage dans ces deux aciers sont semblables. Par convention et pour la suite de l'étude, nous ne

considérons pas d'écart de PAGS entre ces deux aciers ayant subi un même traitement thermique, les noms donnés pour la suite seront « PAGS 6 μm » et PAGS 10 μm ».

Afin de pouvoir faire le lien entre les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques, des analyses de la distribution des carbures ont été réalisées sur les répliques carbone.

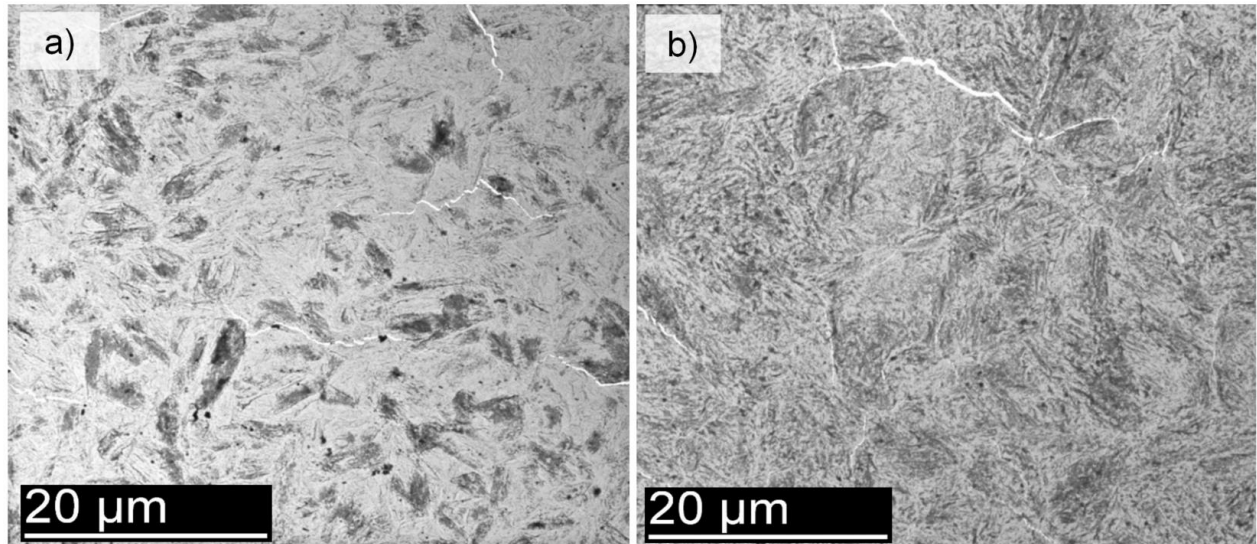


Figure 89 : Micrographies MET (champ clair) sur répliques carbone du Grade 0.23C : a) revenu 20°C, b) revenu 300°C-20min

À faible grossissement, les aciers n'ayant subi que l'auto-revenu présentent une répartition spatiale hétérogène des carbures (Figure 89a) avec des régions riches en carbures, sans doute du fait de l'auto-revenu après transformation martensitique (premières zones de martensite formée) et avec des régions pauvres en carbures, sans doute composées de martensite formée plus tard lors du refroidissement, et donc à plus basse température. L'observation du même acier après un revenu à 300°C pendant 20 min montre une répartition plus homogène de carbures (Figure 89b).

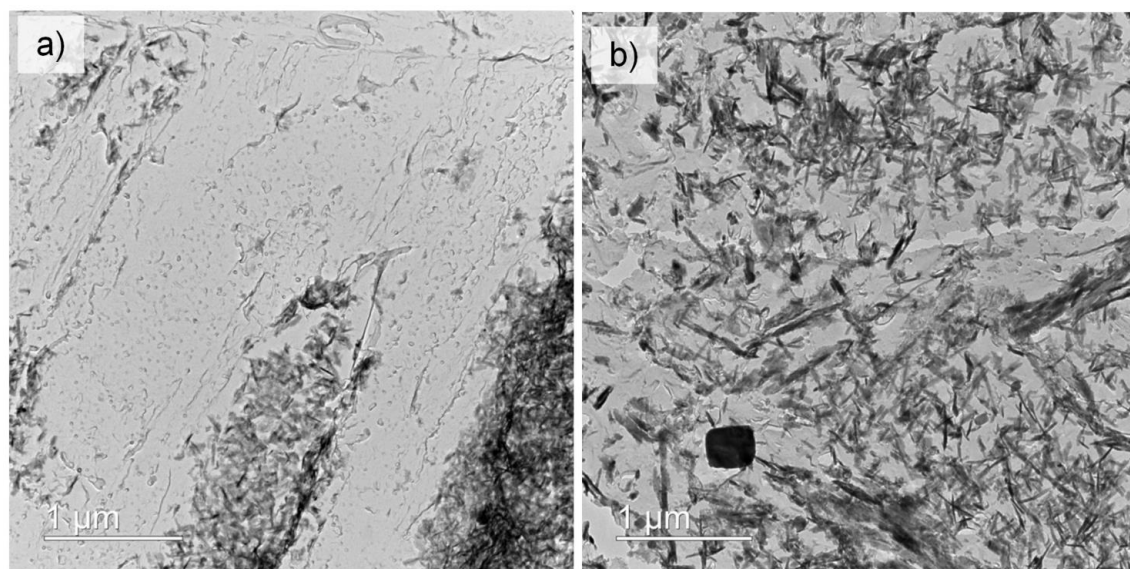


Figure 90 : Micrographies MET (champ clair) sur répliques carbone du acier Grade 0.23C (PAGs : 6 μm) : a) non revenu, b) revenu 300°C-20min

Une homogénéisation de la répartition des carbures semble donc être corrélée avec la réalisation du revenu à 300°C. La réalisation d'une réplique carbone sur un acier ayant subi un revenu à 170°C permet d'obtenir une donnée intermédiaire afin de suivre cette évolution de la répartition spatiale des carbures. Nous pouvons voir sur la Figure 91 que les zones de grande concentration en carbures sont toujours présentes, mais qu'entre elles des carbures, moins nombreux, ont commencé à se former. Cependant la répartition reste hétérogène avec des densités de carbures plus élevées dans les zones où les carbures se sont formés à l'auto-revenu, par rapport aux endroits où les carbures ont précipité durant le revenu à 170°C.

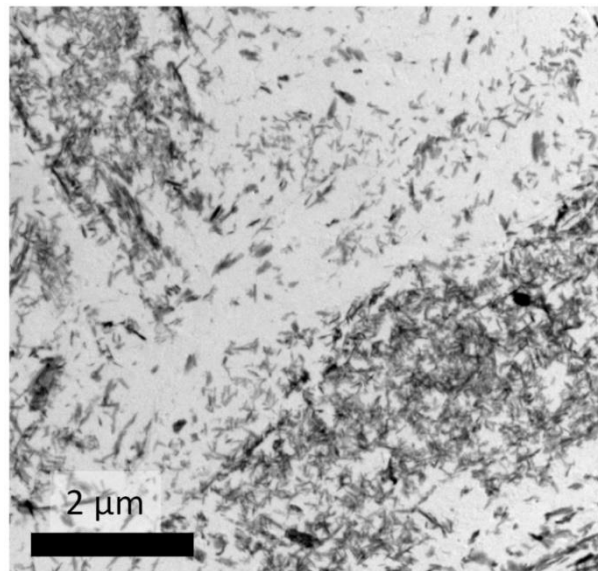


Figure 91 : Micrographies réalisées en MET sur répliques carbone d'un acier Grade 0.23C revenu à 170°C pendant 20 min

Cette répartition inégale ainsi que la différence de tailles des carbures est également observable à plus fort grandissement sur des aciers bruts de trempe (Figure 90). Ceci est observable à la fois sur le Grade 0.18C et sur le Grade 0.23C. La répartition hétérogène des carbures avant revenu est montrée pour le Grade 0.18C et le Grade 0.23C sur la Figure 92 pour deux différentes tailles de grains austénitiques.

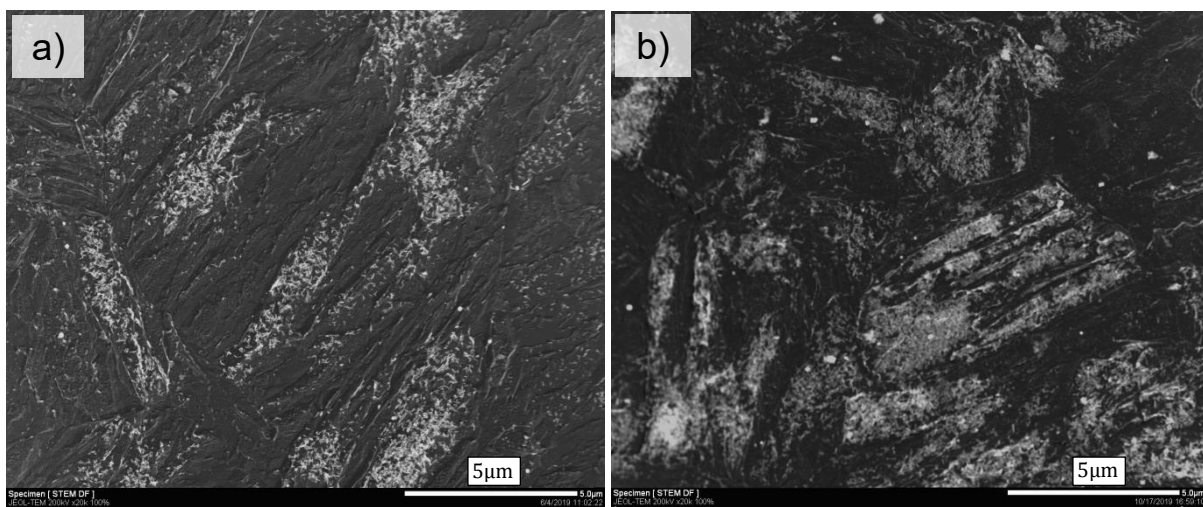


Figure 92 : Hétérogénéité de la répartition des carbures observés en MET en champ sombre sans revenu : a) Grade 0.18C, PAGS 10 µm, b) Grade 0.23C, PAGS 6 µm

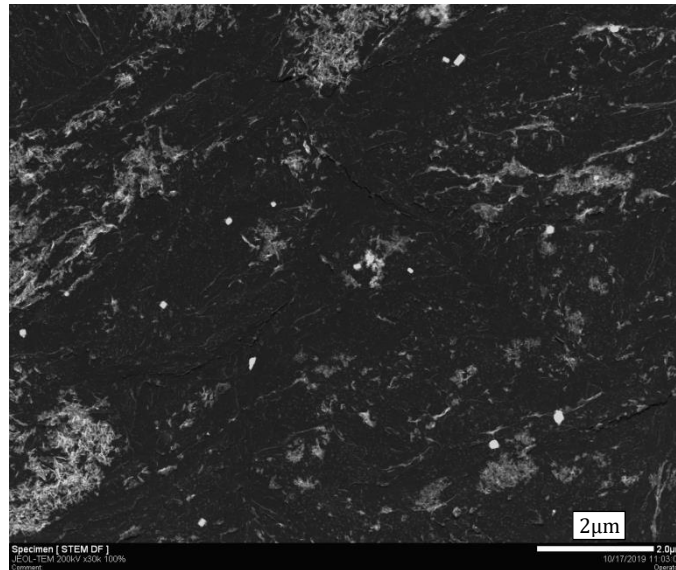


Figure 93 : Micrographie réalisées en MET en champ sombre sur répliques carbone de l'acier Grade 0.23C revenu 20°C

Ces observations ont aussi montré qu'une autre population de particules de tailles supérieures aux carbures de fer est présente. L'utilisation de l'imagerie en champ sombre sur un Grade 0.23C non revenu a permis de les mettre facilement en évidence, il s'agit des particules apparaissant fortement en blanc (Figure 93). Ces particules ne semblent pas être localisées dans les zones les plus riches en carbures. Elles ne se trouvent donc pas spécifiquement dans les zones ayant subi le plus d'auto-revenu. Il est peu probable que ces particules aient piégé localement le carbone, car dans ce cas il s'agirait des premières zones martensitiques formées, et par conséquent les plus auto-revenues.

Les différentes particules observées semblent sphériques et de tailles similaires (environ 300-400 nm). Une analyse chimique a permis de mettre en avant les différences de compositions de ces particules. La Figure 94 représente une cartographie EDS de la zone observée sur la Figure 93. Pour ce qui est des éléments métalliques, certaines particules sont principalement constituées de Ti, l'azote étant difficilement quantifiables sur réplique carbone, et le carbone non pas quantifiable du tout. La taille de ces particules et leur composition chimique laissent supposer qu'il s'agit de TiC et/ou Ti(C,N) (Figure 94a).

Les autres particules sont en revanche majoritairement constituées de fer, et sont divisées en deux catégories. Les plus grosses sont sphériques et de taille identiques aux TiC précédemment mentionnés. L'analyse EDS permet de différencier ces carbures de fer et les TiC qui ont des tailles et des géométries semblables (Figure 94b).

La deuxième population de carbures de fer est facilement identifiable, car ces carbures sont plus fins, élancés, et regroupés par paquets au sein de certaines lattes de martensite. Ils apparaissent ainsi comme des amas sur la Figure 94.

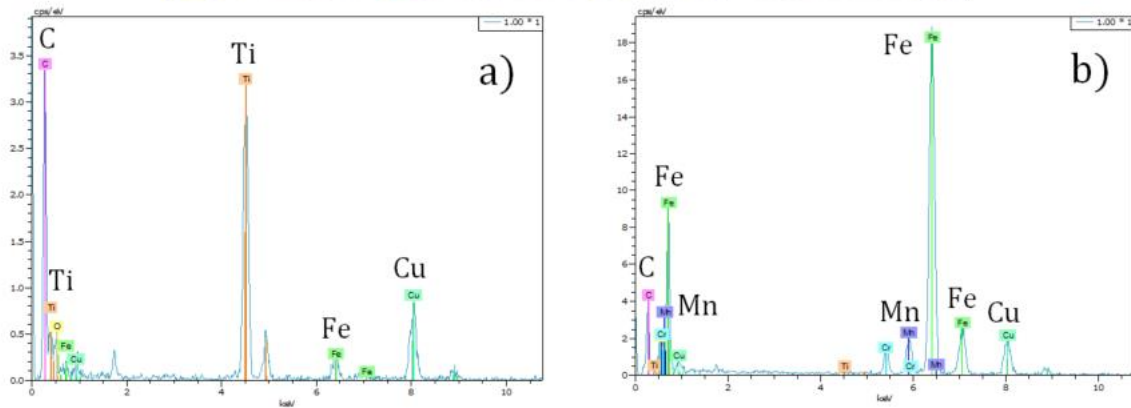
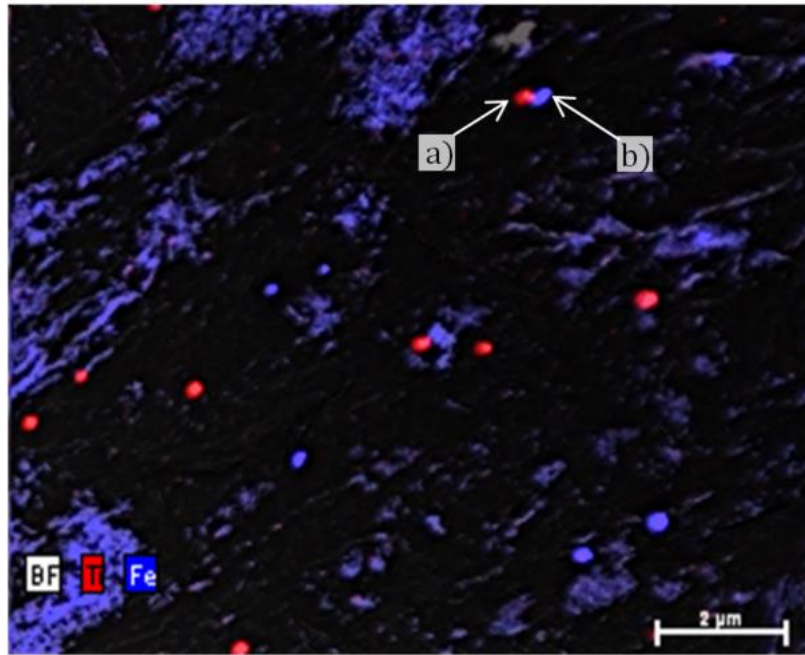


Figure 94 : Cartographie EDX de l'acier Grade 0.23C non revenu, analyse chimique montrant la présence : a) d'un Ti(C,N), b) d'un carbure de fer. Présence de particules riches en titane en plus des carbures (Le pic de cuivre provient de la grille qui supporte la réplique carbone).

À plus fine échelle, il est également possible d'observer une quatrième population de particules. Sous forme d'alignements, ces particules sont riches en titane. Leur taille ne dépasse pas quelques dizaines de nanomètres et elles sont de géométrie sphérique. Elles ont été identifiées via une analyse EDS et sont observables sur la Figure 95. Une image en champ clair à plus fort grossissement permet une meilleure visualisation (Figure 95).

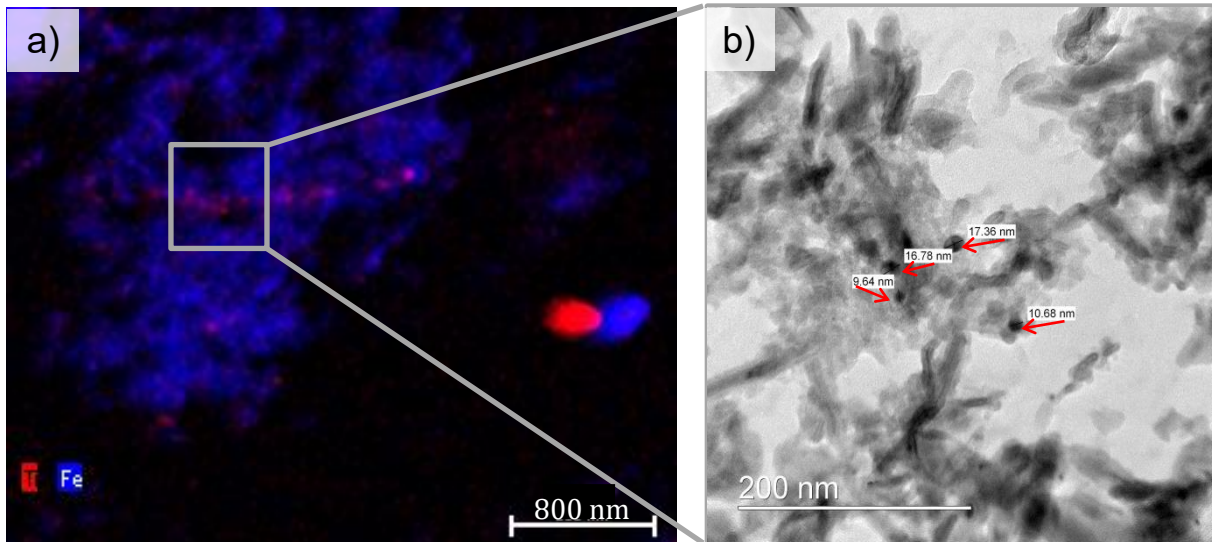


Figure 95 : Analyse des alignements de TiC nanométriques sur acier Grade 0.23C non revenu (PAGs : 10 μm) : a) Cartographie élémentaire EDS, b) Image en fond clair.

En dernière analyse, le type de carbures de fer a été examiné par microscopie à imagerie orientée avec précession (PACOM – logiciel ASTAR) en déclarant trois structures cristallines : carbure de transition epsilon, cémentite, Ti(C,N)/TiC. Cette analyse a permis de montrer que la population de carbure d'un Grade 0.23C (PAGS 10 μm) ayant seulement subi l'auto-revenu est majoritairement composé de carbures ϵ . En revanche, après un revenu à 300°C pendant 20 minutes, de la cémentite a été principalement observée (Figure 96).

La taille de ces carbures de fer évolue d'environ 100 nm en moyenne pour le Grade 0,23C non revenu, à 300 nm pour le même acier revenu à 300°C pendant 20 min.

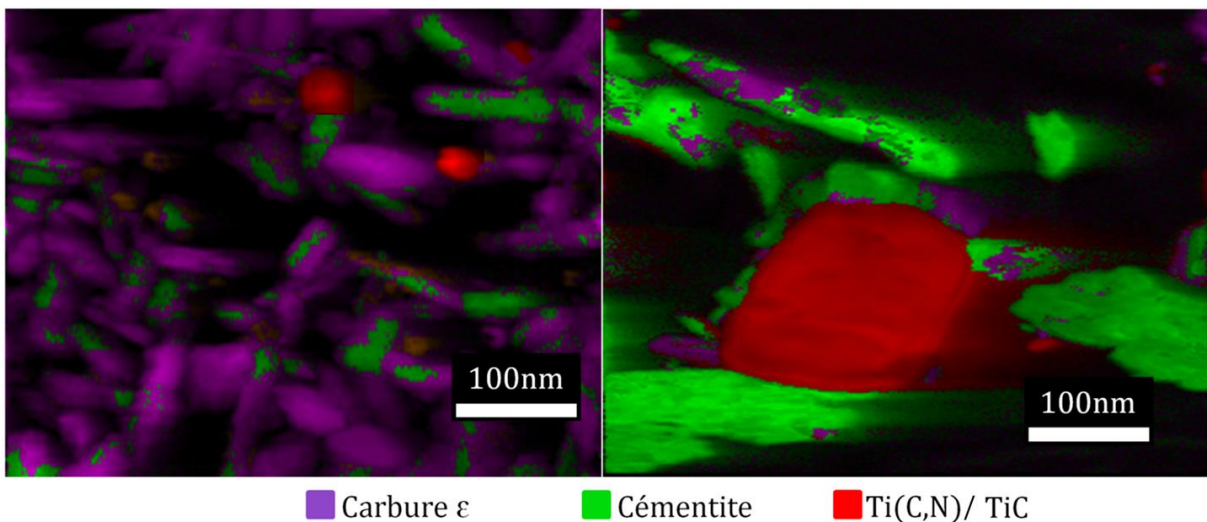


Figure 96 : Analyse cristallographique des carbures en MET dans le Grade 0.23C (PAGs : 10 μm) via le logiciel Astar : a) non-revenu, b) revenu 300°C-20min.

3.1.7 Effet du revenu sur le comportement élastoplastique

Trois essais de traction ont été réalisés par condition, dans le sens L et dans le sens T. À titre d'exemple, l'ensemble des courbes sont représentées pour le Grade 0,18C ayant subi le traitement thermique 900°C-6min sur la Figure 97. Nous pouvons voir que les résultats des essais sont répétables et l'allure des courbes sont sensiblement identiques dans une même

condition d'essais. Ces mêmes observations ont été faites sur le Grade 0,23C et la répétabilité des essais est également très bonne.

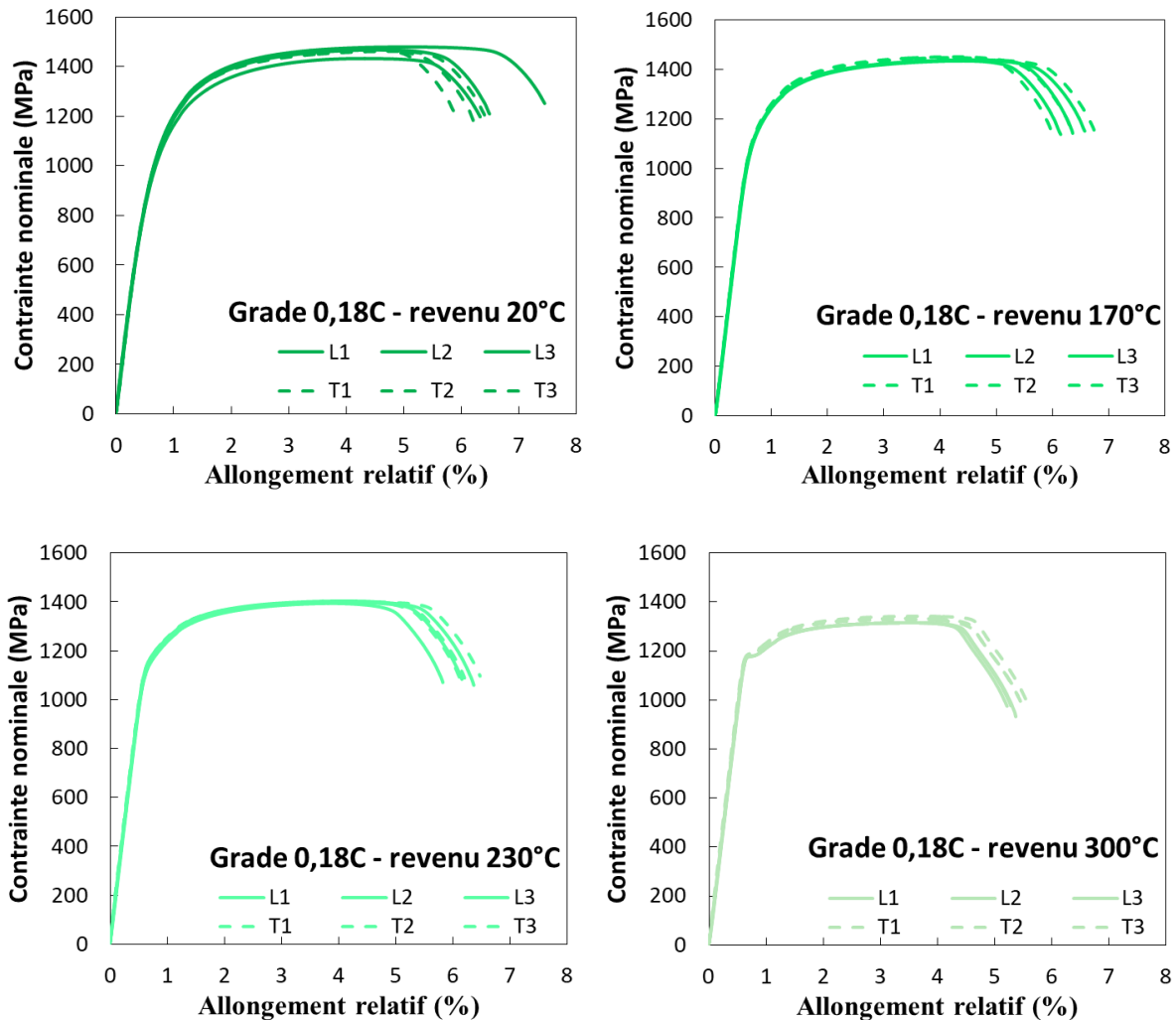


Figure 97 : Ensemble des courbes de traction conventionnelles obtenues sur Grade 0,18C (Traitement thermique 900°C-6min : PAGS=6 μ m)

Malgré la bonne répétabilité globale des essais, nous pouvons voir que les courbes de l'acier « revenu 20°C » semblent légèrement plus dispersées que celle des autres conditions. Afin d'analyser ce résultat, l'écart type des valeurs de résistance mécanique a été calculé et tracé en fonction de la température de revenu sur la Figure 98.

Nous pouvons voir que l'écart type est plus important sur les aciers bruts de trempe (revenus à 20 °C), témoignant de plus grands écarts sur les valeurs de résistance mécanique que les aciers ayant subi un revenu. En effet, un revenu à 170°C suffit à diminuer considérablement l'écart type. Cependant, malgré un écart type de 17 MPa en moyenne pour les conditions des Grade revenu 20°C, cela ne représente qu'environ 1% de la résistance mécanique. Ces écarts sont considérés comme faibles. Afin de faciliter la lecture, une seule des courbes par condition sera représentée pour la suite de l'étude, bien que toutes les courbes aient été étudiées et les valeurs référencées correspondent aux valeurs moyennes des trois essais.

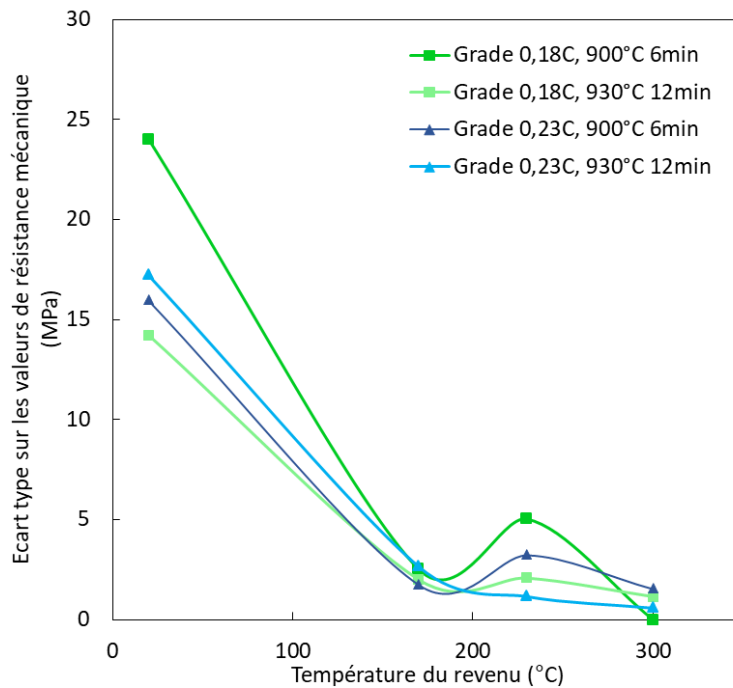


Figure 98 : Evolution de l'écart type calculé sur les valeurs de résistance mécanique en fonction de la température de revenu.

Pour le Grade 0,23C, il a été observé une diminution de la résistance mécanique ainsi que de l'allongement à rupture avec l'augmentation de la température du revenu (Figure 99). De plus, le rapport $\frac{Rp_{0,2}}{Rm}$ diminue avec l'augmentation de la température de revenu.

Nous pouvons observer trois comportements distincts.

L'acier brut d'emboutissage (revenu dit « à 20°C » dans la suite de ce document) présente la limite d'élasticité la plus faible mais le Rm le plus élevé. Les revenus à 170 et 230 °C induisent une résistance mécanique sensiblement différente mais une limite d'élasticité et un allongement à rupture similaires. Notons tout de même qu'une différence d'écroûissage est visible. Le revenu à 300°C conduit à l'apparition d'un palier de traction, ainsi qu'à un allongement à rupture et une résistance mécanique plus faibles par rapport à ceux obtenus après les revenus à plus basses températures. De plus sur les échantillons revenus à 300°C, la courbe chute brutalement au-delà de la contrainte maximale.

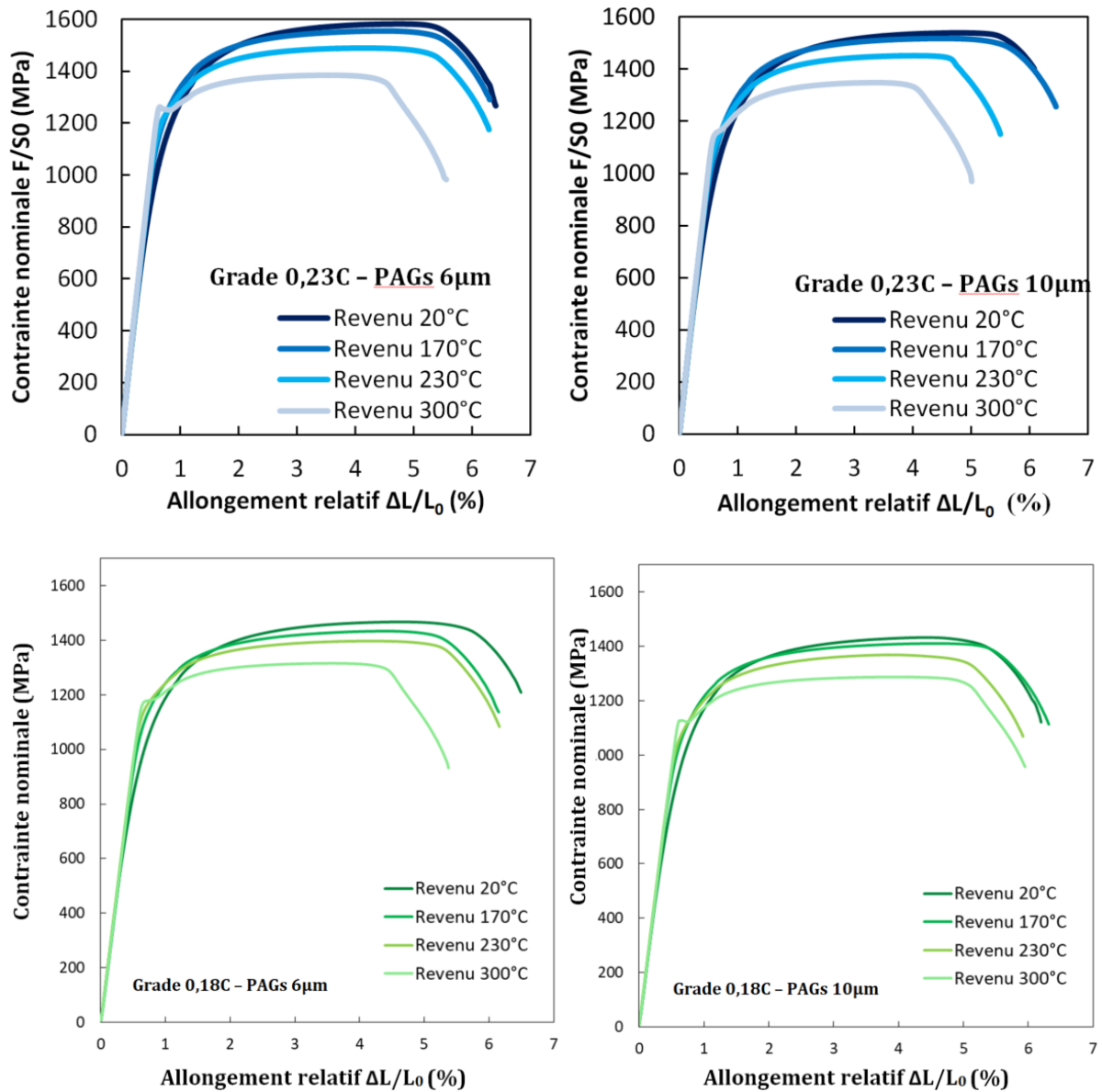


Figure 99 : Courbes de traction conventionnelles obtenues sur Grade 0,23C et 0,18C revenu 20 minutes à différentes températures. Taille de grains austénitiques avant trempe : 6 et 10µm.

Le Tableau 12 synthétise les principales caractéristiques mécaniques (valeurs moyennes) extraites de ces courbes de traction.

Tableau 12 : Tableau comparatif des propriétés mécaniques des deux grades en fonction de la taille de grain austénitique et de la température de revenu (temps de revenu : 20 min).

Nuance	PAGS	T° revenu	Rp _{0.2} (MPa)	Rm(MPa)	Ag (%)	A(%)
Grade 0.18C	6 μm	20°C	1067	1468	3.8	6.1
		170°C	1182	1437	3.9	5.8
		230°C	1193	1398	3.3	5.6
		300°C	1183	1316	2.9	4.8
	10 μm	20°C	1042	1430	3.2	5.6
		170°C	1130	1407	3.9	5.7
		230°C	1136	1366	3.2	5.3
		300°C	1129	1288	3.1	5.1
Grade 0.23C	6 μm	20°C	1139	1582	3.9	5.5
		170°C	1255	1555	3.7	5.6
		230°C	1249	1489	3.1	5.1
		300°C	1260	1382	2.8	5.0
	10 μm	20°C	1079	1534	3.7	5.3
		170°C	1200	1518	3.7	5.7
		230°C	1191	1450	3.2	4.9
		300°C	1181	1352	2.8	4.8

Il est également possible d'observer que la résistance mécanique décroît légèrement si l'on compare les revenus à 20 et 170 °C (diminution de 20 à 30 MPa suivant les conditions). Les différences sont plus importantes pour les revenus entre 170 et 300 °C (40 à 70 MPa). Ce comportement est vérifié pour les deux matériaux ainsi que pour les deux tailles de grain austénitique différentes. Il est également à noter que les anciens grains austénitiques plus fins permettent l'obtention d'une résistance mécanique plus élevée (Figure 100).

En utilisant les propriétés en traction, nous pouvons identifier quatre groupes d'acier ayant des résistances mécaniques similaires mais avec des populations de carbures différentes, car les teneurs en carbone sont respectivement de 0,18% et 0,23% mass. (Figure 100). Les conditions de traitement d'austénitisation et de revenu pour ces quatre groupes sont rappelées dans le Tableau 13. Il a été ainsi possible d'étudier l'impact des populations de carbures sur la ductilité et sur la pliabilité, à résistance mécanique équivalente.

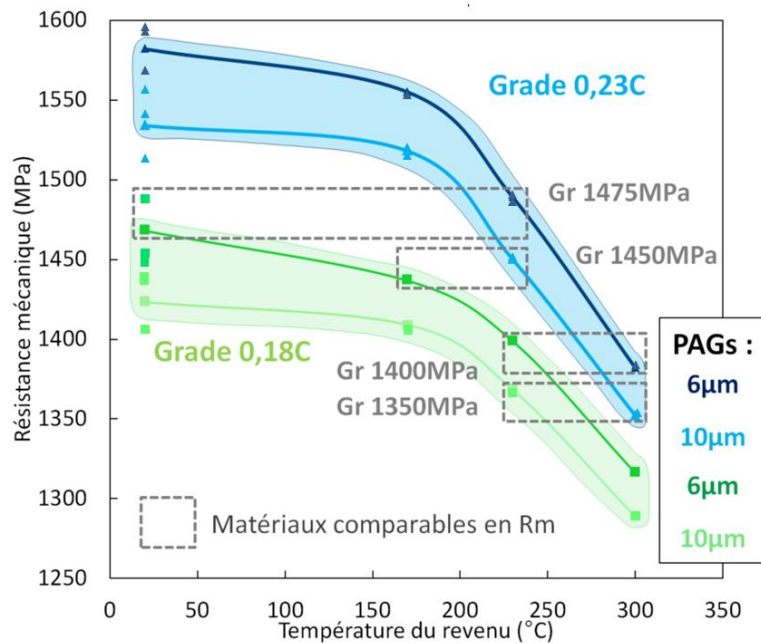


Figure 100 : Résistance mécanique en fonction de la température de revenu (de 20 min) pour les Grade 0,23C et Grade 0,18C. Quatre paires de matériaux (groupes : « Gr » sur la figure) à iso-Rm ont pu être identifiées. Chaque point représente une valeur, la courbe a été tracée en prenant la moyenne sur 3 essais.

Tableau 13 : Conditions de traitement thermique des matériaux à iso-Rm

Désignations des groupes	Matériau / PAGs / Revenu (20 min)	ΔR_m (MPa) (Gr 0.23 C – Gr 0.18 C)
Gr 1350MPa	Grade 0.18C / 10 μm / 230°C	14 MPa
	Grade 0.23C / 10 μm / 300°C	
Gr 1400MPa	Grade 0.18C / 6 μm / 230°C	16 MPa
	Grade 0.23C / 6 μm / 300°C	
Gr 1450MPa	Grade 0.18C / 6 μm / 170°C	-13 MPa
	Grade 0.23C / 10 μm / 230°C	
Gr 1475MPa	Grade 0.18C / 6 μm / 20°C	-21 MPa
	Grade 0.23C / 6 μm / 230°C	

La comparaison des courbes de traction pour les quatre groupes (Gr) d'aciers identifiés permet de visualiser les différences de comportement mécanique pour une même résistance mécanique (Figure 101). Il est ainsi possible d'observer que le Grade 0,18C possède un allongement à rupture supérieur au Grade 0,23C, et ce pour toutes les Rm.

Gr 1350MPa : La principale différence entre les courbes vient du palier de traction présent sur le Grade 0,23C. L'allongement maximal uniformément réparti est légèrement plus faible.

Gr 1400MPa : Le palier de traction est très présent sur le Grade 0,23C, l'allongement à rupture est inférieur par rapport au Grade 0,18C.

Gr 1450MPa : Les transitions élastique-plastique sont similaires entre les deux aciers. L'allongement est une nouvelle fois inférieur dans le cas du Grade 0,23C.

Gr 1475MPa : Le $R_{p0.2}$ du Grade 0,18C est nettement plus faible que celui de son homologue 0,23C. L'écroutissage y est cependant plus progressif, et les allongements à rupture sensiblement similaires.

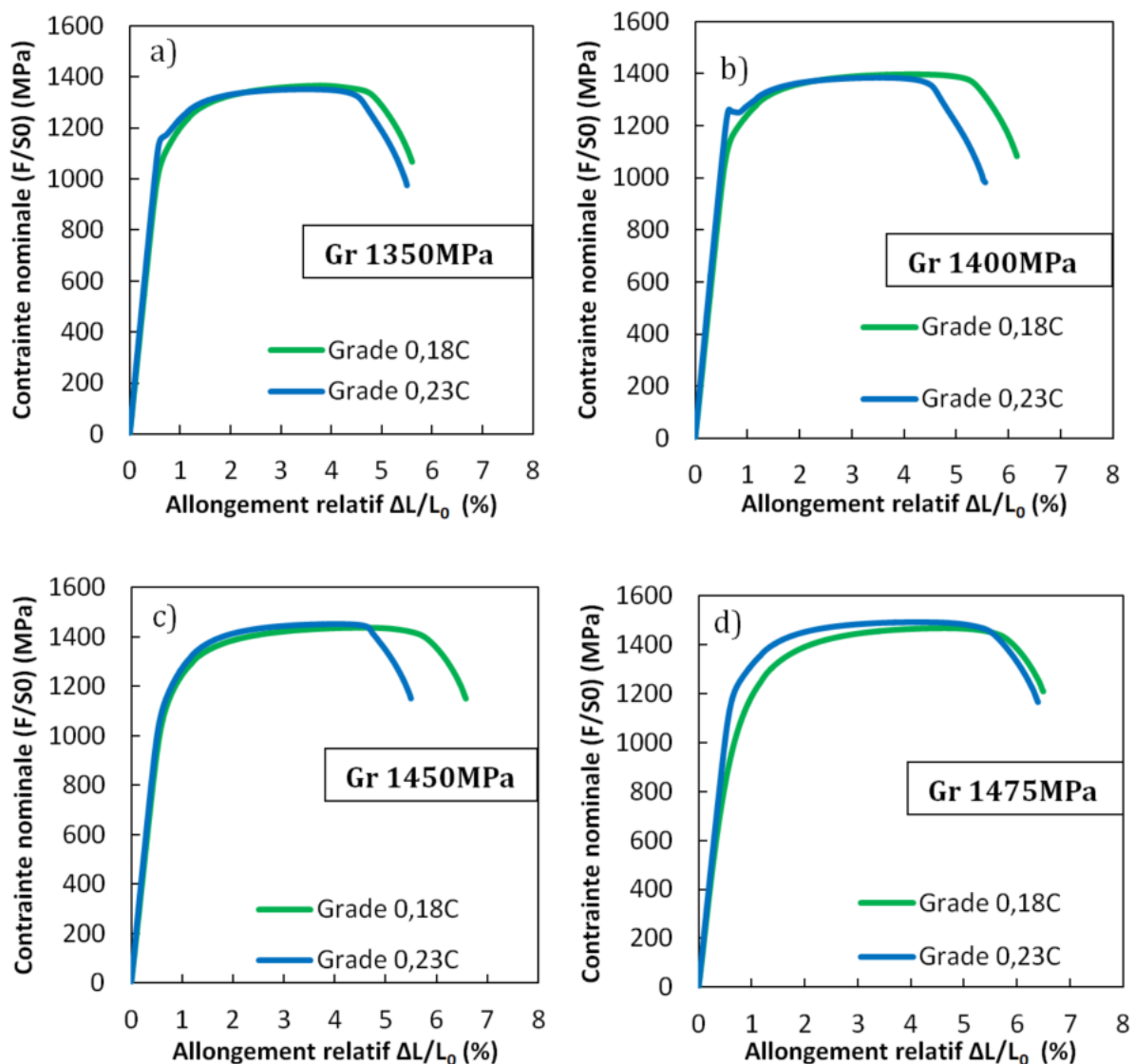


Figure 101 : Courbes de traction à iso-résistance mécanique a) Gr 1350 MPa, b) Gr 1400 MPa, c) Gr 1450 MPa, d) Gr 1475 MPa (revenu de 20 minutes)

D'un point de vue macroscopique, l'augmentation de la température de revenu diminue la résistance à l'écoulement plastique. Cette diminution est due au fait que la formation de carbures lors du revenu va diminuer la quantité de carbone en solution solide des aciers bruts de trempe et induire une perte de tétragonalité.

L'allongement à rupture diminue également. L'augmentation de la taille des carbures avec l'augmentation de la température de revenu va favoriser la tendance à la localisation de la déformation.

Le $R_{p0.2}$ augmente avec la réalisation d'un revenu. Le carbone en solution solide piège des dislocations qui vont donc avoir tendance à réduire le $R_{p0.2}$ et ainsi le rapport $R_{p0.2}/R_m$.

La comparaison des groupes à iso- R_m permet d'observer certaines différences dans le comportement élastoplastique. Le grade 0,18C a une tendance à la localisation de la déformation

inférieure au grade 0,23C. Une explication possible est la présence de carbures de fer plus fins, réduisant le risque de défaut suffisamment important, à l'échelle de l'éprouvette, pour déclencher la rupture.

3.1.8 Effet du revenu sur le comportement en pliage

Les essais de pliage ont été réalisés sur les deux Grades présentés, et pour l'ensemble des traitements d'austénitisation et de revenu précédemment décrits. Trois essais ont été réalisés par condition (pliage RD), dont le pli est situé à 90° par rapport à la direction de laminage. Les courbes force/déplacement sont répertoriées sur la Figure 102.

L'effort maximal lors de la rupture diminue avec l'augmentation de la température de revenu pour les quatre conditions étudiées. En revanche le déplacement maximal à rupture augmente pour un revenu à 170°C par rapport à un matériau brut de trempe, puis diminue pour les revenus à plus haute température (230 et 300°C) (Figure 102).

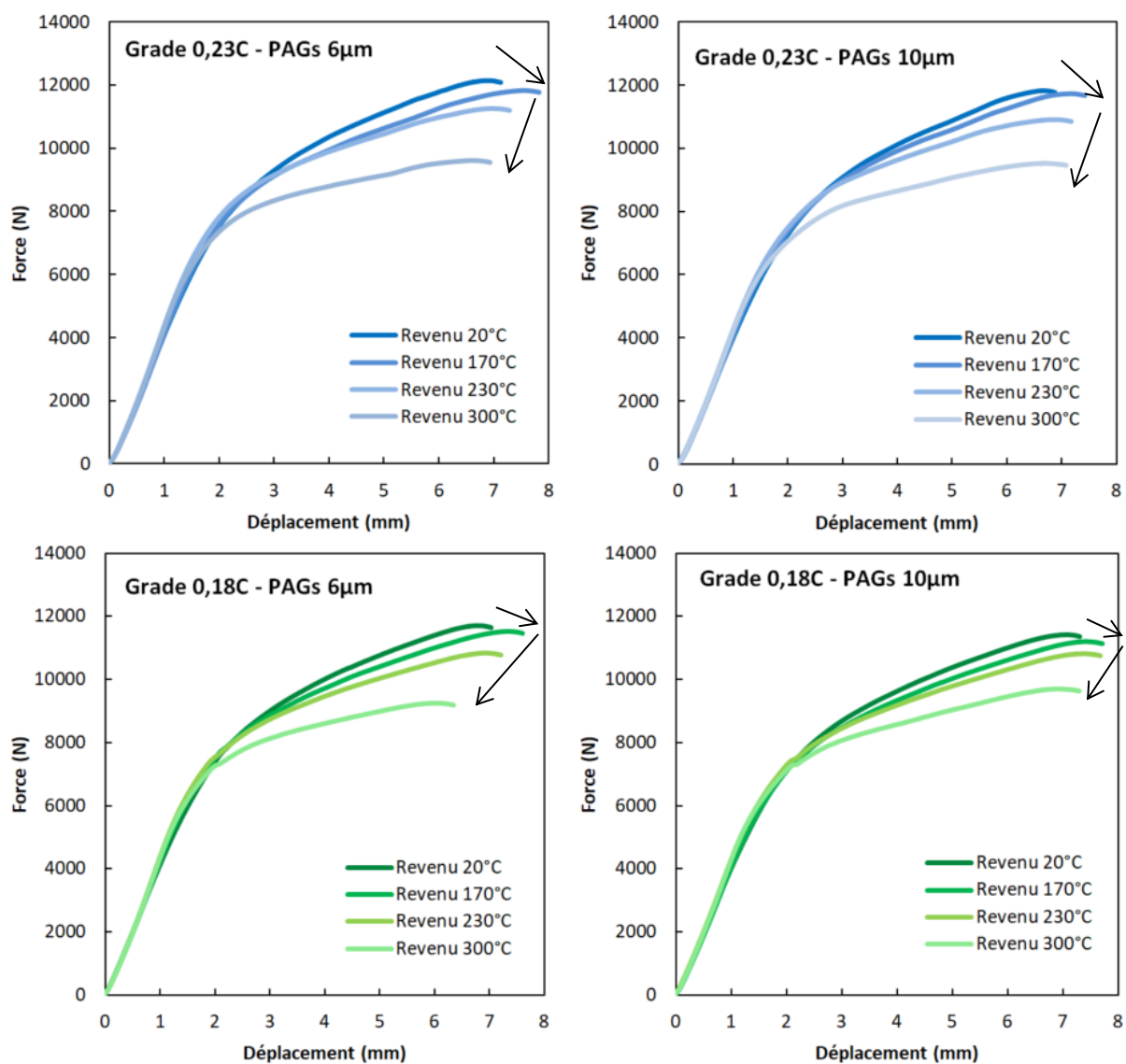


Figure 102: Courbes de pliage obtenues sur Grade 0.23C et 0.18C revenus 20 minutes à différentes températures. Taille de grains austénitiques avant trempe : 6 et 10 µm.

Pour les quatre groupes d'acier à iso-Rm (Gr), il est possible de comparer les courbes force/déplacement obtenues (Figure 103). Dans l'ensemble, le Grade 0.18C présente une force à rupture supérieure à son homologue du Grade 0.23C. Son déplacement à rupture est légèrement supérieur à celui du Grade 0.23C, à l'exception du groupe 1475 MPa. Ceci peut s'expliquer par le fait que dans ce groupe le Grade 0.18C est brut de trempe, la présence de martensite fraîche dans cet échantillon pourrait être responsable de cette différence.

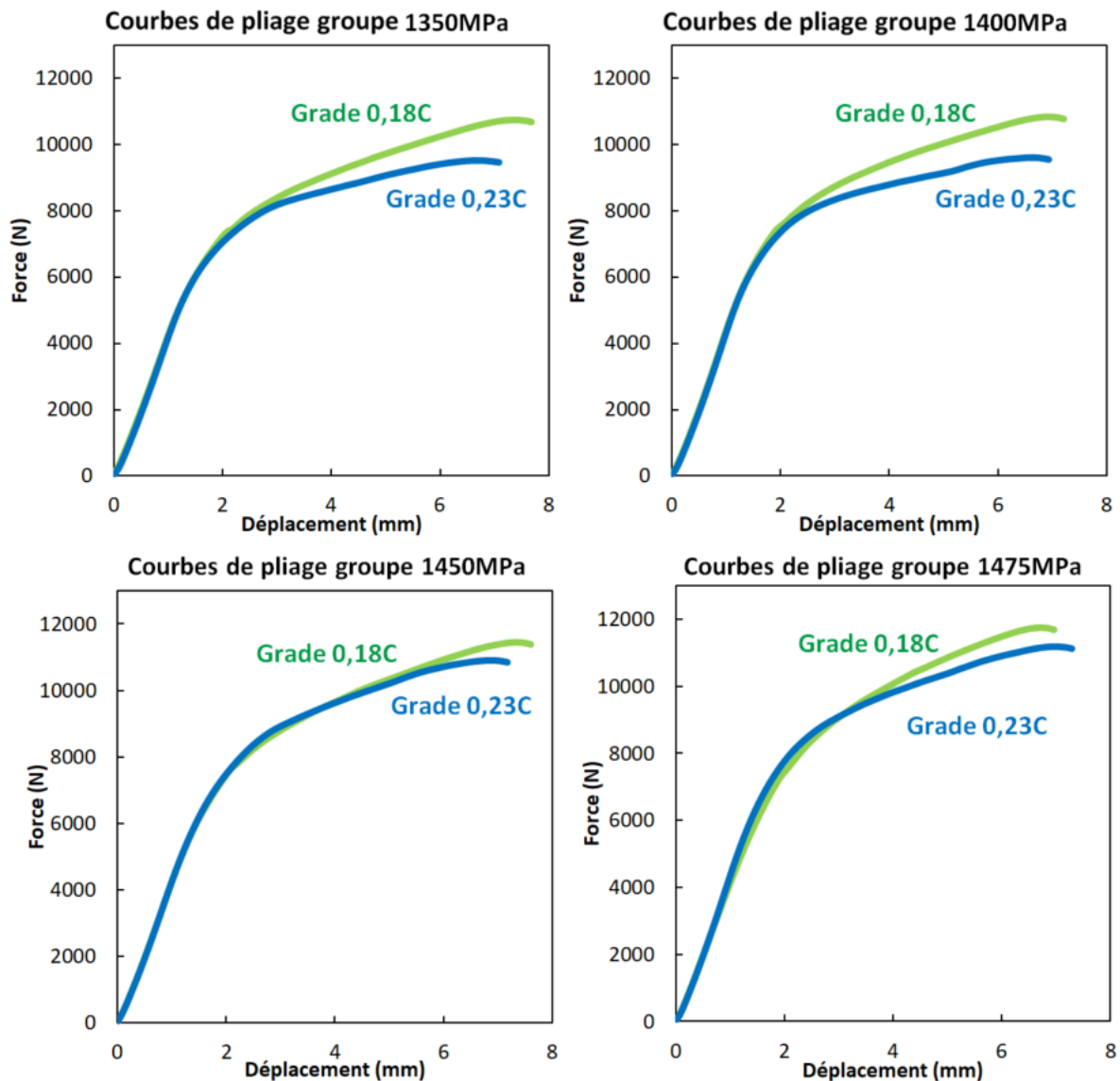


Figure 103 : Courbes de pliage à iso-résistance mécanique pour les Grades 0.18C et Grade 0.23C (revenu de 20 minutes)

Le calcul de l'aire sous la courbe de pliage permet de remonter à une valeur de l'énergie absorbée lors de l'essai. Les frottements ne sont pas explicitement pris en compte ici car ils sont supposés faibles et identiques lors de tous les essais. À résistance mécanique donnée, cette énergie est toujours plus élevée dans le Grade 0.18C que dans le Grade 0.23C. De plus, cette énergie augmente avec la résistance mécanique et par conséquent avec la diminution de la température de revenu (Figure 104).

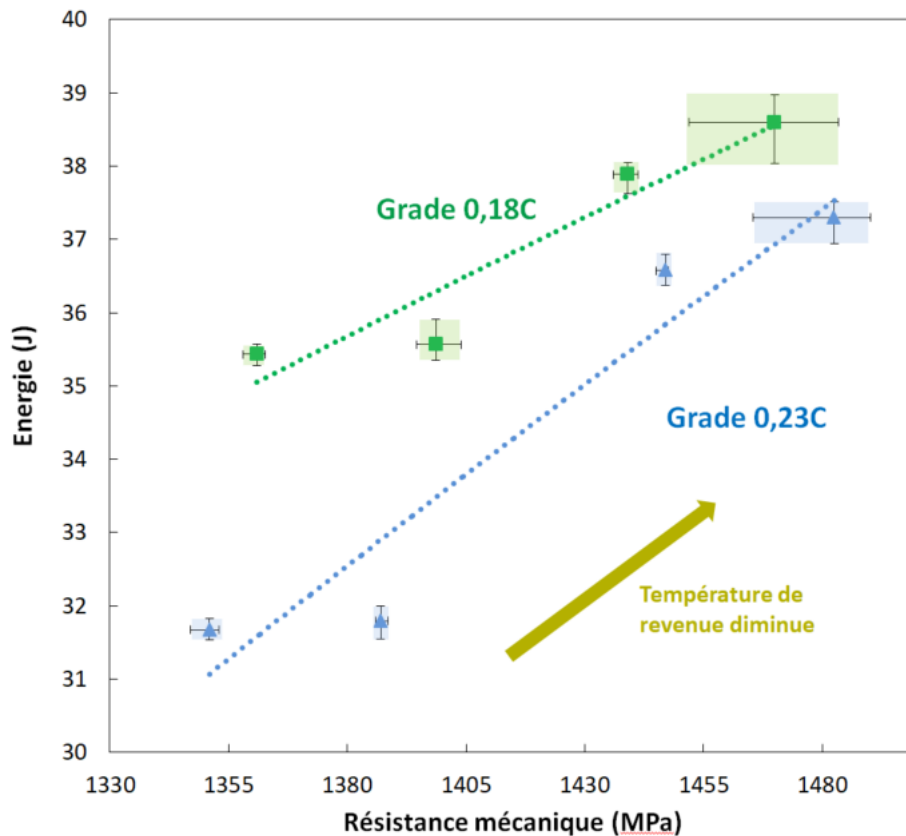


Figure 104 : Energie absorbée en pliage en fonction de la résistance mécanique pour le Grade 0.23C et le Grade 0.18C

L'énergie absorbée en pliage étant majoritairement gouvernée par la résistance mécanique, sa valeur décroît avec l'augmentation de la température de revenu (Figure 105). Jusqu'à une température de revenu de 170°C, l'énergie absorbée ne décroît que faiblement. La diminution de la résistance mécanique est en partie compensée par une augmentation du déplacement du poinçon à rupture lors de l'essai de pliage. Cependant, pour une température de revenu supérieure à 170°C, la perte de résistance mécanique devient prépondérante, faisant ainsi décroître la valeur de l'énergie absorbée. La comparaison des deux aciers sur la Figure 105 permet de conclure qu'à iso-traitement d'austénitisation et iso-température de revenu, c'est l'acier présentant la plus haute teneur en carbone qui absorbe le plus d'énergie en pliage.

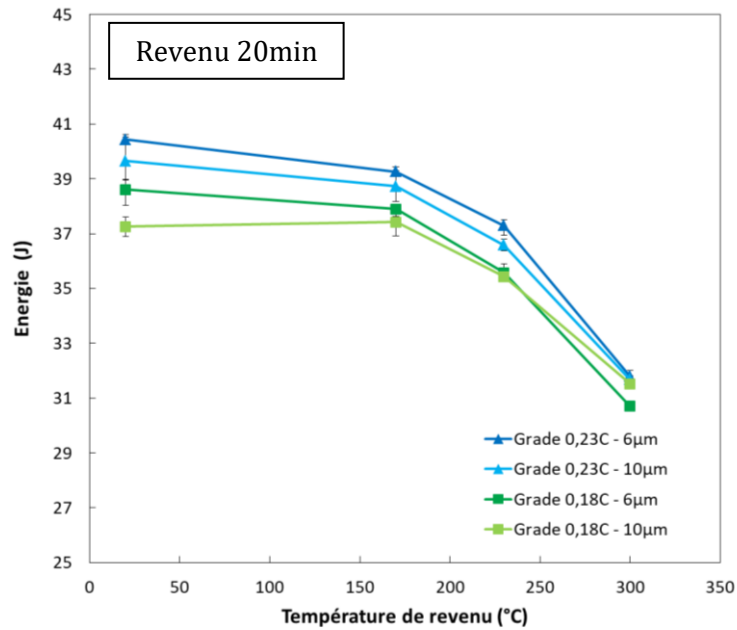


Figure 105 : Energie absorbée en pliage en fonction de la température de revenu (durée 20 minutes) sur le Grade 0.18C et le Grade 0.23C pour deux tailles de grains austénitiques.

L'évolution de l'énergie absorbée en fonction de la résistance mécanique est représentée sur la Figure 106. Il est ainsi possible de constater l'augmentation de l'énergie absorbée avec l'élévation de la résistance mécanique, et ce pour les deux aciers étudiés, valable également pour les deux tailles de grain obtenues. À une énergie absorbée donnée, il s'agit de l'acier présentant la plus haute teneur en carbone qui possède la plus grande résistance mécanique. L'affinement de la taille de grain austénitique permet, pour une composition chimique donnée (ici, le Grade), l'augmentation de l'énergie absorbée.

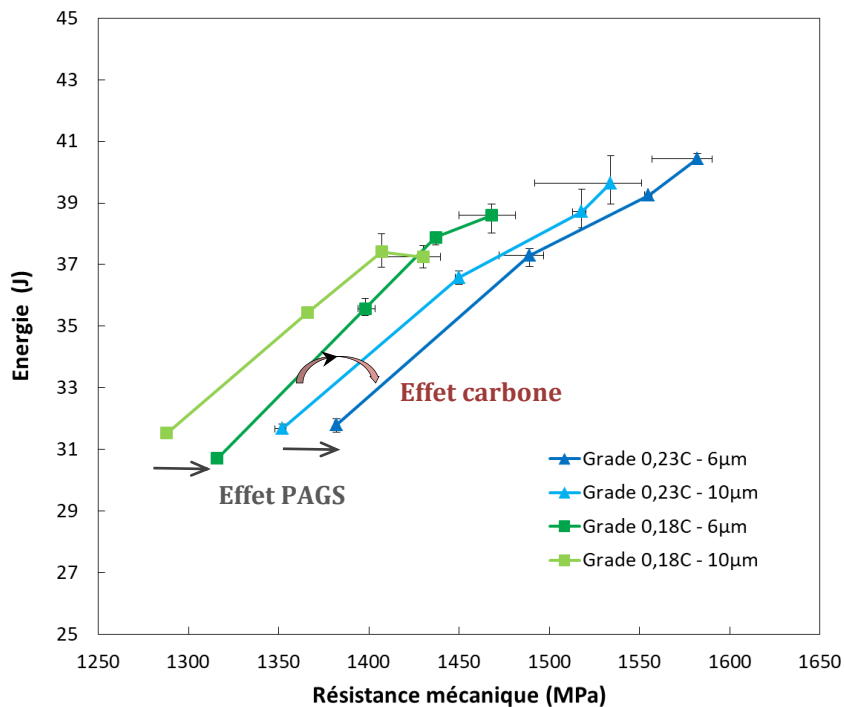


Figure 106 : Corrélation entre l'énergie absorbée en pliage et la résistance mécanique en traction pour le Grade 0.23C et le Grade 0.18C avec différentes tailles de grains austénitiques

Sur les deux aciers étudiés, et dans les deux conditions d'austénitisation utilisées, la réalisation d'un revenu a pour conséquence de réduire la ductilité au sens de la déformation maximale à rupture lors d'un essai de traction uniaxiale. Cependant la ductilité au sens de la déformation locale à rupture lors d'un essai de pliage augmente avec la réalisation d'un revenu et semble tendre vers un optimum pour une température de revenu testée de 170°C.

À iso-Rm, l'acier présentant la plus faible teneur en carbone nécessite une plus grande force pour générer la rupture lors d'essais de pliage. Toujours à iso-Rm, le revenu de cet acier est réalisé à plus faible température. Une population de carbure de transition plus fins, et possédant une distribution homogène, sont suspectées d'être les causes principales de cette amélioration en pliage

3.1.9 Conclusion

L'augmentation de la température de revenu permet d'homogénéiser la répartition spatiale des carbures de fer. Leur taille augmente et leur nature évolue de carbure de transition ϵ à de la cémentite. L'analyse des répliques carbone a été permis de mettre en évidence la présence de fins précipités de titane, dont le revenu n'a pas modifié la répartition spatiale ni la taille.

L'augmentation de la température de revenu a eu pour conséquence de diminuer la résistance mécanique ainsi que l'allongement à rupture. Cependant dans le même temps le $R_{p0.2}$ a augmenté. Le rapport $\frac{R_{p0.2}}{R_m}$ diminue et par conséquent la capacité d'écrouissage également.

L'allure des courbes d'écrouissage sont sensiblement similaires entre les différents états de revenus, à l'exception de l'apparition d'un palier de traction pour les revenus à 300°C.

A iso-résistance mécanique, l'énergie absorbée en pliage ainsi que la force maximale à rupture, sont systématiquement supérieures pour l'acier possédant le moins de carbone. Celle-ci est d'autant plus importante que la température de revenu diminue.

3.2 Influence de la taille de grain austénitique sur la ductilité et la résistance mécanique

La taille des grains austénitiques est connue pour influencer la trempabilité des aciers martensitiques pour emboutissage à chaud mais également la taille des micro-constituants de la martensite (paquets, blocs, lattes, population de précipités) qui contribuent directement aux propriétés mécaniques [Morito 2006].

Cette partie présente le lien entre la taille de ces micro-constituants, la propreté inclusionnaire (que l'on fait varier via les teneurs en titane et en azote) et la rupture en pliage des aciers martensitiques, qui reste mal connu de la littérature.

3.2.1 Démarche expérimentale

a) Matériaux

Différents cycles d'austénitisation ont été réalisés dans le but d'obtenir une population variée de tailles de grains austénitiques. Cette procédure a été appliquée sur trois nuances industrielles revêtues AluSi (référéncés Grade 0.07C+ μ , Grade 0.23C et Grade 0.33C+ μ), ainsi que sur trois nuances de laboratoires non-revêtues (référéncées Low N/Low Ti ; Med N/Med Ti ; High N/High Ti). Les compositions chimiques sont rappelées dans le Tableau 14.

Tableau 14 : Compositions chimiques (% mass.) des aciers utilisés dans l'étude de l'effet de la taille de grain austénitique

	Désignation	C	Mn	Ti	B	N	Nb	Mo
Industriel	Grade 0.07C + μ	0,072	1,62	0,018	0,003	<0,01	0,051	
	Grade 0.23C	0,23	1,18	0,034	0,003	0,0042		
	Grade 0.33C + μ	0,33	0,66	0,023	0,002	0,0005	0,048	0,195
Laboratoire	Low N/Low Ti	0,212	1,22	0,026	0,002	0,0019		
	Med N/Med Ti	0,203	1,23	0,041	0,004	0,0038		
	High N/High Ti	0,215	1,20	0,098	0,004	0,0085		

L'étude des acier à trois teneurs en carbone différentes permet d'explorer l'effet de la taille des grains austénitiques sur différentes matrices martensitiques.

Les aciers industriels ont trois teneurs en carbone distinctes (0,07 - 0,23 - 0,33% en masse) et font intervenir davantage d'éléments d'addition que les nuances de laboratoire. Les éléments de microalliage Nb et Mo, contribuent à l'affinement de la taille de grain austénitique.

Les aciers de laboratoire contiennent une seule teneur en carbone : 0,2%C (visée) ainsi que trois taux d'azote et de titane différents. Les variations de pourcentage de Ti et N permettent le contrôle de la population de TiN et donc de la propreté inclusionnaire. L'augmentation à la fois du Ti et du N permet d'obtenir un rapport Ti/N aussi constant que possible.

b) Conditions d'austénitisation

Afin de faire varier la taille de grains austénitiques, il est nécessaire de déterminer les températures d'austénitisation de l'ensemble des matériaux, ainsi que le temps minimal d'enfournement afin d'obtenir une microstructure 100% austénitique.

Dans des conditions quasi-statiques, la température de fin d'austénitisation au chauffage est notée A_{c3} . Elle est donnée par une formule empirique d'Andrews et Eldis [Andrews 1965] pour des aciers faiblement alliés contenant moins de 0,6% de C en masse (eq. 16) :

$$A_{c3} (^{\circ}C) = 912 - 203(\%C) - 30(\%Mn) - 15,2(\%Ni) + 44,7(\%Si) + 104(\%V) + 13,1(\%W) + 31,5(\%Mo) \quad (16)$$

L'utilisation de cette formule permet d'estimer les températures A_{c3} des six compositions chimiques étudiées (Tableau 15).

Tableau 15 : Valeurs de la température A_{c3} estimées via la formule d'Andrews (eq. 16)

		$A_{c3}(^{\circ}C)$
Laboratoire	Low N/Low Ti	821
	Med N/Med Ti	822
	High N/High Ti	821
Industriel	Grade 0.07C + μ	833
	Grade 0.23C	819
	Grade 0.33C + μ	806

De précédentes études internes d'ArcelorMittal [Hauser 2016] ont permis de déterminer l'évolution de la température des tôles en fonction du temps d'enfournement, de la température du four, de l'épaisseur des tôles ainsi que de la nature du revêtement. Dans ces études, deux thermocouples avaient été placés dans l'épaisseur de la tôle et ont permis de suivre l'évolution de la température en fonction du temps (Figure 107).

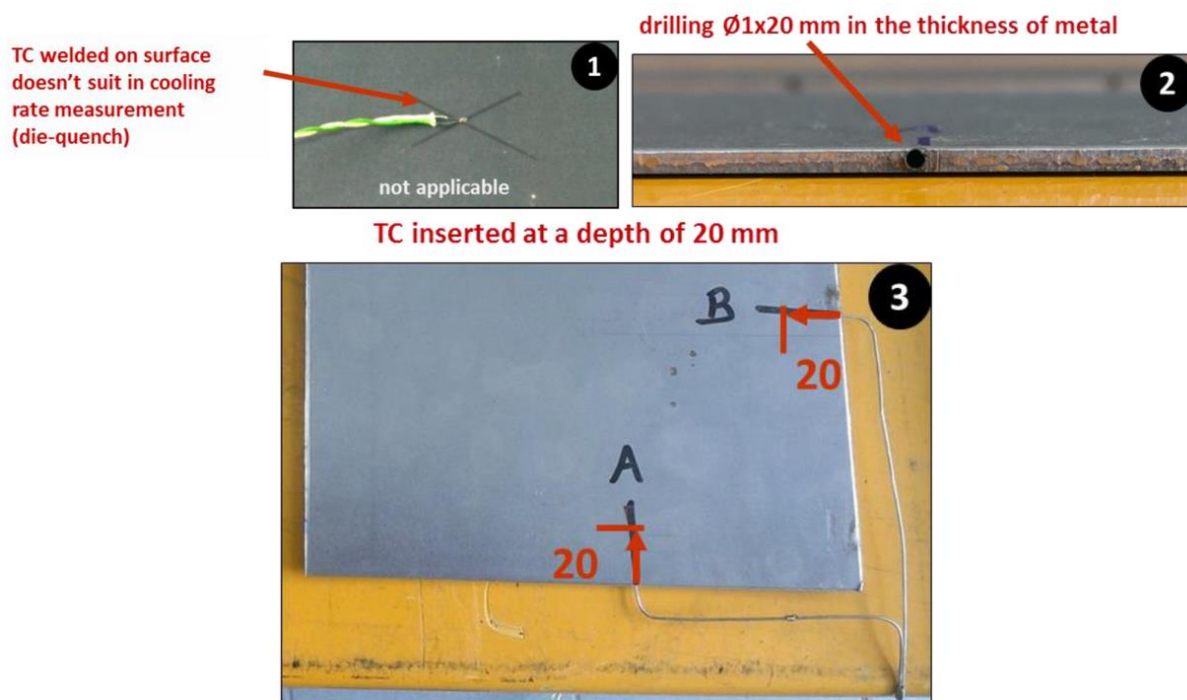


Figure 107 : Emplacement des thermocouples dans les tôles pour le suivi en température [HAUSER2016]

L'exemple suivant (Figure 108) montre l'évolution de la température au cœur de tôles d'acier 22MnB5 d'épaisseur 1,5 mm. L'une des tôles est non-revêtue (bare), la seconde possède un revêtement galvanisé de zinc quasi pur avec un intermétallique Fe-Zn (GI), la troisième est revêtue AluSi. L'évolution de la température en fonction de la présence et de la nature du revêtement a ainsi pu être mise en avant (Figure 108). Le revêtement influe sur la vitesse de montée en température à cause de la différence de réflectance ainsi que de la chaleur latente de changement de phase lors de son passage à l'état liquide. Cette influence pourrait induire une taille de grain austénitique plus faible dans les aciers revêtus AluSi par rapport à un acier nu de composition chimique proche, pour un même traitement thermique.

