



HAL
open science

Effet de la microstructure sur la transition ductile-fragile d'aciers inoxydables martensitiques emboutissables à chaud

Hélène Godin

► **To cite this version:**

Hélène Godin. Effet de la microstructure sur la transition ductile-fragile d'aciers inoxydables martensitiques emboutissables à chaud. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2018. Français. NNT : 2018PSLEM036 . tel-04416373

HAL Id: tel-04416373

<https://pastel.hal.science/tel-04416373>

Submitted on 25 Jan 2024

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

Effet de la microstructure sur la transition ductile-fragile d'aciers inoxydables martensitiques emboutissables à chaud

Soutenue par

Hélène GODIN

Le 10 décembre 2018

Ecole doctorale n° 432

Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Spécialité

Sciences et Génie des Matériaux

Composition du jury :

Damien FABRÈGUE

Professeur, INSA Lyon

Président

Stéphane GODET

Professeur, Université Libre de Bruxelles

Rapporteur

Benoît TANGUY

Ingénieur de recherche HDR, CEA Saclay

Rapporteur

Thomas PARDOEN

Professeur,
Université Catholique de Louvain

Examineur

Jean-Denis MITHIEUX

Ingénieur de recherche, Aperam

Examineur

Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON

Professeur, MINES ParisTech

Directrice de thèse

**Thèse confidentielle jusqu'au
9 décembre 2023**

Avant-propos

Cette thèse fut une expérience très riche et passionnante. J'ai notamment fait de très belles rencontres et je souhaite exprimer ma gratitude aux personnes qui ont contribué à la réussite de ce projet.

Mes pensées se tournent en premier lieu à ma directrice de thèse Anne-Françoise Gourgues que je remercie sincèrement pour sa disponibilité, ses encouragements et son enthousiasme. Tu es passionnée et pédagogue. Tu m'as énormément appris pendant ces trois années.

J'aimerais remercier Jean-Denis Mithieux qui a encadré mes travaux de thèse à Aperam. Ton avis était précieux et tes remarques toujours très justes. Cela a été un réel plaisir de travailler à tes côtés. Je pense aussi à Guillaume Badinier qui a encadré le début de ma thèse. Je te dois beaucoup car c'est toi qui m'as appris les bases de la métallurgie et qui m'as donné envie de faire de la recherche. Merci à Coralie Parrens, qui a pris le relais dans mon encadrement, pour ton aide et ton investissement.

J'exprime ma gratitude à l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont montré pour ce travail ainsi que leurs conseils et leurs commentaires pertinents et constructifs. J'aimerais commencer par remercier Stéphane Godet et Benoît Tanguy d'avoir accepté d'être rapporteurs. Je remercie également Damien Fabrègue qui m'a fait l'honneur de présider le jury et Thomas Pardoën.

Ces travaux de thèse faisaient partie d'un projet impliquant l'Université Catholique de Louvain via la thèse d'Alvise Miotti Bettanini encadré par Thomas Pardoën, Laurent Delannay et Pascal Jacques. Merci pour nos échanges qui ont été très enrichissants et bénéfiques à l'avancement de mes travaux.

Jacques Besson a aussi contribué à ce travail grâce à l'aide précieuse qu'il m'a apporté en mécanique et en simulation numérique. Un très grand merci à Vladimir Esin pour m'avoir formé à Thermo-Calc et au dépouillement des spectres de diffraction sur FullProf. Je remercie le Laboratoire Léon Brillouin et Florence Porcher pour les mesures de diffraction des neutrons.

Ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide précieuse de Fabrice Lejeune qui m'a tout appris sur les préparations métallographiques et qui m'a aidé à la réalisation des traitements thermiques. Je tiens aussi à remercier Samuel Tachel pour les répliques et la texture, Virginie Beck pour le sigma-mètre et la DRX et Pascal Legrand pour les essais Charpy. Plus généralement, je remercie toutes les personnes du Centre de Recherche d'Isbergues qui font de ce centre un endroit unique et convivial.

De nombreuses personnes m'ont été d'une grande aide au Centre des Matériaux. Je remercie René Cluzet pour l'usinage des éprouvettes ; Abdennour Meddour et Régis Clément pour m'avoir aidé à la réalisation des essais de traction ; Stéphanie Dang pour la corrélation d'images ; Lynh-Thy Tran-Hoang pour les mesures à la microsonde ; Fabrice Gaslain pour l'EBSD et enfin Mohamed Sennour pour les observations au MET.

J'ai eu la chance de partager le bureau B107 avec Alexandre, Lucie et Hubert qui m'ont très bien accueillie, puis Frank, Nicolas et Chloé avec qui j'ai passé de très bons moments. Je pense aussi aux derniers arrivés, Adrien, Constance, Nicolas et Romain.

J'ai aussi rencontré des personnes incroyables avec qui j'ai partagé des moments inoubliables. Merci à Kévin Ardon, Mickael, Victor, Kévin Barrière, Raphael, Aurélien, Liliana, Antoine, Vincent et William.

Je remercie également ma famille pour tous les encouragements, les conseils et le soutien qu'elle m'apporte.

Enfin, je dédicace ce travail à Gabriel, je n'en serais pas là aujourd'hui sans toi. Merci pour tout le bonheur et le soutien que tu m'apportes chaque jour.

Hélène Godin

À Gabriel,

Notations

Paramètres thermodynamiques et métallurgiques

Ac_1 [°C]	Température de début de transformation de la ferrite en austénite
a_γ [m]	Paramètre de maille de l'austénite
C_0	Teneur nominale en carbone
C_{Fe_3C}	Fraction massique de carbone dans la cémentite
$C_{M_{23}C_6}$	Fraction massique de carbone dans les carbures $M_{23}C_6$
$C_{Nb(C,N)}$	Fraction massique de carbone dans les carbonitrides Nb(C,N)
$C_{\alpha'+\gamma}$	Concentration en carbone dans la matrice martensitique
C_γ	Concentration en carbone dans l'austénite primaire
D	Coefficient de diffusion
d_γ	Diamètre moyen des grains d'austénite primaire
F_{Fe_3C}	Fraction de cémentite
$f_{M_{23}C_6}$	Fraction de carbures $M_{23}C_6$
$f_{Nb(C,N)}$	Fraction de carbonitrides Nb(C,N)
f_α	Fraction de ferrite
$f_{\alpha'}$	Fraction de martensite
f_γ	Fraction d'austénite
l [m]	Longueur de diffusion
M_f [°C]	Température de fin de transformation martensitique
M_s [°C]	Température de début de transformation martensitique
Q [kJ/mol]	Energie d'activation
R [kJ/mol]	Constante des gaz parfaits
T [°C]	Température
t [s]	Temps
T_0 [°C]	Température d'équilibre thermodynamique entre la martensite et l'austénite
T_q [°C]	Température de trempe
x_{Al}	Concentration massique en aluminium
x_C	Concentration massique en carbone
x_{Cr}	Concentration massique en chrome
x_{Mn}	Concentration massique en manganèse
x_{Ni}	Concentration massique en nickel

A [m] Distance entre carbures

Paramètres mécaniques

$\varepsilon_{\text{épaisseur}}^p$	Déformation plastique vraie dans l'épaisseur
$\varepsilon_{\text{largeur}}^p$	Déformation plastique vraie dans la largeur
$\varepsilon_{\text{longueur}}^p$	Déformation plastique vraie dans la longueur
A	Allongement maximum réparti
A_g	Allongement à rupture
d [m]	Distance entre le site d'amorçage et l'entaille
d_0 [m]	Distance initiale entre deux atomes
E [GPa]	Module d'Young
n_i	Coefficient d'érouissage instantané
p	Déformation plastique cumulée
r	Coefficient de Lankford
R	Loi d'érouissage isotrope
$R_0, Q_1, b_1, Q_2, b_2, H$	Paramètres des lois de comportement
R_m [MPa]	Résistance mécanique
$R_{p0,2}$ [MPa]	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation
U_a	Energie d'amorçage
U_p	Energie de propagation
γ_s [J/m ²]	Energie nécessaire à la création d'une surface libre
ε	Déformation
ε_p	Déformation plastique
θ	Taux d'érouissage
ν	Coefficient de poisson
σ [MPa]	Contrainte
σ_{eq} [MPa]	Contrainte de von Mises
σ_F [MPa]	Contrainte critique de clivage
σ_m [MPa]	Contrainte moyenne
σ_{th} [MPa]	Contrainte théorique de séparation des plans atomiques
σ_y [MPa]	Limite d'élasticité

Abréviations

DRX	Diffraction des Rayons X
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction - Diffraction des électrons rétrodiffusés
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectrometry - Spectrométrie à dispersion d'énergie des Rayons X
EU1	Eprouvette double-entaillée en U
EU1a	Eprouvette double-entaillée en U maintenue dans des coquilles de maintien
EV45	Eprouvette double-entaillée en V
GOS	Grain Orientation Spread - Désorientation moyenne au sein d'un grain
KA60	Eprouvette Kahn
KS	Relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs
LLB	Laboratoire Léon Brillouin
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique à Transmission
NW	Relations d'orientation de Nishiyama-Wassermann
ODF	Orientation Distribution Function - Fonction de distribution des orientations cristallines
OPS	Suspension de silice colloïdale
RKR	Ritchie, Knott et Rice
SL	Sens long

ST	Sens travers
STC	Sens travers court
TR6	Eprouvette lisse de traction, de largeur 6 mm
TR7	Eprouvette lisse de traction, de largeur 7 mm
TRIP	TRansformation Induced Plasticity - Plasticité induite par transformation
TTDF	Température de Transition Ductile-Fragile
α	Ferrite
α'	Martensite
γ	Austénite

Table des matières

Introduction	9
Chapitre 1 : Etude bibliographique.....	13
1. Microstructure des aciers martensitiques	17
1.1. Rappels	17
1.1.1. Les aciers inoxydables.....	17
1.1.2. La transformation martensitique.....	17
1.1.3. Morphologie des aciers martensitiques	20
1.1.4. Redistribution des atomes de carbone	23
1.2. Microstructures développées pour augmenter la fraction d'austénite	26
1.3. Influence sur la microstructure de l'ajout de niobium dans la composition chimique	28
2. Résilience et transition ductile-fragile des aciers martensitiques	30
2.1. La rupture par clivage dans les aciers martensitiques	30
2.2. L'effet de la taille du grain d'austénite primaire sur la température de transition ductile-fragile	32
2.3. L'effet de l'austénite résiduelle sur la résilience des aciers martensitiques	33
3. Objectifs de l'étude et démarche adoptée.....	36
Chapitre 2 : Influence de la composition chimique et du traitement thermique sur la microstructure des aciers inoxydables martensitiques étudiés	37
1. Microstructure de référence.....	41
1.1. Composition chimique et microstructure à l'état recuit	41
1.2. Microstructure après le traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud.....	44

1.2.1.	Traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud	44
1.2.2.	Analyse des phases et des précipités de la microstructure	45
1.2.3.	Taille de la microstructure.....	56
2.	Influence de la teneur en niobium sur la microstructure	59
2.1.	Composition chimique et microstructure de la nuance B à l'état recuit.....	59
2.2.	Analyse de la microstructure B-950-TAS	61
2.2.1.	Phases et carbures.....	61
2.2.2.	Taille de la microstructure.....	65
3.	Influence des paramètres du traitement d'austénitisation sur la microstructure.....	67
3.1.	Traitement thermique	67
3.2.	Analyse de la microstructure A-1000-TAS	68
3.2.1.	Matrice et carbures	68
3.2.2.	Taille de la microstructure.....	71
4.	Influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure.....	73
4.1.	Traitements thermiques	73
4.2.	Analyse des microstructures A-950-SP et A-950-TE.....	74
5.	Conclusion.....	79
Chapitre 3 : Résilience et transition ductile-fragile des microstructures de l'étude		81
1.	Démarche et procédure expérimentale	85
2.	Résilience de la microstructure de référence.....	86
2.1.	Courbes de transition ductile-fragile	86
2.2.	Mécanismes de rupture.....	87
3.	Influence de la teneur en niobium sur la résilience	94
3.1.	Courbes de transition ductile-fragile	94
3.2.	Mécanismes de rupture.....	95
4.	Influence des conditions d'austénitisation sur la résilience.....	98
4.1.	Courbes de transition ductile-fragile	98
4.2.	Mécanismes de rupture.....	99
5.	Influence de la vitesse de refroidissement lors de la transformation martensitique sur la résilience.....	101
5.1.	Courbes de transition ductile-fragile	101
5.2.	Mécanismes de rupture.....	102
6.	Discussion	104
7.	Conclusion.....	106
Chapitre 4 : Propriétés mécaniques et critère de rupture fragile par clivage		107
1.	Principe de l'approche locale de la rupture	111
2.	Propriétés mécaniques	111

2.1.	Procédures expérimentales	111
2.2.	Résultats des essais de traction sur éprouvettes lisses	114
2.2.1.	Comportement élastoplastique à température ambiante	114
2.2.2.	Comportement élastoplastique à basses températures	117
2.2.3.	Mécanismes de rupture	121
2.3.	Résultats des essais sur éprouvettes Kahn	123
2.4.	Essais de traction sur éprouvettes double-entaillées	125
2.4.1.	Résultats des essais à température ambiante	125
2.4.2.	Résultats des essais à basses températures	130
2.5.	Conclusion sur les essais de traction	139
3.	Analyse mécanique des conditions d’amorçage de la rupture par clivage	139
3.1.	Lois de comportement	140
3.2.	Résultats des simulations	142
3.3.	Détermination des contraintes critiques de clivage	148
3.4.	Discussion	151
4.	Conclusion	152
Chapitre 5 : Etude du lien résilience-microstructure à l’aide de microstructures modèles		155
1.	Elaboration et caractérisation de nouvelles microstructures	159
1.1.	Elaboration de nouvelles microstructures	159
1.1.1.	Elaboration d’une microstructure avec moins de carbures de chrome	159
1.1.2.	Modifications de la répartition des atomes de carbone dans la microstructure	160
1.1.3.	Chemins de refroidissement complexes afin d’étudier la stabilisation de l’austénite résiduelle	161
1.2.	Analyses microstructurales	162
1.2.1.	Les microstructures C-950-TAS et C-950-TE	162
1.2.2.	Les microstructures obtenues par traitements thermiques à la Gleeble	167
1.2.3.	Les microstructures A-1000-TE, A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250	168
1.3.	Discussion sur la stabilité de l’austénite résiduelle et sur la précipitation de cémentite pendant le refroidissement	168
2.	Résilience	173
2.1.	Transition ductile-fragile	173
2.1.1.	Effet de la teneur en carbone dans la matrice martensitique sur la résilience	173
2.1.2.	Effet de la précipitation de cémentite sur la résilience	173
2.1.3.	Effet de la vitesse d’un refroidissement continu sur la résilience	174
2.1.4.	Effet d’un refroidissement complexe sur la résilience	175
2.2.	Discussion sur les liens microstructure-résilience	175
3.	Conclusion	177
Conclusions et perspectives		179

Annexes	185
Annexe A : Propreté inclusionnaire	187
Annexe B : Protocole expérimental des mesures par diffraction des neutrons	188
Annexe C : Texture	189
Références bibliographiques.....	191

Introduction

Contexte industriel

L'industrie automobile cherche à alléger les véhicules, notamment en diminuant l'épaisseur des pièces, afin de diminuer leur consommation en carburant. Pour diminuer l'épaisseur des pièces tout en gardant les mêmes propriétés d'usage, il est nécessaire d'augmenter leur résistance mécanique. L'un des procédés très utilisés à ce jour pour fabriquer des pièces en acier très résistantes mécaniquement et à géométrie relativement complexe est l'emboutissage à chaud. L'acier est chauffé à haute température pour l'austénitiser puis l'emboutissage à chaud permet de mettre en forme et de tremper la pièce en une seule étape. La trempe se fait dans les outils de presse refroidis, ce qui permet d'obtenir une vitesse de refroidissement élevée. Ce procédé permet de produire des pièces en acier martensitique avec une résistance mécanique comprise entre 1000 MPa et 2000 MPa (Figure I. 1).

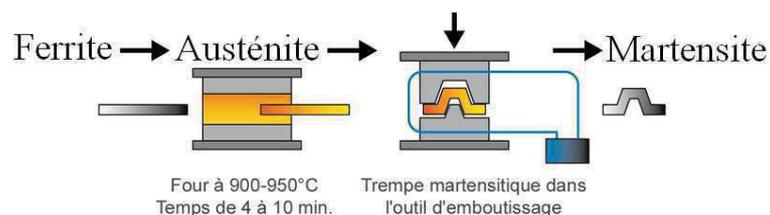


Figure I. 1 : Illustration schématique de l'emboutissage à chaud. D'après [Arc01].

Les aciers inoxydables martensitiques présentent de réels avantages par rapport aux aciers au carbone, notamment par rapport aux aciers de composition 22MnB5 couramment utilisés pour ces applications automobiles. Pour commencer, ils sont auto-trempants donc moins sensibles à la vitesse de trempe ; il n'est pas nécessaire d'atteindre la valeur minimale de 27°C/s préconisée pour les aciers de type 22MnB5 pour réaliser une transformation martensitique complète. Il y a alors une plus grande flexibilité lors du procédé d'emboutissage à chaud. Il est possible, en outre, de sortir la pièce des outils de la presse avant qu'elle atteigne la température ambiante. De plus, les aciers inoxydables présentent

de meilleures propriétés que les aciers au carbone équivalents, notamment en fatigue [Bad2017] [San2015] et en résistance à la corrosion (pas de nécessité d'un revêtement).

C'est dans ce contexte que l'entreprise Aperam a développé des nuances d'acier inoxydable martensitique emboutissables à chaud de la famille AISI 410. Ces aciers pourraient par exemple être proposés aux constructeurs automobiles pour certaines pièces destinées à l'absorption d'énergie (Figure I. 2). Parmi les propriétés requises, la résilience est un indicateur de la capacité à absorber l'énergie d'un crash [Mit2013]. Cependant, ces aciers présentent des microstructures complexes et les liens entre la microstructure et la rupture fragile de ces aciers ne sont pas encore très bien compris. En particulier, la vitesse de trempe après l'emboutissage à chaud influence fortement la résilience et la transition ductile-fragile de ces aciers.



Figure I. 2 : Pièces de la caisse en blanc anti-intrusion en rouge et pièces destinées à l'absorption d'énergie en gris [Arc02].

L'objectif industriel de cette étude est d'améliorer la compréhension de l'effet de la microstructure sur la transition ductile-fragile des aciers inoxydables martensitiques emboutissables à chaud, en vue d'aider à la conception de nouveaux alliages pour application automobile.

Cette thèse fait partie d'un projet qui implique aussi l'Université Catholique de Louvain, via la thèse d'Alvise Miotti Bettanini. Les travaux d'Alvise Miotti Bettanini portent sur la rupture ductile et les propriétés en pliage de ces nuances [Mio2018].

Contexte scientifique et objectifs de l'étude

L'influence de la microstructure sur la transition ductile-fragile des aciers inoxydables martensitiques 0,1%C n'est pas entièrement comprise à ce jour. Bien que l'influence de la microstructure sur les transitions ductile-fragile des aciers cryogéniques, des aciers maraging ou des aciers martensitiques 9%Cr soit assez bien documentée (comme on le verra dans le Chapitre 1), ce n'est pas le cas des aciers inoxydables martensitiques de la famille AISI 410.

Les microstructures des nuances étudiées sont complexes car elles présentent plusieurs constituants dans la matrice (notamment ferrite, martensite) et plusieurs types de carbures. De plus, il y a présence d'austénite résiduelle dans ces microstructures. De nombreuses publications montrent l'effet bénéfique de l'austénite résiduelle sur la résilience des aciers martensitiques. Ces dernières années, de nouvelles compositions chimiques et de nouveaux traitements thermiques (par exemple le traitement « Quenching and Partitioning ») ont d'ailleurs été développés afin d'augmenter la fraction d'austénite résiduelle dans les aciers martensitiques et ainsi d'améliorer leurs propriétés mécaniques. Il est aussi possible d'augmenter la fraction d'austénite résiduelle par auto-revenu en diminuant la vitesse de refroidissement après le traitement d'austénitisation. Cependant, l'influence de l'auto-revenu sur la fraction d'austénite résiduelle et la transition ductile-fragile des aciers martensitiques est peu documentée. Les aciers inoxydables étant auto-trempants, ils sont particulièrement adaptés pour

étudier l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résilience sans devoir prendre en compte la transformation bainitique (ce qui n'est pas le cas des aciers de type 22MnB5).

L'objectif scientifique de ces travaux est d'améliorer la compréhension de l'effet de la microstructure sur la transition ductile-fragile d'aciers inoxydables martensitiques, notamment de mettre en évidence le rôle essentiel de l'austénite résiduelle.

La démarche générale consiste à relier les caractéristiques microstructurales aux transitions ductile-fragile de ces aciers. Pour ce faire, plusieurs microstructures ont été élaborées en faisant varier la composition chimique (notamment la teneur en niobium), le traitement d'austénitisation (traitement simulant l'emboutissage à chaud) ou la vitesse de trempe. Une analyse quantitative détaillée des microstructures est effectuée et les transitions ductile-fragile de ces microstructures sont caractérisées par des essais Charpy. Afin de mieux comprendre les valeurs de résilience, l'approche locale de la rupture est utilisée pour déterminer les contraintes critiques de clivage de cinq microstructures plus particulièrement étudiées.

Pour définir plus précisément les objectifs de cette étude, une synthèse bibliographique sur la transition ductile-fragile des aciers martensitiques a été menée ; elle fait l'objet du premier chapitre de ce mémoire. Les objectifs et la démarche de l'étude sont précisés à la fin de ce premier chapitre.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Ces dernières années, il y a eu de nombreuses recherches ayant pour objectif d'optimiser les propriétés mécaniques des aciers martensitiques.

Ce chapitre établit l'état de l'art en ce qui concerne la résistance à la rupture. Il se décompose en deux parties. La première traite de quelques rappels sur la transformation martensitique puis décrit les microstructures récemment développées pour augmenter la fraction d'austénite résiduelle. De plus, l'influence de l'ajout de niobium dans la composition chimique est abordée. La deuxième partie traite plus particulièrement de la rupture fragile et de la transition ductile-fragile des aciers martensitiques. Les effets de la taille de grain de l'austénite primaire et l'influence de l'austénite résiduelle sont particulièrement détaillés.

Enfin, les objectifs des travaux de thèse sont définis plus précisément, en liens avec les points d'interrogation des recherches actuelles. La démarche de l'étude est précisée à l'issue de ce chapitre.

Chapitre 1

Etude bibliographique

1. Microstructure des aciers martensitiques	17
1.1. Rappels	17
1.1.1. Les aciers inoxydables.....	17
1.1.2. La transformation martensitique.....	17
1.1.3. Morphologie des aciers martensitiques	20
1.1.4. Redistribution des atomes de carbone	23
1.2. Microstructures développées pour augmenter la fraction d'austénite	26
1.3. Influence sur la microstructure de l'ajout de niobium dans la composition chimique	28
2. Résilience et transition ductile-fragile des aciers martensitiques	30
2.1. La rupture par clivage dans les aciers martensitiques	30
2.2. L'effet de la taille du grain d'austénite primaire sur la température de transition ductile-fragile	32
2.3. L'effet de l'austénite résiduelle sur la résilience des aciers martensitiques	33
3. Objectifs de l'étude et démarche adoptée.....	36

1. Microstructure des aciers martensitiques

1.1. Rappels

1.1.1. Les aciers inoxydables

Un acier inoxydable contient un taux minimum de 10,5 pds.% de chrome et un taux maximal de 1,2 pds.% de carbone. Au contact de l'air et à température ambiante, il se forme une couche passive d'oxyde de chrome à la surface du matériau. Cette couche auto-régénérante confère aux aciers inoxydables de bonnes propriétés de résistance à la corrosion. Il existe quatre grandes familles d'aciers inoxydables qui sont les aciers martensitiques, les aciers ferritiques, les aciers austénitiques, et les aciers duplex (austéno-ferritiques).

Les aciers inoxydables martensitiques permettent d'obtenir une bonne résistance à la corrosion tout en ayant une résistance mécanique élevée. Les applications sont variées : construction mécanique, outillage, coutellerie, usage à chaud... [Lac1990] Parmi les différents types de nuances existantes, les nuances de cette étude font partie des 12%Cr dits « améliorés ». Ce sont des aciers inoxydables martensitiques comportant des éléments d'alliage comme le vanadium, le molybdène, le tungstène, le silicium, le niobium ou le titane. L'objectif est d'optimiser certaines propriétés du matériau comme la résistance à chaud, la résistance au fluage ou la résilience [Lac1990]. Ces éléments ont un effet sur la précipitation de carbures. Ces éléments d'alliage étant généralement alphagènes, il est important d'ajouter des éléments gammagènes comme le carbone, le nickel ou le cobalt. En effet, il faut suffisamment d'éléments gammagènes pour assurer une austénitisation totale autour de 1000°C car les nuances de l'étude sont destinées à être mise en forme par emboutissage à chaud [Kar2010].

1.1.2. La transformation martensitique

Dans le cas des aciers, la martensite est une phase métastable obtenue en trempant l'austénite, qui est stable à haute température. La transformation est displacive, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de diffusion pendant la transformation. La martensite a la même composition chimique que l'austénite. Le terme *martensite* n'est pas utilisé uniquement pour les aciers. Certaines transformations displacives sont qualifiées de transformations martensitiques dans le cas d'alliages non ferreux, de métaux purs ou même de céramiques et d'alliages non métalliques [Ols1992].

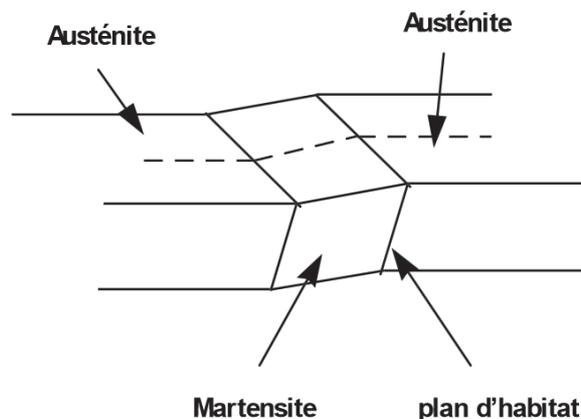


Figure 1. 1 : Apparition de l'interface austénite/martensite appelée plan d'habitat [Han2010].

Lors de la transformation martensitique, l'interface entre l'austénite et la martensite est un plan invariant appelé plan d'habitat (Figure 1. 1). D'après le modèle de Bain [Bai1924], lors de la transformation de l'austénite (cubique à faces centrées) en martensite (cubique centrée), il y a une compression de la maille dans la direction [001], et une expansion dans les directions [110] et $\bar{1}\bar{1}0$ de la maille de l'austénite (Figure 1. 2).

De plus, les atomes de carbone qui étaient dans les sites interstitiels octaédriques de la maille cfc distordent la maille cc (Figure 1. 3). Les atomes de carbone se placent de manière ordonnée dans une direction préférentielle, ce qui confère à la martensite une structure quadratique centrée.

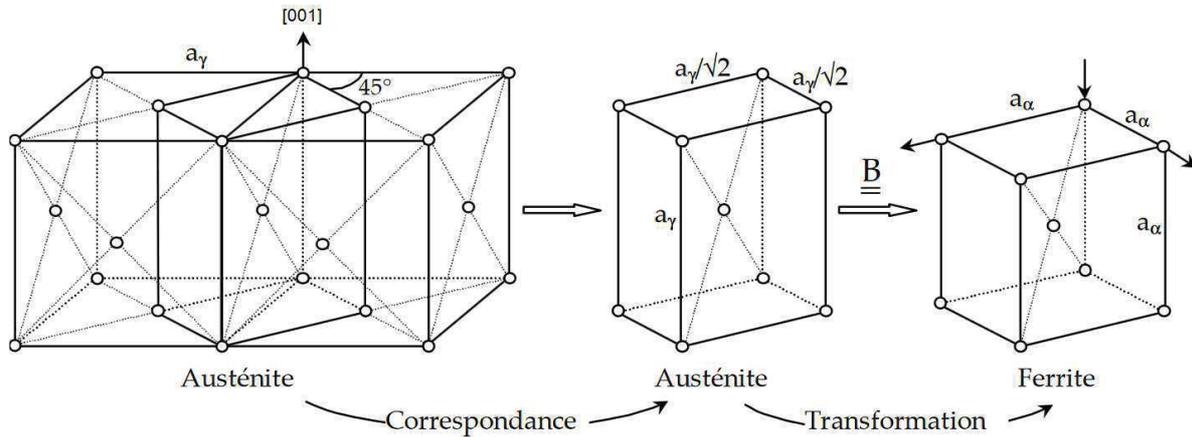


Figure 1. 2 : Transformation de Bain [Lam2001].

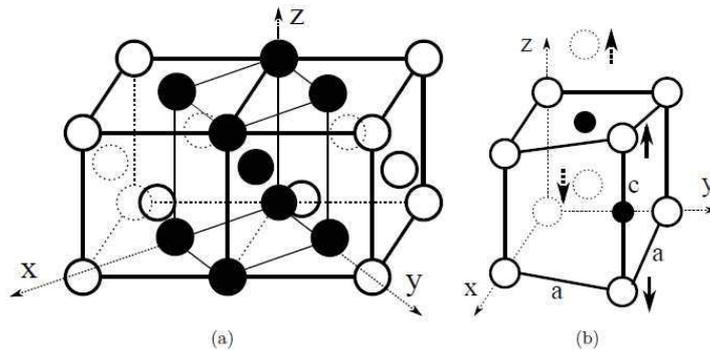


Figure 1. 3 : Illustration schématique a) de la correspondance de Bain où les cercles noirs représentent la position des atomes dans la future maille cc et les cercles blancs représentent les atomes restants dans la maille cfc et b) de la tétragonalité de la maille cc induite par les atomes de carbone (en noir) situés sur les sites interstitiels de la maille cfc [Bad2013].

La tétragonalité de la martensite est mesurée expérimentalement par le quotient $\frac{c}{a}$ où c représente le paramètre de maille dans la direction [001], et a représente le paramètre de maille dans les directions $[110]_\gamma$ et $\bar{1}\bar{1}0]_\gamma$ (correspondant à $[100]_\alpha$ et $[010]_\alpha$). Cette valeur est reliée au taux de carbone (Eq. 1.1) [Win1962]. L'équation Eq.1.1 est déterminée pour des aciers Fe-Ni-C.

$$\frac{c}{a} = 1,000 + 0,045(pds. \%C) \quad (\text{Eq. 1. 1})$$

D'après les théories phénoménologiques de la transformation martensitique, le changement de réseau de l'austénite vers la martensite peut être décomposé en trois contributions (Figure 1. 4 a) :

- une déformation homogène du réseau (déformation de Bain B de la Figure 1. 2),
- un mécanisme d'accommodation « à réseau invariant P » (par glissement des dislocations ou maillage) qui permet la relaxation des contraintes et d'assurer la compatibilité de l'interface (absence de déformation dans le plan d'habitat),

- une rotation de corps rigide R pour que le plan d'habitat ne soit pas tourné pendant la transformation.

La déformation macroscopique induite par la transformation martensitique a un coefficient de cisaillement d'environ 0,22 (qui dépend du système d'accommodation) et une dilatation de l'ordre de quelques pourcents ($\approx 0,03$) dans la direction normale au plan d'habitat (Figure 1. 4 b) [Lub2009].

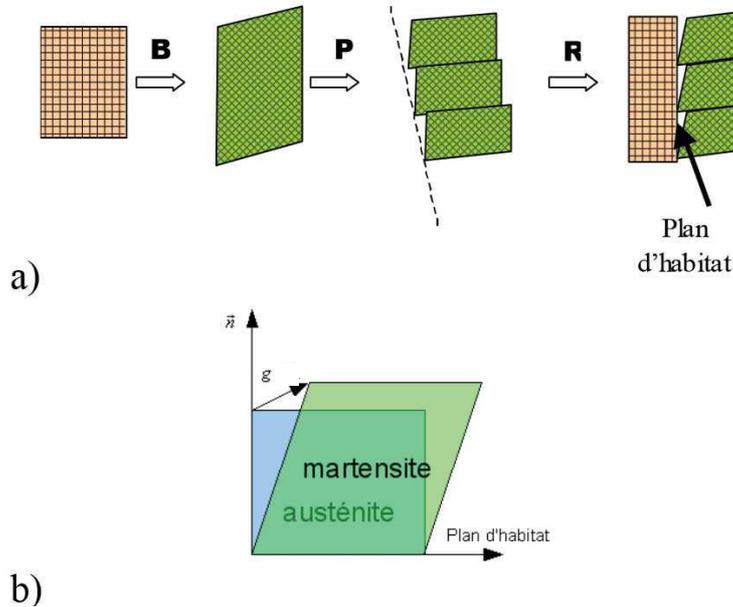


Figure 1. 4 : a) Décomposition de la transformation martensitique dans la théorie phénoménologique, b) cisaillement cristallographique du plan d'habitat [Pet2006].

Il existe des relations d'orientation entre la martensite et l'austénite mère. Il y a 24 éléments de symétrie dans une structure cubique, ce qui induit 24 correspondances possibles entre le cristal de la martensite et de l'austénite mère donc 24 variants cristallographiques. La correspondance de Bain induit une rotation de 45° autour de l'axe $[001]$. En réalité, les relations d'orientation correspondent aux minima d'énergie de germination et conduisent aux relations établies par exemple par Kurdjumov-Sachs (KS) et Nishiyama-Wassermann (NW) :

$$\begin{aligned} \text{KS} &: (111)_\gamma // (110)_\alpha \quad [\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha \\ \text{NW} &: (111)_\gamma // (110)_\alpha \quad [11\bar{2}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}0]_\alpha \end{aligned}$$

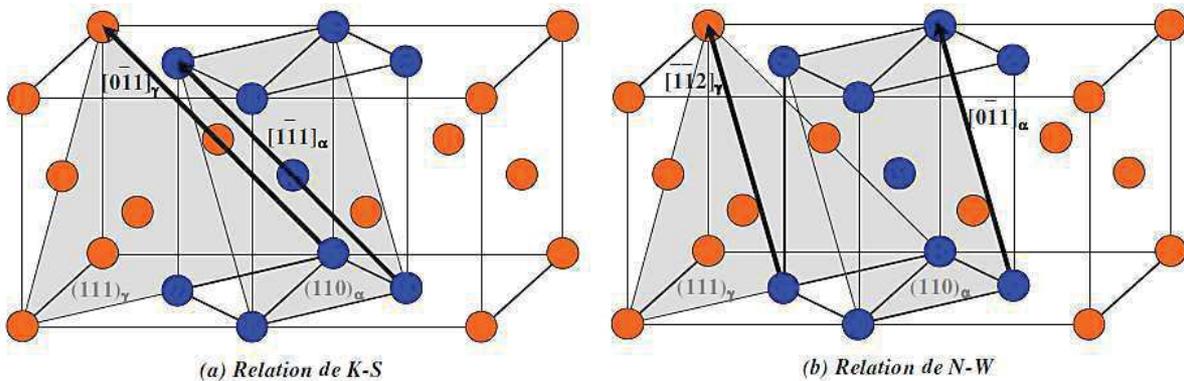


Figure 1. 5 : Illustration des relations a) de KS et b) de NW [Lub2009].

Dans ce cas précis, les plans denses de l'austénite sont parallèles aux plans denses de la martensite (Figure 1. 5). Dans le cas des relations KS, une direction dense de l'austénite est parallèle à une direction dense de la martensite. Il y a donc 24 relations d'orientation différentes. Dans le cas des

relations NW, une direction $[112]_{\gamma}$ de l'austénite est parallèle à une direction $[1\bar{1}0]_{\alpha}$ de la martensite. Les 24 variants sont confondus deux à deux et il y a donc 12 relations d'orientation possibles. De plus, l'écart angulaire entre les relations KS et NW est de $5,3^{\circ}$.

1.1.3. Morphologie des aciers martensitiques

La transformation martensitique ne commence pas à la température T_0 , température d'équilibre thermodynamique entre la martensite et l'austénite (de même composition chimique) mais elle débute à une température M_s inférieure à T_0 (Figure 1. 6). Ceci est dû à deux contributions énergétiques résistantes : la création d'interfaces entre l'austénite et la martensite et l'énergie de déformation nécessaire à l'accommodation du changement de forme induit par la transformation martensitique. En l'absence d'un chargement mécanique appliqué, la différence des enthalpies libres entre l'austénite et la martensite à la température M_s constitue l'énergie motrice pour la transformation martensitique.

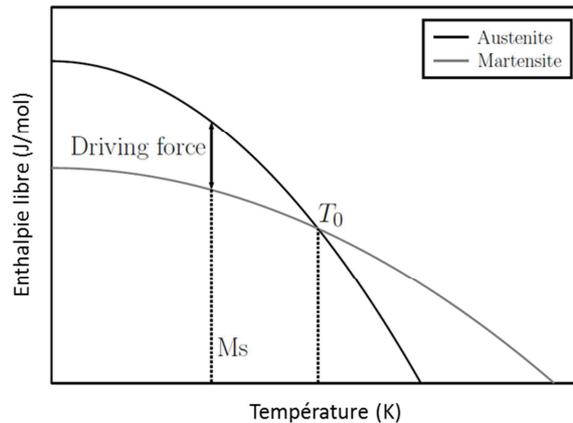


Figure 1. 6 : Variations des enthalpies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température. D'après [Nis1978].

La transformation de phase de l'austénite vers la martensite induit des contraintes internes qui sont accommodées par des mécanismes de relaxation comme le glissement des dislocations et/ou le maclage. Cela est lié à la température M_s [Kra1999] :

- il y a glissement des dislocations dans les alliages aux températures M_s élevées,
- il y a maclage dans les alliages aux températures M_s faibles.

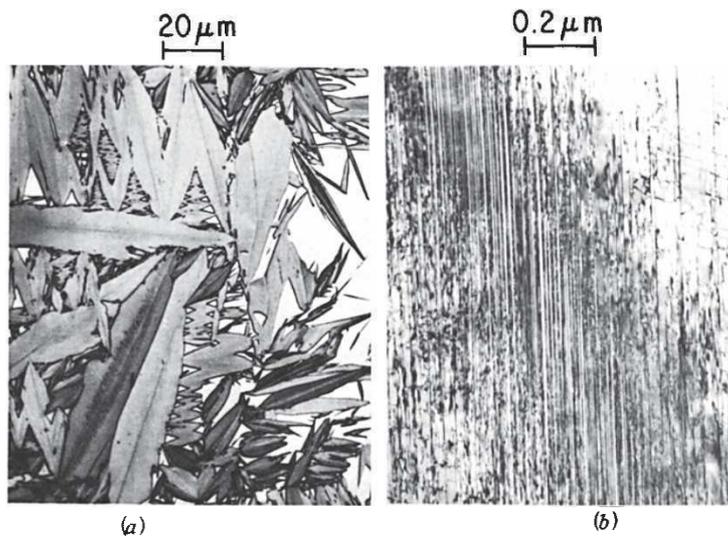


Figure 1. 7 : Plaquettes de martensite d'un alliage Fe-30%Ni a) au microscope optique et b) macles au microscope électronique en transmission (MET) [Spr1972].

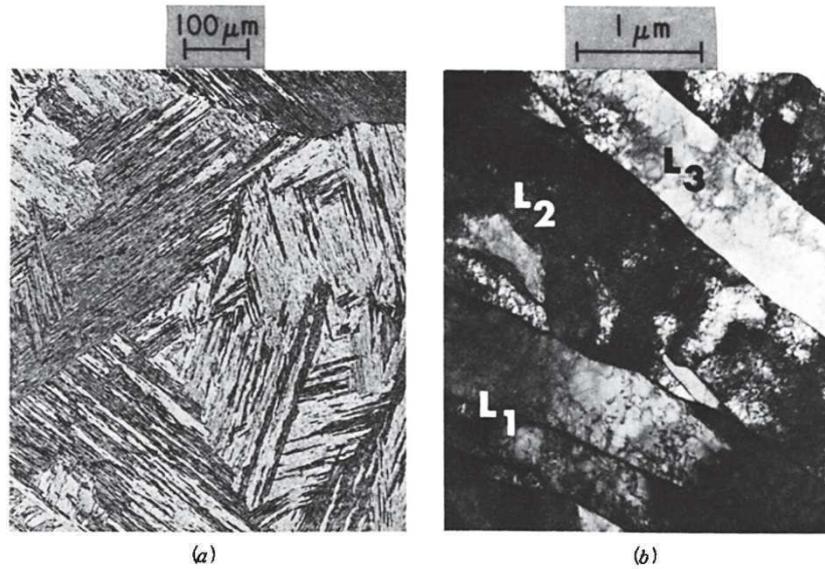


Figure 1. 8 : Lattes de martensite d'un acier avec 0,02% C et 2% Mn a) au microscope optique et b) au MET. L1, L2 et L3 représentent différentes lattes [Spr1972].

Par conséquent, la température M_s influe également sur la morphologie de la martensite. En effet, la martensite est en forme de plaquettes dans le cas où il y a maclage (Figure 1. 7) et la martensite est en forme de lattes dans le cas où la déformation se fait par glissement des dislocations (Figure 1. 8) [Joh1965]. Il existe des microstructures qui mélangent lattes et plaquettes. Il s'agit de martensite mixte.