Les lettres A et B correspondent à la position du thermocouple sur la tôle comme défini précédemment (Figure 107). Les essais ont été doublés afin de quantifier la dispersion de mesure. Les chiffres 1 et 2 des mentions A1, etc. correspondent aux numéros des essais. Ces essais doublés montrent une bonne répétabilité.

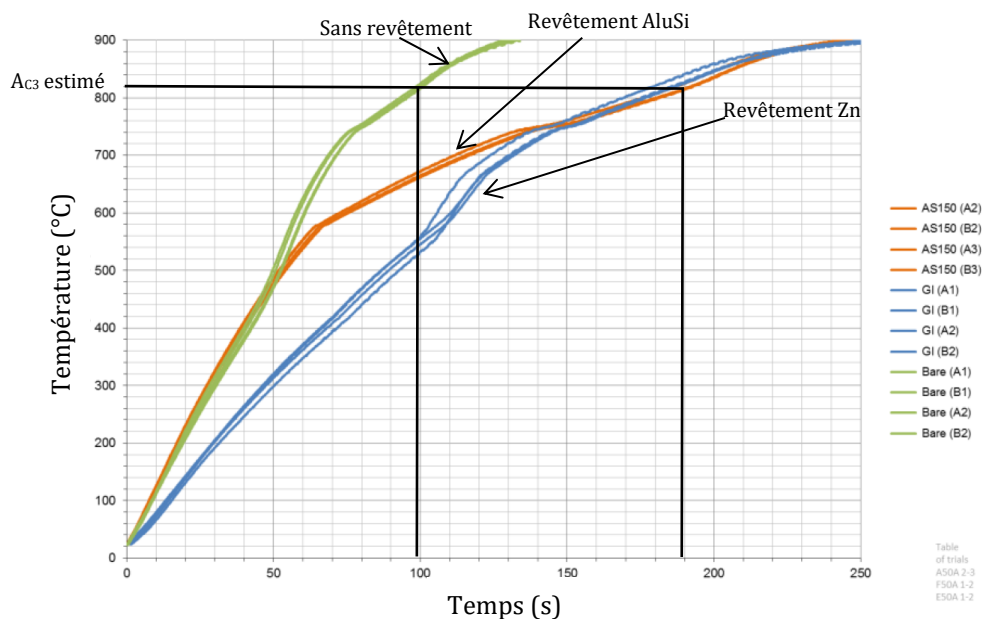


Figure 108 : Influence du revêtement sur l'évolution de la température lors de l'enfournement de tôles 22MnB5 d'épaisseur 1,5 mm. AS150 : Revêtement AluSi. GI : Galvanisé. Bare : Tôles non-revêtues. Température du four : 900°C [Hauser 2016]

L'étude de l'évolution de la taille de grain se concentrant sur des matériaux non-revêtus (aciers de laboratoire) et revêtus AluSi (aciers industriels), ces courbes permettent de déterminer le temps d'enfournement à partir duquel la température au centre de la tôle dépasse Ac_3 dans ces deux conditions. Ainsi, à titre d'exemple, pour une tôle d'acier 22MnB5, d'épaisseur 1,5 mm, avec une température de four de 900°C, une durée de 100 s est nécessaire pour austénitiser totalement la tôle lorsque celle-ci n'est pas revêtue, contre 190 s dans le cas d'une tôle revêtue AluSi. Cette différence s'explique principalement par la fusion du revêtement. D'une part elle nécessite une énergie latente de changement d'état, et d'autre part une fois liquide l'émissivité du revêtement augmente.

Un logiciel interne ArcelorMittal permet la détermination du temps pour atteindre Ac_3 à mi-épaisseur de la tôle en fonction notamment de la température d'enfournement et de l'épaisseur de la tôle. Il est ainsi possible d'établir le temps minimal d'enfournement pour les 6 matériaux étudiés, en fonction de la température du four (Tableau 16). Ces valeurs permettront de

déterminer les paramètres de traitements thermiques d'austénitisation à réaliser. Pour le reste de l'étude, les temps de traitement thermique annoncés représenteront les temps effectifs de présence de la tôle dans le four déjà chauffé à la température de consigne.

Tableau 16 : Temps minimaux nécessaires pour atteindre A_{c3} en fonction des matériaux et de la température du four.

		A_{c3} (°C)	Temps	Temps	Temps
		Andrews	austénitisation	austénitisation	austénitisation
			(four 900°C) (s)	(four 930°C) (s)	(four 950°C) (s)
Laboratoire (Non- revêtu)	Low N/Low Ti	821	100	80	70
	Med N/Med Ti	822	100	80	70
	High N/High Ti	821	100	80	70
Industriel (Revêtu AluSi)	Grade 0.07C + μ	833	195	168	153
	Grade 0.23C	819	190	165	150
	Grade 0.33C + μ	806	185	162	147

Dans le but d'obtenir une large gamme de taille moyenne de grain austénitique, plusieurs cycles thermiques ont été choisis en faisant varier la température du four d'austénitisation ainsi que le temps d'enfournement. Les températures choisies doivent être supérieures aux valeurs d' A_{c3} précédemment calculées. Le cycle conventionnel d'emboutissage à chaud réalisé industriellement est 900°C-6min. Il est industriellement complexe de descendre en dessous de 900°C car le temps de transfert de la tôle du four à la presse est estimé à 8 secondes. La température de la tôle va diminuer légèrement lors de ce transfert, et il convient que la tôle reste 100% austénitique lors de son arrivée dans la presse pour garantir sa formabilité. Cela sera donc notre température minimale d'austénitisation.

La température maximale industriellement réalisable est de 950°C, nous la choisirons comme borne supérieure de notre gamme de température d'essais.

L'évolution de la taille de grain est représentée dans la littérature en fonction d'un paramètre combinant la température du four et le temps passé au-dessus de la température A_{c3} . Il s'agit d'une loi de type Hollomon-Jaffe [Hollomon 1945] (eq. 17) :

$$H_p = T(C + \log(t)) \quad (17)$$

Où :

- H_p : le paramètre d'Hollomon-Jaffe ;
- T : la température en Kelvin ;
- C : une constante qui dépend du matériau ;
- t : le temps en secondes.

Le coefficient C a été choisi comme valant 11,8, c'est celui couramment utilisé dans la littérature pour la croissance des grains austénitiques dans les aciers bas carbone faiblement alliés [Wang 2020].

Les tôles des aciers laboratoire étant disponibles en plus faible quantité, seules les températures de traitements minimale (900°C) et maximale (950°C) ont été utilisées. Le temps d'enfournement dans ces deux conditions est de 3 et 15 min. Ces temps ont été choisis car avec les températures A_{c3} précédemment déterminées, et la loi d'Hollomon, elles permettront

l'obtention d'une large gamme, équitablement répartie, de taille de grains austénitiques. Le Tableau 17 résume ces paramètres pour les aciers de laboratoire.

Tableau 17 : Synthèse des paramètres de traitements choisis pour les aciers laboratoires, et valeurs correspondantes au paramètre d'Hollomon-Jaffe.

	Températures (°C)	Temps d'enfournement (min)	Temps d'enfournement (s)	Temps au-dessus d'Ac ₃ (s)	Paramètre d'Hollomon (K)
Laboratoire (Low N/Low Ti ; Med N/Med Ti ; High N/High Ti)	900	3	180	80	16070
		15	900	800	17250
	950	3	180	110	16930
		15	900	830	18000

Les aciers industriels, disponibles en plus grande quantité, permettent la réalisation de conditions d'austénitisation plus nombreuses. La température intermédiaire de 930°C a été ajoutée, et couplée à des temps de 4 et 12 min afin d'obtenir une gamme intermédiaire de valeurs de Hp plus riches. De plus le temps d'enfournement à 900°C a été allongé à 6 min car la présence de revêtement augmente le temps minimal d'austénitisation de plus de 100 secondes. Ces valeurs ont été choisies à l'aide de la loi d'Hollomon pour obtenir une large gamme de grain pour la même composition chimique, mais également afin de pouvoir comparer les matériaux de différentes compositions chimiques à iso taille de grains. Le Tableau 18 résume ces paramètres pour les aciers industriels. Suite à l'austénitisation puis à la trempe sous presse, les tôles ont ensuite subi un revenu à 170°C pendant 20 min.

Tableau 18 : Synthèse des paramètres de traitement choisis pour les aciers industriels, avec les valeurs correspondantes grâce du paramètre d'Hollomon-Jaffe.

		Températures (°C)	Temps d'enfournement (min)	Temps d'enfournement (s)	Temps au-dessus d'Ac ₃ (s)	Paramètre d'Hollomon-Jaffe (K)
Industriel	Grade 0.07C + μ	900	6	360	165	16645
			15	900	705	17180
		930	4	240	72	16430
			12	720	552	17490
		950	3	180	27	16180
			10	600	447	17670
	Grade 0.23C	900	6	360	170	16460
			15	900	710	17185
		930	4	240	75	16450
			12	720	555	17500
		950	3	180	30	16240
			10	600	450	17680
	Grade 0.33C + μ	900	6	360	175	16470
			15	900	715	17190
		930	4	240	78	16470
			12	720	558	17500
		950	3	180	33	16290
			10	600	453	17680

c) Caractérisation mécanique et microstructurale

Afin de déterminer l'évolution des propriétés mécaniques suite aux différents traitements thermiques, des essais de traction (trois essais selon la direction L et trois selon la direction T), ainsi que des essais de pliage (trois en sens RD et trois en sens TD) ont été réalisés sur les matériaux industriels. Sur les matériaux laboratoires, deux essais de pliage sens TD ont été réalisés par condition. Le choix de TD a été réalisé car il s'agit de la condition dans laquelle la matière est sollicitée parallèlement à la direction de laminage, et par conséquent la plus néfaste vis-à-vis de possibles alignements d'inclusions.

3.2.2 Evolution de la taille de grain en fonction du temps et des températures de traitement thermique

De manière attendue, la taille de grain austénitique augmente avec le temps d'enfournement et la température. Cependant pour les aciers revêtus, l'évolution est sensiblement différente entre les aciers non-micro-alliés et micro-alliés. Le micro-alliage permet une réduction de la taille de grain. Cette tendance a été observée sur les deux aciers micro-alliés, possédant des teneurs en carbone différentes (Figure 109).

Si l'on compare les deux aciers micro-alliés, la cinétique de croissance de grain dans le Grade 0.07C+ μ semble plus lente que celle dans le Grade 0.33C+ μ .

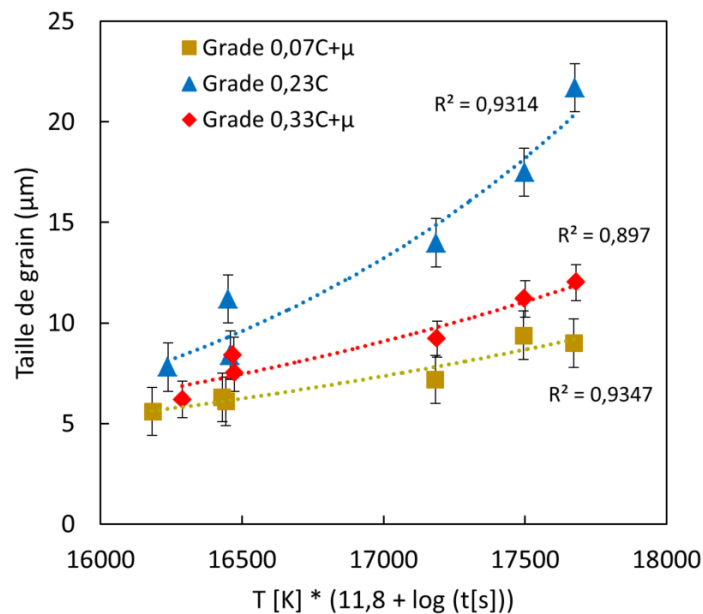


Figure 109 : Evolution de la taille de grain austénitique dans les acier industriels revêtus en fonction du paramètre d'Hollomon-Jaffe (eq. (17)).

Sur les matières laboratoire non-revêtues, l'augmentation de la teneur en Ti affine la taille de grain, quelle que soit les conditions d'austénitisation utilisées (Figure 110).

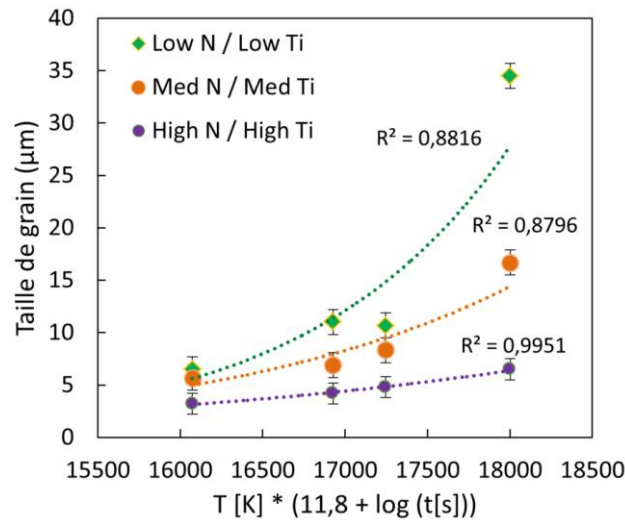


Figure 110 : Evolution de la taille de grain austénitique sur nuances de laboratoire non-revêtues en fonction du paramètre d'Hollomon-Jaffe (eq. (17)).

Chaque acier étudié, industriel ou laboratoire, possède sa propre cinétique de croissance de grain austénitique. À paramètres de traitement thermiques donnés, celle-ci dépend principalement de la composition chimique, puis de la présence de revêtement. Le vaste intervalle de conditions réalisées permet d'obtenir des lois de croissance de grain pouvant s'adapter à de nombreux PHS industriellement réalisables.

Dans les aciers industriels, l'ajout de microalliage de niobium permet d'obtenir une fine précipitation de NbC venant ralentir la croissance de grain austénitique par effet d'épinglage Zener [Zener 1948] ainsi que par traînage de solutés [Dou 2011]. La température est un paramètre de premier ordre lorsqu'il s'agit de favoriser la croissance de grain. En l'augmentant à 950°C, la taille de grain a en moyenne doublé pour les aciers microalliés. Cette augmentation reste faible par rapport à un acier non microallié.

Golem [Golem 2019] a réalisé huit traitements thermiques entre 850 et 1200°C, pendant 10 min, sur un acier de composition chimique équivalente au Grade 0,23C et revêtu. Les valeurs de taille de grains austénitiques ont été extraites et comparées à notre acier de l'étude en utilisant le même paramètre d'Hollomon-Jaffe. La cinétique de croissance de grain obtenue est similaire à celle obtenue par Golem (Figure 111).

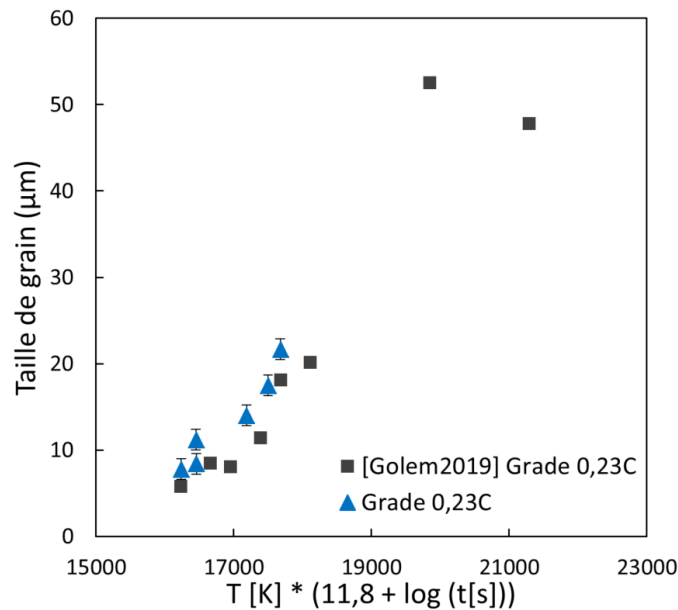


Figure 111 : Comparaison entre la cinétique de croissance de grain sur Grade 0,23C avec les données obtenues par Golem [D'après Golem2019]

Sur les aciers de laboratoire, l'augmentation de la teneur en titane a également joué un rôle affinant grâce à la présence de nombreux TiC et Ti(C,N), permettant de ralentir la croissance de grains. Dans le cas avec la plus haute teneur en titane, malgré l'augmentation de la température et du temps d'austénitisation, il devient difficile de faire croître davantage la taille de grain en restant dans des conditions d'austénitisation industriellement réalisables.

Sur les aciers de laboratoire comme industriels, il est difficile d'obtenir des tailles de grains inférieures à 5 µm, malgré l'ajout de microalliage et des traitements thermiques courts à basse température (900°C). Le Grade 0.23C (non microallié) possède une taille de grain moyenne de 8 µm après un traitement thermique industriel 900°C-6min.

3.2.3 Corrélations entre comportement élastoplastique, pliabilité et PAGES

La Figure 112 montre l'évolution de l'angle de pliage en fonction de la taille de grain pour les trois matériaux industriels. Le premier cas correspond à un pliage RD (pli de la matière perpendiculaire à la direction de laminage), le second un pliage TD (pli de la matière parallèle à la direction de laminage).

Au premier ordre, il est possible de voir que c'est la composition chimique qui gouverne majoritairement l'angle de pliage.

Au deuxième ordre, et pour les pliages RD, l'affinement de la taille de grain permet une augmentation de l'angle de pliage. Un gain de plusieurs degrés d'angle de pliage à rupture est significatif dans l'amélioration de la ductilité locale à rupture.

En ce qui concerne les pliages TD, aucune tendance commune aux trois compositions chimiques n'a été observée. L'augmentation de l'angle de pliage avec l'affinement de la taille de grain reste vraie pour l'acier Grade 0,33C+µ. Une tendance inverse est observée sur l'acier Grade 0,07C+µ. L'angle de pliage du Grade 0,23C reste constant quelle que soit la taille de grain

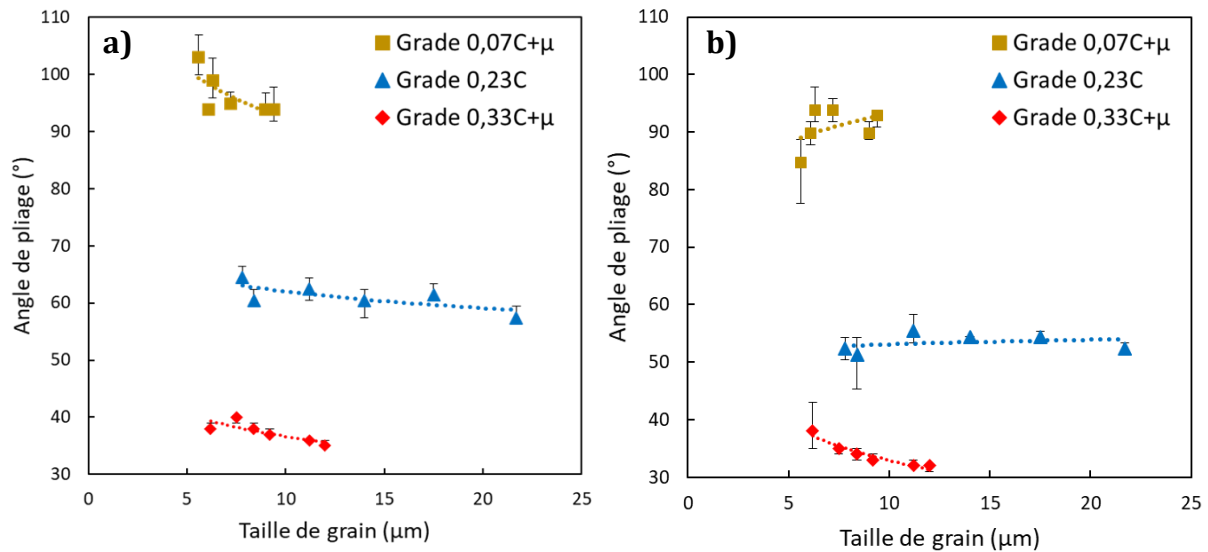


Figure 112 : Evolution de l'angle de pliage en fonction de la taille moyenne des grains austénitiques pour les trois nuances industrielles étudiées : a) pliage RD, b) pliage TD

Les courbes issues des essais de traction après des différents traitements thermiques sont représentées pour les trois grades industriels sur la Figure 113.

Grade 0.07C+μ : Les conditions de traitement d'austénitisation affectent peu l'allure générale des courbes. Les traitements 950°C-3min ainsi que 930°C-4min résultent en un allongement inférieur aux autres conditions de traitement. Ces mêmes traitements présentent des résistances mécaniques similaires aux autres, mais des allongements maximaux uniformément répartis plus faibles.

Grade 0.23C : Les courbes de traction après des différents traitements thermiques semblent être similaires. L'érouissage possède une allure constante, et une faible variation de la résistance mécanique est observable. Les allongements à rupture sont eux aussi très proches.

Grade 0.33C+μ : Les comportements élastoplastiques sont semblables pour tous les traitements thermiques. L'analyse visuelle des courbes ne permet pas de dégager de tendance.

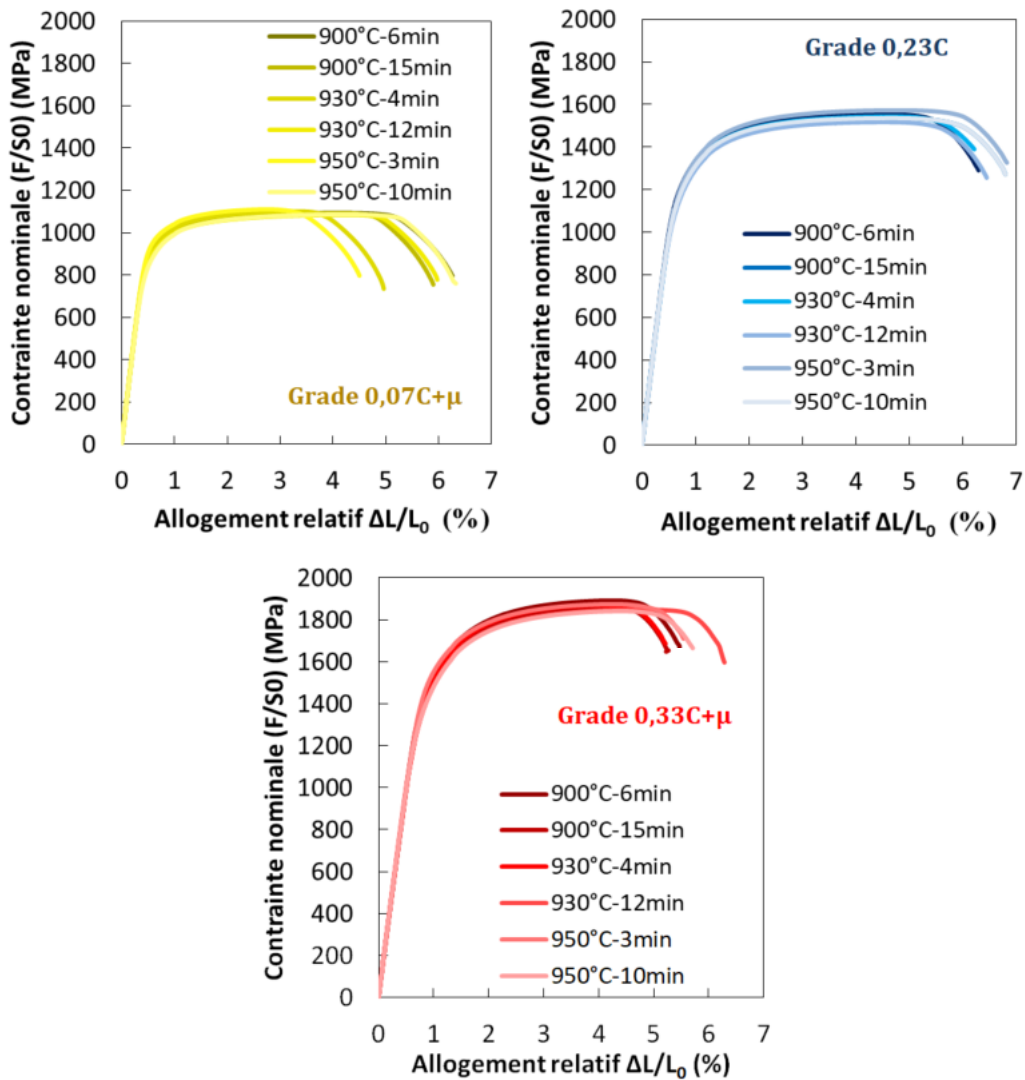


Figure 113 : Courbes de traction des trois aciers industriels suivant les différents paramètres de traitement d'austénitisation (revenu 170°C-20min)

L'évolution de la taille de grain austénitique a également été analysée en lien avec la résistance mécanique et la limite d'élasticité. L'affinement de la taille de grains n'a pas engendré de variation majeure de la résistance mécanique. Cependant, pour les trois matériaux, la limite d'élasticité augmente avec l'affinement de la taille de grain austénitique. À la fois l'angle de pliage et la limite d'élasticité suivent donc la même tendance, la réduction de la taille de grain a donc un double intérêt (Figure 114).

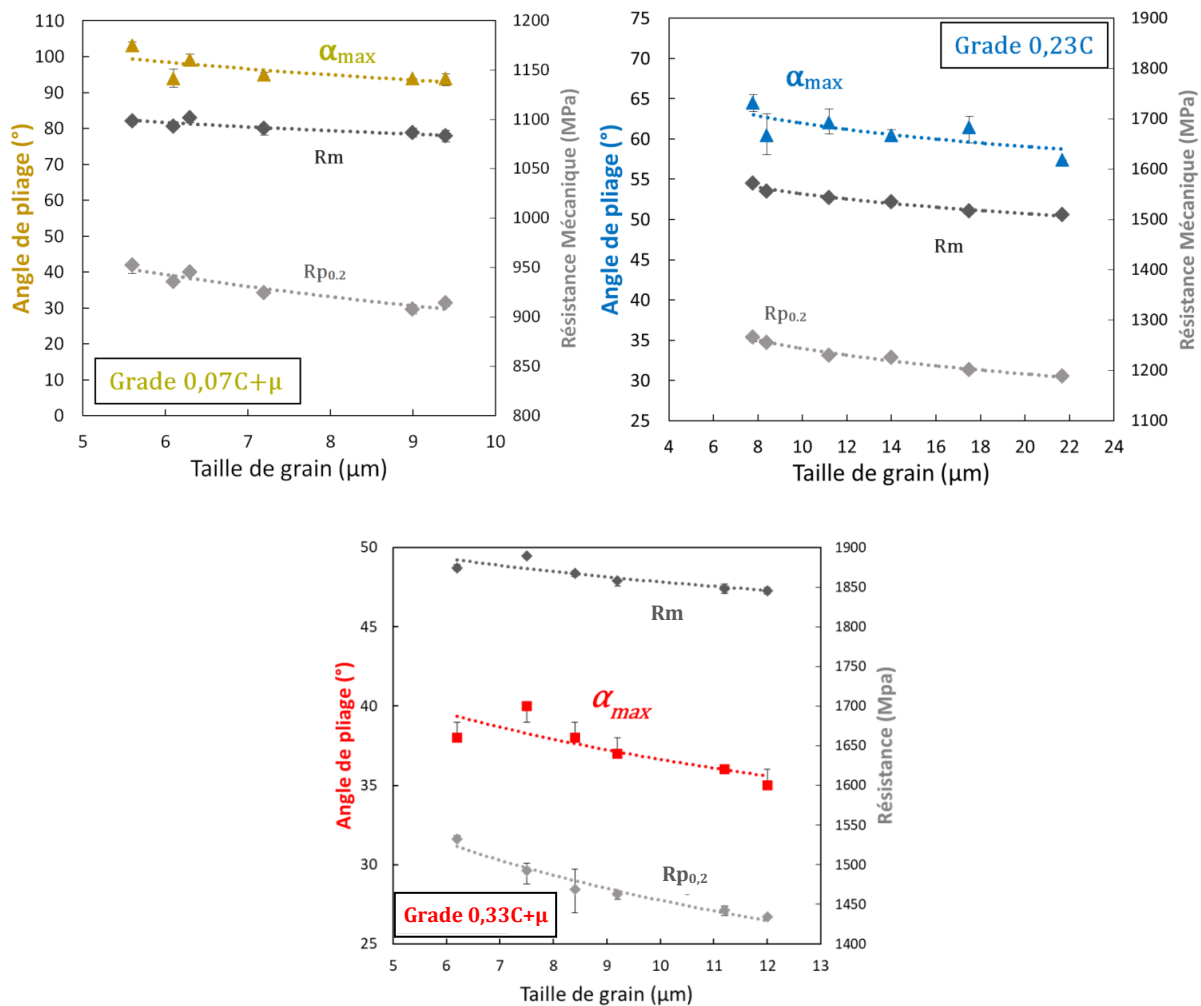


Figure 114 : Evolution de l'angle de pliage à rupture (RD), de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité, en fonction de la taille de grain austénitique. Grade 0,07C+μ, 0,23C, et 0,33C+μ.

Les traitements thermiques réalisés aux plus faibles températures permettent de diminuer de 40 à 50% la taille de grain des grades micro-alliés Grade 0,07C+μ et Grade 0,33C+μ par rapport aux traitements aux températures les plus élevées. Cela représente une augmentation de l'angle de pliage de 8%.

Sur l'acier non micro-allié Grade 0,23C, une réduction de la taille de grain de 75% a permis une augmentation de l'angle de pliage de 10%.

Sur le comportement élastoplastique dans les courbes de traction, peu de tendances sont visibles. Les aciers industriels ont des résistances mécaniques comprises entre 1000 et 1900 MPa. À de telles échelles, les variations induites par l'effet des tailles de grains ne sont pas identifiables aisément sur les courbes.

La cinétique de croissance de grain dans le Grade 0.23C est semblable à celle montrée par Golem [Golem2019]. Lors de ses essais, Golem a observé que la réduction de la taille de grain de 20 à 8 μm permettait une augmentation du $R_{p0.2}$ de 30 MPa, ainsi qu'une augmentation du R_m de 60Mpa. Sur le grade 0.23C, cette même réduction de taille de grain austénitique induit, dans nos essais une augmentation de 75 MPa sur le $R_{p0.2}$, et de 60 MPa sur le R_m . Ces valeurs sont donc cohérentes avec celles de la littérature, bien que notre augmentation de $R_{p0.2}$ est deux fois supérieure.

La réduction de la taille de grain de 20 à 8 μm dans les aciers industriels améliore aussi la pliabilité de 7°. Selon Golem, cette augmentation est de 4°. Les résultats sont donc du même ordre de grandeur. En revanche, ses deux plus petites tailles de grains présente une diminution de l'angle de pliage, qu'elle justifie par le fait que ses traitements thermiques n'ont pas permis une austénitisation homogène de la matière.

Les raisons métallurgiques précisent, de ces augmentations conjointes entre $R_{p0.2}$, R_m et angle de pliage, avec la réduction de la taille de grain austénitique, restent mal comprises de la littérature. L'affinement de la taille de grain va induire une diminution du M_s , qui diminue de 22°C entre des PAGs de 25 μm et 6 μm selon Celada-Casero [Celada 2019], sur un acier 0.2C-3.5Mn-1.5Si-0.5Mo. Cette diminution du M_s va avoir tendance à réduire l'effet de l'autorevenu, et donc la taille des carbures de transition. Cependant, la répartition spatiale des carbures est également directement liée à la taille de grains austénitiques car ceux-ci se forment en priorité dans les premiers grains ayant subi la transformation martensitique. Il est possible de faire comme hypothèse que les plus petits grains vont induire une répartition macroscopique de carbure plus homogène, augmentant la ductilité. Les augmentations du $R_{p0.2}$ et du R_m , sont suspectées d'être conjointement dues à la diminution de l'effet de l'autorevenu, ainsi que d'un pseudo effet Hall-Petch. Après un revenu à 170°C pendant 20min, la distribution spatiale des carbures s'homogénéise.

Ces tendances à l'augmentation n'ont cependant été démontrées que lors de pliages sens RD. Lors de pliage TD, aucune tendance similaire aux trois matériaux ne semble apparaître. Ces variations de comportement en pliage entre les directions TD et RD peuvent être induites par une anisotropie au sein de la matière. Une distribution anisotrope d'inclusions dans la matrice pourrait en être la cause. Lors du laminage les inclusions ont tendance à s'aligner, fragilisant ainsi l'acier dans les directions perpendiculaires à RD. Si cette hypothèse est vérifiée, cela pourrait induire que l'effet néfaste des alignements inclusionnaires est d'ordre supérieur à celui bénéfique apporté par l'affinement de la taille de grain. Les corrélations entre analyse inclusionnaire et essais mécaniques sur matériaux laboratoires seront détaillées au Chapitre IV.

Pour les aciers de laboratoire, l'évolution de l'angle de pliage en fonction de la taille moyenne des grains austénitiques a également été tracée (Figure 115).

L'affinement de la taille de grain semble diminuer l'angle de pliage à rupture pour la composition avec les teneurs en azote et en titane les plus élevées. À l'inverse, la pliabilité de l'acier Low N/Low Ti semble insensible à la variation de la taille des grains austénitiques.

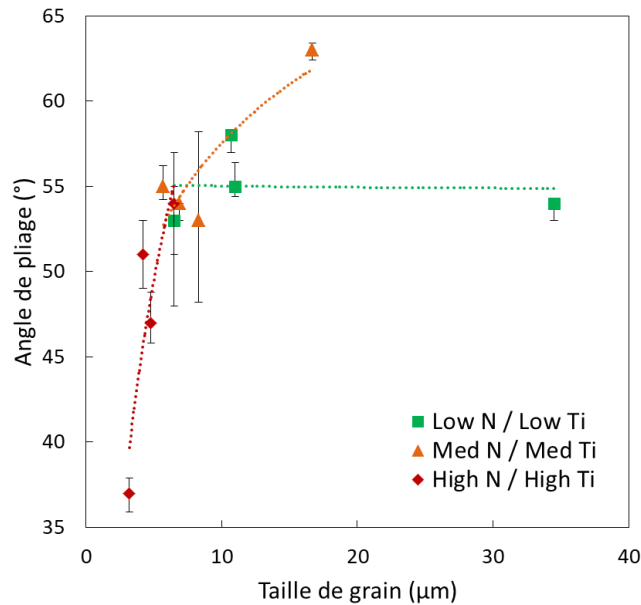


Figure 115 : Evolution de l'angle de pliage (en TD) en fonction de la taille de grain austénitique sur aciers laboratoire non-revêtus 0,2%C, pour différents taux d'azote et de titane. (Lorsque les intervalles d'erreurs non pas visibles, cela signifie qu'ils sont englobé dans l'épaisseur du point).

Certaines éprouvettes ont été refroidies à l'azote liquide après pliage, dans le but de rompre de manière fragile le reste de la tôle non fissurée. La zone ductile peut ensuite être observée et correspond à la surface de rupture générée pendant l'essai de pliage. Des fractographies ont ainsi été réalisées sur deux microstructures Low N/Low Ti qui possèdent une forte différence de taille de grains austénitiques (7 et 35 µm), mais des angles de pliages très proches (53 et 54°) (Figure 116). Les tailles des cupules de la microstructure possédant les plus gros grains semblent qualitativement moins homogènes que dans le cas des petits grains. Cependant les cupules semblent plus profondes, témoignant d'une plus grande croissance avant la rupture.

Les essais de pliage TD sur les aciers laboratoires ne permettent pas alors de dégager de tendances communes sur l'effet de la taille de grain, ce qui conforte les essais réalisés sans TD sur les aciers industriels. Les aciers à plus hautes teneurs en titane et azote, suspectés de contenir plus d'inclusions, présentent des angles de pliages inférieurs par rapport aux ceux obtenus sur d'autres compositions chimiques, malgré l'affinement de la taille de grain. Cela permet à nouveau d'émettre l'hypothèse d'un effet délétère des inclusions en pliage TD, qui dans le cas High Ti/High N, semble prépondérant à l'effet favorable dû à l'affinement de taille des grains austénitiques.

Les aciers Low N/Low Ti présentent peu d'inclusions sur les fractographies observées, les cupules sont donc majoritairement générées par des carbures. Les revenus et les compositions chimiques étant identiques, les tailles de carbures de fer sont supposées proches entre les deux conditions d'austénitisation, ce qui explique des tailles de cupules similaire.

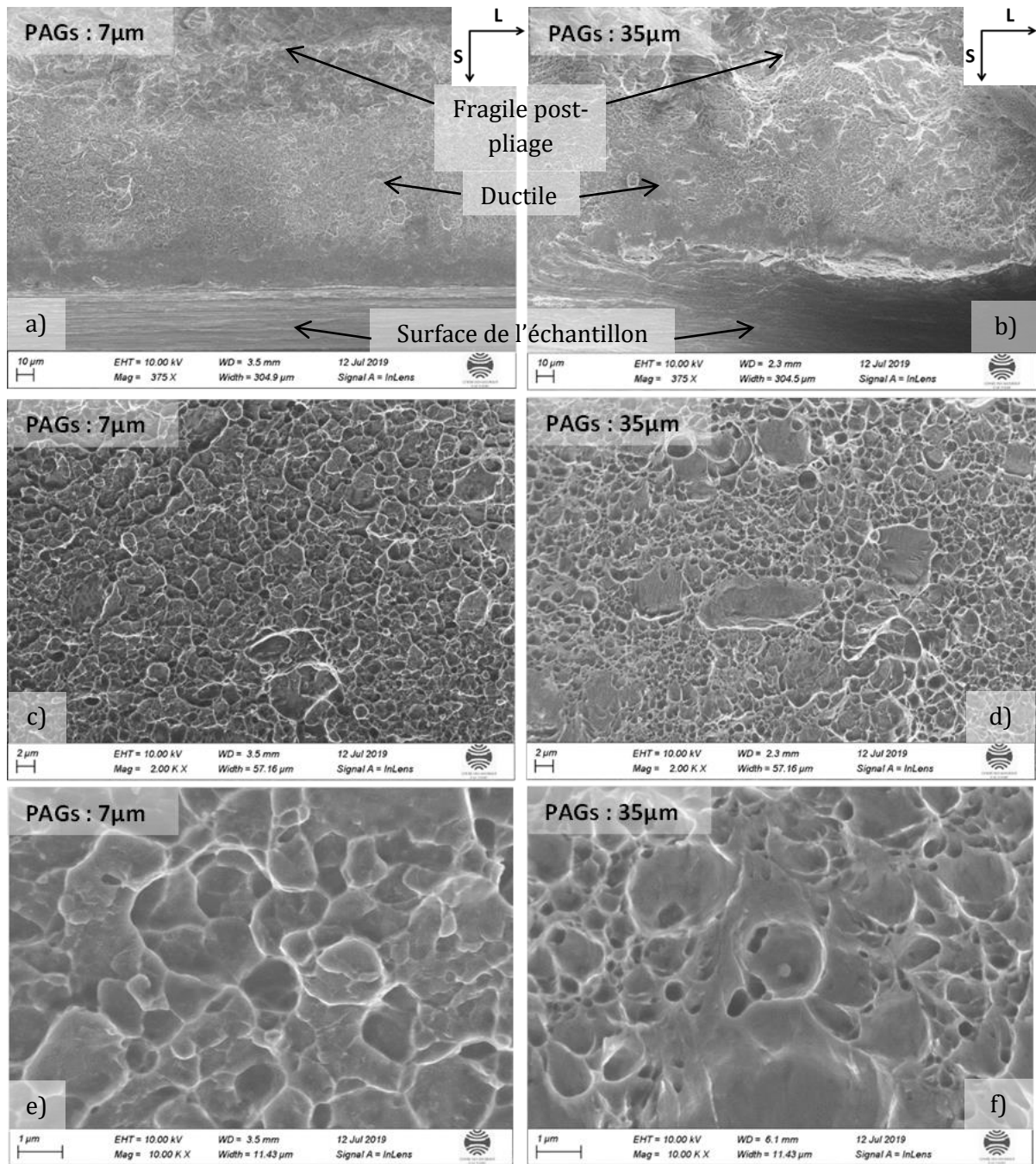


Figure 116 : Fractographie d'éprouvettes de pliage Low N/Low Ti, possédant deux tailles de grain austénitique différentes et des angles de pliage à rupture semblables (53 et 54°) : a) PAGS 7 μm, b) PAGS 35 μm, c) PAGS 7 μm, zoom 1, d) PAGS 35 μm, zoom 1, e) PAGS 7 μm, zoom 2, f) PAGS 35 μm, zoom 2.

3.2.4 Conclusion

Les éléments de microalliage (Ti, Nb, Mo), diminuent la cinétique de croissance de grain austénitique. Des paramètres de l'équation d'Hollomon-Jaffe (eq. 17) ont été identifiés et permettent de quantifier l'impact des éléments de microalliage sur la cinétique de croissance de grains pour les différentes compositions chimiques étudiées, laboratoires et industrielles. La cinétique du grade industriel non micro-allié est similaire à celle observée dans la littérature.

L'affinement de la taille de grain permet une augmentation du $R_{p0.2}$ ainsi que, dans une moindre mesure, de la résistance mécanique. Ces augmentations, de l'ordre de quelques dizaines de MPa, sont dépendantes de l'affinement de la taille de grain ainsi que de la composition chimique du matériau.

La réduction des PAGS permet d'augmenter l'angle de pliage à rupture (pour le pliage RD). Les valeurs de ces augmentations sont propres à chaque acier, et proportionnelles à la diminution de la taille de grains. L'effet bénéfique de l'affinement de la taille de grain est quantifié sur une vaste plage de résistance mécanique. Les essais de pliage réalisés en sens TD ne montrent cependant pas de tendance bénéfique à l'affinement de la taille de grain. D'autres paramètres, comme de possibles alignements inclusionnaires pourraient favoriser l'amorçage de rupture, masquant ainsi l'effet de la taille de grain.

Au premier ordre, c'est la composition chimique de l'alliage qui gouverne ses propriétés mécaniques et son aptitude au pliage. La dissociation de l'effet de la taille de grain dans ce chapitre, et de l'effet inclusionnaire dans le Chapitre V, nous permettra de conclure sur le second paramètre influençant l'initiation de rupture ductile en pliage.

3.3 Conclusion du chapitre III

Ce chapitre s'est concentré sur les paramètres microstructuraux influençant le comportement élastoplastique et l'initiation de rupture ductile des PHS. Le but a été de quantifier l'impact de la taille de grain austénitique ainsi que de la population de carbure de fer, sur les propriétés mécaniques et à rupture. Cette quantification permettra par la suite du manuscrit de déterminer plus finement l'impact de la population inclusionnaire en s'affranchissant des modifications microstructurales que l'ajout de microalliage engendra, notamment, l'affinement de la taille des anciens grains austénitiques. Les principales conclusions sont les suivantes.

L'augmentation de la température de revenu permet d'homogénéiser la répartition spatiale des carbures de fer. Leur taille augmente de 100 à 300 nm entre un acier Grade 0,23C brut de trempe et le même acier revenu à 300°C pendant 20 min. De plus la nature des carbures de fer évolue et passe de carbure de transition ϵ à de la cémentite. L'analyse des répliques carbone a permis de mettre en évidence la présence de fins précipités de titane, dont le revenu n'a pas modifié la répartition spatiale ni la taille.

L'augmentation de la température de revenu a eu pour conséquence de diminuer la résistance mécanique ainsi que l'allongement à rupture. Cependant, dans le même temps, la $R_{p0.2}$ a augmenté. Le déplacement maximal à rupture lors d'un essai de pliage augmente avec la réalisation d'un revenu à 170°C par rapport à un acier brut de trempe, puis diminue pour des températures de revenu de 230 et 300°C. Un optimum de ductilité local a donc été obtenu pour la température de revenu 170°C, n'engendrant qu'une faible diminution de la résistance mécanique. Dans la suite de l'étude, cette condition de revenu sera conservée pour tous les aciers.

A iso-résistance mécanique, l'énergie absorbée en pliage ainsi que la force maximale à rupture, sont systématiquement supérieures pour l'acier possédant le moins de carbone. L'énergie absorbée est majoritairement gouvernée par la résistance mécanique. Jusqu'à une température de revenu de 170°C, l'énergie absorbée ne décroît que faiblement. La diminution de la résistance mécanique est en partie compensée par une augmentation du déplacement du poinçon à rupture lors de l'essai de pliage. Cependant, pour une température de revenu supérieure à 170°C, la perte de résistance mécanique devient prépondérante, faisant ainsi décroître la valeur de l'énergie absorbée.

Les éléments de microalliage comme le titane, le niobium ou le molybdène, affinent la taille de grains, augmentant ainsi $R_{p0.2}$, ainsi que la résistance mécanique. Ces augmentations de dépendent du raffinement de la microstructure, ainsi que de la composition chimique du matériau. Une réduction de PAGS peut simultanément augmenter l'angle de pliage à la rupture (RD). La diminution de la taille de grain austénitique est par conséquent bénéfique sur la résistance de l'acier ainsi que sur sa capacité à se déformer localement sans générer de rupture lors d'essais de pliage RD.

Cependant, les essais de pliage dans la direction TD n'ont montré aucune tendance bénéfique à l'affinement de la taille de grains. Il est possible que d'autres phénomènes, comme l'alignement préférentiel d'inclusions, favorisant l'amorçage de rupture, masquent l'effet bénéfique de la réduction de la taille des grains.

Chapitre IV

Inclusions, de leurs formations à leurs propriétés mécaniques

La présence de nitrures (et/ou carbonitrures) de titane est connue comme étant un facteur favorisant l'amorçage de la rupture ductile des aciers (cf Chapitre I). Ces particules, formées lors du processus de fabrication, ont plusieurs propriétés mal connues de la littérature. Leur formation ainsi que leur répartition spatiale dépendent de la composition chimique de l'acier, ainsi que des paramètres du processus de fabrication. Les effets respectifs de la composition chimique et des paramètres procédés sur la répartition spatiale de nitrure de titane restent également peu référencés dans la littérature. De plus, les propriétés mécaniques de ces inclusions telles que leur dureté et leur module d'Young sont mal connues. En effet, les valeurs référencées sont très variables, avec notamment un module d'Young compris entre 251 et 600 GPa en fonction des auteurs. Déterminer de manière précise les propriétés mécaniques de ces nitrures permettra in-fine d'implémenter ces paramètres dans des modèles de simulation numérique.

Chapitre IV Inclusions, de leurs formations à leurs propriétés mécaniques	138
4.1 Thermodynamique et thermocinétique de la précipitation de nitrures de titane dans les PHS	139
4.1.1 Analyse thermodynamique	139
4.1.2 Analyse thermocinétique	144
4.2 Analyse inclusionnaire	151
4.2.1 Influence de la direction de laminage	152
4.2.2 Effet de la teneur en titane sur les populations d'inclusions	154
4.2.3 Effet de la teneur en carbone	158
4.3 Propriétés mécaniques des TiN et des TiC	163
4.3.1 Module d'Young et dureté	163
4.3.2 Effet de l'orientation cristalline	165
4.4 Conclusion du chapitre IV	167

4.1 Thermodynamique et thermocinétique de la précipitation de nitrures de titane dans les PHS

Afin de réduire la fraction de nitrures de titane dans les PHS, il est nécessaire de comprendre les mécanismes de leur précipitation en fonction de la composition chimique de l'acier et des paramètres de solidification. A l'heure actuelle, des modèles thermodynamiques et thermocinétiques ont été proposés pour analyser la précipitation dans les alliages métalliques [Porter 2009 - Clyne 1981 – Scheil 1942 – Bower 1966]. Bien que plusieurs recherches aient été effectuées sur la précipitation des nitrures de titane, les résultats sont encore débattus, voire contradictoires. Par exemple, certaines références ont conclu que les TiN précipitent au front de solidification dans les dernières gouttes de liquide [Jin 2018, Tian 2019], tandis que d'autres auteurs ont rapporté que la précipitation de TiN se réalisait également en phase solide [Liu 2016].

L'effet des éléments d'addition sur la taille des particules de TiN reste aussi controversé. Certains articles [Cai 2015 , Ma 2014] ont montré que l'augmentation de la teneur en titane dans l'acier conduit à une plus grande taille moyenne des inclusions, ces teneurs en titane sont comprises entre 180 et 710 ppm, qui sont des valeurs comparables à celles de notre étude. Lei et al. [Lei 2012] ont conclu en revanche que la teneur en titane n'avait que peu d'influence sur la taille finale des particules, mais leur étude a été réalisée sur des teneurs en titane très faibles (de 2 à 5 ppm) ce qui rend ces résultats éloignés de ceux de notre étude. Lei a également conclu que la vitesse de refroidissement n'a pas d'effet notable sur la ségrégation en azote et en titane dans le liquide. Li [Li 2020] a montré par modélisation que la taille des particules de TiN est censée doubler pour une vitesse de solidification 4 fois plus grande (0.5 contre 2 K/s). Son approche a l'avantage de prendre directement en compte la composition chimique de l'acier ainsi que les paramètres du procédé d'élaboration. C'est pourquoi nous avons utilisé la même approche de modélisation pour estimer l'effet des différents paramètres sur la formation de TiN dans les aciers étudiés.

4.1.1 Analyse thermodynamique

La formation de TiN a d'abord été analysée par une approche thermodynamique. La précipitation s'effectue quand le produit des concentrations d'azote et de titane réelles dans la phase liquide dépasse le produit des concentrations d'équilibre d'azote et de titane lors de la solidification. Cette précipitation peut être décrite grâce à l'équation (18) :

$$[Ti] + [N] = TiN_{(s)} \quad (18)$$

où :

- $[Ti]$ représente la teneur initiale en titane ;
- $[N]$ représente la teneur initiale en azote.

Le changement d'énergie de Gibbs durant la formation du TiN est donné par l'équation (19) :

$$\Delta G = \Delta G^\theta + RT \ln \frac{\alpha_{TiN}}{\alpha_{Ti}\alpha_N} = \Delta G^\theta + RT \ln \frac{1}{f_{Ti} \cdot w_{Ti} \cdot f_N \cdot w_N} \quad (19)$$

où :

- $\alpha_{TiN}, \alpha_{Ti}, \alpha_N$ sont les activités thermodynamiques du TiN, Ti et N, dans le liquide ;
- f_{Ti}, f_N sont les coefficients d'activités du Ti et N, dans le liquide ;
- w_{Ti}, w_N sont les fractions massiques de Ti et N, dans le liquide.
- ΔG^θ est l'énergie libre de Gibbs de formation de TiN à l'état standard.

Les compositions chimiques des aciers laboratoires ont été détaillées au [chapitre II](#). Les températures de changements de phases et de formation de TiN ont été déterminées en utilisant le logiciel Thermo-Calc et la base de données TCFE9. L'ensemble des résultats de l'étude thermodynamique présentés ont été calculés à l'aide de cette même base de données.

L'augmentation de la teneur en titane dans l'acier conduit à une élévation de la température de solvus des TiN (Figure 118). Cette température sera également plus élevée pour de faibles teneurs en carbone selon les calculs thermodynamiques. Il est à noter que la thermodynamique prédit que les TiN se formeront dans le liquide et à des températures proches du solidus, avec une faible fraction de liquide.

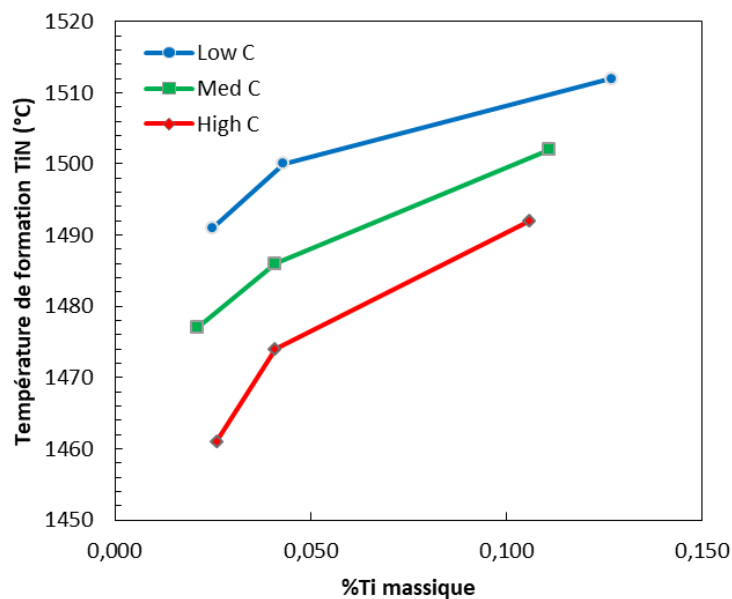


Figure 118 : Evolution de la température de solvus des TiN en fonction de la teneur en titane pour les aciers de l'étude suivant Thermo-Calc et la base de données TCNI9

Les températures de liquidus des 9 aciers étudiés ont été obtenues, et sont répertoriées sur la Figure 119 en fonction de la teneur en titane nominale. La réduction de la teneur en carbone augmente la température de liquidus, alors que la teneur en titane n'influe pas sur cette température, dans les gammes de microalliage étudiées. Ainsi, l'augmentation de la teneur en titane va augmenter la température de solvus de TiN sans modifier la température de liquidus de l'acier. L'écart entre ces deux valeurs de température diminue avec l'augmentation de la teneur en titane.

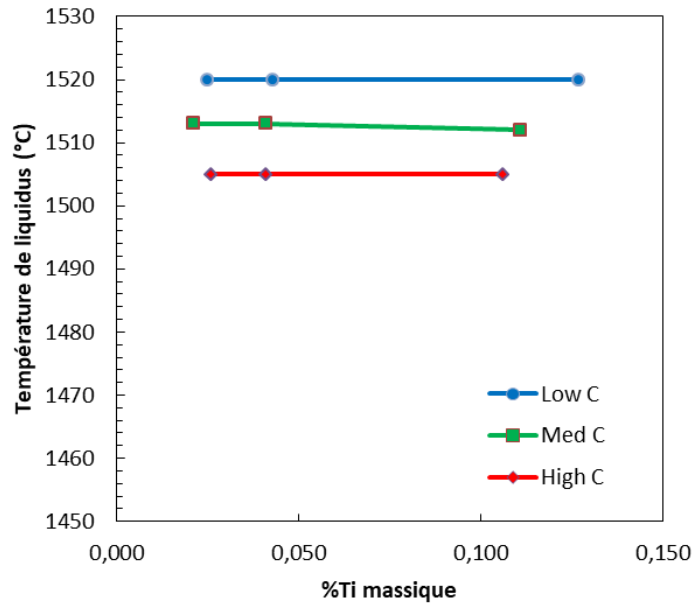


Figure 119 : Evolution de la température de liquidus des 9 aciers étudiés en fonction de la teneur en titane suivant Thermo-Calc et la base de données TCNI9.

Le calcul thermodynamique permet également de déterminer les valeurs de fractions massiques de nitrures de titane à l'équilibre. Leur évolution en fonction de la teneur en carbone et en titane est représentée sur la Figure 120.

Nous pouvons voir qu'à l'équilibre, la fraction massique de TiN est majoritairement gouvernée par la teneur en titane de l'acier (à teneur en azote fixe). Les variations observables sont dues au fait que la teneur nominale en titane dans les aciers de l'étude n'est pas exactement la même. L'évolution de la fraction massique de TiN en fonction de la teneur nominale en titane pour chaque composition chimique montre une corrélation linéaire.

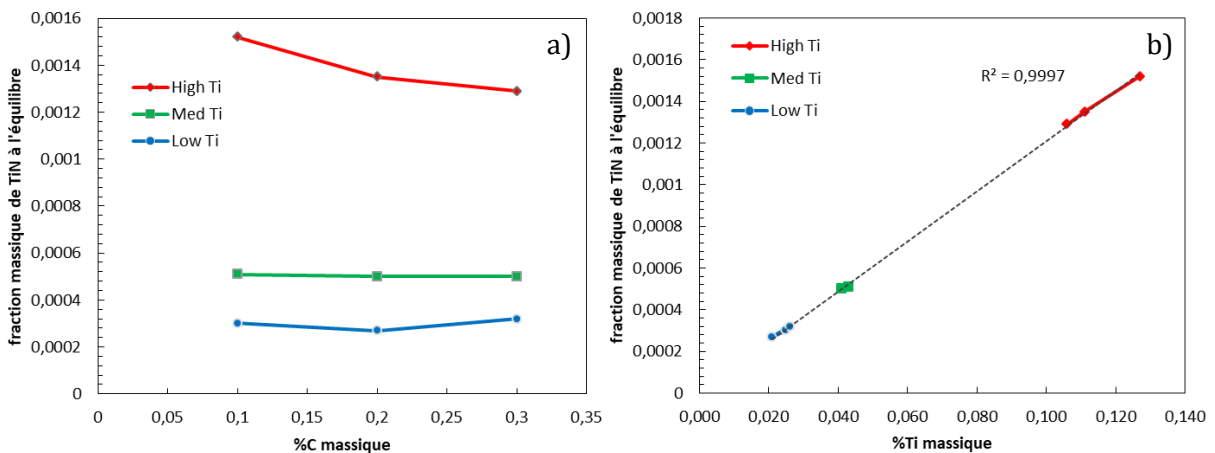


Figure 120 : Evolution de la fraction massique en TiN à l'équilibre en fonction de la teneur nominale en a) carbone et b) titane suivant Thermo-Calc et la base de données TCNI9 pour les 9 matériaux de l'étude (à 1200°C).

Cependant, il s'agit des fractions massiques calculées à l'équilibre. Lors de la solidification, certains auteurs ont montré qu'il existait une ségrégation des éléments d'addition au front de solidification [Kunz 1997 ; Lucas 2018], ce qui pourrait modifier les conditions locales de formation et de croissance d'inclusions. De plus, cette ségrégation semble être dépendante du

chemin de solidification (directement dépendant de la composition chimique) car les processus de diffusion et de partition des éléments entre les phases solide et liquide varient quand la solidification commence par la ferrite δ ou par l'austénite. Pour identifier la nature de la première phase solide formée pendant la solidification, des calculs thermodynamiques à l'aide du logiciel Thermo-Calc et la base de données TCNI9 ont été réalisés en fonction de la teneur en carbone (0,1, 0,2 et 0,3 % mass.) pour les trois teneurs en titane : Low Ti, Med Ti et High Ti.

Dans le cas de l'acier « Low Ti » (Figure 121), les phases en présence lors des différentes étapes de solidification et de transformation au refroidissement sont :

- Acier 0,1 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + TiN \rightarrow L + \delta + \gamma + TiN \rightarrow \delta + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$
- Acier 0,2%C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$
- Acier 0,3%C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$

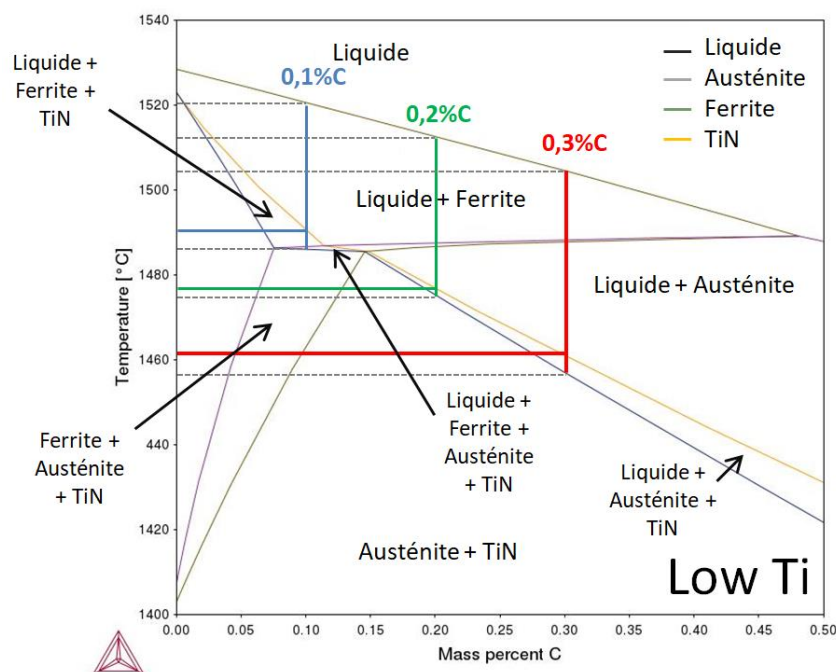


Figure 121 : Coupe isoplète de diagramme de phases calculé pour les aciers « Low Ti » (base de données TCFE9).

Dans le cas du Med Ti (Figure 122), les phases en présence lors des différentes étapes de solidification sont :

- Acier 0,1 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + TiN \rightarrow L + \delta + \gamma + TiN \rightarrow \delta + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$
- Acier 0,2 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow L + \delta + \gamma + TiN \rightarrow L + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$
- Acier 0,3 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$

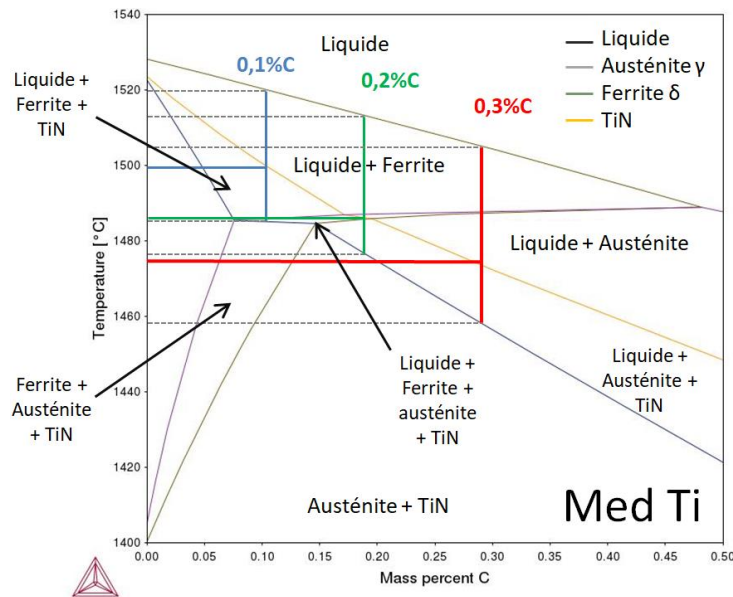


Figure 122 : Coupe isoplèthe de diagramme de phases calculé pour les aciers « Med Ti » (base de données TCFE9)

Dans le cas de l'acier « High Ti » (Figure 123), les phases en présence lors des différentes étapes de solidification sont :

- Acier 0,1 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + TiN \rightarrow L + \delta + \gamma + TiN \rightarrow \delta + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$
- Acier 0,2 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + TiN \rightarrow L + \delta + \gamma + TiN \rightarrow L + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$
- Acier 0,3 %C : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + TiN \rightarrow L + \gamma + TiN \rightarrow \gamma + TiN$

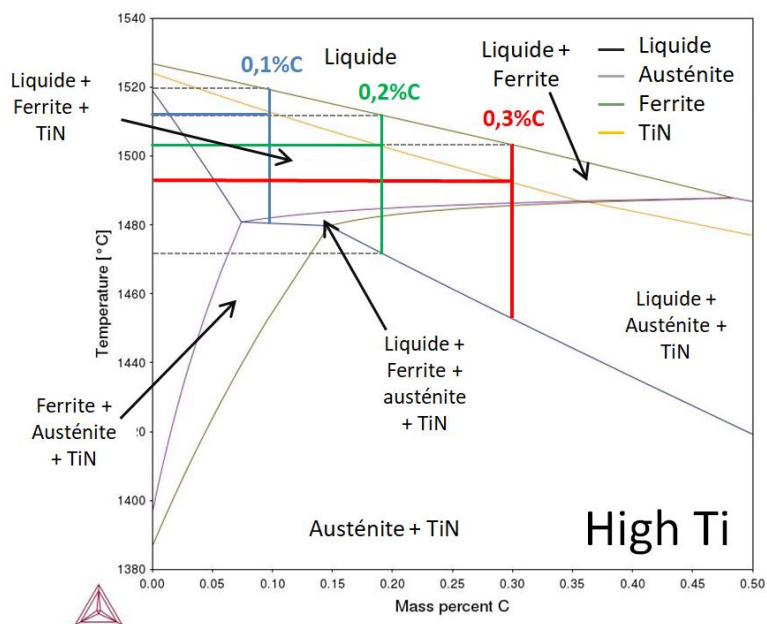


Figure 123 : Coupe isoplèthe de diagramme de phases calculé pour les aciers « High Ti » (base de données TCFE9)

Les aciers de l'étude peuvent alors être divisés en deux familles : ceux dont la solidification s'effectue uniquement par le domaine ferrite + liquide (acier à 0,1 %C), et ceux dont la solidification s'effectue par le domaine ferrite + liquide, puis austénite + liquide (aciers à 0,2 et 0,3 %C). Il existe dans les diagrammes une zone où les phases liquide, ferrite, austénite et TiN sont présentes. Cependant celle-ci n'est observée que sur un intervalle de température de

quelques degrés, et les aciers de l'étude semblent solidifier aux extrémités de cette zone (triangle situé aux alentours de 1490 °C). La vitesse de refroidissement étant de 0,82 K/s, le temps effectif dans ce domaine lors de la solidification sera faible. Cette zone de solidification ne sera donc pas considérée dans cette étude.

Selon la Figure 120, la teneur en carbone dans les aciers n'a pas d'effet notable sur la fraction massique de TiN formée à l'équilibre, mais a un impact sur la séquence d'apparition des phases pendant la solidification. Afin d'évaluer l'effet la solidification par la ferrite ou par l'austénite sur la formation de TiN, une analyse thermocinétique a été réalisée.

4.1.2 Analyse thermocinétique

Les TiN de taille micrométriques se forment dans le domaine liquide ou liquide-solide. En raison de la différence de solubilité des éléments d'addition dans le liquide et les phases solides et la diffusion limitée dans les conditions d'élaboration, une partition des éléments va apparaître entre le liquide et le solide. La formation des TiN pourrait être fortement impactée par ces aspects. Différents modèles de micro-ségrégation sont disponibles dans la littérature pour prédire les variations de concentration en éléments d'addition en fonction des conditions de refroidissement. Selon le modèle de Clyne [Clyne 1981], les éléments chimiques vont diffuser dans le liquide et dans le solide, donnant la loi de composition dans le liquide suivant la fraction solidifiée (eq. 20):

$$\frac{w_{[i]}}{w_{[i]}^0} = [1 - (1 - k_i)g]^{-1} \quad (20)$$

Où :

- $w_{[i]}$ et $w_{[i]}^0$ sont les concentrations instantanée dans le liquide et initiale de l'élément « i » ;
- k_i le coefficient de partage entre la phase solide et liquide ;
- g la fraction de la phase solide.

Pour l'austénite : $k_{Ti}= 0,13$, $k_N=0,49$ et $k_C=0,32$ [Kunz 1997]

Pour la ferrite : $k_{Ti}= 0,4$, $k_N=0,29$ et $k_C=0,17$ [Kunz 1997]

Ces coefficients ont été déterminés à la fin de la solidification dans un acier Fe-0.02%Ti par spectrométrie de masse des ions secondaires [Kunz 1997]

La fraction de la phase solide est une fonction de la température T à l'interface liquide-solide, qui est donnée pour les aciers par l'équation (21) [Ma 1998] :

$$g = \frac{(1811 - T_S)(T_L - T)}{(1811 - T)(T_L - T_S)} \quad (21)$$

Où :

- T_L est la température du liquidus de l'acier ;
- T_S est la température du solidus ;
- 1811 K correspond à la température de du fer pur.

Cependant, l'équation (21) ne permet pas de déterminer finement la ségrégation lors de la solidification pour les éléments comme titane. Ceci est notamment dû à sa faible vitesse de diffusion en phase solide. Scheil [Scheil 1942] a mis au point un modèle de solidification qui suppose une diffusion illimitée dans le liquide mais l'absence de diffusion dans le solide (Eq. (22)).

$$\frac{w_{[i]}}{w_{[i]}^0} = (1 - g)^{k_i - 1} \quad (22)$$

Le modèle de Scheil ne permet pas d'estimer la concentration en éléments d'addition dans le dernier liquide, pour des fractions de phase solide proches de 1. Celle-ci tend vers l'infini pour les éléments avec $k_i < 1$, et donc dans la majorité des cas.

Ainsi, afin d'obtenir une représentation plus réaliste, Brody et Flemings [Bower 1966] ont proposé un modèle où la diffusion dans la phase solide est considérée comme limitée, la diffusion étant totale dans la phase liquide (Eq. (23)).

$$\frac{w_{[i]}}{w_{[i]}^0} = [1 - (1 - \phi k_i)g]^{\frac{(k_i - 1)}{(1 - \phi k_i)}} \quad (23)$$

- où ϕ est un coefficient, compris entre 0 et 1

Selon Ohnaka [Ohnaka1986], une valeur de ϕ est donnée par l'Eq. (24) :

$$\phi = \frac{\alpha}{1 + \alpha} \quad (24)$$

où α est le paramètre de Fourier, calculé en utilisant le coefficient de diffusion dans la phase solide D_i , l'espacement interdendritique L (bras secondaires), et le temps local de solidification τ (Eq. (25)).

$$\alpha = \frac{4D_i\tau}{L^2} \quad (25)$$

Les valeurs des coefficients de diffusion sont déterminées grâce à l'équation d'Arrhenius (Eq. (26)):

$$D_i = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (26)$$

où :

- D_0 est le facteur pré-exponentiel ;
- E_a est l'énergie d'activation ;
- R la constante des gaz parfaits.