Dans le cas de la morphologie en lattes, la martensite est constituée d'un ensemble de lattes parallèles appelées paquets. Il peut y avoir plusieurs paquets dans un même ancien grain austénitique. Au sein de ces paquets, les lattes de martensite d'orientations similaires (avec une désorientation cristallographique inférieure à 15°) correspondent à un bloc (Figure 1. 9). Marder et Krauss ont noté que l'épaisseur des lattes de martensite peut varier de $0,025 \mu\text{m}$ à $2,25 \mu\text{m}$ [Mar1969]. De plus, les dislocations internes aux lattes sont principalement des dislocations vis.

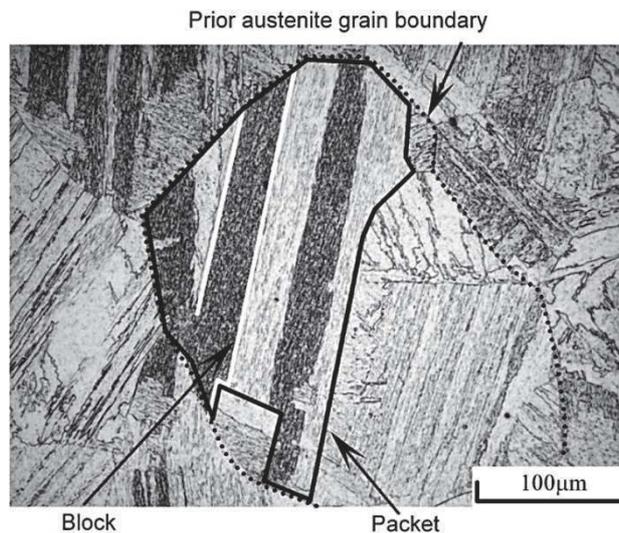


Figure 1. 9 : Micrographie optique d'un acier montrant la présence de plusieurs paquets et plusieurs blocs dans un ancien grain austénitique [Mor2006].

Les nuances considérées dans cette étude ont une morphologie en lattes. Dans la suite de cette revue bibliographique, les structures en lattes seront donc plus particulièrement analysées.

La température M_s dépend principalement de la composition chimique de l'alliage. Dans la littérature, de nombreuses formules empiriques sont proposées pour estimer la température M_s en fonction de la composition chimique. Par exemple, Capdevila et al. proposent d'estimer la température M_s avec l'équation suivante [Cap2002]¹ :

$$M_s (K) = 764,2 - 302,6C - 30,6Mn - 16,6Ni - 8,9Cr + 2,4Mo - 11,3Cu + 8,58Co + 7,4W - 14,5Si \quad (\text{Eq. 1.2})$$

où les symboles des éléments représentent le taux (en pds.%) des éléments. Le carbone est l'élément qui influence le plus la valeur de la température M_s . En plus de la composition chimique, la taille de grain austénitique, la vitesse de trempe ou la pré-déformation de l'austénite peuvent faire varier la température M_s [Tsa2002].

La transformation martensitique est athermique, c'est-à-dire que la fraction volumique de martensite formée dépend uniquement de la température et non du temps. Koistinen et Marburger ont déterminé une équation empirique reliant la fraction volumique de martensite formée à la température de trempe T_q en fonction de la température M_s [Koi1959] :

$$f_{\alpha'} = 1 - e^{-\alpha(M_s - T_q)} \quad (\text{Eq. 1.3})$$

avec $f_{\alpha'}$ la fraction de martensite à la température T_q . Le paramètre α de l'équation de Koistinen-Marburger a été déterminé expérimentalement sur des aciers au carbone avec très peu d'éléments d'alliage. Dans leur étude, la constante α est de 0,011.

L'équation de Koistinen-Marburger montre que la formation de martensite n'est pas toujours complète à la température ambiante, conduisant à la présence d'austénite résiduelle à la fin de la trempe. Cela a été vérifié expérimentalement avec différents aciers martensitiques (Figure 1. 10). Dans le cas des martensites en lattes, l'austénite résiduelle se situe entre les lattes de martensite sous forme de films très fins (quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur) (Figure 1. 11).

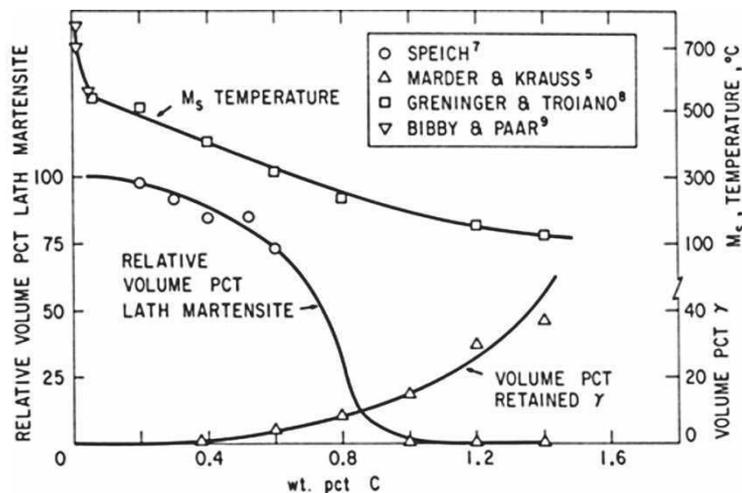


Figure 1. 10 : Evolution de la température M_s , de la fraction volumique de martensite en lattes et en plaquettes et la fraction volumique d'austénite résiduelle à la température ambiante en fonction du taux de carbone [Spr1972].

En toute rigueur, $f_{\alpha'}$ n'atteint jamais 1 dans l'équation Eq. 1.3. La température de fin de transformation M_f est mesurée expérimentalement quand la fraction de martensite atteint 95 ou 99%. D'après Maresca et al. [Mar2018], tous les aciers martensitiques présentent des films d'austénite résiduelle entre les

¹ Equation valide pour les compositions (en pds.%) : $0,001 \leq C \leq 1,65$; $Mn \leq 3,76$; $Si \leq 3,40$; $Cr \leq 17,9$; $Ni \leq 27,2$; $Mo \leq 5,10$; $V \leq 4,55$; $Co \leq 30,0$; $Al \leq 1,10$; $W \leq 12,9$; $Cu \leq 0,98$; $Nb \leq 0,23$; $B \leq 0,0010$; $0,0001 \leq N \leq 0,060$

lattes de martensite mais leur présence est souvent méconnue à cause de l'épaisseur très fine de ces films et de la difficulté à les observer.

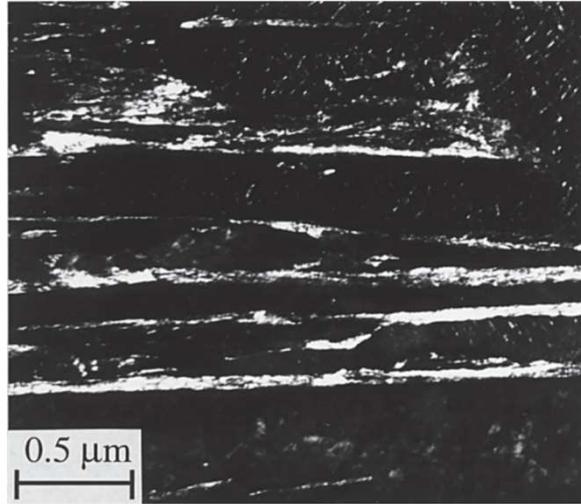


Figure 1. 11 : Image MET en champ sombre d'un acier 4130. L'austénite correspond aux bandes blanches [Kra1999].

1.1.4. Redistribution des atomes de carbone

Les atomes de carbone peuvent diffuser vers les défauts cristallins pendant la trempe [Bad2017bis]. Ce phénomène est appelé auto-revenu. Il y a alors une ségrégation des atomes de carbone aux dislocations et aux interfaces entre les lattes de martensite. A cause du champ de contraintes entourant les dislocations, les sites interstitiels près des dislocations vis sont des sites de plus faible énergie pour les atomes de carbone comparés aux autres sites interstitiels. Ceci est dû à l'expansion de la taille des sites interstitiels près des dislocations [Spr1972]. Il est estimé que la densité de dislocations est autour de 10^{12} à 10^{13} cm^{-2} dans le cas des martensites en lattes brutes de trempe [Spe1969]. Une grande fraction d'atomes de carbone peut donc ségréger aux dislocations dans le cas où la température M_s est élevée. Speich, à partir de mesures de résistivité électrique, a calculé que presque 90% des atomes de carbone ségrégent aux dislocations et aux interfaces entre les lattes dans le cas des aciers martensitiques contenant moins de 0,2 pds.%C [Spe1969]. D'après Hutchinson et al. [Hut2011], même après une trempe très rapide, les atomes de carbone sont principalement ségrégés aux dislocations et la concentration d'atomes de carbone véritablement en solution solide dans les sites interstitiels ne dépasse pas 0,02 pds.%.

La fraction d'austénite résiduelle dépend aussi de la vitesse de trempe (Figure 1. 12) [Bao2014] [Li2018]. Sherman et al. [She2007] ont observé plus d'austénite résiduelle avec une vitesse de trempe modérée (55°C/s) qu'avec une vitesse de trempe élevée (560°C/s) dans un acier² dont la température M_s est de 380°C. Les atomes de carbone peuvent plus facilement diffuser aux interfaces austénite/martensite pour les faibles vitesses de trempe et ainsi favoriser la présence d'austénite résiduelle. D'après Huang et al. [Hua2016], pendant une trempe, l'austénite résiduelle n'est pas stabilisée par un enrichissement uniforme de l'austénite en carbone, à cause de la faible distance de diffusion des atomes de carbone. Cependant, l'austénite résiduelle peut être stabilisée par un enrichissement local aux interfaces austénite/martensite. En effet, si les joints de grains de l'austénite primaire sont des sites de germination de la martensite au début de la transformation martensitique, ce sont ensuite les interfaces austénite/martensite qui deviennent des sites de germination. L'enrichissement local en carbone de ces interfaces empêche la transformation martensitique d'avoir lieu au niveau de ces joints de lattes. Par conséquent, ce sont les défauts d'empilement dans l'austénite (Figure 1. 13), issus du cisaillement de la transformation martensitique qui deviennent les sites de

² Fe-1,31C-3,20Si (pds.%)

germination de la transformation martensitique. Ce changement de sites de germination retarde la transformation martensitique et favorise la présence de films d'austénite résiduelle.

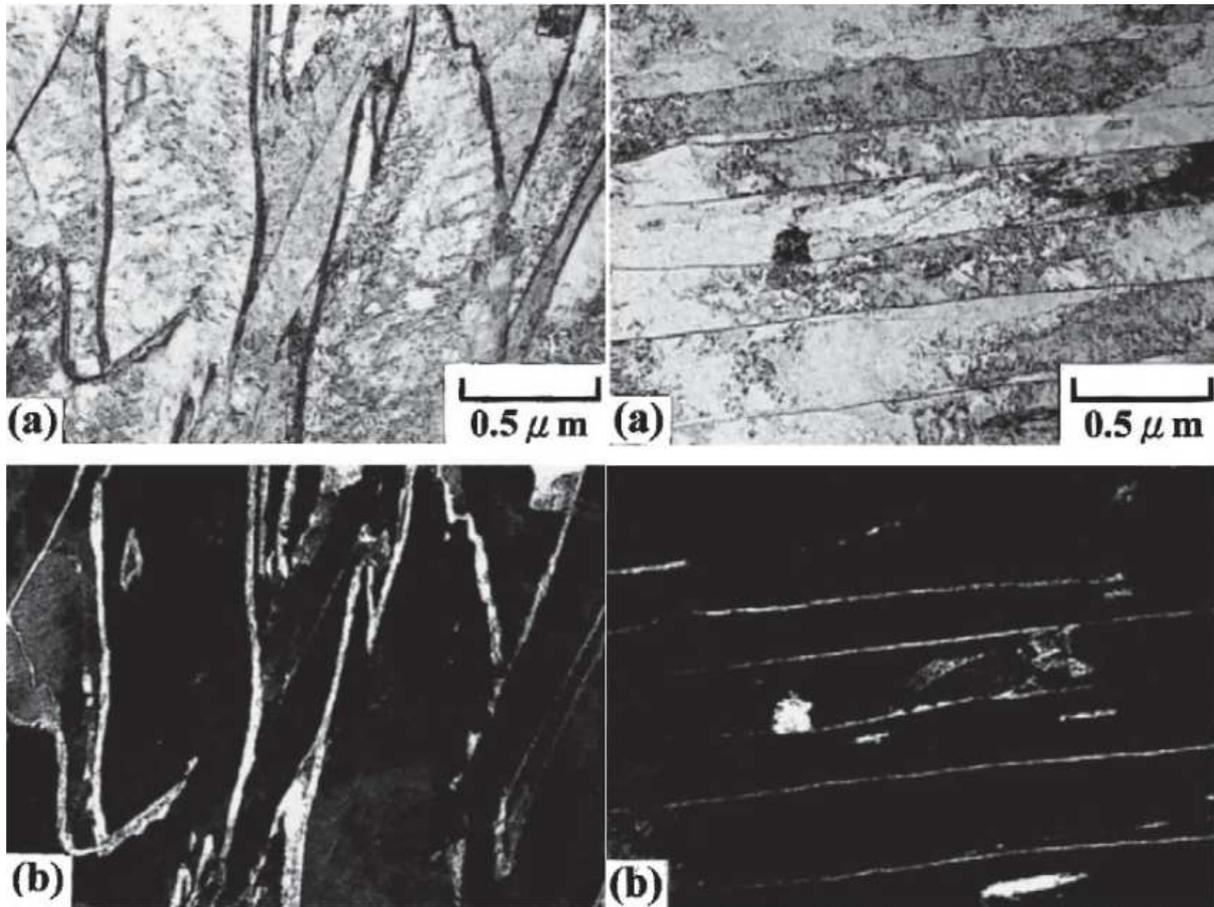


Figure 1. 12 : Images MET de l'austénite résiduelle a) en champ clair et b) en champ sombre d'un acier inoxydable martensitique AISI 410³ après un refroidissement de 0,5°C/s à gauche et de 100°C/s à droite [Tsa2002].

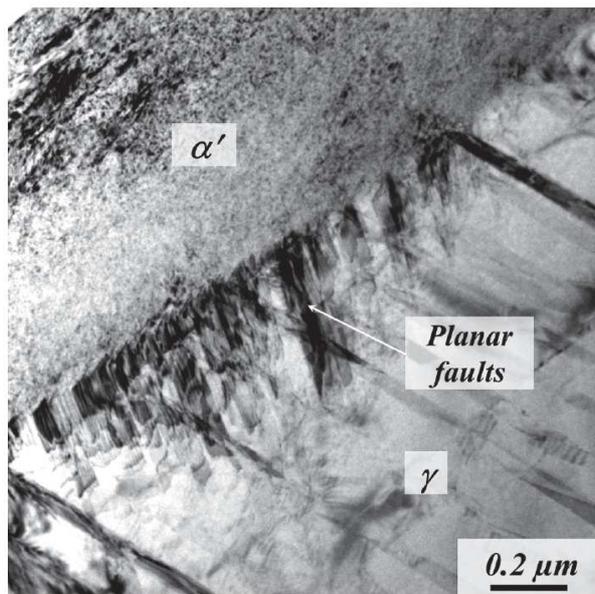


Figure 1. 13 : Image MET d'un acier inoxydable⁴ avec 45% de martensite [Hua2016].

³ Fe-0,12C-12,80Cr-0,006S-0,02Mo-0,33Si-0,04Cu-0,01Sn-0,44Mn-0,12Ni-0,01Al-0,031N-0,023P (pds. %)

⁴ Fe-15Cr-1Mo-0,38N-0,3C (pds.%)

La méthode la plus utilisée depuis quelques années pour observer la répartition des atomes de carbone dans les aciers martensitiques est la sonde atomique tomographique. Les travaux de Lerchbacher et al. [Ler2012] confirment que pour un acier X38CrMoV5 trempé avec des vitesses comprises entre 0,25°C/s et 30°C/s, il y a une ségrégation importante des atomes de carbone au niveau des dislocations. De plus, les films d'austénite résiduelle sont enrichis en carbone. La Figure 1. 14 montre la cartographie des atomes de carbone pour un échantillon refroidi à 10°C/s. La cartographie révèle trois régions avec deux interfaces riches en carbone qui sont supposées être des films d'austénite résiduelle. Les atomes de carbone situés entre les deux interfaces sont fortement ségrégués, formant d'après Lerchbacher et al. des atmosphères de Cottrell à proximité des dislocations dans la latte de martensite [Wil2000].

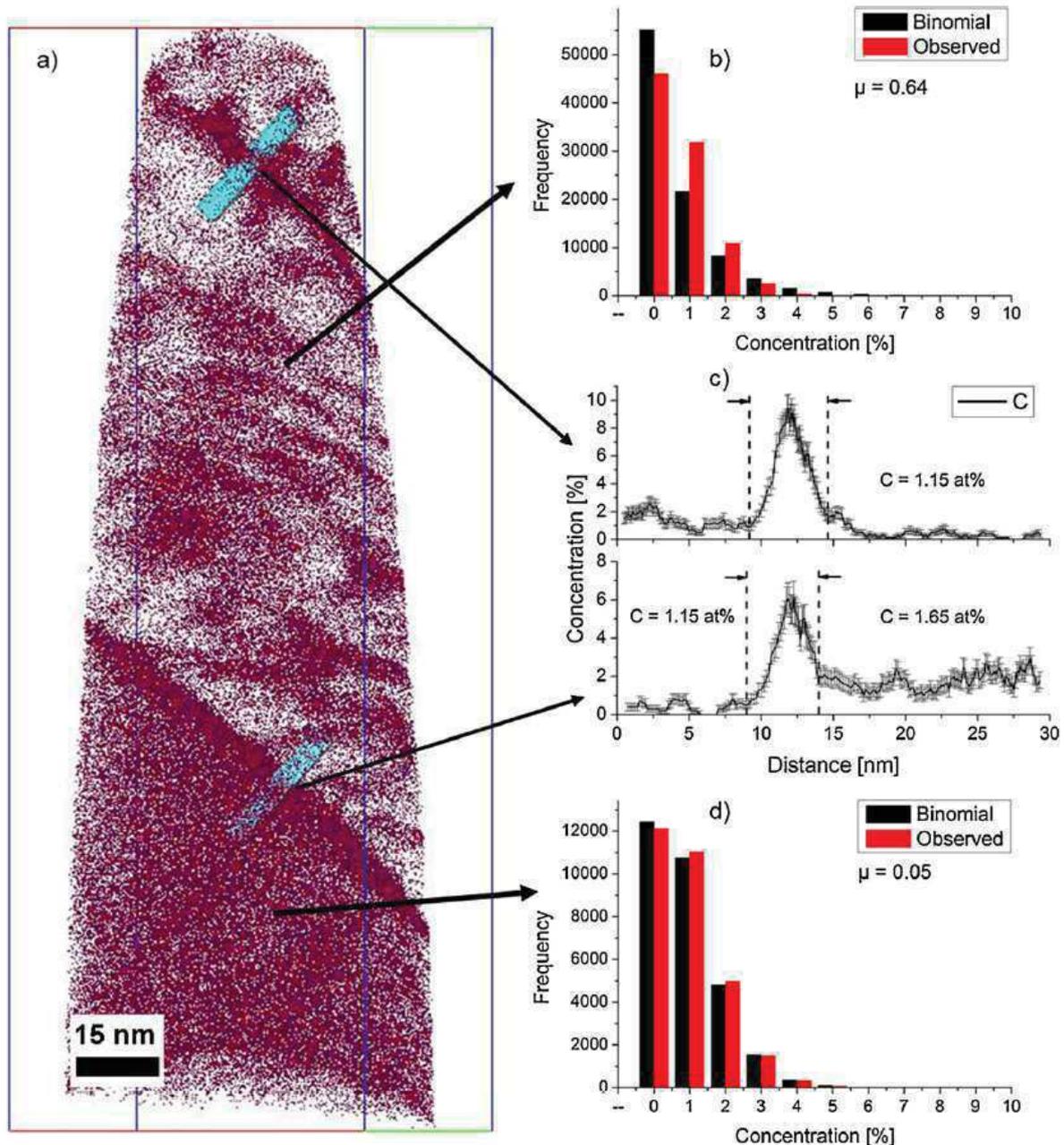


Figure 1. 14 : a) Cartographie des atomes de carbone (81x82x240nm³), b) et d) distribution des atomes de carbone et c) profils de concentration en carbone à travers les films d'austénite résiduelle (5x5x30nm³) [Ler2012].

De plus, pour des vitesses de trempe suffisamment faibles, des carbures peuvent précipiter au cours de cette même trempe. La précipitation par auto-revenu se traduit généralement par la formation de cémentite (Figure 1. 15). La cémentite obtenue par auto-revenu de la martensite se différencie de la

cémentite issue de la bainite inférieure par le nombre de ses variants dans une latte donnée. La cémentite dans la bainite inférieure ne précipite que dans une direction. Les particules de cémentite sont donc toutes parallèles les unes aux autres, contrairement à la cémentite dans les aciers martensitiques qui précipite selon plusieurs directions dans une latte donnée [Nis2013]. Il faut préciser que la précipitation de cémentite a aussi lieu dans les aciers inoxydables [Mol2013] [Hua2018]. Cependant, dans les aciers inoxydables, la cémentite n'a pas comme stœchiométrie Fe_3C mais M_3C avec $M=Fe,Cr$. D'après les travaux de Chakraborty et al. [Cha2015] sur un acier inoxydable martensite AISI 410, le rapport Fe/Cr mesuré en EDX (spectrométrie à dispersion d'énergie des rayons X) sur la cémentite est de 4,7.

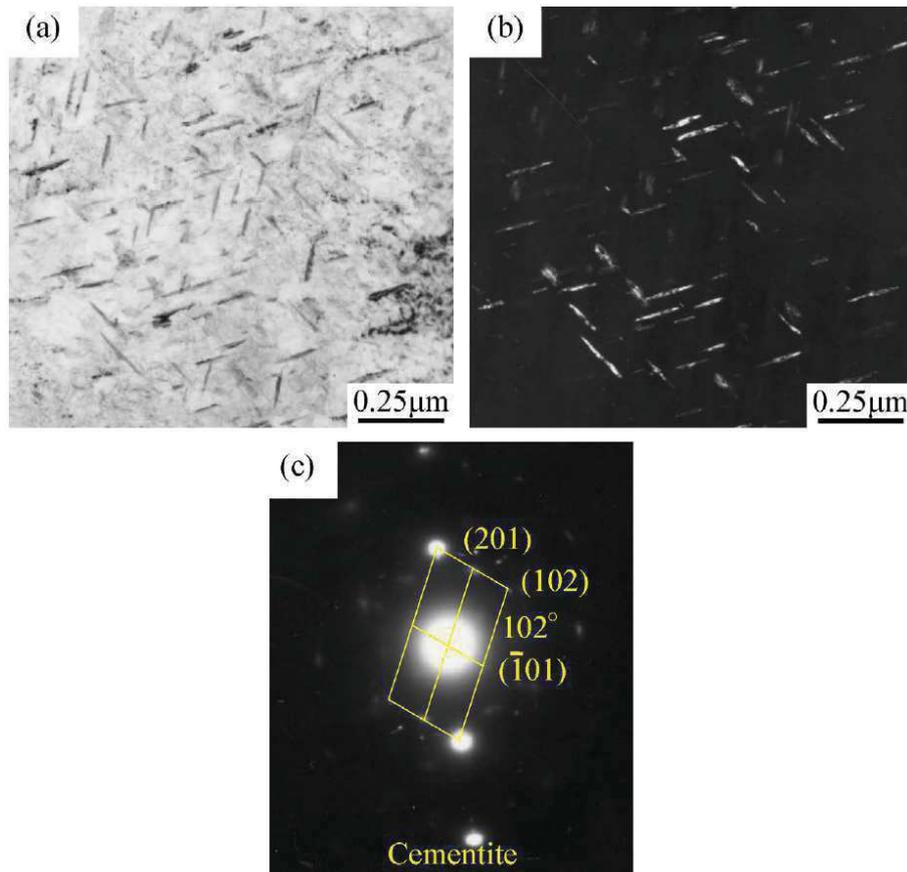


Figure 1. 15 : Images MET de la cémentite dans une latte d'un acier martensitique trempé sous-pressé⁵ a) en champ clair, b) en champ sombre et c) figure de diffraction de la cémentite [Nis2013].

1.2. Microstructures développées pour augmenter la fraction d'austénite

La présence d'austénite dans la microstructure des aciers martensitiques peut permettre d'améliorer certaines propriétés mécaniques (allongement, résilience, résistance à la fragilisation par l'hydrogène...) [Mar2018]. Sandvik et Wayman [San1983] ont observé une augmentation de la densité de dislocations dans la martensite à proximité de l'austénite résiduelle. D'après Zhang et al. [Zha2011] et Qin et al. [Qin2015], en plus de l'effet bénéfique de la présence d'austénite sur les propriétés mécaniques grâce à l'effet TRIP (Transformation Induced Plasticity), l'austénite résiduelle permet d'améliorer la ductilité de la martensite en « absorbant » les dislocations situées dans la martensite au voisinage de l'austénite pendant la déformation. Ces dernières années, de nombreuses études ont été menées afin de favoriser la présence d'austénite stable thermiquement dans les aciers martensitiques. Il y a actuellement deux types d'aciers martensitiques présentant des fractions relativement élevées d'austénite, allant jusqu'à 30%.

⁵ Fe-0,21C-0,22Si-1,20Mn-0,0015B-0,021Ti-0,20Cr

Il y a d'abord les aciers dits maraging. En effectuant, après la trempe, un traitement de revenu approprié dans le domaine ($\alpha+\gamma$), généralement autour de 600°C, on peut favoriser l'apparition d'austénite de réversion [Nak2018]. La morphologie de l'austénite peut varier, elle est parfois inter-lattes et parfois intra-lattes [Vis2005]. Ces aciers contiennent des teneurs élevées en nickel [Pam1972] ou en manganèse [Wan2014]. Pendant le traitement de revenu, la diffusion du nickel ou du manganèse dans l'austénite permet de la stabiliser à température ambiante [Raa2013]. Dans les aciers maraging, l'augmentation de la fraction d'austénite de réversion engendre une diminution de la limite d'écoulement à 0,2% de déformation plastique ($R_{p0,2}$) et de la résistance mécanique. Cependant, ces aciers présentent aussi une forte augmentation du taux d'érouissage et de l'allongement à rupture grâce à l'effet TRIP, ainsi qu'une augmentation de la ténacité [Sch2010].

Dans le cas des aciers destinés à être mis en forme par emboutissage à chaud, le traitement Quenching and Partitioning (Q&P) permet de stabiliser de grandes quantités d'austénite résiduelle par l'enrichissement en carbone de l'austénite [Zhu2018] [Spe2004]. Le traitement Q&P consiste à arrêter la trempe à une température QT comprise entre M_s et M_f afin d'interrompre la transformation martensitique et ensuite de réaliser un traitement de partitioning à une température PT pendant lequel les atomes de carbone en solution solide dans la martensite vont diffuser dans l'austénite non transformée et la stabiliser à température ambiante (Figure 1. 16) [Gou2013]. De plus, les contraintes hydrostatiques induites par la transformation martensitique et appliquées sur l'austénite résiduelle participent à sa stabilisation [All2018]. D'après Xiong et al. [Xio2013], la stabilité mécanique de l'austénite dépend de son enrichissement en carbone mais aussi de sa morphologie. L'austénite résiduelle est plus stable mécaniquement si elle est sous forme de films inter-lattes de faible épaisseur que si elle est globulaire.

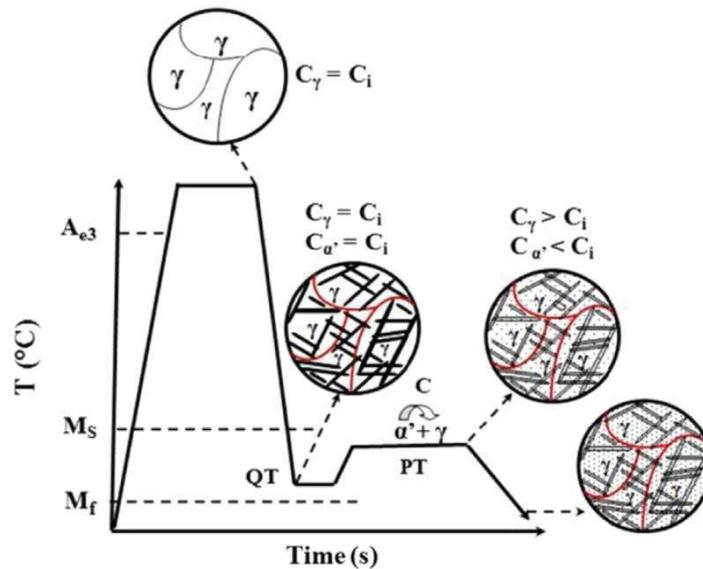


Figure 1. 16 : Illustration schématique du traitement Q&P [Mah2014].

Si la température QT est prise trop élevée ou si le traitement de partitioning n'est pas assez long ou à une température suffisamment élevée, la formation de martensite fraîche est possible pendant le refroidissement final. En effet, dans ce cas, la quantité d'atomes de carbone ayant diffusé dans l'austénite est insuffisante pour la stabiliser complètement [Mol2013]. Cela dégrade généralement les propriétés mécaniques [Huy2017]. De plus, la précipitation de carbures pendant le traitement de partitioning diminue la quantité d'atomes de carbone disponibles pour stabiliser l'austénite résiduelle [Lin2018].

Le traitement Q&P permet d'améliorer considérablement les propriétés d'allongement à rupture sans trop détériorer la résistance mécanique [Seo2016]. Dans le cas d'un acier AISI 410, les propriétés

mécaniques sont optimisées avec une fraction d'austénite résiduelle de 15% (QT = 240°C et PT = 450°C) [Tsu2012]. De nombreuses études ont été réalisées pour optimiser le traitement Q&P sur l'acier 22MnB5 [Liu2011]. La composition chimique a été légèrement modifiée, par exemple avec l'ajout de silicium afin d'éviter la précipitation de cémentite pendant le traitement de partitioning ou avec l'ajout de chrome pour stabiliser l'austénite résiduelle [Lin2018]. Les allongements à rupture obtenus peuvent atteindre 17% contre 6% pour l'acier 22MnB5 juste trempé à l'eau [Seo2014].

Au vu des résultats intéressants obtenus avec le traitement Q&P, quelques études ont été réalisées sur l'influence de la vitesse de refroidissement sur la fraction d'austénite résiduelle, considérant un refroidissement lent comme un « dynamic partitioning ». Ceci n'est possible que pour des nuances avec une température M_s suffisamment élevée pour que les atomes de carbone puissent largement diffuser une fois qu'une quantité significative de martensite est déjà formée. Pour une nuance 0,19C-1,5Si-1,6Mn, la diminution de la vitesse de refroidissement de 10°C/s à 0,05°C/s permet d'augmenter la fraction d'austénite résiduelle de 10% à 13% et permet un gain en allongement à rupture de 18,5% à 25% [Bao2014] [Li2018]. Cependant, l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résilience n'est pas mentionnée.

Un autre paramètre permet d'augmenter la fraction d'austénite résiduelle. D'après Hidalgo et al. [Hid2016], diminuer la taille de grain de l'austénite primaire favorise la stabilisation d'austénite résiduelle à température ambiante car diminuer la taille de grain engendre une diminution de la température M_s due au durcissement de l'austénite.

1.3. Influence sur la microstructure de l'ajout de niobium dans la composition chimique

Une des nuances qui seront présentées dans le Chapitre 2 contient du niobium. L'effet du niobium sur la microstructure a été très étudié dans la littérature car il permet d'améliorer considérablement les propriétés mécaniques (résistance mécanique, résilience...).

L'ajout de niobium permet de diminuer la taille de la microstructure en diminuant la mobilité des joints de grains par effet de traînage de solutés ou par effet d'épinglage de Zener. L'effet de traînage de solutés peut avoir lieu si le niobium est en solution solide. La taille de l'atome de niobium étant plus grande que celle du fer, les atomes de niobium ont tendance à ségréger aux niveaux des joints de grains où la distance entre atomes est plus grande pour réduire leur énergie libre. Les déplacements des joints de grains sont alors ralentis car les atomes de niobium accompagnent le joint de grains par diffusion provoquant une diminution de sa mobilité [Wu2015]. L'effet d'épinglage de Zener peut avoir lieu si le niobium est sous forme de carbures NbC. Les précipités exercent une force d'ancrage antagoniste au déplacement du joint. Il peut alors y avoir un épinglage local du joint qui peut bloquer sa migration [Sta1948].

En ce qui concerne les aciers martensitiques, le niobium joue un rôle sur la taille de la microstructure finale à deux étapes, pendant l'élaboration et pendant la mise en forme. Dans un premier temps, le niobium retarde la recristallisation et le grossissement des grains après la recristallisation (dans le finisseur et pendant l'étape de recuit après le laminage à froid) soit par effet de traînage de solutés soit par effet d'épinglage sur les joints de grains [Hut2008]. L'ajout de niobium permet d'obtenir un acier ferritique à l'état recuit avec une taille de grain plus petite. De plus, pendant le traitement d'austénitisation qui suit (pendant l'emboutissage à chaud), les atomes de niobium ou les carbures retardent aussi le grossissement des grains d'austénite primaire [Min2014].

Jian et al. ont étudié l'effet du niobium sur la taille de grain de l'austénite primaire d'un acier 22MnB5 (Figure 1. 17) [Jia2015]. L'ajout d'environ 0,025 pds.% permet de diviser par presque deux la taille de grain.

La diminution de la taille du grain d'austénite primaire permet d'obtenir une microstructure martensitique après la trempe avec des tailles de blocs, de paquets et des largeurs de lattes plus petites [Wan2008]. De plus, l'ajout de niobium a un impact sur les orientations des lattes de martensite. Les microstructures avec niobium possèdent des lattes qui ont des orientations morphologiques plus variées que les microstructures sans niobium, qui possèdent des paquets de lattes très parallèles les unes aux autres (Figure 1. 18) [Mis2013].

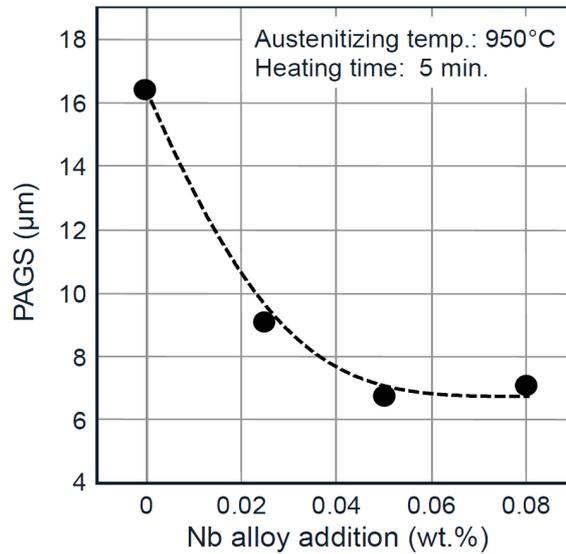


Figure 1. 17 : Influence de la teneur en niobium sur la taille de grain de l'austénite primaire (PAGS) d'un acier 22MnB5 [Jia2015].

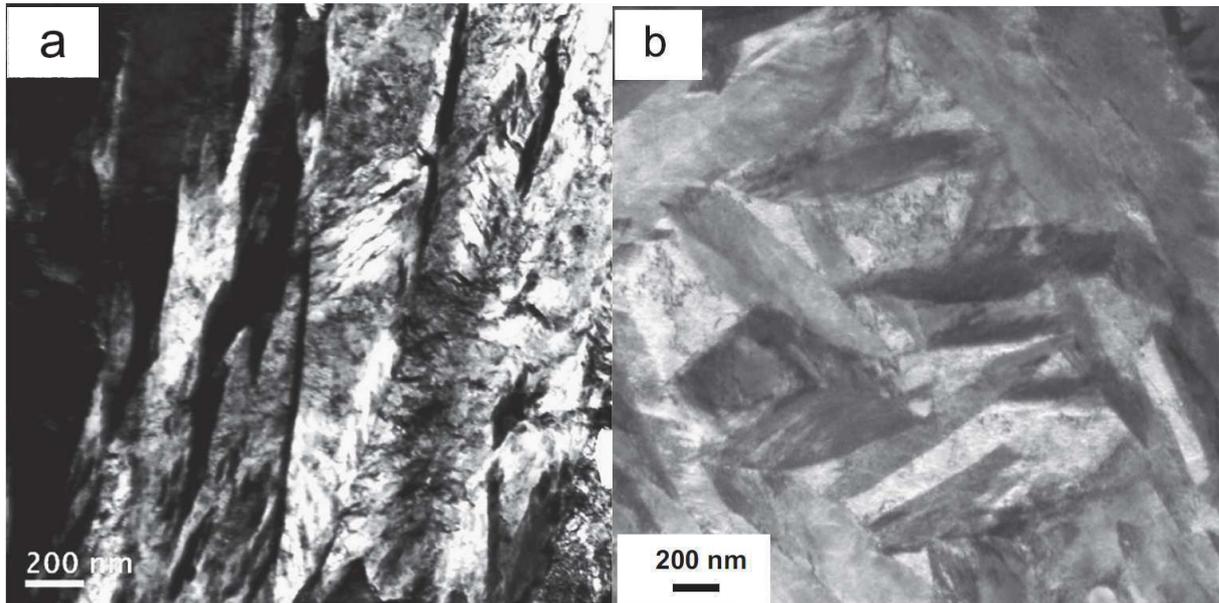


Figure 1. 18 : Images MET (champ clair) des lattes de martensite d'un acier a) sans niobium⁶ et b) avec niobium⁷ [Mis2013].

L'ajout de niobium dans la composition chimique permet aussi d'augmenter la fraction d'austénite résiduelle en diminuant la température M_s [Zha2015] [Ble2003]. En effet, il est connu que la diminution de la taille du grain d'austénite primaire engendre la diminution de la température M_s car la germination de la martensite demande plus d'énergie, l'austénite étant plus dure [Han2013]. Grajcar et al. [Gra2012] observent une augmentation d'environ 1% d'austénite résiduelle avec l'ajout de

⁶ Fe-0,95C-1,30Mn-0,91Si-0,23Cr (pds.%)

⁷ Fe-0,55C-1,61Mn-0,75Si-0,022Nb (pds.%)

0,04 pds.% de niobium dans un acier de composition Fe-0,17C-3,3Mn-1,7Al-0,22Si-0,23Mo-0,014S-0,01P. Dans les travaux de Zhang et al. [Zha2015], l'ajout de 0,025 pds.% de niobium dans un acier 22MnB5 permet de passer d'une taille de grain austénitique de 8,5 μm à 5,4 μm après une austénitisation à 910°C pendant 5 min. Les températures M_s sont de 391°C et 380°C pour les microstructures sans et avec niobium respectivement. Après le même traitement Q&P (QT = 260°C et PT = 400°C) les microstructures présentent 11% et 15% d'austénite résiduelle respectivement.

En résumé, l'ajout de niobium dans la composition chimique permet de diminuer la taille de la microstructure en diminuant la taille des grains d'austénite primaire, donc des paquets, des blocs et des largeurs de lattes de martensite. De plus, les lattes présentent plus de directions d'orientation morphologique et la fraction d'austénite résiduelle sous forme de films inter-lattes peut légèrement augmenter du fait de la diminution de la température M_s .

2. Résilience et transition ductile-fragile des aciers martensitiques

2.1. La rupture par clivage dans les aciers martensitiques

Dans les aciers ferritiques et martensitiques, la rupture fragile intragranulaire peut avoir lieu à basses températures. Le clivage se produit par décohésion selon des plans cristallins par rupture des liaisons interatomiques. Dans le cas des aciers ferritiques, la fissure se propage selon les plans {100}. La contrainte théorique de séparation des plans atomiques σ_{th} n'est jamais atteinte macroscopiquement (Eq. 1.4) mais il existe des mécanismes provoquant des concentrations locales de contraintes qui déclenchent le clivage. Pour les aciers, ce sont des mécanismes associés à la plasticité [Bes2004].

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{d_0}} \quad (\text{Eq. 1. 4})$$

Avec E le module d'Young, γ_s l'énergie nécessaire à la création d'une surface libre et d_0 la distance initiale entre deux atomes.

Les concentrations de contraintes peuvent être dues à la présence de micro-hétérogénéités comme des précipités. McMahan et Cohen ont mis en évidence que les carbures sont des sites de concentration de contraintes dans le cas de leurs travaux sur des aciers doux [McM1965]. D'après plusieurs travaux sur des aciers inoxydables martensitiques [Sri2016] [Ano2018], diminuer la taille et la fraction des carbures permet d'améliorer les valeurs de résilience. A basse température, les contraintes nécessaires au début de l'écoulement plastique sont suffisamment élevées pour que la plupart des carbures soient assez gros pour amorcer une fissure. Ce n'est pas le cas dans le domaine de température de la transition ductile-fragile où le clivage amorce sur les plus gros carbures seulement. Une propagation ductile est alors nécessaire afin d'augmenter suffisamment le niveau de contrainte et balayer la matière pour trouver un défaut suffisamment gros. Un arrangement particulier de dislocations peut aussi suffire à la formation d'une fissure. D'après le modèle de Zener [Zen1948] et Stroh [Str1954], l'empilement de dislocations coin bloquées sur un obstacle comme un joint de grains peut engendrer une concentration de contraintes et amorcer une fissure.

Pour que la rupture intragranulaire se produise, il faut qu'après l'amorçage, la fissure se propage dans le grain et franchisse les obstacles comme par exemple les joints de grains. L'étape la plus difficile (l'amorçage ou la propagation) conditionne la rupture et la contrainte critique de rupture fragile σ_F est égale à la contrainte locale correspondant à cette étape critique.

D'après McMahan et al. [McM1965], la rupture n'est pas contrôlée par l'amorçage mais par la propagation dans les aciers ferritiques et l'étape critique correspond au franchissement des joints de grains. Dans le cas de la martensite en lattes, il faut déterminer quelle est la nature de l'entité microstructurale qui contrôle la rupture. Wang et al. [Wan2008] démontrent que ce sont les paquets de

lattes qui contrôlent la résistance au clivage tandis que Morris [Mor2011] [Mor2013] explique que ce sont les blocs. En effet, les plans de clivage {100} sont quasiment continus au sein d'un même bloc et les joints de lattes internes au bloc ne représentent pas des obstacles forts à la propagation de fissures. La Figure 1. 19 montre que la propagation de la fissure est déviée aux joints de blocs. Il est alors bénéfique d'affiner la microstructure pour augmenter la fraction surfacique de joints de forte désorientation et améliorer la résistance à la propagation du clivage.

La température de transition ductile-fragile se mesure généralement sur des courbes d'énergie absorbée par la rupture à partir d'essais Charpy (Figure 1. 20). L'énergie absorbée chute lorsqu'on passe d'une rupture ductile à une rupture fragile. Il y a généralement une dispersion importante des valeurs de résilience dans le domaine de transition. Dans ce domaine de température, la rupture fragile a lieu après la propagation d'une déchirure ductile. C'est la dispersion sur la longueur de déchirure ductile qui est à l'origine de la dispersion des énergies à rupture caractéristique de la zone de transition [Tan2001].

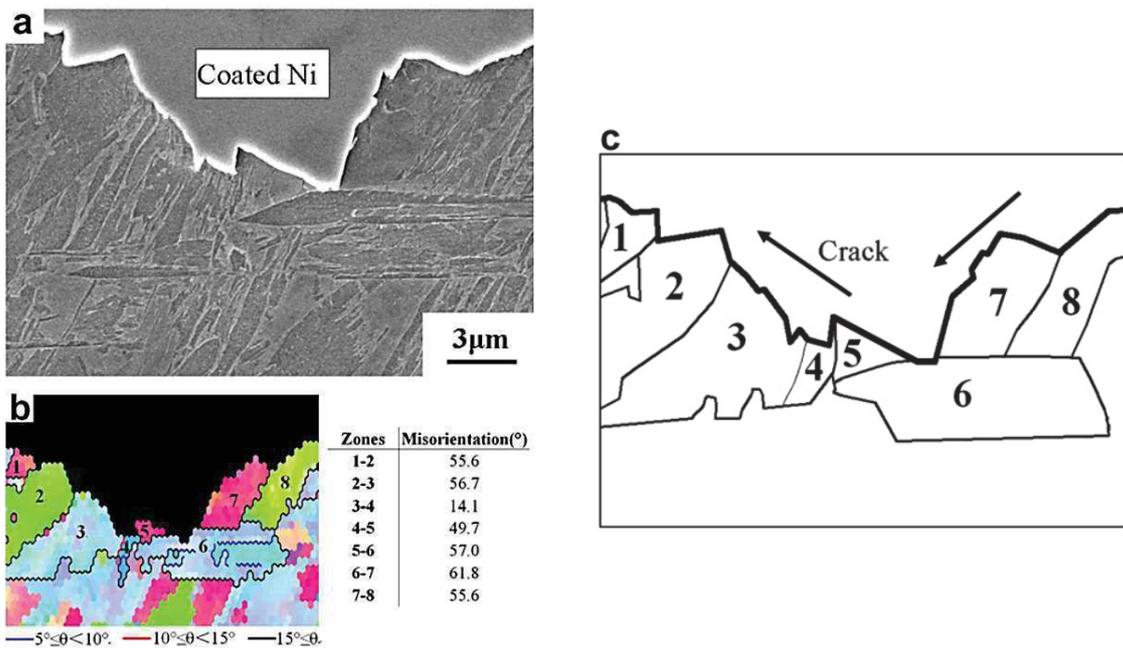


Figure 1. 19 : a) Coupe d'une éprouvette de résilience au microscope électronique à balayage (MEB), b) cartographie EBSD (Electron Backscatter Diffraction) et c) représentation schématique de la propagation de fissure [Wan2008].

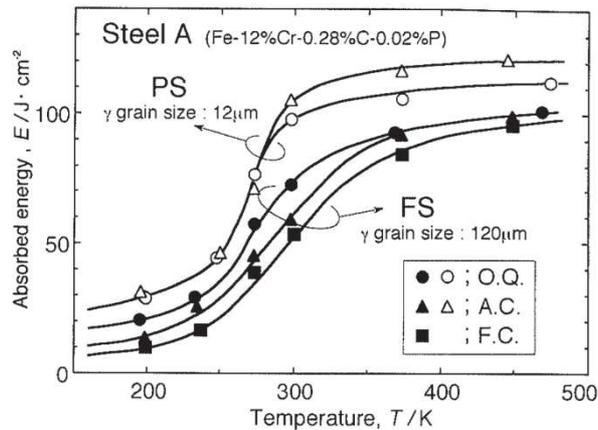


Figure 1. 20 : Courbes de transition ductile-fragile à partir d'essais Charpy [Tsu1999]. PS et FS correspondent à des traitements d'austénitisation à 1150°C et 900°C respectivement suivis d'une trempe à l'huile (O. Q.), d'un refroidissement à l'air (A. C.) ou d'un refroidissement dans le four (F. C.).

D'après Lambert-Perlade et al. [Lam2004] [Mar1994], à basse température au niveau du palier fragile, la rupture est gouvernée par la résistance à l'amorçage du clivage. La première amorce de fissure sur un carbure provoque la rupture totale de l'éprouvette. En revanche, dans le domaine de transition, la rupture est gouvernée par la résistance à la propagation du clivage. Dans le domaine de transition, il peut y avoir plusieurs amorçages du clivage avec une propagation arrêtée au premier joint de forte désorientation. La première fissure qui réussit à traverser un joint de forte désorientation provoque ensuite la rupture totale de l'éprouvette.

2.2. L'effet de la taille du grain d'austénite primaire sur la température de transition ductile-fragile

Les aciers ferritiques présentent une transition ductile-fragile en fonction de la température. Si la limite d'élasticité σ_y est inférieure à la contrainte macroscopique de rupture fragile σ_F , le matériau rompt de manière ductile. En revanche, si σ_F est inférieure à σ_y , la rupture est fragile. Le diagramme de Yoffee permet de schématiser très simplement la transition ductile-fragile (Figure 1. 21), avec T_B la température de transition ductile-fragile.

La limite d'élasticité augmente lorsque la température diminue. Si on fait l'hypothèse que la contrainte de rupture fragile reste constante (des travaux ont montré qu'en réalité la contrainte de rupture fragile n'était pas constante vis à vis de la température [Tan2015]), la température de transition ductile-fragile est la température pour laquelle $\sigma_y = \sigma_F$. Pour favoriser la rupture ductile, il faut donc que σ_y soit inférieur à σ_F à la température de l'essai. Pour les propriétés mécaniques, il est préférable d'augmenter σ_F que de diminuer σ_y jusqu'à ce que σ_y soit inférieur à σ_F .

Comme évoqué dans le paragraphe précédent, un des moyens pour augmenter la valeur de σ_F est d'affiner la microstructure. La Figure 1. 21 représente de manière schématique l'influence de la diminution de la taille de la microstructure sur la température de transition T_B . Diminuer la taille de grain engendre l'augmentation de la limite d'élasticité σ_y . Cependant, l'augmentation de σ_y est généralement moins élevée que celle de σ_F pour une diminution de la taille de grain donnée. Cela permet donc de diminuer la température de transition ductile-fragile [Mor2011].

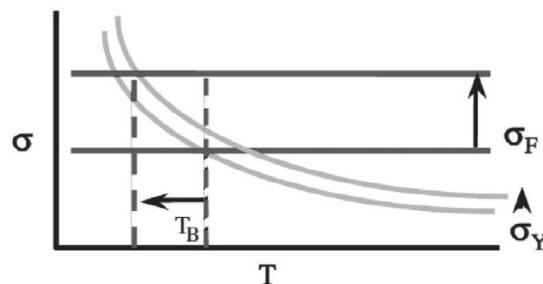


Figure 1. 21 : Diagramme de Yoffee et influence de la diminution de la taille de grain sur σ_y , σ_F et T_B [Mor2011].

De nombreuses études montrent qu'effectivement, diminuer la taille du grain d'austénite primaire et donc des paquets et des blocs de martensite permet de diminuer la température de transition ductile-fragile [Han2013] [Cha2014].

Wang et al. [Wan2008] font varier la taille des paquets de martensite en changeant la température d'austénitisation et ils observent bien une diminution de la température de transition ductile-fragile ainsi qu'une augmentation de la résilience au niveau du palier fragile lorsque la taille des paquets de lattes diminue (Figure 1. 22).

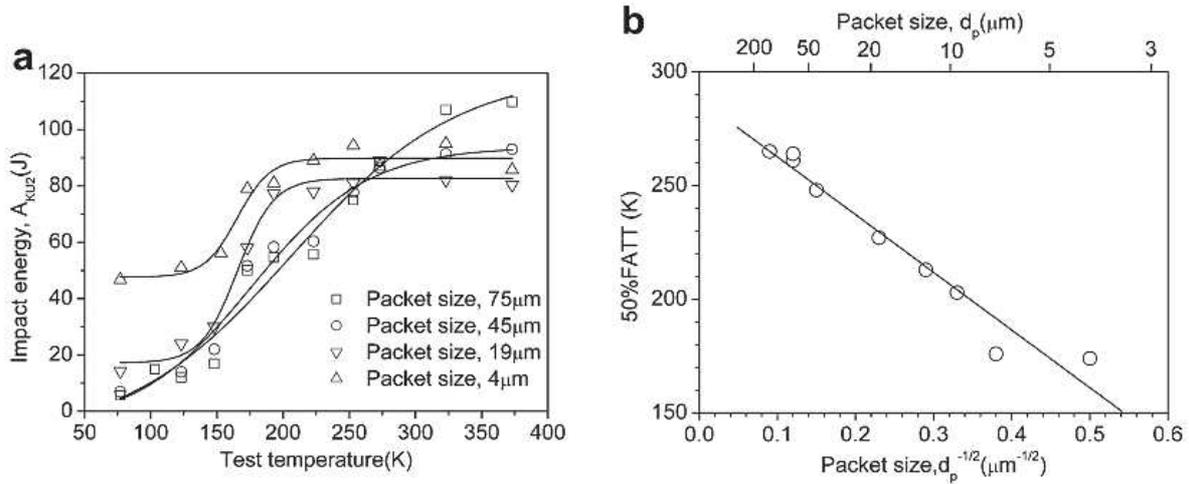


Figure 1. 22 : a) Energies à rupture lors d’essais Charpy à différentes températures et b) évolution de la température de transition ductile-fragile en fonction de la taille des paquets de lattes [Wan2008]⁸.

2.3.L’effet de l’austénite résiduelle sur la résilience des aciers martensitiques

L’austénite est une phase de structure cfc. Elle ne clive pas, même à basse température. De plus, l’austénite résiduelle dans les aciers martensitiques peut se trouver sous forme de films entre les lattes de martensite. Comme expliqué précédemment, les joints de lattes ne sont pas des obstacles forts à la propagation de la fissure. En revanche, la présence de films d’austénite résiduelle entre les lattes permet d’interrompre l’alignement cristallographique des lattes de martensite et l’austénite est alors un obstacle fort à la propagation du clivage [Kim1983]. La présence d’austénite résiduelle peut alors améliorer les valeurs de résilience aux basses températures et considérablement diminuer la température de transition ductile-fragile [Mor2011]. Chen et al. [Che2017] ont montré à l’aide d’essais Charpy instrumentés que la présence d’austénite ne permet pas d’améliorer la résistance à l’amorçage du clivage mais uniquement la résistance à la propagation du clivage⁹.

Lerchbacher et al. [Ler2012] ont étudié l’influence de la vitesse de refroidissement sur la résilience à température ambiante pour un acier X38CrMoV5. La résilience est de 10,8 J et 12,4 J pour des vitesses de refroidissement de 5°C/s et 0,25°C/s respectivement. La rupture est fragile à température ambiante. Les auteurs considèrent ces résiliences comme significativement différentes malgré l’incertitude et la dispersion associées à ces mesures. Cependant, les fractions d’austénite résiduelle ne sont pas connues. La présence d’austénite résiduelle est confirmée par de l’imagerie au MET et la fraction d’austénite est supposée être plus élevée dans la microstructure refroidie à 0,25°C/s que 5°C/s car les épaisseurs des films d’austénite sont de 25 nm et 5 nm respectivement.

Kim et al. [Kim1983] ont réalisé plusieurs traitements thermiques afin de stabiliser de l’austénite résiduelle dans un acier cryogénique 5,5Ni¹⁰. Le traitement Q correspond pour toutes les microstructures à une austénitisation à 800°C pendant 1h suivie d’une trempe à l’eau glacée. La microstructure Q est supposée ne pas contenir d’austénite résiduelle. De plus, la martensite a une morphologie en lattes.

Les microstructures QT₂, QT₁₀₀, QL et QLT (Figure 1. 23) contiennent 5,9%, 8,2%, 8,8% et 9,2% d’austénite résiduelle respectivement à température ambiante et 3,8%, 7,9%, 2,0% et 8,8% respectivement après avoir été plongées dans l’azote liquide (Tableau 1. 1). La Figure 1. 24 montre

⁸ Fe-0,17C-0,21Si-0,55Mn-0,011P-0,002S-1,80Cr-1,58Ni-0,25Mo (en pds%)

⁹ Fe-0,05C-0,23Si-3,3Mn-0,003P-0,001S-1,4Ni (en pds.%)

¹⁰ Fe-5,86Ni-1,21Mn-0,69Cr-0,20Mo-0,2Si-0,06C-0,01S-0,008P (en pds%)

que la présence d'austénite permet de diminuer la température de transition ductile-fragile. La résilience au niveau du palier ductile augmente grâce aux traitements thermiques et à la libération des atomes de carbone de la martensite vers l'austénite résiduelle. De plus, la stabilité thermique à basses températures de l'austénite résiduelle est cruciale car ce ne sont pas les microstructures ayant le plus d'austénite résiduelle à température ambiante qui ont les meilleures propriétés en résilience mais ce sont les microstructures possédant le plus d'austénite résiduelle après passage à -196°C . La microstructure QT_{100} présente une température de transition ductile-fragile bien plus élevée que celle de la microstructure QLT alors que leurs fractions d'austénite résiduelle sont proches, même à -196°C . Ceci est dû à la morphologie de l'austénite résiduelle. Elle est sous forme de films inter-lattes de faible épaisseur pour la microstructure QLT tandis qu'elle est en partie sous forme globulaire pour la microstructure QT_{100} (Figure 1. 25).

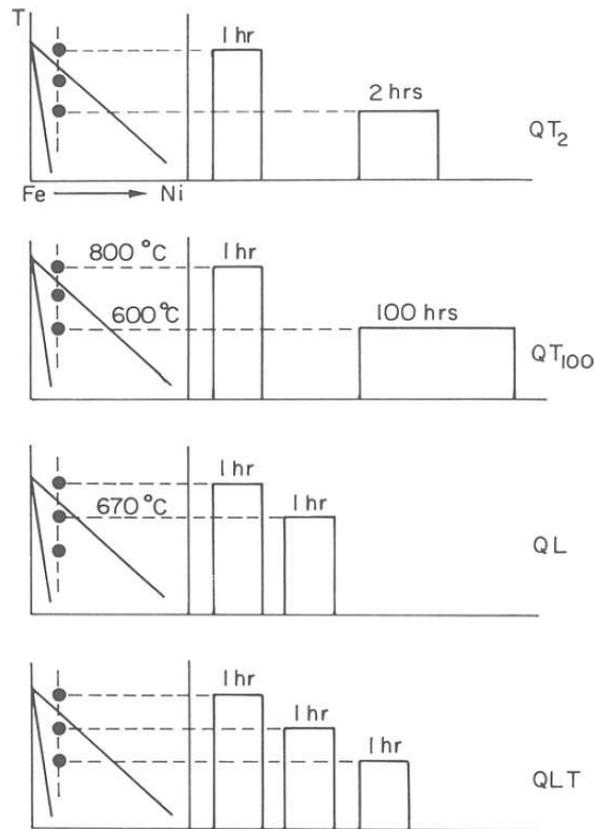


Figure 1. 23 : Illustration schématique des traitements thermiques QT_2 , QT_{100} , QL et QLT. Une trempe à l'eau est effectuée après chaque étape du traitement thermique [Kim1983].

	-25°C	-196°C	Morphologie
QT2	5,9	3,8	Film
QT100	8,2	7,9	Globulaire
QL	8,8	2,0	Film
QLT	9,2	8,8	Film

Tableau 1. 1 : Fraction d'austénite résiduelle à température ambiante et après un passage à -196°C (en %) et morphologie de l'austénite.

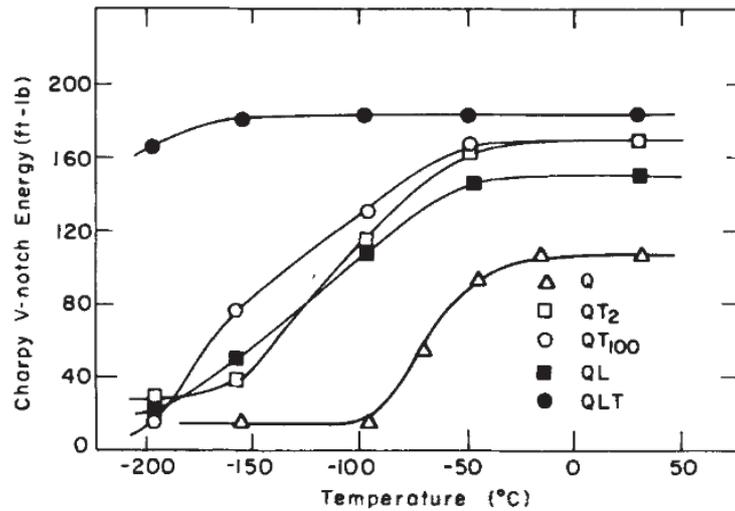


Figure 1. 24 : Courbes de transition ductile-fragile pour différentes microstructures possédant des fractions d'austénite résiduelle différentes [Kim1983].

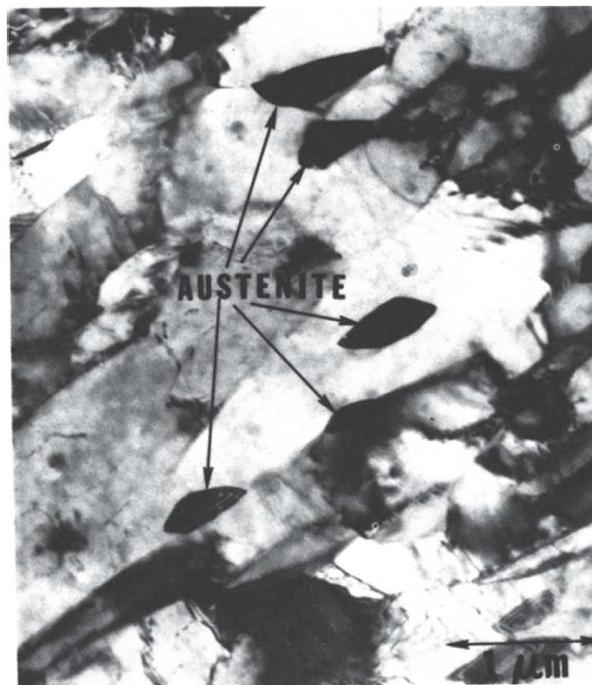


Figure 1. 25 : Image MET de la microstructure QT₁₀₀ [Kim1983].

En plus de la stabilité thermique de l'austénite, sa stabilité mécanique pourrait aussi impacter les valeurs de résilience, comme dans les travaux de Tonizzo et al. [Ton2017]. Cependant, d'après Morris [Mor2011], la martensite d'écroissage ne possède pas les mêmes variants et les mêmes orientations cristallographiques que la martensite formée thermiquement qui l'entoure, à cause du champ de contraintes induit par la pointe de la fissure. En conséquence, les films de martensite d'écroissage issus de la transformation de l'austénite résiduelle restent des obstacles à la propagation de la fissure en interrompant l'alignement cristallographique des lattes de martensite.

En résumé, la présence de films d'austénite résiduelle stables à basses températures permet de diminuer considérablement la température de transition ductile-fragile, l'austénite étant un obstacle à la propagation du clivage dans la martensite.

3. Objectifs de l'étude et démarche adoptée

La transformation martensitique est displacive. Cependant, dans les aciers à températures M_s relativement élevées, l'auto-revenu de la martensite permet la ségrégation des atomes de carbone au niveau des dislocations. Sous certaines conditions (température M_s élevée et faible vitesse de refroidissement) l'auto-revenu peut conduire à la précipitation de carbures ainsi qu'à la stabilisation d'austénite résiduelle par diffusion des atomes de carbone pendant le refroidissement.

De nombreuses études présentent l'effet bénéfique de l'austénite résiduelle sur la résilience des aciers majoritairement martensitiques. L'austénite stable sous forme de films inter-lattes ne permet pas de changer la résistance à l'amorçage du clivage mais améliore considérablement la résistance à la propagation du clivage. En effet, l'austénite ne clive pas et elle est un obstacle à la propagation de la fissure en interrompant l'alignement cristallographique des lattes de martensite.

Cependant, ces études sont menées sur des aciers martensitiques contenant 5% à 30% d'austénite, suite à des traitements Q&P ou sur des aciers maraging contenant de l'austénite de réversion. L'auto-revenu des aciers inoxydables martensitiques AISI 410 ne permet de stabiliser que quelques pourcents d'austénite résiduelle. Il n'est pas évident que quelques pourcents d'austénite résiduelle issus de l'auto-revenu aient le même effet bénéfique qu'une dizaine de pourcents d'austénite riche en carbone issue d'un traitement Q&P. Quelques études présentent l'effet de la vitesse de refroidissement sur la fraction d'austénite résiduelle mais elles n'évoquent pas l'impact sur la transition ductile-fragile de ces aciers. De plus, les contributions respectives de l'austénite résiduelle et des carbures sur la résilience des aciers inoxydables martensitiques n'ont pas été déterminées quantitativement.

L'effet du niobium sur la taille de grain austénitique et sur la résilience est bien connu dans la littérature. En diminuant la taille de grain austénitique donc la taille des paquets de lattes, l'ajout de niobium permet d'augmenter la densité de joints de forte désorientation qui sont des obstacles à la propagation du clivage. Cependant, l'effet indirect du niobium sur l'austénite résiduelle et la répartition des atomes de carbone dans la microstructure est bien moins documenté.

L'objectif de ces travaux de thèse est de déterminer les effets du niobium, du traitement d'austénitisation et des conditions de refroidissement sur la microstructure et la résilience d'un acier inoxydable martensitique de la famille 410. Plus précisément, l'influence de ces paramètres sur trois éléments microstructuraux est étudiée en détail : la taille des différents éléments de la microstructure, la fraction d'austénite résiduelle et les populations de carbures. Leurs influences respectives sur la résilience et la transition ductile-fragile sont aussi analysées.

Pour ce faire, cinq microstructures sont obtenues dans un premier temps en faisant varier la teneur en niobium, le traitement d'austénitisation ou les conditions de refroidissement. Le Chapitre 2 présente l'analyse détaillée de ces cinq microstructures. Leur transition ductile-fragile est caractérisée par des essais Charpy qui sont présentés dans le Chapitre 3. Afin de mieux comprendre les valeurs de résilience, la résistance à l'amorçage du clivage est estimée pour chaque microstructure à l'aide de la détermination de la contrainte critique de clivage, en utilisant l'approche locale de la rupture présentée dans le Chapitre 4. Enfin, des microstructures modèles sont élaborées et testées afin d'isoler l'influence de chaque élément microstructural et d'étudier plus précisément l'influence de la répartition des atomes de carbone dans la microstructure sur les valeurs de résilience (Chapitre 5).

Chapitre 2

Influence de la composition chimique et du traitement thermique sur la microstructure des aciers inoxydables martensitiques étudiés

Afin d'étudier l'influence de la composition chimique et du traitement thermique sur la microstructure d'un acier inoxydable martensitique de la famille 410, cinq microstructures ont été élaborées en faisant varier la teneur en niobium, le traitement d'austénitisation et la vitesse de refroidissement. Les microstructures obtenues sont complexes, présentant plusieurs phases et plusieurs types de carbures. Une analyse microstructurale détaillée a été réalisée sur chaque microstructure. Plus précisément, les fractions et les distributions de tailles des phases et des carbures ont été mesurées. La taille des entités cristallographiques de la martensite est aussi étudiée en détail.

Chapitre 2

Influence de la composition chimique et du traitement thermique sur la microstructure des aciers inoxydables martensitiques étudiés

1. Microstructure de référence.....	41
1.1. Composition chimique et microstructure à l'état recuit	41
1.2. Microstructure après le traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud.....	44
1.2.1. Traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud	44
1.2.2. Analyse des phases et des précipités de la microstructure	45
1.2.3. Taille de la microstructure.....	56
2. Influence de la teneur en niobium sur la microstructure	59
2.1. Composition chimique et microstructure de la nuance B à l'état recuit.....	59
2.2. Analyse de la microstructure B-950-TAS	61
2.2.1. Phases et carbures.....	61
2.2.2. Taille de la microstructure.....	65
3. Influence des paramètres du traitement d'austénitisation sur la microstructure.....	67
3.1. Traitement thermique	67
3.2. Analyse de la microstructure A-1000-TAS	68
3.2.1. Matrice et carbures	68
3.2.2. Taille de la microstructure.....	71
4. Influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure.....	73
4.1. Traitements thermiques	73
4.2. Analyse des microstructures A-950-SP et A-950-TE.....	74
5. Conclusion.....	79

1. Microstructure de référence

1.1. Composition chimique et microstructure à l'état recuit

La nuance A dont la composition chimique est donnée dans le Tableau 2. 1 est la nuance qui sert de référence dans cette étude. Elle contient 0,1 pds.% de niobium. L'acier est fourni sous forme de tôles d'épaisseur 1,5 mm. Les directions nommées par la suite SL, ST et STC représentent le sens du laminage, le sens travers et le sens travers court (l'épaisseur) respectivement. Les tôles ont suivi un procédé de fabrication classique :

- coulée continue,
- laminage à chaud jusqu'à 3 mm d'épaisseur,
- recuit pour obtenir une microstructure totalement ferritique,
- décapage,
- laminage à froid jusqu'à 1,5 mm d'épaisseur,
- recuit final en dessous de la température A_{c1} de début de transformation de la ferrite vers l'austénite,
- et décapage.

L'acier est donc reçu à l'état recuit (c'est-à-dire sous forme de ferrite et carbures). C'est sous cette forme qu'il est destiné à être vendu aux clients. Ensuite, le constructeur automobile emboutit à chaud les tôles d'acier pour les mettre en forme. Lors de l'emboutissage à chaud, la tôle doit subir un traitement thermique avant d'être mise en forme dans les outils de la presse. Le traitement thermique préconisé aux constructeurs par Aperam est de 5 min à 950°C.

C	Mn	Si	Ni	Cr	Nb	N	Fe
0,1	0,4	0,4	0,1	12	0,1	0,03	bal.

Tableau 2. 1 : Composition chimique de la nuance A (en pds.%).

La propreté inclusionnaire de la nuance A est analysée sur un échantillon poli jusqu'au grade 1 μm selon la méthode du champ le plus sale de la norme ASTM E45 [ASTM E45]. D'après les résultats du Tableau 2. 2 (la signification des indices de sévérité est reportée en Annexe A), l'acier est assez propre avec quelques aluminates et quelques oxydes. La Figure 2. 1 montre les images « les plus sales ».

Sulfures	Aluminates	Silicates	Oxydes
0 fine	2,5 fine	0 fine	1,5 fine

Tableau 2. 2 : Propreté inclusionnaire de la nuance A selon la norme ASTM E45.

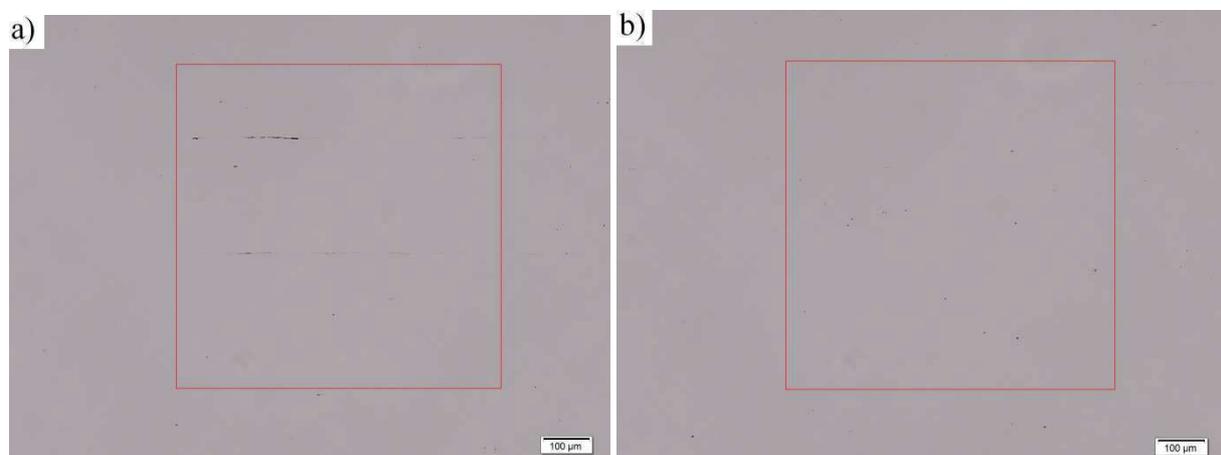


Figure 2. 1 : Micrographie optique a) d'aluminates et b) d'oxydes dans la nuance A.

Un échantillon à l'état recuit a été poli jusqu'au grade 1 μm et attaqué à l'eau régale¹. Il a ensuite été observé au MEB FEI Nova NanoSEM 450. On observe une microstructure ferritique avec des nitrures Cr_2N , des carbures de chrome M_{23}C_6 et des carbures de niobium NbC (Figure 2. 2) [Mio2018]. Les carbures et nitrures se différencient par leur niveau de gris en imagerie des électrons rétrodiffusés. Les carbures NbC sont blancs, les carbures M_{23}C_6 sont gris et les nitrures Cr_2N sont noirs. Les carbures NbC sont plus petits que les carbures M_{23}C_6 et les nitrures.

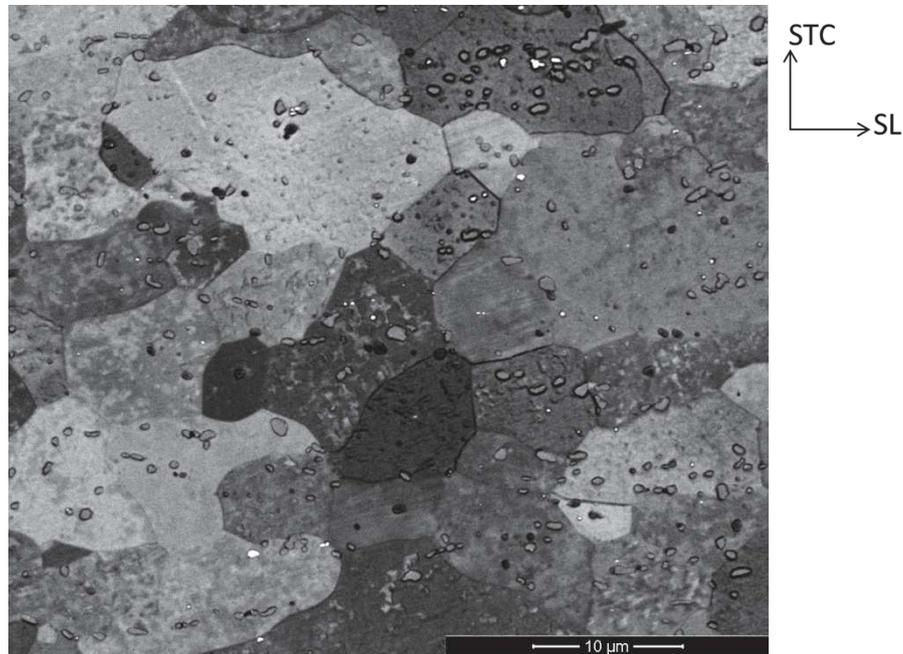


Figure 2. 2 : Micrographie MEB en électrons rétrodiffusés de la nuance A à l'état recuit.

La taille des grains de la ferrite varie dans l'épaisseur de la tôle. Le diamètre moyen obtenu avec la méthode des intercepts (mesures sur 7 images prises dans l'épaisseur au grossissement x500) est de 9 μm en peau et 12 μm à cœur (Figure 2. 3 et Figure 2. 4).

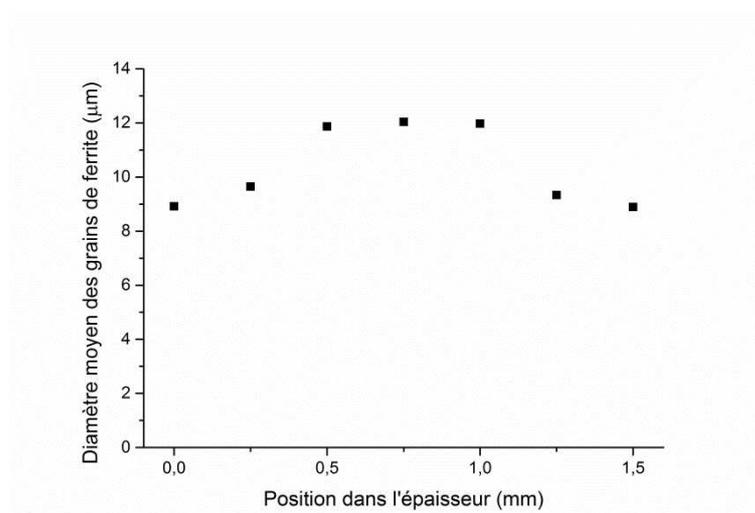


Figure 2. 3 : Diamètre moyen des grains de ferrite mesuré par la méthode des intercepts en fonction de la position dans l'épaisseur dans la nuance A.

Deux analyses EBSD ont été effectuées sur le matériau poli jusqu'au grade 1 μm avec une finition à l'OPS (suspension de silice colloïdale) pour analyser l'état de recristallisation à mi-épaisseur et en

¹ Attaque pendant 10s à température ambiante : 10 mL d' HNO_3 , 20 mL d' HCl et 20 mL d' H_2O

surface de l'échantillon. Le logiciel d'acquisition est OIM Data Collection 6® et les données sont traitées avec le logiciel OIM Data Analysis 6®. Le pas d'analyse est de 500 nm. Le nettoyage des données se fait par dilatation des grains. Après nettoyage, 1,8% et 0,8% des points sont réindexés pour la cartographie à mi-épaisseur et en surface respectivement. Le GOS (Grain Orientation Spread) représente la désorientation moyenne au sein d'un grain (un grain est défini comme ayant 5° de désorientation avec son voisin), et les lignes noires correspondent aux désorientations locales supérieures à 15°. En considérant qu'un grain recristallisé a une valeur de GOS inférieure à 2°, il apparaît que les grains de ferrite sont quasiment recristallisés dans toute l'épaisseur de l'échantillon (Figure 2. 5). La recristallisation des grains de ferrite a lieu pendant le recuit final, après le laminage à froid. La différence de taille de grain entre la surface et le cœur de l'échantillon est sûrement due à un gradient de déformation dans l'épaisseur pendant le laminage à froid.

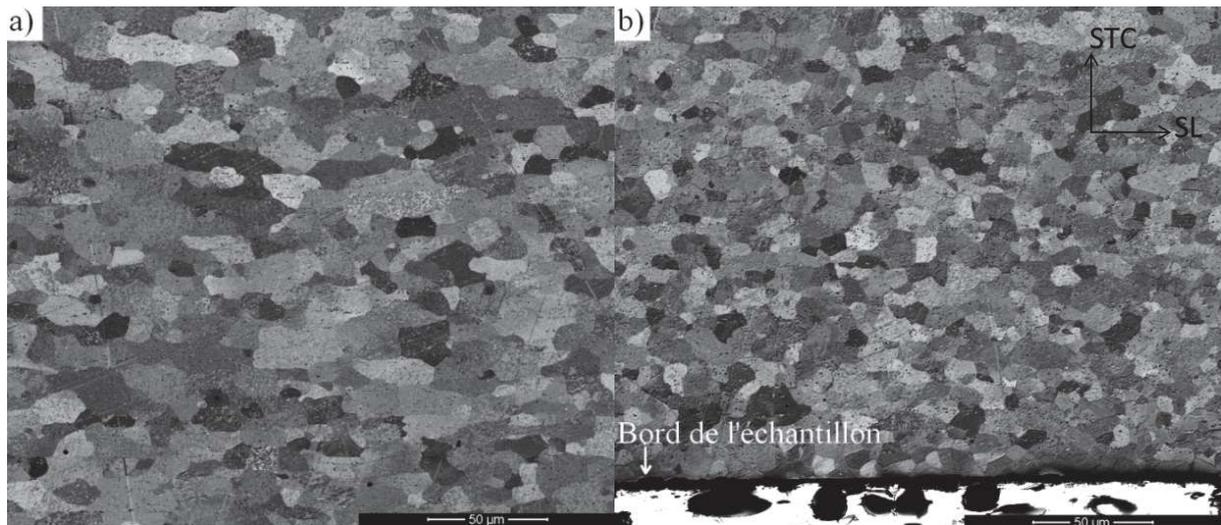


Figure 2. 4 : Micrographies MEB de la nuance A à l'état recuit a) à mi-épaisseur et b) à la surface de l'échantillon.

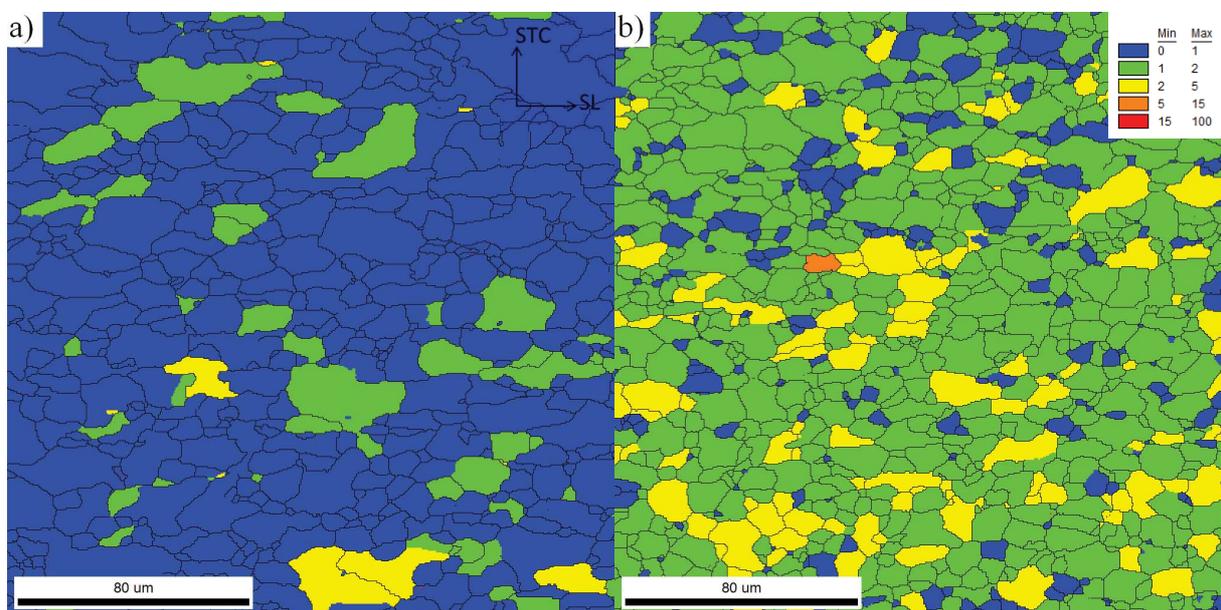


Figure 2. 5 : GOS de la nuance A à l'état recuit a) à mi-épaisseur et b) à la surface de l'échantillon. Les lignes noires représentent les joints dont les désorientations sont supérieures à 15°.

Comme vu sur la Figure 2. 2, la microstructure comporte des carbures de chrome et de niobium. Les carbures de niobium sont uniformément répartis dans la microstructure. Les dislocations sont des sites privilégiés pour la précipitation des carbures NbC [Dea1981]. C'est pourquoi, les NbC se forment à la fin du laminage à chaud, dans le finisseur, où la densité de dislocations dans l'austénite est élevée. Les

carbures de chrome se forment quant à eux pendant le recuit en vase clos après le laminage à chaud. De plus, on peut noter que les carbures de chrome sont alignés dans la direction du laminage.