Les valeurs du facteur pré-exponentiel et de l'énergie d'activation sont répertoriées dans le Tableau 19

Tableau 19 : Facteurs pré-exponentiels et des énergies d'activation de diffusion de Ti, de C et de N dans l'austénite et la ferrite [Gladman 2002 ; Porter2009 ; Kuang 2008 ; Bowen 1970]

Eléments	Phase solide	$D_0, 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$	$E_a, \text{ kJ/mol}$
Ti	Austénite	0,15	251,2
	Ferrite	3,15	247
C	Austénite	0,23	148
	Ferrite	$6,2 \cdot 10^{-3}$	80,2
N	Austénite	0,91	168,6
	Ferrite	0,0078	79,1

Le temps local de solidification τ est calculé d'après l'équation (27) :

$$\tau = \frac{T_L - T_S}{R_C} \quad (27)$$

Où :

- T_L est la température du liquidus locale ;
- T_S est la température du solidus locale ;
- R_C est la vitesse de refroidissement

Des études antérieures réalisées à ArcelorMittal ont permis de déterminer que dans des conditions de solidifications et de compositions chimiques proches à celles utilisées dans cette étude, l'espacement interdendritique vaut 150 μm , et la vitesse de refroidissement pendant la solidification 0,82 K/s. Les mesures d'espacement interdendritique ont été obtenues par analyse optique après attaque chimique.

Il a été ainsi possible, en utilisant l'Equation (28), d'estimer la ségrégation en titane et en azote au cours de la solidification en fonction de la fraction de phase solide. La teneur en azote et en titane dans le dernier liquide sont représentées pour l'ensemble des 9 compositions chimiques réalisées en laboratoire : pour le cas de l'acier 0,1 %C sur la Figure 124, pour les aciers 0,2 %C sur la Figure 125 et pour les aciers 0,3 %C sur la Figure 126.

Sur l'ensemble des compositions chimiques, l'azote et le titane ségrégent dans le liquide, engendrant une concentration plus importante dans le dernier liquide. Les augmentations des teneurs finales en titane et en azote dans le liquide sont corrélées aux valeurs nominales.

Dans le cas de l'acier 0,1 %C, cette augmentation est monotone car la solidification s'effectue uniquement par la phase δ .

Pour les aciers 0,2 et 0,3 %C, une étape de solidification dans le domaine Liquide + γ après l'étape L+ δ va induire un changement de pente sur la courbe d'évolution de la concentration chimique, à cause d'une plus grande ségrégation du titane dans le dernier liquide. Les valeurs de teneur en titane obtenues dans le dernier liquide sont très importantes, et certainement éloignées de leurs valeurs réelles car le modèle ne prend pas en compte la formation de nitrures qui va piéger une partie du titane ségrégué.

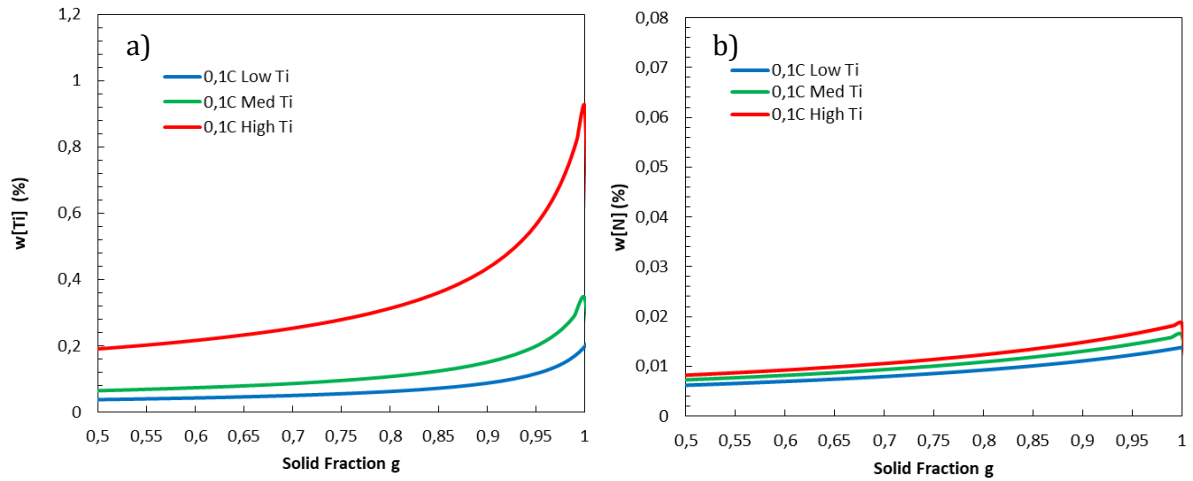


Figure 124 : Evolution de la teneur massique de a) titane et b) azote dans le liquide en fonction de la fraction solide pour l'acier 0,1 %C calculée à l'aide de l'Eq. (23).

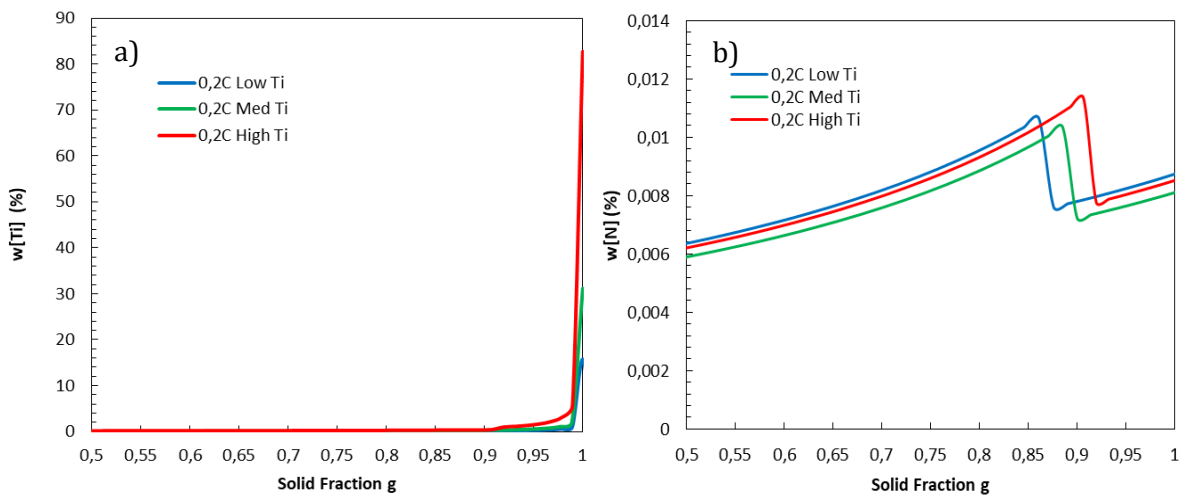


Figure 125 : Evolution de la teneur massique de a) titane et b) azote dans le liquide en fonction de la fraction solide pour l'acier 0,2 %C calculée à l'aide de l'Eq. (23).

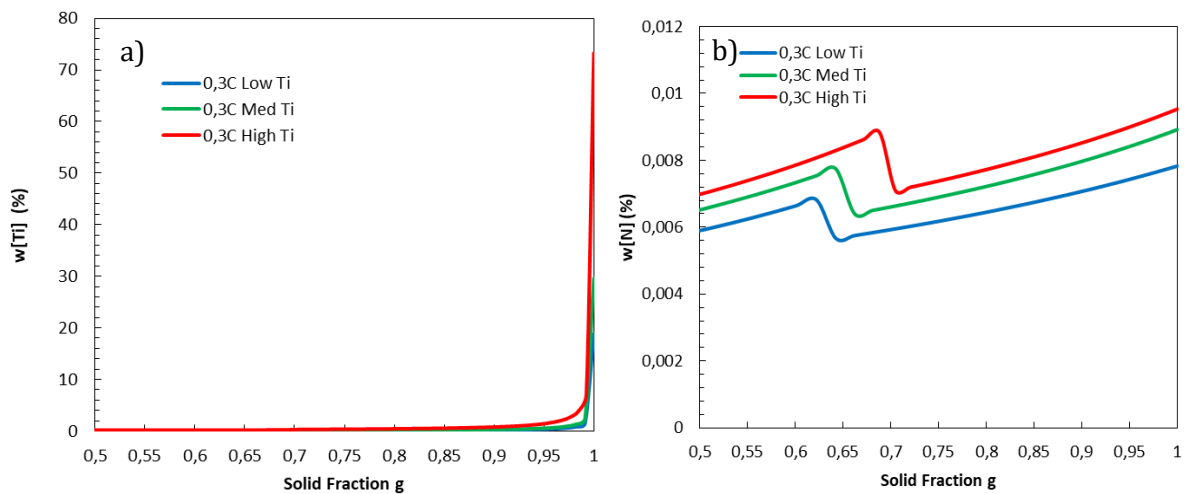


Figure 126 : Evolution de la teneur massique de a) titane et b) azote dans le liquide en fonction de la fraction solide pour l'acier 0,3 %C calculée à l'aide de l'Eq. (23).

Pour quantifier l'impact de la ségrégation du titane et de l'azote sur la formation de TiN, nous utilisons leur solubilité dans la phase liquide [Turkdogan 1987] de l'Eq. (28):

$$\log(L_{TiN}) = \frac{-17040}{T} + 6,4 \quad (28)$$

Où L_{TiN} est le produit de solubilité du TiN.

Pour une valeur de sursaturation η supérieure à 1, les conditions thermodynamiques sont favorables à la germination de nitrure de titane (Eq. 29).

$$\eta = \frac{[\%Ti][\%N]}{L_{TiN}} \quad (29)$$

Où $[\%Ti]$ et $[\%N]$ sont respectivement les teneurs locales en titane et en azote dans le liquide pour une température donnée.

Nous pouvons voir sur la Figure 127 que la sursaturation de titane et d'azote dans le liquide augmente très fortement dans les dernières fractions de liquide pour les aciers 0,2 et 0,3 %C, et ce quelle que soit la teneur initiale en titane. L'acier 0,1 %C conserve une sursaturation faible malgré l'augmentation de la teneur en titane. Cette différence est due à la très forte ségrégation de titane dans le dernier liquide pour les aciers 0,2 et 0,3%C. Cette ségrégation a deux origines :

1/ Les coefficients de partage plus faible du titane pour un équilibre austénite/ liquide ($k_{Ti}=0,13$) par rapport à un équilibre ferrite/ liquide $k_{Ti}=0,4$;

2/ Le coefficient de diffusion du titane qui est plus faible dans l'austénite que dans la ferrite ($D_{0austénite} : 0,15 \cdot 10^{-4} m^2/s$ et $D_{0ferrite} : 3,15 \cdot 10^{-4} m^2/s$).

Si la teneur en carbone n'affecte pas la formation de TiN d'un point de vue thermodynamique, comme cela a été montré précédemment, elle va en revanche modifier le chemin de solidification de l'acier. Si la solidification passe par un domaine liquide + austénite (γ), le titane va ségréger fortement au front de solidification, induisant une sursaturation importante dans le liquide, susceptible de générer une plus grande densité de TiN en fin de solidification.

Pour une même teneur initiale en titane, la sursaturation η dans le dernier liquide, induite par la ségrégation du titane et de l'azote, est de 50 à 80 fois supérieure dans les aciers 0,2 et 0,3%C par rapport au 0,1%C.

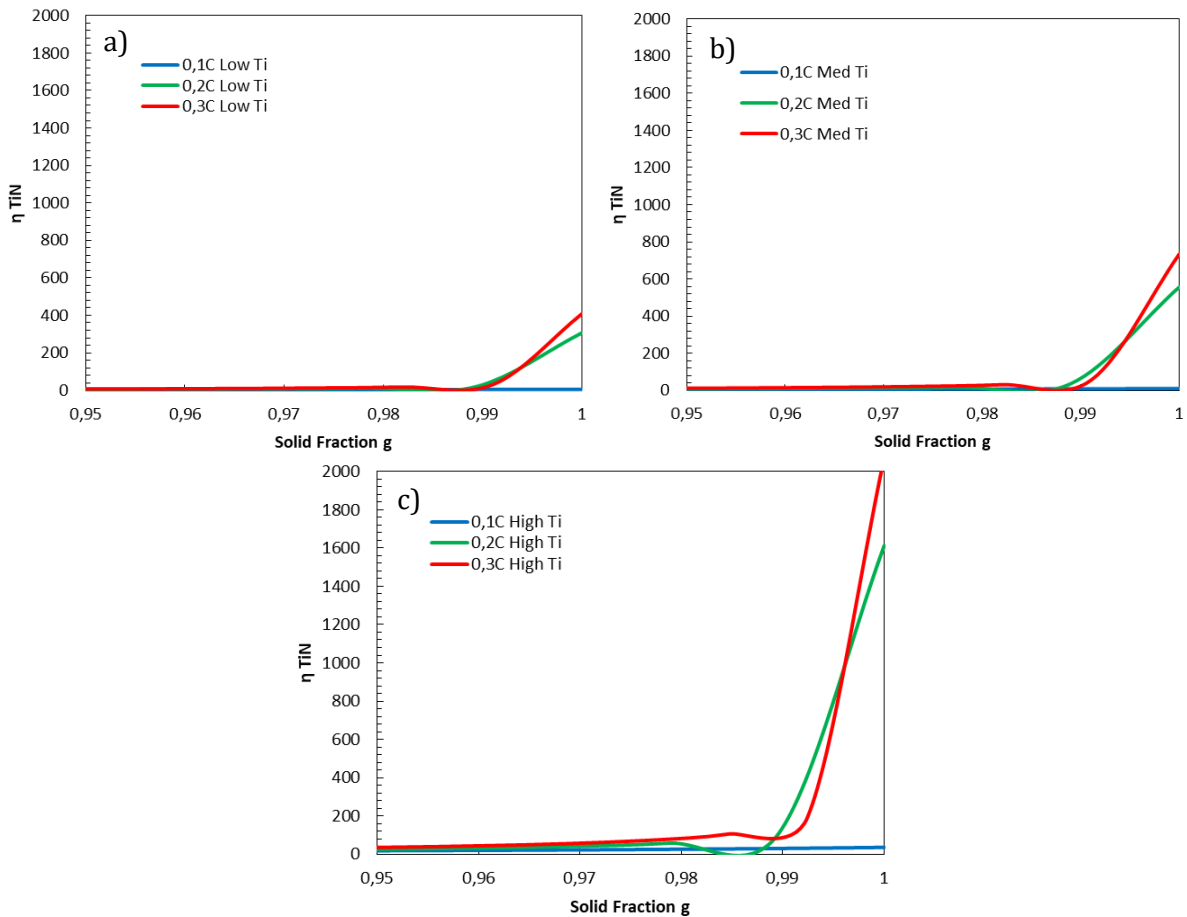


Figure 127 : Evolution de la sursaturation η en fonction de la fraction solide pour les trois teneurs en carbone a) Low Ti, b) Med Ti, c) High Ti. Calculée à l'aide de l'Eq. (29).

La formation de TiN est alors gouvernée par la sursaturation locale en titane et en azote suite à la ségrégation. Cependant une fois que l'azote est entièrement piégé dans les nitrures, l'excès de titane restant peut soit précipiter avec le carbone sous forme de carbure, soit rester en solution solide dans l'acier. Afin d'évaluer la capacité du titane à former des carbures (TiC), l'analyse de la ségrégation a également été réalisée pour le carbone. La même procédure de calcul que pour le titane et l'azote a donc été appliquée. L'évolution de la teneur en carbone dans la phase liquide est représentée en fonction de la fraction solide pour l'ensemble des nuances de l'étude sur la Figure 128. Nous pouvons voir que le carbone ségrège lui aussi dans le liquide au front de solidification. Dans l'acier 0,1%C l'évolution de la teneur en carbone augmente de manière monotone dans le liquide lors de la solidification. Dans les aciers 0,2%C et 0,3%C, la transition entre ferrite et austénite est marquée par une diminution de la ségrégation en carbone, celle-ci est légèrement retardée avec l'ajout de titane.

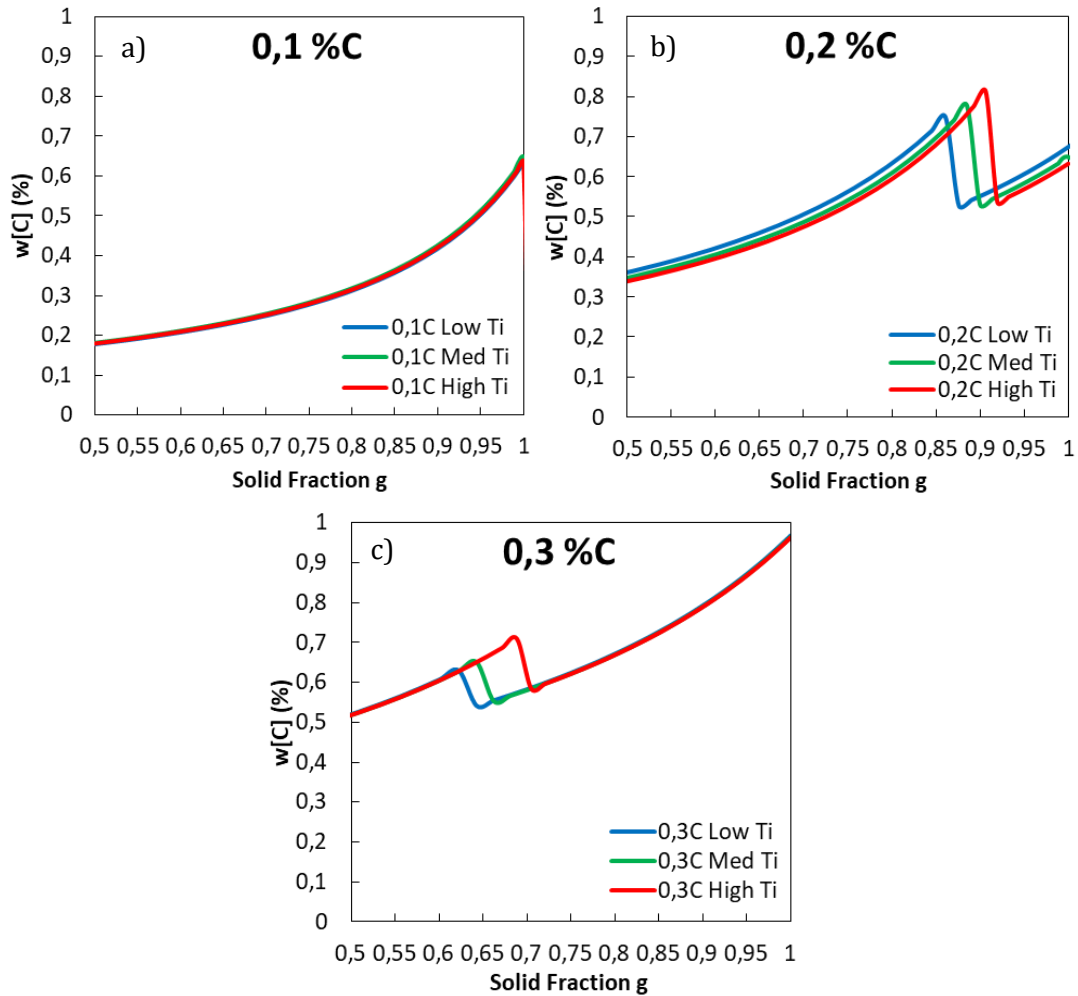


Figure 128 : Evolution de la teneur massique en carbone dans le liquide en fonction de la fraction solide dans les aciers : a) 0,1 %C, b) 0,2 %C et c) 0,3 %C calculée à l'aide de l'Eq. (23).

Pour quantifier l'impact de la ségrégation de carbone sur la formation de TiC, nous utilisons le produit de la solubilité du titane et du carbone dans la phase liquide (Eq. (30))

$$\log(L_{TiC}) = \frac{-8200}{T} + 4,614 \quad (30)$$

Où L_{TiC} est le produit de solubilité du TiC.

Pour une valeur de sursaturation η supérieure à 1, les conditions thermodynamiques sont favorables à la germination de carbure de titane (Eq. (31)).

$$\eta = \frac{[\%Ti][\%C]}{L_{TiC}} \quad (31)$$

Où $[\%Ti]$ et $[\%C]$ sont respectivement les teneurs locales dans le liquide en titane et en carbone pour une température donnée.

La Figure 129 représente l'évolution de cette sursaturation en fonction de la fraction de phase solide. Nous pouvons voir une forte augmentation de celle-ci dans les derniers liquides avant solidification complète pour les aciers 0,2%C et 0,3%C, quelle que soit leur teneur nominale en

titane. Dans l'acier 0,1%C en revanche, cette sursaturation est nettement plus faible, même dans le dernier liquide. La solidification par le domaine ferritique permet une ségrégation moins importante du titane. Pour les compositions chimiques étudiées, cette sursaturation reste toujours inférieure à 1 pour l'acier 0,1%C. Cela signifie qu'aucun TiC n'est censé se former, et ce pour les trois teneurs en titane étudiées.

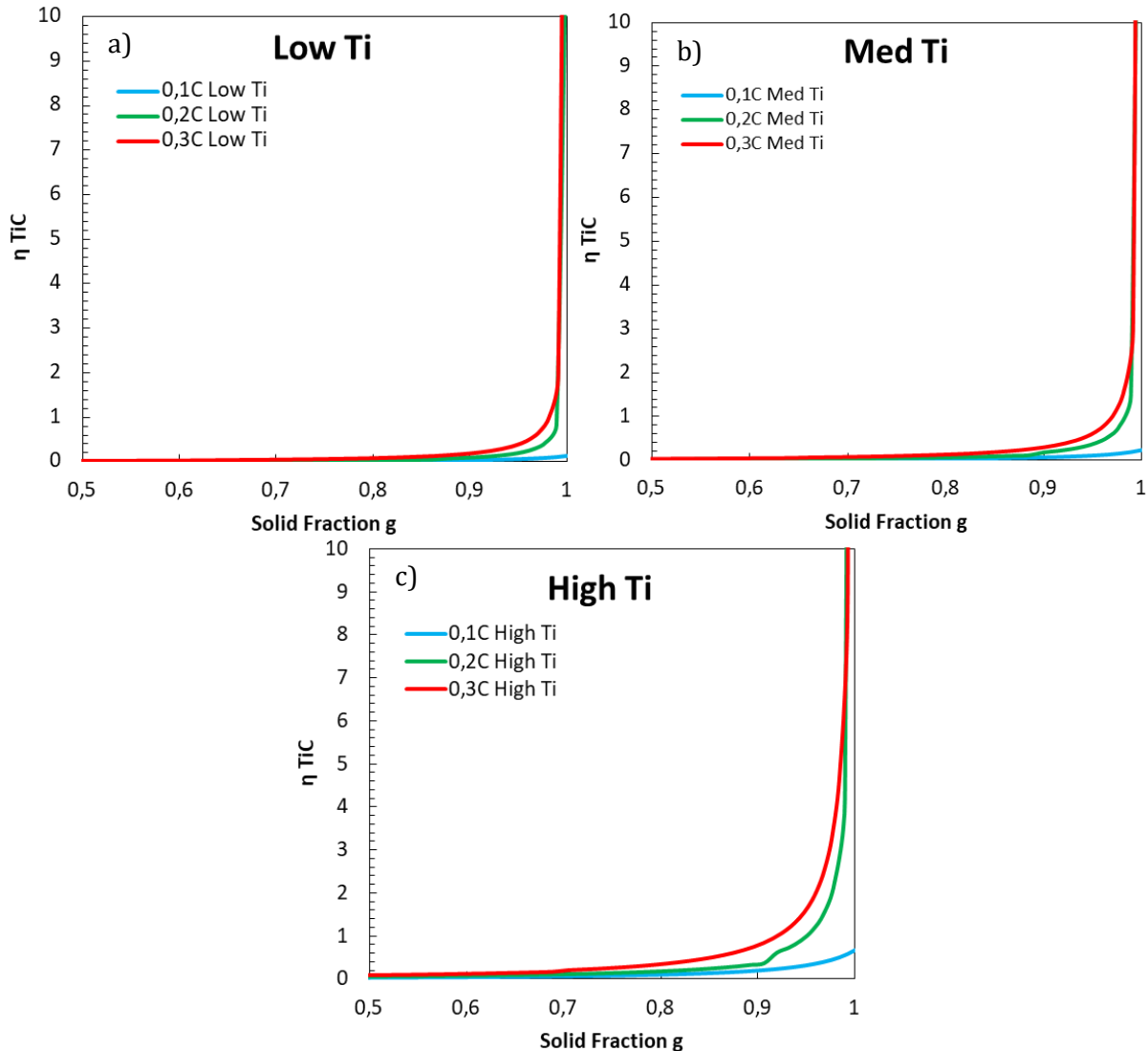


Figure 129 : Evolution de la sursaturation η en fonction de la fraction de phase solide pour les trois teneurs en carbone dans les aciers : a) Low Ti, b) Med Ti, c) High Ti calculée à l'aide de l'Eq. (31).

Les TiN se forment à des températures plus élevées que les TiC, et donc plus tôt lors de la solidification. Les TiC peuvent également se former sur des TiN déjà existants, formant ainsi des inclusions Ti(C,N). Du carbone peut également se trouver en substitution d'une partie de l'azote. Il conviendrait donc idéalement d'effectuer ces mêmes calculs avec le produit de solubilité correspondant au Ti(C,N). Cependant il n'en n'existe pas de valeur définie, notamment car cela dépend de la fraction de carbone et d'azote au sein de la particule.

4.2 Analyse inclusionnaire

Dans la partie précédente nous avons montré par le calcul que le chemin de refroidissement peut jouer un rôle dans la sursaturation en éléments d'additions au front de solidification,

favorisant la présence de TiN et de TiC lors d'une solidification par l'austénite. Cette partie a pour objectif de vérifier expérimentalement si les fractions d'inclusions sont en effet dépendantes du chemin de solidification, ainsi que de quantifier les populations inclusionnaires des différents aciers.

4.2.1 Influence de la direction de laminage

Le laminage des tôles, à chaud puis à froid, induit une déformation plastique hétérogène de la matière. Lors de cette déformation, les inclusions sont suspectées de s'aligner dans la direction de laminage. Les inclusions de nitrure de titane, connues comme étant fragiles, peuvent également se fragmenter, provoquant un alignement de fragments de TiN. Pour évaluer l'effet de l'orientation des alignements d'inclusions, il convient de recenser les différences de répartition spatiale qui peuvent exister d'un point de vue inclusionnaire suivant les directions L et T. Pour le faire, toutes les nuances présentées dans le [Chapitre II](#) ont été analysées dans les deux plans L-S et T-S.

a) Nuances à 0,1%C

L'analyse inclusionnaire sur la nuance 0,1 %C (Low C) permet de mettre en évidence les différentes familles d'inclusions présentes après élaboration et traitement thermique : TiN (y compris celles germés sur les oxydes), MnS, Al₂O₃, oxydes complexes et oxysulfures. La densité en nombre ainsi que la fraction surfacique sont représentées pour les trois teneurs en Ti sur la Figure 130. La fraction surfacique correspondant à la multiplication de la densité et de la surface moyenne des inclusions. Elle est considérée comme une valeur essentielle pour qualifier la propreté inclusionnaire d'un acier.

Nous pouvons voir premièrement que les TiN sont les plus présentes dans ces aciers, suivies par les oxydes. La fraction surfacique des nitrures représentent respectivement 35, 60 et 87% de toutes les inclusions comptabilisées, pour les aciers 0,1 %C Low Ti, Med Ti et High Ti. Leurs densités augmentent également avec la teneur en titane. La densité et la fraction surfaciques des autres familles d'inclusions oxydes ou sulfures ne varient presque pas pour les différentes teneurs en titane car celles du soufre (<10 ppm) et de l'oxygène (< 10 ppm) restent quasiment constantes dans les conditions d'une coulée VIM. Concernant les deux sens d'analyse par rapport à la direction de laminage, peu de différences sont observées pour la densité d'inclusions ainsi que sur la fraction surfacique si l'on compare les sens L et T. Entre 9 et 10% de variation de la fraction surfacique a été recensée, ce qui est une valeur qui sera considérée comme négligeable pour ces nuances 0,1%C. Ces données permettent de conclure que les nuances 0,1 %C ne présentent pas d'anisotropie prononcée de distribution d'inclusions en comparant les différentes directions dans la tôle.

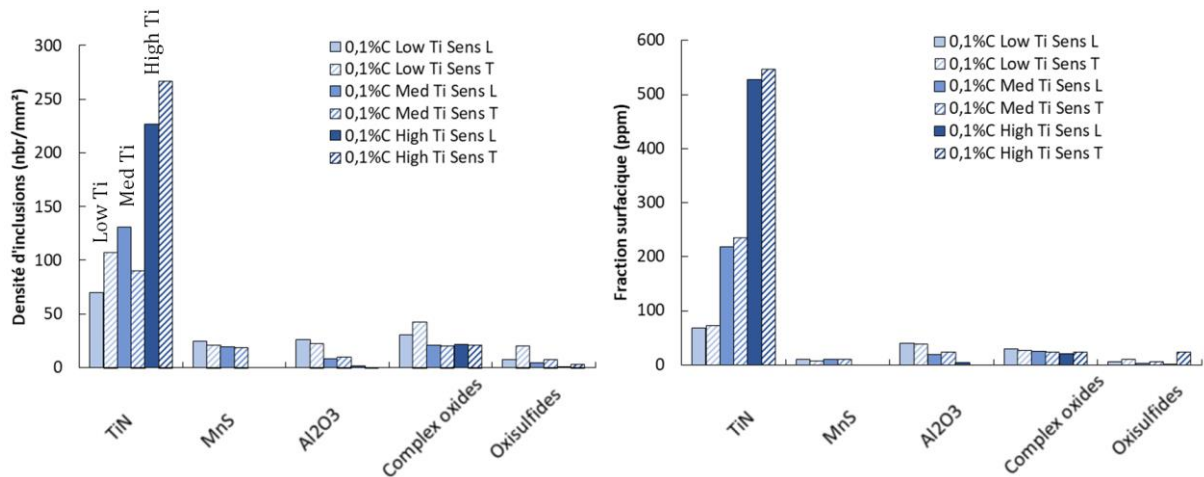


Figure 130 : Densité en nombre et fraction surfaciques par famille d'inclusions de l'acier 0,1%C en fonction du sens de prélèvement (L et T) par rapport à la direction de laminage

b) Nuances à 0,2 %C

Les nuances Med C (0.2 %C) présentent les mêmes types d'inclusions que les nuances Low C précédemment détaillées. Le sens d'analyse semble une nouvelle fois avoir peu d'influence sur les fractions surfaciques d'inclusions. Il est cependant observable que l'acier 0.2 %C « High Ti » présente une fraction surfacique d'oxydes complexes supérieure aux celles des autres inclusions (sauf TiN) (Figure 131). Le nombre d'oxyde complexes observés par mm² atteint 94 (pour la surface totale de 23,9 mm² analysée en sens T), soit trois fois la densité observée sur son homologue « Med Ti ». L'augmentation de la teneur nominale en Ti dans l'acier n'est pas censée être responsable d'une variation importante de la densité d'oxydes complexes, dont les critères de classification lors de l'analyse inclusionnaire ne prennent pas en compte la teneur en titane. De plus, les oxydes complexes sont formés à plus haute température que les TiN. Les populations d'Al₂O₃ sont en revanche moins présentes, des biais statistiques peuvent être responsables de ces écarts. Cependant, même dans la nuance 0.2 %C « High Ti », le nombre de TiN ainsi que leur fraction surfacique restent fortement prépondérants par rapport aux autres types d'inclusions. En l'occurrence, la fraction surfacique de TiN est approximativement trois fois supérieure à celle d'oxydes complexes. Sur ces nuances également, aucune anisotropie significative de distribution d'inclusions n'est observée.

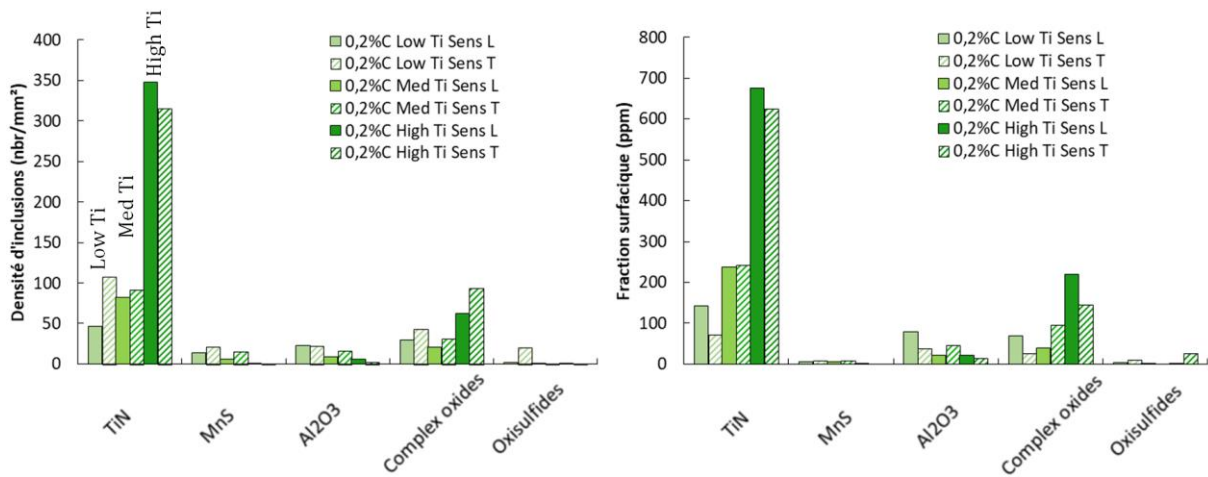


Figure 131 : Densité en nombre et fraction surfaciques d'inclusions des nuances 0.2 %C en fonction du sens de prélèvement (L et T) par rapport à la direction de laminage

c) Nuances à 0.3 %C

Les trois nuances « High C » (« Low Ti », « Med Ti » et « High Ti ») présentent, en ordre de grandeur, des densités et fractions surfaciques des différentes inclusions sont similaires entre sens L et T. Ces analyses montrent qu'il n'existe pas d'anisotropie sur la distribution spatiale d'inclusions entre les deux directions de prélèvement. La densité de nitrures de titane augmente avec la teneur en titane, mais les autres familles d'inclusions, observées en faible proportion par rapport aux nitrures de titane, conservent des répartitions identiques (Figure 132). Leurs fractions surfaciques sont inférieures à 30 ppm.

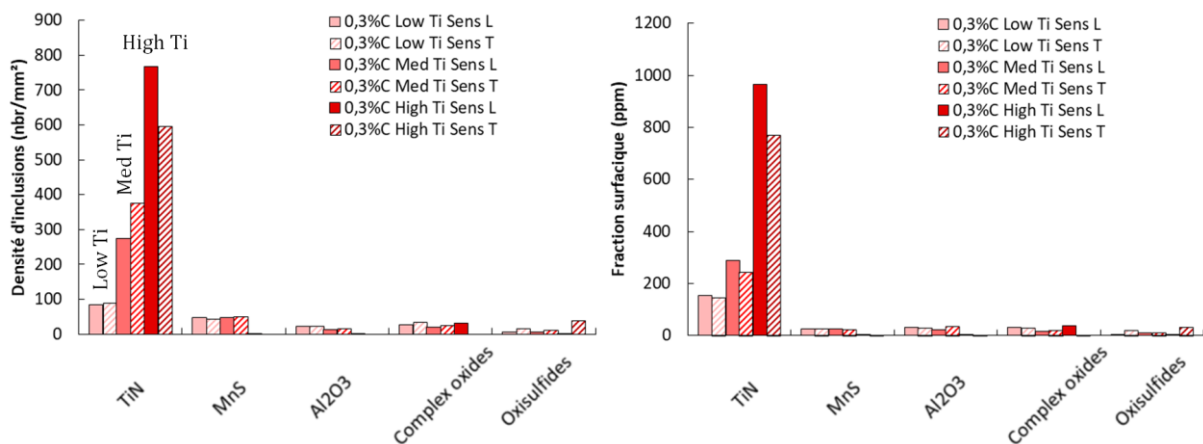


Figure 132 : Densité d'inclusion et fraction surfacique d'inclusions des nuances de l'acier 0.3 %C en fonction du sens de prélèvement (L et T).

Nous pouvons conclure que les différences dans la distribution des inclusions (densité et fraction surfacique) entre sens L et T sont faibles. De plus, pour chaque acier, la fraction surfacique de TiN est largement supérieure aux fractions surfaciques des autres familles d'inclusions. **Pour le reste de l'étude, nous ne nous concentrerons que sur les nitrures de titane analysés dans la direction L.**

4.2.2 Effet de la teneur en titane sur les populations d'inclusions

Les aciers étudiés ont été élaborés avec une teneur en azote quasi-constante mais la teneur en titane variable rendant possible d'en analyser son effet sur la population de TiN. Comme montré

dans le Chapitre I les nitrures de titane peuvent contenir du carbone, formant ainsi des carbonitrures Ti(C,N). Cependant, les carbonitrures de titane ne sont pas différenciables des TiN dans l'analyse automatique au MEB. Leurs tailles étant similaires, Ti(C,N) et TiN sont considérés appartenir à une seule famille.

a) Nuances à 0.1 %C

La Figure 133 représente l'évolution de la densité de nitrure de titane en fonction de leur diamètre équivalent moyen (à partir de la valeur minimale de 0,5 μm). Le graphique de droite est un zoom sur la distribution des plus gros TiN de tailles plus importantes mais qui sont en quantité plus faible que des TiN de faible taille (inférieure à 1 μm). Chaque point sur la Figure 133 correspond au nombre de TiN mesuré par millimètre carré, regroupés par classe de largeur de 0,5 μm .

L'augmentation de la teneur en Ti dans les aciers, pourtant conséquente (de 250 à 1200 ppm), n'induit pas d'augmentation significative de la densité inclusionnaire. Les particules les plus grosses (>2 μm) sont cependant plus nombreuses avec l'augmentation de la teneur en titane. D'une manière globale, les trois aciers contiennent très peu de TiN dont le diamètre équivalent moyen est supérieur à 4 μm . Ceci peut être dû à la variation de la teneur en azote dans les compositions chimiques initiales. En effet, cette teneur déterminée lors de l'analyse chimique, est légèrement plus importante dans les nuances 0.1%C à plus haute teneur en titane (40 ppm dans Low Ti, 47 ppm dans Med Ti et 53 ppm dans High Ti). La teneur en azote étant difficilement contrôlable, des écarts de 10 ppm sont considérés comme faibles.

La combinaison d'une teneur en titane presque 5 fois supérieure (1200 ppm / 250 ppm) et celle d'azote légèrement plus élevée (53 ppm / 40 ppm) n'a pas induit de variation majeure de fraction de TiN. Le titane non consommé par la formation des inclusions TiN, a pu soit conduire à la formation des inclusions TiC ou Ti(C,N) de tailles inférieures à 0,5 μm et donc non quantifiables en analyse inclusionnaire automatique, soit rester en solution solide dans la matrice.

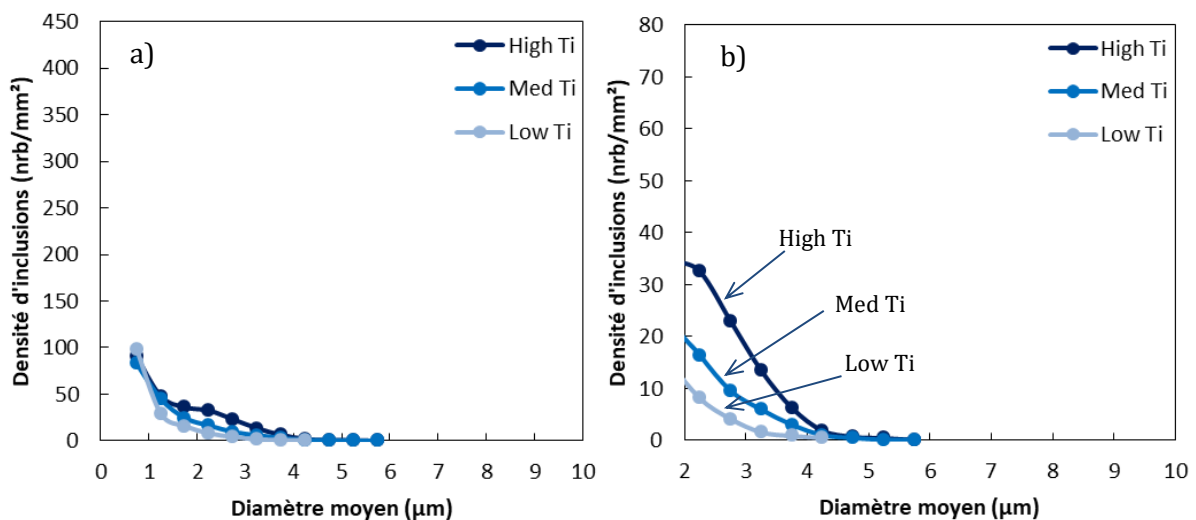


Figure 133 : Distribution de diamètre équivalent moyen des nitrures de titane pour l'acier 0.1 %C, analysée dans le plan L-S dans toute l'épaisseur de la tôle : a) de 0 à 10 μm , b) de 2 à 10 μm

b) Nuances à 0.2%C

Une analyse similaire, cette fois sur l'acier 0.2 %C, montre une nette augmentation de la densité de TiN pour l'acier « High Ti » (1110 ppm), alors que le « Low Ti » (210 ppm) et « Med Ti » (410 ppm) présentent des répartitions similaires (Figure 134).

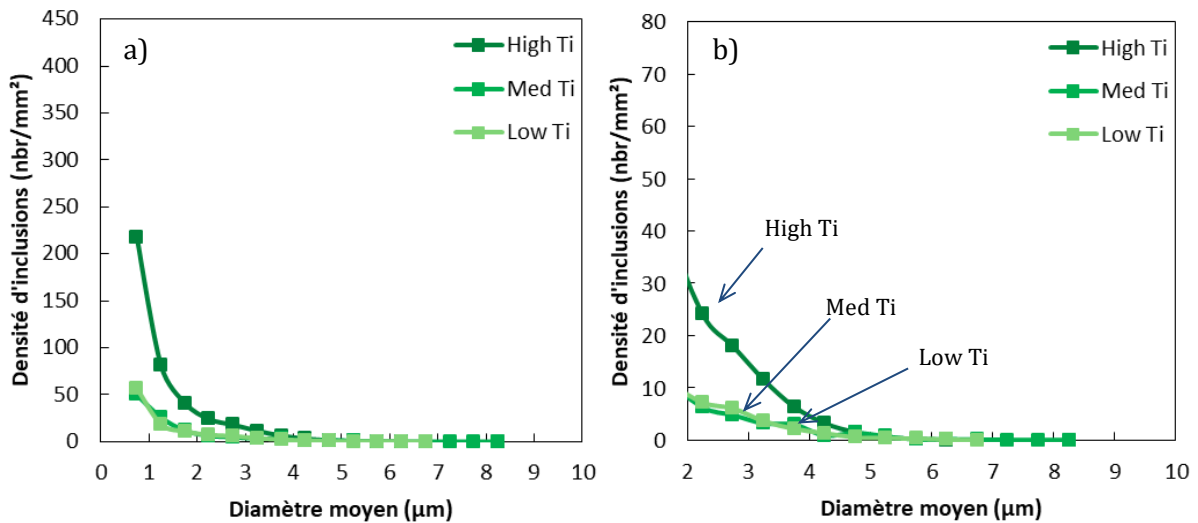


Figure 134 : Distribution de diamètre équivalent moyen des nitrures de titane pour l'acier 0.2 %C, analysée dans le plan L-S dans toute l'épaisseur de la tôle : a) de 0 à 10 µm, b) de 2 à 10 µm

c) Nuances à 0.3%C

Pour l'acier à plus haute teneur en carbone, 0.3 %C, l'augmentation de la teneur en Ti induit directement une augmentation de la densité de TiN, et ce dès les plus basses teneurs en Ti (Figure 135).

Pour ces aciers, les inclusions sont plus nombreuses avec l'ajout de Ti, mais il existe également plus de grosses inclusions.

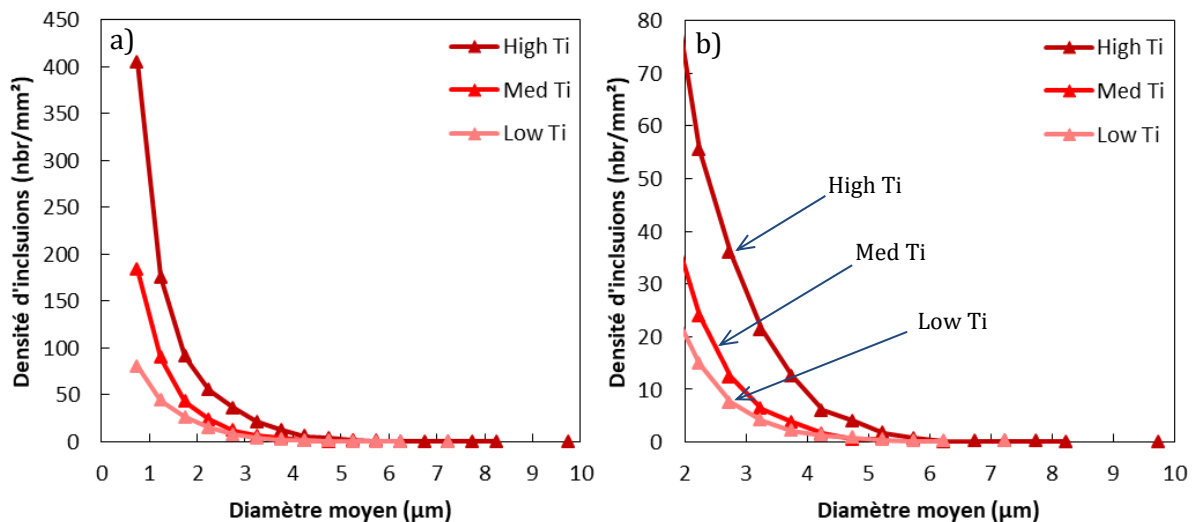


Figure 135 : Distribution de diamètre équivalent moyen des nitrures de titane pour l'acier 0.3 %C, analysée dans le plan L-S dans toute l'épaisseur de la tôle : a) de 0 à 10 µm, b) de 2 à 10 µm

d) Comparaison entre les trois nuances « High Ti »

La comparaison des aciers à même teneur en titane et azote, mais à différentes teneurs en carbone, semblent montrer une différence notable dans la distribution de TiN en fonction de la composition chimique de l'acier (Figure 136).

Les densités inclusionnaires augmentent avec l'augmentation de la teneur en carbone. La densité des plus petites inclusions détectées (0,5-1 μm) est multipliée par deux entre l'acier 0,1 et 0,2 %C, et par quatre entre l'acier 0,1 et 0,3 %C témoignant d'un effet important de la teneur en carbone sur les inclusions. De plus, dans les aciers avec 0,2 et 0,3 %C, quelques inclusions dont la taille était supérieure à 6 μm ont été observées, ce qui n'est pas le cas pour l'acier avec 0,1 %C.

Ainsi, en analysant la formation et la distribution des nitrures de titane, le titane, l'azote mais aussi le carbone, tous les trois, doivent être considérés.

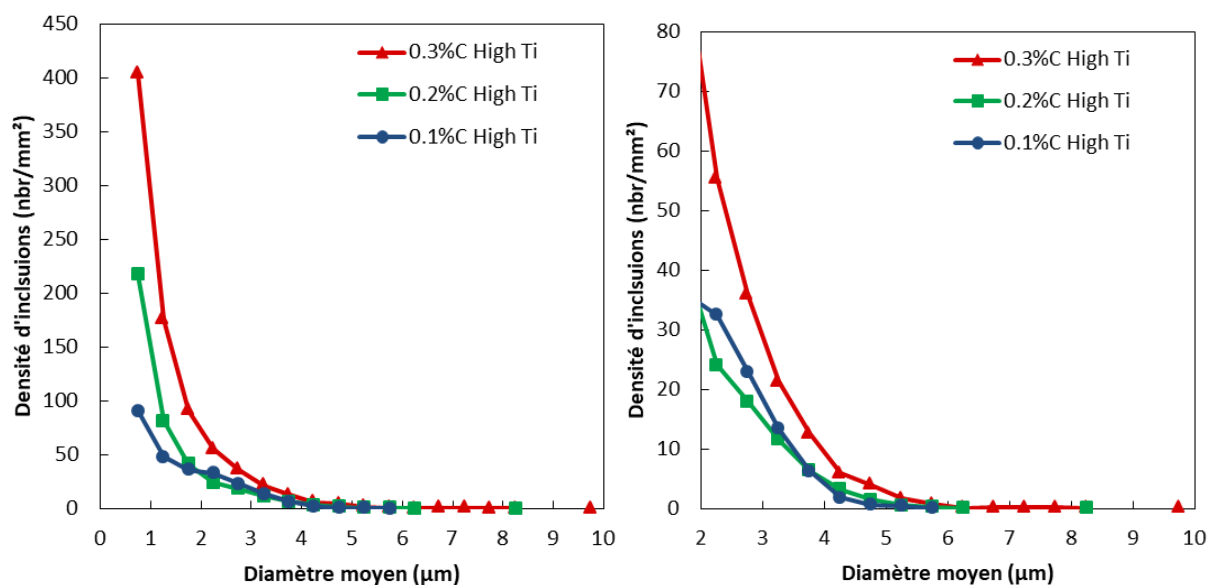


Figure 136 : Distribution de diamètres équivalents moyens des nitrures de titane pour les aciers « High Ti » à 0,1, 0,2 et 0,3 %C dans le plan L-S dans toute l'épaisseur de la tôle.

e) Comparaison des fractions surfaciques d'inclusions

La fraction surfacique de TiN/Ti(C,N) a été tracée en fonction de la teneur en titane pour les trois teneurs en carbone (Figure 137). L'augmentation de la teneur en titane induit une plus grande fraction surfacique de TiN/Ti(C,N), cependant dans les cas « Low Ti » et « Med Ti », les valeurs de fractions surfaciques sont comparables entre les trois teneurs en carbone. Dans le cas des aciers « High Ti » en revanche, l'augmentation de la teneur en carbone induit une augmentation de la fraction surfacique de TiN.

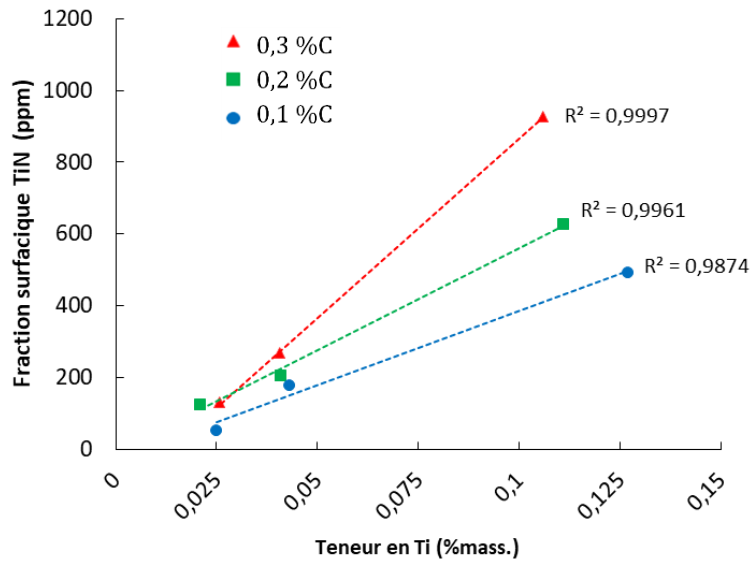


Figure 137 : Evolution de la fraction surfacique de TiN en fonction de la teneur en titane pour des aciers à différents pourcentage de carbone

4.2.3 Effet de la teneur en carbone

Nous allons maintenant comparer les populations inclusionnaires en fonction de la teneur en carbone. Premièrement la Figure 138 représente l'évolution du diamètre équivalent moyen des inclusions pour les trois teneurs en carbone en fonction de la teneur nominale en titane. Trois seuils de détections de particules ont été analysés : les inclusions dont le diamètre moyen est supérieur à 0,5, 2 et 4 μm . Cela a pour but de comparer si la variation de la composition chimique peut induire des différences dans la taille moyenne des particules.

Nous pouvons voir que l'ajout de titane et de carbone ne permet pas d'augmenter de manière significative le diamètre moyen des TiN. Cette affirmation ne va cependant pas à l'encontre de celle de la partie précédente. En effet, il s'agit ici des diamètres moyens. Le grand nombre de particules de faibles diamètres vont induire des valeurs moyennes similaires entre les différentes compositions chimiques. Ceci reste vrai quelle que soit la variation du diamètre minimale de détection de particule. Dans chaque cas, les plus petites particules détectées seront plus nombreuses que les grosses, engendrant une valeur moyenne ne dépendant pas de la composition chimique. Le critère du diamètre moyen, quel que soit le seuil de détection, ne prend pas en compte la densité d'inclusions, et ne semble pas être le plus pertinent pour décrire l'évolution des nitrures de titane en fonction de la composition chimique (Figure 138).

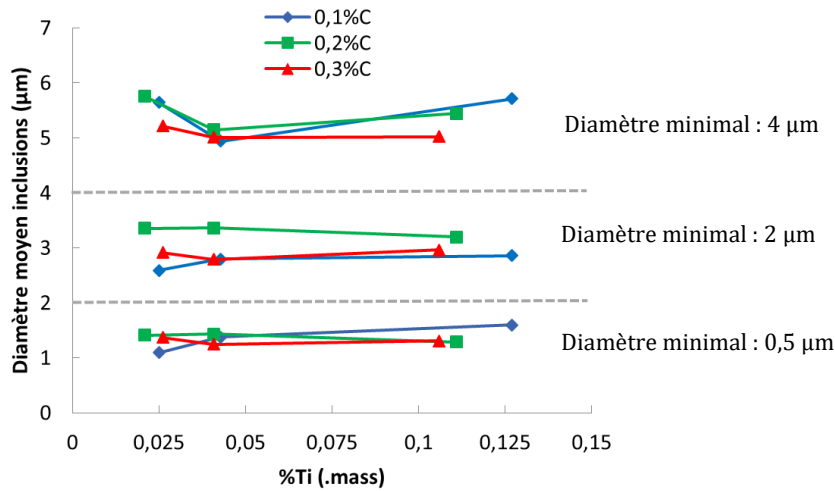


Figure 138 : Effet de la teneur en titane sur le diamètre équivalent moyen des inclusions , pour 3 seuils de détections de particules. Plan L-S.

La densité surfacique de TiN représente le nombre de particules par unité de surface, et n'est donc pas pondéré par leurs tailles. L'augmentation de la teneur en carbone induit une nette augmentation de la densité de TiN pour les aciers « High Ti » (Figure 139). Pour une teneur en titane donnée, la densité de TiN est presque 4 fois supérieure dans l'acier « High C » par rapport à l'acier « Low C », l'acier « Med C » étant intermédiaire.

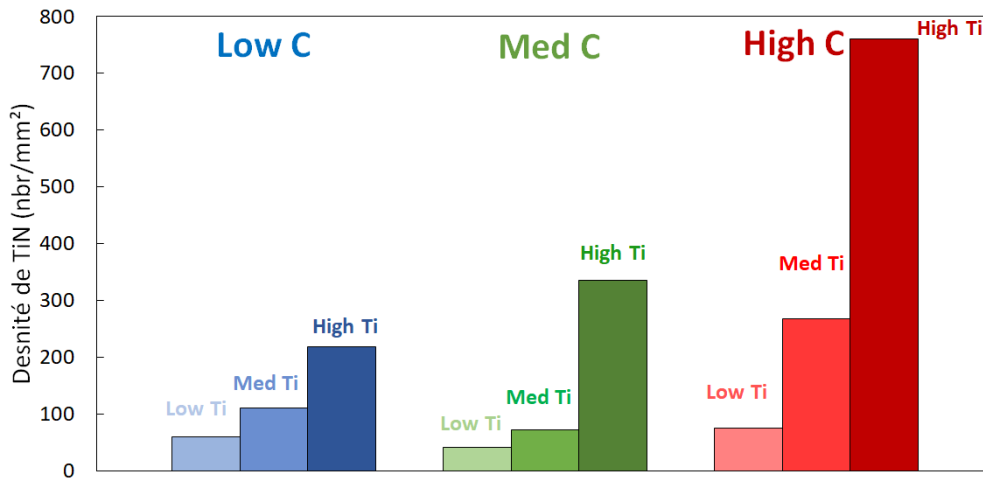


Figure 139 : Densité de TiN pour les différents aciers de l'étude, plan L-S

Comme la densité ne prend pas en compte la taille des particules, la fraction surfacique totale est également considérée et représentée sur la Figure 140. Tout comme pour les densités de TiN, la fraction surfacique augmente avec d'une part la teneur en titane, mais d'autre part avec la teneur en carbone.

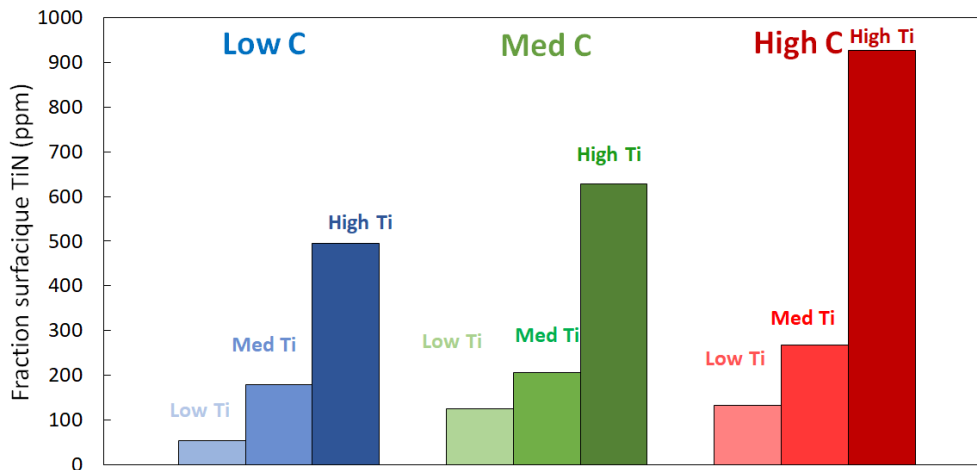


Figure 140 : Fraction surfacique de TiN pour les aciers de l'étude

Deux explications peuvent être données pour comprendre l'augmentation de la population de TiN avec l'élévation de la teneur en carbone.

La première concerne le fait que les classifications faites après analyses EDS ne distinguent pas les TiC et les Ti(C,N), des TiN. Ainsi, l'augmentation de la teneur en carbone peut favoriser la formation de TiC, ou bien l'augmentation de la teneur en carbone dans un Ti(C,N). Ces trois types d'inclusions étant comptés numériquement comme des TiN.

La seconde concerne des différences dans les étapes de solidification des aciers de l'étude, détaillées dans la partie précédente. La sursaturation dans le liquide au front de solidification est directement proportionnelle aux teneurs en azote et en titane, mais également à la teneur en carbone qui va modifier le mode de solidification et induire une plus grande concentration en titane dans le dernier liquide des aciers à plus haute teneur en carbone.

S'il n'est pas possible de quantifier en EDS la concentration de carbone présent dans les inclusions, il est par contre possible de trier numériquement les inclusions ne présentant pas d'azote. Celles-ci peuvent alors être considérées comme étant des TiC, et celles en contenant sont des TiN ou des Ti(C,N), dont la distinction entre les deux ne sera par contre pas réalisable en EDS. Pour vérifier l'hypothèse suivant laquelle l'augmentation de la teneur en carbone peut favoriser la formation de TiC, un critère a été posé sur la quantité d'azote minimale pour compter l'inclusion comme étant un Ti(C,N). Ainsi, si l'inclusion contient plus de 2% mass. de titane, et moins d'1% mass. d'azote, elle sera comptabilisée comme étant un TiC. Au-delà d'1% mass. d'azote, elle sera comptabilisée comme étant un TiN.

Il a été ainsi possible de représenter l'évolution de la densité de particules en fonction de leurs diamètres moyens, indépendamment pour TiC et TiN/Ti(C,N). La Figure 141 permet de visualiser ces densités pour les aciers High Ti et pour les trois teneurs en carbone. Nous pouvons voir que l'acier 0,1%C High Ti ne présente que très peu de TiC par rapport aux TiN, et ceux-ci sont en plus de petite taille (<2 μm). Cette observation est en accord avec les calculs thermocinétiques qui ont montré que l'acier 0,1%C avait une tendance faible à la formation de TiC. L'augmentation de la teneur en carbone favorise la présence de TiC, et augmente leur taille. Ainsi pour un acier 0,3%C High Ti, la majorité des Ti(C,N) analysés sont des TiC.

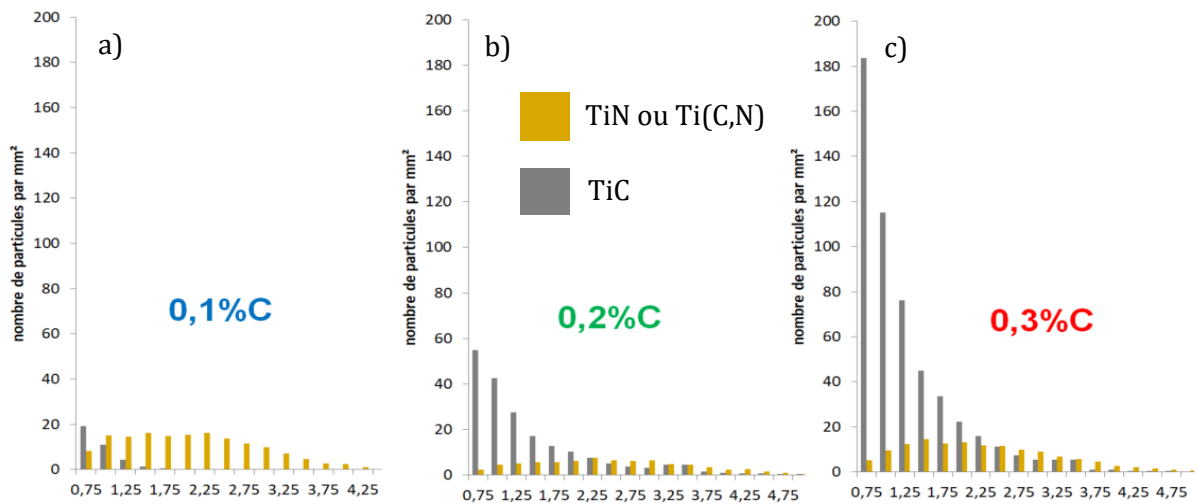


Figure 141 : Densité de particules TiC ou TiN/Ti(C,N) en fonction de leur diamètre moyen équivalent pour les nuances High Ti : a) 0,1%C, b)0,2%C, c)0,3%C.

En conclusion, à la fois **l'augmentation de la teneur en titane et de la teneur en carbone induisent une augmentation de la fraction surfacique et de la densité en nombre de nitrure de titane**. Un modèle empirique proposé sur la Figure 142 permet d'obtenir une bonne corrélation entre fraction surfacique de nitrure de titane et le produit de la teneur nominale en titane au carré par la teneur nominale en carbone, à azote constant.

L'augmentation de la teneur en titane dans l'acier va induire une précipitation plus importante de TiN, TiC et et Ti(C,N), mais ces particules seront également plus grosses, induisant l'augmentation de la fraction surfacique.

L'augmentation de la teneur en carbone va avoir un double effet. D'une part, elle va engendrer une augmentation de la fraction de TiC et de Ti(C,N), d'autre part elle va augmenter la sursaturation en titane dans le dernier liquide, favorisant la formation inclusionnaire.

Ces particules auront des possibles conséquences sur les propriétés à rupture des aciers étudiés. Les tailles des inclusions, leurs sensibilités à se rompre ou à générer de la décohésion avec la matrice, sont des paramètres importants à déterminer et à prendre en compte pour quantifier leurs impacts sur les propriétés à rupture. Ils seront analysés et détaillés lors d'essais mécaniques dans le Chapitre VI.

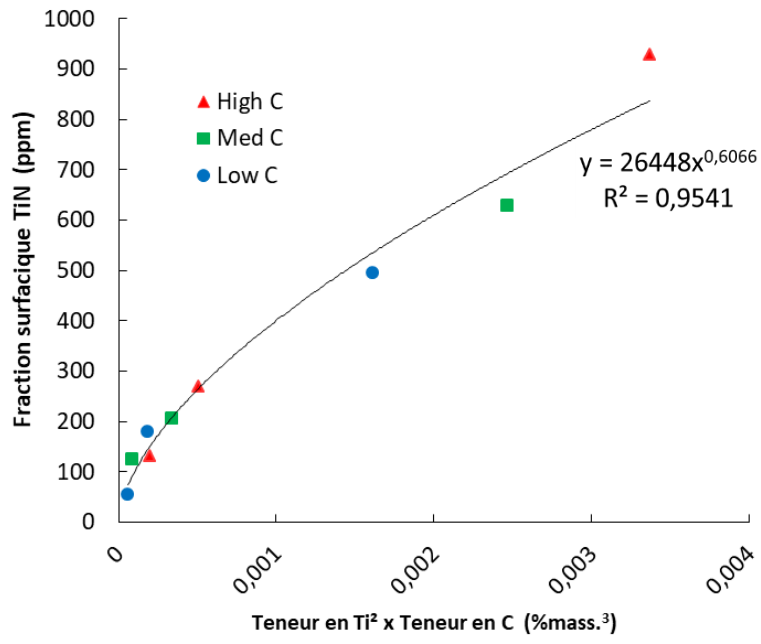


Figure 142 : Evolution de la fraction surfacique de TiN en fonction du produit de la teneur en titane au carré par la teneur en carbone (teneur en azote constante).

4.3 Propriétés mécaniques des TiN et des TiC

La présence de nitrures de titane est connue comme étant un facteur impactant les propriétés en pliage [Philippot 2019, Pang 2019, Hofer 2021]. Les propriétés mécaniques de ces inclusions, telles que leur dureté et leur module d'Young sont cependant mal connues de la littérature. Les valeurs référencées sont très variables. Le module d'Young est compris entre 251 GPa [Neshpor 1957] et 640 GPa [Perry 1990] à température ambiante, alors que la dureté varie entre 1000 et 4000 HV [Furuya 2004] suivant les articles. Ceci s'explique car les études sur les nitrures de titane concernent principalement les revêtements pour outils de coupe sous forme de couche mince, dont les propriétés mécaniques dépendent du procédé de fabrication et de la porosité finale. De plus, la détermination du module d'Young a parfois été effectuée par la mesure de la vitesse de propagation des ondes acoustiques [Torok 1987] et d'autres fois en utilisant les données obtenues en diffraction des rayons X [Perry 1990]. Torok extrapole ses données en fonction de la porosité des revêtements, et obtient une valeur théorique de 637 GPa pour un revêtement TiN sans porosité, ce qui est très proche des valeurs maximales observées expérimentalement dans la littérature pour des revêtements TiN avec peu de porosité [Perry 1990].

Il n'y a que récemment que Wang a obtenu les propriétés mécaniques par nano-indentation sur un nitrure de titane massif dans un acier 42CrMo-TiN [Wang 2014]. Le module d'Young annoncé est de 277,6 GPa pour une dureté de 11,45 GPa (soit 1100 HV). Cette valeur de module d'Young semble dans la fourchette basse de celles mesurées sur revêtement. Notons que Wang n'a effectué son essai que sur une seule particule d'environ 5 μm . Une explication possible est que ce TiN était peu profond dans la matrice car fortement entamé par polissage lors de la préparation métallographique. Ainsi, lors de l'essai, la zone sondée ne correspondait qu'en partie à la TiN et le reste à la matrice.

De fortes variations des propriétés des inclusions TiN existent donc dans la littérature et doivent alors être précisées pour avoir la représentation des inclusions la plus réaliste possible pendant la modélisation.

Pour déterminer le module d'Young des nitrures de titane présents dans les aciers de l'étude, nous avons sélectionné un acier « High Ti » à 0,2 %C présentant un grand nombre de grosses inclusions (la taille typiquement supérieure à 2 μm) et pour lequel les propriétés mécaniques de la matrice sont intermédiaires celles des matrices dans les aciers 0,1 et 0,3 %C.

4.3.1 Module d'Young et dureté

Deux inclusions différentes de nitrures de titane, de diamètre moyen de 4 et 8 μm , ont été indentées afin de déterminer une valeur de module d'Young pour exclure tout effet de taille. Un essai sur une particule TiC, visuellement reconnaissable en microscopie optique, a également été réalisé.

Des charges incrémentales ont été appliquées à chaque inclusion, suivant 30 cycles, afin d'arriver à une charge maximale de 100 mN. L'ensemble de la procédure a été détaillée au Chapitre II. Ces valeurs ont été choisies suite à des calibrations sur des nitrures de titane témoins, sélectionnés dans la matrice. Les décharges s'effectuent jusqu'à 20% de la charge maximale. Un exemple d'une inclusion de 8 μm ayant été indentée est disponible sur la Figure

143. Nous pouvons y voir la marque de l'indent au centre de l'inclusion, ainsi que les différents cycles de chargement sur la courbe correspondante.

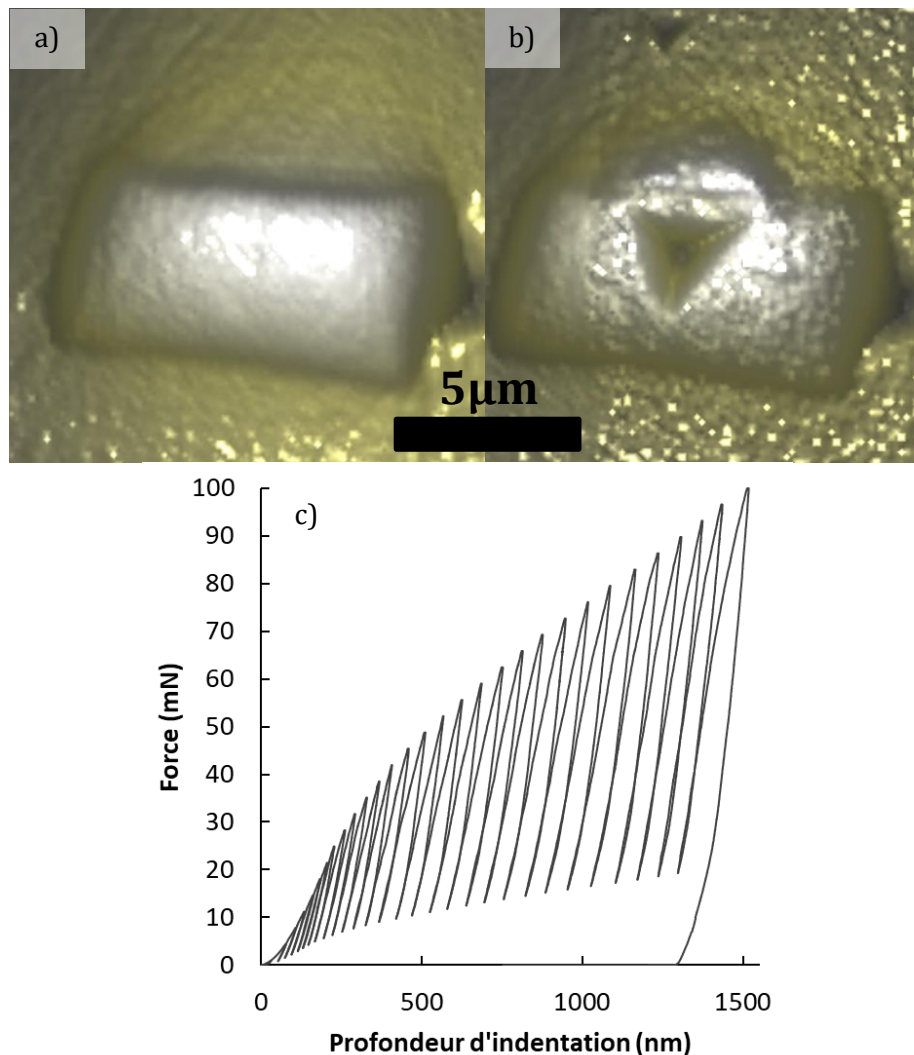


Figure 143 : Mesure de module d'Young des inclusions TiN : a) nitrure de titane avant indentation, b) après indentation, c) courbe force/profondeur d'indentation enregistrée pendant l'essai

Les valeurs des modules d'Young ont été calculées conformément aux équations présentées dans le [Chapitre II](#).

Les évolutions de la dureté et du module d'Young ont été tracées en fonction de la profondeur d'indentation pour les trois inclusions (Figure 144). Nous pouvons voir qu'à la fois la valeur du module d'Young et la dureté diminue avec l'augmentation de la profondeur d'indentation. Une hypothèse est que la charge devient progressivement trop importante vis-à-vis de la taille des particules : la propriété obtenue correspond donc à la matrice et à la particule TiN. Cependant, pour une faible profondeur d'indentation (<150 nm), nous pouvons voir que les valeurs du module tendent vers une valeur maximale comprise entre 575 et 600 GPa. Ceci indépendamment du type de particule TiN ou TiC. Pour ces mêmes faibles profondeurs, le TiN triangulaire présente un module d'Young faible (proche de celui de l'acier), qui est supposé être un artefact de mesure. Au-delà de 150 nm de profondeur d'indentation, les modules d'Young des deux inclusions TiN analysées sont proches (environ 10% d'écart). Les inclusions étant plus rigides que l'acier, les valeurs maximales obtenues seront retenues pour le reste de l'étude. De

plus, les valeurs obtenues sont proches de celle extrapolée par Torok sur un revêtement supposé sans porosité (637 GPa), ce qui conforte nos résultats. **La valeur de module d'Young de 600 GPa pourra alors être utilisée lors de la simulation numérique pour déterminer les champs de contraintes et de déformations au voisinage d'une inclusion lors d'un essai mécanique** (Chapitre VI).

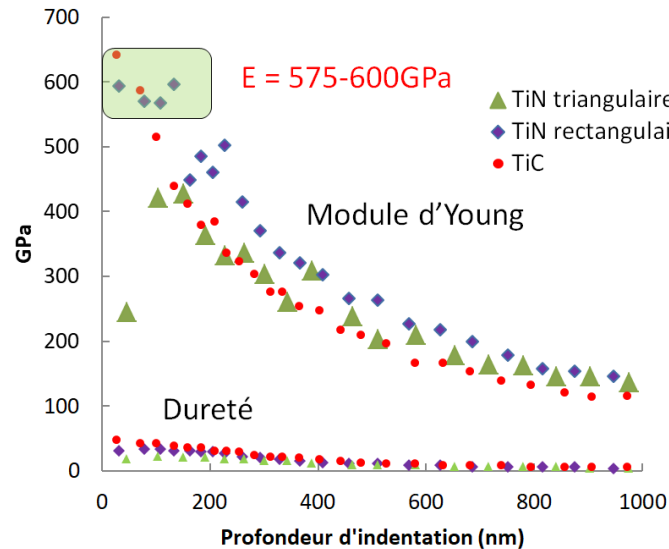


Figure 144 : Evolution de la dureté et du module d'Young de particules TiN et TiC en fonction de la profondeur d'indentation

4.3.2 Effet de l'orientation cristalline

En plus d'être considérés comme ne présentant pas de porosité, les nitrures de titane de notre étude sont suspectés d'être monocristallins. Ainsi, leur anisotropie pourrait induire des différences de rigidité en fonction de l'orientation de la particule, par rapport à la direction d'indentation. Une analyse EBSD a donc été réalisée et est présentée pour deux particules de géométries différentes sur la Figure 145.

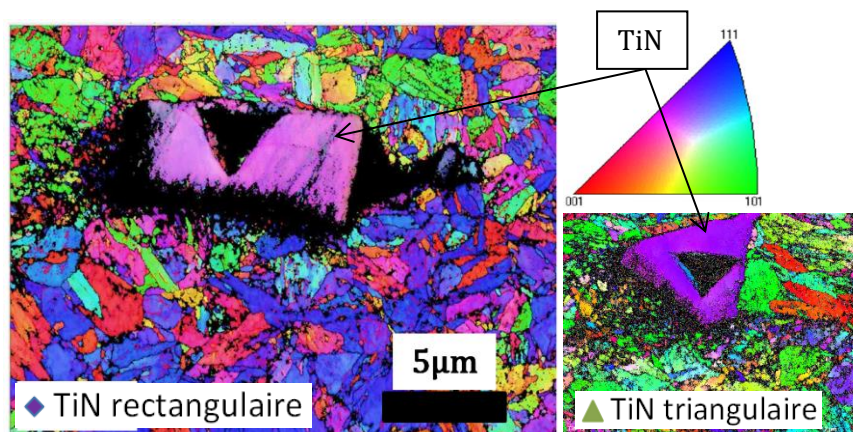


Figure 145 : Cartographie d'orientation cristalline (dans la direction normale au plan de la figure) obtenue en EBSD réalisé sur un TiN après nanoindentation

Les plans indentés ne sont pas des plans particuliers des TiN. Les plans les plus proches des valeurs obtenues sont respectivement les plans (339) et (508). Les valeurs de module d'Young

au-delà de 150 nm de profondeur d'indentation sont semblables, malgré deux plans différents indentés. Pour le reste de l'étude et la réalisation de modèle, ces particules seront considérées comme isotropes, et la valeur de module d'Young retenue sera la plus élevée mesurée, ce qui sera le cas le plus défavorisant : 600 GPa.

4.4 Conclusion du chapitre IV

Les principaux résultats obtenus pour la formation des nitrures de titane, leur quantification ainsi que leurs propriétés mécaniques ont été présentés. Ces résultats peuvent être divisés en plusieurs groupes.

Jusqu'ici, lors de l'estimation de la présence de nitrure de titane dans les PHS, les principaux indicateurs étaient la teneur en Ti et en N. Des calculs thermodynamiques que nous avons réalisés ont permis de montrer que, dans des conditions d'équilibre, il s'agit en effet des deux principaux facteurs déterminant la quantité finale des inclusions TiN formée. Cependant, l'augmentation de la teneur en carbone peut modifier le chemin de solidification (remplacer l'austénite comme première phase solide par ferrite) et par conséquent modifier les coefficients de partition entre la phase solide et la phase liquide et changer donc la composition du dernier liquide. Lors d'une solidification qui commence par apparition de l'austénite, une teneur en Ti plus élevée sera présente dans le liquide, impliquant une fraction plus importante de nitrure de titane. Des modèles de microségrégation ont permis de calculer la sursaturation en titane, en azote et en carbone dans le dernier liquide avant solidification complète.

L'analyse inclusionnaire sur l'ensemble des 9 compositions chimiques des aciers de laboratoire a permis de confirmer les prédictions du modèle de microségrégation. Les aciers dont la solidification commence par la phase austénitique (0,2 et 0,3 %C) présentent nettement plus de nitrures de titane que l'acier 0,1 %C dont la solidification commence par formation de la ferrite. De plus, les distributions de taille de ces inclusions indiquent la présence de plus grosses inclusions dans les aciers 0,2 et 0,3 %C. L'augmentation de la fraction surfacique d'inclusion vient également du fait que l'augmentation de la teneur en carbone favorise la formation de Ti(C,N) au détriment des TiN. La combinaison de la teneur en carbone plus élevée dans la matrice qui induit la formation de Ti(C,N) et de la ségrégation du titane dans le liquide au front de solidification sont les deux facteurs qui permettent d'expliquer la forte augmentation de la quantité de nitrures de titane dans les aciers à plus haute teneur en carbone.

Les TiN sont des particules dures et rigides. Les essais de nano-indentation ont permis de déterminer leurs modules d'Young, qui est d'environ 575-600 GPa. Ces données pourront être implémentées dans le modèle numérique afin d'obtenir le plus précisément possible les chargements et les déformations présents aux voisinages des inclusions. Ces particules sont monocristallines et la réalisation d'essais de nano-indentation suivant deux plans cristallins distincts a permis de montrer l'isotropie de module d'Young de ces particules.

Chapitre V

Micro-alliage, impact sur la ductilité et l'amorçage de rupture ductile

La présence de nitrures de titane est connue comme étant un facteur favorisant l'amorçage de rupture ductile (Chapitre I). Nous avons montré et quantifié dans le chapitre précédent les liens qui existent entre la composition chimique de l'alliage, les paramètres du processus de fabrication et la formation de nitrures et carbonitrures de titane. Si l'effet néfaste sur la rupture de la présence d'inclusions a déjà été montré, les interactions entre la composition chimique, la propreté inclusionnaire, et la résistance à la rupture ductile des PHS, sont peu référencées dans la bibliographie. Le but de ce chapitre est de quantifier l'impact des nitrures de titane sur la rupture ductile des PHS. Des essais mécaniques ont été réalisés sur différentes populations d'inclusions, et sur trois matrices martensitiques distinctes, afin de quantifier le rôle de la composition chimique et de la présence d'inclusions sur les propriétés élastoplastiques et à rupture.

Chapitre V Micro-alliage, impact sur la ductilité et l'amorçage de rupture ductile	168
5.1 Comportement élastoplastique en traction uniaxiale	169
5.1.1 Influence de la composition chimique sur le comportement élastoplastique des PHS	170
5.1.2 Effet de la triaxialité sur le comportement mécanique des PHS	175
5.1.3 Ductilité locale à rupture via la pliabilité	180
5.1.4 Résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures lors d'essais de déchirure	183
5.1.5 Application aux PHS microalliés au niobium	190
5.2 Conclusion du chapitre V	200

5.1 Comportement élastoplastique en traction uniaxiale

L'essai de traction uniaxiale permet d'obtenir les principales caractéristiques mécaniques du matériau ($R_{p0,2}$, R_m , A_g). Les différents aciers de l'étude seront comparés en fonction de leurs pourcentages de carbone, de leurs teneurs en titane, ainsi que du traitement thermique qu'ils ont subi. Les nuances ont été traitées thermiquement à 900°C pendant 7 min, ainsi qu'à 950°C pendant 15 min, suivi d'un revenu à 170°C pendant 20 min. Cependant seul le traitement thermique 950°C-15 min sera présenté pour l'acier 0,1%C. Une étude microstructurale, non détaillée ici, a révélé que le traitement 900°C-7 min n'est pas suffisant pour l'obtention d'une microstructure 100% martensitique pour l'acier 0,1%C. Ce traitement thermique sur cette composition chimique ne sera donc pas présenté dans cette étude.

Les essais ont été réalisés dans le sens L (direction de sollicitation parallèle au sens de laminage) ainsi que dans le sens T (direction de sollicitation perpendiculaire au sens de laminage). Cependant suite à une erreur, les essais en sens long sur aciers 0,1%C et 0,3%C ont été réalisés sur des éprouvettes non-rectifiées. Ainsi leurs surfaces présentent une décarburation, diminuant les propriétés mécaniques. La Figure 146 présente les courbes contrainte-déformation obtenues pour les éprouvettes de traction dans les deux directions L et T pour les trois teneurs en carbone et une même teneur en titane. Il en ressort que les contraintes maximales obtenues dans le sens L sont systématiquement supérieures à celles dans le sens T. Ces écarts sont possiblement dus à la décarburation de surface qui n'a pas été rectifiée pour les éprouvettes sens L. Les essais en sens T ont été réalisés sur des matériaux rectifiés et donc non décarbures.

Les essais sur nuances 0,2%C, réalisés dans un second temps, sont exempts de cette erreur. Les valeurs suivant L et T sont donc exploitables car les éprouvettes prélevées suivant les deux directions ont pu être rectifiées. Cependant, à cause d'un déficit de matière, réalisée en faible quantité, les essais de tractions n'ont pas été réalisés sur l'acier 0,2%C Med Ti dans la condition 950°C-15 min. Seules les valeurs du traitement 900°C-7 min seront présentés pour cette composition chimique.

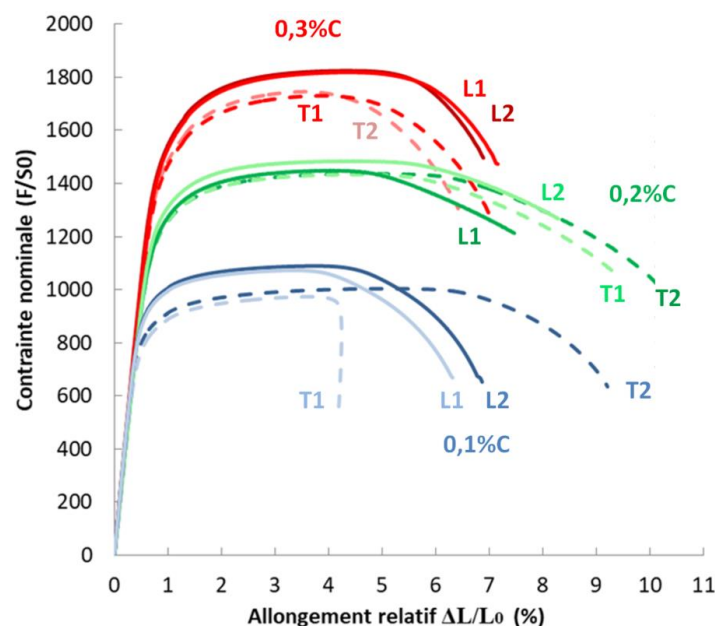


Figure 146 : Courbes de traction conventionnelles pour les aciers 0,1, 0,2 et 0,3%C High Ti, traitement d'austénitisation : 900°C-7 min

Afin de vérifier que la différence entre sens L et T vient effectivement de la décarburation, d'autres essais de traction ont été réalisés dans les deux directions sur matériau 0,3%C rectifié. Pour cela des éprouvettes 4,5x25,5 présentées au Chapitre II ont été utilisées. La comparaison est donnée sur la Figure 147.

Il est ainsi possible de voir qu'une fois la rectification effectuée, les courbes de traction dans le sens L et dans le sens T sont très similaires, ne mettant pas en avant d'anisotropie de contrainte. Les essais sur les éprouvettes plus petites (4,5x25,5) présentent un A_g (allongement maximal uniformément réparti) plus important que les essais effectués sur les éprouvettes 12,5x50. Ceci est dû au fait qu'une section plus faible aura une probabilité plus faible de générer de la localisation à une contrainte donnée. Les valeurs de résistance mécanique sont proches mais légèrement supérieures lors des essais 12,5x50 (1782 MPa contre 1757 MPa pour les essais 4,5x25,5).

Macroscopiquement, les matériaux semblent aboutir à des comportements similaires dans le sens L et le sens T. Nous pouvons donc faire l'hypothèse que la direction de prélèvement n'influe pas sur les courbes de traction uniaxiale. **Pour la suite de l'étude, nous conserverons donc les valeurs extraites des essais de traction réalisés dans le sens T.**

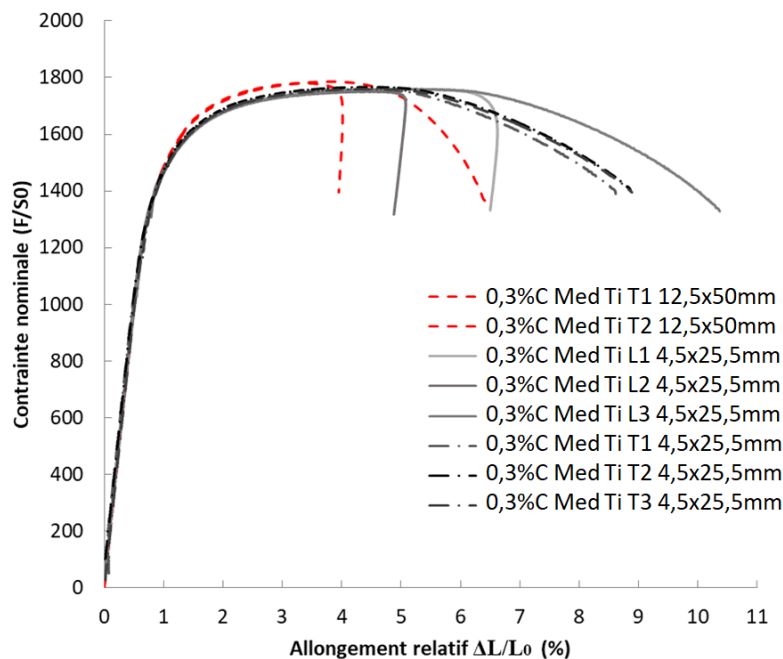


Figure 147 : Courbes de traction pour l'acier 0,3%C Med Ti sens L et T, éprouvettes 12,5x50 vs 4,5x25,, traitement d'austénitisation : 900°C-7 min

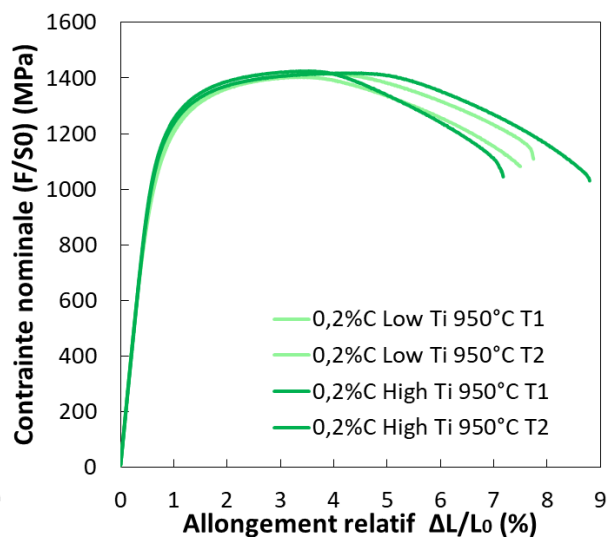
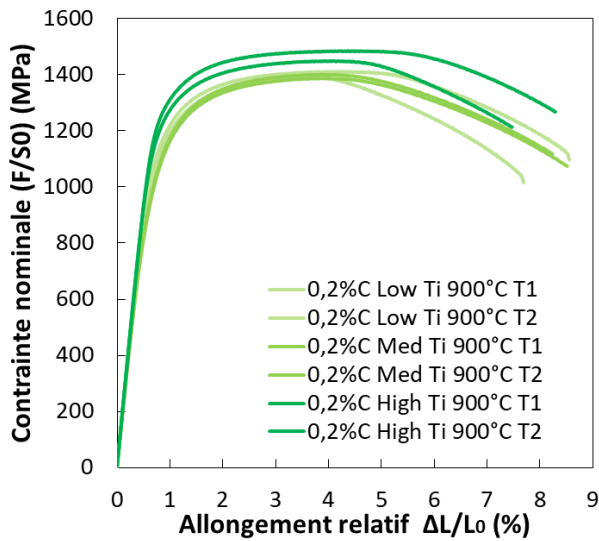
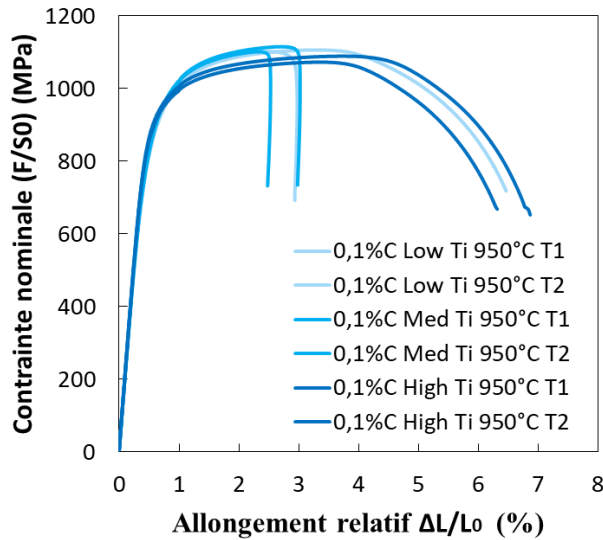
5.1.1 Influence de la composition chimique sur le comportement élastoplastique des PHS

La Figure 148 représente l'ensemble des courbes de tractions réalisées en sens T sur les 3 matériaux de l'étude.

Pour l'acier 0,1%C, l'augmentation de la teneur en Ti ne semble pas avoir d'impact majeur sur les propriétés mécaniques en traction. L'écart de résistance mécanique entre les trois matériaux est de 26 MPa, soit environ 2% de la résistance mécanique totale. Ces variations sont donc faibles. De plus la variation de résistance mécanique n'est pas monotone par rapport à la teneur

en titane, pour les nuances 0,1%C, la variation de la teneur en titane n'induit pas de variation importante du comportement élastoplastique.

La striction de l'éprouvette hors de la zone mesurée par l'extensomètre sur le matériau à faible teneur en titane (Low Ti) ne permet pas de conclure sur l'allongement à rupture. Sur ces matériaux, l'allongement à rupture est gouverné par la tendance à la localisation de la déformation, qui semble indépendante de l'augmentation de la teneur en Ti.



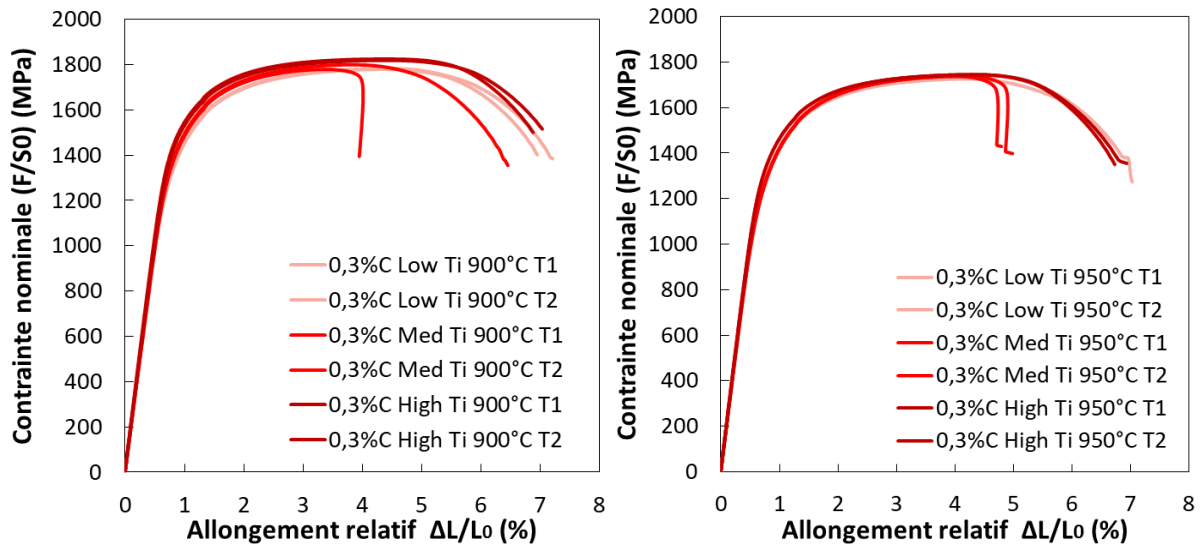


Figure 148 : Courbes de traction obtenues sur des aciers 0,1%C, 0,2%C et 0,3%C, pour l'ensemble des teneurs en titane ainsi que pour les deux traitements d'austénitisation.

Sur l'acier 0,2%C, dans le cas du traitement 900°C-7 min, l'augmentation de la teneur en titane induit une augmentation du $R_{p0,2}$ ainsi que de la résistance mécanique. Les allongements à rupture sont en revanche équivalents pour l'ensemble des conditions. Dans le cas du traitement à 950°C-15min, cet effet n'est plus visible, l'allure des courbes est ainsi similaire.

Sur l'acier 0,3%C, les courbes des essais à différentes teneurs en titane sont proches. L'allure des courbes d'écrouissage est similaire, avec cependant une augmentation du $R_{p0,2}$ pour les High Ti. Ceci reste vrai pour les deux traitements thermiques, bien que l'augmentation est plus importante sur le traitement 900°-7 min. La diminution des PAGs peut être une explication à cette variation. En effet l'affinement de la taille des PAGs permet une augmentation du $R_{p0,2}$ comme cela a été montré au [Chapitre III](#).

Comme cela a été montré au [chapitre IV](#), l'ajout de Ti dans l'acier 0,3%C augmente la densité inclusionnaire. Cependant ces inclusions, de taille micrométrique, sont trop grosses et trop éloignées les unes des autres pour jouer un rôle durcissant par mécanisme d'Orowan.

Ces affirmations sont également valables sur l'acier 0,3%C ayant subi le traitement thermique 950°C-15 min, où les courbes de traction restent similaires quelle que soit la teneur en titane.

Cependant en comparant les courbes de traction de l'acier 0,2%C (Figure 149) et 0,3%C (Figure 150) à iso-teneur en Ti mais après des traitements d'austénitisation différents, nous pouvons observer une diminution conjointe de la résistance mécanique avec l'augmentation de la température et du temps de traitement d'austénitisation. Ces paramètres plus élevés induisent un grossissement de la taille des anciens grains austénitiques, et donc des microconstituants de la matrice martensitique après la trempe [Furuhara 2008].

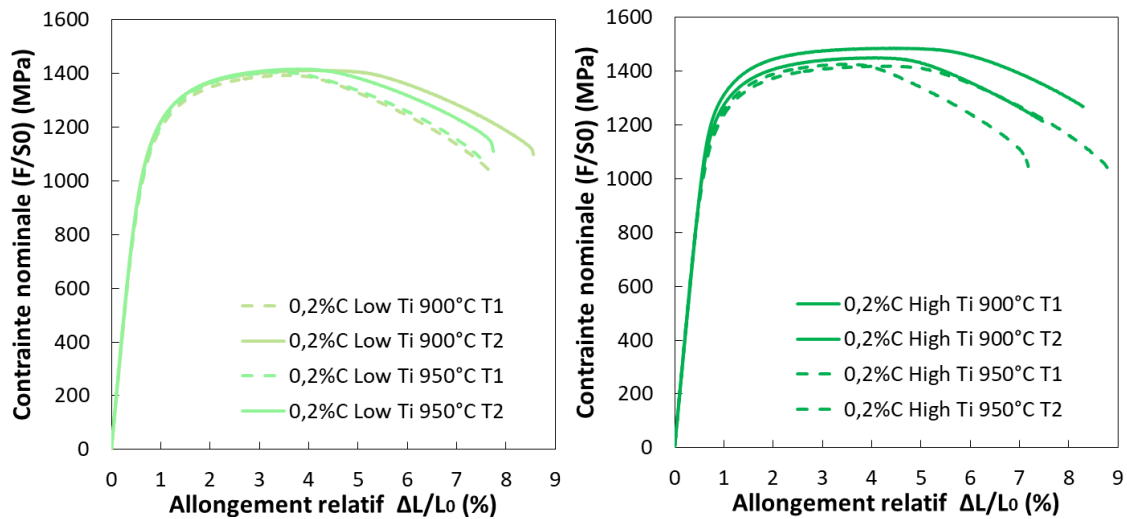


Figure 149 : Comparaison des courbes de traction de l'acier 0,2%C à iso-teneur en Ti mais différents traitements d'austénitisation

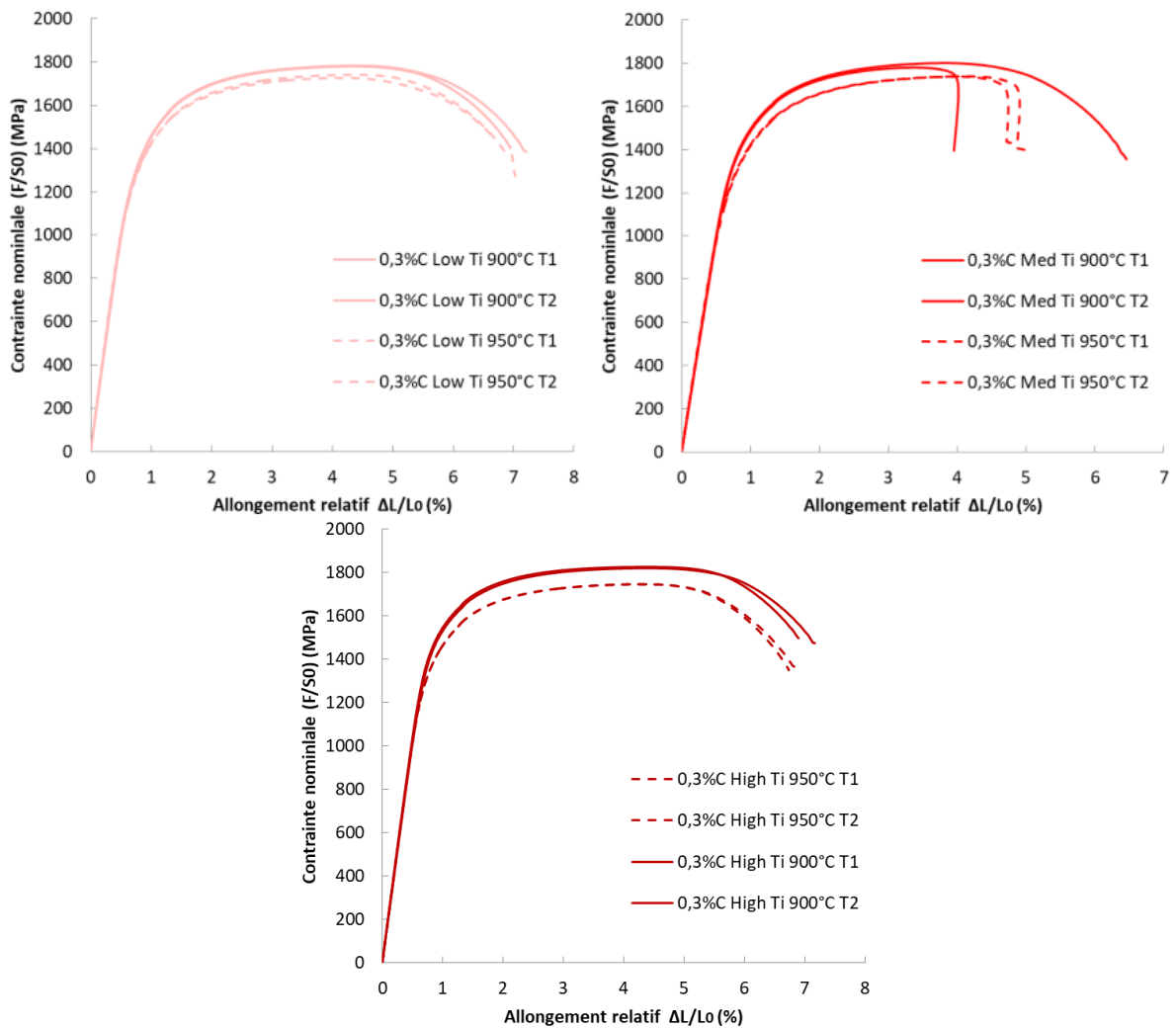


Figure 150 : Comparaison des courbes de traction de l'acier 0,3%C à iso-teneur en Ti mais différents traitements d'austénitisation

L'ensemble des propriétés obtenues dans ces essais sont répertoriées dans le Tableau 20.

Tableau 20 : Récapitulatif des principales propriétés obtenues à partir des essais de traction. (éprouvette 12,5x50 pour les aciers 0,1%C et 0,3%C, et éprouvette 6x35 pour les aciers 0,2%C)

%C mass.	Austénitisation	%Ti	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ag (%)	A (%)	PAGS (μm)
0,1	950°C-15min	Low Ti	902	1104	2,8	6,1	4,2
		Med Ti	915	1109	2	6,1	8,9
		High Ti	928	1081	3	6,3	15,4
0,2	900°C-7min	Low Ti	1123	1403	3,1	7,8	12,1
		Med Ti	1085	1394	3,1	7,5	8,1
		High Ti	1222	1447	3,4	8,5	4,6
	950°C-15min	Low Ti	1116	1411	2,8	7,3	34,5
		Med Ti					
		High Ti	1174	1425	3,3	7,9	6,5
0,3	900°C-7min	Low Ti	1383	1780	3,5	6,5	24,6
		Med Ti	1449	1789	2,8	5,8	23,7
		High Ti	1497	1821	3,6	6,8	6,5
	950°C-15min	Low Ti	1334	1733	3,5	6,2	30,4
		Med Ti	1338	1737	3,2	6,3	16,1
		High Ti	1403	1745	3,5	6,2	4,5

Il est possible de représenter l'évolution de Rp_{0,2} et de Rm en fonction de la taille des anciens grains austénitiques (Figure 151).

Dans l'ensemble des conditions d'essais, la réduction de la taille de grains austénitique permet une augmentation du Rp_{0,2}. L'acier 0,2%C Med Ti est la seule condition d'essai ne respectant pas cette tendance. La résistance mécanique reste à minima constante avec l'évolution de la taille de grains. Ceci est en accord avec les résultats obtenus sur matériau industriels au [Chapitre III](#).

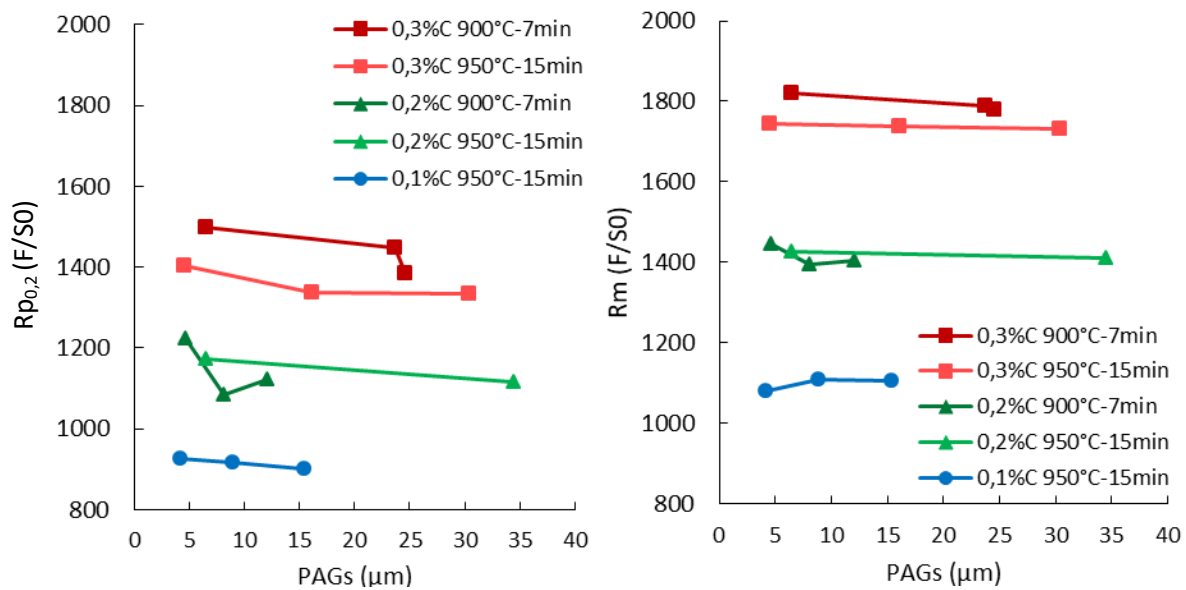


Figure 151 : Evolution de $R_{p0,2}$ et R_m en fonction de la taille des anciens grains austénitiques sur les aciers de laboratoires après différents traitements d'austénitisation.

En conclusion de cette partie, nous pouvons retenir que les allongements répartis sont faibles, de l'ordre de quelques pourcents. L'anisotropie en contraintes entre le sens L et le sens T est négligeable. La reproductibilité des essais est bonne, et les valeurs obtenus sur les éprouvettes 4,5x25,5 sont comparables à celles obtenues sur les éprouvettes 12,5x50. Seul le Ag est plus élevé sur les éprouvettes 4,5x25,5, ce qui est sans doute dû à la probabilité plus faible de localisation de déformation.

La réduction de la taille des anciens grains austénitiques permet l'augmentation de la limite d'élasticité des PHS, mais ne semble pas influencer sur la résistance mécanique.

5.1.2 Effet de la triaxialité sur le comportement mécanique des PHS

La réalisation d'essais mécaniques sur des éprouvettes de traction entaillées permet de faire varier la triaxialité des contraintes. Les entailles ayant respectivement pour rayon 1 mm (EU1) et 2 mm (EU2), elles permettent l'analyse des comportements mécaniques à deux taux de triaxialité. Ces essais ont pour objectif d'obtenir localement des grandes déformations, ce qui permettra de consolider la loi de comportement issue des essais de traction afin d'étendre son domaine de validité lors de déformations représentatives de la problématique industrielle.

La Figure 152 représente l'évolution de la force lors de l'essai en fonction de l'ouverture de l'entaille pour les trois teneurs en carbone et pour les géométries EU1 et EU2. Il est ainsi possible de voir que sur les trois aciers la différence de rayon d'entaille n'induit pas de différence importante sur la réponse macroscopique. La taille du ligament (10 mm) est identique entre les deux géométries. Cependant les rayons d'entailles étant différentes, la répartition des déformations locales dans l'entaille sont suspectées d'être différentes entre les deux éprouvettes. Cela pourra par la suite être vérifié via la simulation numérique de ces essais.

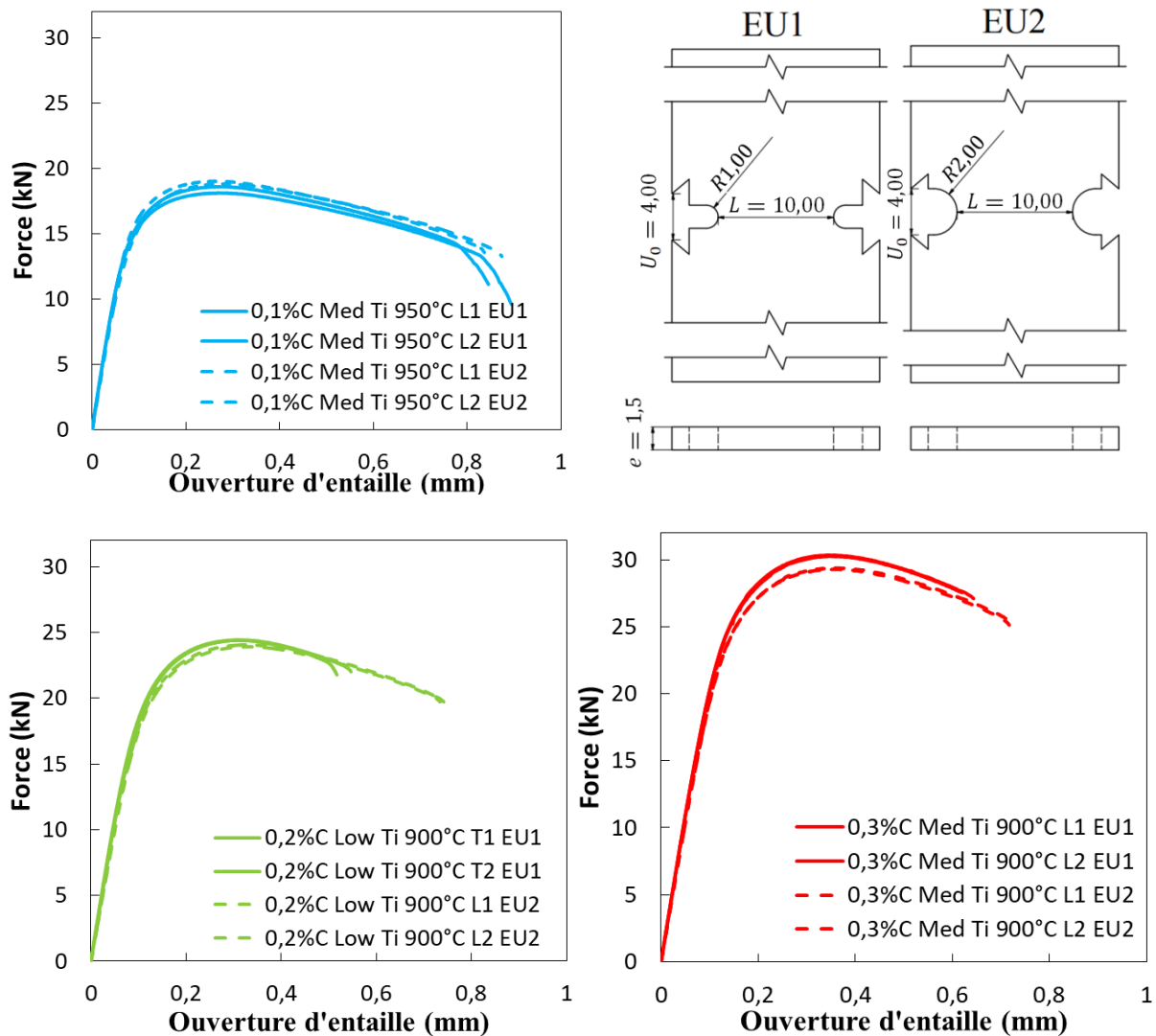


Figure 152 : Courbes force/ouverture de l'entaille sur éprouvettes EU1 et EU2 pour les aciers avec trois teneurs en carbone

La Figure 153 représente l'évolution de la force en fonction de l'ouverture d'entaille des éprouvettes EU1 pour les aciers High Ti en fonction des trois teneurs en carbone. Deux essais ont été réalisés par condition. Une bonne reproductibilité des essais a été observée.

Nous pouvons voir que l'augmentation de la teneur en carbone induit un effort à rupture plus important. Cela va de pair avec l'augmentation de la résistance mécanique détaillée précédemment. Nous pouvons voir qu'à la fois l'ouverture d'entaille à rupture et l'allure de l'écroutissage sont similaires entre l'acier 0,2%C et 0,3%C. Cependant l'acier 0,1%C présente un domaine de plasticité post-striction plus grand, induisant une ouverture d'entaille à rupture nettement supérieur aux deux autres aciers.

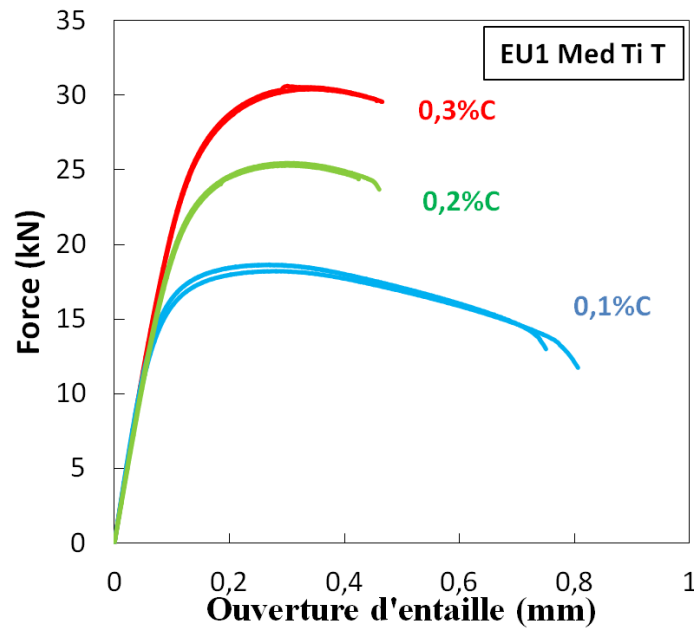


Figure 153 : Courbes EU1 Med Ti pour les trois teneurs en carbone, austénitisation : 900°C-7 min

L'analyse des fasciés de rupture en microscopie optique permet de déterminer la réduction de section maximale dans l'entaille. La mesure de cette réduction permet de déterminer la déformation locale au moment de la rupture dans le cas d'une déformation plane et d'une plasticité isotrope grâce à (Eq. 32) [Dietsch 2017] :

$$\varepsilon_f = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \frac{h_0}{h} \quad (32)$$

Où h_0 représente l'épaisseur de l'éprouvette non-déformée et h l'épaisseur mesurée au centre de l'éprouvette après rupture.

Les fasciés de rupture des éprouvettes EU1 sont représentés sur la Figure 154 pour les aciers avec trois teneurs en carbone. Si les tôles non déformées mesurent 1,5 mm d'épaisseur, nous pouvons voir qu'après rupture, la striction dans l'entaille réduit considérablement l'épaisseur de l'acier 0,1%C. Les aciers 0,2%C et 0,3%C subissent également un amincissement dans l'entaille, mais beaucoup plus faible que l'acier 0,1%C. Ceci va en accord avec l'allure des courbes montrées précédemment. Le calcul de la déformation locale a été réalisé en utilisant Eq. (32) (Figure 154). Son évolution en fonction de la teneur en carbone y est également représentée. Nous pouvons voir que celle-ci est très élevée pour l'acier 0,1%C, puis diminue considérablement pour les aciers 0,2%C et 0,3%C. L'acier 0,1%C présente une capacité largement supérieure à la déformation plastique sans initier de rupture. Ceci conforte les observations réalisées sur la Figure 153 où l'ouverture d'entaille de l'acier 0,1%C était nettement supérieure à celle des aciers 0,2%C et 0,3%C. Cette déformation locale à rupture en déformation plane est un critère industriel important car il s'agit du principal mode de rupture lors d'un crash comme cela a été détaillé au [Chapitre I](#).

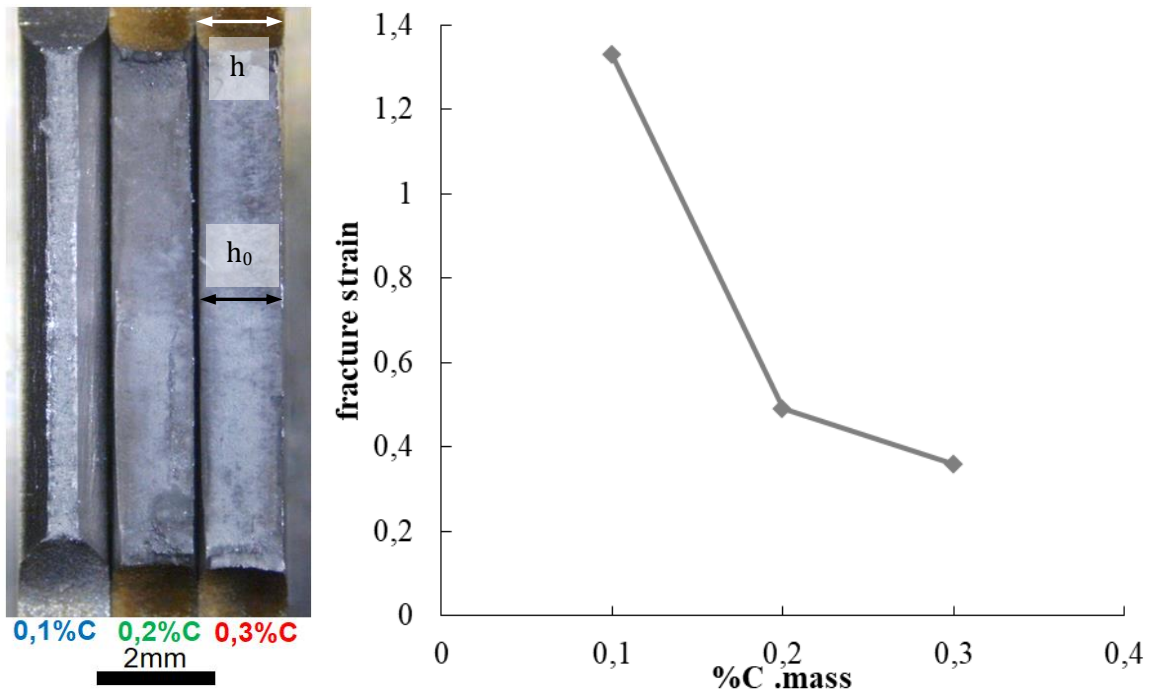


Figure 154 : Fasciés de rupture des éprouvettes EU1 pour les trois aciers Med Ti de l'étude, et évolution de la déformation locale à rupture en fonction de la teneur en carbone

Nous avons vu précédemment que le comportement mécanique en traction simple était identique entre le sens L et le sens T. Sur une éprouvette entaillée en revanche, nous pouvons voir sur la Figure 155 que l'ouverture d'entaille à rupture est inférieure en sens T par rapport au sens L.

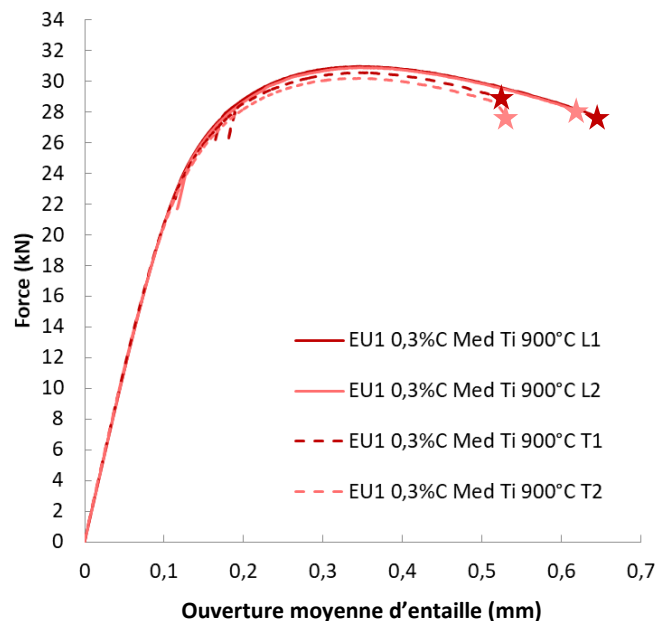


Figure 155 : Comparaison entre les courbes obtenues dans le sens L et T pour les essais EU1 0.3%C traités à 900°C-7 min

Pour expliquer cet écart, des fractographies en MEB ont été réalisées. Elles montrent des différences dans la forme des cupules comme illustré dans la Figure 156. Nous pouvons y voir, pour deux éprouvettes EU1 0,3%C Med Ti, un cas où la fissure s'est propagée dans le sens

perpendiculaire au laminage (L) (Figure 156a), et un cas où la fissure s'est propagée dans le sens parallèle au laminage (T) (Figure 156b). La première, sens L, présente des cupules profondes, témoignant d'une grande déformation locale. De plus, ces cupules sont majoritairement circulaires. Sur l'éprouvette sens T en revanche, la plupart des cupules sont très petites, souvent la taille est inférieure au micromètre. De plus grosses cupules sont également présentes, mais sont de formes nettement plus allongées.

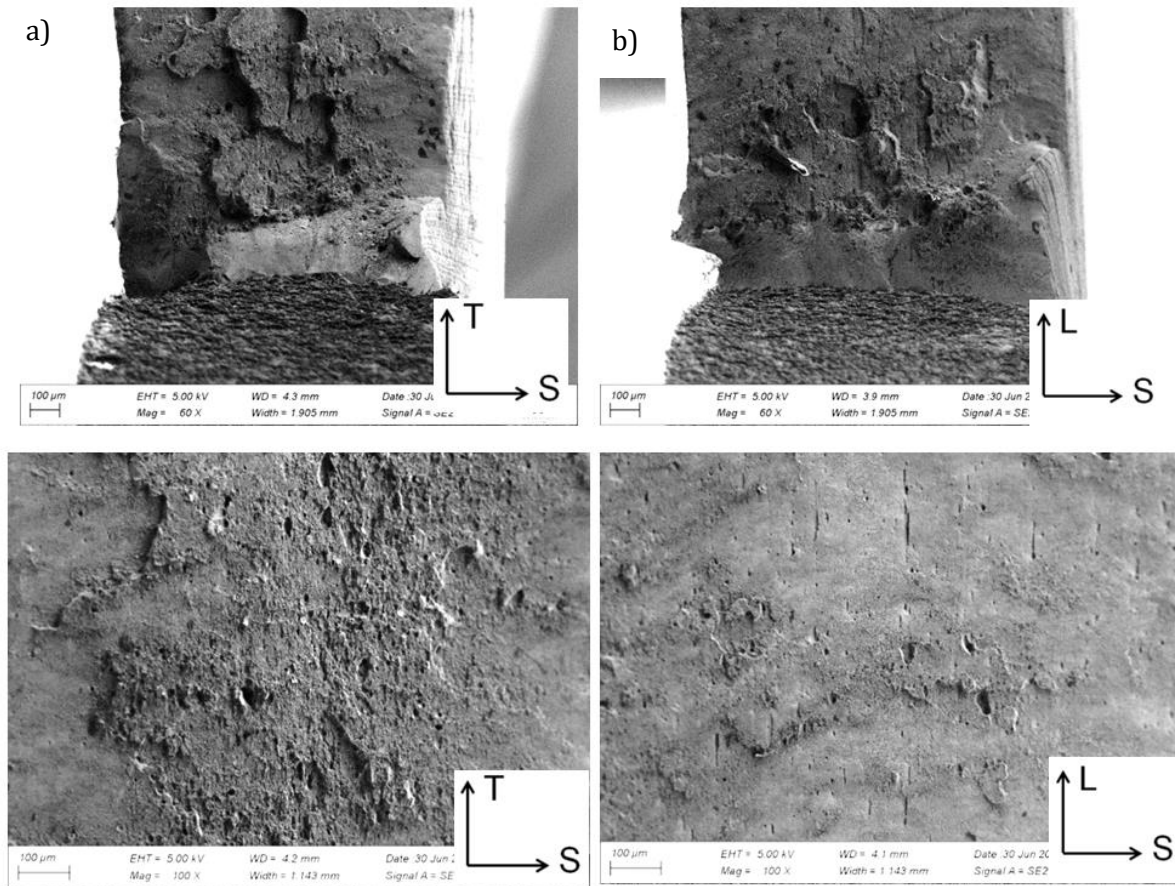


Figure 156 : Fractographies d'éprouvettes EU1 de l'acier 0,3%C Med Ti suivant les directions a) L et b) T

Des observations à plus forts grossissements à l'intérieur de ces cupules allongées permettent de comprendre que des alignements de TiN en sont la cause. La Figure 157 permet de visualiser une cupule allongée ainsi qu'un zoom sur un TiN fragmenté présent à l'intérieur. Les alignements de TiN dans le sens du laminage induisent des différences dans la forme des cavités générées lors de la déformation, induisant in-fine une rupture ductile plus précoce dans cette direction de sollicitation par rapport au sens transverse.

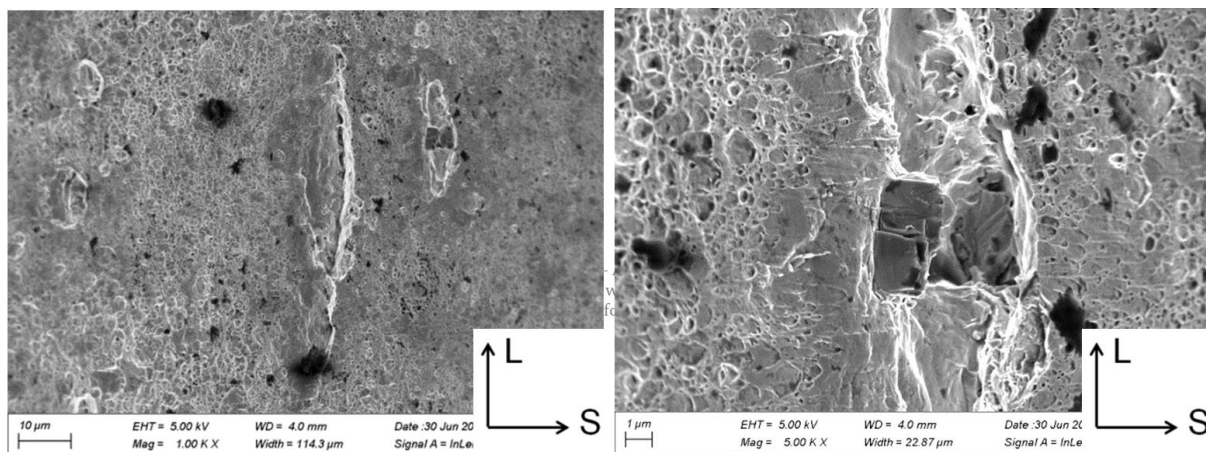


Figure 157 : Fractographies d'une éprouvettes EU1 sens T (plan L-S) sur acier 0,3%C Med Ti. Présence d'alignements de TiN au fond des plus grosses cupules.

5.1.3 Ductilité locale à rupture via la pliabilité

L'essai de pliage vient solliciter la peau de la matière et permet d'obtenir localement de grandes déformations. Il permet de plus une sollicitation en déformations planes. Le comportement des PHS dans ces zones de fortes déformations reste mal compris, notamment en présence d'inclusions.

Comme nous l'avons vu au [Chapitre II](#), la principale valeur extraite de ces essais est l'angle de pliage à rupture. Des corrélations peuvent être faites entre cette valeur et les propriétés en traction comme limite d'élasticité ($R_{p0,2}$). La Figure 158 permet de visualiser l'évolution de l'angle de pliage en fonction du $R_{p0,2}$ pour les différents aciers étudiés. Nous pouvons voir que plus le $R_{p0,2}$ d'un acier est élevé, plus son angle de pliage sera faible. Cela vient directement du fait que les aciers à plus haute teneur en carbone possèdent une dureté plus élevée au détriment d'une ductilité inférieure.

Il est également possible de remarquer qu'à une valeur de $R_{p0,2}$ donnée, les angles de pliage RD sont systématiquement supérieurs à ceux dans le sens TD. Pour rappel les propriétés en traction ne présentaient pas de différence entre ces deux directions. Ainsi, il ne semble pas y avoir qu'une seule corrélation entre $R_{p0,2}$ et angle de pliage, mais une dans chaque direction de sollicitation, ce qui témoigne d'une anisotropie.

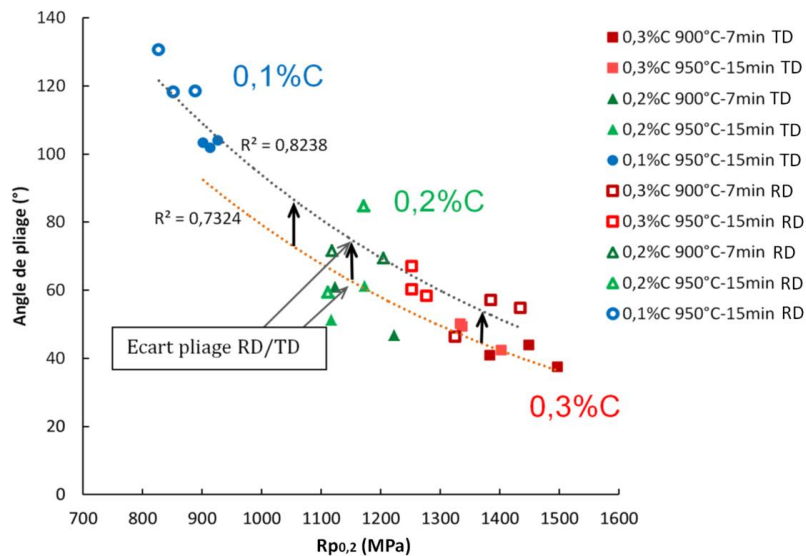


Figure 158 : Evolution du $R_{p0,2}$ en fonction des angles de pliage des aciers 0,1%C, 0,2%C et 0,3%C, pour les deux traitements thermiques d'austénitisation et pour l'ensemble des teneurs en titane.

La Figure 159 montre l'évolution de l'angle de pliage en fonction de la taille des anciens grains austénitiques pour les aciers 0,1%C, 0,2%C et 0,3%C, les deux traitements thermiques d'austénitisation et pour l'ensemble des teneurs en titane.

Premièrement, nous pouvons voir que les nuances 0,1%C ont des angles de pliage largement supérieurs aux nuances 0,2%C et 0,3%C. Ceci est une conséquence directe de la résistance mécanique inférieure de ces nuances au profit de leur ductilité.

Deuxièmement, les angles de pliage à rupture semblent augmenter légèrement lorsque la teneur en titane augmente (et donc que la taille de grains diminue) dans le cas d'un pliage RD. Il est important de noter qu'une augmentation, même de quelques degrés sur l'angle de pliage, est significative sur la performance souhaitée. Cependant les angles de pliage TD (solicitation parallèle au sens de laminage) semblent être indépendants des valeurs des PAGs, ou bien ont tendance à augmenter. La variation des PAGs étant ici due à l'ajout de Ti ainsi qu'à la réalisation de différents traitements thermiques.

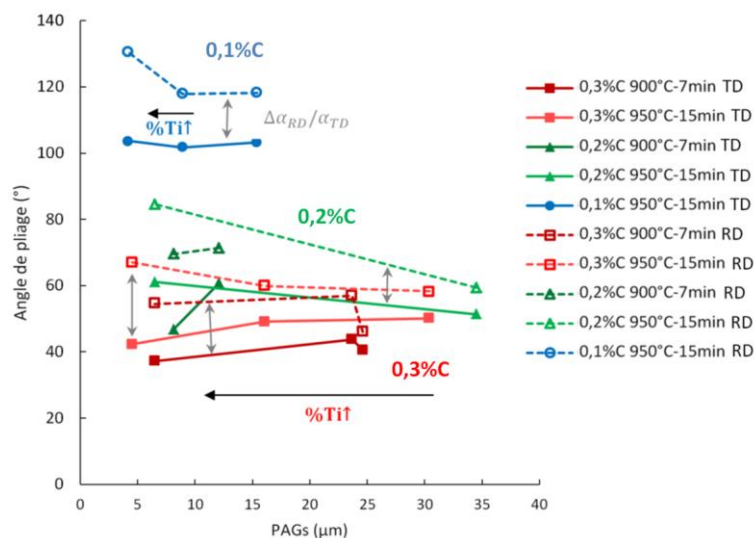


Figure 159 : Evolution de l'angle de pliage en fonction de la taille des anciens grains austénitiques pour les aciers 0,1%C, 0,2%C et 0,3%C avec différentes teneurs en titane et après différents traitements d'austénitisation (revenu 170°C-20min)

Afin d'expliquer ces tendances, ces mêmes angles ont été représentés en fonction de la fraction surfacique d'inclusions (Figure 160). Il est ainsi plus évident d'observer la tendance majoritairement décroissante des angles de pliage sens TD avec l'augmentation de la fraction surfacique d'inclusions. Les angles de pliage dans le sens RD semblent peu sensibles à cette augmentation de densité inclusionnaire. Une nouvelle fois, la principale différence existante entre les directions L et T est la possible présence d'alignements de particules lors du laminage.

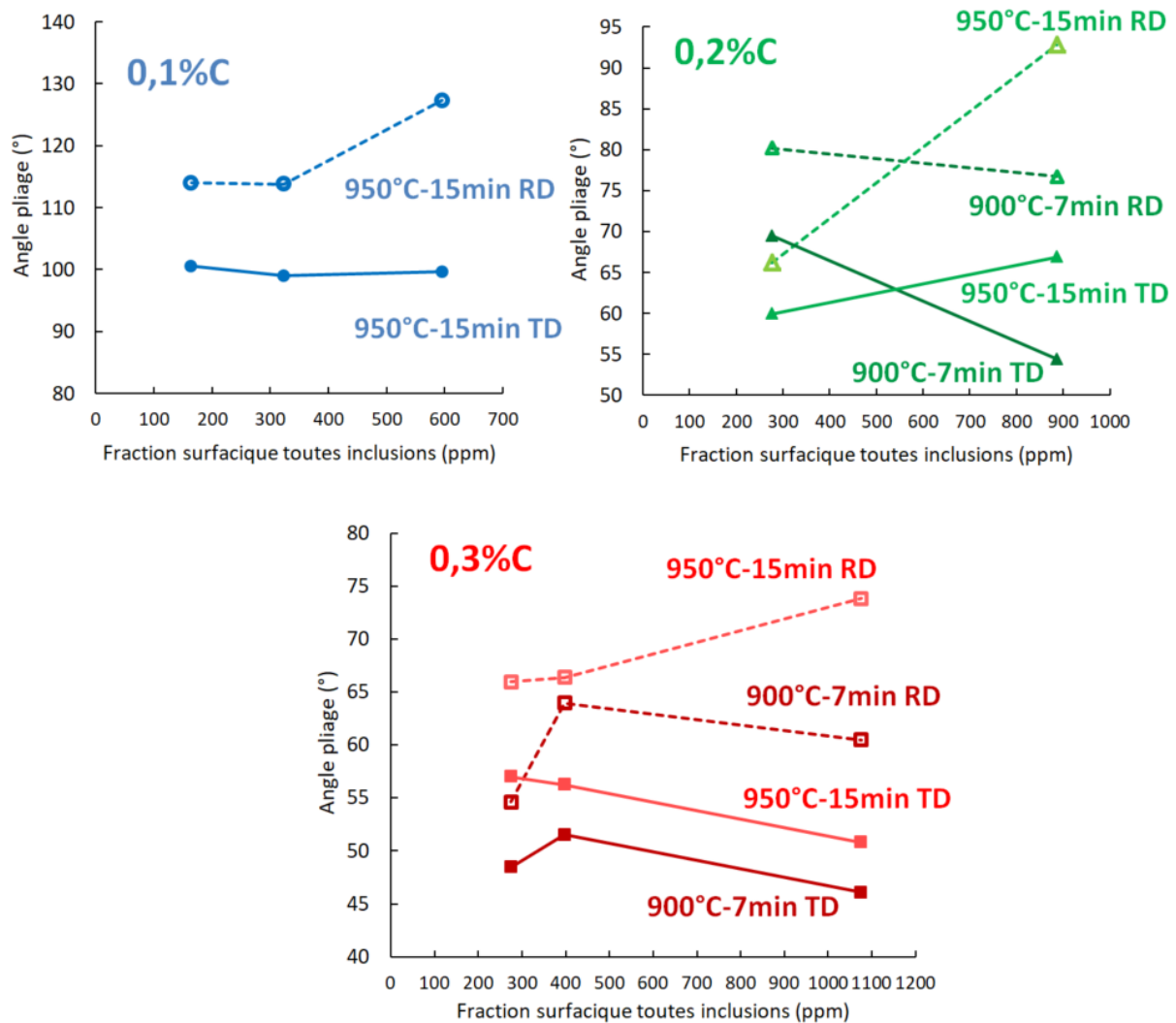


Figure 160 : Angle de pliage en fonction de la fraction surfacique d'inclusions

Afin de quantifier l'écart d'angle de pliage entre le sens RD et TD, un paramètre d'anisotropie a été déterminé et tracé en fonction de la fraction surfacique d'inclusion (Figure 161). Il représente l'écart en proportion entre les deux angles de pliage pour chaque condition testée. Nous pouvons voir que l'ensemble des aciers de l'étude suivent une tendance commune. L'augmentation de la fraction surfacique d'inclusion augmente l'anisotropie d'angle de pliage entre les deux directions de sollicitation. Un lien direct existe donc entre la propreté inclusionnaire et l'amorçage de rupture ductile lors d'un essai de pliage.

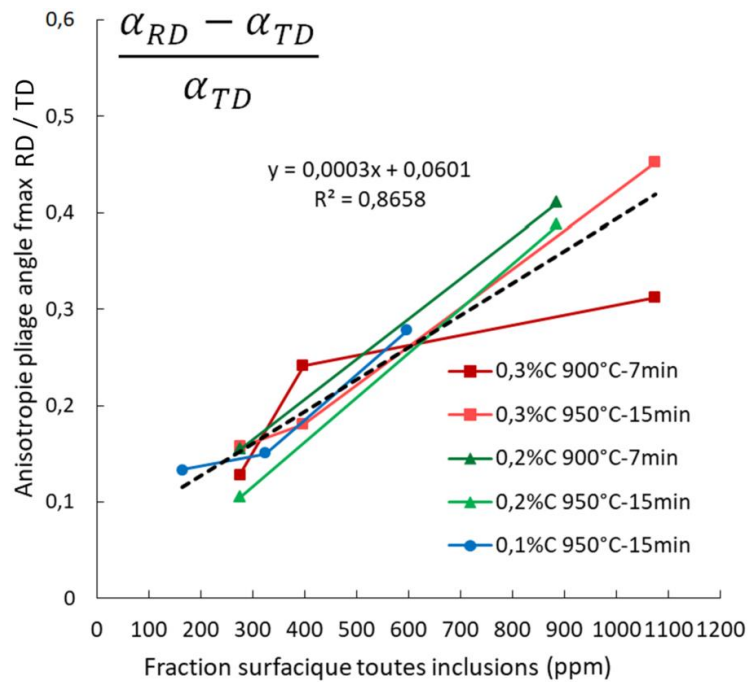


Figure 161 : Evolution de l'anisotropie de pliage en fonction de la fraction surfacique d'inclusions

5.1.4 Résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures lors d'essais de déchirure

Les essais de déchirure sur des éprouvettes entaillées de type Kahn permettent de quantifier la résistance à l'amorçage de fissures. Ces éprouvettes sont particulièrement adaptées à notre étude en raison de la faible épaisseur des tôles d'aciers étudiées (1,5 mm). L'évolution de la force lors de l'essai est tracée en fonction de l'ouverture de l'entaille sur la Figure 162.