Des calculs thermodynamiques sont effectués sur Thermo-Calc® avec la base de données TCFE7. Les calculs donnent 2,0 vol.% de carbures $M_{23}C_6$ et 0,12 vol.% de carbonitrides Nb(C,N) à l'équilibre thermodynamique pour la composition chimique de la nuance A à la température du recuit en vase clos. Une partie de l'azote serait donc piégée dans des précipités riches en niobium. Sachant que des nitrides Cr_2N sont également observés au MEB, l'azote est donc principalement sous forme de nitrides et non en solution solide à l'état recuit. Par la suite, toutes les fractions de phase seront données en fraction volumique.

Les températures de transformation de phase sont mesurées par dilatométrie. Des échantillons de dimension $120 \times 30 \times 1,5 \text{ mm}^3$ sont traités thermiquement avec un simulateur thermo-mécanique Gleeble 3500 et la dilatation de l'échantillon est mesurée à l'aide d'un capteur CCT dilatometer. L'échantillon est chauffé à 10°C/s jusqu'à 950°C puis la température est maintenue à 950°C pendant 5 min avant un refroidissement par les mors à l'air calme, à 10°C/s . Ce traitement thermique est choisi pour correspondre au traitement thermique subi par la tôle pendant l'emboutissage à chaud. Les températures A_{c1} et M_s sont de 890°C et 430°C respectivement (Figure 2. 6).

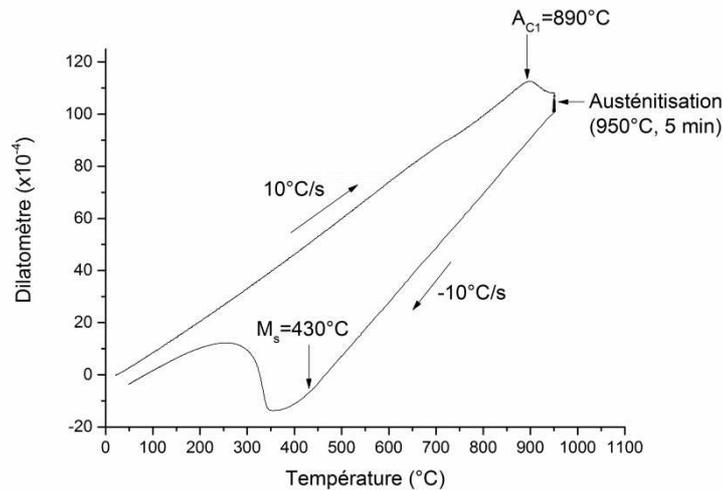


Figure 2. 6 : Courbe de dilatation de la nuance A.

1.2. Microstructure après le traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud

1.2.1. Traitement thermique simulant l'emboutissage à chaud

Pour simuler le traitement thermique subi pendant l'emboutissage à chaud, des plaques de la nuance A à l'état recuit, de dimensions $300 \times 300 \times 1,5 \text{ mm}^3$, ont été austénitisées à 950°C pendant 5 min (temps total après enfournement four chaud) dans un four à résistances nues sous air. Les plaques sont ensuite refroidies à l'air soufflé. La microstructure obtenue est nommée A-950-TAS. Cette microstructure sert de référence pour le reste de l'étude, c'est-à-dire que toutes les autres microstructures seront directement comparées à la microstructure A-950-TAS.

Des thermocouples sont soudés au centre et au bord des plaques pour suivre la température au cours du traitement thermique (Figure 2. 7). Il y a un léger écart de température entre le centre et les extrémités de la plaque pendant la montée et la descente en température. Le caractère exothermique de la transformation martensitique est visible sur les courbes. La vitesse de refroidissement moyenne

mesurée entre 950°C et 400°C est de 10°C/s tandis qu'elle est de 2°C/s pendant la transformation martensitique (entre 350°C et 50°C).

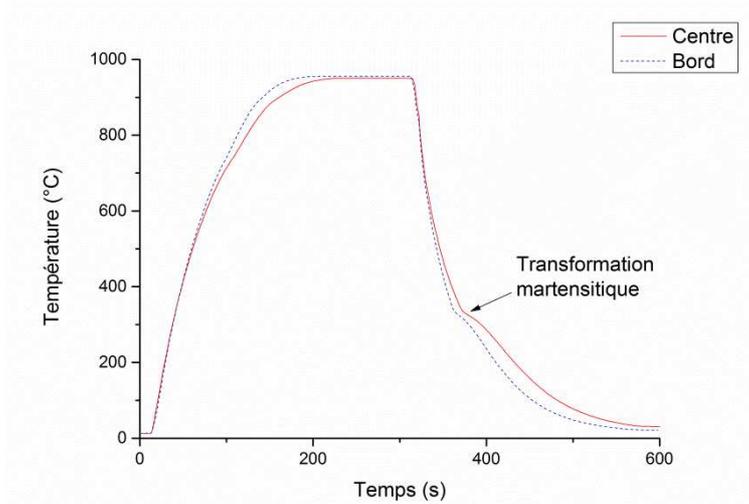


Figure 2. 7 : Traitement thermique de la microstructure A-950-TAS.

La température de 950°C étant choisie au-dessus de la température A_{c1} (890°C), il y a une transformation partielle de la ferrite en austénite pendant le traitement thermique. Ensuite, l'austénite se transforme en martensite pendant la trempe.

1.2.2. Analyse des phases et des précipités de la microstructure

Un échantillon de la microstructure A-950-TAS est poli jusqu'au grade 1 μm puis attaqué au réactif Beraha². L'échantillon est ensuite observé au MEB Leo 1450VP (Figure 2. 8). La microstructure est martensitique avec des îlots de ferrite résiduelle (phase qui apparaît lisse sur la Figure 2. 8). La microstructure présente aussi des carbures (plus clairs). A ce grossissement, les carbures de niobium sont difficilement observables. Les carbures visibles sur la Figure 2. 8 sont des carbures de chrome. Ils sont situés préférentiellement dans les grains de ferrite.

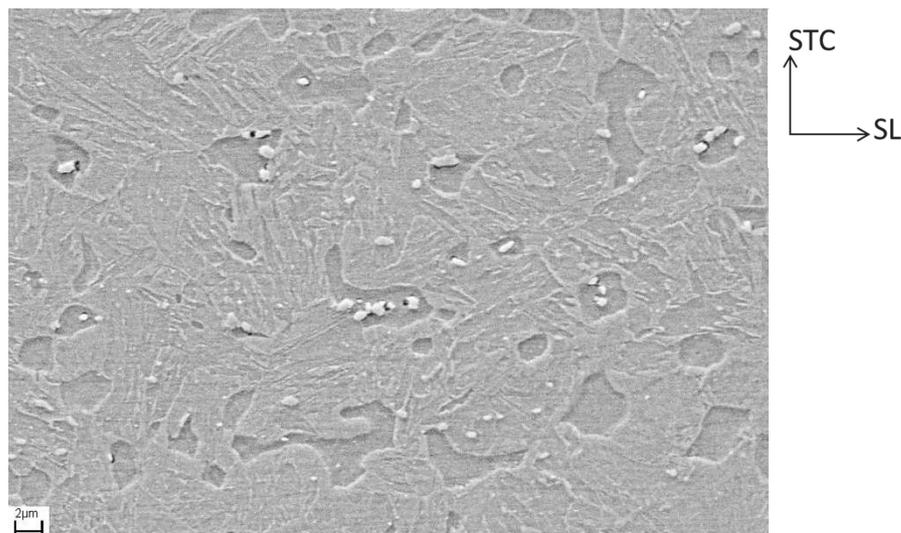


Figure 2. 8 : Micrographie MEB de la microstructure A-950-TAS.

² Attaque à température ambiante pendant 5s : 0,5 g de $K_2S_2O_5$, 20 mL d'HCl et 100 mL d' H_2O

Une image à plus fort grossissement au MEB Zeiss HR Sigma 300® équipé d'un canon Schottky à émission de champ permet d'observer les carbures de niobium et de la cémentite M_3C (sous forme de bâtonnets) qui s'est formée vraisemblablement pendant le refroidissement, n'étant pas présente à l'état recuit (Figure 2. 9). De plus, il n'y a plus de nitrure Cr_2N après le traitement thermique.

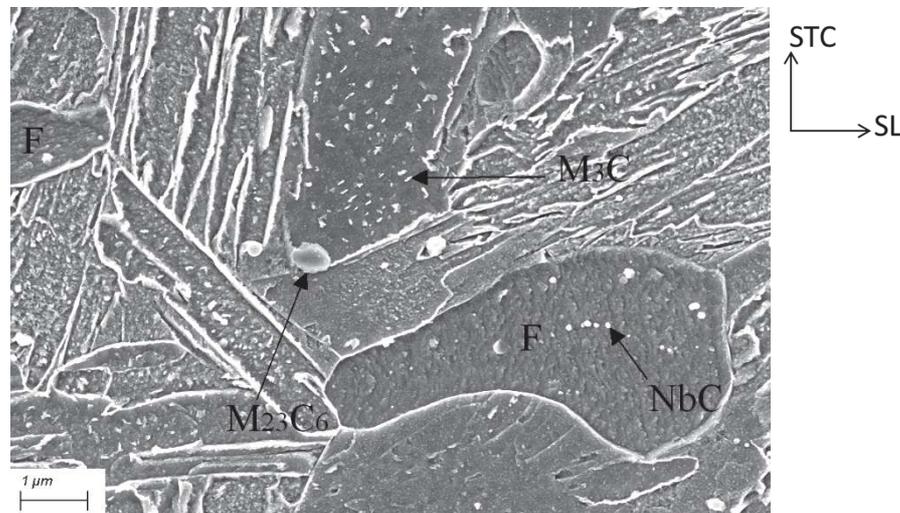


Figure 2. 9 : Carbures dans la microstructure A-950-TAS. F = Ferrite (imagerie en électrons secondaires).

Des lames minces ont été préparées pour une observation au MET (TECNAI 30-T). Les pré-lames de 3 mm de diamètre sont polies mécaniquement jusqu'à 80 µm d'épaisseur avec du papier SiC de grade 1200 puis 4000. Puis les lames sont percées électrolytiquement avec une solution chimique³ et une tension appliquée de 30 V à température ambiante. La martensite a bien une morphologie en lattes (Figure 2. 10 a). Il apparaît quelques micro-macles mais cela semble très localisé (Figure 2. 10 b).

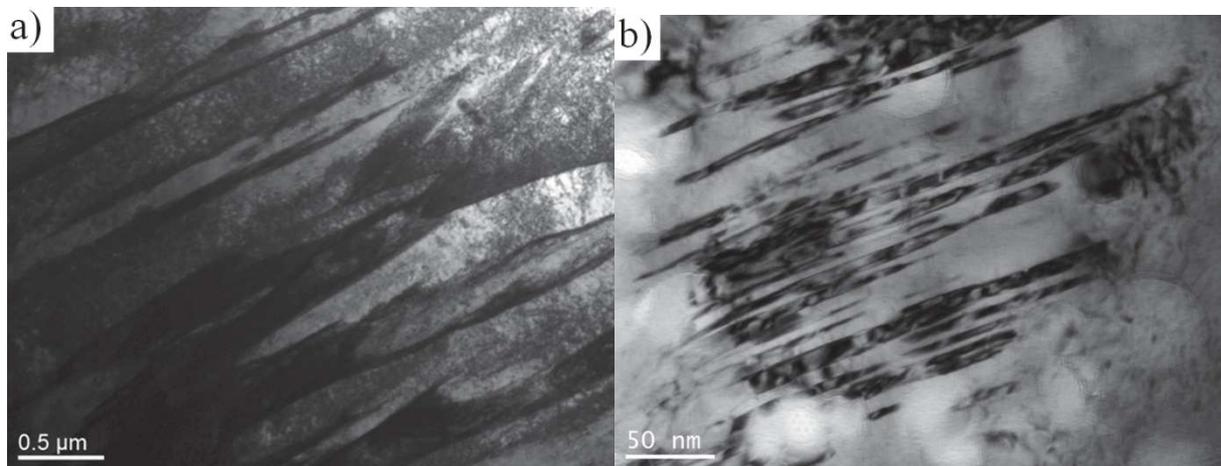


Figure 2. 10 : Images MET en champ clair a) des lattes de martensite et b) de micro-macles dans la microstructure A-950-TAS.

- La ferrite et les carbures de chrome

La fraction de ferrite résiduelle est mesurée avec une identification manuelle sur 15 images prises dans une demi-épaisseur (images de largeur 50 µm) avec le logiciel ImageJ®. La fraction moyenne de ferrite est de 14% avec un écart-type de 2%. Il n'y a pas de variation de fraction de ferrite dans l'épaisseur. De plus, le diamètre moyen du cercle équivalent aux grains de ferrite (mesuré sur 700 grains) est de 2,6 µm avec un écart-type de 0,4 µm. La distribution de la taille des grains est donnée sur la Figure 2. 11.

³ Solution avec 45% de butoxyéthanol, 45% d'acide acétique et 10% d'acide perchlorique

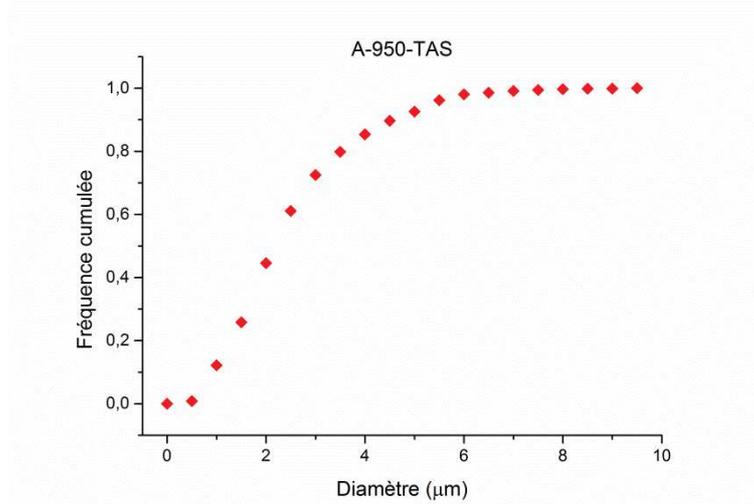


Figure 2. 11 : Distribution de la taille des grains de ferrite dans la microstructure A-950-TAS.

La fraction de carbures $M_{23}C_6$ est mesurée avec une identification manuelle sur 60 images en électrons rétrodiffusés (images de largeur 13 μm). La nuance de gris des carbures de chrome permet de ne pas les confondre avec les carbures de niobium plus clairs. La fraction moyenne des carbures de chrome est de 0,4% avec un écart-type de 0,5%. L'écart-type est élevé à cause d'un effet d'échantillonnage, la répartition spatiale des carbures de chrome n'étant pas homogène. L'intervalle de confiance à 95% est [0,3% ; 0,5%]. De plus, le diamètre moyen du cercle équivalent aux carbures $M_{23}C_6$ (mesuré sur 150 carbures) est de 0,5 μm avec un écart type de 0,2 μm. La distribution de la taille des carbures est donnée sur la Figure 2. 12.

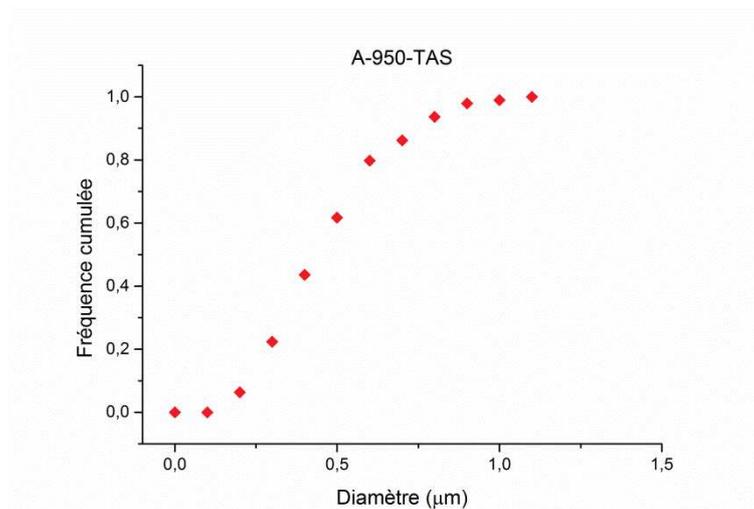


Figure 2. 12 : Distribution de la taille des carbures de chrome dans la microstructure A-950-TAS.

D'après les calculs sur Thermo-Calc, la température de dissolution des carbures de chrome (à l'équilibre) est de 860°C et les carbures de chrome devraient être totalement dissous à 950°C. Or il y a 0,4% de carbures de chrome dans la microstructure A-950-TAS. On en déduit que la microstructure n'atteint pas l'équilibre thermodynamique à la fin du traitement thermique à 950°C. Ceci est dû à la diffusion lente des atomes de chrome dans l'austénite. D'après Lenel et Honeycombe [Len1984], la dissolution des carbures de chrome est dominée par la diffusion du chrome. En utilisant les diffusivités D du chrome à 950°C données par Williams et Faulkner [Wil1987], les distances de diffusion l des atomes de chrome peuvent être estimées dans la ferrite et l'austénite (Eq. 2.1).

$$l = \sqrt{Dt} \quad (\text{Eq. 2. 1})$$

Pour un temps de maintien $t = 5$ min à 950°C , les distances de diffusion sont de $2,2\ \mu\text{m}$ dans la ferrite et $0,5\ \mu\text{m}$ dans l'austénite. Les distances sont bien plus faibles dans l'austénite que dans la ferrite, c'est-à-dire que les carbures se dissolvent moins vite dans l'austénite.

De plus, afin de mieux comprendre pourquoi l'austénitisation n'est pas totale à 950°C , une analyse a été effectuée à la microsonde de Castaing (avec utilisation de témoins) sur un échantillon poli jusqu'au grade $1\ \mu\text{m}$ le long d'un profil traversant des grains de ferrite. Le pas d'analyse est de $1\ \mu\text{m}$. L'image MEB présentée sur la Figure 2. 13 ne correspond pas tout à fait à la zone analysée car l'échantillon étant très pollué après l'analyse à la microsonde, il a été légèrement poli puis attaqué pour observer la microstructure le long du profil analysé. Il apparaît clairement que les grains de ferrite sont enrichis en chrome avec une concentration moyenne de $14,8 \pm 0,2$ pds.% alors que la martensite contient en moyenne $11,2 \pm 0,3$ pds.% de chrome. De plus, malgré ces gradients de concentration, les teneurs en chrome dans la ferrite et la martensite semblent uniformes. Pour vérifier ces valeurs, la concentration totale en chrome est calculée en additionnant la quantité d'atomes de chrome dans la ferrite, dans la martensite et dans les carbures de chrome en prenant comme stœchiométrie $\text{Cr}_{15}\text{Fe}_8\text{C}_6$ (d'après les résultats de Thermo-Calc). La concentration totale calculée est de $12,0\%$ donc identique à la teneur en chrome dans la composition chimique de la nuance A (Tableau 2. 1), ce qui confirme les résultats des mesures à la microsonde.

Cette partition du chrome a lieu pendant le traitement d'austénitisation et elle est liée à la dissolution des carbures de chrome. En effet, la distance de diffusion du chrome est trop faible pour permettre une totale homogénéisation de la teneur en chrome dans la microstructure. Ainsi, la ferrite se trouvant à proximité d'un carbure de chrome est très enrichie en chrome. De plus, le chrome étant un élément alphasène, l'austénite déjà formée rejette du chrome dans la ferrite voisine. Cet enrichissement en chrome provoque une élévation locale de la température Ac_1 et la ferrite enrichie en chrome ne se transforme pas en austénite pendant le traitement d'austénitisation [You2006]. Il faudrait des temps d'austénitisation beaucoup plus longs ou une température de traitement thermique plus élevée pour obtenir une transformation austénitique totale avec une dissolution de tous les carbures de chrome.

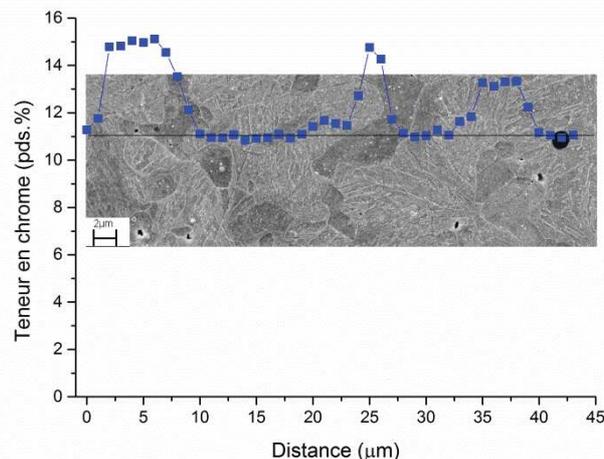


Figure 2. 13 : Profil de concentration en chrome et micrographie MEB de la zone correspondante dans la microstructure A-950-TAS.

- Les carbures de niobium et la cémentite

Les carbures de niobium ne se dissolvent pas pendant le traitement thermique car ils ont une température de dissolution égale à 1250°C d'après les calculs sur Thermo-Calc. La fraction de carbures de niobium après le traitement thermique est donc supposée être la même qu'à l'état recuit. Il y a toujours $0,12\%$ de carbures de niobium dans la microstructure A-950-TAS.

D'après les calculs sur Thermo-Calc à la température du recuit, la stœchiométrie des précipités riches en niobium est $Nb_{0,5}C_{0,34}N_{0,16}$. Avec la dissolution des nitrures Cr_2N , la plupart des atomes d'azote se retrouvent en solution solide dans la microstructure A-950-TAS. La concentration en azote en solution solide, calculée en soustrayant de la teneur nominale la quantité d'azote dans les précipités $Nb_{0,5}C_{0,34}N_{0,16}$ est de 0,02 pds.%.

Les carbures de niobium et la cémentite sont difficilement observables sur métallographie car leurs tailles sont relativement petites. Il est difficile de seuiller par analyse d'images les carbures de taille inférieure à 50 nm de diamètre. Des répliques extractives ont donc été réalisées afin d'observer les carbures sans la matrice. Un échantillon est poli jusqu'au grade 1 μm et attaqué chimiquement au réactif Villela⁴. Un film de carbone est ensuite déposé sur l'échantillon à l'aide d'un évaporateur. L'échantillon est de nouveau plongé dans le réactif Villela jusqu'à ce que le film de carbone se décolle. Le film de carbone sur lequel sont piégés les carbures est ensuite récupéré sur des grilles de cuivre et observé au MEB (Figure 2. 14). Le film de carbone a pris l'empreinte de l'échantillon attaqué sur lequel il est déposé et les traces de la microstructure peuvent être distinguées sur les répliques.

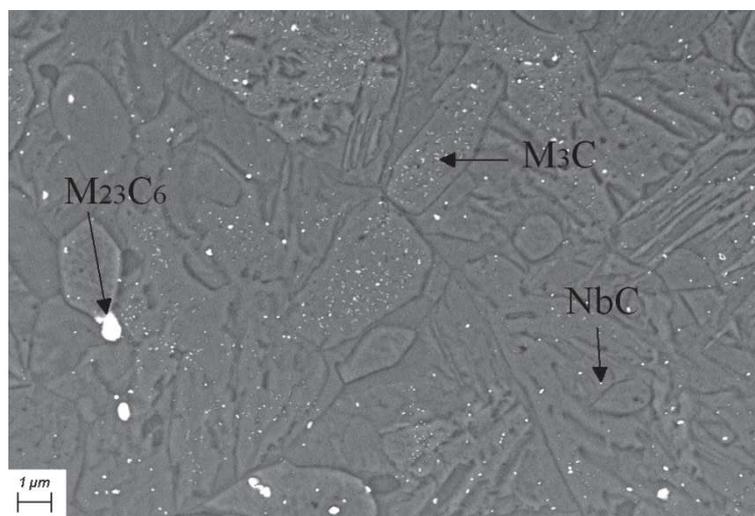


Figure 2. 14 : Micrographie MEB d'une réplique de la microstructure A-950-TAS.

La taille des carbures de niobium est plus facilement mesurée sur répliques. Cependant, la taille des carbures de niobium donnée dans ce paragraphe n'est pas mesurée sur la microstructure A-950-TAS mais sur la microstructure A-950-TE présentée à la fin de ce chapitre. Ces deux microstructures possèdent les mêmes populations de carbures de chrome et de niobium mais la microstructure A-950-TE ne présente pas de cémentite. Les répliques de la microstructure A-950-TE présentent alors seulement des carbures de chrome et de niobium et il est plus facile de seuiller les carbures de niobium par analyse d'images. D'après la Figure 2. 12, 95% des carbures de chrome ont un diamètre supérieur à 200 nm. Les carbures de niobium sont beaucoup plus petits et les distributions de taille des carbures de chrome et de niobium ne se chevauchent que très peu. Un seuillage en niveau de gris est effectué pour sélectionner les carbures et le diamètre maximal des carbures de niobium est fixé à 200 nm de diamètre pour ne pas prendre les carbures de chrome (Figure 2. 15). Les carbures de niobium dont le diamètre est inférieur à 6 nm ne sont pas comptabilisés car ils sont plus petits que la taille d'un pixel. Le diamètre moyen du cercle équivalent aux carbures de niobium (mesuré sur 100 carbures) est de 43 nm avec un écart type de 24 nm. La distribution de la taille des carbures est donnée sur la Figure 2. 16.

⁴ Attaque à température ambiante pendant 30s : 1 g d'acide picrique, 5 mL d'acide chlorhydrique et 95 mL d'éthanol

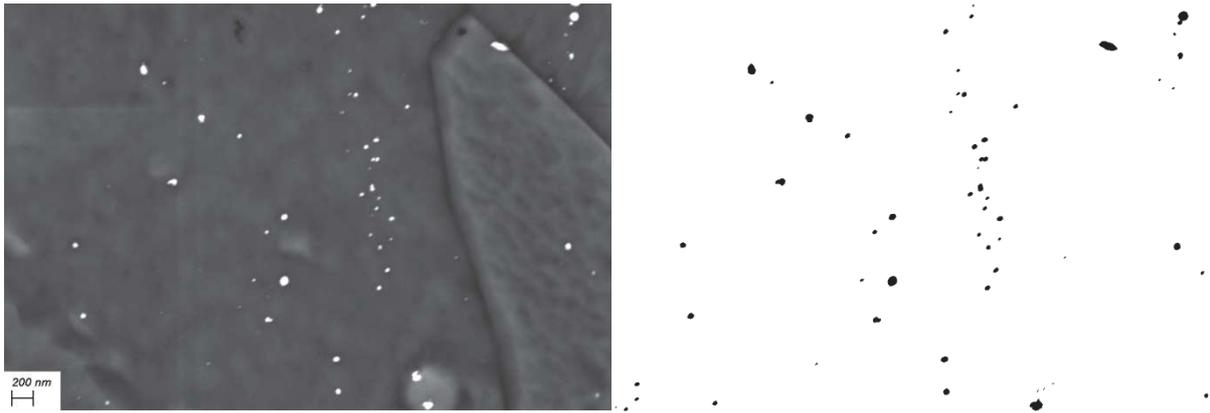


Figure 2. 15 : Seuillage des carbures de niobium sur une réplique de la microstructure A-950-TE.

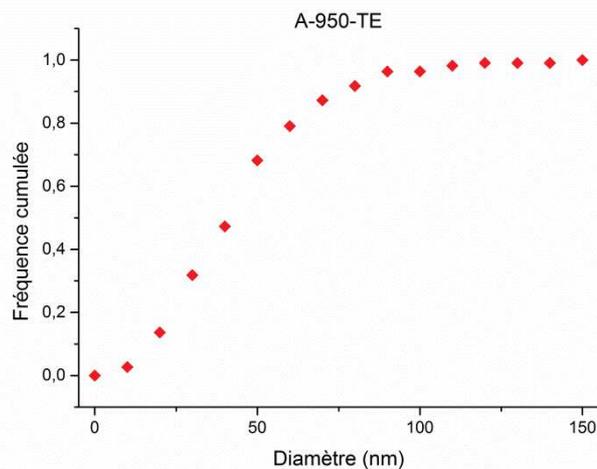


Figure 2. 16 : Distribution de la taille des carbures de niobium dans la microstructure A-950-TE.

Dans la microstructure A-950-TAS, la cémentite est reconnaissable par sa morphologie en bâtonnets. Elle n'est pas uniformément répartie. Il semble que la cémentite ne soit présente que dans certains paquets de lattes (dans environ 50% des paquets de martensite) (Figure 2. 14).

La microstructure A-950-TAS a été observée au MET. Certaines lattes de martensite contiennent des particules de cémentite (Figure 2. 17). La répartition de la cémentite n'est pas homogène non plus sur lame mince, confirmant que la répartition non homogène de la cémentite sur répliques n'est pas un artefact de préparation. Pour s'assurer que ces carbures sont bien de la cémentite, deux réseaux réciproques de cémentite ont été identifiés sur une figure de diffraction (Figure 2. 18). Il y a une relation d'orientation classique de type Bagaryatski [Bag1950] entre la martensite et la cémentite.

La cémentite n'est pas une phase d'équilibre prévue par Thermo-Calc. Elle précipite pendant le refroidissement par auto-revenu de la martensite. D'après Tsai et al. [Tsa2002], la formation de bainite est impossible dans les aciers AISI 410. La cémentite n'est donc pas issue de la formation de bainite inférieure. De plus, plusieurs variants de cémentite sont visibles dans une même latte de martensite (Figure 2. 18), ce qui est caractéristique de la martensite auto-revenue, et non de la bainite inférieure [Nis2013]. La composition chimique de la cémentite n'a été mesurée dans cette étude mais d'après les travaux de Chakraborty et al. [Cha2015], le rapport Fe/Cr est de 4,7 dans la cémentite d'un acier inoxydable martensitique AISI 410.

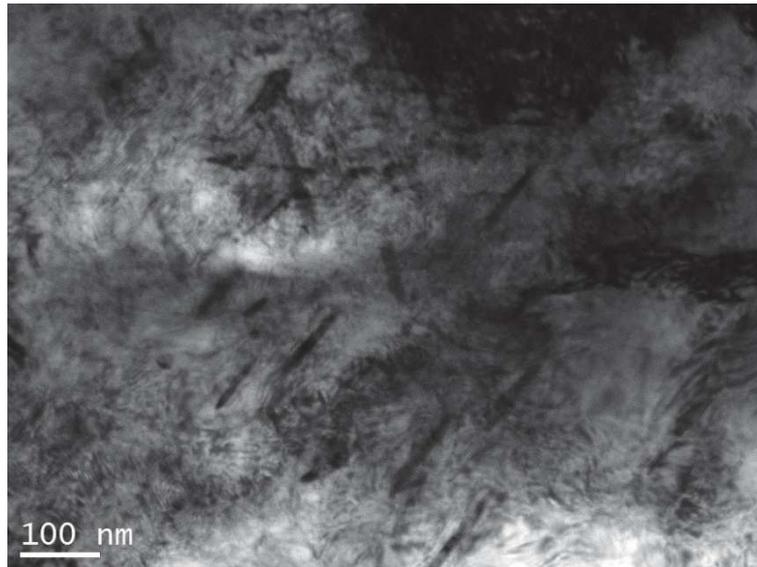


Figure 2. 17 : Image MET (champ clair) de la cémentite dans la microstructure A-950-TAS.

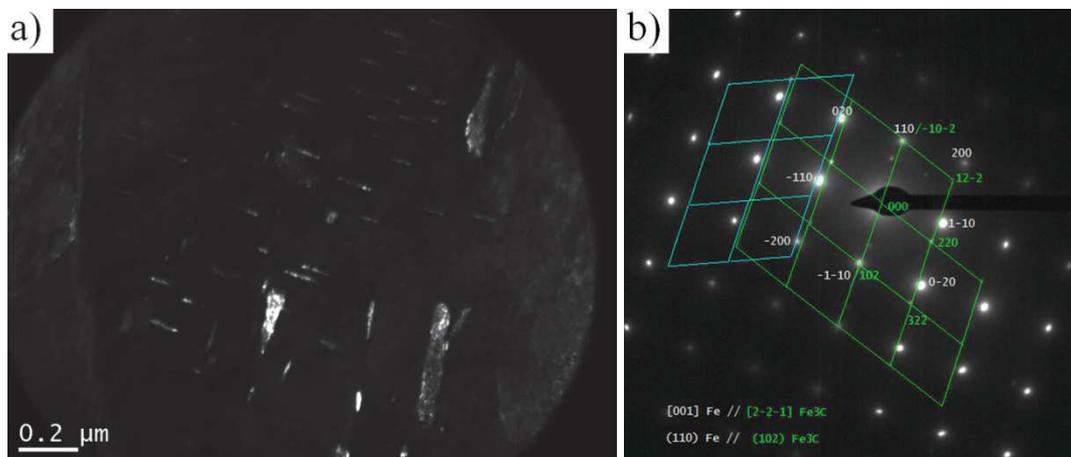


Figure 2. 18 : a) Image en champ sombre d'une autre zone que la Figure 2. 17 et b) figure de diffraction de la cémentite avec l'identification de deux variants de Bagaryatski.

Le seuillage de la cémentite par analyse d'images est difficile car les tailles des carbures de niobium et de la cémentite sont similaires. Les carbures de niobium sont légèrement plus clairs que la cémentite en électrons rétrodiffusés. Il est alors possible de ne sélectionner que la cémentite en réalisant un seuillage en niveau de gris adapté et en choisissant un diamètre de cercle équivalent maximal de 200 nm de diamètre pour ne pas prendre les carbures de chrome (Figure 2. 19). Les particules de cémentite n'étant pas sphériques, elles sont considérées elliptiques par l'analyse d'images et la taille de la cémentite correspond au grand axe de l'ellipse. Certains carbures sont proches les uns des autres et sont considérés comme étant un seul carbure par l'analyse d'images, faussant légèrement les résultats. Cependant, la quantité de carbures confondus en un seul par l'analyse d'images est jugée acceptable. La longueur moyenne de la cémentite mesurée sur 330 carbures est de 63 nm avec un écart type de 32 nm. La distribution de la taille des carbures est donnée sur la Figure 2. 20. Les particules de cémentite dont la longueur est inférieure à 15 nm ne sont pas comptabilisées car elles sont plus petites que la taille d'un pixel.

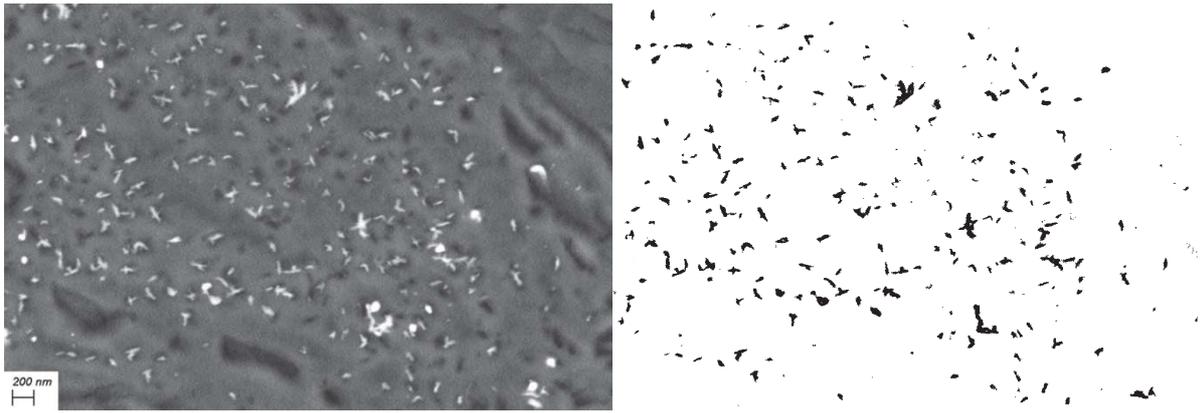


Figure 2. 19 : Seuillage des particules de cémentite sur une réplique de la microstructure A-950-TAS.

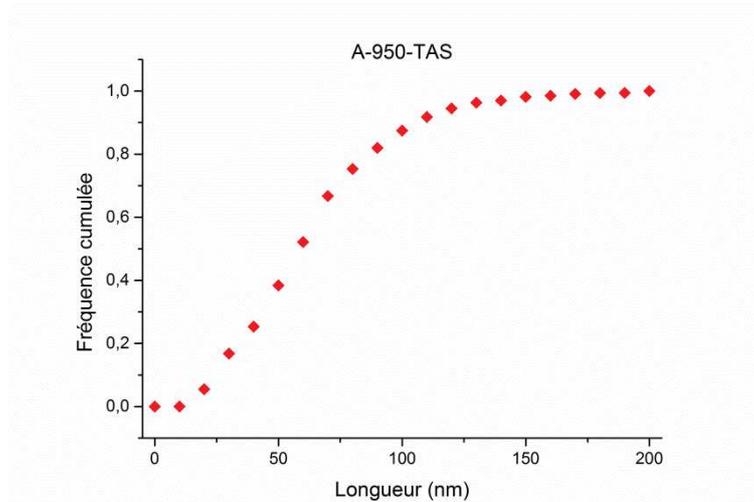


Figure 2. 20 : Distribution de la taille des particules de cémentite dans la microstructure A-950-TAS.

La fraction de cémentite est estimée à partir des résultats d'analyse d'images des répliques. Elle est mesurée sur 5 images MEB de largeur 20 μm . La fraction de cémentite est de 0,24% avec un écart type de 0,04%. Cependant, il y a deux sources d'erreurs lors de la mesure de fractions sur des répliques. Premièrement, une partie des carbures peut se détacher du film de carbone pendant la réalisation de la réplique. Deuxièmement, si la profondeur attaquée par la première attaque chimique est non négligeable par rapport à la taille des carbures, une grande partie des carbures situés dans le volume attaqué se retrouvent sur la réplique. La réplique n'est plus une image de la surface de la microstructure sans matrice, mais une vision en deux dimensions de l'ensemble des carbures qui étaient auparavant dans un volume de la microstructure. Pour pouvoir comparer les fractions mesurées sur d'autres microstructures, le protocole de réalisation des répliques est rigoureusement le même à chaque fois.

Environ 50% de la surface des répliques ne présente pas de cémentite. De plus, il y a aussi une différence de concentration en cémentite entre les paquets de lattes qui en contiennent. En effet, certains paquets présentent juste quelques particules de cémentite et d'autres, comme sur la Figure 2. 19, présentent une fraction élevée de cémentite. La fraction locale de cémentite mesurée dans les zones où elle est présente en plus grande quantité est de 1,18% avec un écart type de 0,42%.

- L'austénite résiduelle

Des films d'austénite résiduelle sont observables entre les lattes de martensite (Figure 2. 21). Les films mesurent entre 30 et 40 nm d'épaisseur. Les films d'austénite ne sont observés qu'autour de lattes de martensite ne présentant pas de cémentite. Afin de quantifier la fraction d'austénite résiduelle, des

mesures de sigma-métrie ont été effectuées sur des échantillons de dimension $18 \times 18 \times 1,5 \text{ mm}^3$. La fraction d'austénite résiduelle (phase non magnétique) est calculée en faisant une loi des mélanges sur les résultats d'aimantation à saturation de la microstructure A-950-TAS et d'un échantillon de référence de même composition chimique sans austénite (microstructure 100% ferromagnétique). La fraction d'austénite résiduelle, mesurée sur trois échantillons, est de 2,6% avec une incertitude liée à la répétabilité de 0,2% en prenant le matériau recuit comme référence de même composition chimique sans austénite.

Afin d'étudier la stabilité thermique de l'austénite, les trois échantillons ont été plongés dans l'azote liquide pendant 15 min puis de nouveau analysés au sigma-mètre. La fraction d'austénite obtenue après immersion dans l'azote liquide est toujours de 2,6%. L'austénite résiduelle est donc stable thermiquement jusqu'à -196°C .