Deux essais ont été réalisés par condition métallurgique en sens L, ainsi que deux en sens T. La plastification en pointe d'entaille s'effectue de manière progressive jusqu'à une force maximale, qui correspond à l'amorçage de fissure. Lors des essais sur l'acier 0,3%C la rupture s'est avérée fortement instable, rendant impossible l'analyse de la propagation de fissure. Les aciers 0,2%C sont également souvent instables lors de la rupture. Un plateau de charge est observable sur les nuances 0,2%C et 0,3%C, qui est suspecté de correspondre à l'apparition de l'endommagement.

Les essais sur l'acier 0,1%C montrent un comportement très différent vis-à-vis de la rupture. La propagation est plus progressive et moins brutale. Il est ainsi possible de suivre l'évolution de la fissure au cours du temps.

Les dispersions de résultats entre les différents essais sont plus grandes sur les nuances 0,1%C High Ti que sur les nuances 0,2%C et 0,3%C High Ti. Ces variations peuvent être dues à une différence locale de comportement élastoplastique.

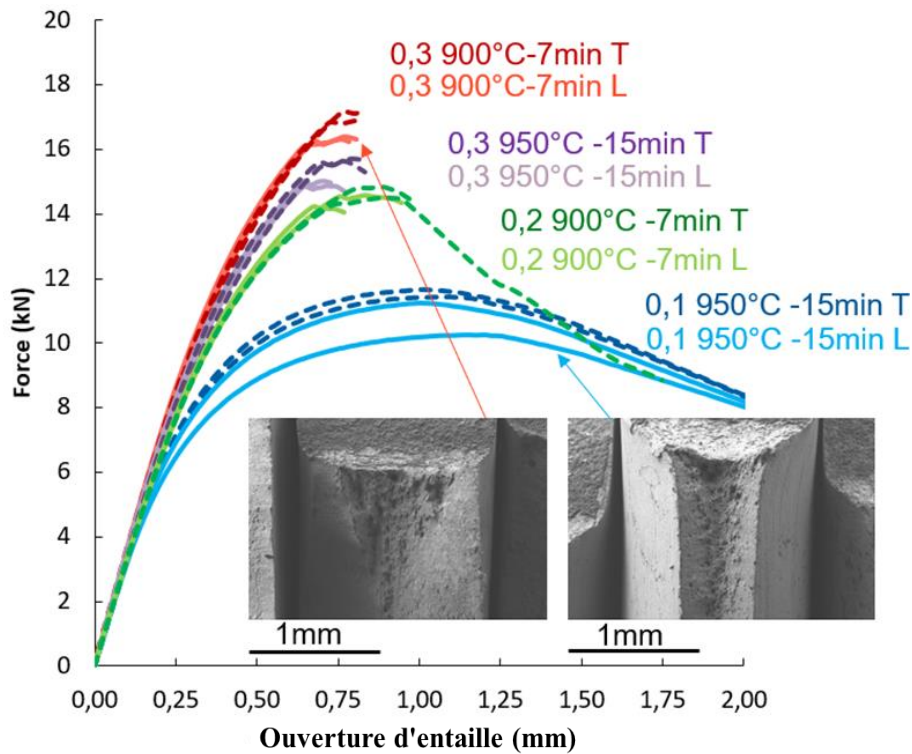


Figure 162 : Courbes de déchirures sur éprouvettes Kahn pour les aciers de de laboratoire avec trois teneurs en carbone différentes et fractographies représentatives de deux conditions extrêmes (High Ti)

Nous pouvons voir que pour un sens de sollicitation donné, ici L, l'augmentation de la teneur en Ti induit une augmentation de l'effort nécessaire à l'amorçage de fissure (Figure 163). Cette augmentation peut être corrélée avec l'augmentation du $R_{p0,2}$ montrée précédemment. L'affinement de la taille de grain austénitique, bien que faisant peu varier le R_m , permet d'augmenter la force nécessaire à l'amorçage de fissure. Cependant à iso taille de grain austénitique, il est également possible d'augmenter cette même force. La Figure 163 nous montre également qu'un essai dans le sens perpendiculaire au laminage permet de repousser l'amorçage de fissure. Le $R_{p0,2}$ et le R_m sont pourtant identiques entre sens L et T. Cette différence doit donc venir de paramètres inclusionnaires. Les analyses sens L et T semblent indiquer des densités surfaciques d'inclusions similaires. Cependant le sens L privilégie les alignements d'inclusions. La présence de clusters de particules pourrait être responsable de cette diminution d'effort.

Sur l'acier 0,3%C High Ti, la variation des résultats obtenus pour les deux traitements d'austénitisation est observable sur les courbes de déchirure (Figure 163). Le traitement à plus haute température induit une plastification plus précoce du matériau, ainsi qu'une force à rupture inférieure au traitement à 900°C. Avec ces teneurs en titane, la taille de grains austénitique après le traitement à 900 °C est de 4,2 μm , contre 6,5 μm après le traitement à 950°C. Cette faible variation semble pourtant induire de fortes différences sur la force nécessaire à l'initiation de fissure. La réduction de la taille de grain semble donc être un paramètre important.

Pour les deux conditions de traitements d'austénitisation, les essais réalisés dans le sens T présentent une force à amorçage de fissure supérieure par rapport à celle obtenue dans le sens L. Des différences dans la répartition spatiale des inclusions peuvent en être la cause.

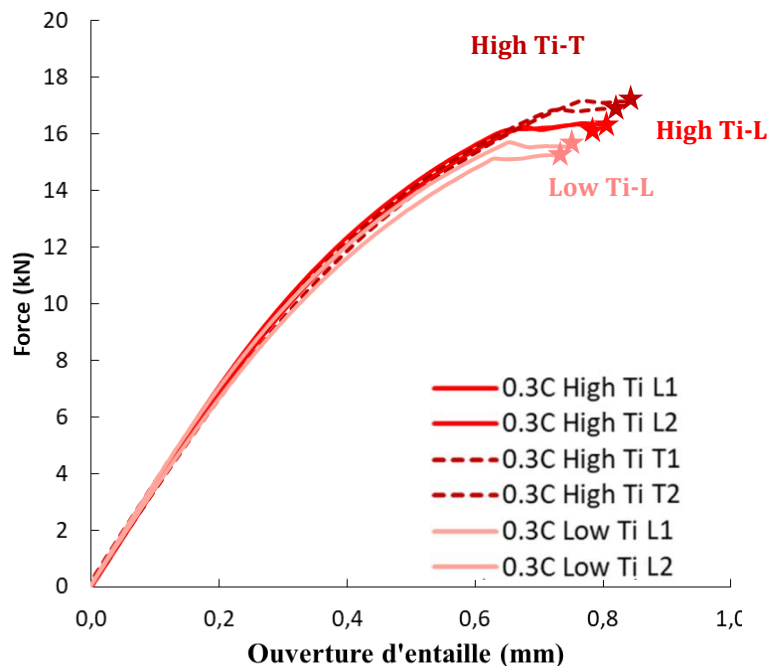


Figure 163 : Courbe force/ouverture d'essai de déchirure sur acier 0.3%C, traitement thermique 900°C-7min

L'effet bénéfique de la réduction de la taille de grain austénitique ne semble pas se confirmer sur l'acier 0,2%C et 0,3%C Low Ti. En effet les deux traitements thermiques donnent des courbes de déchirure sensiblement identiques (Figure 164). La faible teneur en Ti induit un grossissement aisé des grains.

Le traitement à 900°C pendant 7 min a induit des grains d'une taille moyenne de 12 μm contre 34 μm après le traitement à 950°C pendant 15min sur l'acier 0,2%C, et respectivement de 24 à 30 μm pour l'acier à 0,3%C.

La diminution de la taille de grain semble donc avoir un impact non linéaire sur les propriétés mécaniques. La réduction de la taille de grain a un impact notable quand celle-ci est de l'ordre de quelques micromètres, mais devient négligeable pour des tailles de grains supérieures à environ 10 μm . Au-delà de cette valeur, les tailles de grains austénitiques ont un rôle mineur dans la résistance à l'amorçage de fissure ductile.

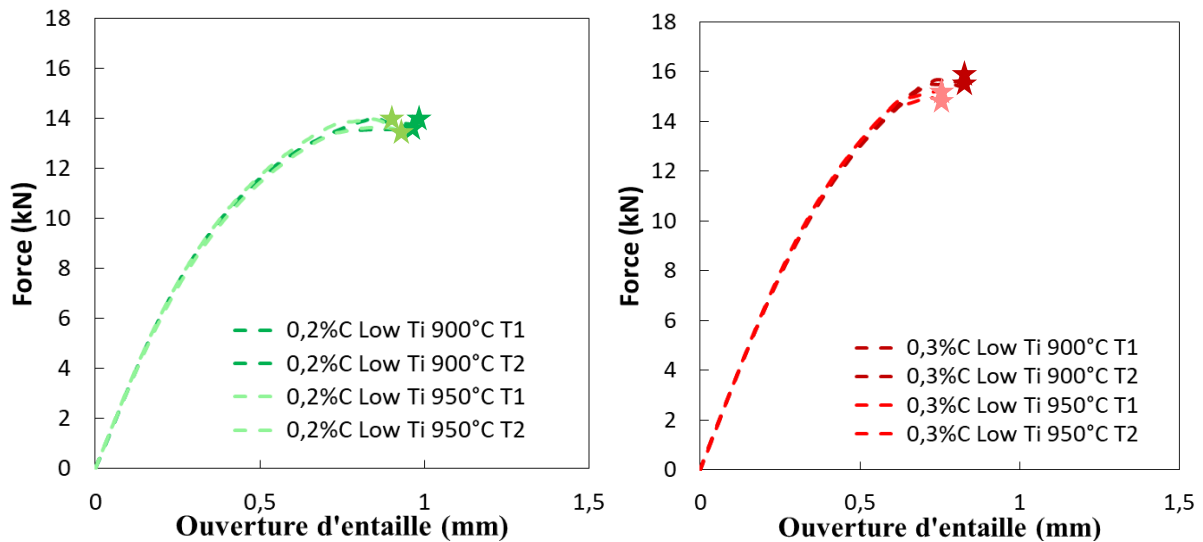


Figure 164 : Courbes de déchirure sur les aciers de laboratoire 0,2%C et 0,3%C Low Ti après deux traitements d'austénitisation à 900°C-7 min et 950°C-15 min

L'évolution de la force maximale à l'initiation de rupture lors d'un essai de déchirure est représentée sur la Figure 165 en fonction de l'angle de pliage. Nous pouvons voir qu'une bonne corrélation existe entre ces deux types d'essais (pliage et Kahn), et qu'il est une nouvelle fois possible de différencier les résultats obtenus en sens L et en sens T. La Figure 165 montre que plus un acier a une capacité à résister à l'amorçage de fissure lors d'un essai de déchirure, plus son angle de pliage à rupture sera faible. Ces essais caractérisent tous les deux la ductilité locale de l'acier, pourtant nous pouvons voir qu'ils sont complémentaires car l'angle de pliage seul ne permet pas de conclure sur la force nécessaire à l'initiation de fissure sur l'ensemble de l'épaisseur de la tôle.

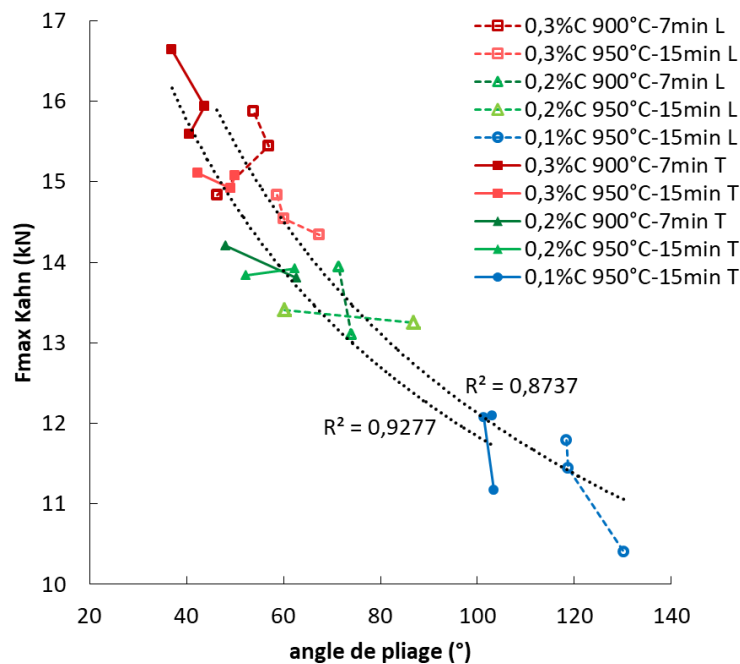


Figure 165 : Evolution de la force à l'initiation de rupture lors d'essais Kahn en fonction de l'angle de pliage à rupture. Les courbes de tendances ont été tracées indépendamment pour les essais réalisés dans la direction L et les essais réalisés dans la direction T.

La force maximale à rupture lors des essais de déchirure est représentée en fonction de la fraction surfacique d'inclusions sur la Figure 166. Nous pouvons voir que pour l'acier 0,1%C l'augmentation de la fraction surfacique d'inclusion induit une diminution de la force à rupture. Cependant sur les aciers 0,2%C et 0,3%C les évolutions sont moins importantes. La force maximale avant rupture des essais en sens L augmente légèrement, ce qui est dû à la réduction de la taille de grain austénitique. Les essais en sens T diminuent légèrement avec l'augmentation de la fraction surfacique d'inclusions, mais ces diminutions restent faibles.

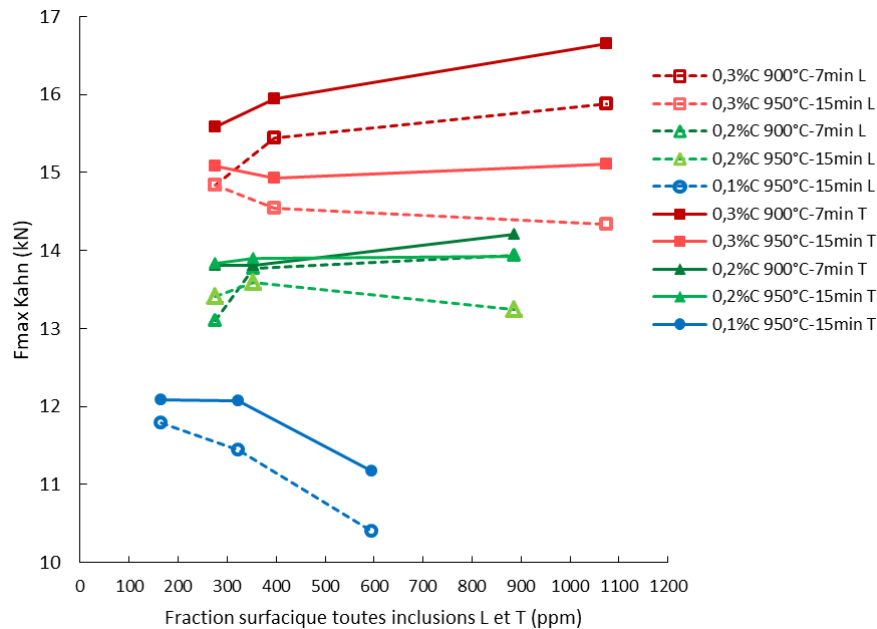


Figure 166 : Evolution de la force à rupture lors d'essais de déchirure dans les deux directions de sollicitation, en fonction de la fraction surfacique d'inclusions, pour l'ensemble des aciers de l'étude

La réalisation de fractographies sur les éprouvettes Kahn a permis de mettre en avant plusieurs informations.

Sur les aciers 0,2%C et 0,3%C, les éprouvettes Kahn présentent un triangle de rupture au centre de l'épaisseur, dit « triangle d'amorçage ».

Ce triangle d'endommagement est suspecté de se former en premier lors de la déformation plastique, car les cupules qui le composent sont profondes. La rupture qui suivra la formation de cet endommagement primaire est fortement instable, et induira la présence de nombreuses cupules peu profondes. Elles sont le signe d'un endommagement plus prononcé qui n'a pas eu le temps de se réaliser au vu de l'instabilité de rupture. Si ce triangle est observable suivant les deux directions de sollicitation (Figure 167), les éprouvettes dont la direction de fissuration est parallèle à la direction de laminage présentent des alignements de cupules (Figure 168).

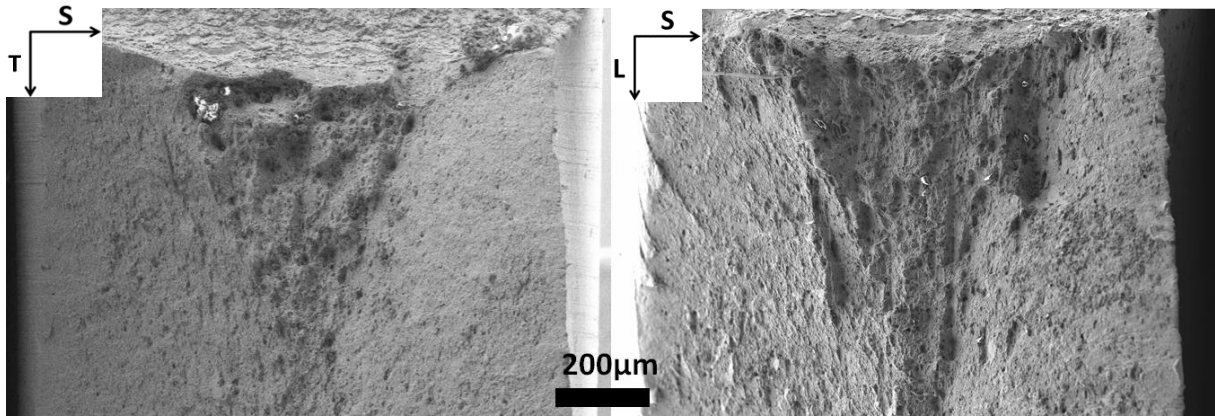


Figure 167 : Fractographie d'éprouvettes Kahn sur acier 0,3%C High Ti dans les deux directions de sollicitation (Traitement 900°C-7min)

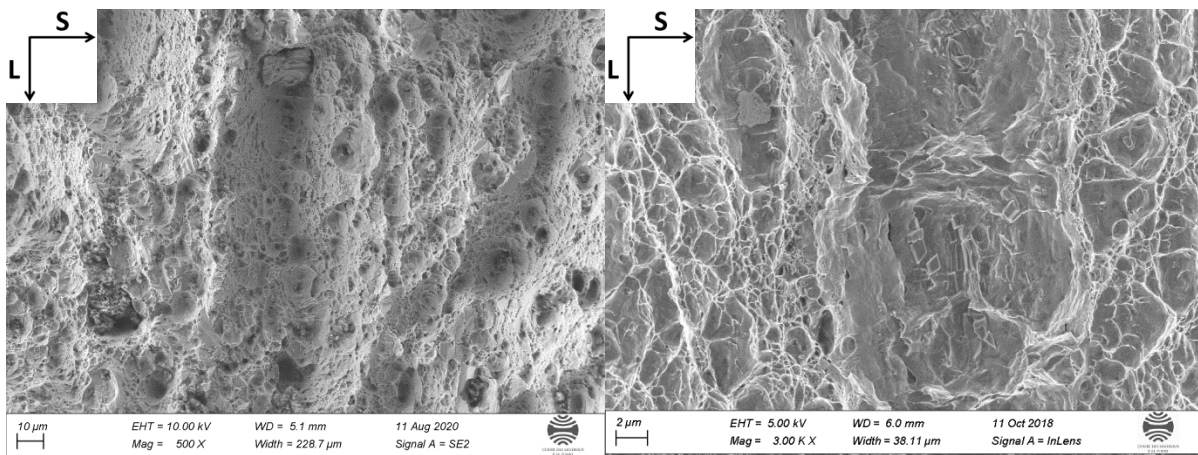


Figure 168 : Fractographie a plus fort grandissement sur un alignement de cupules d'un acier 0,3%C. Présence de TiN en fond de cupules. (Traitement 900°C-7min)

Les nuances 0,1%C présentent un fasciés de rupture plus étroit à cause de la striction qui a été beaucoup plus importante (Figure 169). Il n'y a ici pas de présence de triangle d'amorçage, la répartition des tailles de cupules est ainsi plus homogène. Cela témoigne d'une rupture plus progressive et stable, ce qui va en accord avec les courbes présentées précédemment.

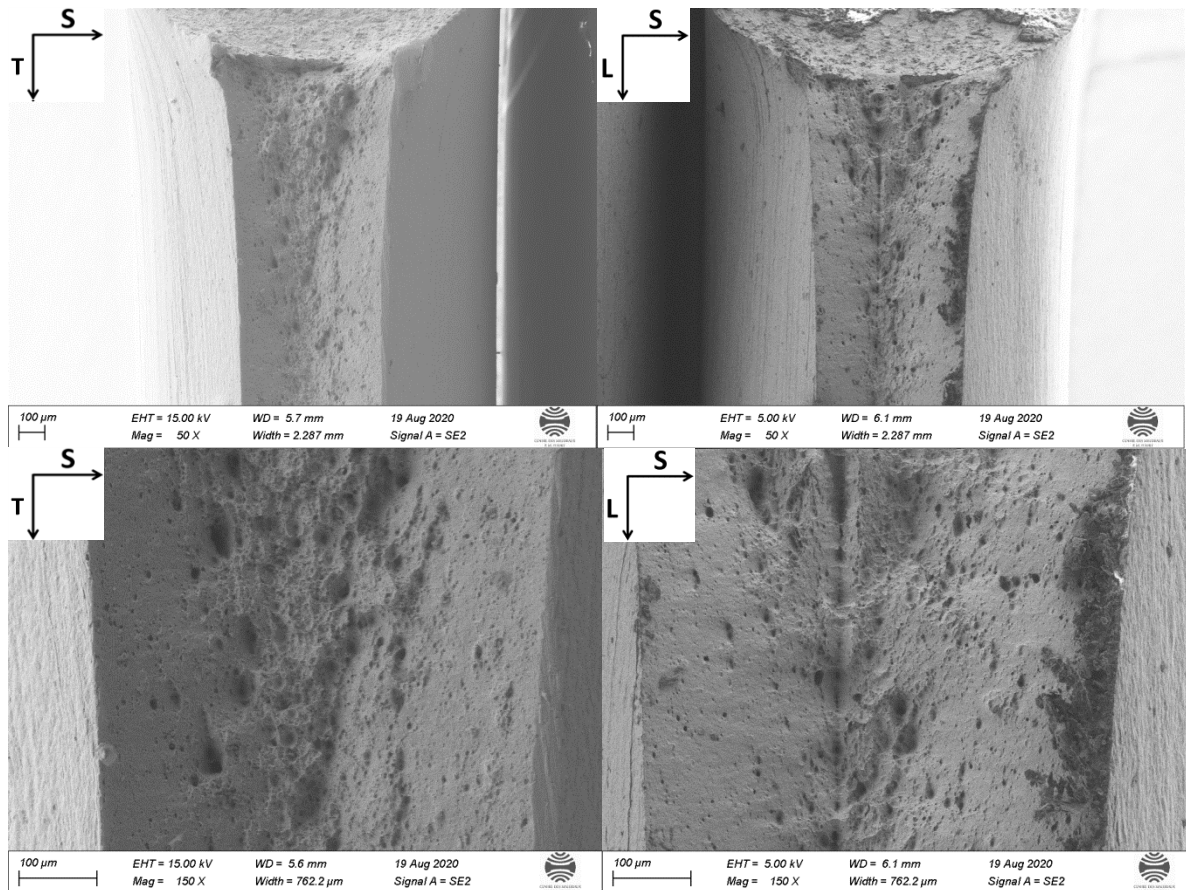


Figure 169 : Fractographie d'éprouvettes Kahn sur acier 0,1%C High Ti dans les deux directions de sollicitation. (Traitement 950°C-15min)

Il est toutefois possible d'observer également des alignements de cupules sur les éprouvettes dont la rupture a eu lieu parallèlement au sens de laminage. Un zoom sur ces alignements permet de se rendre compte qu'il s'agit une nouvelle fois de TiN alignés et ayant commencé à générer des cavités. (Figure 170)

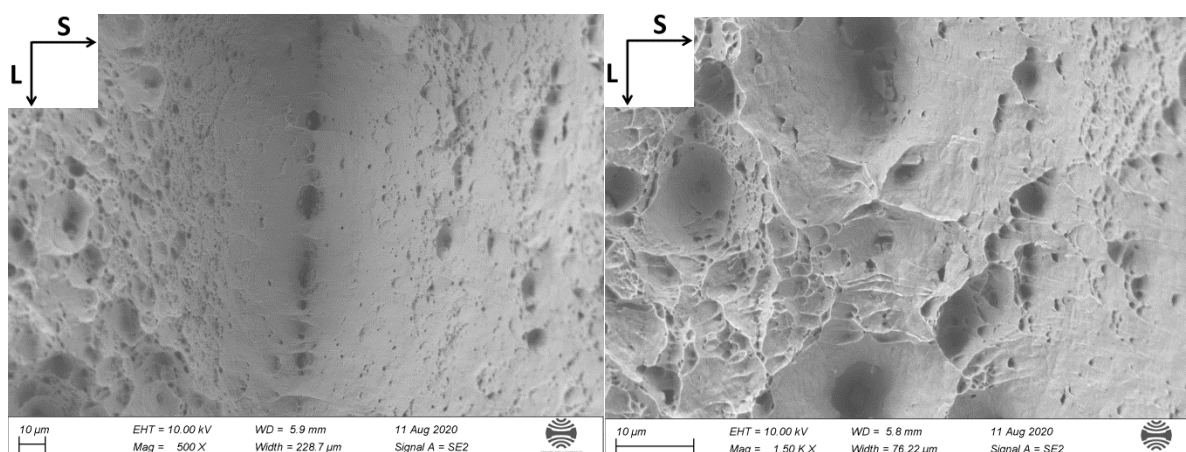


Figure 170 : Fractographie à plus fort grandissement sur un alignement de cupules d'un acier 0,1%C High Ti. Présence de TiN en fond de cupules.

En conclusion des essais de déchirure, l'augmentation de la teneur en carbone, qui induit un durcissement du matériau, conduit à une charge maximale plus élevée ainsi qu'à une

plastification et un écrouissage plus tardif. Cela va de pair avec une rupture plus brutale et instable qui ne rend pas possible l'analyse de la propagation de fissure. Des plateaux de charge précédents cet amorçage, observables sur les courbes, semblent être la conséquence d'un endommagement. La réalisation de fractographie a montré la présence d'un triangle d'endommagement au centre des éprouvettes Kahn des aciers 0,2%C et 0,3%C, non observables sur les nuances 0,1%C dépourvues de plateau de charge. Aucun lien n'a cependant pu être établi entre les dimensions de ces triangles d'amorçage et la teneur en titane des nuances 0,2%C et 0,3%C.

Le traitement d'austénitisation 950°C-15 min induit une faible variation du comportement élastoplastique par rapport au traitement 900°C-7 min, ainsi qu'une diminution de la force à rupture. La diminution de la résistance mécanique de cette nuance est suspectée d'induire cette variation.

Les essais de déchirure après les deux traitements d'austénitisation montrent à la fois une charge maximale et une ouverture d'entaille à rupture inférieures pour des essais réalisés en sens L par rapport aux essais réalisés en sens T. La réalisation de fractographies a permis de montrer que des alignements d'inclusions sont présents dans le sens de laminage, et sont suspectés d'être la cause de cette diminution.

L'augmentation de la teneur en titane permet d'augmenter la charge maximale et l'ouverture d'entaille à rupture tout en modifiant peu le comportement pré-rupture. Cela peut-être dû à une diminution de la taille des anciens grains austénitiques induisant une modification du comportement à l'amorçage de fissure.

En résumé, l'augmentation de la teneur nominale en titane favorise l'anisotropie de rupture entre un essai réalisé dans le sens de laminage par rapport à un essai réalisé en sens transverse. Ce résultat semble être dû à l'alignement de TiN dans la direction de laminage. Si l'effet du microalliage de titane a été bien caractérisé dans cette partie, certains aciers PHS contiennent du niobium, qui est utilisé pour affiner la taille de grain austénitique.

5.1.5 Application aux PHS microalliés au niobium

Le niobium va avoir tendance à se combiner au titane lors de la formation des inclusions, formant ainsi des (Ti,Nb)(C,N), qui sont des inclusions classiquement observées dans les PHS (Chapitre I). L'approche mécanique mise au point précédemment sur les PHS microalliés au titane a été appliquée également à trois aciers contenant du niobium et dont les compositions chimiques sont définies au Chapitre II. Celles-ci possèdent 0,2% de carbone (massique), trois teneurs en titane, et 650 ppm de niobium. Le retour d'expérience des essais réalisés précédemment nous a permis de sélectionner judicieusement les éprouvettes à réaliser pour comparer les résultats obtenus avec ceux de l'acier 0,2%C ne contenant pas de niobium, permettant de déterminer ainsi l'effet du microalliage niobium sur la ductilité et l'amorçage de rupture des PHS.

a) Effet de la teneur en microalliage sur la population inclusionnaire

Pour étudier l'effet de la teneur en microalliage, la fraction surfacique d'inclusions a été tracée en fonction de la teneur en éléments de titane et niobium pour les aciers 0,2%C avec et sans niobium. Cette évolution a d'abord été tracée en fonction de la teneur massique en titane (Figure 171a). Nous pouvons voir que la fraction surfacique d'inclusions de l'acier sans niobium augmente pour une teneur en titane plus élevée, alors que celle de l'acier avec niobium reste relativement constante. Dans les compositions chimiques testées, à une teneur en titane donnée

la fraction surfacique d'inclusion est supérieure dans l'acier microallié au niobium. S'il a été montré précédemment que la fraction d'inclusions est gouvernée par la teneur en carbone et en titane (à azote constant), cela ne semble plus vrai pour les aciers microalliés niobium. Ceci s'explique par le fait que le niobium va se substituer à une partie du titane dans la formation de carbonitrides, formant ainsi des (Ti,Nb)(C,N). L'évolution de la fraction surfacique d'inclusions a donc été tracée en fonction de la teneur en titane et en niobium. Cette valeur a été convertie en pourcentage atomique car il est possible de faire en première hypothèse que les (Ti,Nb)(C,N) sont stoechiométriques. Cette hypothèse, bien que forte, permet de montrer sur la Figure 171b) que les fractions surfaciques des aciers microalliés niobium correspondent davantage à l'évolution obtenue sur aciers sans niobium.

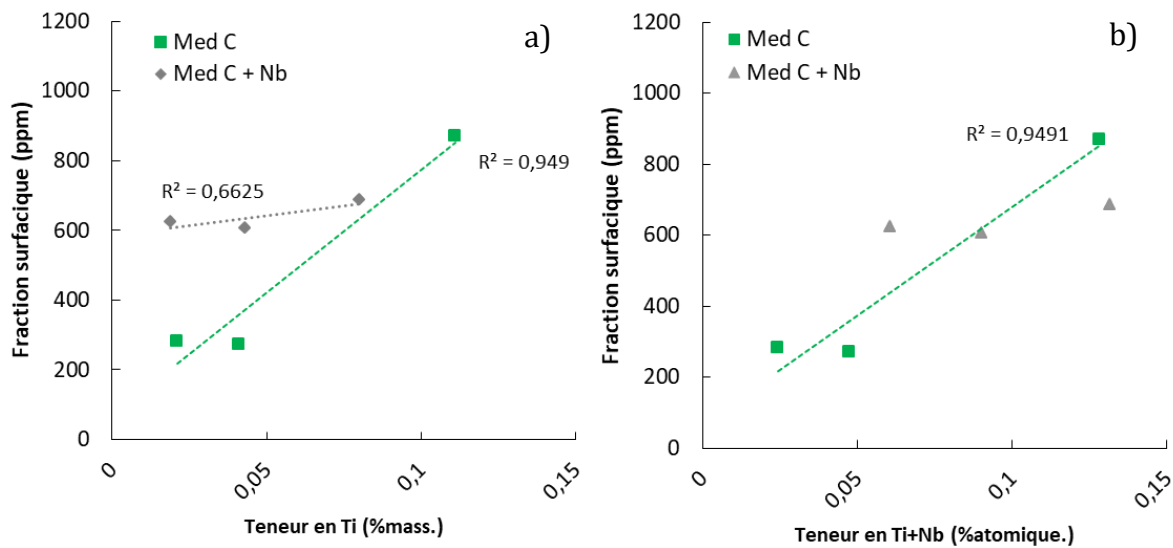


Figure 171 : Evolution de la fraction surfacique d'inclusions en fonction de la teneur en a) titane %massique, b) titane + niobium %atomique

L'analyse inclusionnaire a été effectuée suivant les deux directions de prélèvement, L et T (Figure 172). Nous pouvons voir que les fractions surfaciques d'inclusions entre les deux directions d'analyse sont proches. La propreté inclusionnaire n'est donc pas dépendante de la direction d'analyse.

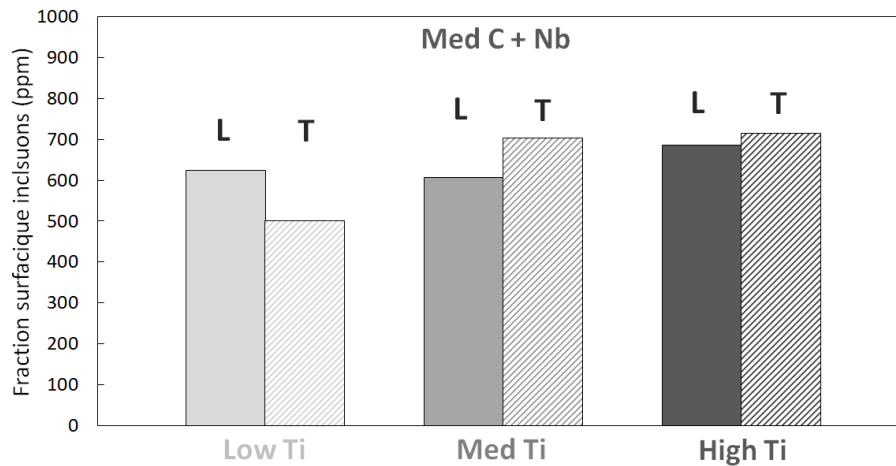


Figure 172 : Fraction surfacique d'inclusions pour les 3 teneurs en titane et suivant les deux directions d'analyse.

Cependant la fraction surfacique ne renseigne pas sur la répartition spatiale de ces inclusions. Pour obtenir cette information, il convient d'extraire les positions de chaque particule et de les positionner les unes par rapports aux autres lors d'un post-traitement, ce qui permet de représenter leurs positions sur une cartographie. La comparaison de ces cartographies pour les deux directions d'analyse est présentée sur la Figure 173 pour les inclusions de type TiN. Nous pouvons voir que dans les deux directions d'analyse, les répartitions de TiN semblent aléatoires et ne semblent pas être liées à la direction de prélèvement.

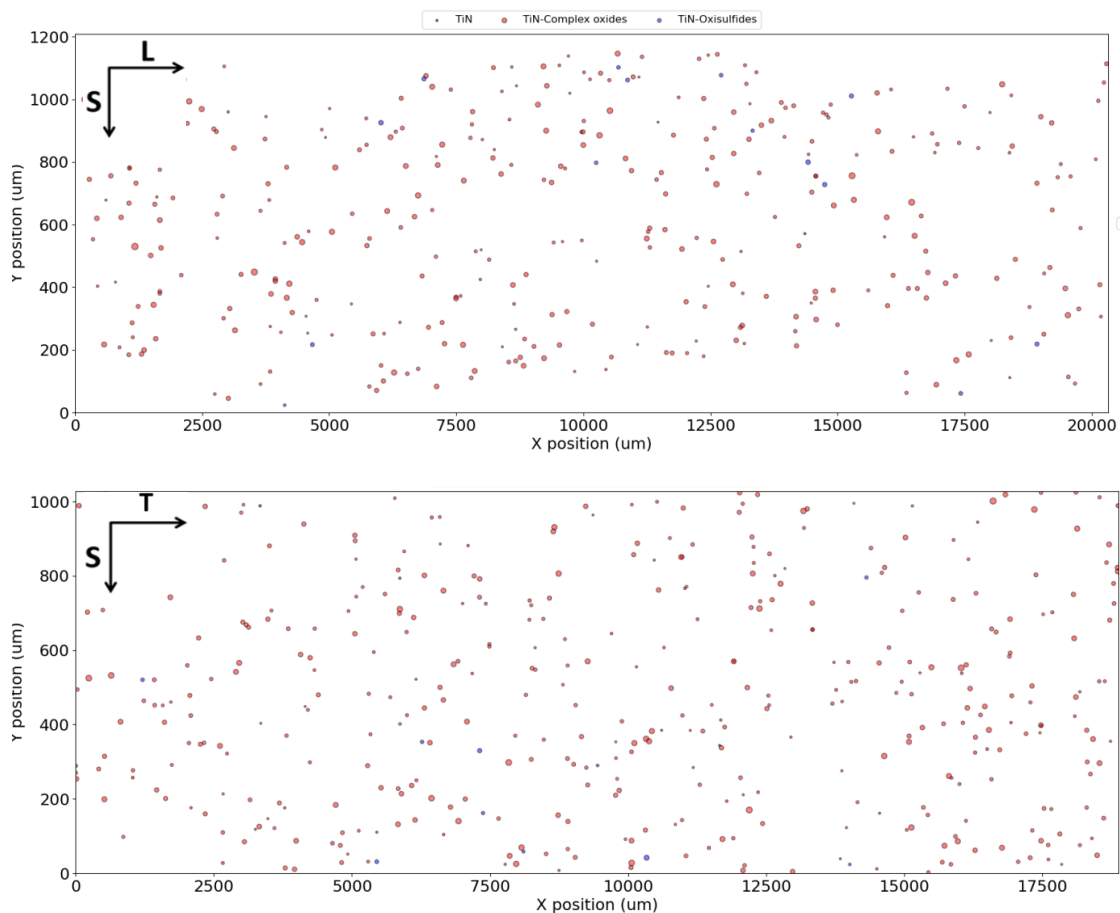


Figure 173 : Répartition spatiale des TiN dans les échantillons Low Ti + Nb suivant la direction de laminage et la direction transverse

La même technique de répartition a été réalisée pour les NbC, et est présentée pour l'acier 0,2%C Low Ti + Nb sur la Figure 174. L'analyse suivant le sens de laminage (L) montre des alignements importants de NbC, qui ne sont en revanche pas présents dans le sens transverse. Ces alignements contiennent entre 3 et 12 particules, et peuvent s'étendre sur plusieurs centaines de micromètres.

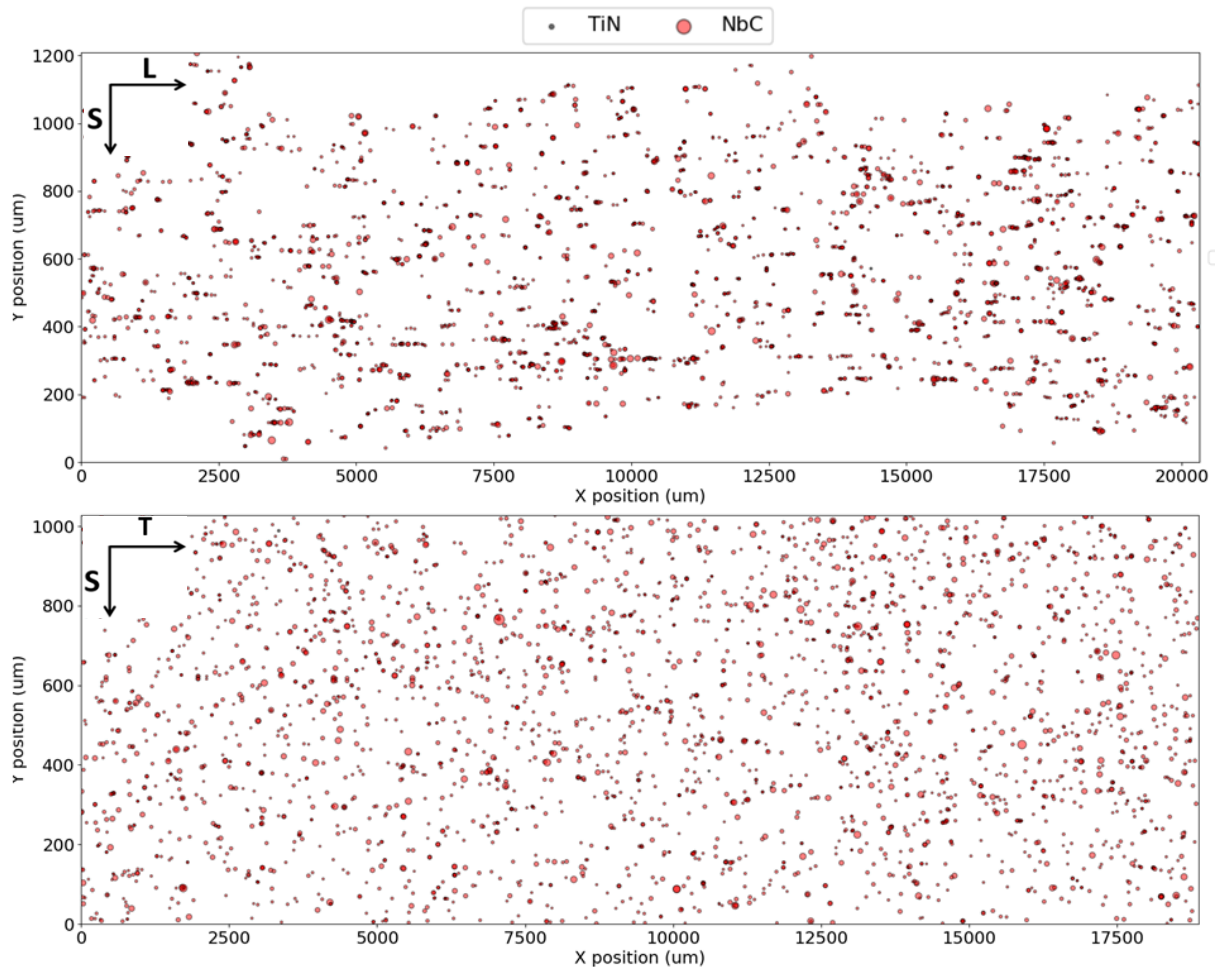


Figure 174 : Répartition spatiale des TiN et des NbC dans les échantillons Low Ti + Nb suivant la direction de laminage et la direction transverse

b) Effet de la teneur en microalliage sur la taille des anciens grains austénitiques.

L'ajout d'éléments de microalliage est connu comme ayant un pouvoir affinant sur la taille de grain austénitique (Chapitre III) et a déjà été mise en avant pour le titane (Chapitre IV). Le niobium est également un élément de microalliage ayant un potentiel d'affinement de la microstructure. L'évolution de la taille de grain austénitique a été tracée en fonction de la teneur massique en titane dans un acier 0,2%C avec et sans niobium (Figure 175). Nous pouvons voir que si l'augmentation de la teneur en titane permet de réduire la taille de grain austénitique des aciers non microalliés au niobium, elle a un effet très faible sur l'acier contenant 65 ppm de niobium. Sur ce dernier, l'augmentation de la teneur en titane de 250 ppm à 1100 ppm n'induit qu'une diminution d'un micromètre sur la taille moyenne des grains austénitiques. Le principal rôle affinant semble donc gouverné par le niobium. Cependant si l'on additionne les teneurs massiques en titane et niobium afin de tracer l'évolution de la taille de grains en fonction de la

teneur totale en microalliage, nous pouvons voir sur la Figure 175b que l'affinement de taille de grains dans des aciers après austénitisation à 900 °C-7 min semble suivre une tendance commune. Cela signifie que les effets du titane et du niobium se cumulent, mais l'effet d'affinement décroît avec l'augmentation de la teneur en microalliage et semble atteindre une asymptote aux alentours de 4 µm. Réduire davantage la taille de grain via l'ajout de microalliage nécessiterait des ajouts d'éléments conséquents pour un affinement réduit.

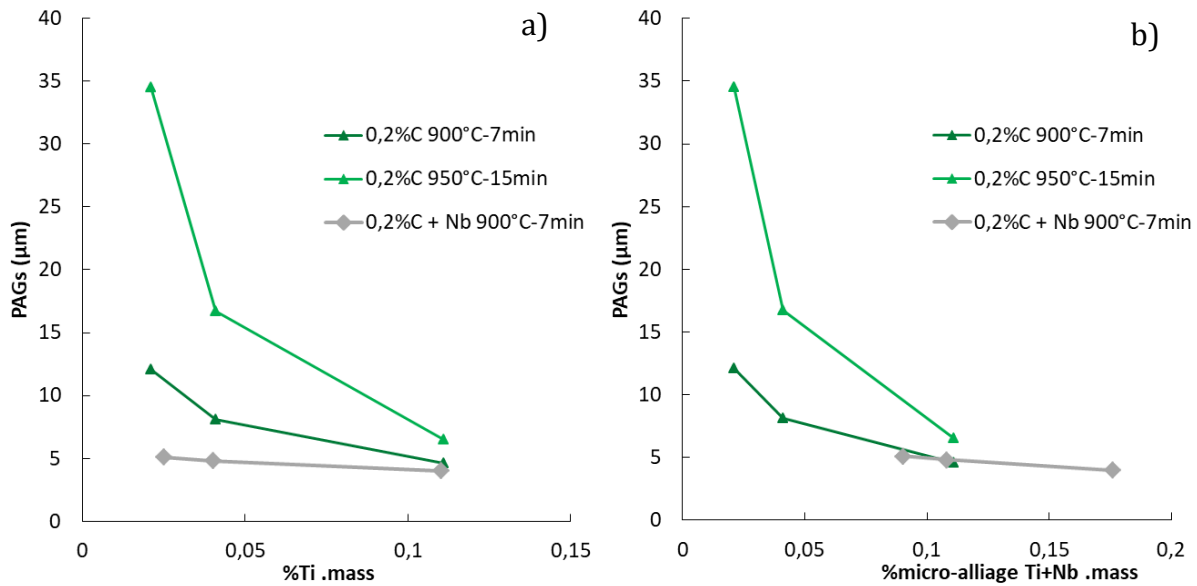


Figure 175 : Evolution de la taille des anciens grains austénitiques en fonction de la teneur en a) titane %massique, b) titane + niobium

c) L'évolution du $R_{p0,2}$ et du R_m

Les essais de traction ont été réalisés sur les aciers microalliés au niobium pour les 3 teneurs en titane, les courbes sont présentées sur la Figure 176. Peu de différences peuvent être observées entre ces courbes. **Le comportement élastoplastique n'est pas impacté par la variation de la teneur en titane.** Ceci peut être expliqué par les faibles variations de taille de grains observées entre les 3 aciers et détaillées précédemment.

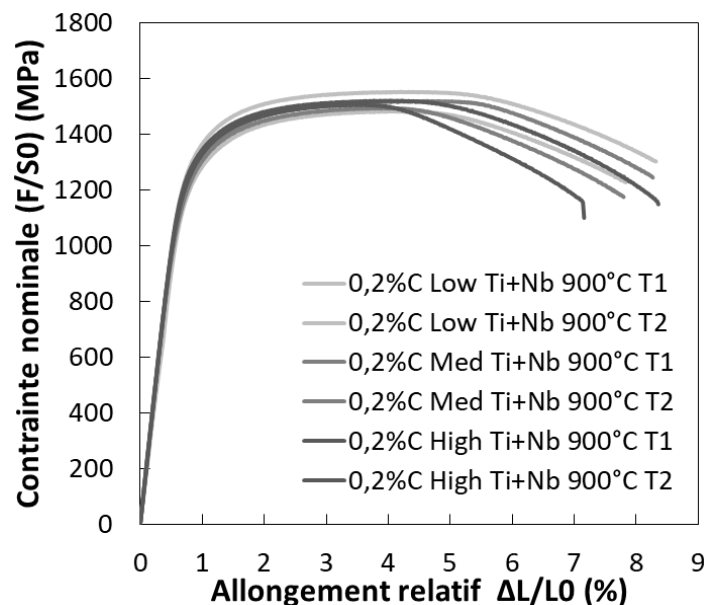


Figure 176 : Courbes de traction pour les trois teneurs en titane de l'acier 0,2%C+Nb suivant les deux directions de sollicitation après un traitement d'austénitisation à 900°C pendant 7min

Il a été montré au chapitre précédent que le $R_{p0,2}$, ainsi que dans une moindre mesure le R_m , pouvaient être corrélés à la taille des anciens grains austénitiques. La Figure 177a représente l'évolution du $R_{p0,2}$ en fonction des PAGs, et la Figure 177b de l'évolution du R_m . L'ajout de niobium permet une augmentation du $R_{p0,2}$ d'environ 60 MPa, et du R_m d'environ 80 MPa, à taille de grain équivalente (5 μm). La variation de la teneur en titane dans les aciers microalliés au niobium n'a pas d'impact significatif sur les valeurs des essais de traction uniaxiale.

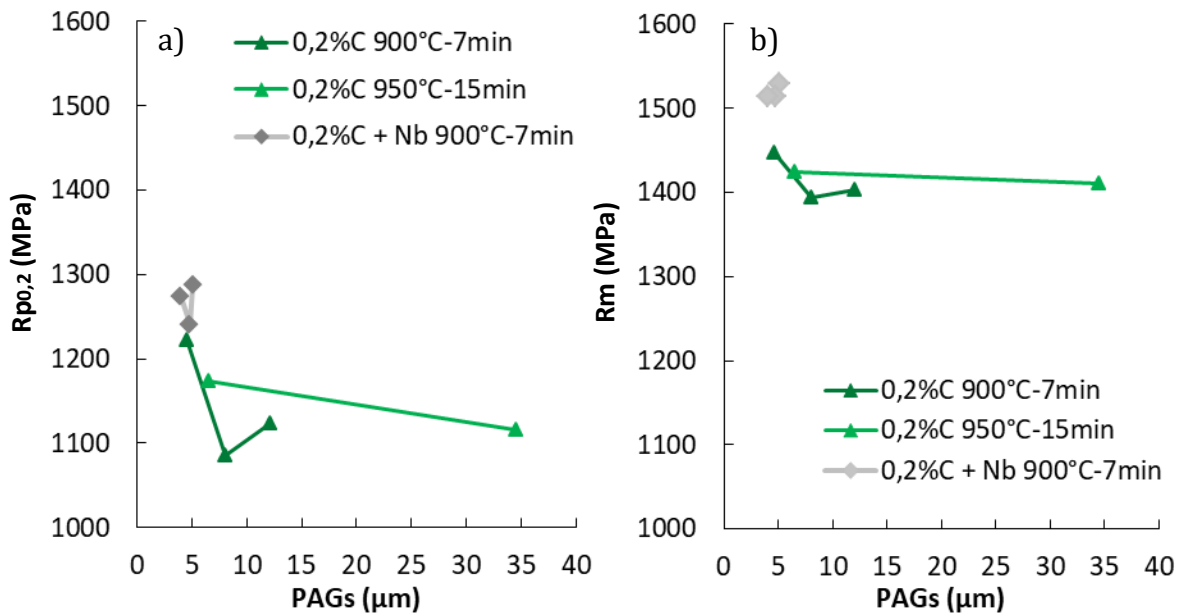


Figure 177 : Evolution du $R_{p0,2}$ et de la résistance mécanique en fonction de la taille des anciens grains austénitiques pour les aciers 0,2%C avec et sans niobium après différents traitements d'austénitisation

d) Evolution de la pliabilité

Des essais de pliage ont été réalisés sur les trois aciers contenant du niobium, et suivant les deux directions de sollicitation. Les courbes obtenues sont représentées pour les aciers aux trois teneurs en titane sur la Figure 178. Nous pouvons voir que le comportement élastoplastique est similaire entre les deux sens de sollicitation. Ceci confirme les résultats des essais de traction où les allures des courbes contrainte-déformation étaient également identiques pour différentes compositions chimiques. Cependant nous pouvons voir que la rupture se produit pour un déplacement nettement inférieur lors d'une sollicitation en sens T. Ceci témoigne d'une forte anisotropie d'amorçage de rupture entre les deux directions, ce qui n'a pas été observé lors des essais de traction. La rupture par bande de cisaillement lors d'essais de pliage est donc plus sensible à la direction de sollicitation que la rupture par localisation de la déformation lors d'essais de traction. Pour les trois teneurs en titane, l'écart de déplacement à rupture entre sens L et T est similaire lors des essais de pliage. Nous avons montré précédemment que sur les aciers microalliés au titane, l'anisotropie en pliage était fortement corrélée à la fraction surfacique d'inclusions, et donc à la teneur en titane. Pour un acier micro-allié avec titane et niobium, l'anisotropie semble constante qu'elle que soit la teneur en titane. Ceci témoigne d'un moindre effet du titane dans la génération d'une anisotropie de rupture lors d'un microalliage au niobium.

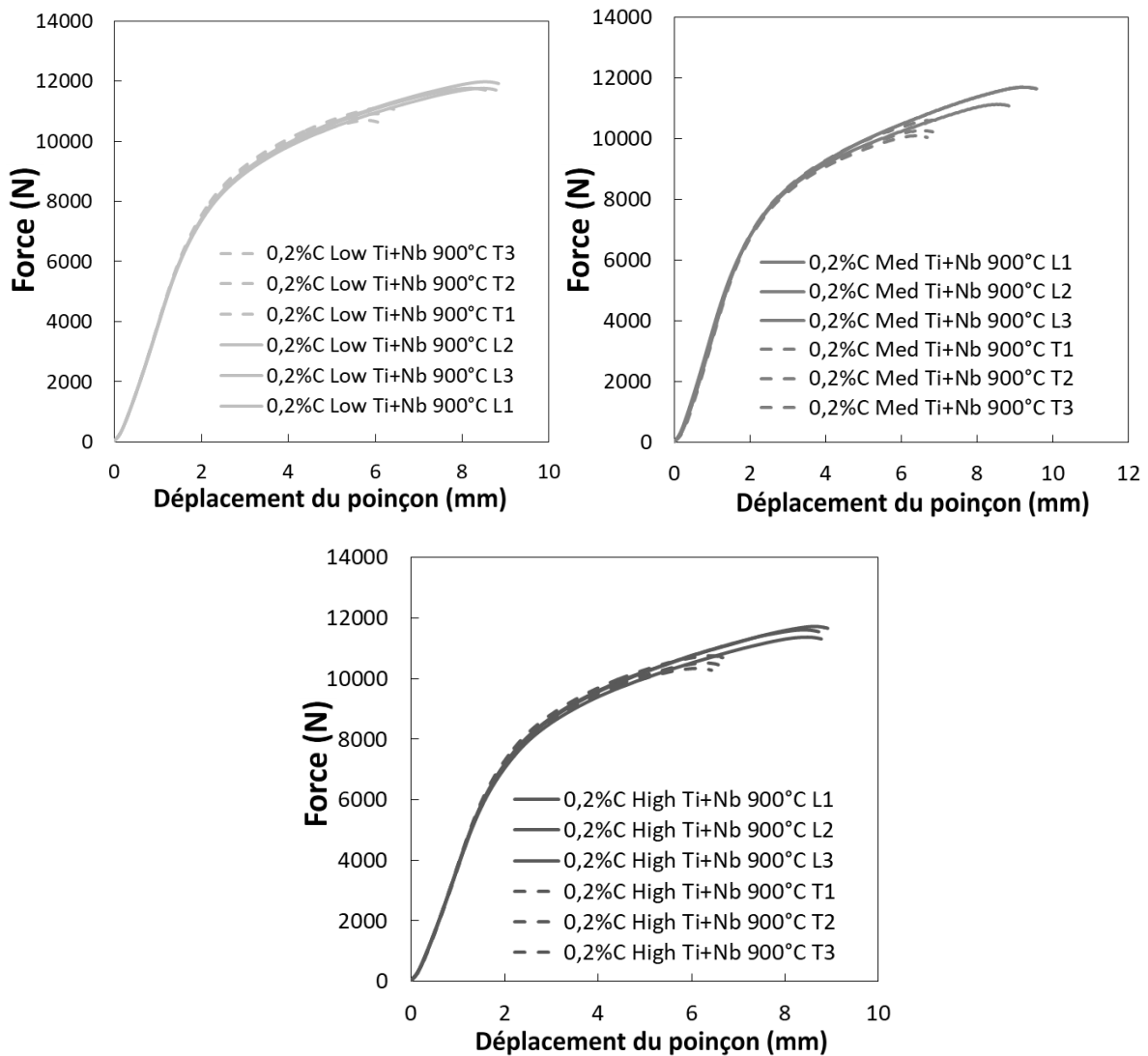


Figure 178 : Courbes de pliage pour les aciers avec trois teneurs en titane de l'acier 0,2%C+Nb suivant les deux directions de sollicitation après l'austénitisation à 900 °C pendant 7min

L'évolution de l'angle de pliage à rupture est comparée entre les aciers 0,2%C avec et sans niobium, en fonction de la taille des anciens grains austénitiques (Figure 179). Nous pouvons voir que le microalliage au niobium permet un affinement de la taille de grain par rapport à un acier équivalent sans niobium. En présence de niobium, l'augmentation de la teneur en titane a un impact faible sur la taille de grain austénitique. À la fois dans les aciers avec et sans niobium, l'angle de pliage des essais réalisés en sens L est supérieur à ceux réalisés en sens T.

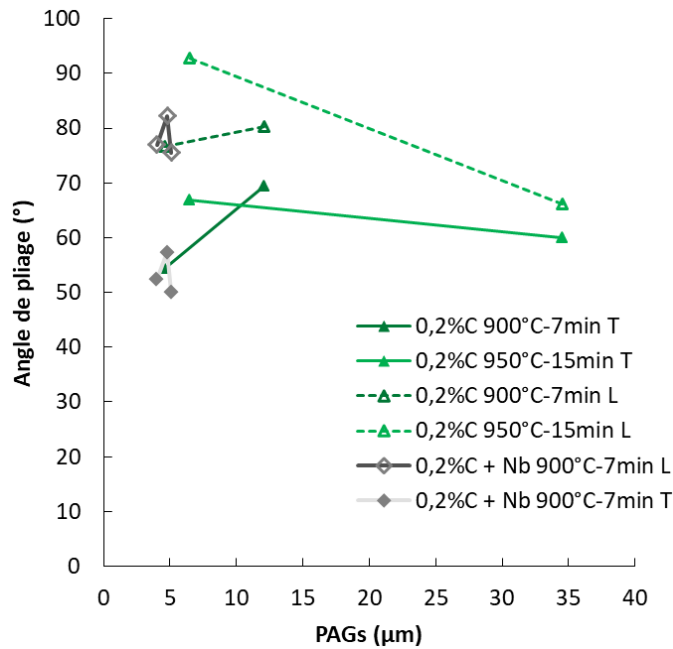


Figure 179 : Evolution de l'angle de pliage en fonction de la taille des anciens grains austénitiques pour les aciers 0,2%C avec et sans niobium.

Si l'addition de niobium permet de diminuer la taille des grains austénitiques, elle engendre cependant une plus forte fraction surfacique d'inclusions pour les aciers à faible teneur en titane. La Figure 180 représente l'évolution de l'angle de pliage en fonction de la fraction surfacique d'inclusions. Nous pouvons voir qu'à une fraction surfacique d'inclusions donnée, les aciers contenant du niobium présentent des angles de pliage inférieur à ceux sans niobium. L'écart est encore plus important lors de pliages en sens T.

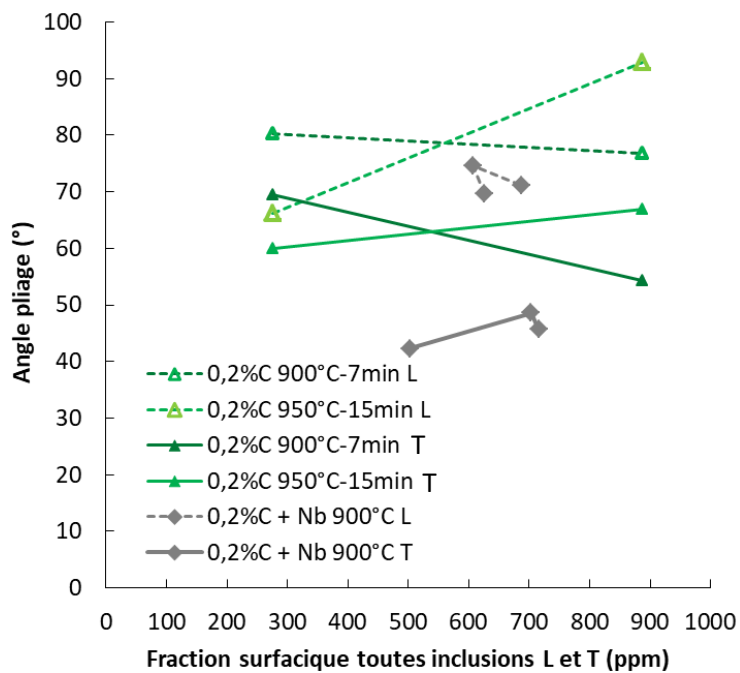


Figure 180 : Evolution de l'angle de pliage en fonction de la fraction surfacique d'inclusions pour les aciers 0,2%C avec et sans niobium.

e) Résistance à l'amorçage de fissure lors d'essais de déchirure.

La réalisation d'essais de déchirure sur éprouvettes Kahn a permis de quantifier la force nécessaire à l'amorçage d'une fissure. Les courbes obtenues sont représentées pour les aciers avec trois teneurs en titane microalliés au niobium, suivant les deux directions de prélèvement (Figure 181). Nous pouvons voir que l'augmentation de la teneur en titane n'induit pas d'augmentation de la force nécessaire à l'initiation de fissure, ce qui n'était pas le cas sur les aciers sans niobium, où l'augmentation de la teneur en titane permettait une augmentation de la force nécessaire à l'initiation de fissure.

Nous pouvons voir en revanche que la direction de sollicitation a un impact important sur l'initiation de fissure. Les essais où la direction de fissuration est parallèle au sens de laminage présentent une force à rupture de l'ordre de 10% inférieure à ceux réalisés dans le sens perpendiculaire. Cet écart reste constant avec l'augmentation de la teneur en titane. Pour l'acier microallié au niobium, la teneur en titane a donc un impact faible sur l'anisotropie. Nous avons vu précédemment que les TiN ne semblent pas alignés dans le sens du laminage sur les aciers microalliés au niobium. Ce qui confirme le fait que leur rôle sur l'anisotropie reste modéré sur des aciers microalliés au niobium.

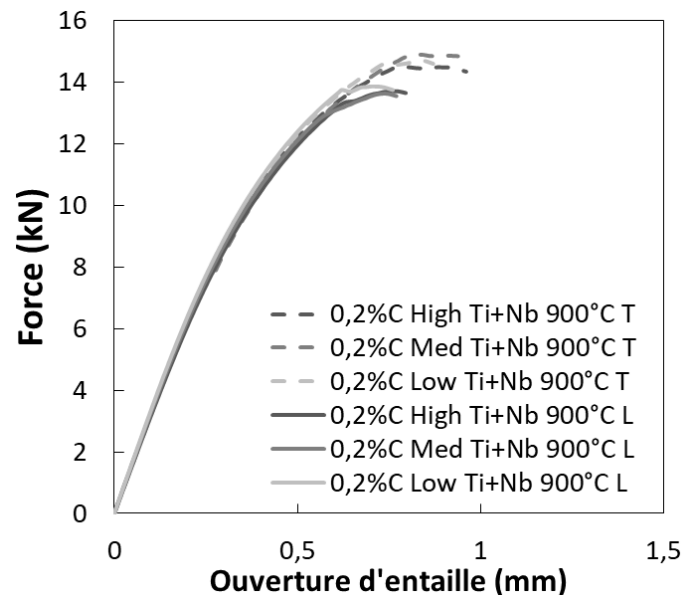


Figure 181 : Courbes de déchirures sur éprouvettes Kahn pour les aciers 0,2%C + Nb suivant les trois teneurs en titane et les deux directions de sollicitation.

De ces courbes il est possible d'extraire la valeur d'ouverture d'entaille au moment de l'initiation de fissure, avant rupture brutale de l'éprouvette. L'initiation est identifiée par le changement de pente de la courbe. La Figure 182 représente l'évolution de ces valeurs en fonction de la teneur en titane. Nous pouvons voir que la teneur en titane n'a pas d'influence sur l'anisotropie d'amorçage de fissure sur ces trois aciers. L'ouverture d'entaille nécessaire à l'initiation de fissure reste environ constante avec l'augmentation de la teneur en titane. Cela confirme une nouvelle fois le fait que, lors d'un microalliage au niobium, la teneur en titane a un rôle mineur dans la quantité d'anisotropie de rupture.

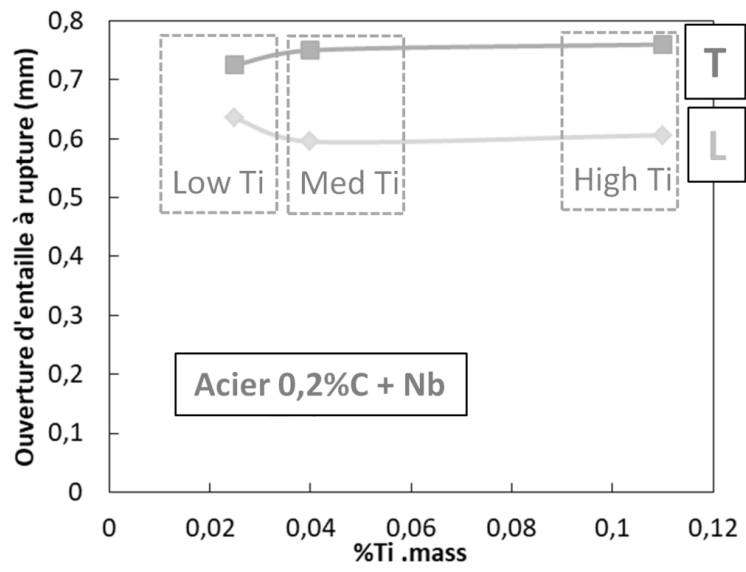


Figure 182 : Evolution de l'ouverture d'entaille à rupture sur éprouvette de déchirure en fonction de la teneur en titane.

5.2 Conclusion du chapitre V

La réalisation d'essais de traction sur les matériaux de l'étude a permis de montrer la faible influence de la teneur en titane sur le comportement élastoplastique en traction uniaxiale, qui reste majoritairement gouverné par la teneur en carbone. Une augmentation du $R_{p0.2}$ est cependant corrélée à la réduction de la taille de grains austénitiques, notamment pour les grains de plus petites tailles ($<5-10\mu\text{m}$). La résistance mécanique reste environ constante avec l'augmentation de la teneur en titane. Les allongements à rupture sont de l'ordre de 7%, et ne sont pas affectés par la taille de grain austénitique.

L'utilisation d'éprouvettes de traction entaillées permet l'obtention précise du comportement du matériau lors de grandes déformations locales. Deux rayons d'entailles ont été réalisés afin de faire varier la triaxialité des contraintes. Les courbes macroscopiques restent proches entre les deux géométries d'entailles. Ces courbes seront utilisées par la suite pour la détermination des paramètres de la loi de comportement élastoplastique. De plus ces éprouvettes sont régulièrement utilisées pour forcer la germination de cavités. Lors des essais sur les matériaux à plus haute teneur en titane, les déplacements à rupture ont été inférieurs dans le cas d'une sollicitation parallèle au sens de laminage. La réalisation de fractographies a permis de montrer la présence d'alignements de TiN favorisant la création de cupules allongées dans le sens de laminage. Ces alignements sont suspectés de générer les écarts obtenus entre les deux directions. La réalisation d'essais interrompus sera présentée dans le chapitre suivant, dans le but de quantifier l'endommagement et déterminer les conditions de rupture des TiN.

La pliabilité des tôles 0,1%C semble s'améliorer avec l'augmentation du Ti et donc la diminution de la taille des anciens grains austénitiques. Cependant sur les aciers 0,2%C et 0,3%C, l'augmentation de la teneur en Ti semble diminuer la pliabilité lors de pliages dans le sens T. L'effet bénéfique de la réduction de la taille de grains austénitique sur le pliage a été montré au Chapitre III, y compris sur des aciers ayant plus de 0,3%C. Il semblerait donc que l'augmentation conséquente du nombre d'inclusions due à l'ajout de Ti ait un effet négatif plus fort que l'effet bénéfique de la réduction de la taille de grain qu'il induit. L'acier 0,1%C présente moins d'inclusions pour une même teneur en titane, et dans son cas la réduction de la taille de grain semble être prépondérante par rapport à l'effet délétère des inclusions. Un critère d'anisotropie de rupture en pliage a été introduit et permet d'obtenir une très bonne corrélation entre la différence de pliage entre sens L et T et la fraction surfacique d'inclusions. Les fractions surfaciques étant proches entre les deux directions, la répartition spatiale des inclusions est le principal facteur responsable de cette anisotropie.

Lors d'essais de déchirure, les aciers 0,2%C et 0,3%C présentent une rupture brutale et instable qui empêche de suivre l'évolution de la propagation de fissure. Ces éprouvettes présentent des triangles d'endommagement qui ont pu être observés sur fractographie. Ce triangle d'amorçage n'a pas été observé sur les aciers 0,1%C, dont la rupture était stable. L'augmentation de la teneur en titane permet d'augmenter la charge maximale et l'ouverture d'entaille à rupture tout en modifiant peu le comportement pré-rupture. Cela est dû à une diminution de la taille des anciens grains austénitiques qui augmente la limite d'élasticité. Les essais réalisés en sens L montrent à la fois une charge maximale et une ouverture d'entaille à rupture inférieures aux essais réalisés en sens T. La réalisation de fractographies a permis de montrer que des alignements d'inclusions sont présents dans le sens de laminage, et sont suspectés d'être la cause de cette diminution.

La mise en œuvre de cette matrice d'essais a permis de comprendre et d'affiner les géométries d'éprouvettes à mettre en œuvre pour comprendre l'influence du micro-alliage et des inclusions sur la rupture. Une application a pu être réalisée sur un PHS microalliés au niobium.

Dans les aciers au niobium, les fractions surfaciques d'inclusions sont similaires pour les 3 teneurs en titane ainsi que suivant les deux directions d'analyse. Lors d'un microalliage niobium, ce dernier a un impact majeur sur la formation inclusionnaire. La répartition des TiN a été analysée et semble aléatoire dans les échantillons, à la fois dans le sens de laminage et dans le sens transverse. Cependant l'analyse des NbC montre des alignements de particules importants dans le sens de laminage, pourtant à fraction surfacique similaire.

L'ajout de niobium permet un affinement important de la microstructure. Les tailles de grains ainsi obtenues se situent entre 4 et 5 μm . Les valeurs de $R_{p0.2}$ et R_m sont ainsi supérieures à celles d'un acier équivalent sans niobium.