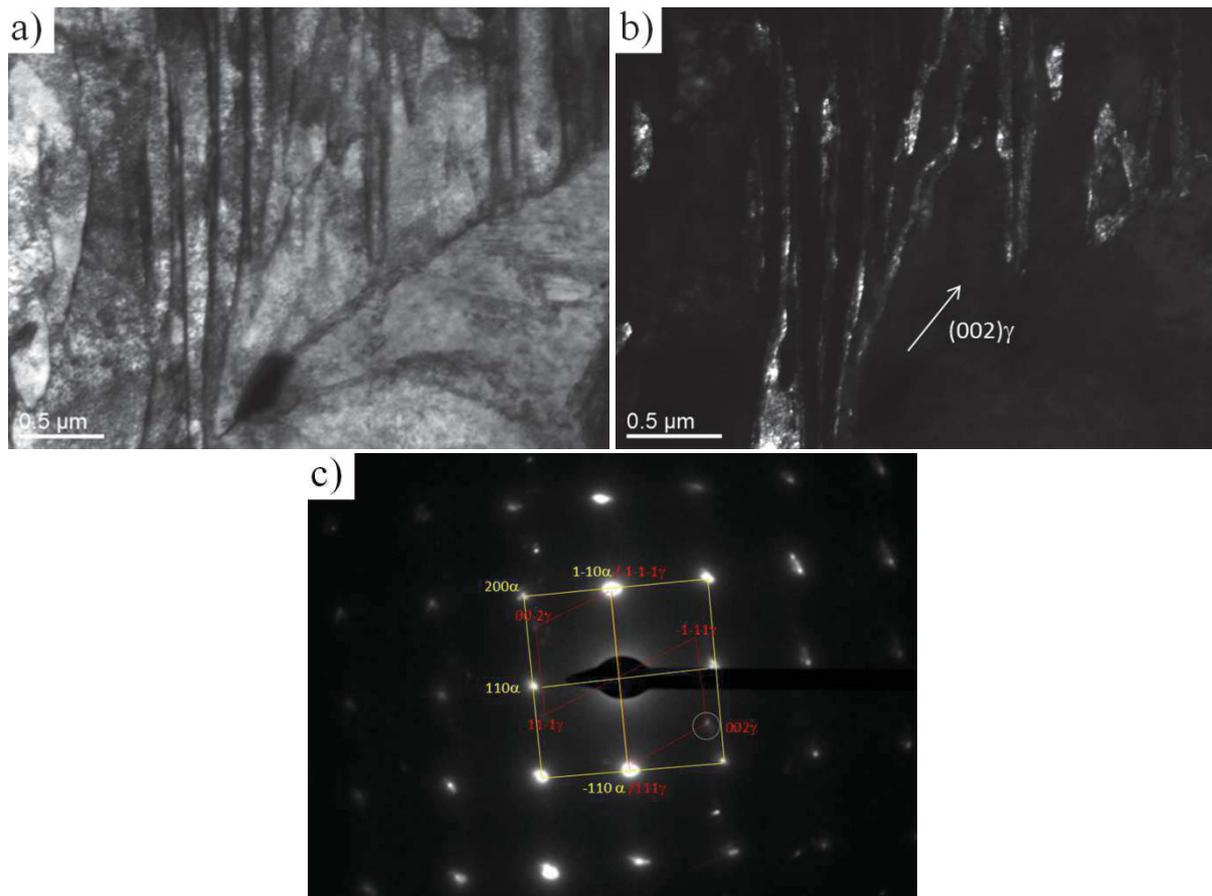


Figure 2. 21 : Images MET a) en champ clair, b) en champ sombre et c) figure de diffraction de l'austénite et de la martensite (relations d'orientation proche de celles de Kurdjumov-Sachs). L'axe de zone est $\langle 001 \rangle_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma$. La tache utilisée pour l'image en champ sombre est encerclée.

D'après Zhao et al. [Zha2001], la sigma-métrie est une méthode fiable pour mesurer des fractions d'austénite résiduelle. Cependant, l'incertitude de mesure sur les fractions d'austénite peut être élevée [Jac2009]. En effet, le matériau recuit utilisé comme référence n'a pas exactement la même composition chimique que la martensite dans la microstructure A-950-TAS car il y a une dissolution des carbures de chrome pendant le traitement d'austénitisation [Mol2017]. C'est pourquoi des mesures ont été réalisées en prenant comme référence la microstructure A-950-TE (microstructure présentée à la fin du chapitre, contenant peu d'austénite résiduelle) revenue à 500°C pendant 10 min pour décomposer l'austénite. La fraction d'austénite dans la microstructure A-950-TAS est alors estimée à 2,4% au lieu de 2,6%. La différence étant faible, la microstructure à l'état recuit servira de référence dans la suite de l'étude.

Des mesures en diffraction des rayons X (DRX) ont été effectuées sur les mêmes échantillons utilisés en sigma-métrie pour essayer de quantifier la fraction d'austénite résiduelle avec une autre méthode, également facile d'accès pour Aperam. L'appareil utilisé est un diffractomètre MRD X'Pert Pro PANalytical équipé d'une anode en cobalt (raie $K\alpha_1$). Cependant, la fraction d'austénite est trop faible pour être quantifiée en DRX. Les pics d'austénite ne sont pas visibles et sont dans le bruit du spectre (Figure 2. 22). La limite de détection de cet appareil DRX est de 5% d'austénite résiduelle. Cette mesure apporte quand même l'information que la fraction d'austénite est bien inférieure à 5%.

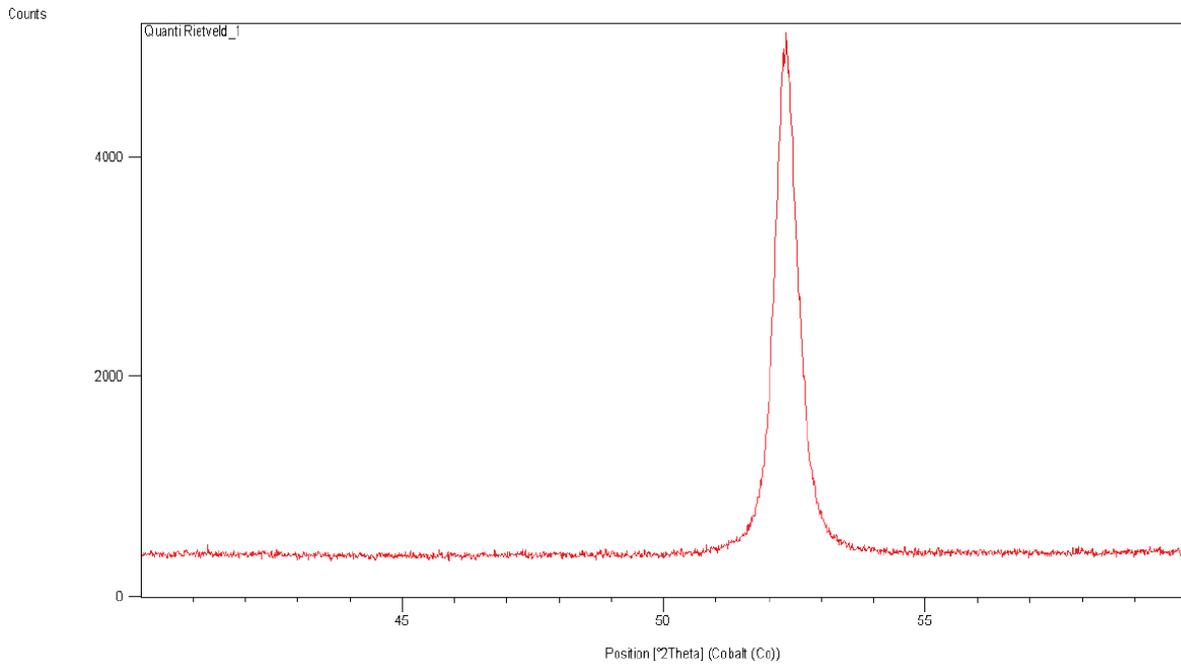


Figure 2. 22 : Spectre DRX de la microstructure A-950-TAS où seul le pic {110} de la ferrite (qui comprend aussi la martensite) est visible ($2\theta \approx 52,3^\circ$). Le pic {111} de l'austénite est prédit autour de $2\theta \approx 51,1^\circ$ d'après la loi de Bragg.

Des mesures de diffraction des neutrons ont donc été réalisées au Laboratoire Léon Brillouin (Protocole expérimental en Annexe B). En effet, en diffraction des neutrons, le bruit de mesure est beaucoup moins important qu'en DRX par rapport au signal et de faibles fractions peuvent être détectées. Les spectres sont analysés avec le logiciel FullProf en utilisant un affinement Rietveld. Les profils des raies de diffraction ont été ajustés à l'aide d'une fonction Pseudo-Voigt. La Figure 2. 23 montre le spectre avec les données expérimentales en rouge. La courbe noire représente le spectre calculé à partir de certains paramètres (fractions de phases, paramètres de mailles, profils des raies de diffraction...). Les paramètres sont affinés afin que l'écart entre le spectre expérimental et le spectre calculé (courbe bleue) soit le plus faible possible (au sens des moindres carrés). La martensite n'étant pas riche en carbone, elle est considérée ferritique avec une maille cubique centrée dans l'analyse du spectre. Les quatre pics de la ferrite sont bien visibles sur Figure 2. 23. L'intensité des pics de ferrite n'est pas parfaitement reproduite par le spectre calculé. Cela peut être dû à la texture du matériau. Il est plus difficile d'identifier les cinq pics de l'austénite (Figure 2. 24). L'optimisation automatique de FullProf ne fonctionnant pas très bien pour les pics d'austénite de trop faibles intensités par rapport au bruit de fond, les paramètres ont été ajustés manuellement.

La fraction d'austénite mesurée en diffraction des neutrons est de 3,7% donc supérieure à la fraction obtenue par sigma-métrie (2,6%). L'incertitude de mesure en diffraction des neutrons est estimée à 1%. De plus, le paramètre de maille de l'austénite est de 3,60Å.

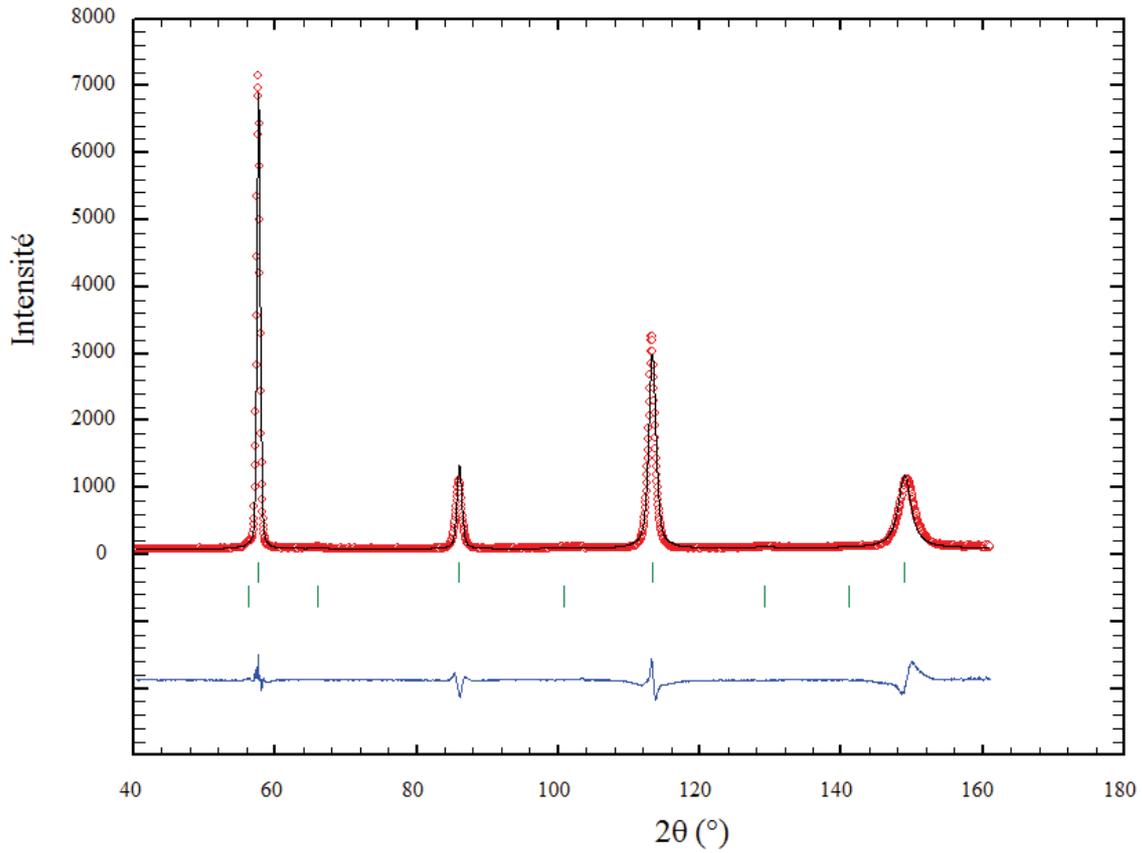


Figure 2. 23 : Diffractogramme des neutrons de la microstructure A-950-TAS

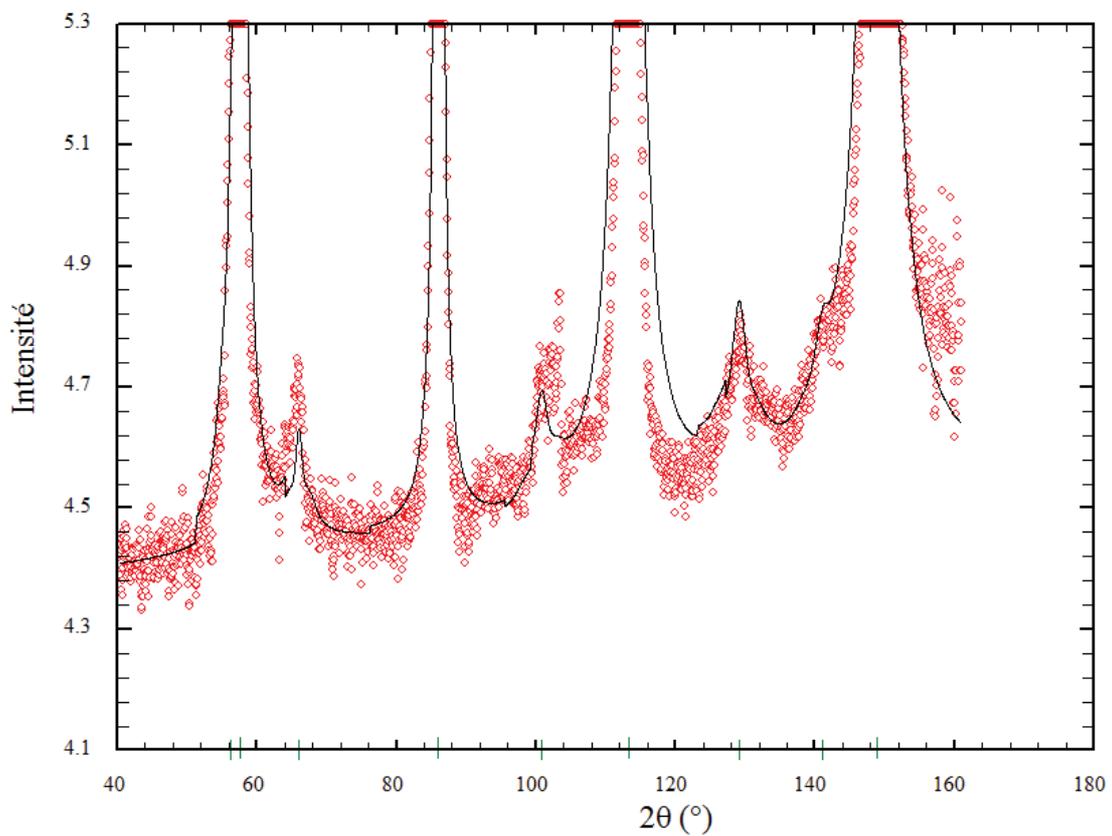


Figure 2. 24 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure A-950-TAS pour visualiser les pics de l'austénite.

- Répartition des atomes de carbone dans la microstructure

La mesure des fractions de phases et de carbures permet d'estimer la concentration en carbone dans l'austénite primaire juste avant la transformation martensitique. La concentration en carbone est supposée négligeable dans la ferrite.

$$C_{\gamma} = \frac{C_0 - f_{M_{23}C_6} \times C_{M_{23}C_6} - f_{Nb(C,N)} \times C_{Nb(C,N)}}{f_{\gamma}} \quad (\text{Eq. 2. 2})$$

C_0 est la teneur nominale en carbone dans la composition chimique, $C_{M_{23}C_6}$ et $C_{Nb(C,N)}$ sont les fractions massiques de carbone dans les carbures $M_{23}C_6$ et les carbonitrides Nb(C,N) respectivement, C_{γ} est la concentration en carbone dans l'austénite primaire et $f_{M_{23}C_6}$, $f_{Nb(C,N)}$ et f_{γ} sont les fractions de carbures $M_{23}C_6$, de carbonitrides Nb(C,N) et d'austénite primaire respectivement. Les fractions massiques de carbone dans les carbures sont calculées en prenant comme stœchiométries $Cr_{15}Fe_8C_6$ et $Nb_{0,5}C_{0,34}N_{0,16}$ d'après les résultats de Thermo-Calc. Le calcul donne une concentration en carbone dans l'austénite primaire de 0,075 pds.%.

La présence de cémentite dans la microstructure A-950-TAS indique que la martensite est au moins partiellement auto-revenue, c'est-à-dire que les atomes de carbone diffusent pendant le refroidissement. En supposant que tous les atomes de carbone présents en solution solide dans l'austénite primaire (de concentration 0,075 pds.%) puis dans la martensite diffusent et précipitent en cémentite Fe_3C pendant le refroidissement, on obtient une fraction de cémentite maximale possible de 1,13%. Cette valeur est proche de la fraction mesurée localement sur répliques dans les zones présentant de la cémentite (1,18%). Il semble donc que dans les paquets de lattes contenant beaucoup de cémentite, la majorité des atomes de carbone soit sous forme de particules de cémentite et non en solution solide dans la martensite.

On peut supposer que la cémentite précipite dans les premiers paquets de lattes formés pendant le refroidissement, pour lesquels la distance de diffusion du carbone est assez grande pour former de la cémentite. La martensite formée en fin de transformation, à plus basses températures, ne présente pas de cémentite et les atomes de carbone diffusent probablement dans l'austénite résiduelle ou au niveau des dislocations de la martensite si la distance de diffusion n'est pas suffisante.

1.2.3. Taille de la microstructure

Une attaque électrochimique⁵ est réalisée sur un échantillon poli jusqu'au grade 1 μm pour révéler les joints des grains d'austénite primaire (Figure 2. 25). Certains joints ne semblent pas attaqués, ce qui ne permet pas d'utiliser une méthode par intercept. Sur 100 grains identifiés manuellement à mi-épaisseur, le diamètre du cercle équivalent est de 9 μm avec un écart-type de 3 μm (Figure 2. 26).

Les grains d'austénite primaire peuvent aussi être déterminés en EBSD grâce aux relations d'orientation entre la martensite et l'austénite. Une analyse EBSD a été réalisée sur un échantillon poli jusqu'au grade 1 μm suivi d'une finition à l'OPS. Le pas d'analyse est de 100 nm. Le nettoyage des données se fait par dilatation des grains (la taille minimale d'un grain est fixée à 5 pixels, soit 0,15 μm^2). Sur la Figure 2. 27, 5% des points ont été réindexés. La Figure 2. 28 montre les orientations décrites par l'ensemble des variants KS et NW dans l'ancien grain austénitique entouré en rouge. L'orientation des anciens grains d'austénite se déduit en prenant les centres des cercles représentés par des croix sur la figure de pôles de la Figure 2. 28. La taille moyenne mesurée à partir de 10 grains austénitiques identifiés manuellement par cette méthode est de 9 μm avec un écart-type de 2 μm , similaire à la moyenne obtenue par l'analyse de la Figure 2. 25.

⁵ Attaque dans la soude (diluée 40 g / 100 mL) 2 min à 100 mA

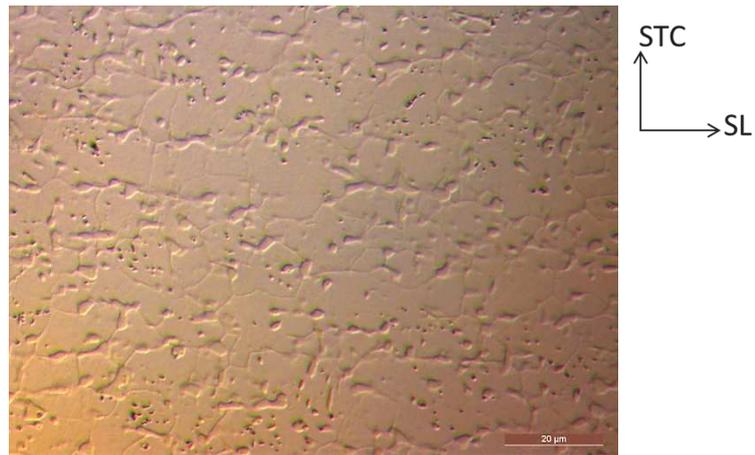


Figure 2. 25 : Micrographie optique de la microstructure A-950-TAS. Les carbures sont noirs et l'attaque est plus marquée au niveau des grains de ferrite que de la martensite.

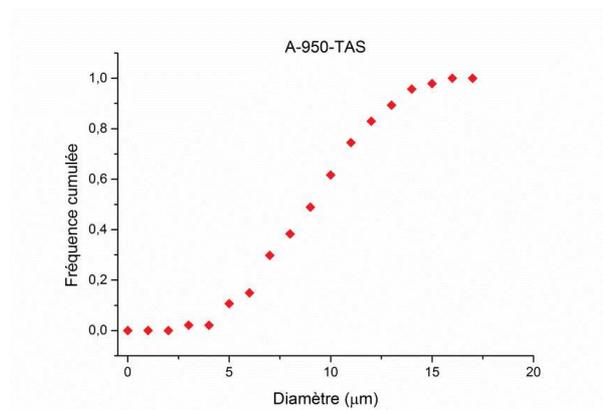


Figure 2. 26 : Distribution de la taille des grains d'austénite primaire dans la microstructure A-950-TAS.

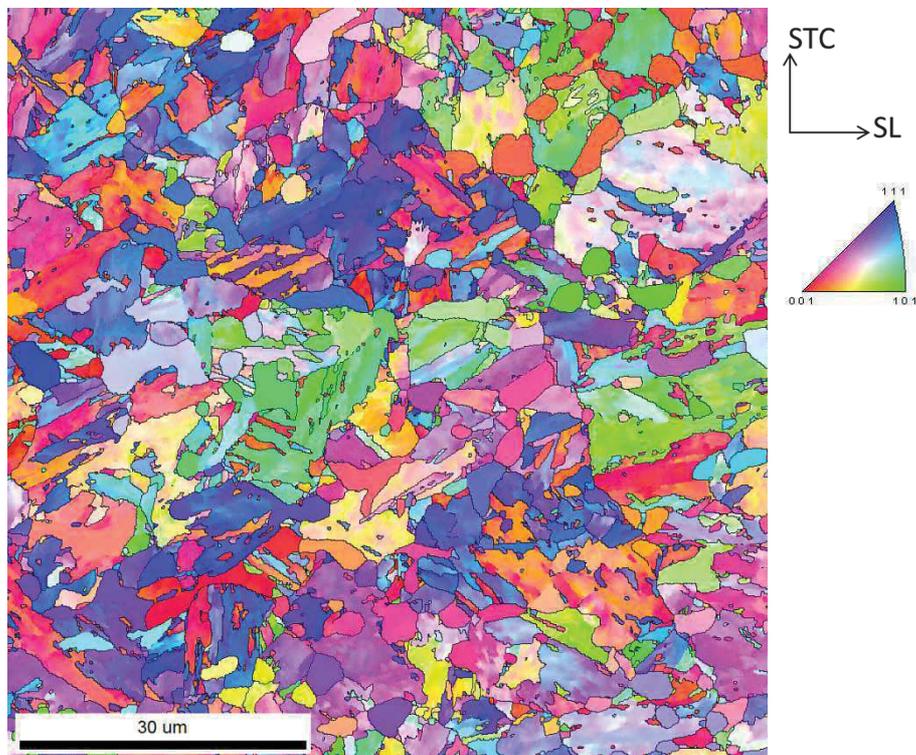


Figure 2. 27 : Cartographie EBSD de la microstructure A-950-TAS, la couleur étant basée sur l'orientation des grains perpendiculairement au plan d'observation, selon l'axe ST. Les lignes noires représentent les joints dont les désorientations sont supérieures à 15° .

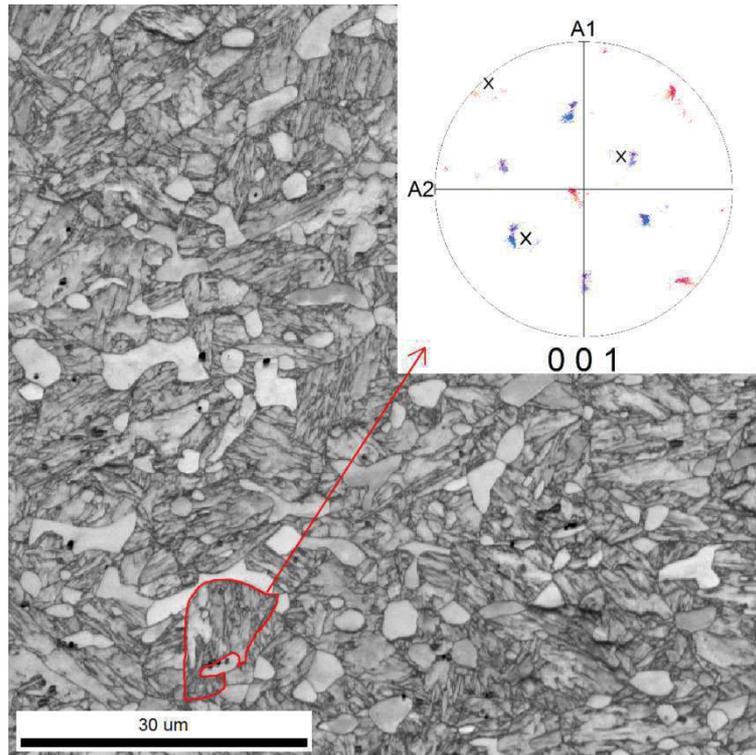


Figure 2. 28 : Carte d'indice de qualité et figure de pôles {001} caractéristique des relations d'orientation entre les variants de martensite et le gain d'austénite primaire.

Dans l'étude de la résistance à la propagation du clivage, on s'intéresse aux joints de fortes désorientations. L'analyse EBSD permet de déterminer les « grains efficaces » dont les joints ont une désorientation supérieure à 15° . La taille moyenne des « grains efficaces » est de $4 \mu\text{m}$ avec un écart-type de $2 \mu\text{m}$ en fixant une taille minimale de $2 \mu\text{m}$. La Figure 2. 27 montre qu'au sein d'un bloc de lattes, quelques pixels peuvent être attribués à un autre bloc de lattes. Ceci est dû à la coupe en 2 dimensions de lattes de martensite qui sont très enchevêtrées les unes dans les autres. Une fissure de clivage ne se propage pas dans un plan morphologiquement continu mais dévie de quelques degrés pour suivre l'orientation locale cristallographique des blocs de martensite. Une taille minimale a été fixée à $2 \mu\text{m}$ pour ne pas considérer ces quelques pixels comme étant un « grain efficace » dans la mesure de la taille moyenne. La distribution de la taille des « grains efficaces » est donnée sur la Figure 2. 29.

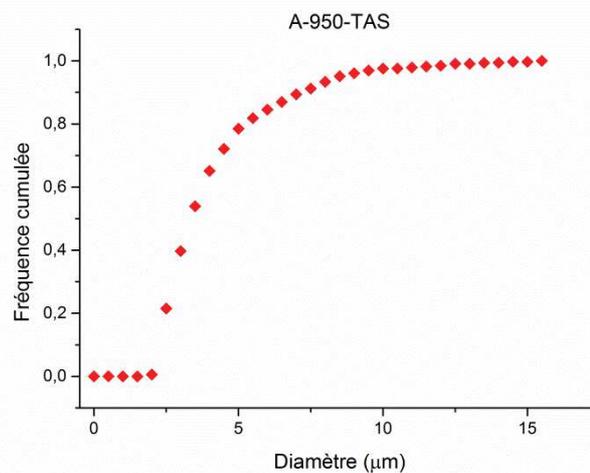


Figure 2. 29 : Distribution de la taille des « grains efficaces » dans la microstructure A-950-TAS.

Enfin, la largeur moyenne des lattes de martensite a aussi été mesurée à partir des images MET par la méthode des intercepts (exemple sur la Figure 2. 30). La largeur moyenne mesurée sur 30 lattes est de 200 nm avec un écart-type de 73 nm.

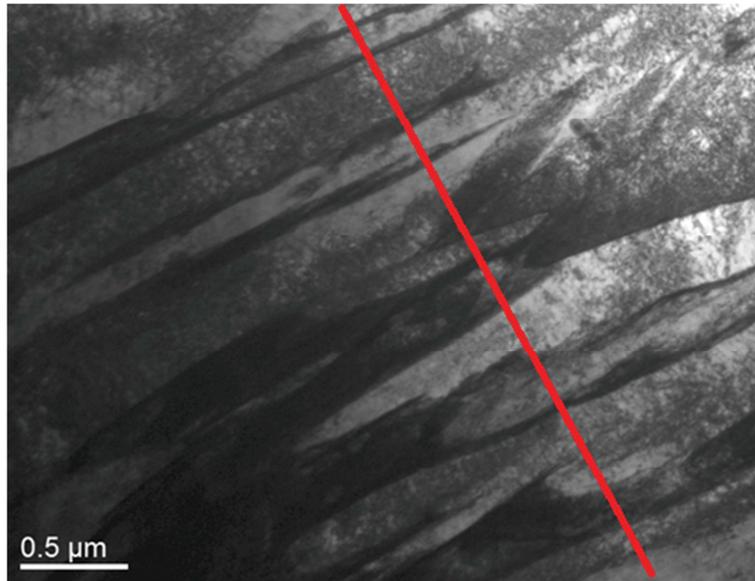


Figure 2. 30 : Mesure de la largeur des lattes de martensite sur une image MET (champ clair) de la microstructure A-950-TAS.

Une analyse de la texture a été effectuée en DRX sur la microstructure A-950-TAS. Les résultats sont donnés en Annexe C. Les textures ne sont pas très marquées avec un indice de texture inférieur à 2,2.

En résumé, la matrice de la microstructure A-950-TAS est constituée de trois phases métalliques : une matrice de martensite en lattes, 14% de ferrite non transformée et 2,6% d'austénite résiduelle sous forme de films interlattes. De plus, la microstructure comporte 0,4% de carbures de chrome, 0,12% de carbures de niobium et 0,24% de cémentite. La microstructure est assez fine avec un grain d'austénite primaire de 9 µm de diamètre en moyenne.

Quatre autres microstructures sont analysées afin d'étudier l'influence de la composition chimique et du traitement thermique sur la microstructure. Les protocoles expérimentaux sont les mêmes pour toutes les microstructures (préparations des échantillons, mesures des fractions et des tailles des phases et des carbures, analyses EBSD...). Dans la suite du chapitre, les résultats sont donc donnés sans rappeler les protocoles.

2. Influence de la teneur en niobium sur la microstructure

2.1. Composition chimique et microstructure de la nuance B à l'état recuit

Pour étudier l'influence du niobium sur la microstructure et les propriétés mécaniques, une deuxième nuance, nommée nuance B, est analysée et comparée à la nuance A. Cette nuance B a la même composition chimique que la nuance A mais sans niobium (Tableau 2. 3). Les tôles ont aussi une épaisseur de 1,5 mm.

C	Mn	Si	Ni	Cr	Nb	N
0,1	0,4	0,4	0,1	12	0	0,02

Tableau 2. 3 : Composition chimique de la nuance B (en pds.%)

L'analyse quantitative de la propreté inclusionnaire n'a pas été effectuée sur cette nuance. Cependant, d'après l'observation en microscopie optique d'un échantillon poli jusqu'au grade 1 μm , la nuance B possède comme la nuance A quelques inclusions de type aluminates et quelques oxydes (Figure 2. 31).



Figure 2. 31 : Micrographie optique d'inclusions dans la nuance B.

La Figure 2. 32 montre la microstructure ferritique de la nuance B à l'état recuit. Il y a de nombreux carbures de chrome fortement alignés dans le sens du laminage. Les calculs sur Thermo-Calc donnent une fraction de carbures $M_{23}C_6$ de 2,4%, tandis qu'elle est de 2,0% pour la nuance A à l'état recuit. De plus, la taille moyenne des grains de ferrite est de 14 μm avec un écart-type de 1 μm sur toute l'épaisseur de la tôle, donc légèrement supérieure à la nuance A (entre 9 et 12 μm).

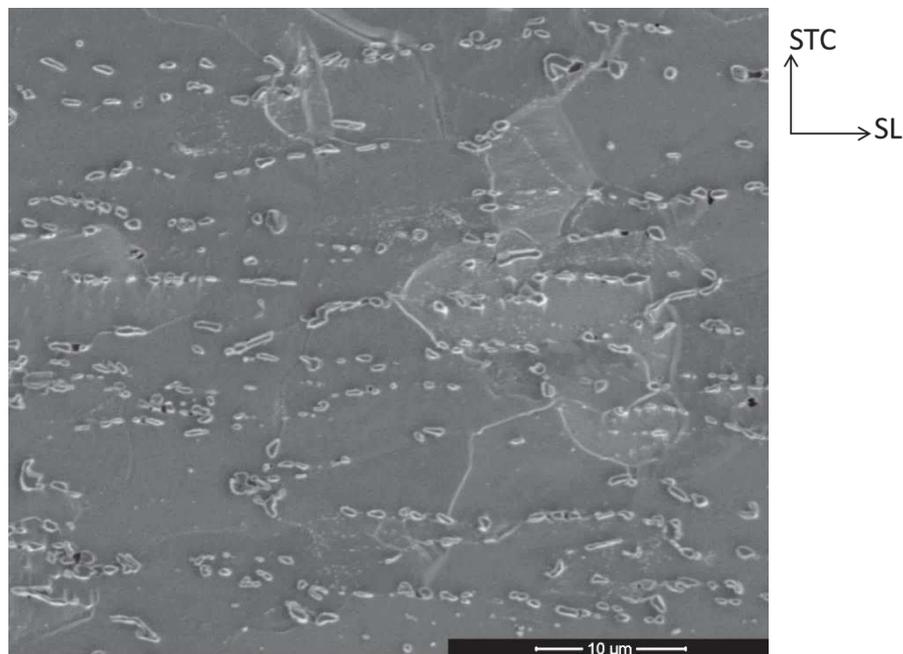


Figure 2. 32 : Micrographie MEB de la nuance B à l'état recuit.

Les températures de transformation de phase de la nuance B sont mesurées par dilatométrie. D'après la Figure 2. 33, les températures A_{c1} et M_s sont de 880°C et 410°C respectivement. Les températures A_{c1} et M_s sont légèrement plus élevées dans la nuance A (890°C et 430°C respectivement).

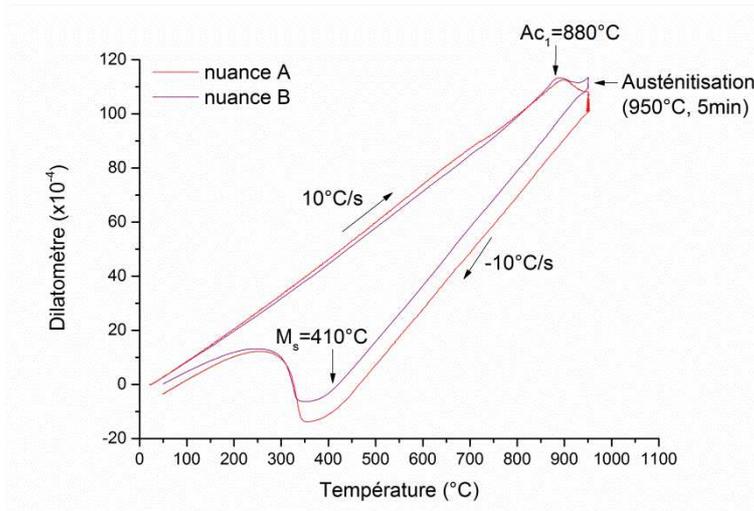


Figure 2. 33 : Courbes de dilatation des nuances A et B. Les températures de transformation de phases de la nuance B sont indiquées.

La solubilité du carbone dans la ferrite étant faible, les atomes de carbone précipitent en carbures à l'équilibre thermodynamique dans le domaine ferritique. C'est pourquoi, à l'état recuit, quasiment tous les atomes de carbone sont situés dans les carbures de chrome et de niobium pour la nuance A et seulement dans les carbures de chrome dans la nuance B. La nuance B ne contenant pas de niobium, il y a plus de carbures de chrome (2,4% au lieu de 2,0%). Il y a donc moins de chrome en solution solide dans la nuance B, ce qui peut expliquer cette légère diminution de la température Ac_1 .

Le traitement thermique effectué sur la nuance B est le même que celui de la microstructure A-950-TAS, c'est-à-dire un traitement à 950°C pendant 5 min dans le même four suivi d'une trempe à l'air soufflé. La microstructure obtenue est nommée B-950-TAS.

2.2. Analyse de la microstructure B-950-TAS

2.2.1. Phases et carbures

La microstructure B-950-TAS est martensitique avec de la ferrite résiduelle, des carbures de chrome et de la cémentite (Figure 2. 34). Contrairement à la microstructure A-950-TAS, il n'y a pas de carbures de niobium.

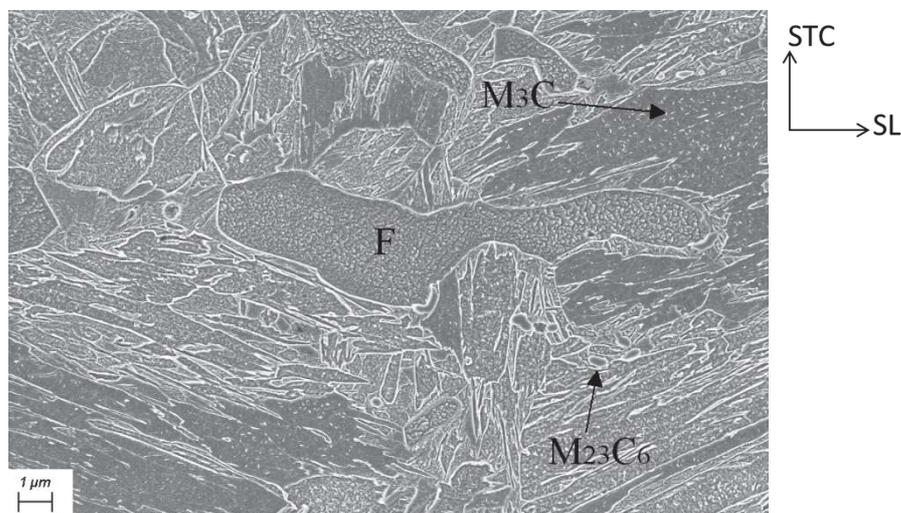


Figure 2. 34 : Micrographie MEB de la microstructure B-950-TAS. F=Ferrite.

La fraction de ferrite résiduelle est de 10% avec un écart-type de 2% et la taille moyenne est de 2,3 μm avec un écart-type de 1,3 μm . La distribution de la taille des grains de ferrite est représentée sur la Figure 2. 35 a). Les distributions sont similaires pour les deux nuances. La fraction de ferrite est légèrement plus faible dans la microstructure B-950-TAS que dans la microstructure A-950-TAS (14%). Ceci est probablement en lien avec la légère diminution de la température A_{c1} pour la nuance B (Figure 2. 33). La transformation austénitique commençant un peu plus tôt, une plus grande quantité de ferrite peut se transformer en austénite pendant le traitement thermique.

De plus, la fraction de carbures de chrome est de 0,7% avec un écart-type de 0,6%. L'intervalle de confiance à 95% est [0,4% ; 1,0%]. La taille moyenne est de 0,5 μm avec un écart-type de 0,2 μm dans la microstructure B-950-TAS (Figure 2. 35 b)). Il y a bien plus de carbures de chrome dans la microstructure B-950-TAS que dans la microstructure A-950-TAS (0,4%). La fraction de carbures de chrome étant plus élevée à l'état recuit dans la nuance B, il est cohérent d'avoir plus de carbures dans la microstructure B-950-TAS que dans A-950-TAS après le même traitement thermique. Par contre, leurs tailles sont similaires.

Les îlots de ferrite sont stabilisés par l'enrichissement en chrome qui est dû à la dissolution des carbures $M_{23}C_6$. Il est cohérent que les tailles des îlots soient identiques pour les deux nuances puisque cela doit correspondre à une distance de diffusion du chrome autour d'un carbure de chrome. Par conséquent, pour une même taille de carbure initiale et une même température de traitement thermique, les zones enrichies en chrome et donc la taille des grains de ferrite sont similaires.

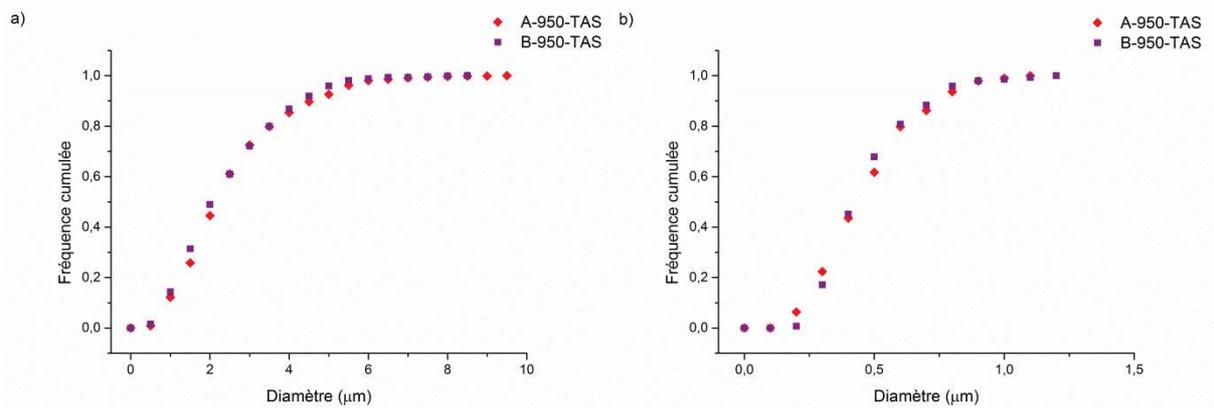


Figure 2. 35 : Distribution de la taille a) des grains de ferrite et b) des carbures de chrome dans les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS.

La microstructure B-950-TAS présente aussi des particules de cémentite également distribuées de manière hétérogène. Des répliques ont donc été réalisées pour cette microstructure. Les carbures de chrome et la cémentite sont visibles sur la Figure 2. 36.

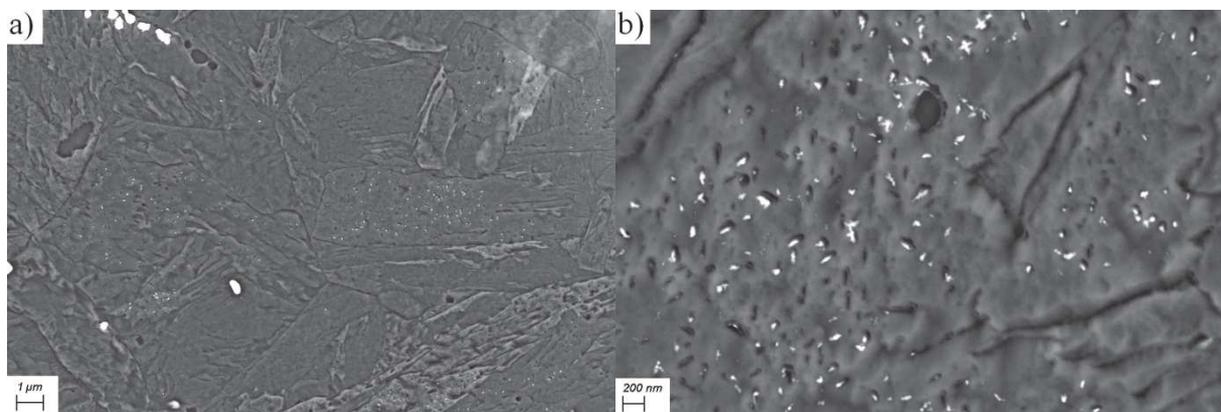


Figure 2. 36 : Micrographies MEB d'une réplique de la microstructure B-950-TAS a) à faible grossissement et b) zoom dans une zone présentant de la cémentite.

La fraction de cémentite est de 0,16% avec un écart-type de 0,06% et la longueur moyenne est de 49 nm avec un écart-type de 32 nm (Figure 2. 37). Il y a donc légèrement moins de cémentite que dans la microstructure A-950-TAS (0,24%) et les carbures M_3C ont une longueur moyenne plus faible. La fraction locale de cémentite mesurée dans les paquets de lattes ou elle se trouve en grande quantité est de 1,17% avec un écart-type de 0,52%.

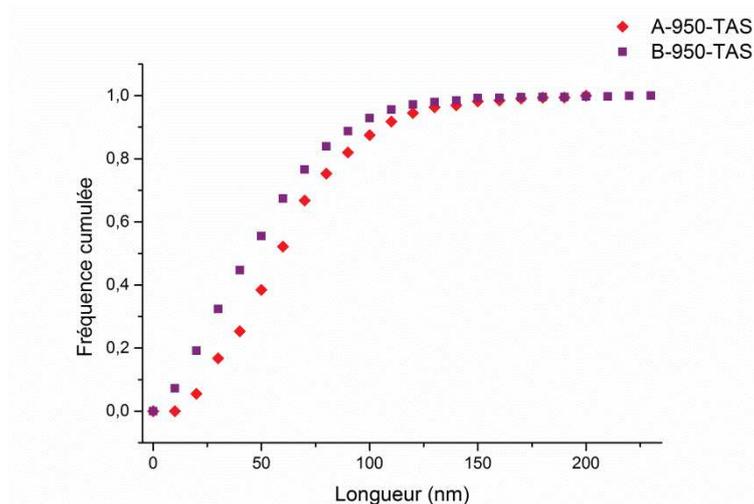


Figure 2. 37 : Distribution de la taille des particules de cémentite des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS.

Enfin, la microstructure B-950-TAS est observée au MET sur lame mince. Des films d'austénite résiduelle sont observés entre les lattes de martensite (Figure 2. 38). Ils mesurent entre 10 et 20 nm d'épaisseur donc ils sont plus fins que dans la microstructure A-950-TAS (30 - 40 nm). La fraction d'austénite estimée par sigma-métrie est de 2,8% en prenant la nuance B à l'état recuit comme référence sans austénite. Elle est donc très légèrement supérieure à la fraction d'austénite dans la microstructure A-950-TAS (2,6%). De plus, la fraction d'austénite résiduelle reste égale à 2,8% après une immersion dans l'azote liquide pendant 15 min. L'austénite est donc stable thermiquement jusqu'à -196°C .

Une analyse en diffraction des neutrons a été réalisée sur la microstructure B-950-TAS (Figure 2. 39). La fraction d'austénite résiduelle obtenue est de 3,1% (Figure 2. 40). Cette valeur est légèrement supérieure à la fraction obtenue par sigma-métrie (2,8%). Le paramètre de maille de l'austénite est de 3,59 Å.

La concentration en carbone dans l'austénite primaire (juste avant la trempe) est calculée à partir des mesures de fractions de ferrite et de carbures de chrome (Eq. 2.2). La concentration est de 0,058 pds.%. Il y a donc moins d'atomes de carbone en solution solide dans la martensite et disponibles pour diffuser dans la cémentite ou l'austénite résiduelle que dans la microstructure A-950-TAS (0,075 pds.%), ce qui peut expliquer la fraction plus faible de cémentite. Cependant, la fraction d'austénite résiduelle est légèrement supérieure à la fraction mesurée dans la microstructure A-950-TAS.

En supposant que tous les atomes de carbone présents en solution solide dans l'austénite primaire (de concentration 0,058 pds.%) puis dans la martensite diffusent et précipitent en cémentite Fe_3C pendant le refroidissement, on obtient une fraction de cémentite maximale possible de 0,86%. Or la fraction maximale mesurée est de 1,17% de cémentite donc supérieure à la valeur théorique.

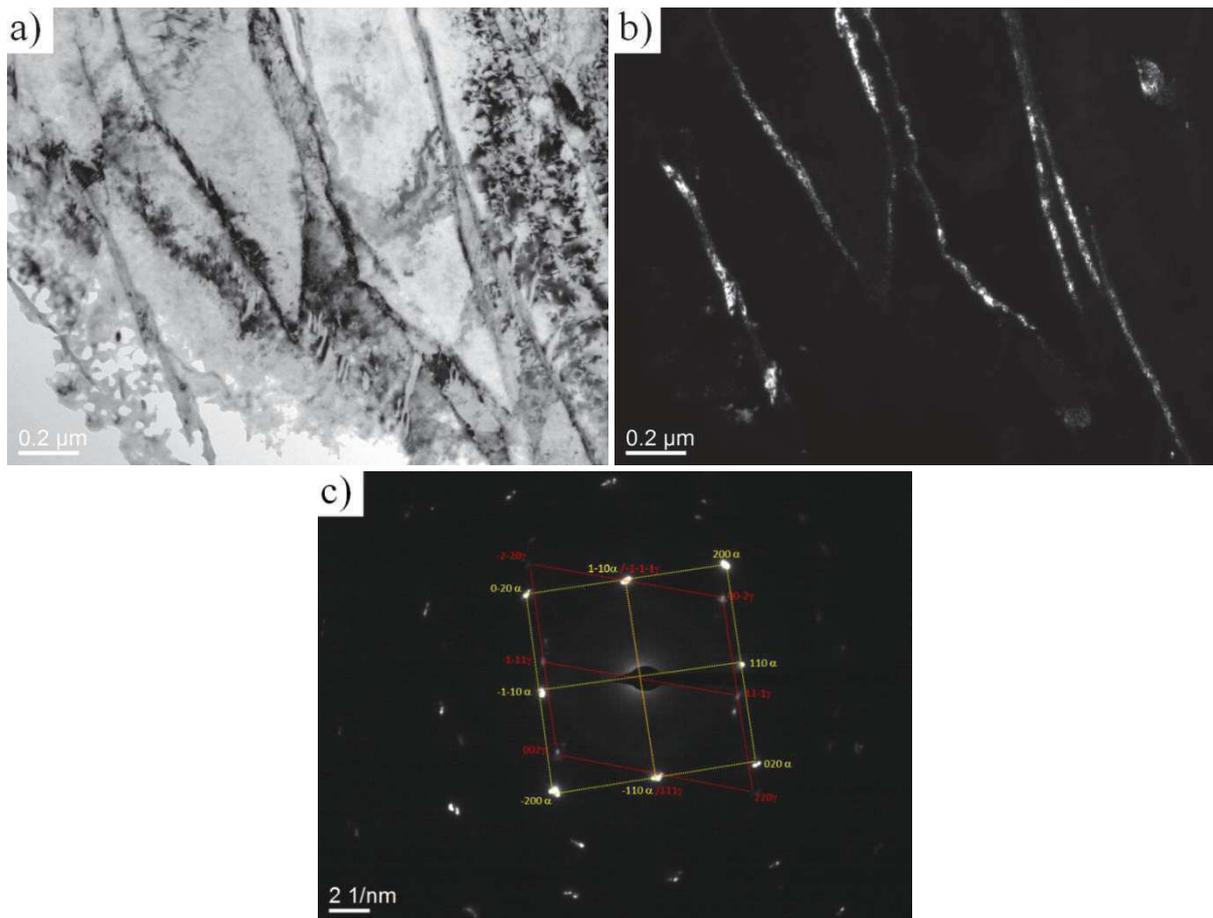


Figure 2. 38 : Images MET a) en champ clair, b) en champ sombre et c) figure de diffraction de l'austénite et de la martensite dans la microstructure B-950-TAS.

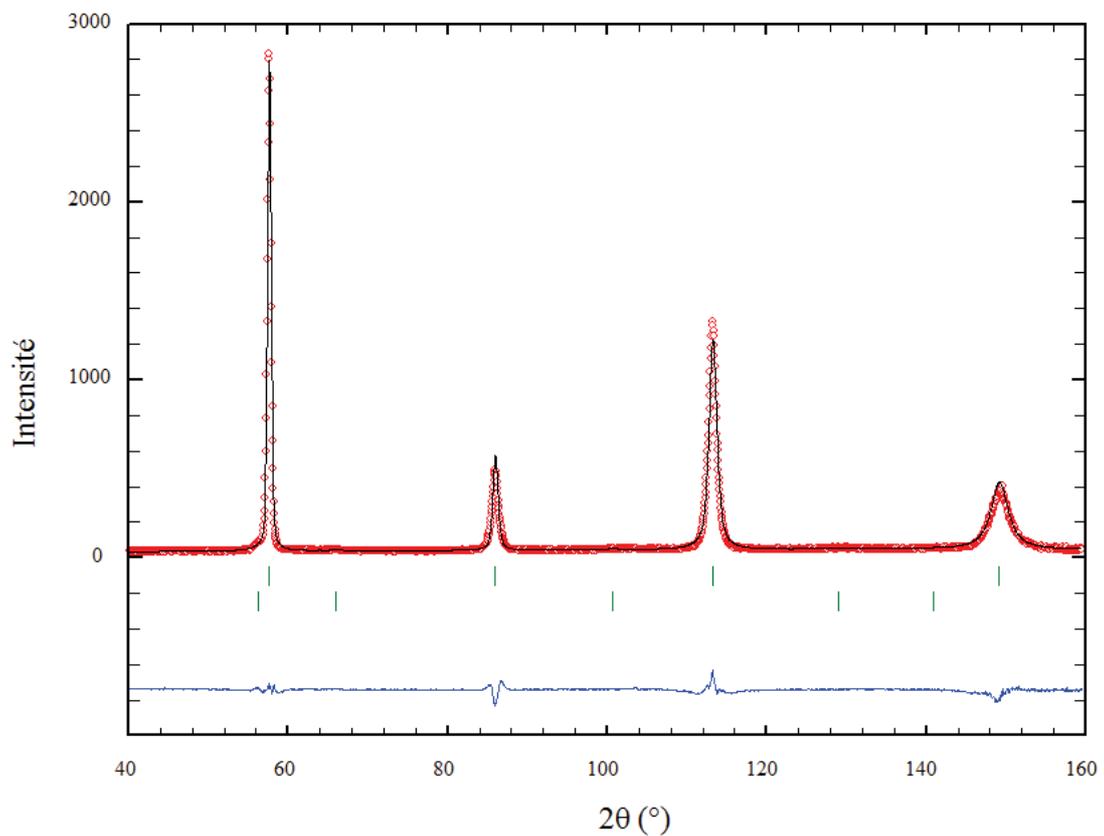


Figure 2. 39 : Diffractogramme des neutrons de la microstructure B-950-TAS.

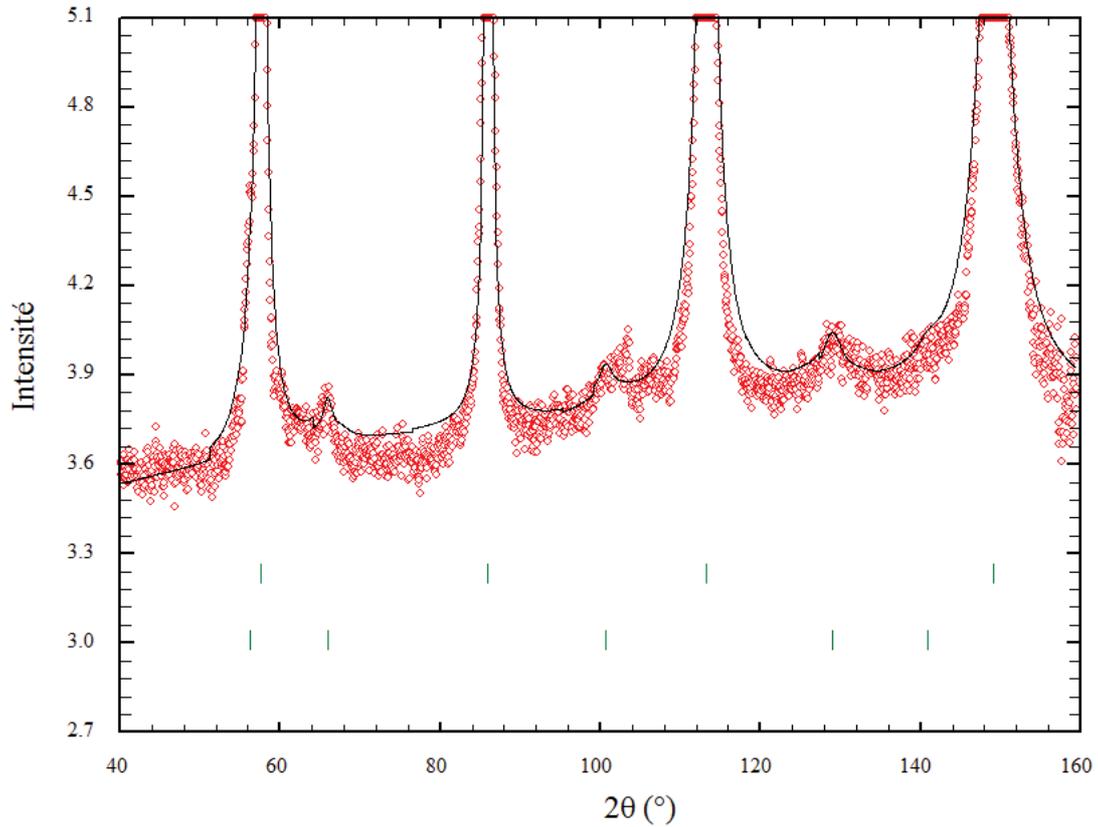


Figure 2. 40 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure B-950-TAS pour visualiser les pics de l'austénite.

2.2.2. Taille de la microstructure

La taille du grain d'austénite primaire est de 14 μm avec un écart-type de 3 μm dans la microstructure B-950-TAS (Figure 2. 41) tandis qu'elle est de 9 μm dans la microstructure A-950-TAS (Figure 2. 42). Les carbures de niobium permettent de diminuer la taille du grain austénitique dans la microstructure A-950-TAS en diminuant la mobilité des joints par effet d'épingleage de Zener [Sta1948] (Chapitre 1).

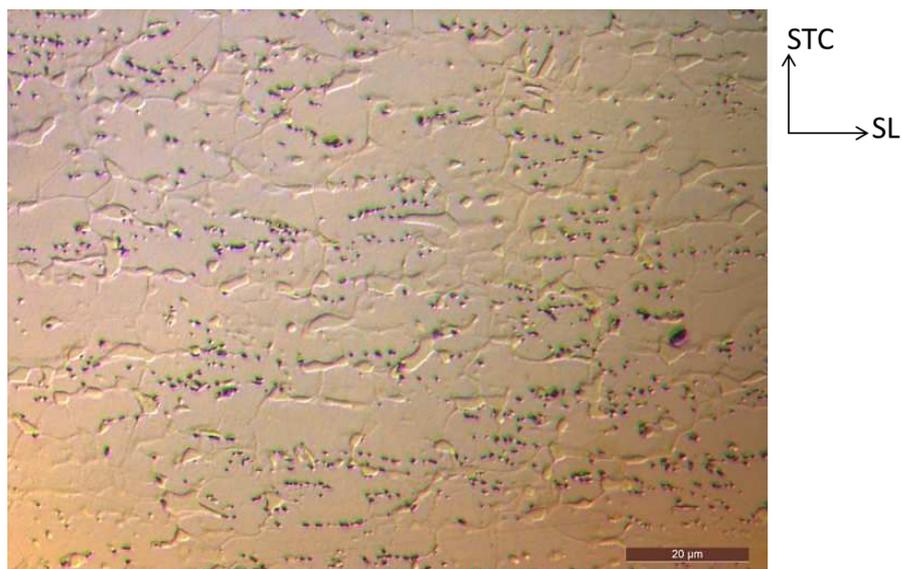


Figure 2. 41 : Micrographie optique de la microstructure B-950-TAS.

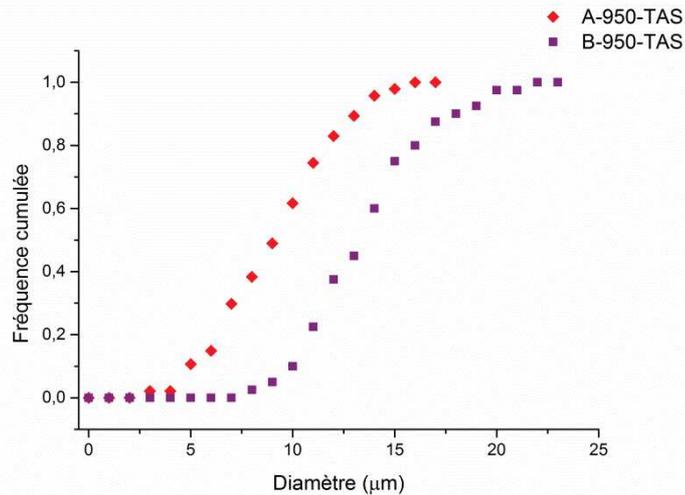


Figure 2. 42 : Distribution de la taille des grains d'austénite primaire des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS.

Une analyse EBSD a aussi été effectuée sur la microstructure B-950-TAS (Figure 2. 43). Le pourcentage de points réindexés après le nettoyage des données est de 7%. La taille moyenne des « grains efficaces » est de 4,5 μm avec un écart-type de 3 μm donc légèrement plus élevée que pour la microstructure A-950-TAS (4 μm) (Figure 2. 44). L'augmentation de la taille du grain austénitique dans la microstructure B-950-TAS engendre donc une augmentation de la taille des « grains efficaces ». Plus précisément, les queues de distribution sont différentes (Figure 2. 44) or ce sont les plus gros « grains efficaces » qui jouent un rôle important dans la rupture par clivage.

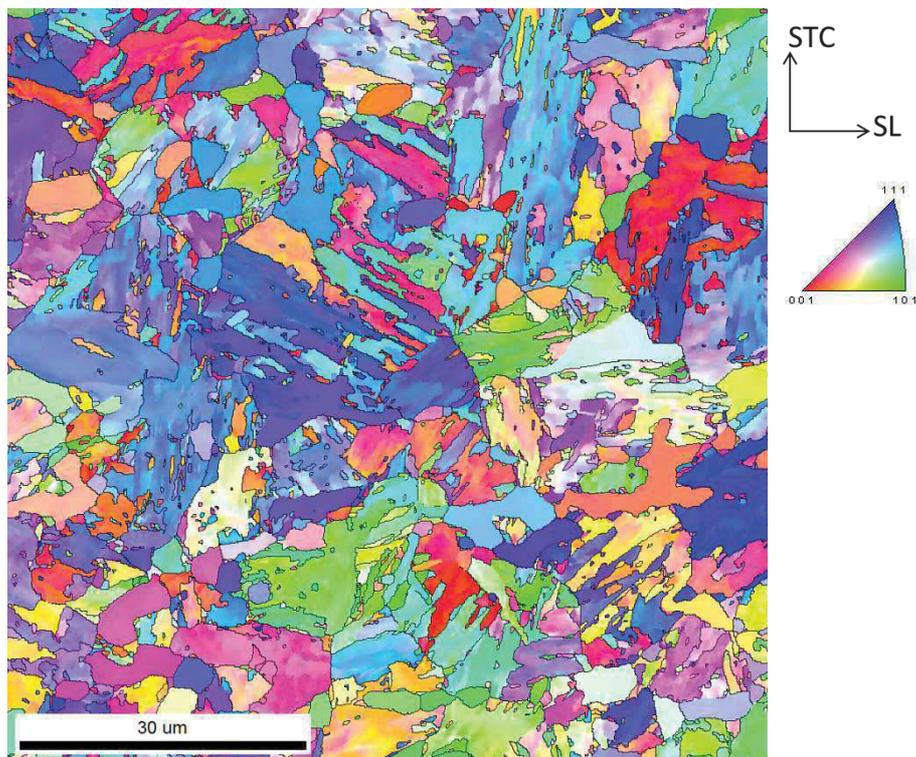


Figure 2. 43 : Cartographie EBSD de la microstructure B-950-TAS, la couleur étant basée sur l'orientation des grains perpendiculairement au plan d'observation (selon l'axe ST). Les lignes noires représentent les joints dont les désorientations sont supérieures à 15°.

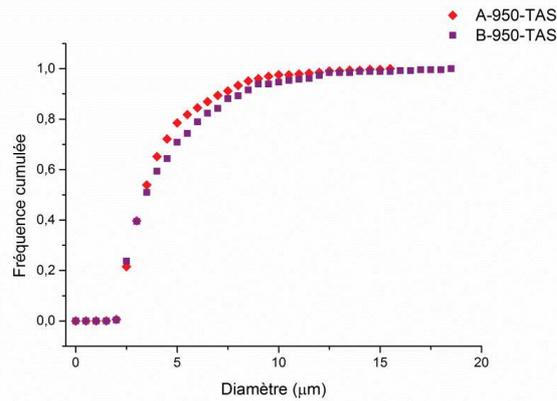


Figure 2. 44 : Distribution de la taille des « grains efficaces » des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS.

Pour finir, la largeur des lattes de martensite est mesurée sur les images MET de la microstructure B-950-TAS (Figure 2. 45). La largeur moyenne est de 240 nm avec un écart-type de 90 nm, tandis qu'elle est de 200 nm pour la microstructure A-950-TAS.

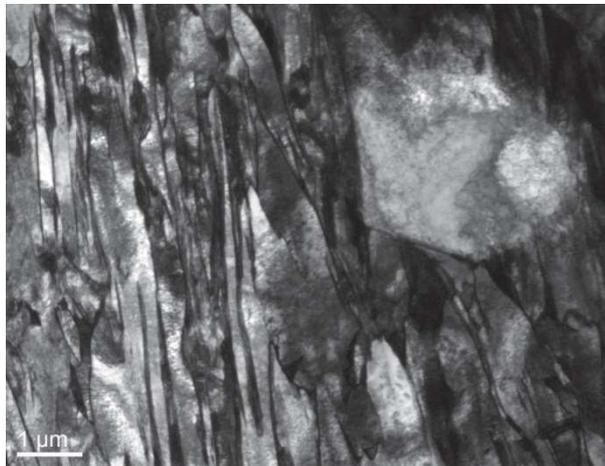


Figure 2. 45 : Image MET de la microstructure B-950-TAS, avec des lattes de martensite et un grain de ferrite.

En résumé, l'ajout de niobium dans la microstructure A-950-TAS permet de diminuer la fraction de carbures de chrome mais conduit à la présence de carbures de niobium. De plus, la microstructure est plus fine avec une diminution de la taille du grain d'austénite primaire de 14 μm à 9 μm.

3. Influence des paramètres du traitement d'austénitisation sur la microstructure

3.1. Traitement thermique

L'effet du traitement d'austénitisation est étudié uniquement sur la nuance A. Un traitement thermique est effectué à 1000°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'air soufflé sur une plaque de 300x300 mm² du matériau à l'état recuit (Figure 2. 46). Ce traitement thermique est choisi pour favoriser la transformation austénitique et la dissolution des carbures de chrome sans avoir une décarburation trop importante en surface de la tôle. Cette microstructure est nommée A-1000-TAS.

La distance de diffusion du chrome à 1000°C pendant 15 min est calculée en utilisant les diffusivités du chrome données par Williams et Faulkner (Eq. 2.1) [Wil1987]. Les distances de diffusion sont de 5,7 μm dans la ferrite et de 1,4 μm dans l'austénite donc plus du double des distances calculées pour la microstructure A-950-TAS.

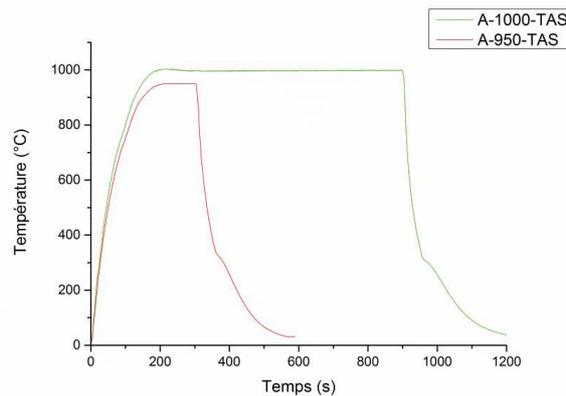


Figure 2. 46 : Traitements thermiques des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS.

3.2. Analyse de la microstructure A-1000-TAS

3.2.1. Matrice et carbures

La Figure 2. 47 montre une image MEB de la microstructure A-1000-TAS qui contient encore quelques grains de ferrite et quelques carbures de chrome. Il y a également des carbures de niobium et de la cémentite.

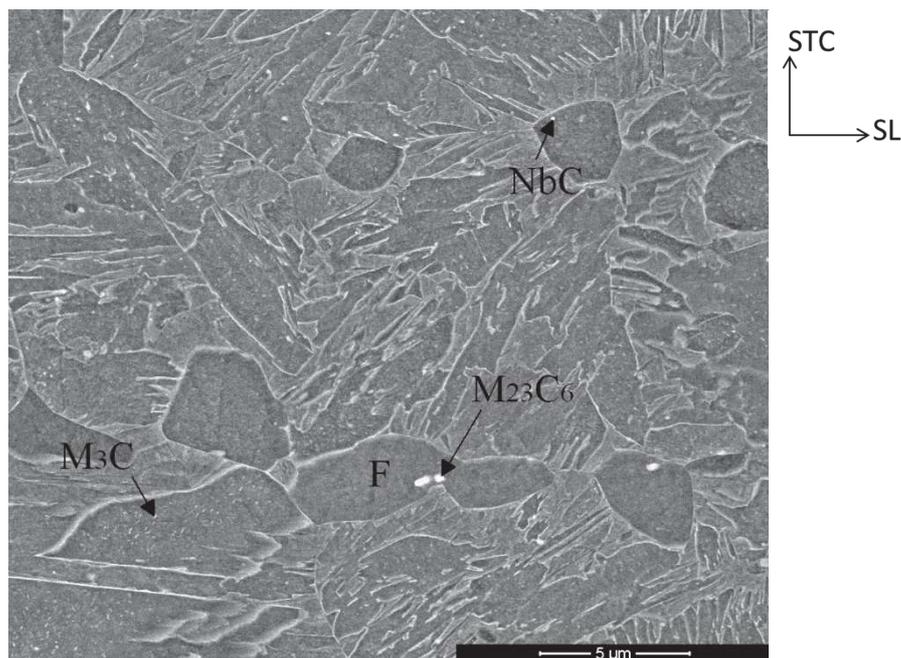


Figure 2. 47 : Micrographie MEB de la microstructure A-1000-TAS. F=Ferrite.

La fraction de ferrite est de 4% avec un écart-type de 1% et la taille moyenne des grains de ferrite est de 2,5 µm avec un écart-type de 1,0 µm (Figure 2. 48 a). Il y a donc, comme attendu, moins de ferrite que dans la microstructure A-950-TAS (14%) et la taille maximale mesurée est plus faible (environ 6 µm de diamètre).

De plus, il reste 0,11% de carbures de chrome. L'écart-type est de 0,13% et l'intervalle de confiance à 95% est [0,06% ; 0,16%]. Les carbures mesurent en moyenne 0,5 µm de diamètre avec un écart-type de 0,1 µm (Figure 2. 48 b). Il y a donc beaucoup moins de carbures de chrome que dans la microstructure A-950-TAS (0,4%) et leur taille ne dépasse pas 0,8 µm de diamètre.

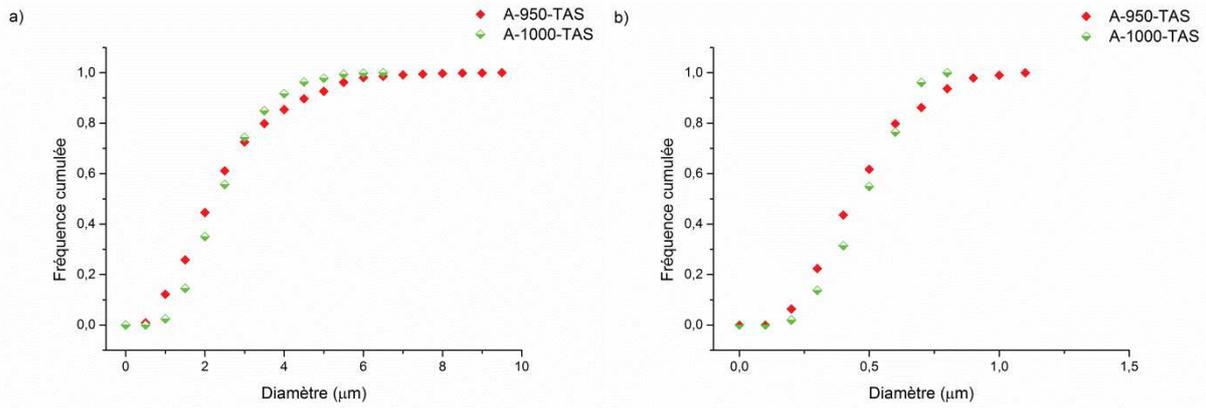


Figure 2. 48 : Distribution de la taille a) des grains de ferrite et b) des carbures de chrome dans les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS.

Des répliques ont été réalisées sur la microstructure A-1000-TAS (Figure 2. 49). La fraction de cémentite mesurée sur répliques est de 0,76% avec un écart-type de 0,11% et la longueur moyenne est de 90 nm avec un écart-type de 42 nm (Figure 2. 50). Il y a donc beaucoup plus de cémentite que dans la microstructure A-950-TAS (0,24%) et la longueur moyenne des particules de cémentite est plus élevée. De plus, la fraction locale de cémentite dans les paquets de lattes qui en présentent en grande quantité est de 1,53% avec un écart-type de 0,40%.

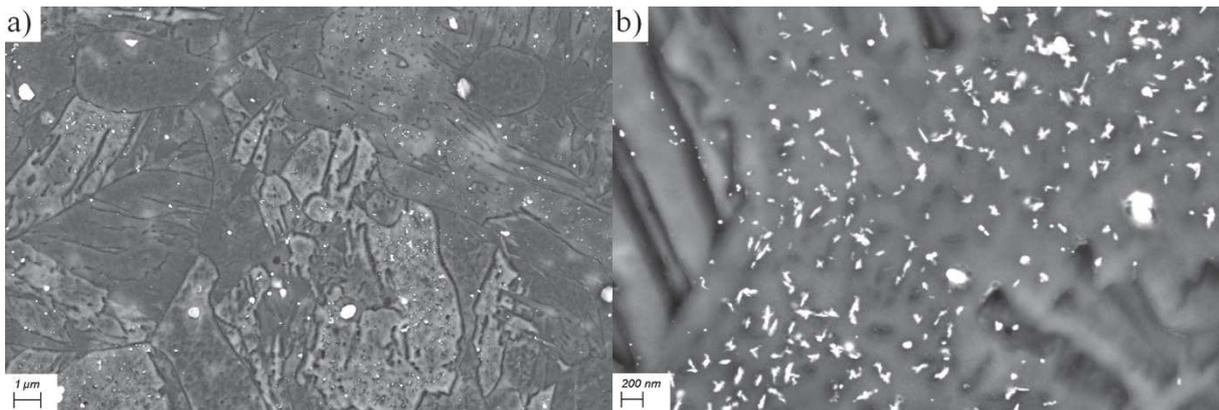


Figure 2. 49 : Micrographies MEB d'une réplique de la microstructure A-1000-TAS a) à faible grossissement et b) zoom dans une zone présentant de la cémentite.

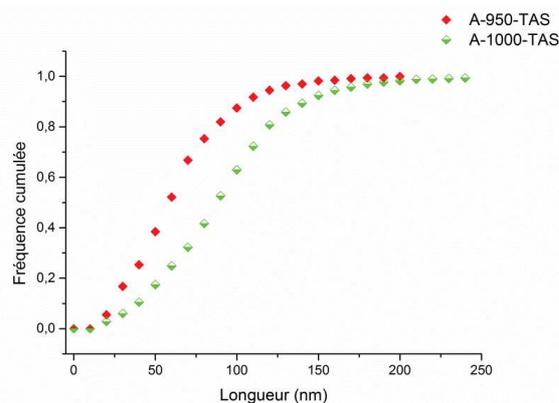


Figure 2. 50 : Distribution de la longueur des particules de cémentite dans les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS.

La concentration en carbone calculée dans l'austénite primaire avant la trempe est de 0,089 pds.% (Eq. 2.2). La dissolution des carbures de chrome étant plus conséquente dans la microstructure A-1000-TAS, il y a plus d'atomes de carbone en solution solide dans l'austénite primaire que dans la

microstructure A-950-TAS (0,075 pds.%). Après une trempe à l'air soufflé qui permet une certaine diffusion des atomes de carbone, il y a donc plus de cémentite formée dans la microstructure A-1000-TAS. En supposant que tous les atomes de carbone présents en solution solide dans l'austénite primaire (de concentration 0,089 pds.%) puis dans la martensite diffusent et précipitent en cémentite Fe_3C pendant le refroidissement, on obtient une fraction de cémentite maximale possible de 1,34%. La fraction maximale mesurée sur répliques est plus élevée (1,53%) comme pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS. Cela laisse penser que les fractions de cémentite mesurées sur répliques sont légèrement surestimées.

Les mesures de sigma-métrie donnent 3,3% d'austénite résiduelle, avant et après immersion dans l'azote liquide pendant 15 min, en prenant l'état recuit comme référence sans austénite. Cette microstructure n'a pas été observée au MET mais une analyse en diffraction des neutrons a pu être effectuée (Figure 2. 51). La fraction d'austénite résiduelle en diffraction des neutrons est de 3,7% (Figure 2. 52) donc légèrement plus élevée que la fraction mesurée en sigma-métrie. Le paramètre de maille de l'austénite est de 3,60 Å.

En considérant les fractions d'austénite obtenues par sigma-métrie, il y aurait légèrement plus d'austénite dans la microstructure A-1000-TAS. Cependant, d'après les mesures d'austénite par la diffraction des neutrons, les fractions d'austénite semblent similaires dans les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS.

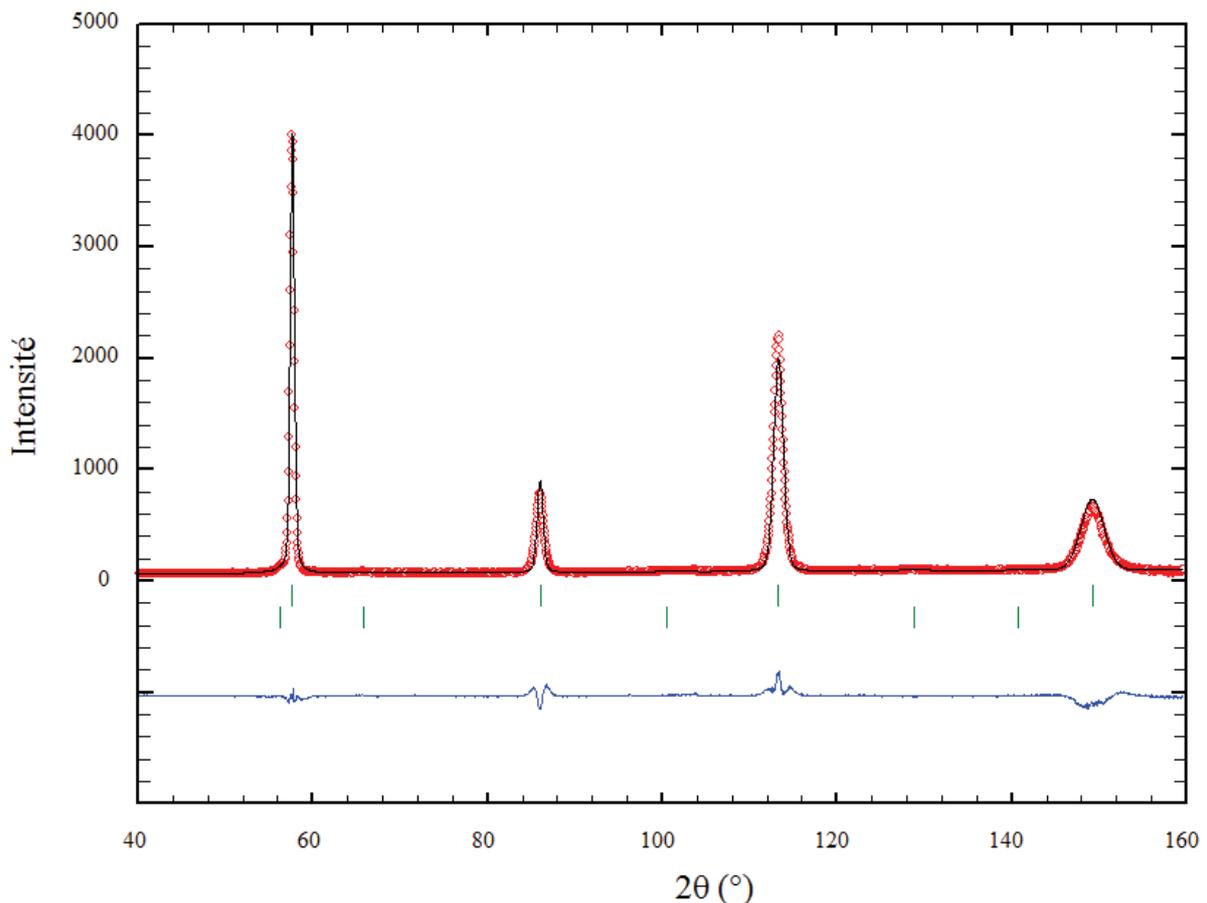


Figure 2. 51 : Diffractogramme des neutrons de la microstructure A-1000-TAS.

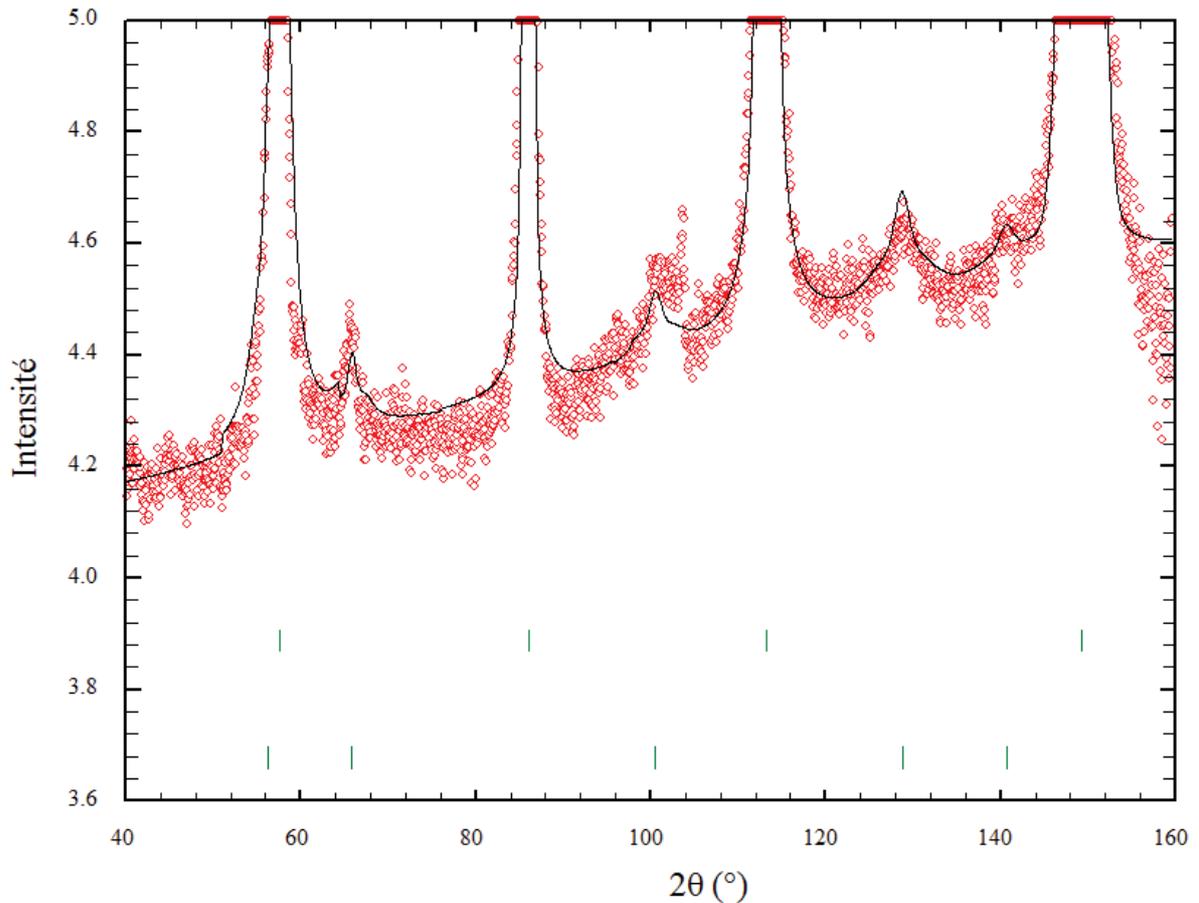


Figure 2. 52 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure A-1000-TAS pour visualiser les pics de l'austénite.