L'angle de pliage à rupture est en revanche similaire dans le sens RD pour l'acier 0,2%C avec et sans niobium. Cependant lors de l'ajout de niobium, la pliabilité en sens TD diminue fortement, et ce dès les plus faibles teneurs en titane. Les alignements de NbC dans le sens du laminage induisent une diminution de l'effort nécessaire à l'amorçage de fissure ductile en pliage. Ces mêmes alignements d'inclusions induisent également une diminution d'environ 10% de l'effort à rupture lors d'essais de déchirure. En présence de niobium, l'augmentation de la teneur en titane ne semble plus avoir d'impact sur la quantité de l'anisotropie de rupture observée.

Chapitre VI

Compréhension des mécanismes de rupture et leur modélisation

Il a été montré dans le chapitre précédent que l'ajout de microalliage contribue à une faible augmentation de la résistance mécanique, mais contribue à l'augmentation de la fraction d'inclusions, qui a été corrélée à une diminution de la résistance à l'amorçage de fissure. Des alignements de nitrures de titanes fragmentés dans le sens de laminage ont notamment été observés sur les fractographies. Les conditions de rupture de ces inclusions ainsi que les conséquences de leur rigidité élevée déterminée au chapitre précédent sur la redistribution des contraintes dans la matrice environnante, restent des questions non traitées dans la littérature. Ce chapitre présente une approche numérique de simulation du comportement mécanique des aciers martensitiques emboutis à chaud sous différents types de chargements. La comparaison entre le lieu de rupture des inclusions et les champs de déformation ainsi que de triaxialité des contraintes a été réalisé via un modèle de comportement élastoplastique dont les paramètres ont été identifiés via la réalisation d'essais sur les aciers laboratoires de l'étude. La détermination de la répartition des déformations et des contraintes aux voisinages de ces inclusions a été réalisée grâce à des calculs sur cellules élémentaires.

Chapitre VI Compréhension des mécanismes de rupture et leur modélisation	202
6.1 Modélisation du comportement mécanique des matériaux de l'étude _____	203
6.1.1 Choix du modèle de comportement élastoplastique.....	203
6.1.2 Validation des résultats.....	219
6.2 Endommagement de la martensite _____	225
6.2.1 Observation et quantification de l'endommagement	225
6.2.2 Corrélation avec la déformation plastique cumulée et la triaxialité des contraintes	230
6.3 Analyses locales par simulation numérique sur cellule élémentaire. _____	233
6.3.1 Paramétrage de la cellule unitaire.....	233
6.3.2 Critère de rupture d'inclusion.....	235
6.3.3 Influence de la présence d'un nitrure de titane sur la déformation locale de la matrice	238
6.3.4 Etude du cas de trois nitrures de titane alignés	238
6.4 Conclusion du chapitre VI _____	243

6.1 Modélisation du comportement mécanique des matériaux de l'étude

La première partie de ce chapitre est dédiée à la modélisation du comportement des PHS de notre étude. Disposer d'un modèle de comportement est nécessaire pour pouvoir simuler par éléments finis les différents essais réalisés, dans le but de comprendre plus finement les mécanismes responsables de la rupture.

Nous pouvons diviser les matériaux laboratoires de l'étude en 3 groupes de propriétés mécaniques nettement distinctes.

- Les aciers 0,1%C (Low Ti, Med Ti, High Ti) : résistances comprises entre 1000 et 1100 MPa.
- Les aciers 0,2%C (Low Ti, Med Ti, High Ti) : résistances mécaniques comprises entre 1450 et 1550 MPa.
- Les aciers 0,3%C (Low Ti, Med Ti, High Ti) : résistances mécaniques comprises entre 1700 et 1800 MPa.

Ces matériaux ont été produits dans de faibles quantités car ils ont été réalisés en laboratoire. De plus, les variations de teneurs en Ti ont induit des différences sur les propriétés mécaniques comme le $R_{p0,2}$, le R_m , la déformation maximale à rupture, ou encore l'angle de pliage.

Dans un premier temps, un modèle de comportement a été réalisé sur un acier 22MnB5 de référence. Cet acier a été produit de manière industrielle, il est disponible en grande quantité pour la réalisation d'essais, et ses propriétés mécaniques sont fortement reproductibles. Ce matériau permet la réalisation d'un modèle numérique de référence. Les nombreux essais mécaniques réalisés sur ce matériau ont permis de cibler précisément les données à extraire afin d'ajuster par la suite ce modèle sur le comportement mécanique des nuances laboratoires. Cette approche permet de choisir un cadre de modélisation, permettant ainsi de cibler efficacement les essais mécaniques à réaliser sur les aciers laboratoires disponibles en plus faibles quantités.

La nuance 22MnB5 a été choisie car elle présente un comportement mécanique très similaire aux matériaux de l'étude, mais elle permet de s'affranchir des variations inclusionnaires et de tailles de grains austénitiques dus aux différents pourcentages de Ti. De plus, ses propriétés mécaniques sont intermédiaires par rapport aux matériaux laboratoires, très proches du 0,2%C Med Ti.

Un cadre de modélisation unifié a été choisi, avec une même formulation de la loi de comportement. Ce premier modèle sur matériau de référence permettra donc le paramétrage plus rapide de modèles spécifiques aux aciers 0,1%C, 0,2%C et 0,3%C.

6.1.1 Choix du modèle de comportement élastoplastique

a) Sensibilité du comportement aux effets du temps

Pour choisir entre un modèle élastoplastique ou élasto-viscoplastique, il a été nécessaire de déterminer la sensibilité du matériau envers la vitesse de sollicitation. Mishra a montré que peu de différences sont observables sur le comportement mécanique en traction uniaxiale sur 22MnB5 pour des vitesses de sollicitation de 10^{-4} , 10^{-2} et $1s^{-1}$ (Figure 183 [Mishra 2017]). Il peut cependant être intéressant de noter que les déformations à rupture sont élevées par rapport à

nos essais (supérieures à 10%), ce qui s'explique par la géométrie d'éprouvette choisie par Mishra qui est de petite taille et donc moins sujette à la localisation plastique. De plus, le rapport $\frac{\text{largeur}}{\text{épaisseur}}$ est inférieur sur les éprouvettes utilisées par Mishra, ce qui peut également influencer sur le comportement post-striction.

Nos essais sont réalisés à une vitesse intermédiaire de $6.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ce qui nous permet de dire que dans notre domaine de conditions de sollicitation (vitesses et températures), les effets de viscosité sur des aciers martensitiques emboutis à chaud sont a priori négligeables. Ainsi ils ne seront pas pris en compte dans ce modèle. Le cadre d'un modèle élastoplastique a par conséquent été choisi pour cette étude.

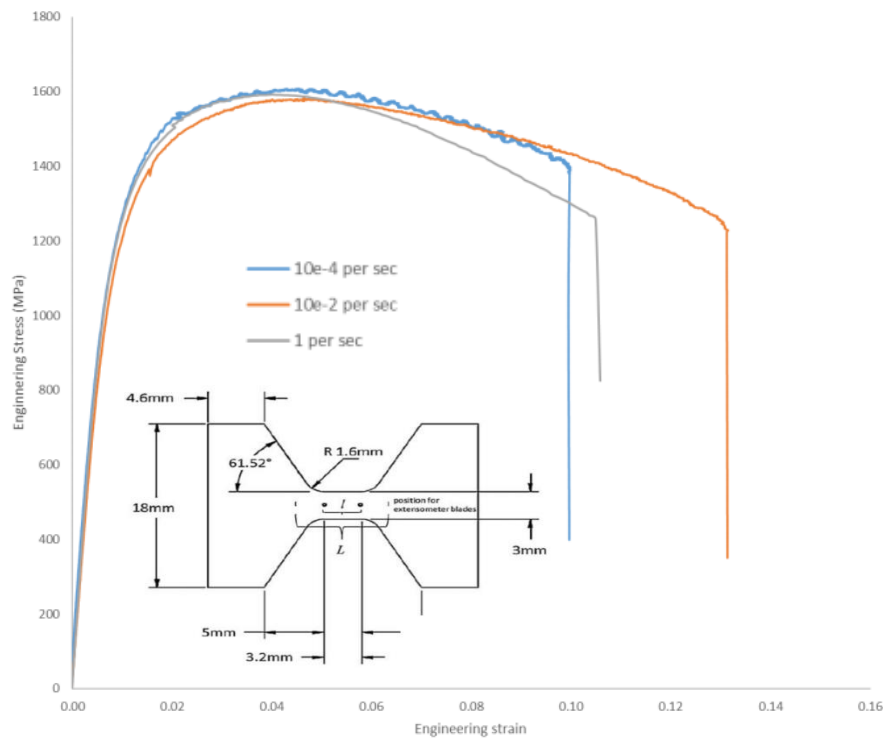


Figure 183 : Courbes de traction de l'acier 22MnB5 à trois différentes vitesses de déformation et schéma de l'éprouvette d'essai associée. [Mishra 2017]

b) Anisotropie des contraintes et des déformations

i. Réponse en contraintes

Le matériau industriel étudié a subi différentes étapes de laminage. Il peut en résulter une anisotropie plastique, pouvant être mise en évidence par la réalisation d'essais de traction uniaxiale selon différentes directions de prélèvement. Le choix du modèle de comportement mécanique dépendra de la présence d'anisotropie sur les valeurs des contraintes et des déformations.

Des essais de traction sur éprouvettes iso 12,5x50 ont été réalisés dans deux sens de prélèvement :

- Le sens longitudinal (L) qui correspond au sens de laminage ;
- Le sens Transverse (T) qui correspond au sens perpendiculaire au laminage.

Les réponses macroscopiques de ces essais sont données dans la Figure 184 jusqu'à F_{\max} .

Il est observable dans cette figure que les éprouvettes prélevées dans le sens L et T ont des résistances mécaniques similaires. Les écarts de résistance sur l'ensemble des essais sont de l'ordre d'une vingtaine de MPa, soit environ 1% de la résistance mécanique macroscopique.

Au vu des écarts minimes ainsi que du comportement macroscopique global similaire, **il a été décidé de considérer le matériau comme isotrope en contraintes.**

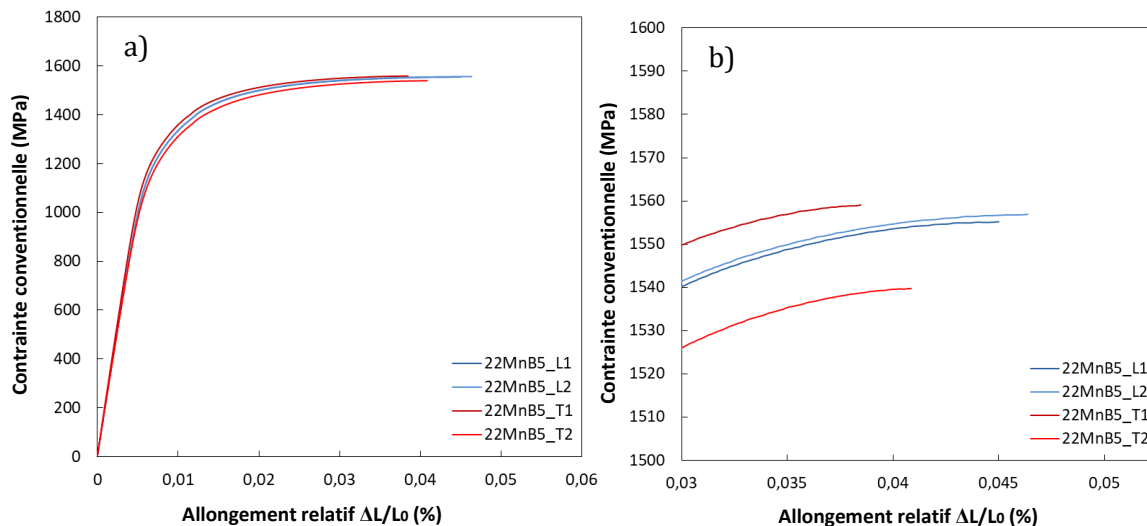


Figure 184 : Courbes de traction sur acier 22MnB5 en sens Long et sens Travers, a) courbes jusqu'au Rm, b) zoom sur la fin des courbes

L'analyse des courbes de traction a permis de déterminer les paramètres tels que le $R_{p0,2}$, le Rm, Ag, A, ainsi que le module d'Young. Ces données sont répertoriées dans le Tableau 21. Ils permettront l'ajustement des paramètres du modèle.

Tableau 21 : Principales valeurs du comportement mécaniques extraites des courbes de traction uniaxiale (22MnB5)

22MnB5	$R_{p0,2}$ (MPa)	Rm (MPa)	Ag (%)	A (%)	E (MPa)
L1	1255	1555	3,8	5,7	207374
L2	1254	1557	3,9	5,6	207592
T1	1270	1559	3,1	4,7	212524
T2	1227	1540	3,3	4,8	203885

ii. Coefficients de Lankford

Les essais sur éprouvette iso 12,5x50 ont été instrumentés afin d'avoir un suivi de la largeur au cours de l'essai. Ce suivi a été effectué par laser permettant une grande précision. Une des estimations de l'anisotropie peut être effectuée grâce au coefficient de Lankford [Lankford 1950]. Ce coefficient est utilisé couramment pour la détermination de l'anisotropie sur les aciers laminés pour l'automobile, comme dans les travaux de Lorthios [Lorthios 2011]. Il est calculé comme étant le rapport entre la déformation plastique dans la largeur et la déformation plastique dans l'épaisseur. (1 : longueur, 2 : épaisseur, 3 : largeur) (Eq. 33)

$$L = \frac{\varepsilon_3^p}{\varepsilon_2^p} \quad (33)$$

Cependant la mesure de la variation de l'épaisseur n'a pas été effectuée au cours de l'essai avec le dispositif expérimental mis en place. Celle-ci sera estimée en considérant le matériau comme incompressible. Il est alors possible d'écrire (Eq. 34) [Lankford 1950]:

$$L = \frac{\varepsilon_3^p}{-\varepsilon_1^p - \varepsilon_3^p} \quad (34)$$

Les valeurs directement mesurées sont les variations relatives de longueur et de largeur, respectivement ε_{1i} et ε_{3i} . La conversion en déformations vraies s'effectue grâce aux équations 35 et 36.

$$\varepsilon_{1v} = \log(1 + \varepsilon_{1i}) \quad (35)$$

$$\varepsilon_{3v} = \log(1 + \varepsilon_{3i}) \quad (36)$$

Ces déformations vraies comprennent une partie élastique ainsi qu'une partie plastique. Afin d'obtenir seulement les déformations plastiques vraies, il est nécessaire de retirer la partie élastique (Eqs. 37 et 38).

$$\varepsilon_{1pv} = \varepsilon_{1v} - \frac{F}{E \cdot S_0} (1 + \varepsilon_{1i}) \quad (37)$$

$$\varepsilon_{3pv} = \varepsilon_{3v} + \nu \frac{F}{E \cdot S_0} (1 + \varepsilon_{1i}) \quad (38)$$

Où :

- F est l'effort appliqué
- E est le module d'Young du matériau
- S_0 est la section initiale de l'éprouvette

Le module d'Young a été calculé comme la moyenne des modules d'Young à partir des essais réalisés dans les directions L et T confondus. Sa valeur vaut 207 GPa. Le coefficient de Poisson a été pris égal à 0,3.

Le calcul du coefficient de Lankford est représenté sur la Figure 185 comme la déformation plastique vraie dans la largeur (ε_{3pv}) en fonction de la somme des déformations vraies dans la largeur et la longueur ($\varepsilon_{3pv} + \varepsilon_{1pv}$). Les courbes rouges correspondent aux différents essais en sens L et les courbes noires en sens T.

En sens L, le coefficient de Lankford est très proche de 1, ce qui témoigne d'une très bonne isotropie de déformation. En sens T, le coefficient de Lankford vaut environ 0,8 le matériau se déforme donc légèrement plus dans l'épaisseur que dans la largeur.

Le matériau présente donc une légère anisotropie de déformations, mais aucune en contraintes. L'anisotropie étant faible, l'utilisation d'un modèle anisotrope est jugée complexe pour le gain final qu'il permettrait d'obtenir.

En conclusion, l'absence de viscosité permet de choisir une loi de comportement élastoplastique, et la faible anisotropie justifie l'utilisation d'un critère de plasticité isotrope pour la suite de cette étude.

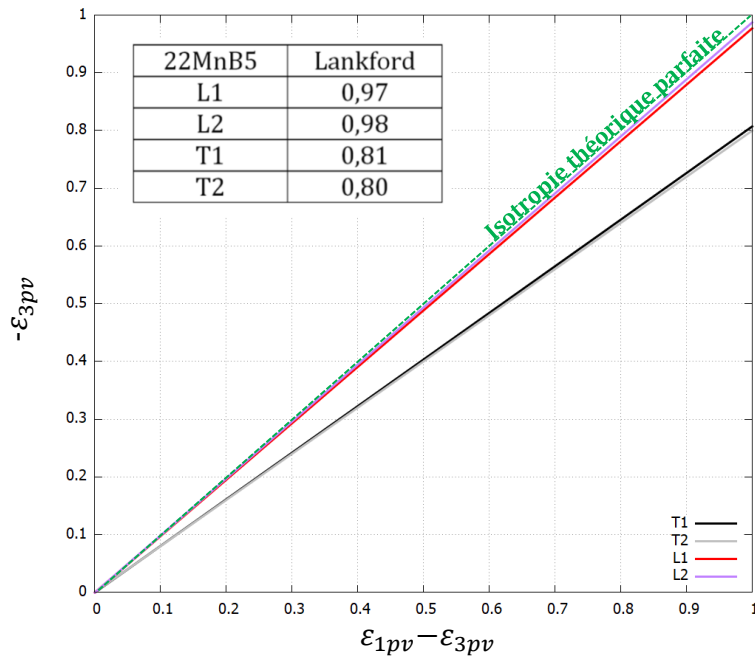


Figure 185 : Coefficients de Lankford déterminé sur acier 22MnB5

c) Critères de plasticité

L'objectif de cette section est de choisir un critère de plasticité isotrope pour le 22MnB5. Les différents critères les plus courants seront présentés puis comparés.

i. Critère isotrope de von Mises

La contrainte équivalente de von Mises n'utilise que le second invariant du déviateur des contraintes. Il est défini par (Eq. 39)

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \bar{\bar{s}} : \bar{\bar{s}}} \quad (39)$$

Avec $\bar{\bar{s}}$ le déviateur des contraintes.

Le critère de von Mises s'exprime grace à (Eq. 40):

$$f(\bar{\bar{\sigma}}) = \sigma_{eq} - \sigma_y \quad (40)$$

Où σ_y est la limite d'élasticité en traction

ii. Critère de Tresca

Le critère isotrope de Tresca fait intervenir les cisaillements maximaux dans chaque plan principal, représentés par les quantités $(\sigma_i - \sigma_j)$. Ce critère est plus sévère que le critère de von Mises. La surface de plasticité est entièrement contenue dans l'ellipse du critère de von Mises. Cette surface, non régulière, est définie par (Eq. 41):

$$f(\bar{\bar{\sigma}}) = \max|\sigma_i - \sigma_j| - \sigma_y \quad (41)$$

iii. Critère de Hosford

Le critère de Hosford est une généralisation du critère de von Mises. Il permet de définir un seuil de plasticité intermédiaire avec un paramètre ajustable (Eq. 42) :

$$\sigma_{eq}^H = \left(\frac{1}{2} (|\sigma_I - \sigma_{II}|^n + |\sigma_{II} - \sigma_{III}|^n + |\sigma_{III} - \sigma_I|^n) \right)^{\frac{1}{n}} \quad (42)$$

Où σ_I, σ_{II} et σ_{III} sont les contraintes dans le repère principal

Lorsque $n=2$ ou $n=4$ cela revient à calculer le critère de von Mises, et lorsque $n=\infty$ il tend vers le critère de Tresca.

À partir de ce critère, il est possible de définir la contrainte effective, qui sera toujours supérieure ou égale à la contrainte de von Mises (Eq. 43).

$$\sigma_{ef}^H = \left(\frac{3^n}{2^n + 2} (|\sigma_I|^n + |\sigma_{II}|^n + |\sigma_{III}|^n) \right)^{\frac{1}{n}} \quad (43)$$

La surface de plasticité s'exprimera grâce à la relation suivante (Eq. 44):

$$f(\bar{\sigma}) = \sigma_{eq}^H - \sigma_y \quad (44)$$

Le critère de Tresca n'est pas retenu en raison de possibles problèmes numériques. Le critère d'Hosford et celui de von Mises semblent a priori adéquats pour la description de la plasticité de l'acier 22MnB5. Dans un premier temps, le critère de von Mises sera choisi pour la réalisation de la modélisation numérique.

d) Loi d'écoulement plastique

D'un point de vue macroscopique, l'érouissage induit un durcissement du matériau suite à sa déformation plastique. Ce phénomène est particulièrement présent dans les aciers. Microscopiquement, il est lié à la perte de mobilité des dislocations. Il est défini comme la variation de contrainte nécessaire pour obtenir une élongation supplémentaire (Eq. 45)

$$m = \frac{d\bar{\sigma}}{d\varepsilon} \quad (45)$$

Cette valeur permet d'estimer l'allure et l'amplitude de l'érouissage au cours de la déformation. Cependant le taux d'érouissage n'est pas suffisant pour la comparaison entre plusieurs matériaux car il est dépendant de la déformation. La loi d'érouissage est la fonction mathématique qui va permettre de décrire l'allure de la courbe. Formulée en contrainte d'écoulement, elle prendra la forme suivante (Eq. 46) :

$$\bar{\sigma} = f(\bar{\varepsilon}_p) \quad (46)$$

Les lois les plus classiques sont les suivantes (Eq. 47, 48, 49, 50, 51):

$$\text{Hollomon : } \bar{\sigma} = Q\varepsilon^{p^m} \quad (47)$$

$$\text{Ludwik : } \bar{\sigma} = \sigma_y + Q\varepsilon^p \quad (48)$$

$$\text{Swift : } \bar{\sigma} = Q(\varepsilon_0 + \varepsilon^p)^m \quad (49)$$

$$\text{Voce : } \bar{\sigma} = \sigma_y + \sum_k Q_k (1 - \exp(-b_k \varepsilon^p)) \quad (50)$$

$$\text{Swift et Voce : } \bar{\sigma} = (1 - \alpha)Q(\varepsilon_0 + \varepsilon^p)^m + \alpha \left(\sigma_y + \sum_k Q_k (1 - \exp(-b_k \varepsilon^p)) \right) \quad (51)$$

Où Q_k , α et b_k sont des facteurs, et m le coefficient d'écroissage précédemment défini.

Le type de loi n'est pas universel car chaque matériau va avoir un comportement et une allure d'écroissage qui lui est propre, le choix va donc dépendre de la réponse mécanique du matériau. Un modèle de type Hollomon a l'avantage de pouvoir comparer l'écroissage de différents matériaux à l'aide de seulement deux paramètres. Cependant un modèle de type Voce ou bien une combinaison linéaire de Swift et Voce apportera davantage de précision pour décrire l'allure de la courbe d'écroissage.

Déterminer les paramètres de ces lois peut être réalisé grâce à l'extrapolation de la courbe de traction suivant les premiers pourcents de déformation plastique. L'extrapolation de la courbe n'est valable que lorsque la diminution de section est uniforme, c'est-à-dire jusqu'à la résistance mécanique de la courbe de traction conventionnelle. Un compromis doit être trouvé entre une extrapolation linéaire de la courbe et une saturation de l'écroissage.

À partir des données expérimentales, des logiciels (ZSet, OGeCo, ...) permettent de déterminer les couples de paramètres des différentes lois citées pour extrapoler le comportement d'une courbe de traction conventionnelle en de grandes déformations. L'extrapolation des courbes de traction est une méthode de détermination du comportement mécanique en grande déformation actuellement utilisée au sein d'ArcelorMittal. C'est pourquoi l'application de ces différentes lois à l'acier 22MnB5 de l'étude a été effectuée, et les résultats sont présentés sur la Figure 186.

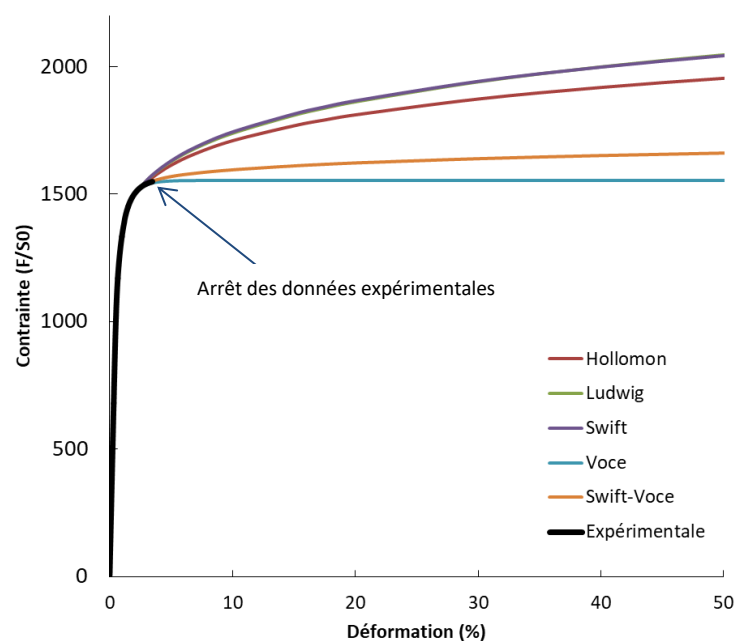


Figure 186 : Application des différentes lois d'écrouissages par extrapolation d'une courbe de traction sur acier 22MnB5

Nous pouvons observer une forte divergence dans les modèles proposés. L'acier martensitique 22MnB5 présente un domaine d'érouissage faible ($A_g < 4\%$), ainsi de faibles fluctuations sur cet intervalle engendrent de fortes imprécisions sur le comportement lors de grandes déformations. Chaque loi convergeant vers une solution distincte des autres, il n'est pas possible de conclure sur le comportement en grandes déformations via l'extrapolation des courbes de traction. Il convient d'utiliser une autre méthode pour une détermination plus précise du comportement en grandes déformations. Pour cela, une méthode d'identification va être réalisée à la fois sur les courbes des essais de traction uniaxiale, mais également sur les courbes des essais sur éprouvettes notch, et sur éprouvettes EU.

e) Méthode d'identification des paramètres du modèle

La loi d'érouissage est représentée par une double somme de Voce ($k=2$). Elle comporte 5 paramètres dépendants du matériau, qu'il est nécessaire de déterminer. Cette fonction en double somme d'exponentielle a été choisie car elle permet de suivre finement la transition élastique-plastique mais également le comportement lors de déformations plus importantes. (Eq. 52)

$$R(p) = \sigma_y + Q_1(1 + e^{-b_1 p}) + Q_2(1 + e^{-b_2 p}) \quad (52)$$

Où :

- Q_1 , Q_2 , b_1 et b_2 sont des paramètres d'érouissage

Les différents paramètres de cette loi sont déterminés par méthode inverse. On utilise pour cela le module optimiseur (Z-Opt) du logiciel Z-Set. Il s'agit d'un processus itératif qui consiste à trouver le plus petit écart entre la courbe expérimentale et celle donnée par la simulation numérique à la même sollicitation.

Le module Z-Opt définit une fonction coût, selon la méthode des moindres carrés, qui peut être exprimée de la façon suivante (Eq. 53):

$$F(\{x\}) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N w_i (f_i(\{x\}) - y_i)^2 \quad (53)$$

Où :

- $\{x\}$: vecteur des paramètres à optimiser
- i : l'ensemble des points expérimentaux
- w_i : poids associé aux données expérimentales
- y_i : données expérimentales
- $f_i(\{x\})$: valeur simulée

L'algorithme utilisé dans cette étude pour minimiser la fonction coût est de type Levenberg-Marquardt. Il est important de signaler qu'il n'existe pas de règle précise permettant de réussir en toute certitude une identification d'un modèle de comportement non-linéaire dans la mesure où la solution trouvée est fortement liée à la composition de la base expérimentale. Celle-ci doit être adaptée au modèle utilisé, garantissant une solution robuste.

Cette optimisation nécessite plusieurs données d'entrée :

- Un fichier matériau.
- Un fichier d'optimisation qui contiendra les informations nécessaires à la bonne fonctionnalité de l'outil Z-Opt
- Les fichiers contenant les données des essais expérimentaux.
- Les fichiers de sortie des simulations numériques.

En ce qui concerne les conditions de simulation numérique, nous avons utilisé des éléments à 8 nœuds à intégration réduite. Le chargement a été appliqué de manière uniforme sur l'ensemble des nœuds de la tête des éprouvettes. Des conditions de périodicité ont été appliquées, permettant de mailler un huitième de l'éprouvette. Ces symétries sont représentées pour l'éprouvette de traction simple sur la Figure 187.

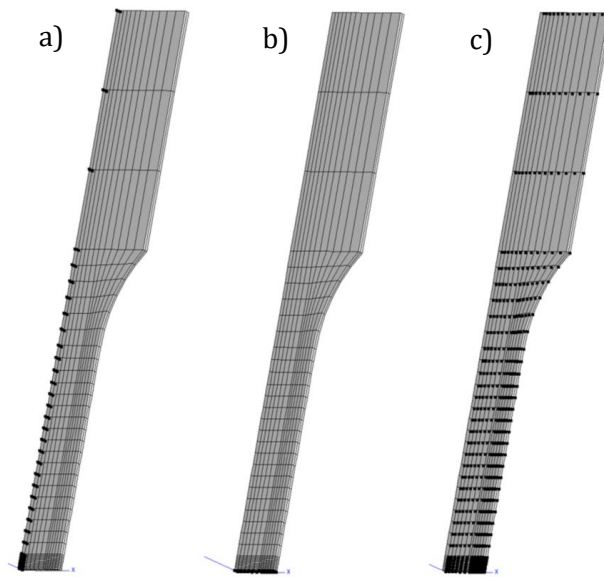


Figure 187 : Maillage de l'éprouvette de traction, représentation des symétries suivant a) la largeur de l'éprouvette, b) la longueur de l'éprouvette, c) l'épaisseur de l'éprouvette

Le suivi du déplacement a été effectué sur le nœud qui correspond à la position de l'extensomètre lors des essais expérimentaux. La Figure 188 permet de visualiser le maillage réalisé sur l'éprouvette EU1, ainsi que le nœud où sera réalisé le suivi du déplacement.

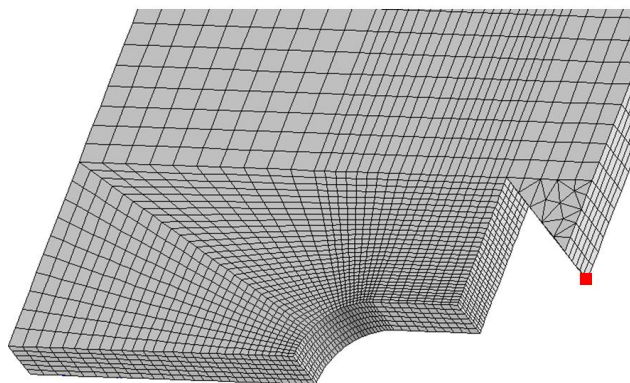


Figure 188 : Maillage de l'éprouvette EU1, le carré rouge représente la position de l'extensomètre numérique

Le résultat de l'optimisation est un fichier matériau dont les paramètres ont permis de réduire les écarts avec les courbes de traction expérimentales présentées Figure 184.

Les valeurs obtenues pour la loi de comportement de l'acier 22MnB5 sont présentées dans le Tableau 22

Tableau 22 : Valeurs des paramètres de la loi de comportement élastoplastique pour l'acier 22MnB5

σ_y	Q1	b1	Q2	b2
1126	390	200	140	9

Les comparaisons entre les essais expérimentaux et le modèle sont visibles sur la Figure 189.

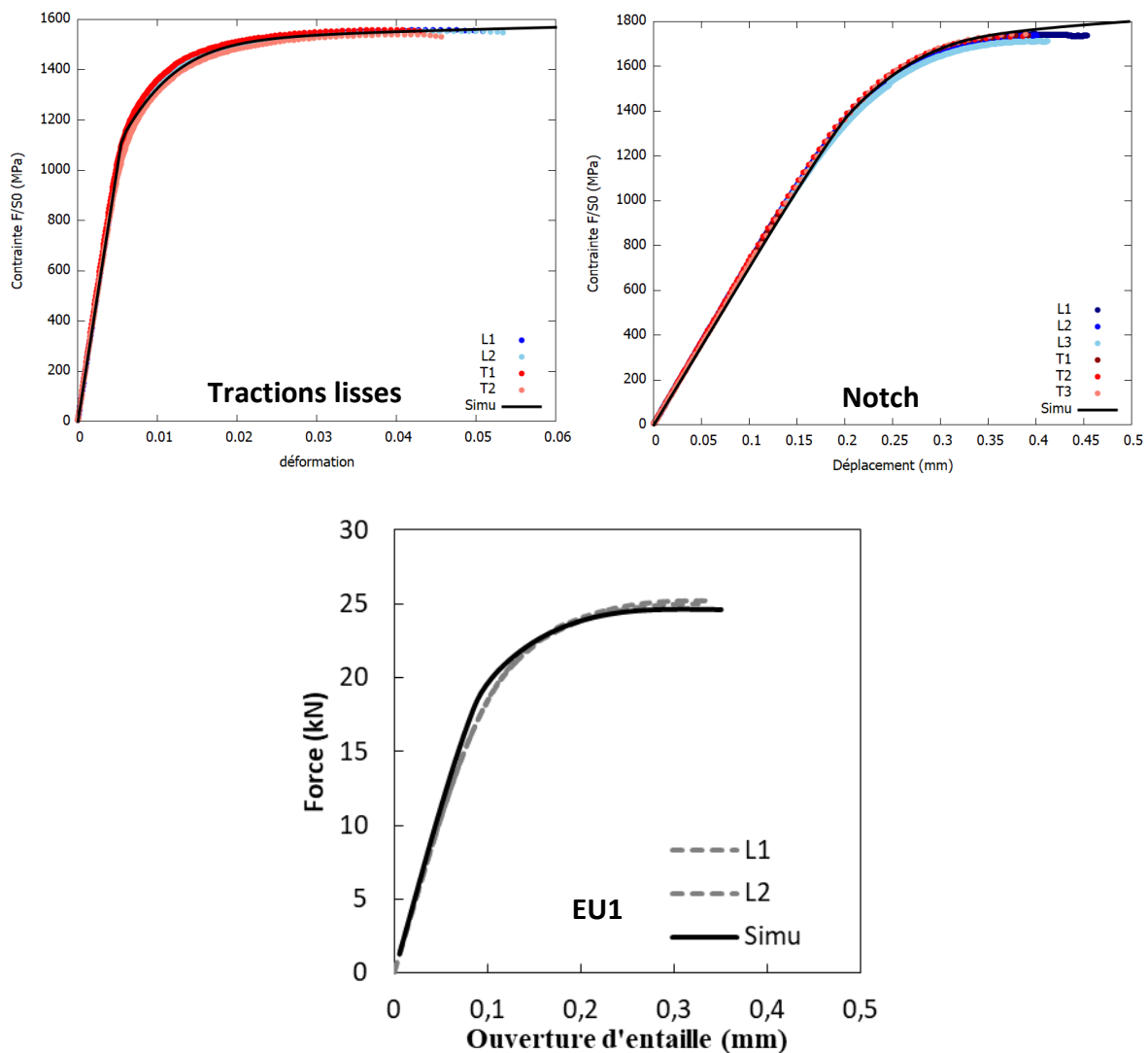


Figure 189 : Comparaison entre essais expérimentaux et simulation numérique (22MnB5)

f) Etude de convergence du maillage

L'objectif de cette partie est de quantifier la sensibilité des résultats vis-à-vis de la finesse du maillage. Des simulations sur éprouvette notch ont été réalisées avec différentes tailles de maille. Le maillage a été progressivement affiné dans la zone de plus fortes déformations.

L'un des indicateurs pour l'évaluation de la finesse du maillage est le nombre de degrés de libertés.

En raison des symétries, seul un huitième de l'éprouvette a été maillé, afin d'économiser du temps de calcul. Le maillage est représenté sur la Figure 190.

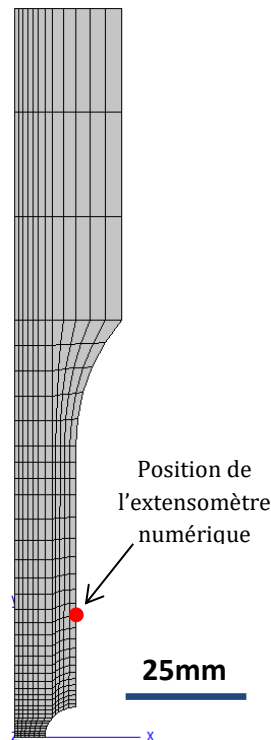


Figure 190 : Maillage de l'éprouvette notch pour simulation numérique

Les cinq différents maillages réalisés sont représentés sur la Figure 191. La zone d'intérêt pour le dépouillement y est représentée pour cinq tailles de mailles différentes. L'éprouvette est maillée avec des éléments de type cubiques, il s'agit soit d'un cube à 8 nœuds pour le cas d'un maillage linéaire, soit à 20 nœuds dans le cas du maillage quadratique. Les courbes de simulation correspondant aux différents maillages sont représentées sur la Figure 191. Pour avoir un gain de temps de calcul, des symétries ont été appliquées, sur les axes x, y et z, permettant de ne représenter qu'un huitième de l'éprouvette. Le nœud où sont calculés les déplacements a été placé à $y=25$ mm, afin d'obtenir un $L_0=50$ mm sur l'éprouvette entière. Cela permet la comparaison avec les valeurs de l'extensomètre positionné sur les essais expérimentaux. Le chargement est appliqué de manière homogène sur l'ensemble de la tête de l'éprouvette.

Comme nous pouvons le voir sur la Figure 192 l'utilisation d'éléments linéaires permet d'obtenir une erreur très faible pour le maillage « very-fine ». Il semble donc suffisant et permet des temps de calculs réduits, ce qui semble être un bon compromis. Pour la suite de notre étude, nous garderons cette finesse de maillage.

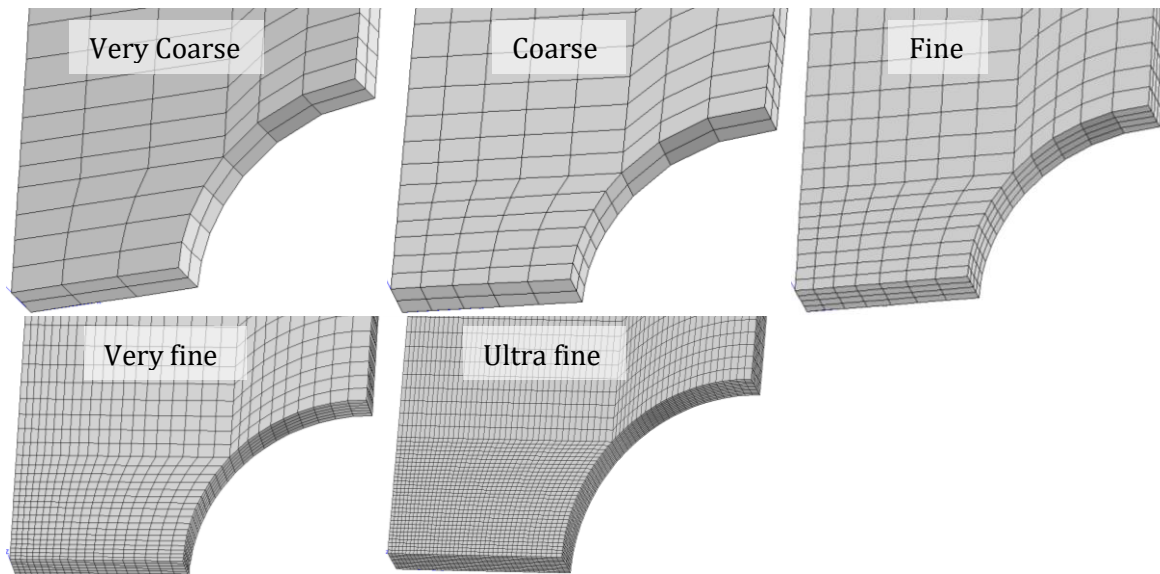


Figure 191 : Différents maillages réalisés pour l'étude de la convergence sur éprouvette notch

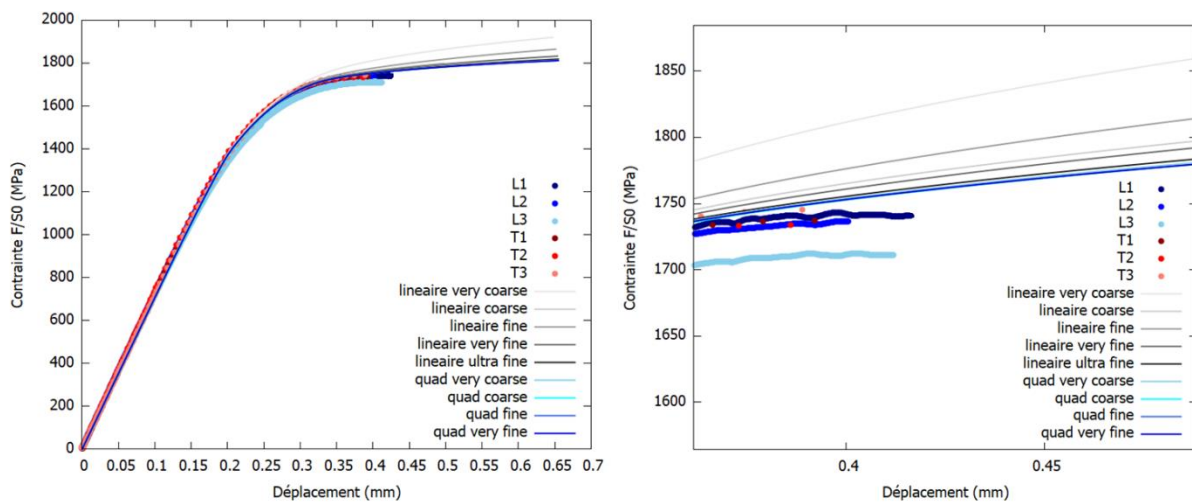


Figure 192 : Courbes contrainte-déplacement pour les différents maillages de l'éprouvette notch, acier 22MnB5. Cinq tailles de mailles ont été testées, en maillage linéaire ainsi que quadratique.

En résumé, la réalisation d'un modèle numérique par extrapolation des données expérimentale semble peu précise étant donné que les valeurs d'allongement réparti sont faibles. Une loi d'érouissage par double somme de Voce a donc été déterminée et l'identification a été réalisée grâce à la comparaison des données expérimentales aux résultats de la simulation numérique sur éprouvettes de traction lisse et des éprouvettes entaillées avec différents rayons d'entaille. La sensibilité à la taille du maillage a été réalisée, permettant un bon compromis entre précision des données de sortie et temps de calcul.

g) Identification des paramètres pour les aciers de laboratoire.

Maintenant que l'identification des paramètres a pu être réalisée sur un acier industriel caractéristique, nous savons précisément quelles géométries d'éprouvettes réaliser sur les aciers laboratoires pour l'obtention de la loi de comportement. Ces éprouvettes ont ainsi pu être usinées en quantité limitées afin de minimiser le coût matière, tout en disposant de l'ensemble des informations nécessaire pour la détermination des paramètres de la loi de comportement. Ainsi, les essais sur éprouvettes de traction lisses et les éprouvettes EU1 (entaillées avec rayon 1

mm) ont été privilégiées pour caractériser le comportement élastoplastique avec l'hypothèse des grandes déformations géométriques et matériau.

L'ensemble des courbes de traction des matériaux laboratoires sur éprouvette de traction lisses ont été présentées précédemment sur la Figure 148.

Afin de diminuer le nombre de conditions et de matériaux à simuler numériquement, seul le paramètre de premier ordre qui influe sur les propriétés mécanique sera conservée, c'est-à-dire la teneur nominale en carbone (Chapitre III). Cette décision permet également de limiter les essais sur éprouvettes entaillées. Ainsi nous allons déterminer les paramètres de la loi l'élastoplastique précédemment présentée pour 3 matériaux : 0,1%C, 0,2%C et 0,3%C.

i. Acier 0,3%C

La Figure 193 représente les courbes de traction sur éprouvette lisses et EU1 de l'acier 0,3%C par rapport au 22MnB5. Nous pouvons voir que les allures des courbes d'écroûissage sont similaires entre ces deux aciers. La principale différence vient de la limite d'élasticité ainsi que de la résistance mécanique, qui sont toutes les deux plus élevées dans le cas du 0,3%C. Ainsi il a été possible de réutiliser la même fonction d'écroûissage que sur le 22MnB5, en réalisant un abattement sur les coefficients déterminés pour le 22MnB5.

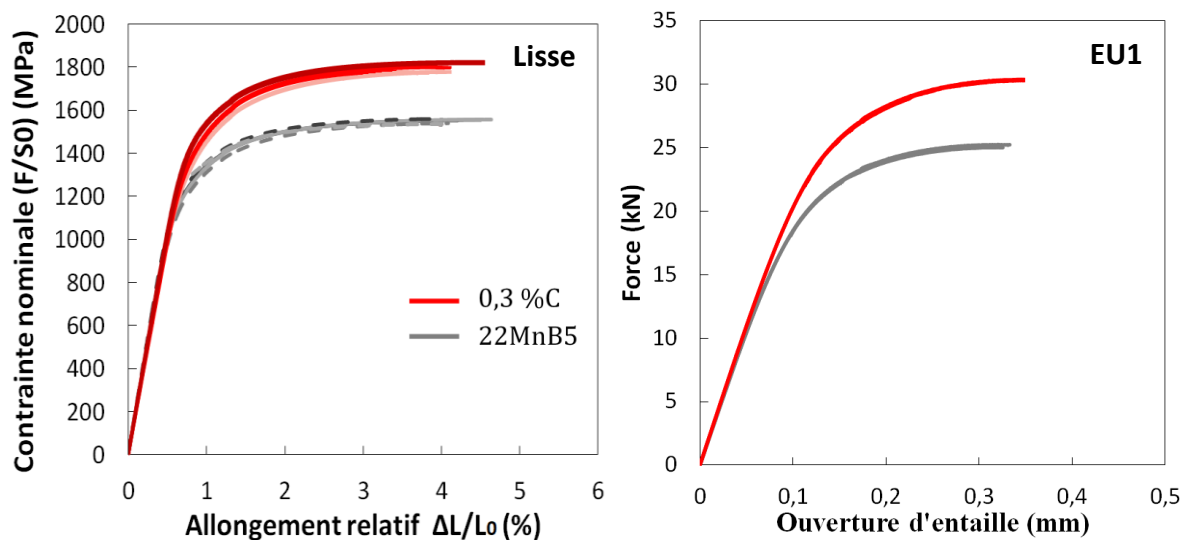


Figure 193 : Comparaison des courbes expérimentales de l'acier 0,3%C à celles de l'acier 22MnB5, pour éprouvette de traction lisse et éprouvettes EU1.

Ainsi, l'utilisation de l'optimiseur a permis d'obtenir les valeurs des paramètres de la loi de comportement élastoplastique pour l'acier 0,3%C (Tableau 23)

Tableau 23 : Valeurs des paramètres de la loi de comportement élastoplastique pour l'acier 0,3%C

σ_y	Q1	b1	Q2	b2
1186	350	444	333	66

Les résultats de la simulation sont comparés aux courbes de traction expérimentales (lisses, EU1 et EU2) sur la Figure 194. De bonnes corrélations ont été obtenues entre les essais expérimentaux et numériques, validant les paramètres de la loi de comportement choisis.

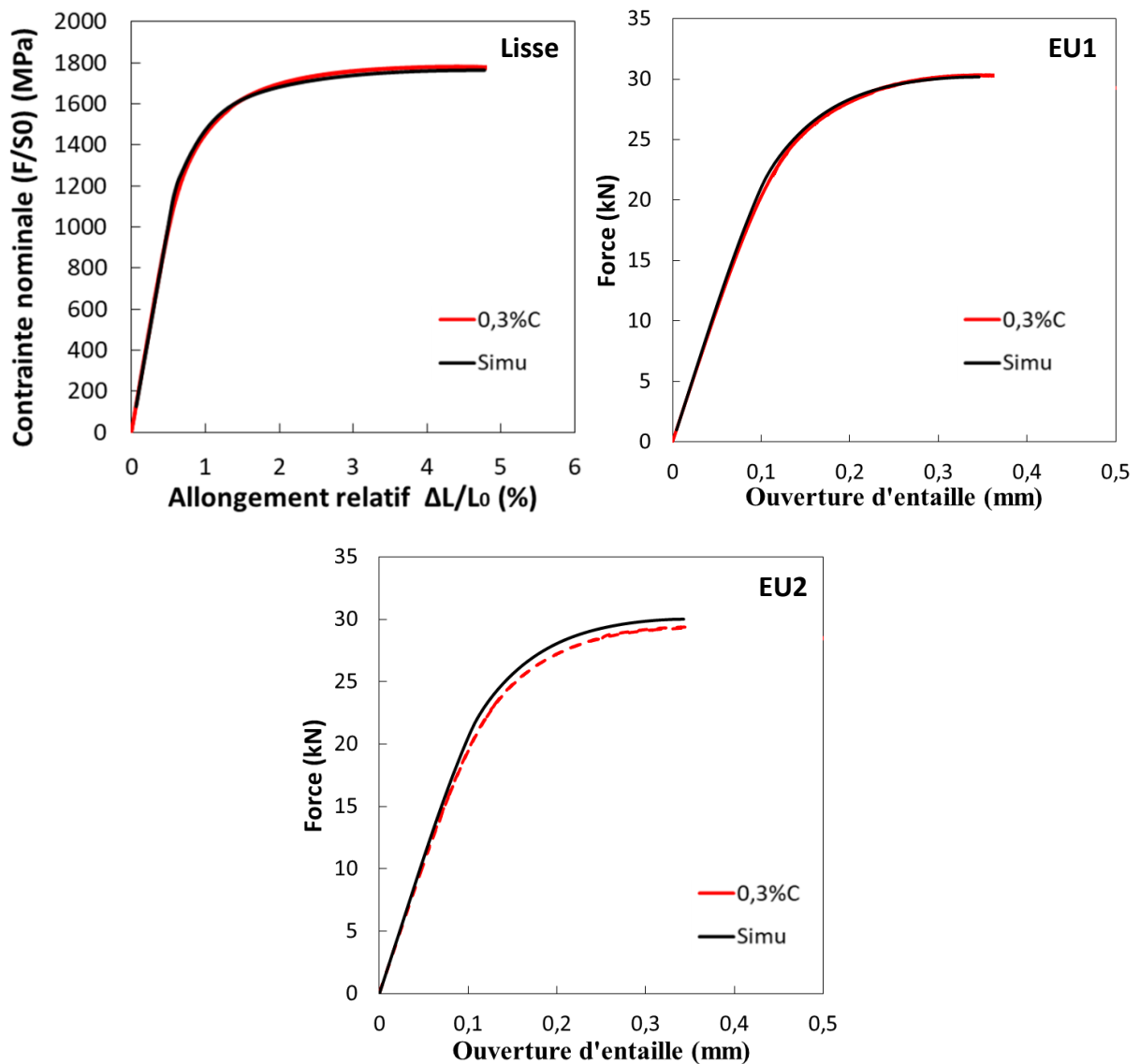


Figure 194 : Comparaison entre courbes expérimentales et simulation numérique pour éprouvette de traction lisse, éprouvettes EU1 et EU2. (acier 0,3%C Med Ti, traitement 900°C-7min)

ii. Acier 0,2%C

La Figure 195 représente les courbes de traction sur éprouvette lisses et EU1 de l'acier 0,2%C par rapport au 22MnB5. Les allures des courbes d'écrouissages sont similaires, et les valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique sont plus proches que dans le cas précédent. Ceci est dû aux compositions chimiques des deux aciers, qui sont proches dans ce dernier cas.

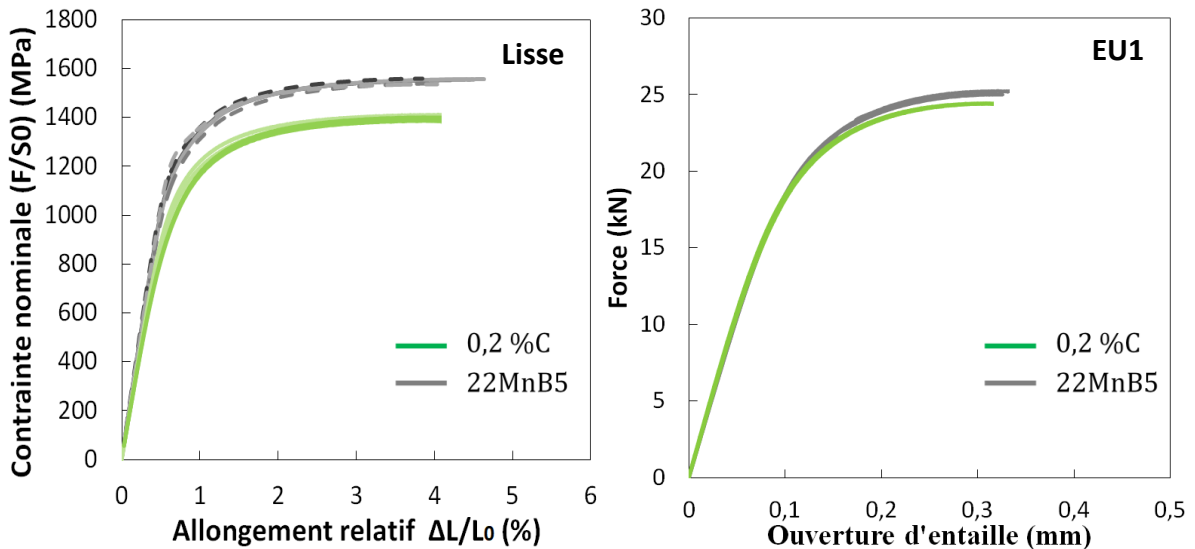


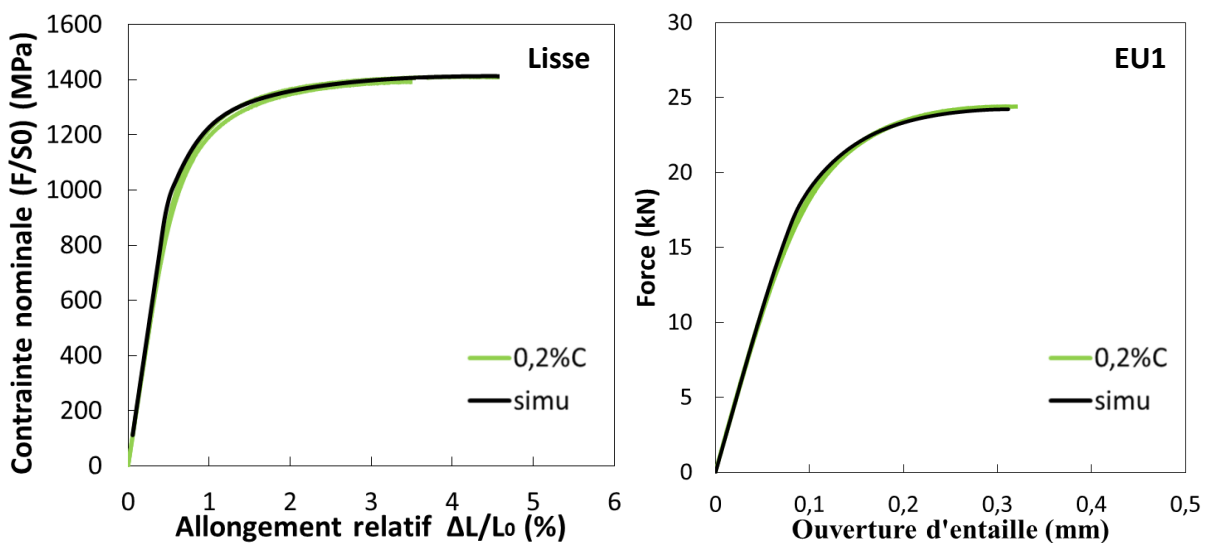
Figure 195 : Comparaison des courbes expérimentales de l'acier 0,2%C à celles de l'acier 22MnB5, pour éprouvette de traction lisse et éprouvettes EU1

Etant donné les écrouissages similaires, les valeurs des coefficients b_1 et b_2 n'ont pas été modifié entre les lois 0,3%C et 0,2%C. Le R_0 diminue, et les coefficients Q_1 et Q_2 sont proportionnellement plus faibles dans le cas de l'acier 0,2%C (Tableau 24)

Tableau 24 : Valeurs des paramètres de la loi de comportement élastoplastique pour l'acier 0,2%C

σ_y	Q_1	b_1	Q_2	b_2
950	280	444	266	66

Les résultats de la simulation sont comparés aux courbes de traction expérimentales (lisses, EU1 et EU2) sur la Figure 196. De bonnes corrélations ont été obtenues entre les essais expérimentaux et numériques, validant les paramètres de la loi de comportement choisis.



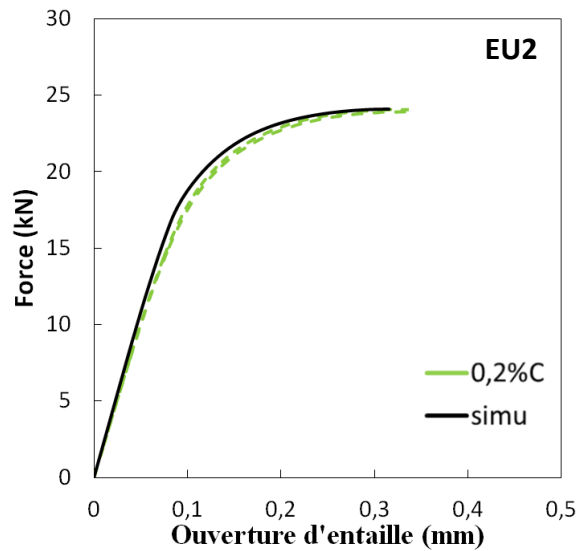


Figure 196 : Comparaison entre courbes expérimentales et simulation numérique pour éprouvette de traction lisse, éprouvettes EU1 et EU2. (acier 0,2%C Med Ti, traitement 900°C-7min)

iii. Acier 0,1%C

Pour l'acier 0,1%C, la comparaison avec l'acier industriel de référence est présentée sur la Figure 197. Une nouvelle fois les allures d'érouissage sont semblables, mais l'acier 0,1%C possède une résistance mécanique nettement inférieure.

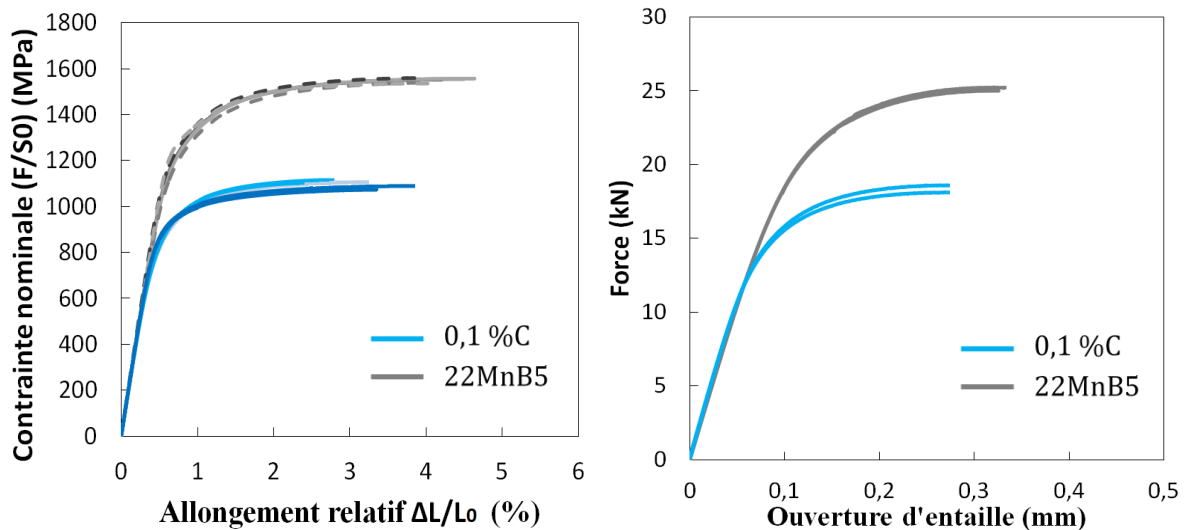


Figure 197 : Comparaison des courbes expérimentales de l'acier 0,1%C à celles de l'acier de référence 22MnB5, pour éprouvette de traction lisse et éprouvettes EU1

Les valeurs des coefficients b_1 et b_2 ont été conservées identiques grâce aux allures d'érouissages semblables. Le R_0 diminue, ainsi que les coefficients Q_1 et Q_2 , dont la diminution est proportionnelle à la différence de résistance mécanique entre l'acier 0,2%C et 0,1%C. Les valeurs sont retrouvées dans le Tableau 25.

Tableau 25 : Valeurs des paramètres de la loi de comportement élastoplastique pour l'acier 0,1%C

σ_y	Q1	b1	Q2	b2
712	210	444	200	66

Les résultats de la simulation sont comparés aux courbes de traction expérimentales (lisses, EU1 et EU2) sur la Figure 198. Sur les courbes de traction lisse, un léger changement de pente entre le domaine élastique et plastique apparaît, mais cela n'affecte pas l'écroutissement qui reste proche des valeurs expérimentales. Le suivi de l'ouverture d'entaille de l'éprouvette numérique EU1 est en accord avec les résultats expérimentaux. La simulation de l'éprouvette EU2 reste toutefois légèrement inférieure aux valeurs expérimentales.

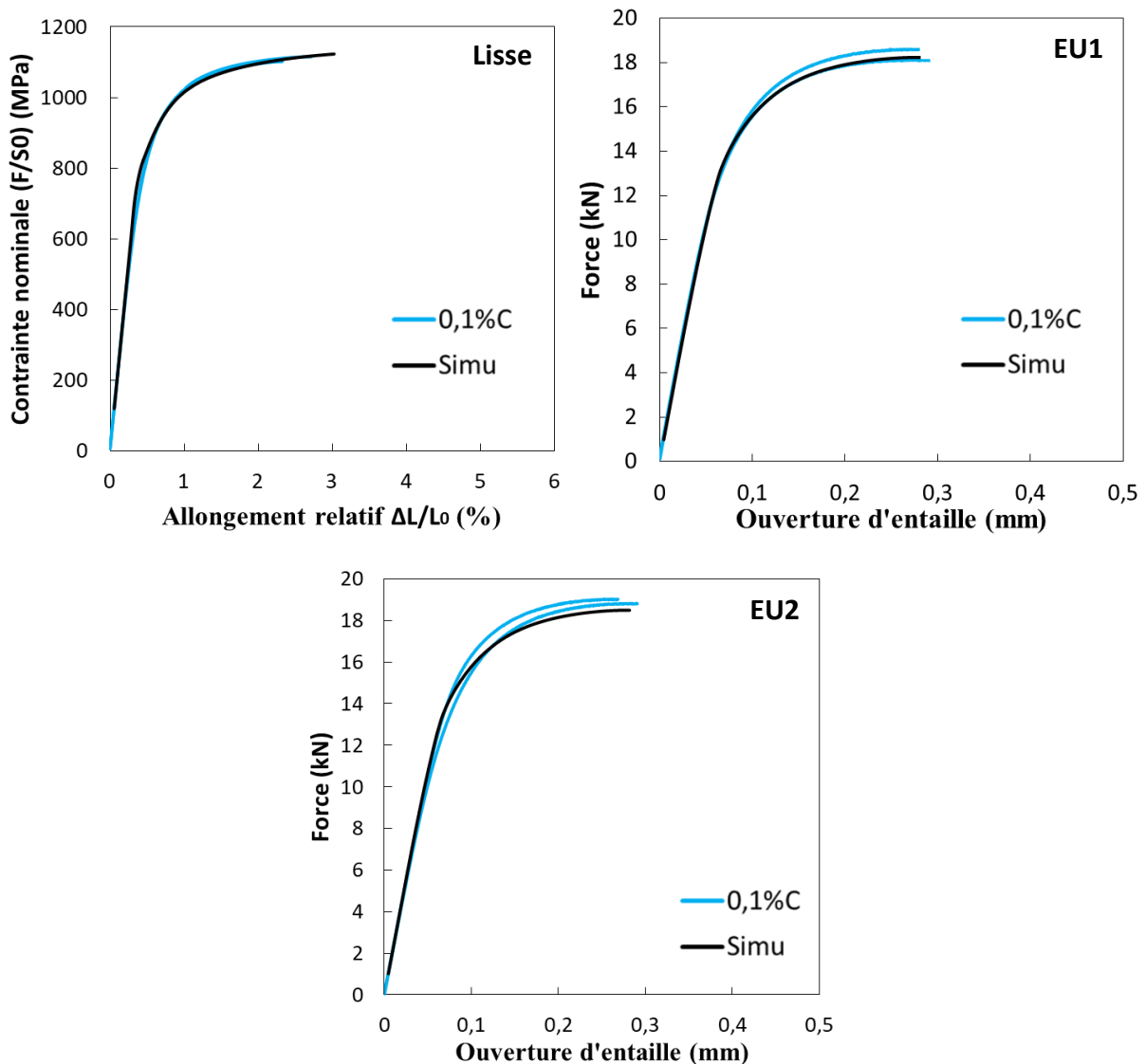


Figure 198 : Comparaison entre courbes expérimentales et simulation numérique pour éprouvette de traction lisse, éprouvettes EU1 et EU2. (acier 0,1%C Med Ti, traitement 950°C-15min)

6.1.2 Validation des résultats

Les essais précédemment présentés ont permis de déterminer les paramètres de la loi de comportement élastoplastique en ayant une bonne adéquation avec les essais expérimentaux. La validation des solutions retenues a été effectuée en réalisant deux types d'essais sur structures :

- Essais de déchirure sur éprouvette Kahn.
- Essais de pliage VDA.

Cela a pour but de valider les lois obtenues en faisant varier les modes de sollicitation.

a) Simulations sur éprouvettes Kahn

L'essai de déchirure Kahn, présenté au Chapitre II, a été simulé et étudié dans cette partie. La difficulté de la simulation de cet essai réside en deux points :

- La déformation se concentre en un point, engendrant de grandes déformations et dont la valeur maximale va être dépendante de la taille du maillage en fond d'entaille.
- L'effort est appliqué non pas directement sur l'éprouvette comme lors d'un essai de traction uniaxiale, mais via une goupille qui est positionnée dans un perçage prévu à cet effet. Pour réaliser la simulation sans engendrer de concentration de contraintes il est nécessaire de rajouter numériquement un quart de goupille à l'intérieur du perçage, qui sera encastré à l'éprouvette, et dont le matériau sera considéré parfaitement élastique.

Afin de diminuer le temps de calcul, une symétrie a été appliquée dans l'épaisseur, ainsi qu'une seconde dans la largeur (Figure 199b), permettant de ne mailler qu'un quart de l'éprouvette. Des éléments cubiques à 8 nœuds ont été utilisés.

Une représentation du maillage est donnée sur la Figure 199.

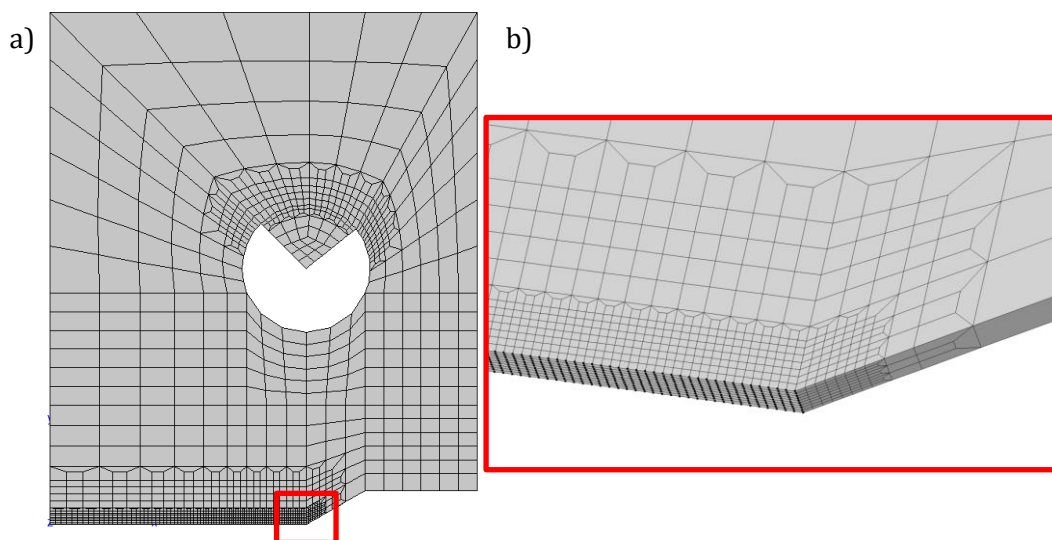


Figure 199 : Représentation du maillage a) d'une éprouvette de déchirure type Kahn, b) zoom sur le raffinement en fond d'entaille

Les essais ont été simulés en utilisant les 3 lois de comportement. Les résultats de la simulation sont comparés aux courbes expérimentales, pour les trois matériaux, sur la Figure 200. Nous pouvons voir la bonne corrélation entre résultats expérimentaux et numériques. Sur les aciers 0,3%C et 0,2%C, la rupture de pente expérimentale est due à l'initiation de fissure, ce qui sans modèle de rupture ne peut pas être prévue par la simulation.