3.2.2. Taille de la microstructure

Le diamètre moyen des grains d'austénite primaire est de 12 μm avec un écart-type de 3 μm , donc supérieur à celui de la microstructure A-950-TAS (9 μm) (Figure 2. 53). Pendant le traitement d'austénitisation, il y a un grossissement des grains austénitiques [Shi2018]. Malgré la présence de carbures de niobium pour ralentir la croissance des grains, l'augmentation de la température et du temps d'austénitisation pour la microstructure A-1000-TAS engendre une augmentation de la taille de grain de l'austénite primaire (Figure 2. 54).

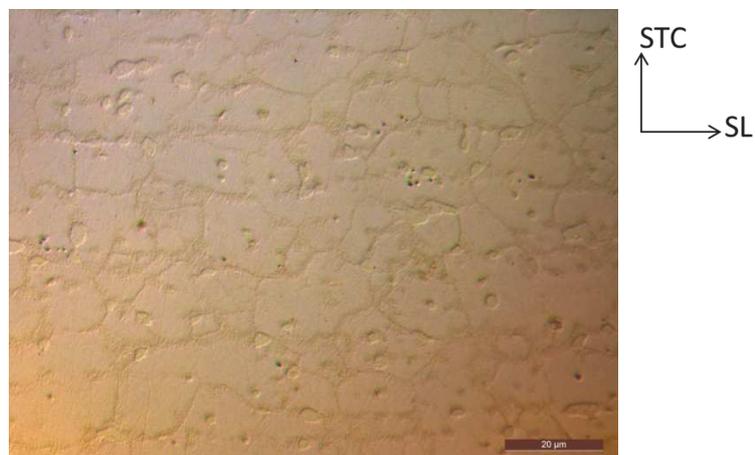


Figure 2. 53 : Micrographie optique de la microstructure A-1000-TAS.

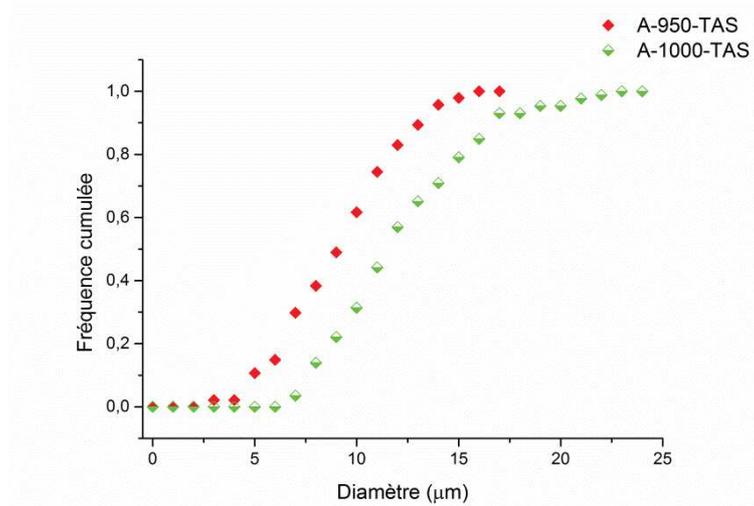


Figure 2. 54 : Distribution de la taille des grains d'austénite primaire des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS.

Une analyse EBSD a été effectuée sur la microstructure A-1000-TAS (Figure 2. 55). Le pourcentage de points réindexés après le nettoyage des données est de 5%. Comme attendu, la taille du « grain efficace » est plus grande pour la microstructure A-1000-TAS avec une moyenne de 4,5 µm et un écart-type de 3 µm, tandis qu'elle est de 4 µm pour la microstructure A-950-TAS (Figure 2. 56). De plus, les queues de distribution sont très différentes, avec une taille maximale de 20 µm pour la microstructure A-1000-TAS.

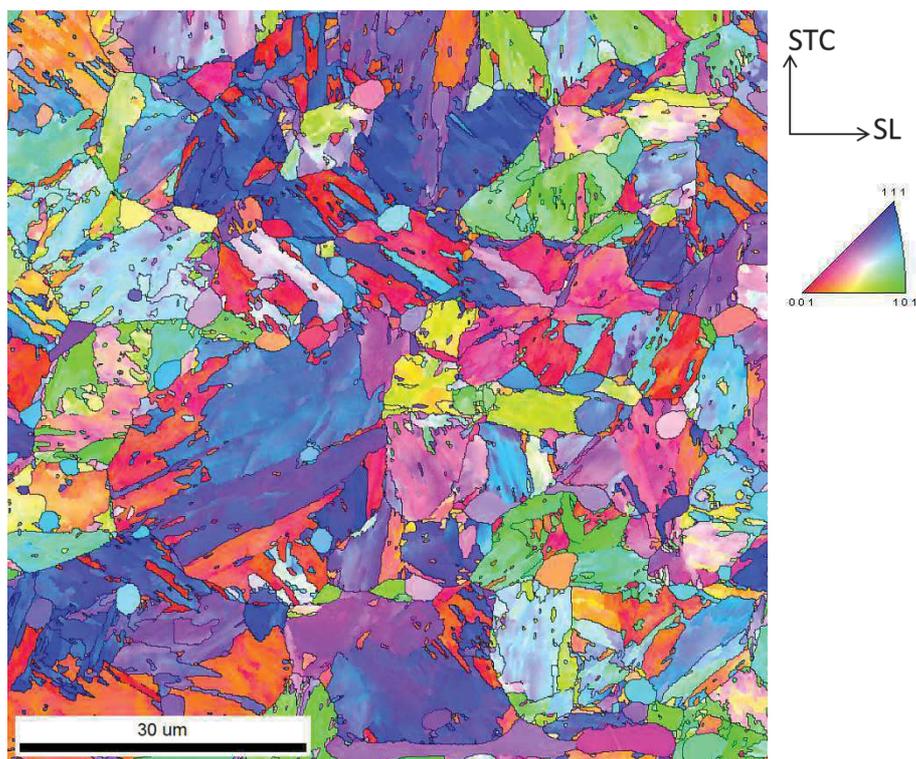


Figure 2. 55 : Cartographie EBSD de la microstructure A-1000-TAS, la couleur étant basée sur l'orientation des grains perpendiculairement au plan d'observation (selon l'axe ST). Les lignes noires représentent les joints dont les désorientations sont supérieures à 15°.

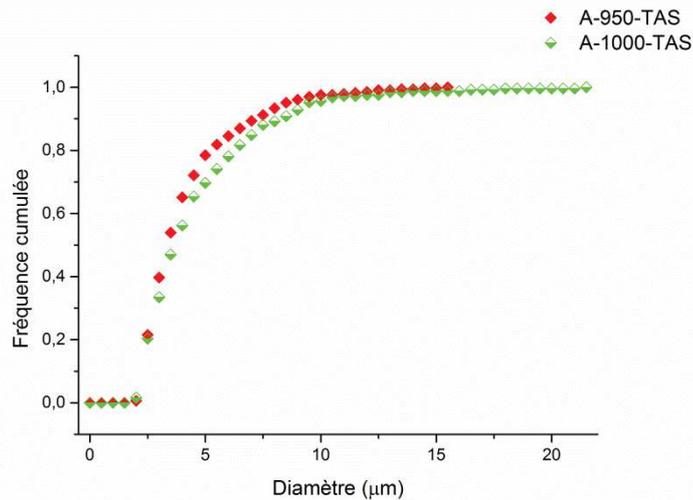


Figure 2. 56 : Distribution de la taille des « grains efficaces ».

En résumé, l'augmentation de la température et du temps d'austénitisation dans la microstructure A-1000-TAS permet de diminuer la fraction de ferrite et de carbures de chrome par rapport à la microstructure A-950-TAS. La microstructure A-1000-TAS présente aussi plus de cémentite car la concentration en carbone dans l'austénite avant la trempe est plus élevée. Cependant, la taille du grain d'austénite primaire augmente également.

4. Influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure

4.1. Traitements thermiques

Le dernier paramètre étudié est l'influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure. Une étude préliminaire a été réalisée en comparant les courbes de dilatométrie obtenues à la Gleeble pour deux vitesses de refroidissement différentes sur la nuance A. Il n'est cependant pas possible de réaliser des trempes très rapides à la Gleeble avec le dilatomètre. Les courbes de dilatométrie sont comparées pour des vitesses de refroidissement de 10°C/s et de 2°C/s après une austénitisation à 950°C pendant 5 min (Figure 2. 57). La température M_s de l'échantillon refroidi à 2°C/s est de 370°C , donc légèrement plus faible que la température M_s de l'échantillon refroidi à 10°C/s (430°C). De plus, l'échantillon refroidi à 10°C/s se dilate plus brutalement après la température M_s . Le même phénomène est observé pour des vitesses de $0,5^{\circ}\text{C/s}$ et $0,05^{\circ}\text{C/s}$ dans les travaux de Huang et al. [Hua2015], [Hua2016]. La plus faible dilatation observée pendant la transformation martensitique lors de faibles vitesses de refroidissement serait due à la contraction associée à l'auto-revenu de la martensite et à l'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle.

Une plaque de $300 \times 300 \text{ mm}^2$ de la nuance A à l'état recuit a été austénitisée à 950°C pendant 5 min, refroidie à l'air soufflé jusqu'à 500°C , puis trempée à l'eau. La microstructure obtenue est nommée A-950-TE (Figure 2. 58). La température de 500°C est choisie car elle est au-dessus mais pas très éloignée de la température M_s . Cela permet d'avoir une transformation martensitique issue d'un grain austénitique similaire (taille de grain, gradient de composition chimique...) pour les deux vitesses de refroidissement finales. Les vitesses de refroidissement pendant la transformation martensitique sont de 2°C/s et 300°C/s pour les microstructures A-950-TAS et A-950-TE respectivement.

De plus, une plaque de $330 \times 360 \text{ mm}^2$ a été austénitisée à 950°C pendant 5 min puis trempée sous presse à la sortie du four. Il n'y avait pas de thermocouple soudé à cette plaque mais un traitement analogue avec instrumentation avait été fait pour un autre acier de même épaisseur et la vitesse de refroidissement est estimée à 200°C/s . Cette microstructure est nommée A-950-SP.

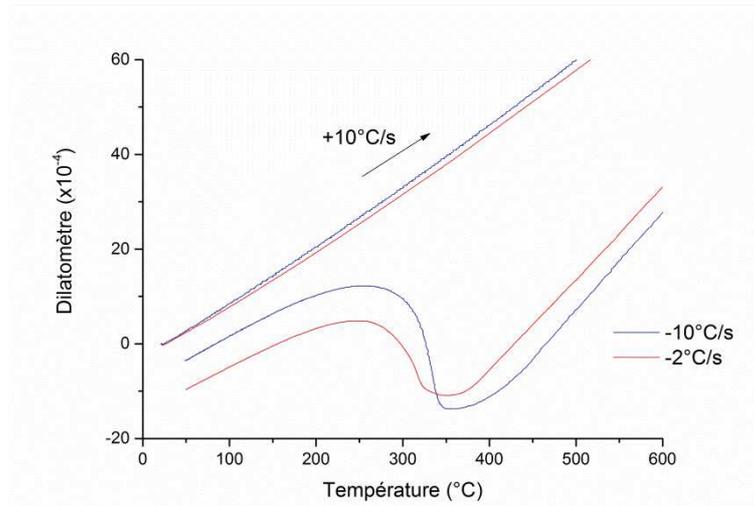


Figure 2.57 : Courbes de dilatométrie pour des vitesses de refroidissement de 10°C/s et 2°C/s.

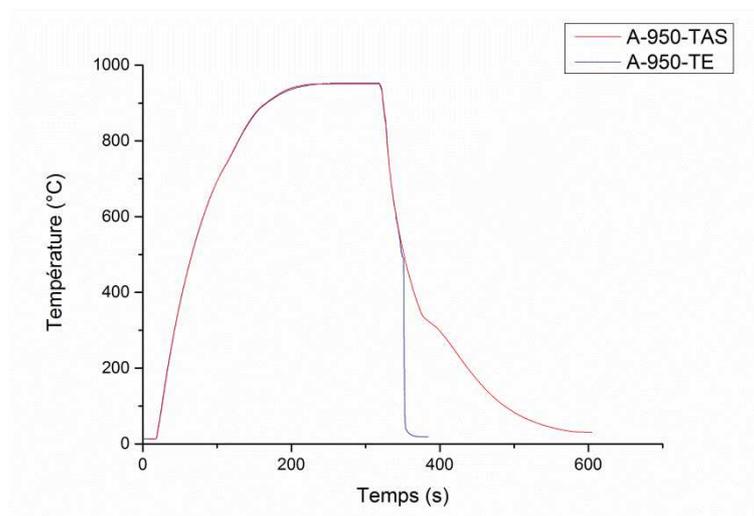


Figure 2.58 : Traitements thermiques des microstructures A-950-TAS et A-950-TE.

4.2. Analyse des microstructures A-950-SP et A-950-TE

Les microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE ont subi le même traitement d'austénitisation et ont donc les mêmes fractions de ferrite (14%), de carbures de chrome (0,4%) et de carbures de niobium (0,12%) puisque celles-ci n'évoluent pas au refroidissement final (Figure 2.59).

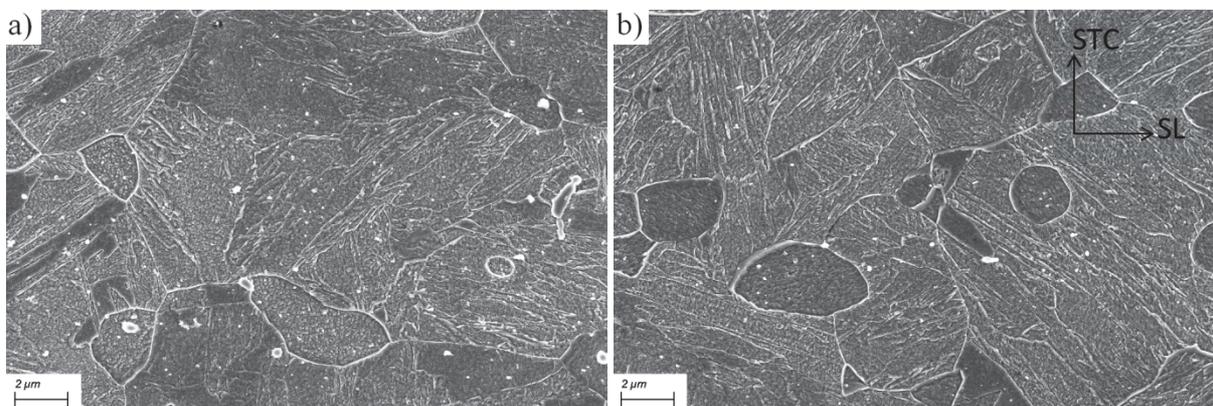


Figure 2.59 : Micrographies MEB des microstructures a) A-950-SP et b) A-950-TE.

Des répliques ont été réalisées sur les microstructures A-950-SP et A-950-TE (Figure 2. 60). Des carbures de chrome et de niobium sont visibles mais il n'y a pas de cémentite sur les répliques.

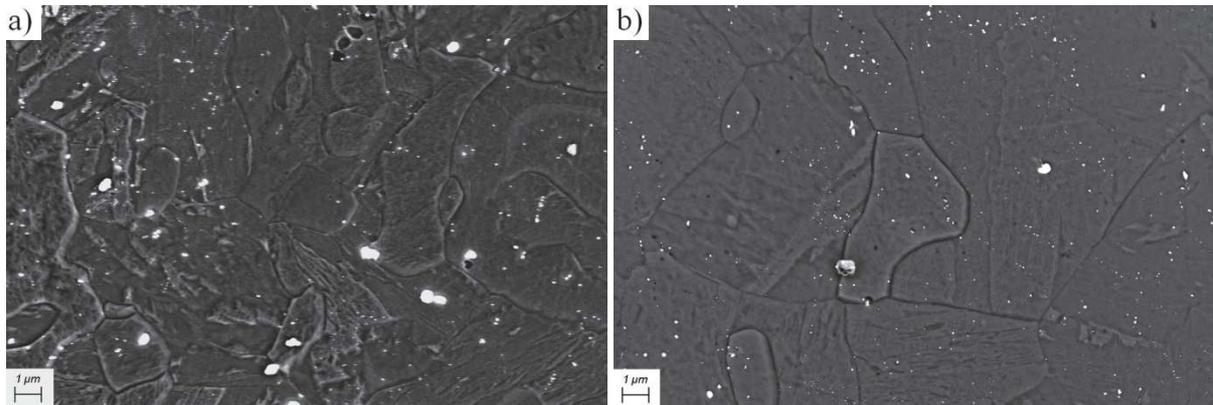


Figure 2. 60 : Micrographies MEB des répliques des microstructures a) A-950-SP et b) A-950-TE.

La microstructure A-950-TE a été observée sur lame mince au MET. Aucune particule de cémentite n'a non plus été observée. Cependant, la présence d'amas d'atomes de carbone, trop petits pour être visibles dans les lattes de martensite comprenant déjà de nombreuses dislocations, est possible [Tho2014].

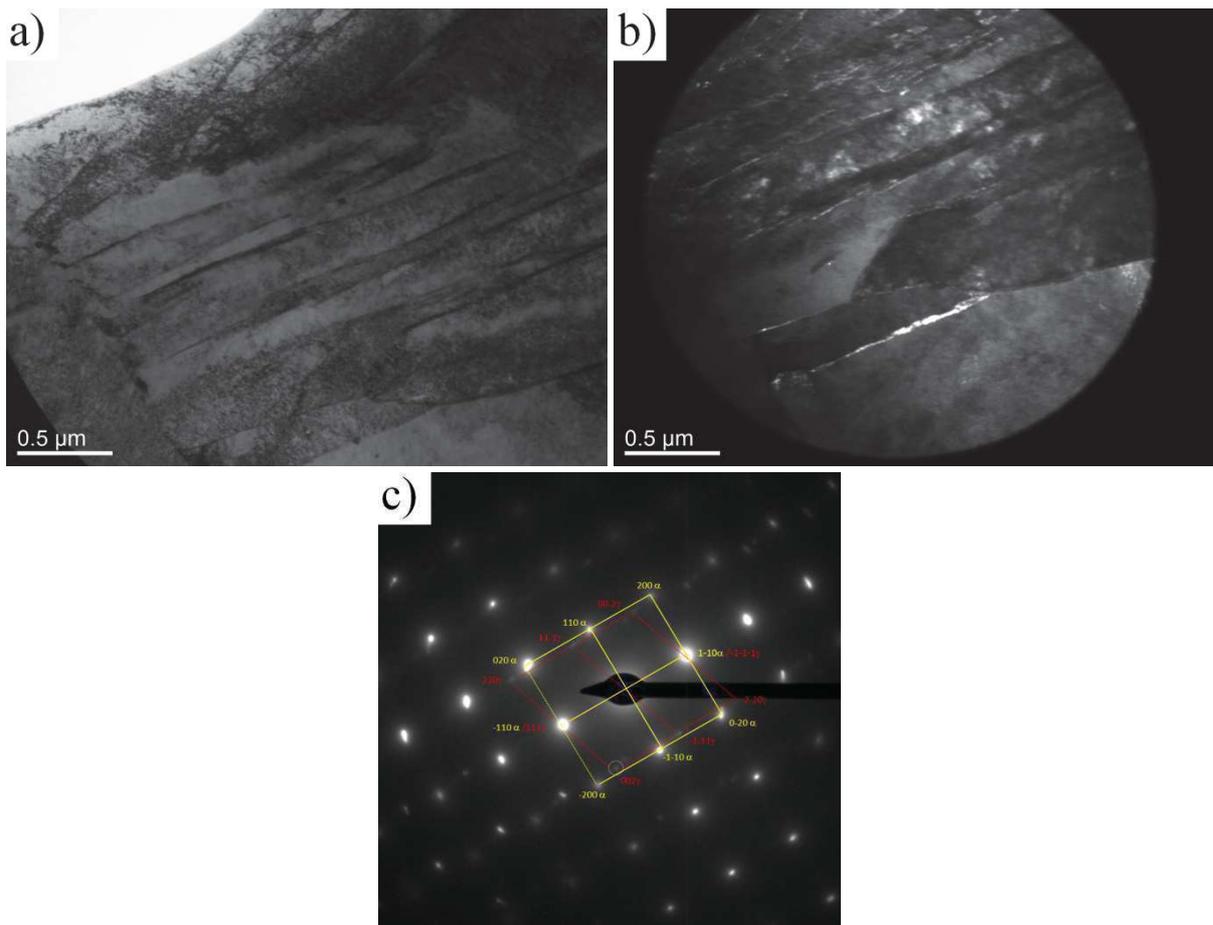


Figure 2. 61 : Images MET a) en champ clair, b) en champ sombre et c) figure de diffraction de l'austénite et de la martensite dans la microstructure A-950-TE.

Des films d'austénite résiduelle sont visibles entre les lattes de martensite mais leur épaisseur est comprise entre 5 et 20 nm tandis que les films mesurent entre 30 et 40 nm d'épaisseur dans la

microstructure A-950-TAS (Figure 2. 61). Comme pour la microstructure A-950-TAS, on n'observe pas de films d'austénite résiduelle dans tous les paquets de lattes. D'après les travaux de Tsai et al. [Tsa2002] sur un acier AISI 410, plus la vitesse de refroidissement est faible, plus les lattes de martensite sont larges et plus les films d'austénite résiduelle sont épais. Dans le cas présent, la largeur moyenne des lattes de martensite est de 200 nm avec un écart-type de 80 nm pour la microstructure A-950-TE, comme pour la microstructure A-950-TAS mais cette mesure ne prend pas en compte la présence de films d'austénite résiduelle entre les lattes, difficilement identifiables par imagerie en champ clair. Par contre, il y a bien une diminution de l'épaisseur des films d'austénite quand la vitesse de refroidissement augmente.

La fraction d'austénite résiduelle est mesurée par sigma-métrie en prenant la nuance A à l'état recuit comme référence sans austénite. Les fractions d'austénite résiduelle sont de 0,7% et 0,6% pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE respectivement. Il y a donc beaucoup moins d'austénite que dans la microstructure A-950-TAS (2,6%). De plus, les fractions restent identiques après immersion dans l'azote liquide pendant 15 min. L'austénite est donc stable thermiquement jusqu'à -196°C.

Les microstructures A-950-SP et A-950-TE ont été analysées en diffraction des neutrons (Figure 2. 62 et Figure 2. 64). Les fractions d'austénite résiduelle mesurées sont de 0,9% et 1,1% pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE respectivement, ce qui est légèrement supérieur aux fractions obtenues en sigma-métrie. On voit sur la Figure 2. 63 et sur la Figure 2. 65 que pour des fractions aussi faibles, les pics d'austénite sont difficilement observables et il devient difficile d'optimiser les paramètres du spectre calculé. Les paramètres de maille de l'austénite sont de 3,56 Å et 3,54 Å pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE respectivement donc significativement plus faibles que ceux des microstructures A-950-TAS (3,60Å), B-950-TAS (3,59 Å) et A-1000-TAS (3,60 Å). Le paramètre de maille dépend de la concentration en carbone dans l'austénite (Eq. 2.3) [San2011] :

$$a_\gamma = 0,3556 + 0,00453x_c + 0,000095x_{Mn} + 0,00056x_{Al} + 0,0006x_{Cr} - 0,0002x_{Ni} \quad (\text{Eq. 2.3})$$

avec a_γ le paramètre de maille de l'austénite (en nm), x_c , x_{Mn} , x_{Al} , x_{Cr} et x_{Ni} les concentrations (en pds.%) du carbone, du manganèse, de l'aluminium, du chrome et du nickel respectivement. Il n'est toutefois pas possible de quantifier précisément la concentration en carbone à cause des contraintes internes qui sont sûrement non négligeables et qui elles aussi modifient le paramètre de maille. Cependant, on peut faire l'hypothèse que cette diminution du paramètre de maille dans la microstructure A-950-TE est au moins partiellement due à une concentration en carbone plus faible dans l'austénite résiduelle.

Pour aller plus loin, la différence de concentration en carbone Δx_c entre les microstructures A-950-TE et A-950-TAS est estimée en fonction de la différence entre le paramètre de maille de la microstructure A-950-TE et de la microstructure A-950-TAS Δa_γ (Eq. 2.4). On suppose que les contraintes internes sont similaires entre ces deux microstructures. Cela donne une différence de concentration en carbone de 1,5 pds.%.

$$\Delta a_\gamma = 0,00453\Delta x_c \quad (\text{Eq. 2.4})$$

Avant la trempe, la teneur en carbone dans l'austénite est la même pour les microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE (0,075 pds.%). Les fortes vitesses de refroidissement dans les microstructures A-950-TE et A-950-SP ne permettent pas une diffusion du carbone suffisante pour précipiter de la cémentite par auto-revenu ou stabiliser autant d'austénite résiduelle que dans la microstructure A-950-TAS.

En résumé, l'augmentation de la vitesse de trempe modifie essentiellement la répartition des atomes de carbone pendant le refroidissement. Les microstructures A-950-SP et A-950-TE ne présentent pas de cémentite et contiennent moins d'austénite résiduelle que la microstructure A-950-TAS.

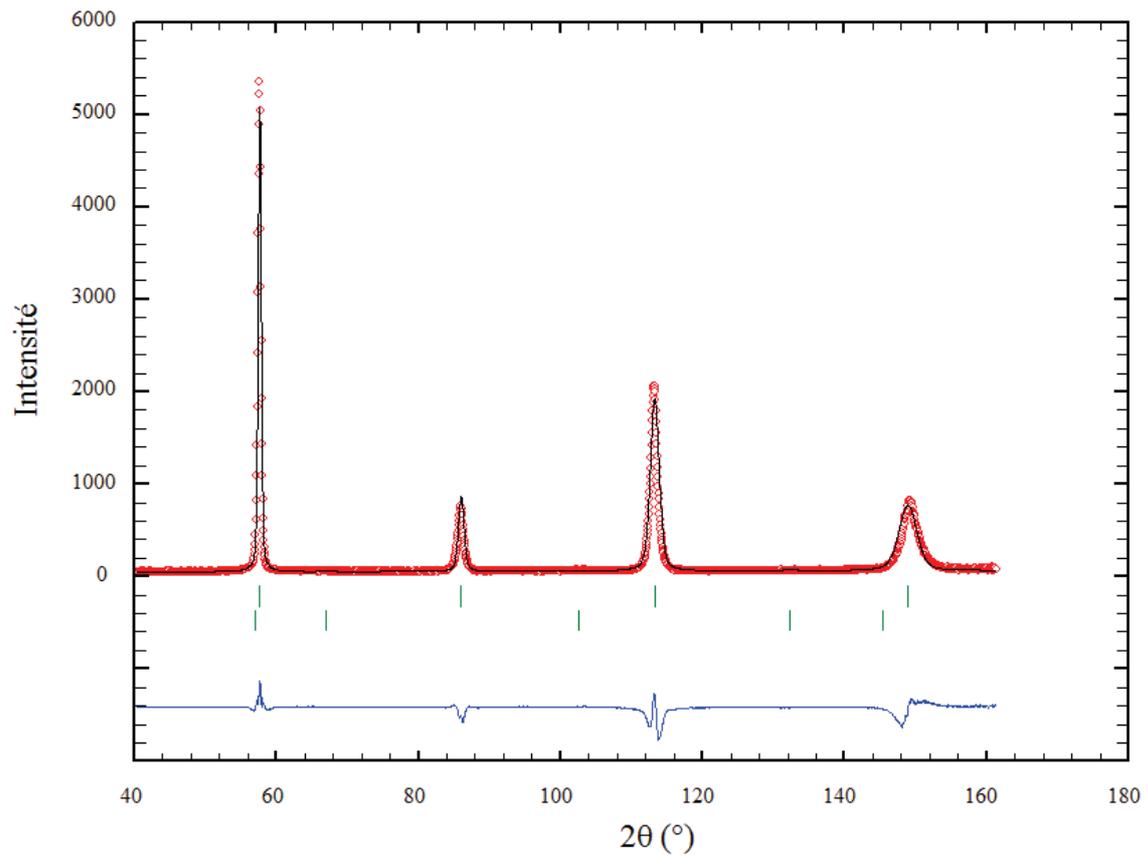


Figure 2. 62 : Diffractogramme des neutrons pour la microstructure A-950-SP.

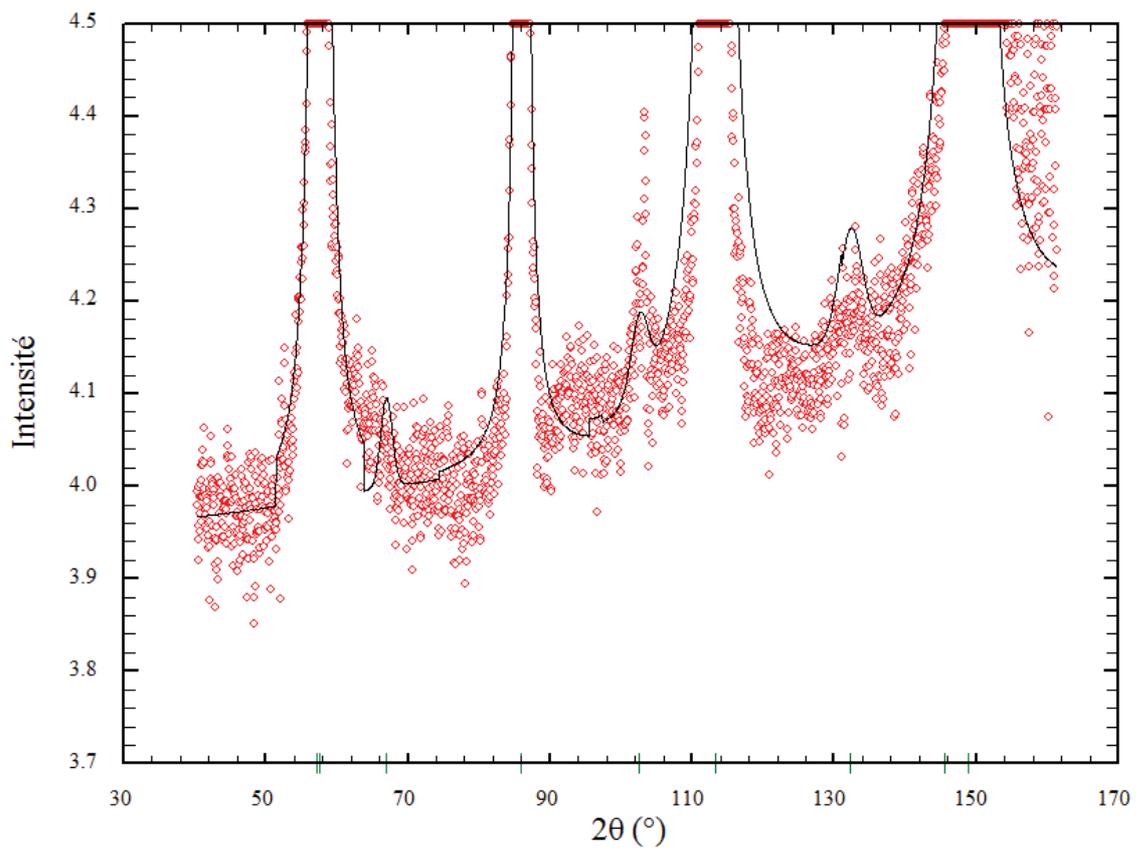


Figure 2. 63 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure A-950-SP pour visualiser les pics de l'austénite.

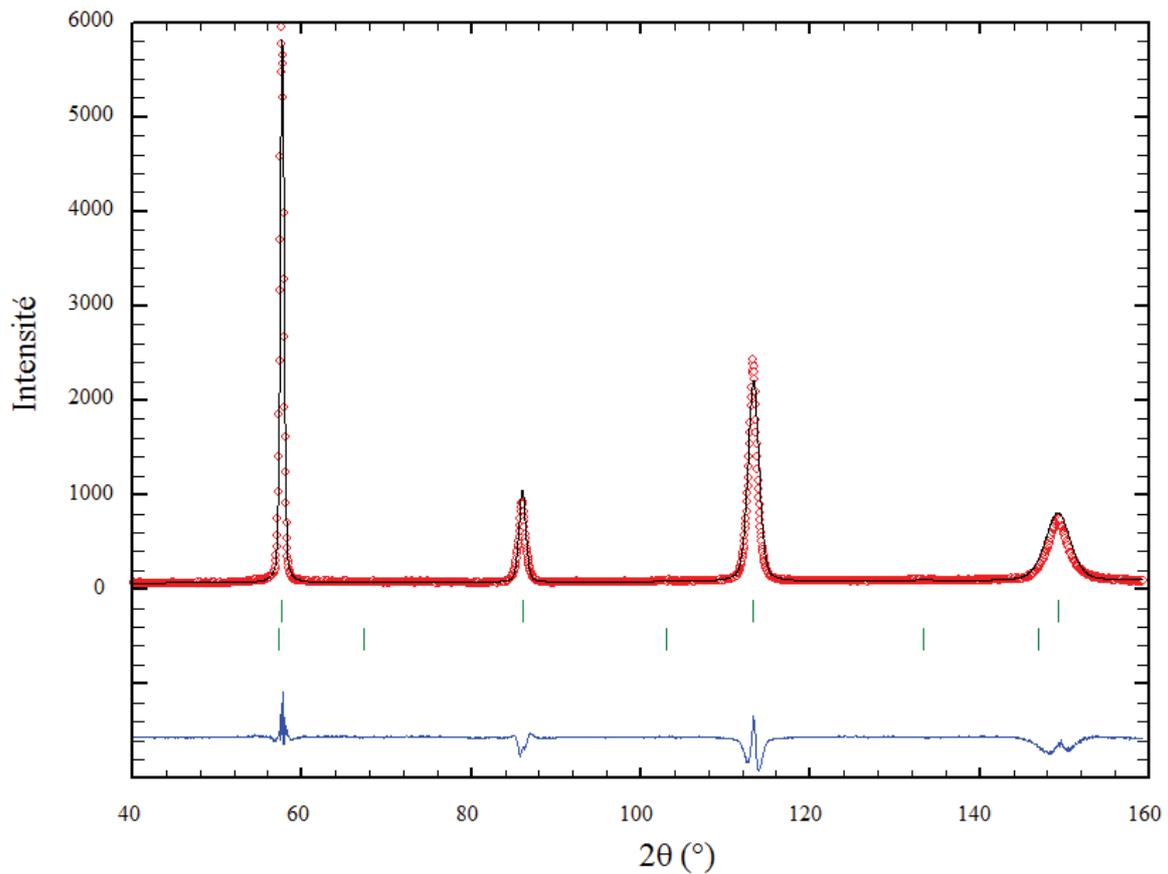


Figure 2. 64 : Diffractogramme des neutrons pour la microstructure A-950-TE.

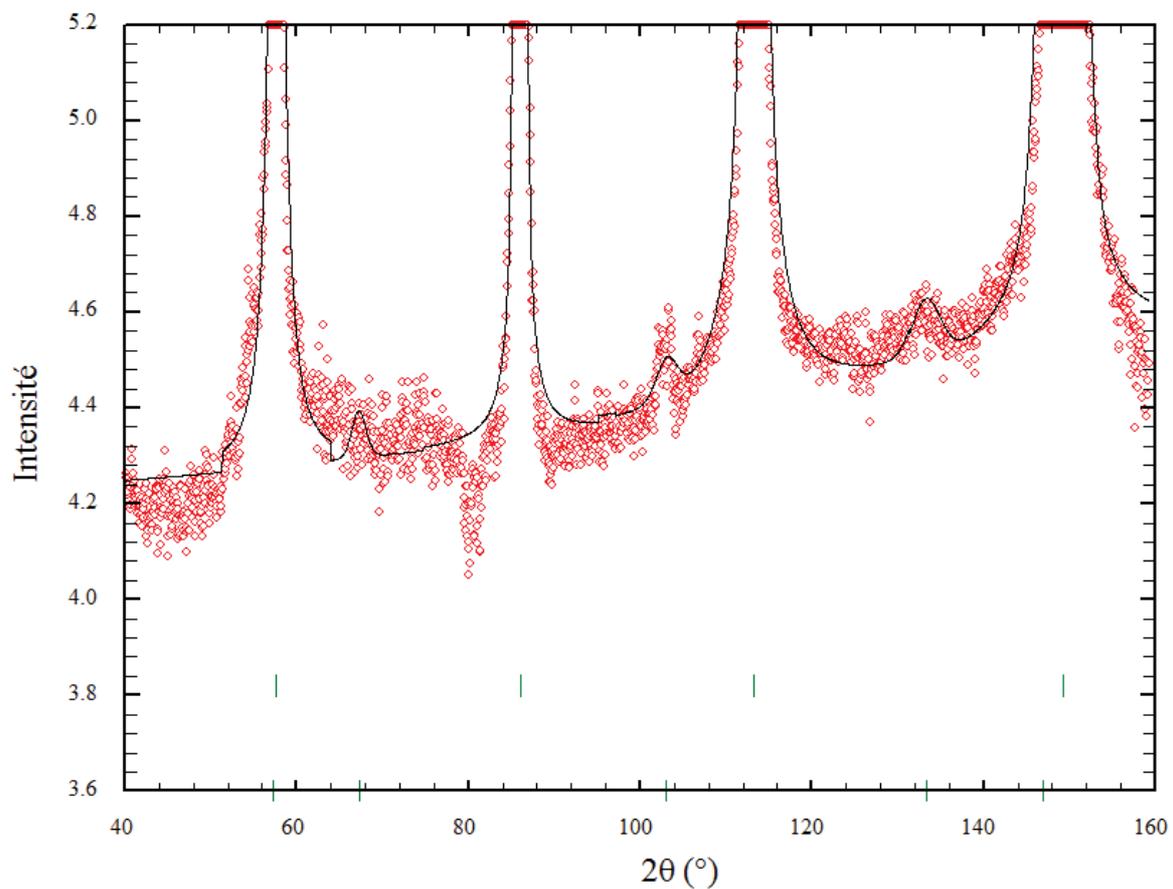


Figure 2. 65 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure A-950-TE pour visualiser les pics de l'austénite.

5. Conclusion

Les aciers étudiés ont des microstructures complexes présentant trois constituants dans la matrice (de la ferrite non transformée, de la martensite plus ou moins auto-revenue et de l'austénite résiduelle) avec quelques inclusions et jusqu'à trois types de carbures (des carbures de chrome, de niobium et de la cémentite). Toutes les caractéristiques microstructurales sont résumées dans le Tableau 2. 4 et le Tableau 2. 5.

La variation de la teneur en niobium et des paramètres du traitement thermique modifie considérablement la microstructure finale en jouant sur chaque constituant de la microstructure. Les cinq microstructures présentées dans ce chapitre ont été choisies pour pouvoir étudier séparément l'influence de la teneur en niobium, du traitement d'austénitisation et de la vitesse de refroidissement en comparant les microstructures à une microstructure de référence, A-950-TAS.

	Ferrite	Austénite résiduelle	M ₂₃ C ₆	NbC	M ₃ C
A-950-TAS	14% 2,6 µm	2,6% 30-40 nm	0,4% 0,5 µm	0,12% 43 nm	0,24% 63 nm
B-950-TAS	10% 2,3 µm	2,8% 10-20 nm	0,7% 0,5 µm	0%	0,16% 49 nm
A-1000-TAS	4% 2,5 µm	3,3%	0,1% 0,5 µm	0,12% 43 nm	0,76% 90 nm
A-950-SP	14% 2,6 µm	0,7%	0,4% 0,5 µm	0,12% 43 nm	0%
A-950-TE	14% 2,6 µm	0,6% 5-20 nm	0,4% 0,5 µm	0,12% 43 nm	0%

Tableau 2. 4 : Fractions des phases et des carbures (mesures de sigma-métrie pour l'austénite résiduelle), diamètre moyen du cercle équivalent de la ferrite, des carbures de chrome et des carbures de niobium, épaisseur moyenne de l'austénite résiduelle et longueur moyenne de la cémentite.