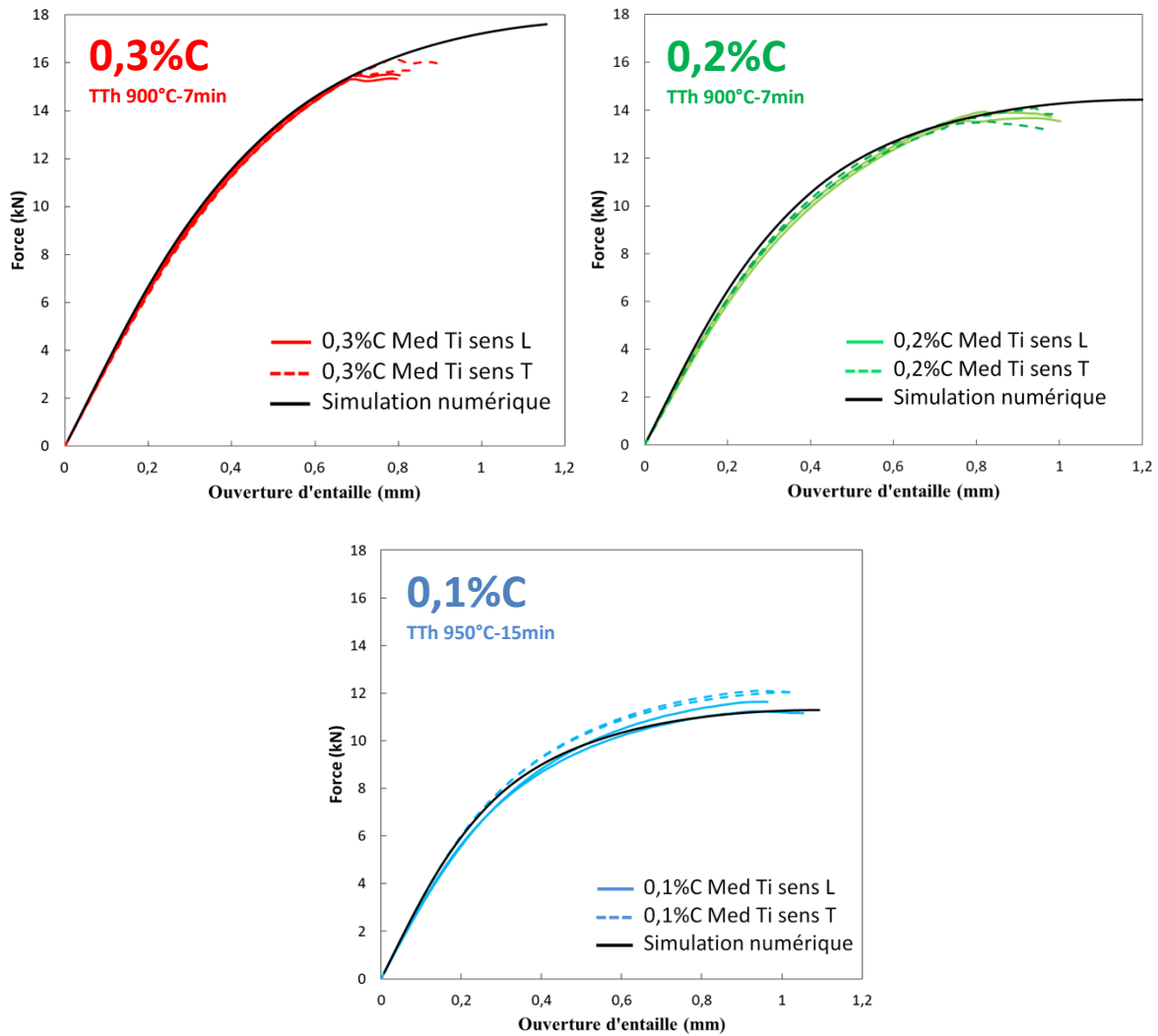


Figure 200 : Comparaison des courbes de déchirure expérimentales et numériques, (TTh : Traitement thermique).

Il est possible d'extraire, au moment de l'initiation de fissure sur les éprouvettes expérimentales, la répartition des déformations plastiques cumulées obtenues par simulation numérique. Elles sont représentées, pour les trois teneurs en carbone, dans la Figure 201. Nous pouvons voir que la déformation se concentre fortement en fond d'entaille, et par conséquent sur très peu d'éléments dans la simulation numérique. Nous pouvons apercevoir des lobes de plasticité, symétrique de part et d'autre de l'entaille. Au-delà d'une déformation locale critique, l'un des deux lobes de plasticité conduira à la rupture. Cette déformation maximale est référencée pour les trois conditions testées, sur la Figure 201. Ces valeurs permettent de déterminer une capacité à la déformation plastique locale plus importante avec la réduction de la teneur en carbone, et notamment une forte augmentation pour l'acier 0,1%C. Cependant la valeur exacte de cette déformation dépendra de la taille du maillage. La comparaison s'effectue donc dans ce cas à iso-maillage.

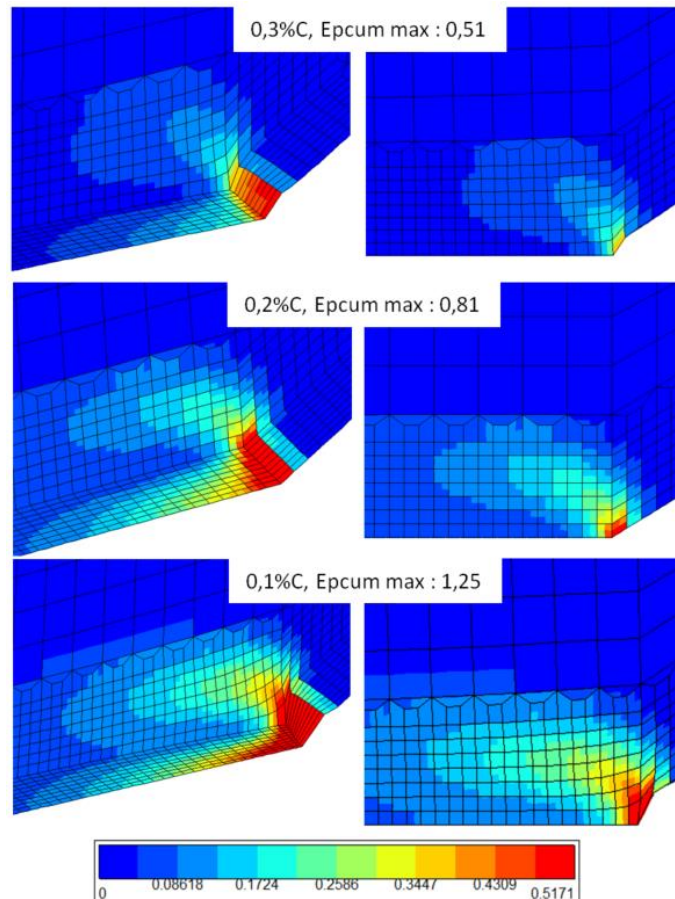


Figure 201 : Déformation plastique cumulée sur éprouvette Kahn simulée juste avant rupture, acier 0,3%C, 0,2%C et 0,1%C

La réalisation de corrélation d'images lors des essais expérimentaux permet de représenter le champ de déformation en pointe d'entaille de l'éprouvette Kahn (Figure 202a)b)). La comparaison est réalisée, à l'instant avant rupture, avec les simulations numériques correspondantes (Figure 202c)d)). Il s'agit de la représentation des déformations suivant l'axe de sollicitation car la corrélation d'image a été réalisée en deux dimensions, et ne prend ainsi pas en compte la striction dans l'épaisseur. Nous pouvons voir qu'expérimentalement l'acier 0,1%C ne présente pas de lobe de plasticité, alors qu'elles sont nettement visibles sur l'acier 0,3%C. La plus grande ductilité de l'acier 0,1%C va engendrer une plastification plus progressive et diffuse en pointe d'entaille. La résistance mécanique élevée de l'acier 0,3%C et sa ductilité faible vont induire une forte localisation de la déformation de manière symétrique par rapport à la direction de propagation de la fissure, qui va s'avérer instable après amorçage et se propager très rapidement dans l'un des deux lobes. Il est possible de voir sur la simulation numérique que les déformations calculées sont nettement plus diffuses dans le cas 0,1%C par rapport au 0,3%C. Si l'allure des déformations a été prédite par la simulation, les valeurs relevées expérimentalement s'avèrent éloignées de celles issues de la simulation numérique. La principale raison à cela est le fait que dans la simulation numérique, le premier élément en pointe d'entaille va subir une grande partie des déformations, et ainsi renvoyer une valeur élevée. Dans le cas d'un essai de déchirure, la valeur maximale de la déformation en pointe d'entaille sera dépendante de la taille du maillage. Expérimentalement, la plasticité de l'acier permet de répartir les déformations sur une surface plus importante, et le mouchetis réalisé ne permet pas de suivre plus finement la valeur maximale de déformation en pointe d'entaille.

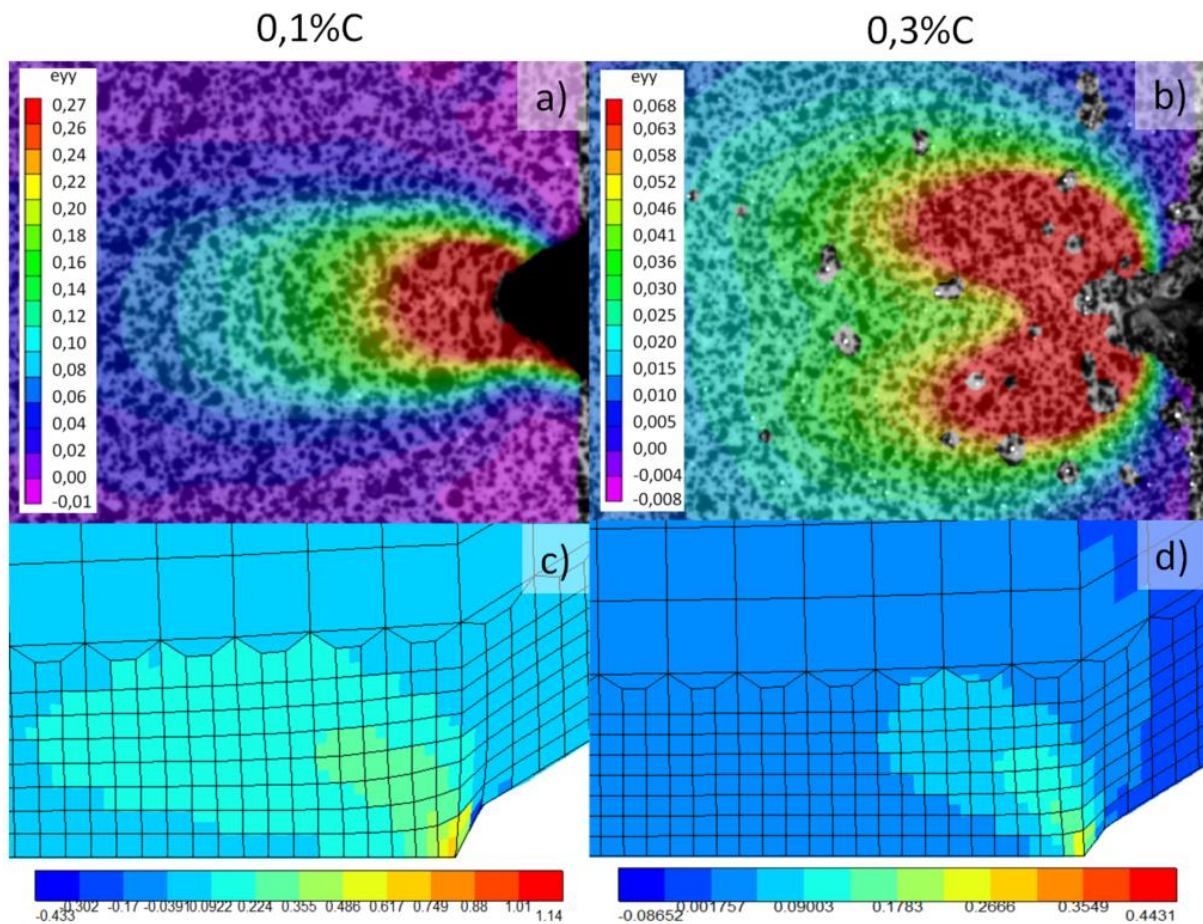


Figure 202 : Comparaison des champs de déformation (e_{yy}) sur éprouvette Kahn juste avant rupture, mesurés par corrélation d'images a) sur acier 0,1%C High Ti 950°C-15min, b) sur acier 0,3%C High Ti 900°C-7min, et simulation numérique c) sur acier 0,1%C, d) sur acier 0,3%C.

b) Essais sur éprouvettes de pliage

L'essai de pliage VDA a été précédemment décrit au Chapitre II. Sa modélisation a été effectuée en implémentant les lois de comportement précédemment déterminées dans le logiciel Abaqus. Cela a permis d'utiliser la mise en donnée spécifiquement développée par ArcelorMittal. Ainsi les résultats obtenus pourront être comparés en interne.

La simulation a été réalisée en considérant un contact sans frottement entre les rouleaux et la tôle, ainsi qu'entre le poinçon et la tôle. Ces hypothèses se basent sur le fait que les rouleaux sont montés sur roulement, et que le poinçon appuie sur une surface faible, sans glissement. Les rouleaux ainsi que le poinçon sont considérés parfaitement élastique avec une rigidité infinie. Ces hypothèses se basent sur le fait que la structure et la rigidité de la machine ont été largement surdimensionnées par rapport à l'effort nécessaire pour réaliser le pliage de la tôle. Le résultat de ces simulations, pour les 3 teneurs en carbone, sont présentés sur la Figure 203.

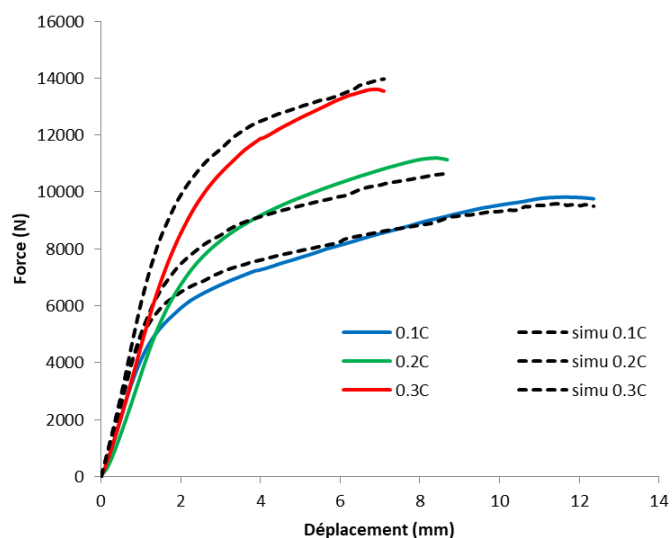


Figure 203 : Comparaison entre courbes de pliages expérimentale (Med Ti) et numériques

Nous pouvons voir un décalage de rigidité dans le domaine élastique entre les courbes expérimentales et les courbes numériques. La simulation a été systématiquement réalisée en renseignant l'épaisseur mesurée de l'éprouvette expérimentale, afin de les comparer à iso-épaisseur. En effet, la force en pliage est proportionnelle au cube de l'épaisseur de la tôle, il convient donc de vérifier précisément ce paramètre. Dans notre cas, ce décalage de rigidité vient de la rigidité supposée infinie du poinçon et des rouleaux. Ce qui rend ainsi cohérent le fait que la simulation surestime la rigidité de l'ensemble. La rigidité sur éprouvettes de traction lisses, EU et Kahn était correcte, la correction de cet écart peut être réalisée à posteriori afin d'être en accord avec les courbes expérimentales. Nous obtenons ainsi les courbes suivantes (Figure 204).

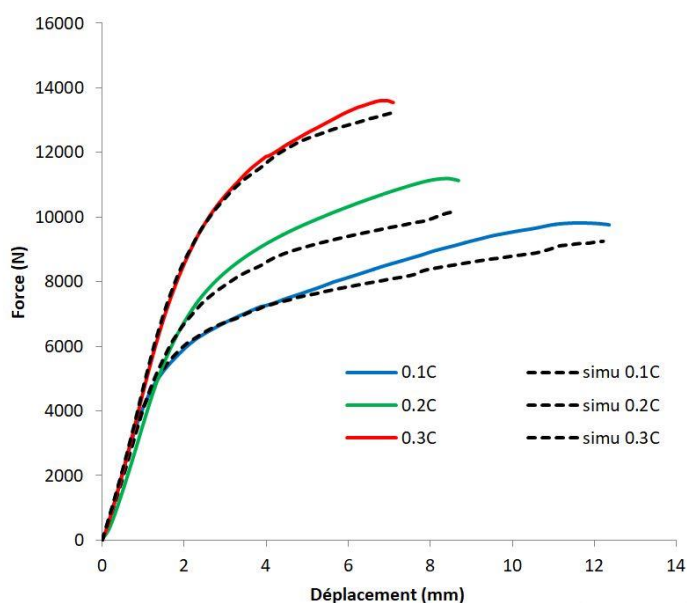


Figure 204 : Comparaison entre courbes de pliages expérimentale (Med Ti) et numériques (rigidité corrigée)

En conclusion, les paramètres déterminés pour la loi élastoplastique et pour les trois matériaux, permettent d'obtenir des résultats numériques proches des résultats expérimentaux sur des essais de tractions (lisses et entaillées), de déchirure ainsi que de pliage. Ces lois sont donc considérées comme viables.

6.2 Endommagement de la martensite

6.2.1 *Observation et quantification de l'endommagement*

La géométrie des éprouvettes EU permet de localiser la déformation entre les entailles, permettant ainsi d'atteindre localement des niveaux de déformations plus importants que ceux obtenus sur éprouvette lisse. Après rupture, les éprouvettes ont été enrobées puis polies jusqu'à mi-épaisseur. Des cartographies ont ainsi pu être réalisées via un microscope optique, sur l'ensemble de la zone fortement déformée. Une représentation est visible pour un acier 0,3%C High Ti sur la Figure 205.



Figure 205 : Cartographie optique de la rupture d'une éprouvette EU1, 0,3%C High Ti, traitement 900°C-7min

L'analyse a permis de voir de l'endommagement dans la matrice martensitique au voisinage de la rupture finale. Nous pouvons voir un exemple sur le fond d'entaille de cette même éprouvette sur la Figure 206. L'endommagement a tout d'abord été montré sur cette nuance car il s'agit de celle possédant la plus grande ouverture d'entaille à rupture, et donc la plus grande déformation locale dans l'entaille.

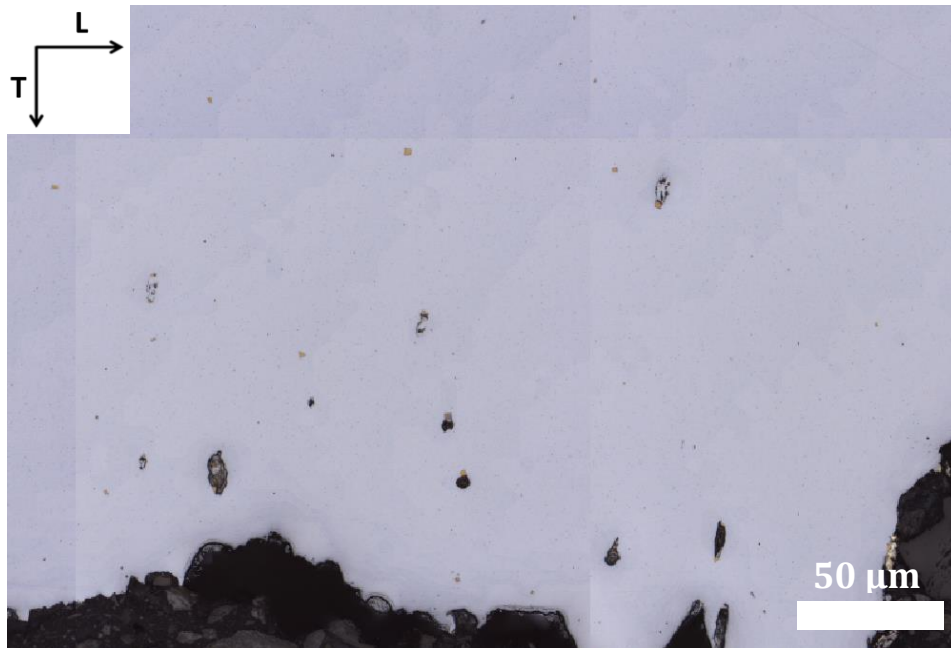


Figure 206 : Présence de cavités d'endommagement au voisinage de l'entaille d'une éprouvette EU1, 0,3%C High Ti, traitement 900°C-7min

Cet endommagement est présent sur l'ensemble de la longueur du ligament fortement déformé. Un zoom sur ces cavités a permis de conclure que dans l'ensemble des cas observés, les premiers sites d'endommagement ont lieu sur des inclusions. Après une observation plus fine, l'identification des inclusions révèle que l'endommagement apparaît sur des Ti(C,N), qui viennent se fragmenter et rompre par clivage. L'endommagement apparu sur des inclusions de

taille inférieure à 1 μm n'a pas pu être identifié précisément à cause de la résolution optique. Des exemples de TiN fracturés sont visibles sur la Figure 207.

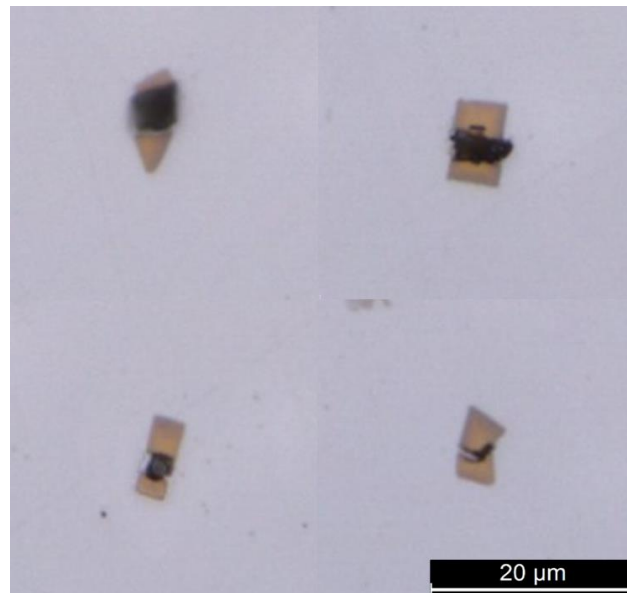


Figure 207 : Nitrures de titane fragmentés lors de la déformation de l'éprouvette (sens de sollicitation vertical, acier 0,3%C High Ti, traitement 900°C-7min)

Ces analyses post mortem montrent une tendance à l'endommagement des inclusions lors des fortes déformations de la martensite. Mais ces observations ne permettent pas de déterminer à quelle déformation locale les inclusions se sont fragmentées, générant ainsi les premières cavités. Pour obtenir cette information, de nouveaux essais ont été réalisés sur cette même géométrie d'éprouvette (EU1) en les interrompant avant rupture. Afin de maximiser la statistique d'analyse de l'endommagement, tout en diminuant le nombre d'essais à réaliser, seuls les essais sur aciers 0,3%C High Ti ont été réalisés, car il s'agit de ceux présentant le plus d'inclusions. Il a été décidé d'interrompre les essais à trois instants, afin d'obtenir trois stades distincts de déformation. Trois essais ont été réalisés, l'un à F_{max} , le second et le troisième à 80 et 95% de l'ouverture d'entaille à rupture. La détermination de ces trois valeurs a été réalisée par l'exploitation d'essais jusqu'à rupture, comme illustré sur la Figure 208.

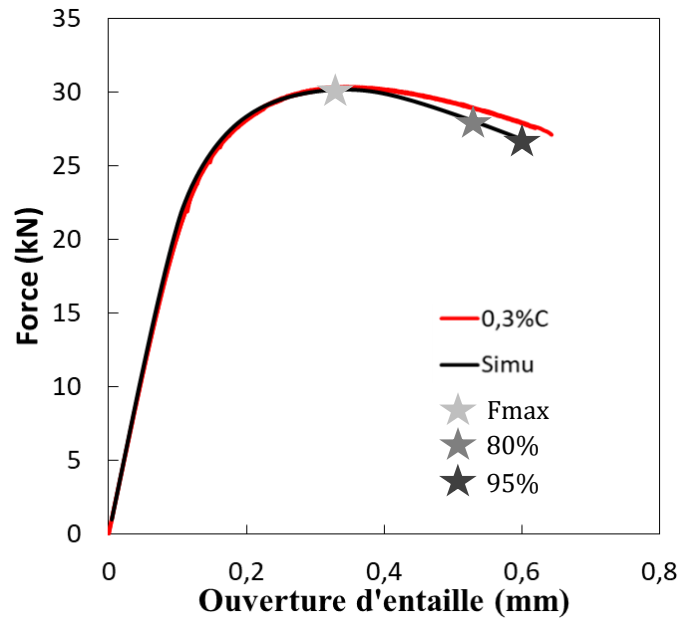


Figure 208 : Courbes de traction sur éprouvettes EU1, repérage des différents instants où les essais ont été interrompus, à respectivement F_{max} , 80 et 95% de l'ouverture d'entaille maximale à rupture (acier 0,3%C).

Le but est de polir ces 3 éprouvettes, et d'en quantifier l'endommagement afin de le relier aux champs locaux de déformations et de triaxialité des contraintes déterminées par simulation numérique dans la matrice. Cela permettra ainsi de remonter à une valeur de déformation plastique et de triaxialité subie par la matrice au lieu de fragmentation de l'inclusion. Cependant ces deux quantités varient à la fois le long du ligament, mais également dans l'épaisseur, avec des maximaux à mi-épaisseur. Il a été ainsi nécessaire de décider de la profondeur de polissage à réaliser afin d'obtenir des champs de déformations et de triaxialités des contraintes distincts, dans le but d'obtenir des corrélations plus fines avec la statistique d'inclusions fragmentées.

Afin de préparer de manière judicieuse la campagne de polissage expérimentale, des simulations numériques des essais sur éprouvettes EU1 ont été réalisés à l'aide de la loi de comportement précédemment définie pour l'acier 0,3%C. Ils ont été numériquement interrompus à F_{max} , 80 et 95% de l'ouverture d'entaille à rupture, qui a été déterminée grâce aux essais expérimentaux. Le dépouillement a été réalisé à différentes profondeurs afin d'étudier la répartition des contraintes et des déformations dans l'épaisseur. L'exemple de cette détermination par approche de « polissage numérique » est détaillé ici. Nous pouvons ainsi voir sur la Figure 209 la répartition de la déformation plastique cumulée et de la triaxialité des contraintes, à F_{max} , pour différentes épaisseurs.

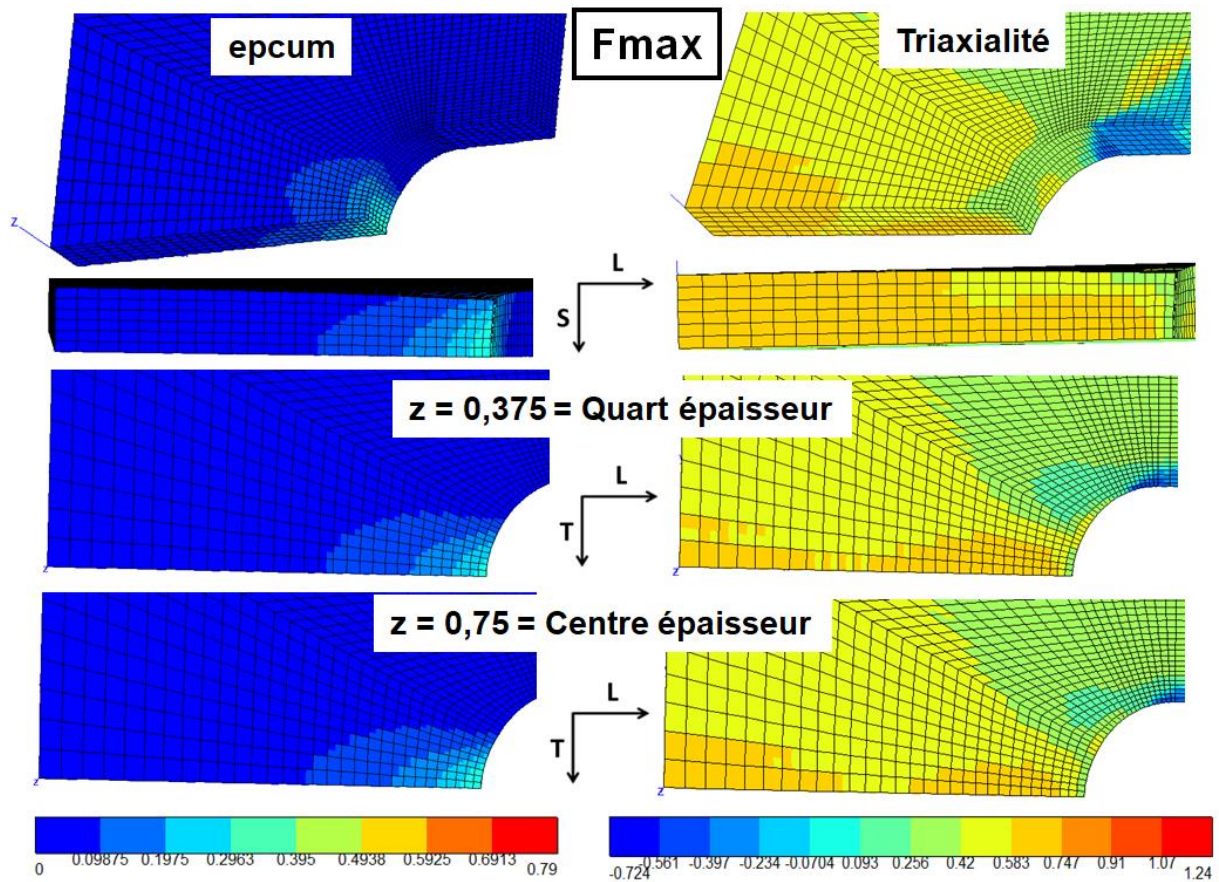


Figure 209 : Comparaison des répartitions de la déformation plastique et de la triaxialité en fonction de la profondeur (acier 0,3%C)

Nous pouvons voir que les répartitions, à la fois des déformations plastiques comme de la triaxialité, varient peu entre un « polissage » quart épaisseur et mi-épaisseur dans le cas d'une éprouvette interrompue à F_{max} . Une représentation identique pour l'éprouvette interrompue à 80% est présentée sur la Figure 210

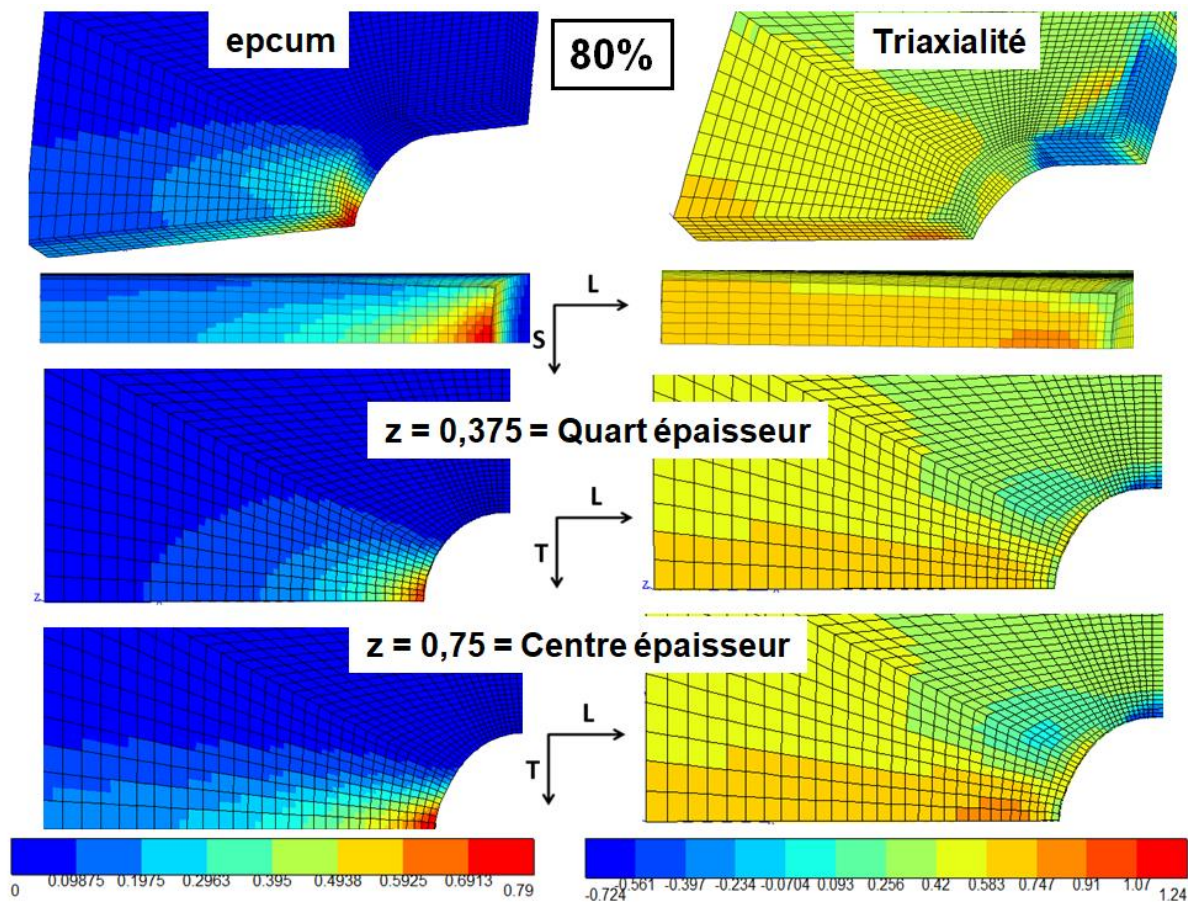


Figure 210 : Comparaison des répartitions de la déformation plastique et de la triaxialité en fonction de la profondeur (acier 0,3%C).

Dans cette configuration, nous pouvons voir une nouvelle fois peu de différence entre un polissage quart épaisseur et mi-épaisseur sur la répartition des déformations plastiques, cependant les cartographies de la triaxialité des contraintes montrent une augmentation à mi-épaisseur, légèrement en amont de l'entaille. La déformation est également maximale en fond d'entaille, le choix d'un polissage à mi-épaisseur pourrait compliquer la différenciation entre le rôle de la déformation et celui de la triaxialité sur l'endommagement. En revanche à quart épaisseur, la triaxialité est plus uniformément répartie de long du ligament, mais la déformation reste maximale en fond d'entaille. Cette configuration de polissage sera donc conservée pour l'essai à 80%.

Sur la Figure 211 est représenté le dépouillement numérique d'un essai interrompu à 95% de l'ouverture d'entaille. Il s'agit de la configuration induisant le plus de déformation plastique cumulée ainsi que de triaxialité des contraintes. Pour l'étude de l'endommagement dans la configuration la plus sévère, le polissage sera réalisé à mi-épaisseur, car comme nous pouvons le voir c'est à ce niveau que les valeurs seront les plus élevées, atteignant 74% de déformation plastique cumulée, et une triaxialité des contraintes de 1,24.

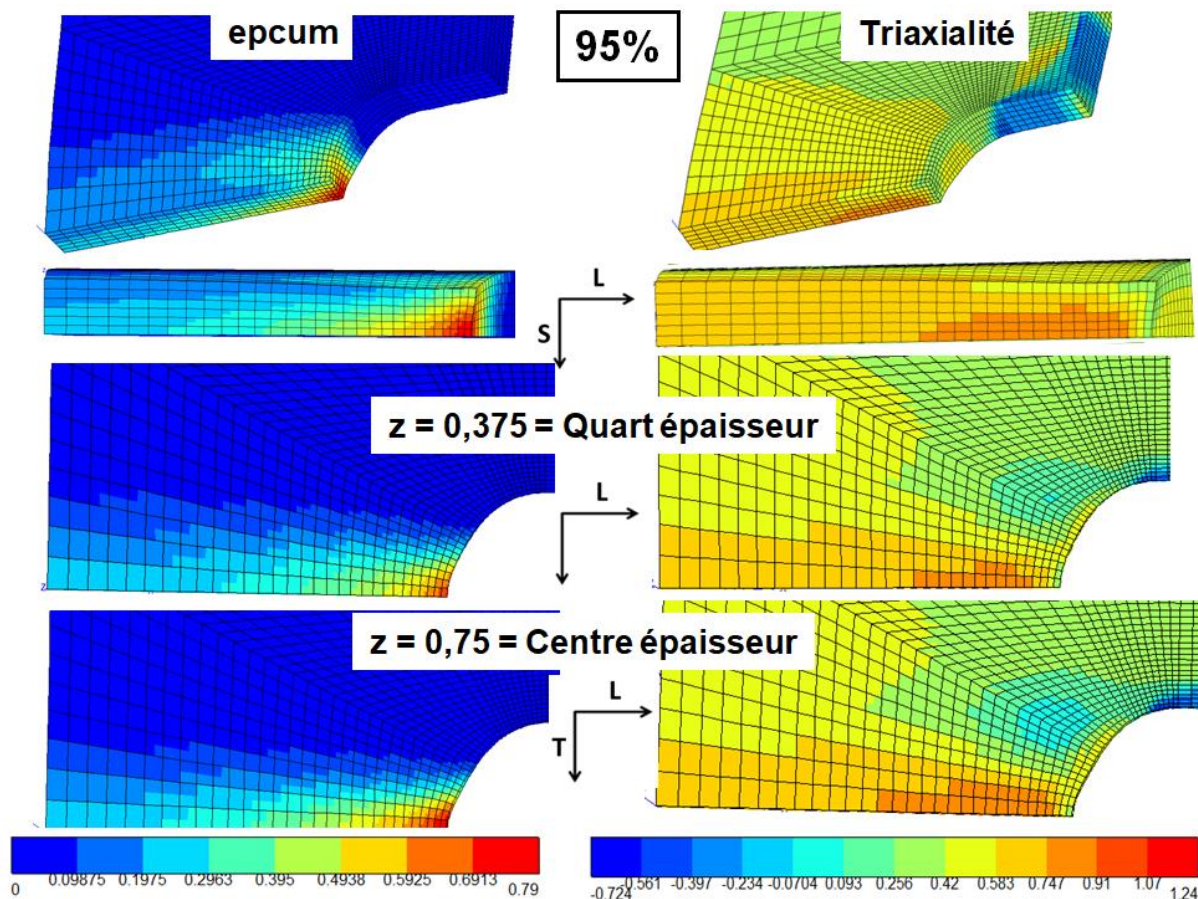


Figure 211 : Comparaison des répartitions de la déformation plastique et de la triaxialité en fonction de la profondeur (acier 0,3%C).

La procédure de polissage retenue est donc :

- Fmax : polissage à mi-épaisseur
- 80% : polissage au quart épaisseur
- 95% : polissage à mi-épaisseur

Le polissage mécanique a ainsi été réalisé progressivement à l'aide de papier SiC, en contrôlant au micromètre l'épaisseur enlevée entre chaque passe. Une étape de finition a été réalisée sur papier feutré avec une pâte diamantée (1 μm). La surface a ensuite pu être scannée au confocal via une cartographie automatique, afin d'obtenir une image haute définition de l'ensemble de l'entaille. L'analyse avec ImageJ a ensuite permis d'isoler les cavités détectées par nuance de couleur, et d'en référencer la position.

6.2.2 Corrélation avec la déformation plastique cumulée et la triaxialité des contraintes

Les positions des cavités ont été extraites, puis ont été placées en superposition des plans de coupe obtenus par la simulation numérique.

a) Essai interrompu à Fmax

Les superpositions des positions des inclusions fracturées avec les cartographies de déformation plastique cumulée et de triaxialité des contraintes sont représentées sur la Figure 212. L'essai

interrompu à F_{max} présente peu d'inclusions fragmentées. Celles-ci sont situées majoritairement en amont du front d'entaille. Une fraction faible d'inclusions est fragmentée pour des déformations plastiques inférieures à 10%. La zone où davantage d'inclusions se sont fragmentées semble être en accord avec l'augmentation de la triaxialité des contraintes.

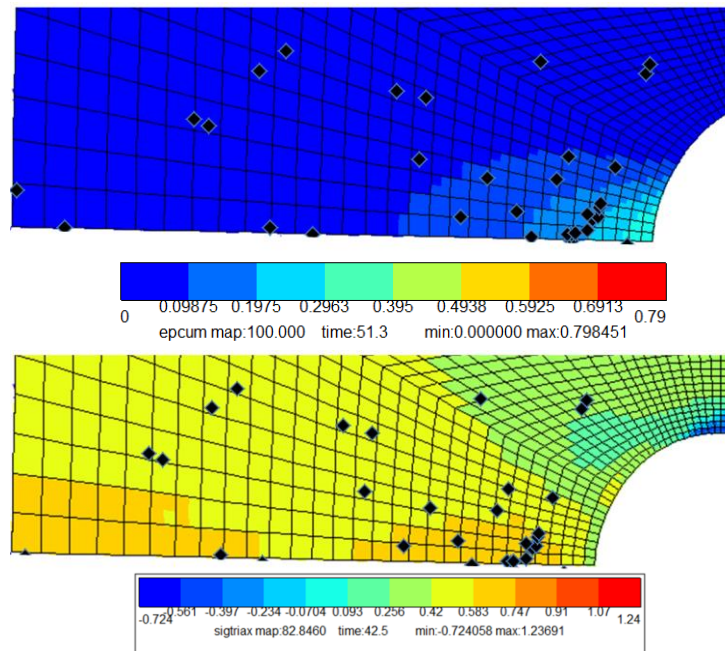
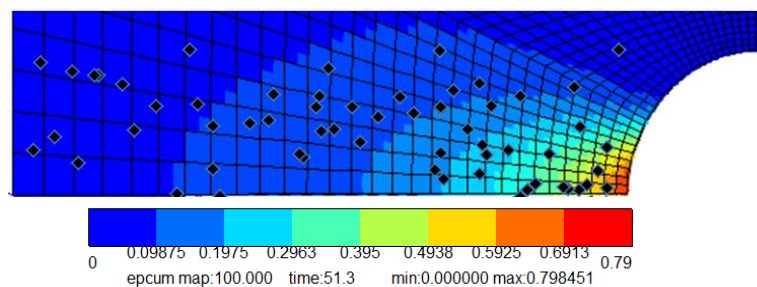


Figure 212 : Répartition spatiale des inclusions fragmentées par rapport à la distribution de la déformation plastique cumulée et de la triaxialité des contraintes (F_{max} , acier 0,3%C).

b) Essai interrompu à 80% de l'ouverture d'entaille

Les superpositions des positions des inclusions fracturées avec les cartographies de la déformation plastique cumulée et de la triaxialité des contraintes sont représentées sur la Figure 213. Un nombre bien plus important d'inclusions se sont fragmentées. A la fois la déformation plastique mais également la triaxialité des contraintes sont nettement plus élevées par rapport au cas précédent (F_{max}). La répartition de ces inclusions fragmentées ne semble, une nouvelle fois, pas reliée à la déformation plastique cumulée. La triaxialité présente un faible gradient le long du ligament. Peu d'inclusions semblent être recensées dans les zones de faibles triaxialités.



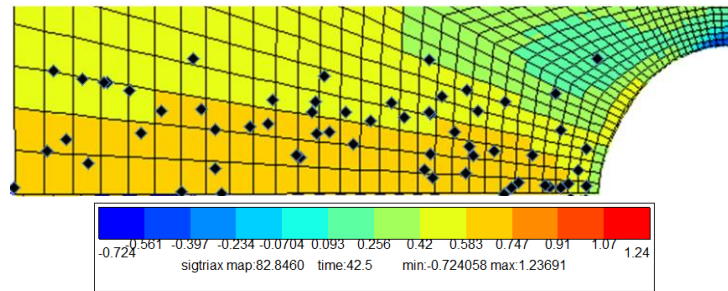


Figure 213 : Répartition spatiale des inclusions fragmentées par rapport à la distribution de déformation plastique cumulée et de triaxialité des contraintes (80%, acier 0,3%C).

c) Essai interrompu à 95% de l'ouverture d'entaille

La Figure 214 permet de visualiser les positions des inclusions fracturées par rapports aux cartographies extraites des simulations numériques. La déformation maximale en fond d'entaille atteint les 0,79. Cependant la majorité des inclusions fracturées ne se situent pas directement en fond d'entaille mais environ 250 μm plus loin. En fond d'entaille la triaxialité est proche de celle d'une traction uniaxiale, mais à 250 μm de profondeur elle augmente rapidement à plus de 1. Une nouvelle fois il s'agit des zones de plus forte triaxialités qui semblent engendrer le plus de fragmentation d'inclusions, alors que les zones de triaxialités inférieures à 0,2 en présentent très peu.

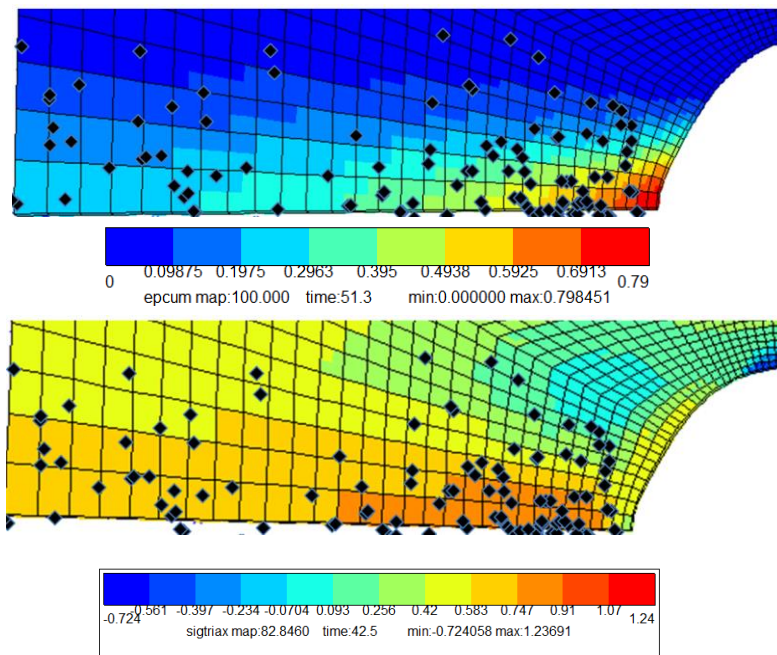


Figure 214 : répartition spatiale des inclusions fragmentées par rapport à la distribution de déformation plastique cumulée et de triaxialité des contraintes (95%, acier 0,3%C).

En conclusion, nous venons de voir que les aciers martensitiques, même à haute résistance mécanique (1800 MPa) et haute teneur en carbone (0,3%C) peuvent présenter de l'endommagement. Les premières cavités sont générées lors de la fragmentation des Ti(C,N). Aucune distinction visuelle n'a permis de déterminer si les TiN ou les TiC se fragmentent en premier, les deux populations présentant de l'endommagement. De plus, la fragmentation de ces inclusions semble davantage liée à l'augmentation de la triaxialité locale qu'à l'augmentation de la déformation plastique cumulée.

6.3 Analyses locales par simulation numérique sur cellule élémentaire.

Nous venons de montrer que lors de la déformation plastique de l'acier, les nitrures de titane viennent se fragmenter au-delà d'un certain état de chargement et de déformation. Cependant, si les déformations macroscopiques de l'acier ont pu être déterminées grâce à la simulation numérique, le comportement au voisinage des inclusions reste mal compris. Nous avons montré précédemment que les nitrures de titane sont des particules très rigides ($E=600$ GPa), fortement solidaire de la matrice et ne génèrent pas de décohésion. Cela a été observé aussi bien lors d'essais interrompus que sur fractographies. Ainsi, lors de grandes déformations macroscopiques de l'acier, les inclusions sont suspectées de modifier fortement les contraintes et les déformations à leur voisinage.

Dans le cas d'une déformation parfaitement élastique, le modèle d'Eshelby [Eshelby 1957] peut être appliqué au cas d'une inclusion sphérique. Cependant pour les problèmes non linéaires, la solution du modèle d'Eshelby ne permet plus de prédire précisément les contraintes dans l'inclusion. En effet, la validité du tenseur d'Eshelby repose sur l'hypothèse d'une distribution homogène des contraintes au sein de l'inclusion.

Dans notre cas, les inclusions sont de forme non sphérique, et la déformation de la matrice est plastique, et donc non linéaire. Le modèle d'Eshelby ne peut ainsi pas être appliqué à notre étude. De plus, il a été montré que la probabilité que la fissure s'initie dans une particule donnée, dépend de la taille, de la forme, de la fraction volumique et de l'orientation de la particule par rapport à la contrainte appliquée.

Par conséquent, il est important de pouvoir estimer les contraintes locales dans les inclusions en se basant sur le chargement

La réalisation de simulation numérique sur une cellule unitaire composée d'une matrice martensitique dans laquelle est implémentée une ou plusieurs inclusions, permettra de caractériser les gradients des contraintes et des déformations locales, dans le but de comprendre plus finement les paramètres induisant leur rupture.

6.3.1 Paramétrage de la cellule unitaire

La simulation a une nouvelle fois été réalisée à l'aide du logiciel Zset. Les lois de comportement élastoplastique des aciers utilisées correspondent à celles déterminées au chapitre précédent. L'inclusion a été considérée comme ayant un comportement purement élastique, car les observations sur fractographies montrent qu'elles ont cassé en clivage, sans déformation plastique. Le module d'Young a été déterminé précédemment, et fixé à 600 GPa. Les nitrures de titane sont principalement de forme cubique (Figure 215a), il s'agit donc naturellement de la forme retenue pour la simulation d'une inclusion caractéristique de notre étude. Les rayons d'arête sont faibles, rendant leur mesure complexe. Des analyses MET réalisées sur un TiN extrait sur réplique carbone permettent néanmoins d'approximer cette valeur à 15 nm (Figure 215b). Cependant, la réalisation de simulation numérique avec des rayons d'arête si petit implique un maillage au voisinage de l'inclusion extrêmement raffiné et coûteux en temps de calcul. De plus cela va induire de fortes concentrations de contraintes aux angles de l'inclusion,

or nous avons précédemment montré sur la Figure 207 que les inclusions se fragmentaient des faces et non des angles. Ainsi, il est possible de faire l'hypothèse de s'affranchir de rayon sévère sur les bords de l'inclusion, rendant le calcul moins couteux tout en conservant une bonne précision d'analyse sur les faces dont vont partir les fissures.

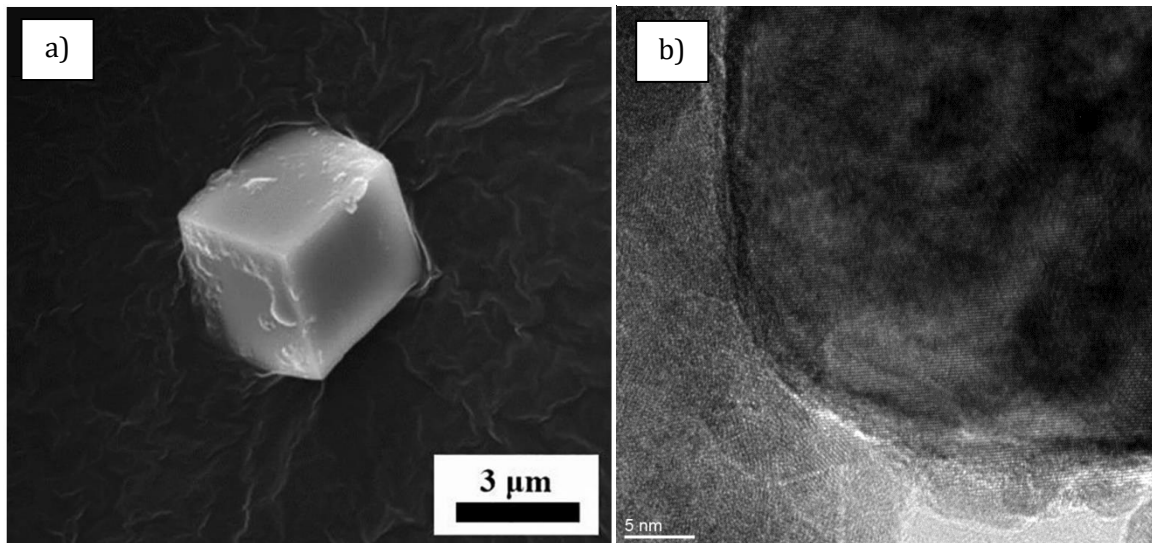


Figure 215 : Observation d'un nitrure de titane a) en MEB après polissage électrolytique [Li 2020] b) en MET haute résolution sur réplique carbone

Afin d'être représentatif de l'expérience, les conditions de déformation appliquée à cette cellule sont celles extraites en fond d'entaille sur une éprouvette EU1, au dernier instant avant rupture. Cela permet de venir simuler le comportement de la matrice au voisinage d'une (ou plusieurs) inclusion, juste avant rupture. La loi de comportement de la matrice martensitique a été ici considérée comme étant celle de l'acier 0,3%C, car il s'agit de l'acier de l'étude présentant la plus grande fraction de nitrure de titane. Le calcul sur cette cellule est un calcul trois dimensions périodique en grandes déformations.

Un exemple de cette cellule élémentaire, contenant une inclusion caractéristique, est représenté sur la Figure 216. Des conditions de périodicité ont été imposées aux bords de la cellule.

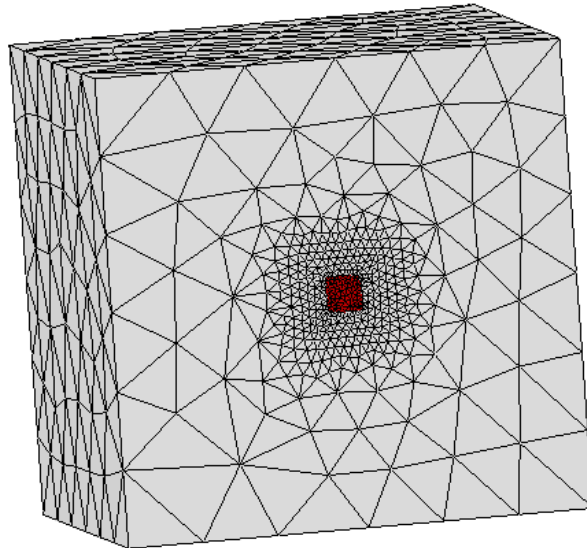


Figure 216 : Représentation de la cellule élémentaire ainsi que du maillage au voisinage de l'inclusion (rouge)

Premièrement, le chargement à l'intérieur de la particule nous permettra de déterminer un critère de rupture d'inclusion. Les valeurs de déformation locale maximale seront extraites, et comparées suivant différentes populations inclusionnaires. En fonction du cas d'inclusions alignées ou non, il sera possible d'identifier le cas le plus néfaste pour la rupture.

6.3.2 Critère de rupture d'inclusion

Tout d'abord, il a été dans un premier temps possible de déterminer une contrainte principale maximale subie par l'inclusion. Pour cela, on applique le trajet de chargement issu de la courbe de traction jusqu'à rupture sur une éprouvette lisse. De ce calcul, il en résulte les contraintes principales maximales subies par l'inclusion au cours du chargement. L'historique de chargement complet issu de l'essai de traction jusqu'à rupture sur éprouvette lisse a été appliqué. La valeur de contrainte principale maximale subie par l'inclusion est déterminée en prenant la valeur au moment de la rupture de l'éprouvette. Elle vaut 16 600 MPa (Figure 217). Cette valeur est très élevée, ce qui est dû à la rigidité élevée de la particule, mais également au fait que nous avons considéré son comportement comme purement élastique.

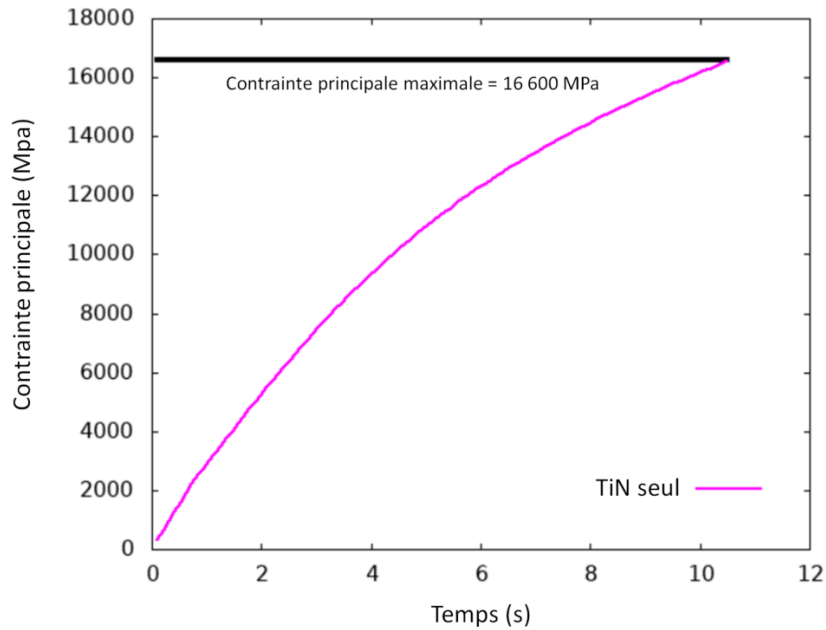


Figure 217 : Evolution de la contrainte principale dans l'inclusion durant un essai de traction sur éprouvette lisse. (acier 0,3%C)

Il est ensuite possible de calculer le chargement maximal subi par l'inclusion lors d'un essai sur éprouvette entaillée EU1. Le trajet de chargement appliqué sur la cellule élémentaire, selon y, est un trajet à déformation imposée dont les composantes sont celles de l'élément où la déformation plastique cumulée est maximale. Il s'agit du premier élément en fond d'entaille, celui-ci sera fortement déformé lors de l'essai, il s'agit donc de la zone la plus critique à étudier (Figure 218).

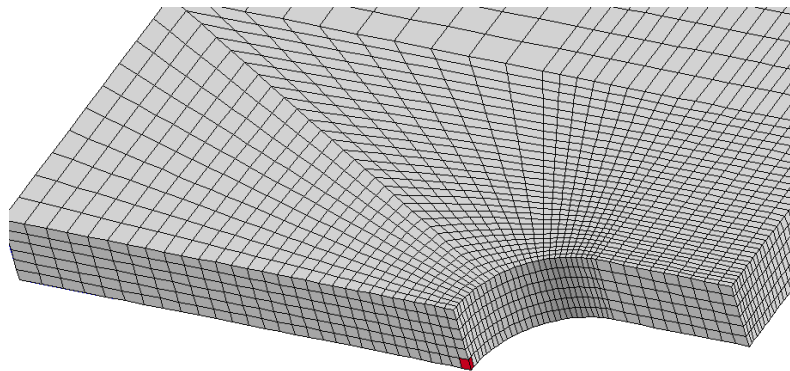


Figure 218 : Maillage de l'éprouvette EU1, l'élément en rouge est celui où la déformation plastique est maximale après essai.

Sur cet élément est extrait l'historique complet des déformations lors de l'essai. Ces déformations sont ensuite implémentées au sein de la cellule unitaire. La matrice subie de grandes déformations, l'inclusion à l'intérieur de la cellule se déforme peu mais reçoit un chargement élevé. L'évolution de la contrainte principale dans l'inclusion peut-être tracée en fonction du temps lors de cet essai.

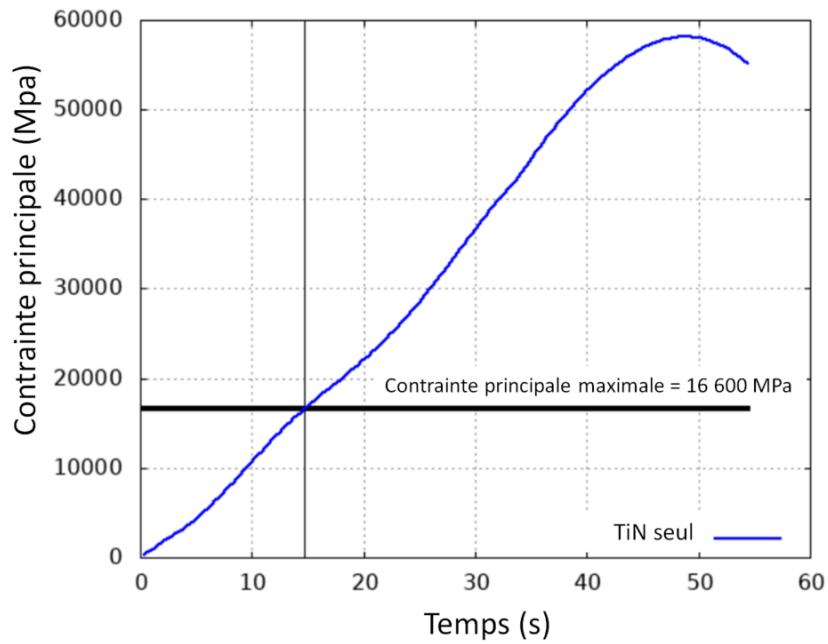


Figure 219 : Evolution de la contrainte principale dans une inclusion située en fond d'entaille lors d'un essai sur éprouvette EU (acier 0,3%C)

Nous pouvons voir que la contrainte principale critique de l'inclusion est atteinte au bout de 15 secondes. Si l'on représente l'instant où cette contrainte critique est atteinte sur la courbe de traction macroscopique obtenue sur éprouvette EU1, nous pouvons voir que l'inclusion atteint le critère de rupture avant que la valeur de la force maximale macroscopique soit atteinte (Figure 220). Ainsi, une inclusion située en fond d'entaille se fracturera tôt lors de l'essai. Ce résultat a été observé expérimentalement (Figure 212) où des nitrures de titane ont été fragmentés pendant les essais interrompus à la force maximale macroscopique. Ainsi, les premiers sites d'endommagement apparaissent tôt lors de l'essai.

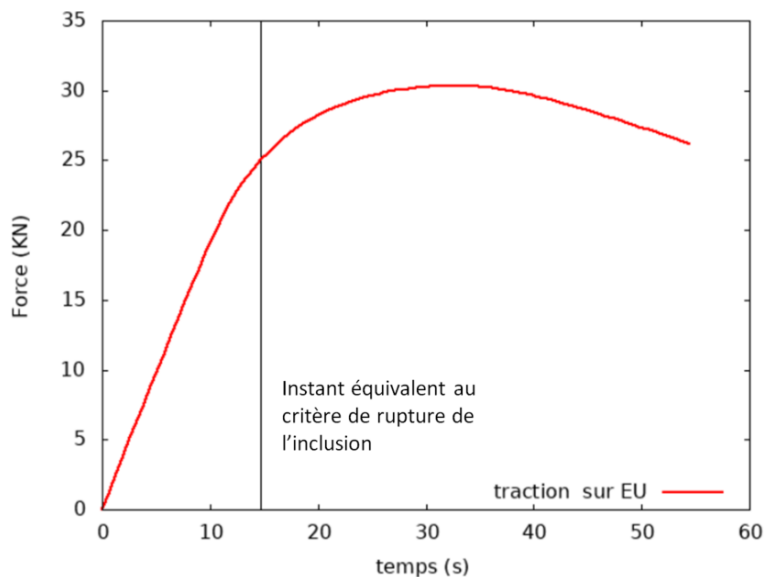


Figure 220 : Courbe de traction sur éprouvette EU1 en fonction du temps, la ligne verticale correspond à l'instant où un nitrure de titane placé dans la zone la plus déformée de l'éprouvette dépassera le critère de rupture.

6.3.3 Influence de la présence d'un nitrure de titane sur la déformation locale de la matrice

La détermination des champs de déformation au voisinage d'une inclusion a pour objectif de quantifier les conséquences locales que vont avoir les inclusions sur la matrice martensitique lors de grandes déformations macroscopiques.

La répartition des déformations représentée sur la cellule et l'inclusion précédemment définies, lors d'un essai interrompu avant rupture (Figure 221).

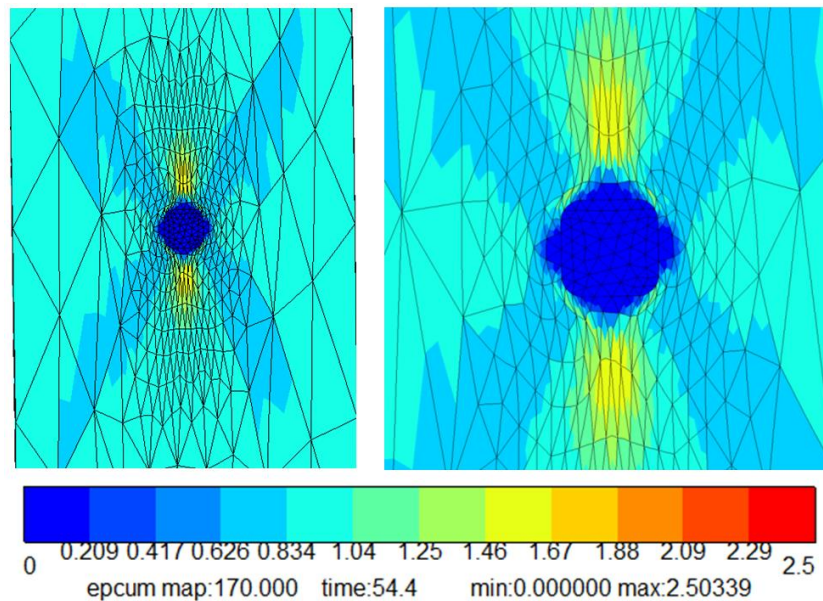


Figure 221 : Isovaleur de déformation plastique cumulée autour d'un TiN, à l'instant avant la rupture de l'éprouvette. (axe de sollicitation vertical, acier 0,3%C)

Nous pouvons voir que le nitrure de titane induit une forte déformation plastique de la matrice suivant l'axe principal de sollicitation. Ceci est dû à la grande rigidité de la particule, et à l'interface particule-matrice qui a été considérée parfaite. L'ancrage réalisé empêche la matrice de se déformer et génère des concentrations de déformation importantes. Loin de l'inclusion, nous retrouvons bien la valeur de 80% de déformation que nous obtenions dans l'élément le plus déformé avant rupture de l'éprouvette EU1 sur acier 0,3%C.

6.3.4 Etude du cas de trois nitrures de titane alignés

Nous avons montré précédemment l'influence d'alignements d'inclusions sur la rupture des PHS. Pour étudier les interactions entre plusieurs inclusions, deux configurations numériques de cellules ont été imaginées. La première concerne trois nitrures de titanes alignés parallèlement à la direction principale de la charge. La seconde représente trois inclusions, identiques aux précédentes, mais alignées perpendiculairement à la direction de la charge principale. Ainsi, cela a pour but de regarder les interactions entre particules dans deux configurations distinctes, afin de conclure si l'une est plus néfaste pour l'initiation de rupture que l'autre. Ces deux configurations ont été choisies car un cluster de particules ayant été réalisé lors du laminage suit une direction préférentielle. La taille des inclusions a été choisie, proportionnellement à la taille de la cellule élémentaire, afin que la fraction volumique des trois inclusions représente la condition la plus sévère déterminée expérimentalement. Cela correspond au matériau 0,3%C

High Ti, dont la fraction de TiN a été déterminée expérimentalement à 900 ppm.

L'historique complet de chargement en déformation jusqu'à rupture a été appliqué, les isovalues de déformation plastique cumulée sont représentées sur la Figure 222.

Nous pouvons voir que la cellule s'est fortement allongée dans la direction de sollicitation, et que la présence des inclusions a accentué localement la déformation plastique. Un zoom de ces deux mêmes conditions est réalisé sur la Figure 223.

Lors d'un alignement de particules parallèle à la direction de sollicitation (ici alignement vertical), la déformation plastique maximale observée localement est supérieure à celle calculée dans le cas de l'alignement horizontal (1,97 contre 1,86). Cependant, les inclusions alignées parallèlement au sens de sollicitation vont voir leur distance entre particules augmenter, et la déformation au voisinage de l'une ne se superposera pas au champ de déformation de la seconde (dans la configuration spatiale étudiée). À l'inverse les particules alignées perpendiculairement à la direction principale de sollicitation se rapprocheront à cause de la striction de la matrice.

Nous avons montré précédemment que les nitrures de titane se fragmentaient de manière fragile lors de l'essai. Cette rupture n'est pas prise en compte dans notre modèle numérique. Les premières ruptures de particules vont engendrer les premières cavités, dont la taille va augmenter avec la déformation. La rupture ductile étant gouvernée par la coalescence de cavités, la distance entre elles est un paramètre de première importance pour quantifier la résistance à la coalescence.

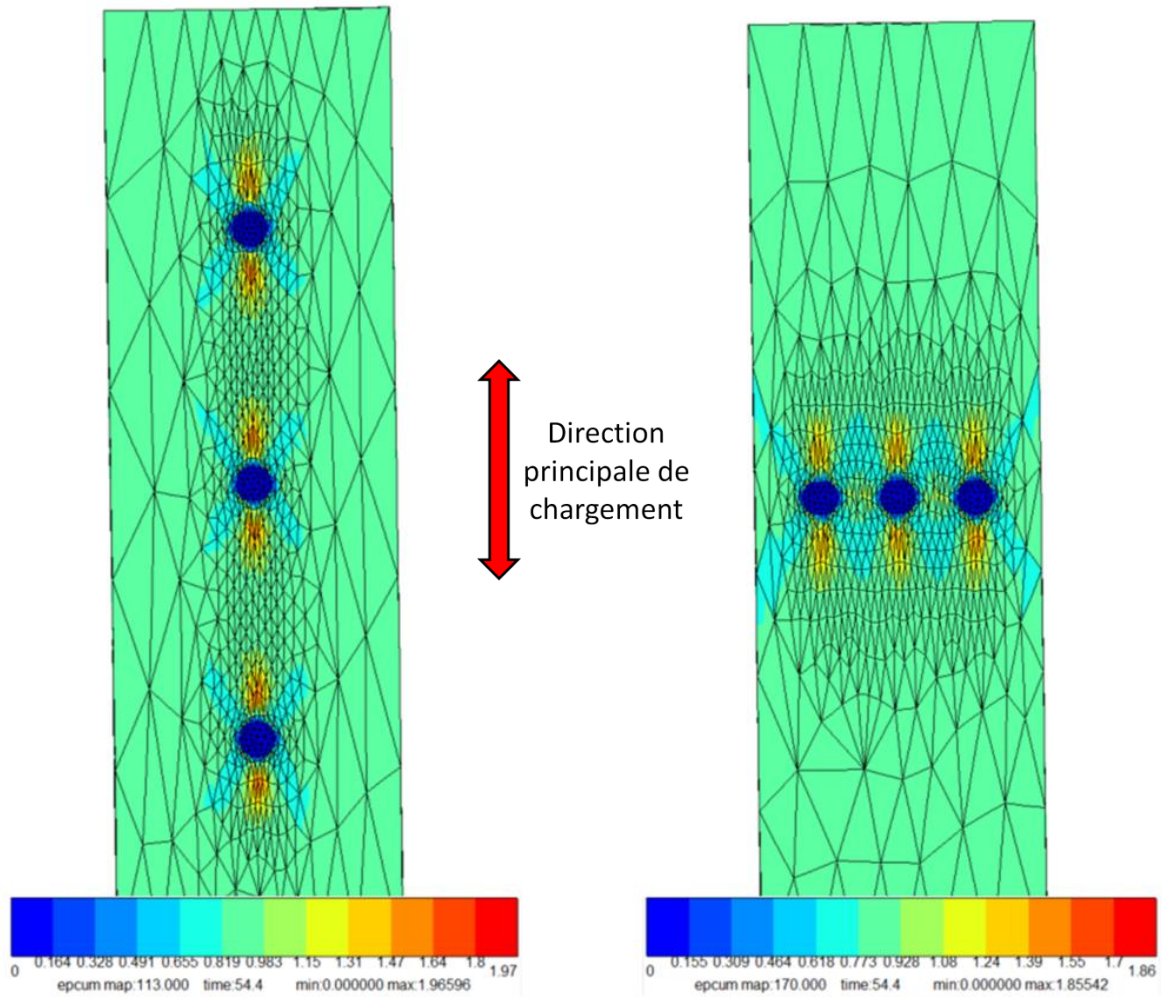


Figure 222 : Isovaleurs de déformation plastique cumulée dans une configuration de trois inclusions alignées parallèlement puis perpendiculairement à la direction de sollicitation principale (acier 0,3%C)

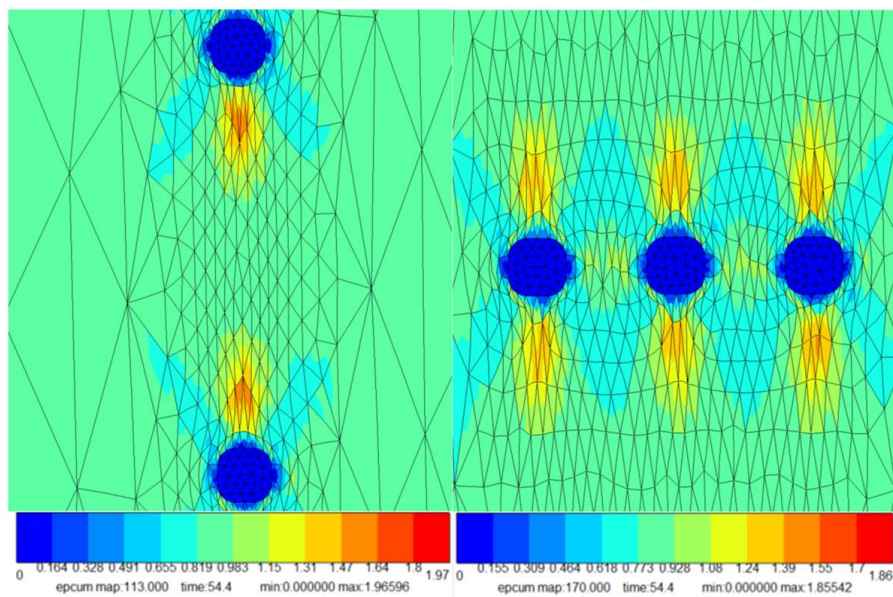


Figure 223 : Zoom sur les isovaleurs de déformation plastique cumulée (de la Figure 224) lors d'alignements verticaux et horizontaux de nitrure de titane.

De plus, la représentation des champs de contraintes principales sur la Figure 224 nous montre qu'un alignement d'inclusions perpendiculaire à la direction principale de sollicitation va induire une plus grande contrainte principale maximale que lors d'un alignement parallèle à cette même direction. Ainsi, ces alignements d'inclusions vont se fragmenter plus tôt lors de l'essai. À la fois une fragmentation de particule générée plus tôt, ainsi qu'une distance entre cavités plus faible, sont les principaux facteurs responsables de l'effet néfaste d'alignements d'inclusions perpendiculaire à la direction de sollicitation.

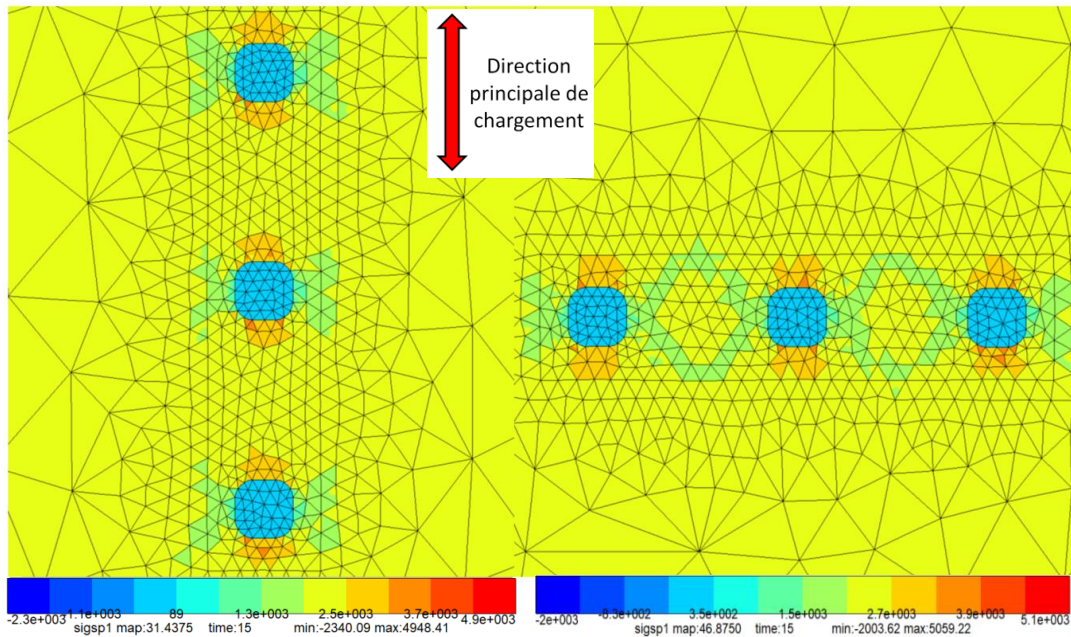


Figure 224 : Champs de contraintes principales dans une configuration de trois inclusions alignées parallèlement puis perpendiculairement à la direction de sollicitation principale, à l'instant calculé de la rupture de l'inclusion (acier 0,3%C)

Les isovaleurs de triaxialité des contraintes au moment supposé de la rupture des inclusions sont représentées sur la Figure 225. Nous pouvons voir que les valeurs extrêmes (négatives comme positives) sont élevées. Ceci est dû à l'augmentation locale de la triaxialité aux angles de l'inclusion. Ces valeurs singulières, dépendantes du maillage, ne seront pas considérées comme exactes. Cependant ces isovaleurs nous montrent que lors d'un alignement d'inclusions parallèle à la direction de chargement, la triaxialité entre les inclusions est identique à celle de la matrice loin des inclusions. Dans cette configuration, la modification de la triaxialité due à une inclusion, n'interagit pas avec celle de sa plus proche voisine.

En revanche, lors d'un alignement d'inclusions perpendiculaire à la direction principale de chargement, nous pouvons voir que des bandes de triaxialité faible, disposées à 45°, apparaissent entre les inclusions. Ces bandes de faible triaxialité témoignent d'un cisaillement local de la matrice entre les inclusions. Ces bandes de cisaillement sont également visibles dans le cas d'inclusions alignées avec la direction de chargement, mais dans cette configuration d'alignement perpendiculaire, elles s'entrecroisent entre elles, ce qui aura pour conséquence de favoriser la localisation de la déformation entre les inclusions lors de leur rupture. Cette configuration d'alignement inclusionnaire est donc encore plus néfaste pour l'initiation et la propagation de la rupture ductile.

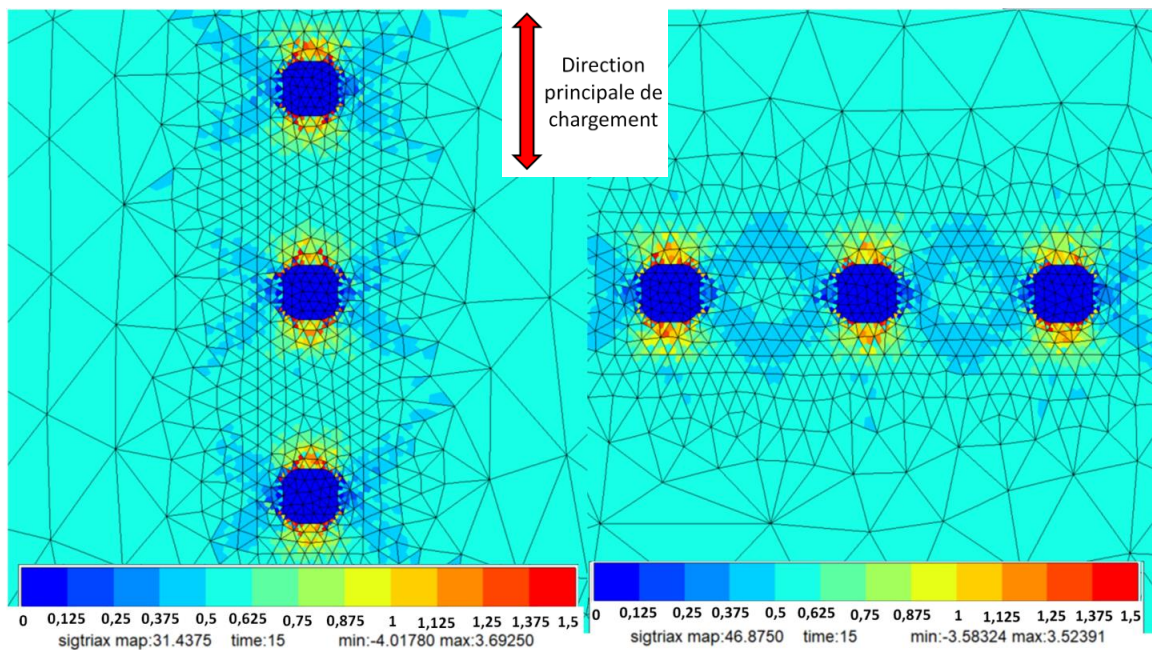


Figure 225 : isovaleur de triaxialité des contraintes dans une configuration de trois inclusions alignées parallèlement puis perpendiculairement à la direction de sollicitation principale, à l'instant calculé de la rupture de l'inclusion (acier 0,3%C)

6.4 Conclusion du chapitre VI

La réalisation d'un modèle numérique avait pour but de simuler et comprendre finement le comportement au voisinage des inclusions lors de fortes déformations. La détermination de la loi élasto-plastique a été effectuée sur un matériau industriel de référence dont les propriétés mécaniques sont fortement reproductibles et dont la disponibilité matière est grande. Les essais mécaniques nécessaires à la détermination des paramètres de la loi ont été minimisés grâce à ce procédé, permettant de les réaliser sur les matières laboratoires disponibles en plus faibles quantités. Des lois de comportement valides en grandes déformations ont ainsi pu être déterminées sur trois familles d'aciers martensitiques. La simulation d'essais de structures comme des éprouvettes Kahn et des essais de pliage ont permis de confirmer la validité des lois de comportement, ainsi que de déterminer la déformation maximale avant rupture.

L'analyse d'éprouvettes entaillées a permis d'identifier la présence d'endommagement dans l'entaille. Cet endommagement a lieu sur les Ti(C,N) qui viennent se fragmenter et créer les premières cavités. Pour quantifier les paramètres influençant cet endommagement, des essais interrompus sur éprouvettes entaillées ont été réalisés. L'analyse de la distribution spatiale des inclusions fragmentées n'a pas montré de lien direct avec la déformation plastique cumulée. Un lien plus marqué est cependant observé entre la densité d'inclusions fragmentées et l'augmentation locale de la triaxialité des contraintes.

Afin de déterminer plus finement les conditions de rupture de ces inclusions, des cellules élémentaires ont été réalisées en implémentant une, puis plusieurs inclusions caractéristiques. Un tenseur de déformation représentatif du chargement local en fond d'entaille a été appliqué aux bords de la cellule en conditions périodiques. Le module d'Young de l'inclusion a été déterminé par nanoindentation dans le Chapitre IV et vaut 600 GPa. Nous avons montré dans le chapitre précédent l'impact négatif des alignements d'inclusions sur la résistance à l'initiation de fissure. Au-delà d'une contrainte critique, l'inclusion se fragmente sans décohérence avec la matrice, venant générer les premiers sites d'endommagement. L'analyse des champs de déformation a permis de montrer une nette augmentation de la déformation plastique au voisinage des inclusions. Des alignements de nitrures de titane perpendiculaires à la direction de sollicitation vont se rapprocher lors de la déformation plastique et les champs de déformations engendrés par les particules dans la matrice vont se superposer. La répartition des contraintes principales permet de plus de montrer que cette configuration d'alignement induit de plus fortes contraintes locales, pouvant fragmenter les inclusions plus tôt lors de l'essai. D'autre part, l'espacement réduit entre les premières cavités générées favorisera la coalescence. Qui plus est, la répartition de la triaxialité des contraintes entre les inclusions montre que des bandes de cisaillement aux voisinages des inclusions interagissent entre elles lors d'un alignement perpendiculaire à la direction de laminage. Lors de la rupture des inclusions, ces bandes de faible triaxialité pourraient induire une coalescence prématurée des premières cavités, favorisant ainsi l'initiation et la propagation de la rupture ductile.

Conclusion générale

Cette étude s'est intéressée aux liens qui existent entre la microstructure, la propreté inclusionnaire et la rupture ductile d'aciers martensitiques emboutis à chaud. La compréhension de ces liens permet ainsi l'optimisation de ces paramètres, dans le double objectif de réduire la masse des véhicules tout en augmentant leur résistance au crash en cas d'accident.

Les principaux résultats obtenus peuvent être résumés de la façon suivante.

L'incidence des populations de carbure de fer sur la rupture a été déterminée en comparant deux matériaux industriels à différents teneurs en carbone, suivant quatre conditions de revenu, permettant la comparaison à iso résistance mécanique. L'augmentation de la température de revenu homogénéise la répartition spatiale des carbures de fer et augmente leur taille. La nature des carbures évolue également en passant de carbures de transition ϵ à de la cémentite. Un optimum de température de 170°C pendant 20 minutes a été déterminé. Ce traitement permet d'augmenter la ductilité locale à rupture en n'engendrant qu'une faible diminution de la résistance mécanique. Ces paramètres de revenu ont donc été appliqués dans le reste de l'étude.

L'effet de la taille de grains austénitiques a été étudié en réalisant différents traitements thermiques d'austénitisation sur des matériaux industriels et laboratoires. Quelle que soit la résistance mécanique de l'alliage étudié, la diminution de la taille de grain austénitique induit une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance à l'amorçage de fissure, ainsi que, dans une moindre mesure, de la résistance mécanique. L'affinement de la taille de grain permet notamment une plus forte augmentation de la ductilité locale à rupture lors d'essais de pliage RD, par rapports aux essais réalisés dans le sens transverse (TD).

Les influences de la taille de grain austénitique et de l'état de revenu de la martensite ont été quantifiées sur la résistance mécanique ainsi que sur la ductilité. Cela a permis, dans un second temps, de s'en affranchir afin de quantifier l'impact de la propreté inclusionnaire sur l'amorçage de rupture ductile.

Pour cela, des coulées ont été réalisées en laboratoire avec différentes teneurs en carbone et en titane. Des analyses thermodynamique et thermocinétique ont montré que l'augmentation de la teneur en carbone induit une sursaturation en titane dans le liquide inter-dendritique au front de solidification. Celle-ci dépend de la phase en présence et donc de la composition chimique de l'alliage, favorisant la formation d'inclusions de type $Ti(C,N)$ lors d'une solidification en austénite. Les résultats de ces calculs ont été validés par des analyses inclusionnaires qui ont permis de montrer qu'une teneur nominale en titane élevée induit une fraction de $Ti(C,N)$ près de deux fois supérieure dans un acier 0,3%C par rapport à un acier 0,1%C. La connaissance de la teneur en titane et en azote n'est donc pas suffisante pour prédire la fraction finale de $Ti(C,N)$ grossier qui vont se former dans l'acier. Un contrôle plus précis de l'azote, du titane et du carbone est donc nécessaire pour les aciers à forte teneur en carbone (>0,2%C).

L'ajout de titane induit également un affinement des grains austénitiques, et ainsi des microconstituants de la martensite, bénéfique sur l'amorçage de rupture. Il existe donc une

compétition entre l'effet délétère des inclusions et l'effet favorable de l'affinement de la microstructure.

L'anisotropie d'amorçage de rupture en pliage est accentuée avec l'augmentation de la fraction surfacique d'inclusions, via les alignements de Ti(C,N) dus au laminage. Une relation a pu être établie afin de prédire l'écart de pliabilité suivant la direction de sollicitation et en fonction de la fraction d'inclusions. Cela a permis de montrer et de quantifier l'effet néfaste des alignements d'inclusion sur la rupture.

Ces mêmes inclusions, les Ti(C,N), sont des particules dures et rigides. Des essais de nano-indentation ont permis de déterminer leurs modules d'Young, qui est d'environ 600 GPa. Ces essais ont été réalisés afin de pouvoir implémenter ces valeurs dans un modèle numérique. Ce modèle est une simulation sur cellule élémentaire, dont le but est d'obtenir le plus précisément possible les chargements et les déformations présents aux voisinages des inclusions. Il a été montré que ces particules sont monocristallines, et la réalisation d'essais de nano-indentation suivant deux plans cristallins distincts a permis de montrer l'isotropie de module d'Young de ces particules.

Des essais de traction interrompus avant rupture sur éprouvettes entaillées ont permis de montrer que ces inclusions sont les premiers sites de germination de cavités. Ces particules fragmentent, tout en conservant une très bonne cohésion avec la matrice martensitique. La réalisation de fractographies sur plusieurs géométries d'éprouvettes a confirmé l'effet néfaste de ces particules et de leurs alignements sur l'initiation ainsi que la propagation de fissure. La réalisation d'une cellule élémentaire a permis de visualiser les champs de déformation et de contraintes aux voisinages d'alignements d'inclusions. Lors de la déformation plastique, la distance entre particules va réduire dans le cas d'alignements de TiN perpendiculaires à la direction de sollicitation. Les déformations locales élevées aux voisinages des particules vont se cumuler. L'analyse des contraintes principales montre que dans cette configuration d'alignement de particules, les inclusions vont se fragmenter plus tôt, et la distance plus faible entre particules pourrait augmenter la cinétique de croissance et de coalescence, et par conséquent de rupture ductile. De plus, lors d'un alignement d'inclusions perpendiculaire à la direction principale de chargement, des bandes de faible triaxialité des contraintes apparaissent entre les inclusions. Ces bandes témoignent d'un cisaillement locale de la matrice entre les inclusions, ce qui aura pour conséquence de favoriser la localisation de la déformation entre les inclusions lors de leur rupture. Cette configuration d'alignement inclusionnaire est donc néfaste pour l'initiation et la propagation de la rupture ductile.

En résumé, une triple approche a été menée pour comprendre et quantifier les liens entre composition chimique, microstructure martensitique, propreté inclusionnaire et résistance à l'initiation de fissure des PHS.

La première, métallurgique, a relié à l'aide de modèles thermodynamiques et thermocinétiques la composition chimique et la fraction d'inclusions en présence. La quantification des inclusions au MEB a permis de conforter les résultats obtenus par le calcul.

La deuxième, mécanique, a eu pour but d'évaluer la résistance à l'amorçage de rupture ductile des PHS en fonction de leur composition chimique et des traitements thermiques. Un optimum de température de revenu a été déterminé, puis l'effet bénéfique de la réduction de la taille des anciens grains austénitiques a été quantifié sur plus matrices martensitiques. Ces paramètres

une fois isolés, ont permis d'effectuer des liens entre l'augmentation de la fraction surfacique d'inclusion et l'anisotropie de ductilité locale à rupture des PHS.

La troisième, numérique, a corrélée la répartition d'inclusions fragmentées lors d'essais interrompus avec l'augmentation de la triaxialité des contraintes. La réalisation de cellules unitaires a montré que des alignements d'inclusions perpendiculaires à la direction principale de sollicitation vont engendrer une rupture prématurée des nitrures de titane, ainsi que de la matrice entre ces inclusions.

Lignes directrices à suivre :

L'ensemble des résultats obtenus permet de dresser une liste de lignes directrices qui peuvent être utiles pour le contrôle de la propreté inclusionnaire des aciers, et améliorer la microstructure des PHS dans le but d'augmenter leur résistance à l'initiation de rupture ductile.

Pour les aciers industriels existants :

- Resserrer l'intervalle de tolérance de teneur en carbone des aciers dont le chemin de refroidissement est proche de la transition ferrite/austénite :

Il a été démontré que le chemin de solidification induit des différences significatives dans la capacité de l'acier à former des inclusions. Sur les PHS étudiés, la transition entre une solidification exclusivement par le domaine liquide + ferrite, et une solidification en liquide + ferrite puis en liquide + austénite, se situe autour de 0,15% de carbone massique. Pour les aciers dont la composition chimique nominale est proche de cette valeur, il est conseillé de resserrer l'intervalle de tolérance de teneur en carbone, afin que la solidification n'ait pas lieu dans le domaine austénite + liquide. Cela pourrait conduire à un niveau de ségrégation du titane, de l'azote et du carbone plus élevé au front de solidification, et donc à une fraction surfacique d'inclusions grossières plus importante.

- Un contrôle plus important des inclusions sur les nuances à haute teneur en carbone :

Les aciers à haute teneur en carbone ont une plus grande tendance à former des Ti(C,N) grossiers, en partie à cause de la teneur nominale en carbone plus élevée favorisant la formation de carbures, et en partie à cause de la ségrégation plus forte du carbone, du titane et de l'azote au front de solidification, ce qui entraîne une plus grande fraction de surface des inclusions. Le contrôle de l'azote est donc nécessaire mais pas suffisant pour garantir le contrôle de la population de Ti(C,N).

Un contrôle plus précis de la teneur en azote, en titane et en carbone est donc nécessaire pour les aciers à forte teneur en carbone (>0,2% massique). Pour ces nuances, il est conseillé d'éviter de réaliser l'affinement de la microstructure en augmentant la teneur en titane, sous peine de dégrader la pliabilité TD.

- L'affinement de la microstructure des aciers à faible teneur en carbone est possible grâce à l'alliage μ :

Sur les aciers à faible teneur en carbone (typiquement <0,15% massique), le raffinement de la microstructure obtenu par l'augmentation de la quantité microalliage est bénéfique car la fraction surfacique d'inclusions restera minime, par rapport au gain de ductilité qui sera obtenu

via la réduction de la taille des anciens grains austénitiques. L'augmentation de la teneur en titane peut, dans ces cas, être envisagée pour l'affinement de la microstructure.

Pour les futures nuances d'acier à développer :

- Un acier à 0,15%C, pour moins d'inclusions :

L'élaboration d'aciers dont la teneur en carbone permet de se situer à la limite maximale du chemin de solidification liquide + ferrite, permettrait de limiter la fraction surfacique de Ti(C,N) malgré une teneur élevée en éléments de microalliage. Cette limite correspond approximativement à une teneur nominale de 0,15%C, qui devra être déterminée plus précisément en fonction du reste de la composition chimique choisie. L'affinement pourrait être réalisé en utilisant différents éléments de microalliage en fonction de l'affinement de la microstructure souhaitée, ainsi que du coût. Afin de limiter d'autant plus la présence de TiN, le contrôle de l'azote pourra être réalisé.

- Réduire la teneur en carbone, mais augmenter celle en manganèse, en silicium et en chrome :

Réduire légèrement la teneur en carbone (notamment dans le but d'obtenir un acier à 0,15%C comme défini précédemment) va diminuer sa résistance mécanique. Cette diminution peut être en partie compensée en augmentant la teneur en manganèse, en silicium et/ou en chrome. Notre étude a montré qu'à iso-résistance mécanique, les aciers présentant moins de carbone mais un manganèse plus élevé permettait une plus grande absorption d'énergie en pliage. Cette solution a cependant ses limites car le pouvoir durcissant du carbone est bien plus importante que celui des autres éléments d'alliage.

Perspectives :

Suite à ces travaux, il est possible de proposer des perspectives à court et moyen terme. Le but étant d'obtenir une compréhension encore plus fine des mécanismes de rupture ductile mis en jeu dans les PHS.

Si les TiN génèrent les premières cavités, nous avons aussi montré que ces sites d'endommagement apparaissaient pour de faibles déformations plastiques, témoignant d'une capacité de la matrice martensitique à résister à la croissance et à la coalescence des cavités. Les carbures sont à l'origine de la germination des secondes populations de cavités. Ils contrôlent ainsi la propagation de la fissure entre le nitrure de titane fragmentés. L'étude de leur rôle par une mesure plus précise de leur taille et une analyse de leur répartition, permettrait de mieux comprendre l'initiation et la propagation de la rupture ductile dans les PHS. En effet la propagation de fissure dans les PHS est jusqu'à présent peu explorée dans la littérature. Ceci est notamment dû aux critères de performances des tôles automobiles qui se basent sur l'amorçage. Pour cela, il convient de déterminer plus finement la cinétique de formations des cavités primaires (inclusions) et secondaires (carbures). Afin d'y parvenir, des essais au synchrotron pourraient être réalisés dans le but de corréliser avec précision la rupture des inclusions avec les déformations locales qu'elles subissent, ainsi que le comportement des carbures lors de grandes déformations au voisinage de ces mêmes inclusions. Les paramètres d'un critère d'amorçage et de propagation de fissure pourraient être déterminés. La compréhension plus précise des liens

qui existent entre les inclusions, les carbures et la rupture ductile, permettrait pour une composition chimique donnée d'optimiser les paramètres de revenu et d'auto-revenu à appliquer, afin d'augmenter, encore davantage, la ductilité des PHS.

Annexe 1 : Les états de contraintes

L'état de contrainte est usuellement représenté par le tenseur des contraintes, qui peut se décomposer en somme de deux tenseurs : le déviateur $\bar{\bar{s}}$ et la pression isostatique $p \cdot \bar{\bar{I}}$, où $\bar{\bar{I}}$ est la matrice identité.

$$\bar{\bar{\sigma}} = \begin{pmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} \\ s_{12} & s_{22} & s_{23} \\ s_{13} & s_{23} & s_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} p & 0 & 0 \\ 0 & p & 0 \\ 0 & 0 & p \end{pmatrix}$$

Ainsi le déviateur peut être défini d'après l'équation suivante :

$$\bar{\bar{s}} = \bar{\bar{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\bar{\bar{\sigma}}) \bar{\bar{I}}$$

Les trois invariants du tenseur des contraintes sont :

$$J_1 = \text{trace}(\bar{\bar{\sigma}}) = \sigma_{ii}$$

$$J_2 = \frac{1}{2} \text{trace}(\bar{\bar{s}}^2) = \frac{s_{ii}^2}{2}$$

$$J_3 = \det(\bar{\bar{s}}) = \frac{s_{ij}s_{jk}s_{ki}}{3}$$

La contrainte isostatique est définie comme étant le tiers du premier invariant du tenseur des contraintes, la contrainte équivalente de Von Mises comme la racine carrée de trois fois le second invariant, et la triaxialité comme étant le rapport entre la contrainte isostatique et la contrainte équivalente de Von Mises :

$$\sigma_m = \frac{J_1}{3}$$

$$\bar{\sigma}_{vm} = \sqrt{3J_2}$$

$$T = \frac{\sigma_m}{\bar{\sigma}_{vm}} = \frac{1}{3} \frac{J_1}{\sqrt{3J_2}}$$

Annexe 2 : Incertitudes de mesures

La mesure de l'effort axial lors des essais de traction s'effectue par la cellule de charge de 100 kN qui est impliquée dans l'asservissement du vérin de traction. L'erreur statique de la charge est de 0,5% d'après les données constructeur de la machine de traction.

L'incertitude sur la valeur de mesure des extensomètres est fixe est vaut $\pm 1,5\mu\text{m}$.

En plus des incertitudes des valeurs mesurées lors de l'essai, il convient également de quantifier l'incertitude du pied à coulisse ayant servi à réaliser la métrologie des éprouvettes avant essai. D'après le constructeur, l'incertitude de mesure est de $\pm 0,01\text{mm}$.

Lors du calcul de l'incertitude des résultats obtenus pendant un essai traction, il convient de prendre en compte l'ensemble de ces incertitudes. Nous pouvons les calculer pour les aciers avec trois principales teneurs en carbone étudiés afin d'avoir une estimation de la précision de mesure sur toute la gamme de résistance mécanique étudiée.

Tableau 26 : Estimation des incertitudes sur les contraintes mesurées lors des essais de traction sur éprouvette 12,5x50

Traction 12,5x50mm	Low C	Med C	High C
Contrainte estimée (MPa)	1000	1500	1800
Incertitude sur la contrainte (MPa)	12,5	18,8	22,6

Tableau 27 : Estimation des incertitudes sur les contraintes mesurées lors des essais de traction sur éprouvette 4,5x25,5

Traction 4,5x25,5mm	Low C	Med C	High C
Contrainte estimée (MPa)	1000	1500	1800
Incertitude sur la contrainte (MPa)	14,0	21,0	25,1

Tableau 28 : Estimation des incertitudes sur les efforts mesurés lors des essais de traction sur éprouvettes EU1 et EU2

EU1 et EU2	Low C	Med C	High C
Force estimée (N)	18000	25000	30000
Incertitude sur la force (N)	229	318	382

Tableau 29 : Estimation des incertitudes sur les efforts mesurés lors des essais de déchirure sur éprouvette Kahn

Kahn	Low C	Med C	High C
Force estimée (N)	12000	13000	14000
Incertitude sur la force (N)	141	153	164

Tableau 30 : Estimation des incertitudes sur les efforts mesurés lors des essais de pliage sur éprouvette pliage

Pliage	Low C	Med C	High C
Force estimée (N)	9500	11500	13000
Incertitude sur la force (N)	111	135	152

Références bibliographiques

[Acevedo 2007] Evolution de l'état de précipitation au cours de l'austénitisation d'aciers microalliés au vanadium et au niobium. PhD Thesis, Insa Lyon, <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00511332>, (2007)

[Allain 2012] S. Allain, O. Bouaziz, and M. Takahashi. Toward a New Interpretation of the Mechanical Behaviour of As-quenched Low Alloyed Martensitic Steels. ISIJ International, 52(4):717-722, (2012)

[Andrews 1965] K.W. Andrews, Empirical Formulae for the calculation of some transformation temperatures, journal of iron and steel institute, 203, pp. 721 (1965)

[Anmark 2015] N. Ånmark, A. Karasev, P. Göran Jönsson, The Effect of Different Non-Metallic Inclusions on the Machinability of Steels, Materials, pp. 751-78 (2015)

[Arbuzov 1962] M.P Arbuzov, B.V Khaenko, X-Ray study of crystallographic structure of carbidic phase at various stages of steel tempering, Fizika metallov I Metallovedenie, vol 13. pp. 686-692 (1962)

[Arola 2021] A.M. Arola; A Kaijalainen; V. Kesti; L. Troive; J. Larkiola; D. Porter, The effect of mechanical behavior on bendability of ultrahigh-strength steel, Materials today communication 26, 101943 (2021)

[ASTMB871] ASTM B871, Standard Test Method for Tear Testing of Aluminum Alloy Products, American Society for Testing and Materials (2013)

[Badinier 2015] G. Badinier, C. W. Sinclair, X. Sauvage, X. Wang, V. Bylik, M. Gouné, and F. Danoix. Microstructural heterogeneity and its relationship to the strength of martensite. Materials Science and Engineering: A, 638, pp. 329-339, (2015)

[Bagaryatsky 1950] Y. A. Bagaryatsky. Possible Mechanism of Martensite Decomposition. Doklady Akademii Nauk, 73, pp.1161, (1950).

[Bahdeshia 2006] H. K. D. H. Bhadeshia, S. R. Honeycombe, Steels : Microstructure and Properties – 3rd Edition. Butterworth-Heinemann (2006)

[Beauvais 2016] M. Beauvais, I. Ferrari, Steel cleanliness on Usibor 1500 Influence on mechanical tests, Rapport interne ArcelorMittal (2016)

[Bellavoine 2015] M. Bellavoine, "Influence du micro-alliage (Ti,Nb) sur les mécanismes d'austénitisation des aciers à haute résistance lors du recuit" Rapport interne ArcelorMittal, (2015).

[Bellavoine 2017] M. Bellavoine, *Transformations de phases et recristallisation dans les aciers Dual Phase microalliés au titane niobium : étude expérimentale et modélisation*, PhD Thesis, Aix-Marseille Université (2017)

[Béranger 1994] G. Béranger, G. Henry, G. Sanz, *Le livre de l'acier*, Lavoisier, (1994)

[Bialobrzesk 2017] B. Bialobrzesk, L. Konat, R. Jasinski, *The Influence of Austenite Grain Size on the Mechanical Properties of Low-Alloy Steel with Boron*, *Metals*, 7, pp-26 (2017)

[Bian 2014] J. Bian, W. Li, H. Mohrbacher, L. Hongzhou, W.Wenjun, *Development of Niobium Alloyed Press Hardening Steel with Improved Properties for Crash Performance*, Niobium tech Asia, (2014) <https://www.scientific.net/AMR.1063.7>

[Bittendiebel 2019] J. Bittendiebel, *V-bending around robin test of Usibor2000 : Maizières testing on material cast at Tubarao*, document interne, (2019)

[BoronExtrication 2019] Site internet Boron extrication, date d'accès : 16/12/2021 <http://www.boronextrication.com/2019/03/14/2019-volvo-s60-t8-plug-in-hybrid/> (2019)

[Bowen 1970] A.W. Bowen, G.M. Leak, *Solute diffusion in alpha- and gamma-iron*. Metallurgical Transactions, 1, pp-1695-1700. (1970).

[Bower 1966] T.F Bower, H. Brody, M.C. Flemings. *Effects of solidification variables on ingot structure*, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, pp. 236-624, (1966)

[Bracke 2015] L. Bracke, E. Leunis, L. Sanchez, S. Jansto, *The Effect of Nb on Low-Carbon Martensitic Steel Properties Through Prior Austenite Optimization*, *Contributed Papers from Materials Science and Technology*, pp. 885-892, (2015)

[Bron 2004] F. Bron, J. Besson, *A yield function for anisotropic materials application to aluminum alloys*, International Journal of Plasticity pp. 937-963, (2004)

[Cai 2015] X.F. Cai, Y.P. Bao, M. Wang, L. Lin, N.C. Dai, C. Gu *Investigation of precipitation and growth behavior of Ti inclusions in tire cord steel*, Metallurgical Research & Technology, 112, pp. 407 (2015)

[Capdevila 2003] C. Capdevila, F. G. Caballero, C. Garcia de Andrés, *Analysis of effect of alloying elements on martensite start temperature of steels*, Materials Science and Technology, Vol 19, pp. 581-586 (2003)

[Celada 2019] C. Celada-Casero, J. Sietsma, M. J. Santo. *The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels*. Materials and Design 167, 107625, (2019)

[Chakrabarty 2000] J. Chakrabarty, W.B. Lee, K.C. Chan, *An analysis of the plane-strain bending of an orthotropic sheet in the elastic/plastic range*, Journal of Materials Processing Technology 104 pp. 48-52. (2000)

- [Chaboche 1984] J. L. Chaboche, Anisotropic creep damage in the framework of continuum damage mechanics. Nuclear Engineering and Design, 79, pp. 309–319, (1984)
- [Champenois 2015] T. Champenois, Inclusions control to improve the formability of automotive steels, Document interne, (2015)
- [Chen 2017] D. Chen et al. Determination of the mechanical properties of inclusions and matrices in α -U and aged U-5.5Nb alloy by nanoindentation measurements. Materials Research Express, 4, 116516, (2017)
- [Chu 1980] C. Chu, A. Needleman, Void nucleation effects in biaxially stretched sheets. Journal of Engineering Materials and Technology, pp. 249-256, (1980)
- [Clyne 1981] T.W. Clyne, W. Kurz, Solute redistribution during solidification with rapid solid-state diffusion. Metallurgical and Materials Transactions A, 12, pp. 965–71, (1981)
- [Col 2010] A. Col, L'emboutissage des aciers, L'Usine Nouvelle, Dunod, pp. 273 (2010)
- [Courtney 1990] T. Courtney, Overview of Mechanical Behavior, Mechanical Behavior of Materials, McGraw-Hill, London, pp. 6-17 (1990)
- [Costaesilva 2019] A. L. V. Costa e Silva, The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications. Journal of materials research and technology 8, pp. 2408-2422, (2019)
- [Craven 2000] A.J. Craven, K. He, L.A.J. Garvie, T.N. Baker, Complex heterogeneous precipitation in titanium-niobium microalloyed Al-killed HSLA steels (Ti,Nb)(C,N) particles, Acta Materialia, 48, pp-3869-3878 (2000)
- [Datsko 1960] J. Datsko, C.T. Yang, Correlation of bendability of materials with their tensile properties, Journal of Engineering for Industry, 82, pp. 309-314. (1960)
- [Dosdat 2011] L. Dosdat, J. Petitjean, T. Vietoris, O. Clauzeau, Corrosion Resistance of Different Metallic Coatings on Press-Hardened Steels for Automotive, Steel research international Volume 82, Issue 6 (2011)
- [Drillet 2015] P. Drillet, Press Hardened Steels: a new steels family developed for the Automotive increasing requirements in safety performances and CO₂ reduction, Document interne ArcelorMittal (2015)
- [Dietsch 2017] P. Dietsch, K. Tihay, A. Bui-Van, D. Cornette, Methodology to assess fracture during crash simulation: fracture strain criteria and their calibration, Metallurgical Research & Technology. 114, pp. 607. (2017)
- [Dou 2011] F.Q. Dou, S.C. Li, H. Cao, Combined effects of particle interaction and nonlinear sweep on Landau-Zener, Physics Letters A, Vol. 376, Issue 1, pp. 51-55 (2011)

- [Du 2012] J.Du, M. Strangwood, C.L. Davis, *Effect of TiN Particles and Grain Size on the Charpy Impact Transition Temperature in Steels* vol. 28, no. 10, pp. 878–888, (2012)
- [Eshelby 1957] J.D. Eshelby, *The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems*, Royal Society, vol. 241 (1957)
- [Fasiska 1965] E. J. Fasiska and G. A. Jeffrey. *On the cementite structure*. Acta Crystallographica, 19(3): pp. 463– 471, (1965)
- [Fedorova 2018] F. Fedorova, F.B. Liub, Y. Grumsen, O.V. Cao, J. Mishin, *Fine (Cr,Fe)₂B borides on grain boundaries in a 10Cr–0.01B martensitic steel*, Scripta Materialia 156 pp-124–128 (2018)
- [FFA 2012] Fédération Française de l'Acier, *Comment fabrique-t-on l'acier?* <http://www.acier.org> date d'accès septembre 2020
- [François 2013] D.François, A.Pineau, A.Zaoui, *Mechanical behaviour of materials*, Solid Mechanics and its applications Vol.2 (2013)
- [Frometa 2019] D Frómeta, A Lara, B Casas, D Casellas, *Fracture toughness measurements to understand local ductility of advanced high strength steels*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 651, 012071, (2019)
- [Furuhara 2008] T. Furuhashi, K. Kikumoto, H. Saito, T. Sekine, T. Ogawa, S. Morito, T. Maki, *Phase Transformation from fine-grained Austenite*, ISIJ International, vol. 48, pp. 1038–45 (2008)
- [Furuya 2004] Y. Furuya, T. Abe & S. Matsuoka, *Inclusion-controlled fatigue properties of 1800 MPA-class spring steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, 35, pp. 3737–3744 (2004)
- [Galindo 2015] E.I. Galindo, E.J. Rivera, *A model for the microstructure behaviour and strength evolution in lath martensite*, Acta Materialia, Vol. 98, pp. 81-93 (2015)
- [Giovanola 1999] H.Giovanola, W.Kirkpatrick, J.E.Crocker, *Fracture of geometrically scaled, notched three-point-bend bars of high strength steel*, Engineering Fracture Mechanics Volume 62, Issues 2–3, pp. 291-310 (1999)
- [Gladman 2002] T. Gladman, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, Maney Publishing, (2002)
- [Golem 2019] L. Golem, L. Cho, J. Speer, K. Findley, *Influence of austenitizing parameters on microstructure and mechanical properties of Al-Si coated press hardened steel*, Materials & Design, Volume 172 (2019)
- [Grigorieva 2010] R. GRIGORIEVA, thèse, *Etude des transformations de phases dans le revêtement Al-Si lors d'un recuit d'austénitisation*. Université de Lorraine (2010) <https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-01754556/>
- [Gudas 1988] J.P. Gudas, T.W. Montemarano, B.P. Sack, M.G. Vassilaros and M.H. Vanderveldt, *Microalloyed HSLA (High Strength Low Alloy) Steels: Proceedings of Microalloying*, Journal of Ship Production and Design, 145. (1986)

- [Gurson 1977] A. L. Gurson, *Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I – Yield criteria and flow rules for porous ductile media*, Journal of Engineering Materials and Technology, vol 99, (1977)
- [Hall 1951] E. O. Hall. *The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results*. Proceedings of the Physical Society. Section B, 64(9), pp. 747–753, (1951)
- [Hauser 2016] R. Hauser, *Heating rates and cooling rates on laboratory hot stamping simulators*, Internal document. 2016
- [Heibel 2018] S. Heibel, T. Dettinger, W. Nester, T. Clausmeyer, *Damage Mechanisms and Mechanical Properties of High-Strength Multiphase Steels*, Materials, 11, 761 (2018)
- [Hein 2005] H. Hein, *Numerical simulation of the hot stamping of automotive components with USIBOR 1500*, Arcelor Flat Steel Europe, EuroPAM (2005).
- [Hiroki 2007] H. Ohta, H. Suito, *Effects of N, C and Si Contents and MgO on Dispersion of TiN Particles in Fe–1.5%Mn–0.05(0.15)%C Alloy* ISIJ International, Vol. 47 No. 2, pp. 197–206, (2007)
- [Hirosu 1976] Y. Hirosu, Y. Itakura, K. Su, and S. Nagakura. *Electron Microscopy and Diffraction Study of the Carbide Precipitated from Martensitic Low and High Nickel Steels at the First Stage of Tempering*. Transactions of the Japan Institute of Metals. 17, pp. 503–513, (1976)
- [Hofer 2021] C. Hofer, M. Stadler, T. Kurz, V. Maier-Kiener, A. Mayerhofer, T. Hebesberger, R. Schnitzer, *Bending Behavior of Zinc-Coated Hot Stamping Steels*, Steel Research International, 2100149, (2021)
- [Holappa 1995] L.E.K. Holappa, A.S.Helle, *Inclusion Control in High-Performance Steels*, Journal of Materials Processing Technology, Volume 53, Issues 1–2, pp. 177-186 (1995)
- [Hollomon 1945] J. H. Hollomon and L. D. Jaffe. *Time-temperature relations in tempering steel*. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, pp. 223–249, (1945)
- [Hoseiny 2012] H. Hoseiny, F. Caballero, B. Hogman, D. Martin, *The effect of the martensitic packet size on the machinability of modified AISI P20 prehardened mold steel*, Journal of Materials Science 47, pp. 3613–3620 · April (2012)
- [ISO14577] Metallic Materials: *Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters. Verification and Calibration of Testing Machines* (International Organization for Standardization) (2002)
- [Jack 1951] K. H. Jack, *Structural transformations in the tempering of high-carbon martensitic steels*, The Journal of the Iron and Steel Institute, 169, 26, (1951)
- [Jack 1974] D. H. Jack. *The orientation relationships of interstitial phases in iron*. Materials Science and Engineering, 13(1), pp. 19–27, (1974)
- [Jin 2018] Y.L. Jin, S.L. Du. Precipitation behaviour and control of TiN inclusions in rail steels. Ironmaking Steelmaking, 45(3), pp. 224–229, (2018)

- [Jo 2017] K.R. Jo, E.J. Seo, D.Sulistiyo, J.K. Kim, S.W. Kim, B. Cooman, Data related to dislocation density-based constitutive modeling of the tensile behavior of lath martensitic press hardening steel, Data in brief, Vol 15. pp 240-243 (2017)
- [Johnson 1985] G. Johnson, W. Cook, Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures. Engineering Fracture Mechanics, 21 (1), pp. 31-48, (1985)
- [Kaufman 1964] J. G. Kaufman et A. H. Knoll, Kahn-type tear tests and crack toughness of aluminum sheet. Metals Res Stand, pp. 1551-1555, (1964)
- [Kaufman 1965] J. G. Kaufman et H. Hunsicker, Fracture toughness testing at Alcoa research laboratories. Fracture Toughness Testing at Alcoa, pp. 290-308, (1965)
- [Kaijalainen 2016] A.J. Kaijalainen, P.P. Suikkanen, L.P. Karjalainen, D.A. Porter, Influence of subsurface microstructure on the bendability of ultrahigh-strength strip steel, Materials Science and Engineering A, Vol. 654, Pages 151-160, (2016)
- [Kennett 2014] S. C. Kennett and K. O. Findley, Strengthening and Toughening Mechanisms in Martensitic Steel, Advanced Materials Research, Vol. 922, pp. 350-355, (2014)
- [Kapper 2013] M. kapper, M. Merklein, Bendability of advanced high strength steels - A new evaluation procedure, CIRP Annals, Manufacturing technology 62, pp. 247-250, (2013)
- [Kim 2020] B. Kim, K. Hun Lee, J. Jeon, Short Stroke Control Model for Improving Width Precision at Head and Tail of Slab in Hot Vertical-Horizontal Rolling Process, International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, vol 21, pp 699-710 (2020)
- [Kitahara 2005] H. Kitahara, R. Ueji, N.Tsuji, Y. Minamino, Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel, Acta Materialia 54, pp.1279-1288 (2006)
- [Kobayashi 1996] M. Kobayashi, T. Saori, M. Okano, Tôle aluminée par immersion, son procédé de production et dispositif de régulation de la couche d'alliages, Brevet WO 96/26 301 du 09/02/1996.
- [Kopchick 1984] J. C. Kopchick, Automotive application of ultra high strength sheet steel, ASM, pp. 523 - 530 (1984)
- [Krauss 1995] G.Krauss and D.K.Matlock, Effects of strain hardening and fine structure on strength and toughness of tempered martensite in carbon steels, Journal de Physique IV, 5, pp. 58-60 (1995)
- [Krauss 1999] G.Krauss, The performance of tempered martensite, Proceed. of the 10th Congress of the IFHT, London, England, pp.1-19 (1999)
- [Krauss 2001] Krauss, Deformation and Fracture in Martensitic Carbon Steels Tempered at Low Temperatures, Metallurgical and Materials Transactions A volume 32a, april (2001)

[Krauss 2012] G. Krauss. Tempering of martensite in carbon steels. In Phase Transformations in Steels, vol. 2, Woodhead Publishing Limited, pp.126-150 2012.

[Krauss 2017] G. Krauss. Tempering of Lath Martensite in Low and Medium Carbon Steels: Assessment and Challenges. Steel Research International, 87(9999):1700038, (2017)

[Kunze 1997] J. Kunze, C. Michel, M. Leonhardt, S. Oswald Precipitation of titanium nitride in low-alloyed steel during solidification, Steel Research, Vol. 68, Issue 9, (1997)

[LANKFORD1950] W. I. Lankford, S. C. Snyder et J. A. Bauscher : New criteria for predicting the press performance of deep-drawing sheets. Transaction ASM 42, pp. 1196–1232, (1950)

[Lamm 2001] E. Lamm, Advanced steel solutions for automotive light weighting, USINOR auto, Windsor workshop, 5 June (2001).

[Lei 2012] J.L. Lei, Z.L. Xue, Y.D Jiang, J.Zhang, T. Zhu. Study on tin precipitation during solidification for hypereutectoid tire cord steel, Metalurgia International, vol 17, 9, pp.10-15 (2012)

[Lemaitre 1985] J. Lemaitre, J. L. Chaboche, Mécanique des matériaux solides. Dunod, Paris, (1985)

[Lemaitre 2009] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche, A. Benallal et R. Desmorat : Mécanique des matériaux solides. 3ème édition. Dunod, (2009)

[Lement 1953] B. S. Lement, The mechanism and Kinetics of the first stage of tempering, Trans ASM, 4, pp. 597-598 (1953)

[Lemoine 2009] Lemoine, X., Bettaieb, M.B., Goncalves, J., Bibliography about bending process in particular formability criteria, Document interne ArcelorMittal, pp. 1-31. (2009)

[Leu 1997] Leu, D.K., A simplified approach for evaluating bendability and springback in plastic bending of anisotropic sheet metals, Journal of Materials Processing Technology, 66, p. 9-17. (1997)

[Li 2020] Li. N, Wang. L, Xue ZL, Li. CZ, Huang A., Wang FF, Study of precipitation and growth processes of Ti-bearing inclusions in tire cord steel. Results in Physics, 16, 102929. (2020)

[Liu 2019] C. Liu, J. Pang, W. Xu, H. Yi, Q. Lu, J. Wang, Effect of Experimental Setup and Microstructure Features on Bending Performance of Press Hardening Steels, North-eastern University, Shenyang, CHN, 7th International Conference on hot sheet metal forming of high-performance steel, (2019)

[Livatyali 2003] H. Livatyali, G.L Kinzel, T. Altan, T, Computer aided die design of straight flanging using approximate numerical analysis, Journal of Materials Processing and Technology, 142, pp. 532-543. (2003)

[Lorthios 2009] J. Lorthios, A.F. Gourgues, P. Cugy, C. Scott, Damage of TWIP steels for automotive application. In: ICF12 Int conference on fracture, Ottawa, (2009)

- [Lorthios 2011] J. Lorthios, Endommagement des aciers TWIP pour application automobile, thèse de doctorat (2011)
- [Lucas 2018] E. Lucas, P. Drillet, G. Boi, *TiN formation in steels depending of titanium and nitrogen* Document interne ArcelorMittal, (2018)
- [Lucas 2020] E. Lucas, *Inclusion analysis by SEM through ArcelorMittal R&D: Benchmark and ways of improvements*, Document interne ArcelorMittal, (2020)
- [Ma 1998] Z. Ma, D. Janke, *Characteristics of Oxide Precipitation and Growth during Solidification of Deoxidized Steel*, ISIJ international, vol 38, issue 1, pp-46-52 (1998)
- [Ma 2014] W. Ma, Y. Bao, L. Zhao, M. Wang, *Control of the precipitation of TiN inclusions in gear steels*, International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, vol 21, pp. 234–239 (2014)
- [Maalekian 2007] M. Maalekian, *The Effects of Alloying Elements on Steels (I)*, Technische Universität Graz (2007)
- [Mariage 2003] J. F. Mariage, *Simulation numérique de l'endommagement ductile en formage de pièces massives*, PhD Thesis, Université de Technologie de Troyes, (2003).
- [Massardier 2014] V. Massardier, M. Gouné, D. Fabrègue, A. Selouane, T. Douillard, and O. Bouaziz. *Evolution of microstructure and strength during the ultra-fast tempering of Fe-Mn-C martensitic steels*. Journal of Materials Science, 49, pp.7782–7796, (2014)
- [McClintock 1968] McClintock, *A criterion for ductile fracture by growth of holes*, Journal of Applied Mechanics, (1968)
- [McCance 1918] A. McCance, *The importance of the non-metallic inclusions in steel*, Nature, N° 2539, Vol 101, pp. 334-335 (1918)
- [Megahed 2003] M. Megahed. M. Abd-Allah. M. Eleiche, *Modeling of notch tensile behavior of martensitic steels*, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 12, Issue 1, pp 61–67, (2003)
- [MISHRA2017] K. Mishra, *Effects of microstructure and strain rate on deformation behavior in advanced high strength steels*, PhD Thesis, Georgia Institute of Technology, (2017)
- [Mohrbacher 2015] H. Mohrbacher, *Martensitic automotive steel sheet - Fundamentals and metallurgical optimization strategies*, NiobelCon, Schilde, Belgium (2015)
- [Morito 2003] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, and T. Maki. *The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys*. Acta Materialia, 51, pp. 1789–1799, (2003)
- [Morito 2006] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, X. Huang. *Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels*, Materials Science and Engineering: A - Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, vol. 438-440, pp. 237-240. (2006)
- [Morris 2001] J.W. Morris, Z. guo, C. Krenn and Y. Kim, *The limits of strength and toughness in steels*, ISIJ international, 41, pp.599-611 (2001)

- [Morito 2006] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, and X. Huang. Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels. Materials Science and Engineering A, 438-440 pp.237-240, (2006)
- [Muir 1955] H. Muir, B. L. Averbach, and M. Cohen. The elastic limit and yield behavior of hardened steels. Transaction of American Society for Metals, 47, pp. 380-407, (1955)
- [Nagata 2002] M. Nagata, J. Speer, D. Matlock, Titanium nitride precipitation behavior in thin-slab cast high-strength low-alloy steels, Metallurgical and Materials Transactions A 33(10), p.3099-3110 (2002)
- [Nagataki 1994] Y. Nagataki, S. Tsuyama, Y. Hosoya, T. Okita, Effect of microstructure on bendability of ultra-high strength steel sheet, in : High-strength steels for automotive symposium proceedings, p. 239-244. (1994)
- [Nagataki 2013] Y. Nagataki S. Tsuyama Y. Hosoya, Effect of Tempering Temperature on the Bendability of Martensitic Steels, Tetsu-to-Hagane, Vol. 99 (2013)
- [Neshpor 1957] S. Neshpor, G.V. Samsonov, Superconductivity of borides, carbides, nitrides, and silicides of transition metals Fiz. Met. Metalloved 4 pp. 181 (1957)
- [Ohnaka1986] I. Ohnaka, Principles of solidification – microsegregation and magrosegregation, Metal handbook, 9th ed, vol.15, pp-136-141 (1988)
- [Oliver 1992] W.C. Oliver, G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research 7, pp. 1564-1583, (1992)
- [Orowan 1949] E. Orowan, Fracture and strength of solids, Reports on Progress in Physics vol 12, pp. 185 (1949)
- [Oyane 1980] Oyane, Criteria for ductile fracture and their applications, Journal of Mechanical Working Technology, vol.4, pp.65-81, (1980)
- [Pang 2019] J.C. Pang, H.L. Yi, Q. Lu, C.M. Enloe, J.F. Wand, Effect of TiN-Particles on Fracture of Press-Hardened Steel Sheets and Components, The Minerals, Metals & Materials Society (2019)
- [Pardoen 2000] T. Pardoen, J.W. Hutchinson, An extended model for void growth and coalescence, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 48 pp. 2467-2512 (2000)
- [Pathak 2017] N. Pathak, C. Butcher, M. James Worswick, E. Bellhouse, J. Gao, Damage Evolution in Complex-Phase and Dual-Phase Steels during Edge Stretching, Materials, 10(4), pp. 346 (2017)
- [Perry 1990] A.J. Perry A contribution to the study of poisson's ratios and elastic constants of TiN, ZrN and HfN, Thin Solid Films. Vol. 193, pp. 463-471 (1990)
- [Petch 1953] N. J. Petch. The cleavage strength of polycrystals. Journal of the Iron and Steel Institute, vol.174 pp.25, (1953)

- [Pineau 2016] A.Pineau, A. Andrieu. *A Model for Predicting Fracture Toughness and Scatter in Thermally Embrittled Steels*, Recent Trends in Fracture and Damage Mechanics, pp. 337-352
- [Philippot 2019] C. Philippot, M. Beauvais, S. Sarkar, S. Cobo, E. Lucas, B. Thillou and P. Drillet *Advanced Cleanliness Control in the 2nd Generation of Press Hardened Steels Produced by ArcelorMittal, Advanced High Strength Steel and Press Hardening*, pp. 551-559 (2019)
- [Pokorny 2000] A. Pokorny, J. Pokorny, *Inclusions non métalliques dans l'acier*, Techniques de l'ingénieur Réf : M220 v2 (2000)
- [Porter 2009] A. Porter, E.Kenneth, Easterling, and Mohamed Sherif. *Phase Transformations in Metals and Alloys*, CRC press, (2009)
- [Quach 2004] W.M Quach, J.G Teng, K.F Chung, *Residual stresses in steel sheets due to coiling and uncoiling: a closed-form analytical solution*, Engineering Structures, 26, pp. 1249-1259. (2004)
- [Ragab 2005] A.R. Ragab, C.A. Saleh, *Evaluation of bendability of sheet metals using void coalescence models*, Materials Science and Engineering: A. vol 395 pp.102-109 (2005)
- [Reche 2011] D. Rèche *Relations between microstructure and bendability on TRIP-aided steels for automotive products*, Ph.D thesis Mines ParisTech (2011),<http://www.theses.fr/2011ENMP0016>
- [Reche 2010] D. Rèche, T. Sturel, A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, *Damage mechanisms of ultrahigh strength steels in bending application to a trip steel*, Conference paper, ECF (2018)
- [Julia 2018] N. Julia, E. Lucas, *Improving high strength steels by titanium and niobium additions*, internship report (2018)
- [Rao 1979] B.V.N. Rao and G. Thomas. *Transmission electron microscope characterization of dislocated "lath" martensite*, 3rd International Conference on Martensitic Transformation, (1979)
- [Reinhardt 2000] A. Reinhardt, JP. Laurent, A. Fillietaz, *Application of ultra-high strength steel on the front bumper of the Peugeot 607, ISATA 2000, Automotive and Transportation Technology. Proc., Body structures, materials and structural engineering – Today's choices for our future*, pp. 95-102 (2000)
- [Rice 1969] Rice, Tracey, *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields*. Journal of Mechanics and Physics of Solids, vol.17, p.201-217, (1969).
- [Ritchie 1985] Ritchie, *On macroscopic and microscopic analyses for crack initiation and crack growth toughness in ductile alloys*, Metallurgical Transactions A, Volume 16, Issue 2, pp 233-248 (1985)
- [Roberts 1970] M. J. Roberts. *Effect of transformation substructure on the strength and toughness of Fe-Mn alloys*. Metallurgical Transactions, 1(12) pp.3287-3294, (1970).

- [Rousselier 1981] G. Rousselier, *Three dimensionnal constitutive relations and ductile fracture. Symp. On three dimensionnal constitutive relations and fraction*, pp.197-226, (1981)
- [Saikaly 2001] W. Saikaly, L. Charrin, A. Charai, X. Bano, C. Issartel, *The effects of thermomechanical processing on the precipitation in an industrial dual-phase steel microalloyed with titanium*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 32, Issue 8, pp 1939–1947 (2001)
- [Sanz 1994] G. Sanz, G. Beranger, G. Henry, *Le livre de l'acier*, Ed Sc. Lavoisier (1994)
- [Scheil 1942] E. Scheil, Bemerkungen zur Schichtkristallbildung, International Journal of Materials Research, vol 34, pp.70 (1942)
- [Shojaei 1998] O.R. Shojaei, A. Karimi, *Comparison of mechanical properties of TiN thin films using nanoindentation and bulge test*, EPFL, Thin Solid Films 332, pp. 202-208 (1998)
- [Sneddon 1965] I. Sneddon, *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*, International Journal of Engineering Science, vol 3, Issue 1, pp.47-57 (1965)
- [Steninger 1982] J. Steninger, A. Melander, *The Relation between bendability, tensile properties and particle structure of low-carbon steel*, Scandinavian Journal of Metallurgy, vol 11, pp. 55-71. (1982)
- [Soyarslan 2012] C.Soyarslan, M.Malekipour, Gharbi A.E.Tekkaya, *A combined experimental-numerical investigation of ductile fracture in bending of a class of ferritic-martensitic steel*, International Journal of Solids and Structures, Vol 49, Issue 13, 15 June pp. 1608-1626 (2012),
- [Speich 1968] G. R. Speich and H. Warlimont. *Yield Strength and transformation substructure of low-carbon martensite*. Iron and Steel Institute, vol 206, pp.385–392, (1968).
- [Speich 1972] G.R. Speich, W.C. Leslie, *Tempering of steel*, Metallurgical Transactions, 3(5) pp. 1043-1054. (1972)
- [Speich 1992] G. R. Speich and K. A. Taylor. *Tempering of Ferrous Martensites*. In Martensite: A Tribute to Morris Cohen, ASM International, pp.243-276 (1992)
- [Srikanth 2013] S. Srikanth, P. Saravanan, Vinod Kumar, D. Saravanan, L. Sivakumar, S. Sisodia, K. Ravi, B. K. Jha, *Property Enhancement in Metastable 301LN Austenitic Stainless Steel through Strain-Induced Martensitic Transformation and its Reversion (SIMTR) for Metro Coach Manufacture*, International Journal of Metallurgical Engineering, pp.203-213 (2013),
- [Straffelini 2003] G. Straffelini, *Ductility of materials with ferritic matrix*, Materials Science and Engineering: A, vol. 342, pp. 251–57 (2003)
- [Subramanian 2016] S. V. Subramanian, M.Xiaoping, K. Rehman, H. Zurob, *On Control of Grain Coarsening of Austenite by Nano-Scale Precipitate Engineering of TiN-NbC Composite in Ti-Nb Microalloyed Steel*, Proceedings of the 6th International Conference on Recrystallization and Grain Growth pp. 119-124 (2016)

[Suito 2006] H. Suito, H. Ohta, *Characteristics of Particle Size Distribution in Early Stage of Deoxidation*, ISIJ international, Vol.1, pp 33-41, (2006)

[Swarr 1976] T. Swarr and G. Krauss. *The effect of structure on the deformation of as-quenched and tempered martensite in an Fe-0.2 pct C alloy*. Metallurgical Transactions A, 7(1): pp. 41-48, (1976)

[Takaki 2012] S. Takaki, K Luan, N. Nakada Strengthening Mechanism in Ultra Low Carbon Martensitic Steel, ISIJ International vol 52, pp.710-716 (2012)

[Taylor 1989] K. A. Taylor, L. Chang, G. B. Olson, G. D. W. Smith, M. Cohen, and J. B. Vander Sande. *Spinodal decomposition during aging of Fe-Ni-C martensites*. Metallurgical Transactions A, 20(12): pp.2717- 2737, (1989)

[TechScience 2018] <https://www.tec-science.com/material-science/steel-making/steel-semi-finished-products-continuous-ingot-casting/> (2018), consulté en septembre 2020

[Tekoglu 2015] C.Tekoğlu , J.W. Hutchinson, T. Pardoen, *On localization and void coalescence as a precursor to ductile fracture*. Philosophical transactions A 373 : 20140121 (2015)

[Thomas 2002] B. Thomas, J.H. Schmitt, *Durcissement des aciers – Mécanismes*. Techniques de l'ingénieur, Réf : M4340 v1 (2002)

[Tien 2019] Tian J, Qu TP, Chen KL, Xu Z, Wang DY. *Precipitation behaviour of TiN in Nb-Ti containing alloyed steel during the solidification process*. Ironmak Steelmak ;46(4): pp. 353-8, (2019)

[Tisza 2020] M. Tisza, *Development of Lightweight Steels for Automotive Applications*, Engineering Steels and High Entropy Alloys , pp.22, (2020)

[Turkdogan 1987] E.T Turkdogan, ISS steelmaking Proc.70, Pittsburgh, 29.3, pp. 399-416 (1987)

[Turkdogan 1998] E.T. Turkdogan, R.J. Fruehan, *Fundamentals of Iron and Steelmaking*, chapter 2, (1998)

[Tvergaard 1984] V. Tvergaard, A. Needleman, *Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar*. Acta Metallurgica et Materialia, vol.32, p.157-169, (1984).

[Vallellano 2008] C. Vallellano, D. Morales, F.J. Garcia-Lomas, *On the study of the effect of metal sheets*, Conference Numisheet, Interlaken, Switzerland, (2008).

[VDA 2017] Verband der Automobilindustrie (VDA), 238-100, Plate Bending Test For Metallic Materials, (2017)

[Walp 2007] M.S. Walp, *Impact dependent properties of advanced and ultra high strength steel*. SAE technical paper 2007-01-0342, (2007)

[Wang 2014] Y. Wang, J. X Yang and Y. Bao *Effects of non-metallic inclusions on machinability of free-cutting steels investigated by nanoindentation measurements*. Metallurgical and Materials Transactions A 46, pp. 281-292 (2014)

[Wang 2016] Wang J., Enloe C., Singh J., and Horvath C. *Effect of Prior Austenite Grain Size on Impact Toughness of Press Hardened Steel*, SAE International Journal of Materials and Manufacturing. 9 (2016)

[Wang 2020] *Mechanical properties of tempered martensite*, PhD Thesis, Monash University, Department of Materials Science and Engineering, Australia (2020) https://bridges.monash.edu/articles/thesis/Mechanical_Properties_of_Tempered_Martensite/12237605

[Wells 1964] M. G. H. Wells. *An electron transmission study of the tempering of martensite in an Fe-Ni-C alloy*. Acta Metallurgica, 12(4): pp.389–399, (1964)

[Williamson 1979] D. L. Williamson, K. Nakazawa, and G. Krauss. *A study of the early stages of tempering in an Fe-1.2 Pct alloy*. Metallurgical Transactions A, 10(9): pp.1351–1363, (1979)

[Windmann 2013] M. Windmann, A. Rottger, W. Theisen, *Phase formation at the interface between a boron alloyed steel substrate and an Al-rich coating*, Surface and Coatings Technology, Vol. 226, pp.130-139 (2013)

[Wu 2018] Y. X. Wu, W. W. Sun, M. J. Styles, A. Arlazarov, and C. R. Hutchinson. *Cementite coarsening during the tempering of Fe-C-Mn martensite*. Acta Materialia, 159: pp.209–224, (2018)

[Yamazaki 1995] Yamazaki, K., Oka, M., Yasuda, H., Mizuyama, Y., Tsuchiya, H., *Recent Advances in UHSS for automotive structural use*. Nippon steel technical report, n°64, pp 37-44. (1995)

[Yamazaki 2003] K. Yamazaki, *Current situation and properties of ultra high strength steel for automotive use in Japan*, La Revue de Metallurgie, pp.779 – 786. (2003),

[Yan 2006] W. Yan , Y.Y. Shan, and K. Yang , *Effect of TiN Inclusions on the Impact Toughness of Low-Carbon Microalloyed Steels*, Metallurgical and Materials transactions A, volume 37a, july (2006)

[Ying 2013] L. Ying, J. Lu, Y. Chang, X. Tang, P. Hu, K. Zhao, *Optimization evaluation test of strength and toughness parameters for hot-stamped high strength steels*. Journal of Iron and Steel Research International, vol 6. pp.20-51, (2013)

[Zener 1948] C. Zener, *Theory of strain interaction of solute atoms*, Physical review journals, 74, 639, (1948)

[Zou 1991] H. Zou, J. S. Kirkaldy, *Carbonitride precipitate growth in titanium/niobium microalloyed steels*, Metallurgical Transactions A, Vol. 22, Issue 7, pp 1511–1524 (1991)

RÉSUMÉ

La présente étude s'intéresse à l'optimisation de la composition chimique, de la microstructure, ainsi qu'au contrôle d'inclusions grossières de type Ti(C,N), sur des aciers martensitiques à haute résistance pour des applications automobiles.

Afin de faire varier la résistance mécanique et la propreté inclusionnaire, plusieurs aciers ont été élaborés en faisant varier les teneurs en carbone et en titane, puis traités thermiquement dans le but d'obtenir différentes tailles de grains et répartitions spatiales des carbures de fer. Il a été montré que la composition chimique (et principalement la teneur en carbone) est le paramètre de premier ordre influençant la résistance mécanique ainsi que la ductilité locale à rupture. La diminution de la taille de grain austénitique induit une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance à l'amorçage de fissure, ainsi que, dans une moindre mesure, de la résistance mécanique. Une température de revenu optimale a été déterminée, permettant une augmentation de la ductilité locale à rupture en n'engendrant qu'une faible diminution de la résistance mécanique, grâce à une distribution spatiale homogène des carbures de fer.

Une analyse thermodynamique a montré que l'augmentation de la teneur en carbone induit une sursaturation en titane dans le liquide inter-dendritique au front de solidification. Celle-ci dépend de la phase en présence donc de la composition chimique de l'alliage, favorisant la formation d'inclusions de type Ti(C,N) lors d'une solidification en austénite. L'augmentation de la teneur en titane au premier ordre, et en carbone au second ordre, augmente la densité spatiale d'inclusions. L'ajout de titane induit également un affinement des grains austénitiques, et ainsi des microconstituants de la martensite, bénéfique sur la résistance à l'amorçage de la rupture. Il existe donc une compétition entre l'effet délétère des inclusions et l'effet favorable de l'affinement de la microstructure.

L'anisotropie de la résistance à l'amorçage de fissure en pliage augmente avec la fraction surfacique d'inclusions, via les alignements de Ti(C,N) dus au laminage. Les essais de traction interrompus avant rupture sur éprouvettes entaillées ont permis d'observer le développement de l'endommagement. L'analyse plus fine de cette anisotropie a été réalisée grâce à des calculs sur cellule élémentaire. Pour ce faire, les modules d'Young de ces inclusions ont été déterminés via des essais de nano-indentation.

MOTS CLÉS

Acier à ultra-haute résistance, Martensite, Microalliage, Inclusion, Rupture ductile

ABSTRACT

The present study focuses on the optimization of the chemical composition, of the microstructure, and of the control of coarse Ti(C,N) inclusions, on high strength martensitic steels for automotive applications.

In order to vary the mechanical strength and inclusion cleanliness, laboratory steels were cast with various carbon and titanium contents, then heat treated to obtain different grain sizes and spatial distributions of iron carbides. From the obtained results, the chemical composition (mainly, the carbon content) is the first-order parameter influencing the mechanical strength as well as the local ductility at failure. Refining the parent austenite grains leads to an increase in yield strength, in the resistance to crack initiation and, to a lesser extent, in the ultimate tensile strength. An optimum temperature has been found, to increase the local ductility at fracture with only a small decrease in ultimate tensile strength.

A thermodynamic analysis showed that the increase in the carbon content induces a titanium supersaturation in the inter-dendritic liquid at the solidification front. This depends on the solid phase at the interface, and thus on the chemical composition of the alloy, favouring the formation of Ti(C,N) inclusions during solidification into austenite. Increasing the titanium content in the first order, and carbon in the second order, increases the spatial density of inclusions. The addition of titanium also induces a refinement of parent austenite grains, and thus of the martensite microconstituents, beneficial on the resistance to fracture initiation. There is therefore a competition between the deleterious effect of the inclusions and the favourable effect of the refinement of the microstructure.

The anisotropy in fracture initiation in bending is accentuated with the increase in the area fraction of inclusions, via the Ti(C,N) alignments due to rolling. The development damage was observed in tensile tests interrupted before failure on notched specimens. A more detailed analysis of this anisotropy was carried out using unit cell calculations. For this purpose, the Young's moduli of these inclusions were determined via nano-indentation tests.

KEYWORDS

Ultra-High Strength Steel, Martensite, Microalloying, Inclusion, Ductile fracture