	Austénite primaire	Grain efficace	Largeur des lattes
A-950-TAS	9 µm	4 µm	200 nm
B-950-TAS	14 µm	4,5 µm	240 nm
A-1000-TAS	12 µm	4,5 µm	non mesuré
A-950-SP	9 µm	non mesuré	non mesuré
A-950-TE	9 µm	non mesuré	200 nm

Tableau 2. 5 : Diamètres moyens des grains d'austénite primaire et des « grains efficaces » et largeur moyenne des lattes de martensite.

La fraction d'austénite résiduelle a été mesurée de deux manières : par sigma-métrie et en diffraction des neutrons. Au vu des spectres de diffraction et de la difficulté pour affiner les pics d'austénite, il n'est pas évident que la diffraction des neutrons soit plus précise que la sigma-métrie. Heureusement, les fractions d'austénite obtenues par ces deux méthodes sont assez proches, avec systématiquement une valeur légèrement plus élevée en diffraction des neutrons.

Par comparaison des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS, l'ajout de niobium dans la composition chimique fait essentiellement varier les fractions de carbures de chrome et de niobium ainsi que la taille de la microstructure. En revanche, le temps et la température d'austénitisation impactent quasiment tous les éléments microstructuraux. Le traitement d'austénitisation fait varier les fractions de ferrite et de carbures de chrome ainsi que la fraction de cémentite. De plus, le traitement d'austénitisation affecte la taille de la microstructure. Enfin, la vitesse de refroidissement modifie aussi la microstructure finale en faisant varier les fractions de cémentite et d'austénite résiduelle.

La résilience est un indicateur de la capacité à absorber l'énergie d'un crash. Ces aciers étant destinés à une application automobile, de bonnes propriétés en résilience sont requises. Dans le Chapitre 3, l'objectif est donc d'étudier l'influence de la teneur en niobium et du traitement thermique sur la résilience en effectuant des essais Charpy sur les cinq microstructures présentées dans ce chapitre.

Chapitre 3

Résilience et transition ductile-fragile des microstructures de l'étude

Dans le chapitre 2, l'influence de la composition chimique et du traitement thermique sur la microstructure a été mise en évidence. Afin d'explorer les liens entre la microstructure et la résilience, des essais Charpy ont été réalisés dans une large gamme de températures. Ce chapitre présente les résultats des essais Charpy et l'analyse détaillée des faciès de rupture afin d'identifier les éléments microstructuraux qui gouvernent la rupture ductile et la rupture fragile.

Chapitre 3

Résilience et transition ductile-fragile des microstructures de l'étude

1. Démarche et procédure expérimentale	85
2. Résilience de la microstructure de référence.....	86
2.1. Courbes de transition ductile-fragile	86
2.2. Mécanismes de rupture.....	87
3. Influence de la teneur en niobium sur la résilience	94
3.1. Courbes de transition ductile-fragile	94
3.2. Mécanismes de rupture.....	95
4. Influence des conditions d'austénitisation sur la résilience.....	98
4.1. Courbes de transition ductile-fragile	98
4.2. Mécanismes de rupture.....	99
5. Influence de la vitesse de refroidissement lors de la transformation martensitique sur la résilience.....	101
5.1. Courbes de transition ductile-fragile	101
5.2. Mécanismes de rupture.....	102
6. Discussion	104
7. Conclusion.....	106

1. Démarche et procédure expérimentale

Les essais de résilience ont été effectués sur un Mouton Pendule RKP300 (capacité de 300 J) avec des éprouvettes de dimensions $1,5 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$ (Figure 3. 1). Malgré une épaisseur de 1,5 mm (l'épaisseur des tôles) au lieu de 10 mm, les éprouvettes ne flambent pas pendant l'essai. Les essais sont réalisés dans le sens long, c'est-à-dire la direction de traction dans le sens du laminage et la propagation de la fissure dans le sens travers. Pour certaines microstructures, des essais sont aussi réalisés dans le sens travers avec une fissure se propageant dans la direction du laminage. Afin de caractériser les transitions ductile-fragile des différentes microstructures, les essais sont réalisés à différentes températures. Les éprouvettes sont maintenues en température pendant 15 min avant l'essai, dans un bain thermostaté contenant du méthanol et de l'azote liquide pour les essais à froid jusqu'à -80°C et contenant de l'huile pour les essais à chaud. Les essais à -196°C sont réalisés en immergeant au préalable les éprouvettes dans de l'azote liquide pendant 15 min.

En revanche, une autre méthode a été utilisée pour les essais à -150°C et -120°C (le bain thermostaté ne peut descendre en dessous de -80°C). Un thermocouple a été soudé sur une éprouvette. Cette éprouvette a été plongée dans l'azote liquide pendant 15 min puis ressortie. La mesure continue de la température de l'éprouvette lors de son réchauffage à l'air calme a permis de déterminer le temps nécessaire pour atteindre -150°C et -120°C , à savoir 20s et 38s respectivement. Les essais ont ensuite été réalisés selon le même protocole en respectant la durée de réchauffage correspondant à la température d'essai considérée. D'après les résultats du chapitre précédent, les microstructures contiennent des films d'austénite résiduelle stables thermiquement jusqu'à -196°C . L'austénite résiduelle ne se transforme donc pas en martensite dans l'azote liquide avant l'essai.

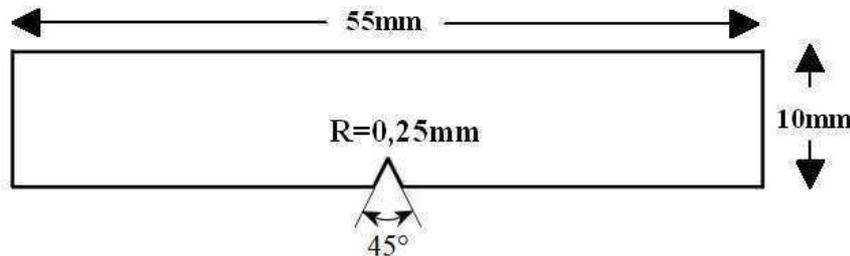


Figure 3. 1 : Géométrie des éprouvettes Charpy.

Les faciès de rupture sont observés au MEB Zeiss HR SIGMA 300[®]. Les tailles de cupules et de facettes de clivage sont mesurées en termes de diamètre du cercle équivalent en utilisant le logiciel d'analyse d'images ImageJ[®]. Les cupules sont déterminées par seuillage des images MEB tandis que les facettes de clivage sont identifiées manuellement. Les distributions et moyennes des tailles sont calculées à partir de 250 cupules et 80 facettes de clivage, à mi-longueur et à mi-épaisseur dans l'éprouvette.

Dans un premier temps, l'effet de la microstructure sur la résilience est étudié en comparant la température de transition ductile-fragile (TTDF) et l'énergie absorbée au palier ductile des différentes microstructures décrites dans le Chapitre 2. Ensuite, les mécanismes de rupture sont identifiés grâce à l'observation des faciès de rupture. Enfin, les premiers liens entre microstructure et résilience sont établis.

2. Résilience de la microstructure de référence

2.1. Courbes de transition ductile-fragile

Des courbes de transition Charpy complètes ont été déterminées sur la microstructure A-950-TAS dans le sens long et le sens travers (Figure 3. 2). La résilience à -196°C est de 15 J/cm^2 , dans les deux directions de sollicitation. Il semble que la température de -196°C corresponde au début du palier fragile. Les valeurs de résilience au niveau du palier ductile sont de 80 J/cm^2 et 70 J/cm^2 dans le sens long et le sens travers respectivement. La température de transition ductile-fragile (TTDF) est déterminée comme étant la température pour laquelle la résilience est à mi-chemin entre la résilience au palier ductile et la résilience au palier fragile. Elle est de -120°C . La direction de sollicitation par rapport à la tôle (sens long, sens travers) ne fait pas varier significativement la TTDF ainsi définie mais uniquement la résilience au niveau du palier ductile.

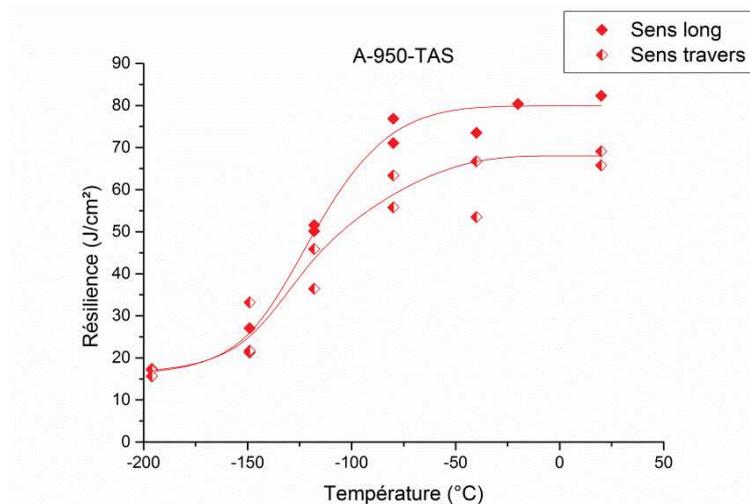


Figure 3. 2 : Résilience de la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long et le sens travers.

La cristallinité des faciès de rupture est mesurée à partir d'images des éprouvettes prises à la loupe binoculaire (Figure 3. 3). La cristallinité est de 1 lorsque le faciès de rupture est totalement fragile (rupture à plat et faciès brillant à la binoculaire) et la cristallinité est de 0 lorsque la rupture est ductile (rupture en biseau et faciès mat à la binoculaire). Les faciès ductiles présentent tous un triangle d'amorçage à plat, au niveau de l'entaille à mi-épaisseur de la tôle, entourés d'une rupture en biseau.

Dans la transition ductile-fragile, la cristallinité est la fraction du faciès de rupture présentant une rupture fragile. Pour le cas des éprouvettes qui rompent dans la transition, la rupture démarre toujours de manière ductile, avec un triangle d'amorçage puis une rupture en biseau ; après propagation ductile sur une certaine distance, une fissure de clivage s'amorce et se propage jusqu'au bout de l'éprouvette.

D'après la Figure 3. 4 a, les transitions ductile-fragile issues des courbes de cristallinité sont brutales. Jusqu'à -80°C , les faciès sont principalement ductiles et deviennent principalement fragiles à partir de -120°C . La température pour laquelle la cristallinité est de 0,5 semble être autour de -100°C , ce qui n'est pas très éloigné de la valeur de la TTDF qui est égale à -120°C . De plus, la cristallinité n'atteint jamais la valeur 0. Il reste toujours un petit triangle de rupture fragile au bout du faciès de rupture (à l'opposé de l'entaille), même à 20°C . La résilience est directement liée à la cristallinité (Figure 3. 4 b) sauf pour les valeurs de résilience inférieures à 30 J/cm^2 . En effet, à -150°C et -196°C , la cristallinité est de 1, même si la résilience continue à diminuer entre -150°C et -196°C .

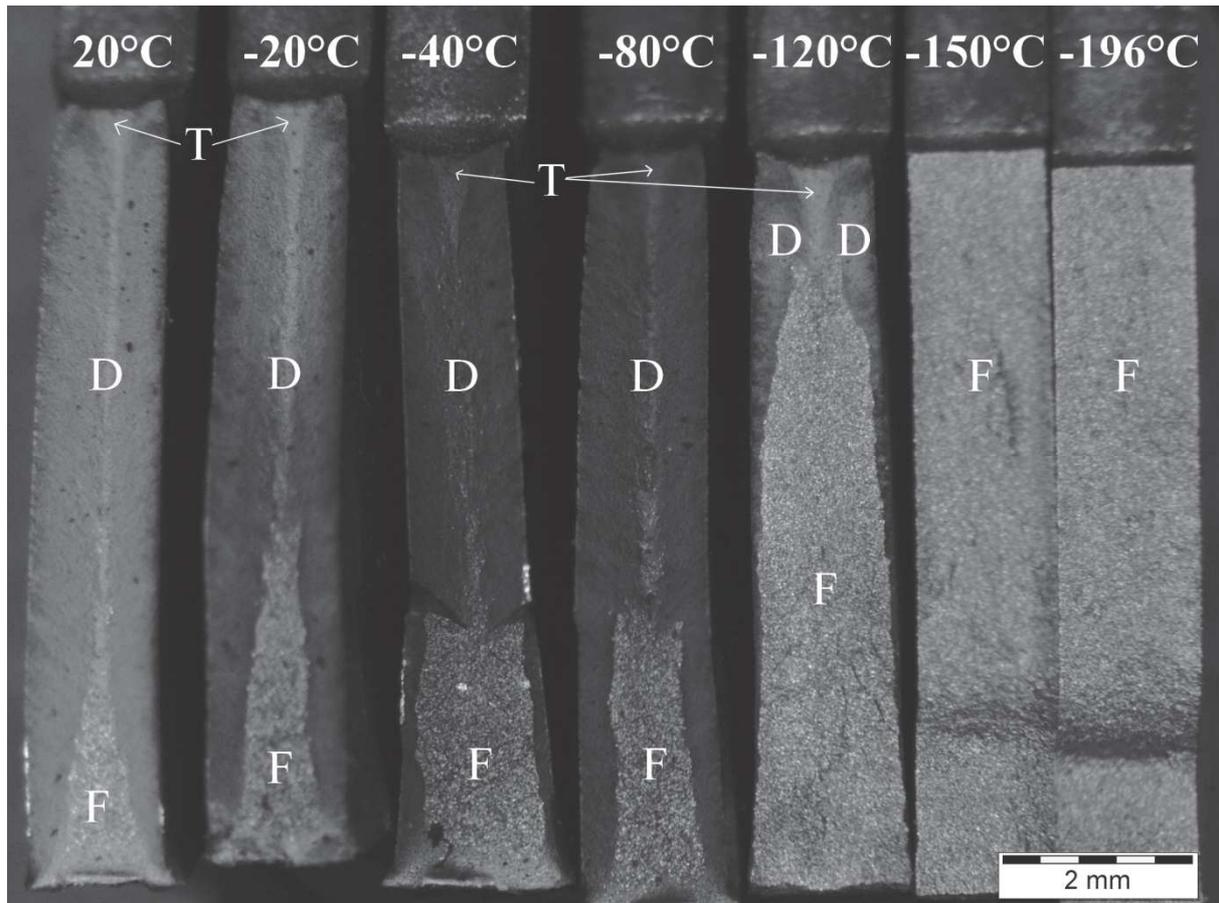


Figure 3. 3 : Images à la binoculaire des faciès de rupture des éprouvettes Charpy de la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long. Pour chaque éprouvette, la température de l'essai est écrite sur l'entaille. T=Triangle d'amorçage, D=Ductile et F=Fragile.

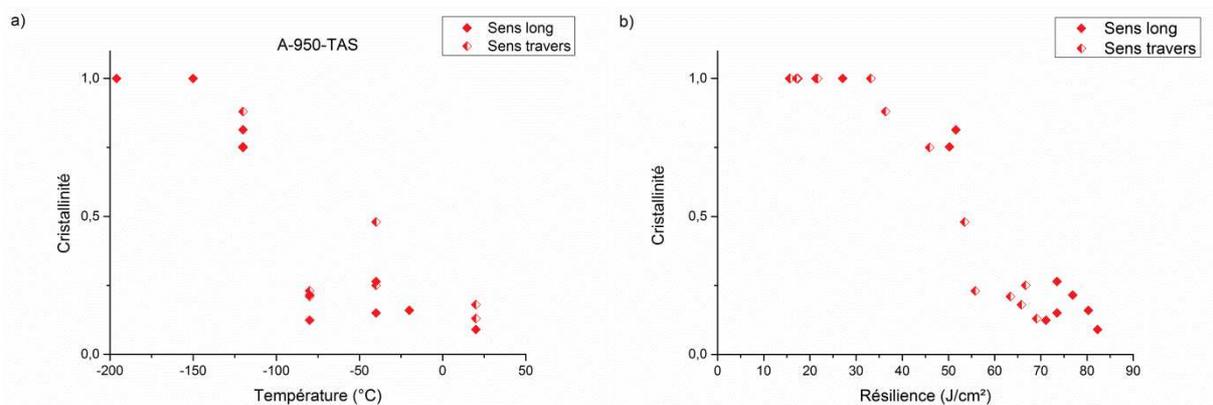


Figure 3. 4 : Cristallinité des éprouvettes Charpy de la microstructure A-950-TAS a) en fonction de la température de l'essai et b) en fonction de la résilience.

2.2. Mécanismes de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes Charpy de la microstructure A-950-TAS ont été observés au MEB afin d'identifier les mécanismes de rupture ductile et de rupture fragile.

En ce qui concerne la rupture ductile, les faciès présentent un triangle d'amorçage suivi d'une rupture en biseau. Aussi bien dans le triangle d'amorçage que plus loin dans l'éprouvette, il n'y a qu'une seule population de cupules (Figure 3. 5). Par la suite, toutes les images de cupules présentées ont été prises

à mi-longueur et à mi-épaisseur dans l'éprouvette. La taille des cupules est de $1,7 \mu\text{m}$ en moyenne et la distribution est présentée sur la Figure 3. 6.

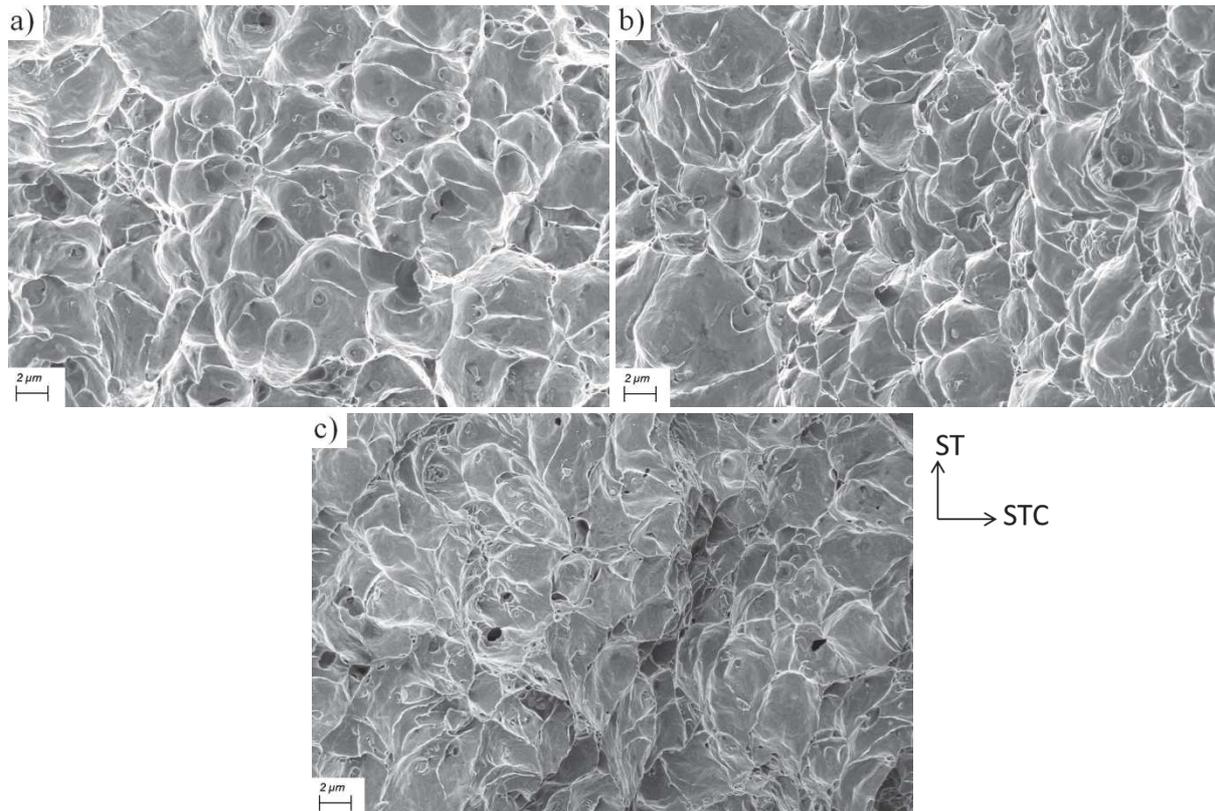


Figure 3. 5 : Cupules a) dans le triangle d'amorçage, b) à mi-longueur et à mi-épaisseur et c) à mi-longueur et au bord de l'éprouvette (partie en biseau) de la microstructure A-950-TAS testée à 20°C dans le sens long.

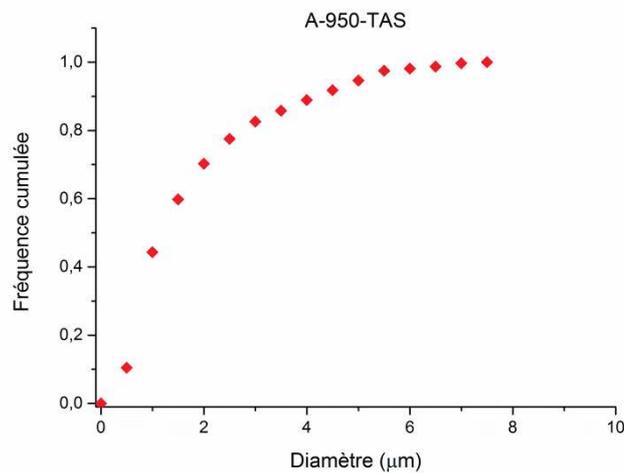


Figure 3. 6 : Distribution de la taille des cupules pour la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long à partir d'images prises à mi-longueur et à mi-épaisseur dans l'éprouvette.

D'après la Figure 3. 7 et en la comparant avec la Figure 3. 5 b, il ne semble pas y avoir d'effet de la température sur la morphologie de la rupture ductile.

On peut observer un carbure au fond de certaines cupules (Figure 3. 8). D'après leur taille, ces carbures sont des carbures de chrome. Pour rappel, les carbures de chrome ont en moyenne un diamètre de $0,5 \mu\text{m}$. La rupture ductile est donc gouvernée par les carbures M_{23}C_6 . Les carbures de niobium ne provoquent pas, ou très peu, de germination secondaire de cavités dans les éprouvettes

Charpy. Srivatsa et al. [Sri2016] montrent l'impact négatif des carbures $M_{23}C_6$ sur la ténacité d'un acier inoxydable martensitique. En supposant que les carbures de chrome sont sphériques, tous de même taille et qu'ils sont répartis de manière homogène (ce qui n'est cependant pas le cas), la distance moyenne entre les carbures de chrome Λ peut être estimée avec l'équation Eq. 3.1.

$$\Lambda = \sqrt{\frac{2\pi}{3} \frac{R}{\sqrt{f}}} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

R et f sont le rayon moyen et la fraction volumique des carbures respectivement. La distance entre les carbures de chrome calculée à partir de cette équation est de $11,5 \mu\text{m}$ pour la microstructure A-950-TAS. La taille des cupules dépend des distributions des distances entre sites de germination (ici les carbures $M_{23}C_6$) ainsi que de la déformation plastique locale. En effet, la déformation produite par la striction de l'éprouvette va engendrer une diminution des distances entre carbures. De plus, la germination de cavités peut avoir lieu sur plusieurs plans. C'est pourquoi la taille moyenne des cupules est de seulement $1,7 \mu\text{m}$, ce qui est bien inférieur à la distance de $11,5 \mu\text{m}$ correspondant à la distance avant déformation dans un même plan entre carbures.

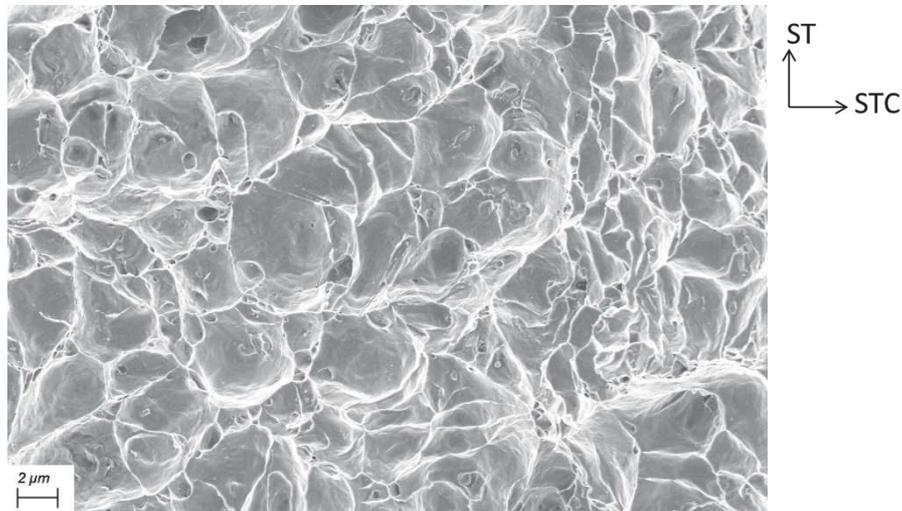


Figure 3.7 : Cupules à mi-longueur et à mi-épaisseur de l'éprouvette de la microstructure A-950-TAS testée à -80°C dans le sens long.

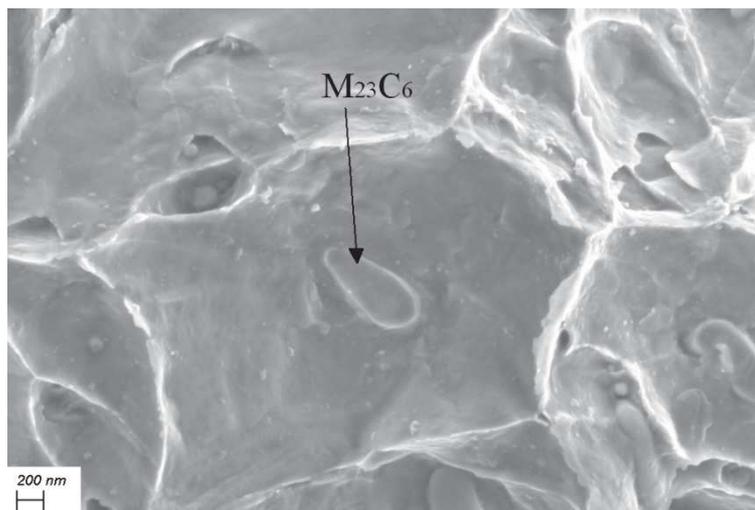


Figure 3.8 : Carbure de chrome situé au fond d'une cupule pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C .

De plus, les éprouvettes testées dans le sens travers présentent des lignes de délaminage (Figure 3.9). Une analyse EDX a été réalisée sur les particules visibles au sein des lignes de délaminage. Les spectres présentent des pics correspondant au calcium et à l'aluminium. Ces particules sont

vraisemblablement des inclusions, et plus précisément des aluminates. Les aluminates sont alignés dans le sens du laminage au sein de la microstructure (Figure 2.1 a). C'est pourquoi ils engendrent des lignes de délaminage seulement lors d'une sollicitation dans le sens travers, la fissure principale se propageant dans le sens long et rencontrant des inclusions alignées. On observe aussi des fissures de délaminage fragiles dans le domaine de transition (Figure 3. 10). En revanche, il n'y a pas de fissure de délaminage au palier fragile.

Pour la suite de l'étude, les essais seront réalisés essentiellement dans le sens long pour s'affranchir du délaminage mais il faut faire attention à la propreté inclusionnaire car la résilience peut être requise y compris dans le sens travers.

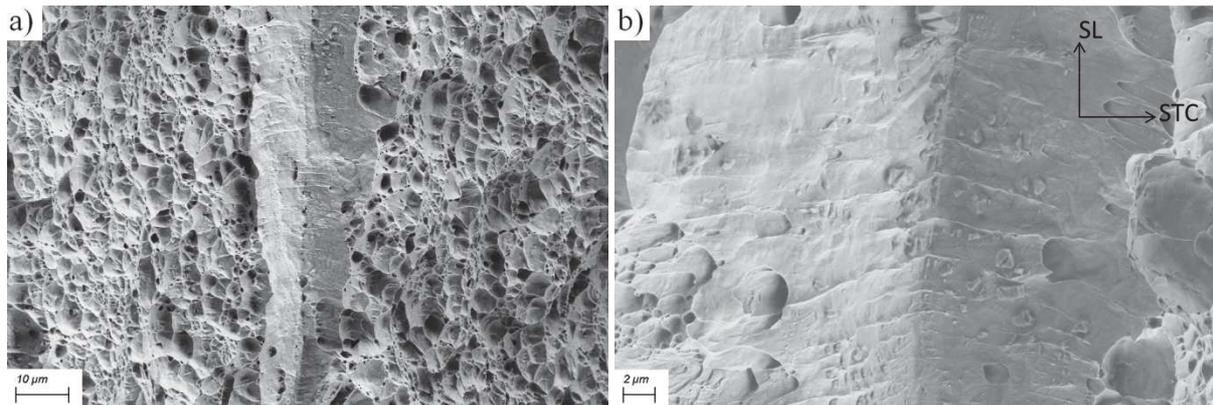


Figure 3. 9 : Faciès de rupture a) à faible grandissement et b) à fort grandissement dans une ligne de délaminage pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C dans le sens travers.

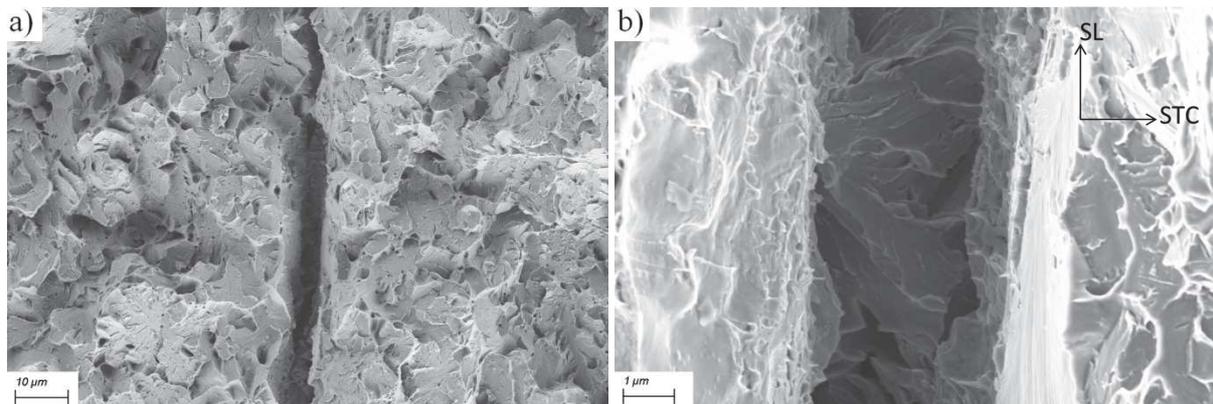


Figure 3. 10 : Faciès de rupture a) à faible grandissement et b) à fort grandissement dans une ligne de délaminage pour la microstructure A-950-TAS testée à -120°C dans le sens travers.

En ce qui concerne la rupture fragile (Figure 3. 11), les faciès de rupture présentent des facettes de clivage qui mesurent en moyenne 6,2 µm de diamètre (Figure 3. 12), ce qui est, comme attendu, inférieur à la taille moyenne du grain austénitique primaire (9 µm) [Wan2008].

Dans le domaine fragile, le clivage amorce du bord de l'entaille et l'élément microstructural à l'origine du clivage n'est pas facilement identifiable.

La Figure 3. 13 représente les facettes de clivage à plus fort grandissement d'éprouvettes testées à -80°C et -196°C. Des déchirures ductiles séparent les facettes de clivage et permettent donc de les identifier. Ces ligaments correspondent sûrement aux abords des joints de forte désorientation. Dans le cas des essais à -80°C, au sein même d'une facette de clivage, la microstructure A-950-TAS présente quelques micro-ligaments ductiles. Ces micro-ligaments ont une morphologie qui rappelle l'alignement des lattes de martensite. De plus, ils sont séparés d'environ 200-400 nm, ce qui est l'ordre de grandeur de l'épaisseur d'une latte de martensite. D'après le Chapitre 2, il y a des films d'austénite résiduelle entre les lattes de martensite. Tant qu'elle ne se transforme pas en martensite, la

phase austénitique ne clive pas et doit donc rompre par déchirure ductile. L'observation des facettes de clivage laisse penser qu'à -80°C , l'austénite resterait stable mécaniquement pour la microstructure A-950-TAS et romprait de manière ductile. De plus, il y a de petits trous sur les facettes de clivage. Au vu de leur taille, ils sont peut-être dus à la décohérence de la cémentite ou des carbures de niobium avec la martensite.

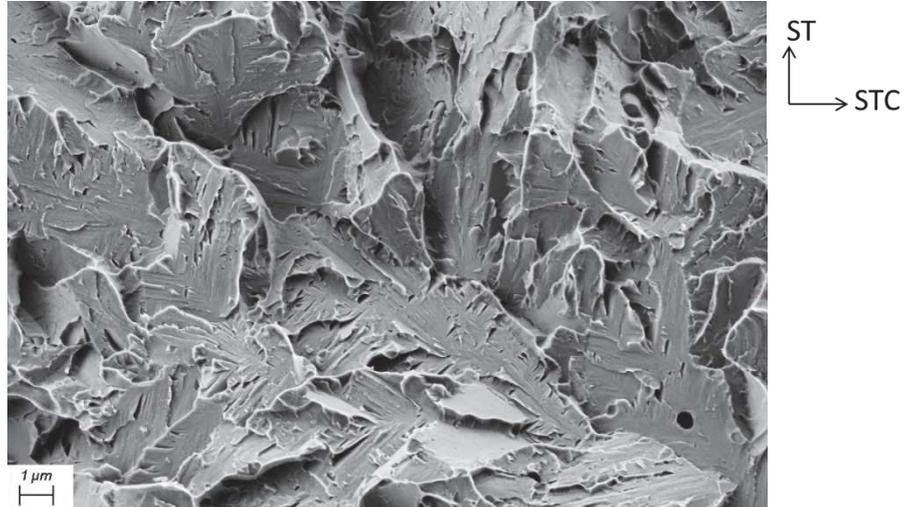


Figure 3. 11 : Faciès de rupture de la microstructure A-950-TAS testée à -196°C dans le sens long.

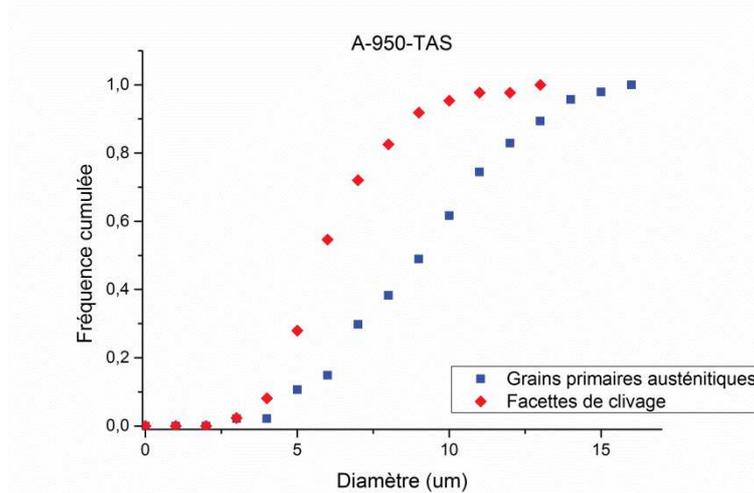


Figure 3. 12 : Distribution de la taille des facettes de clivage et des grains primaires austénitiques pour la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long à partir d'images prises à mi-longueur et à mi-épaisseur dans l'éprouvette.

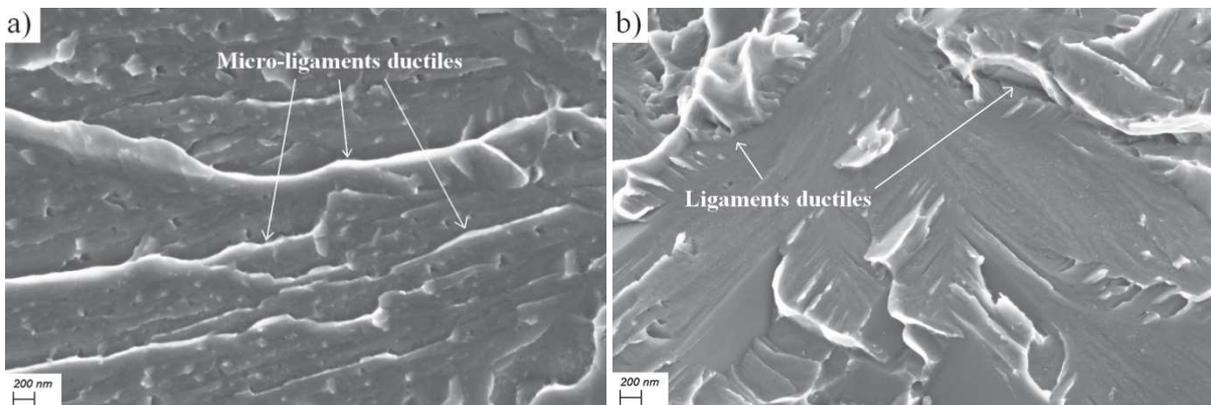


Figure 3. 13 : Détails des facettes de clivage typiques de la microstructure A-950-TAS testée a) à -80°C et b) à -196°C dans le sens long.

En revanche, à -196°C , les facettes de clivage sont lisses (Figure 3. 13 b). Les ligaments ductiles visibles en haut à gauche et à droite correspondent aux bords de la facette de clivage et sont sûrement liés au passage de la fissure à travers un joint de forte désorientation. Pour rappel, l'austénite résiduelle est stable thermiquement jusqu'à -196°C donc la fraction d'austénite en début d'essai ne varie pas en fonction de la température de l'essai. Cela laisse penser que l'austénite serait transformée en martensite sous l'effet du chargement mécanique local avant la rupture, engendrant une propagation beaucoup plus facile de la fissure fragile au sein d'un paquet de lattes. En effet, d'après Tonizzo et al. [Ton2017], la stabilité mécanique de l'austénite résiduelle diminue quand la température de l'essai diminue.

A -196°C , certaines facettes présentent des cavités en forme de languettes triangulaires (Figure 3. 14). Ce sont vraisemblablement les traces de maillage mécanique [Pin2016]. Des rattrapages de plan sont aussi visibles au sein des facettes de clivage, mais cela ne ressemble pas aux traces de déformation à l'intérieur des facettes visibles sur les éprouvettes testées à -80°C (Figure 3. 13 a).

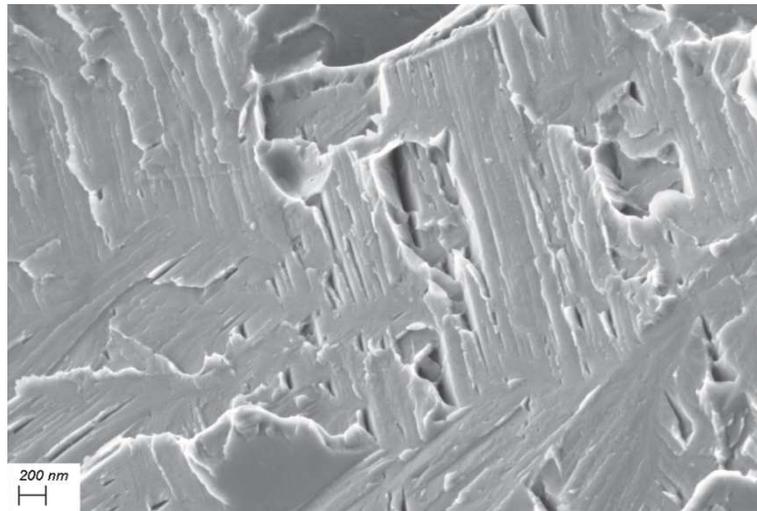


Figure 3. 14 : Détail d'une facette de clivage de la microstructure A-950-TAS testée à -196°C dans le sens long.

A -120°C , qui est la température de transition ductile-fragile, les facettes de clivage présentent encore des micro-ligaments ductiles mais ils semblent moins nombreux (Figure 3. 15 a). Par contre, à -150°C , les facettes sont lisses (Figure 3. 15 b).

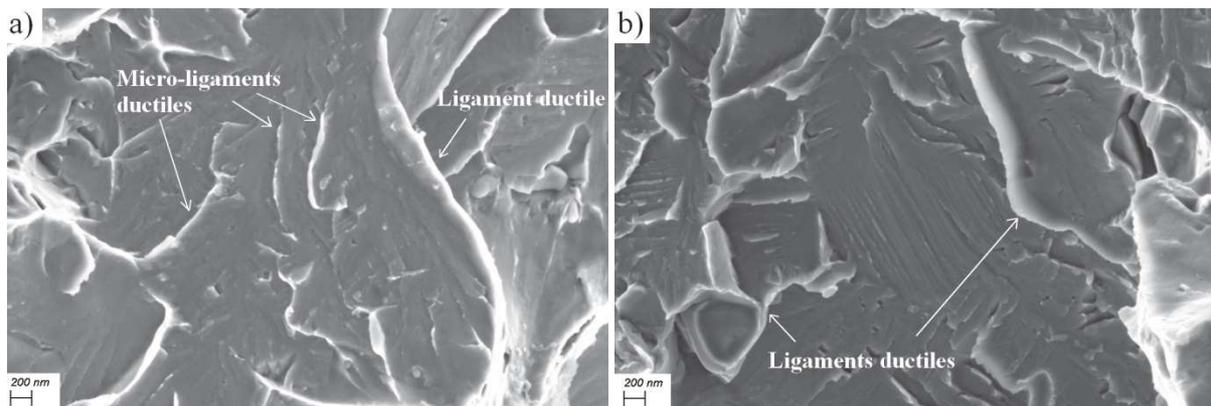


Figure 3. 15 : Facettes de clivage typiques de la microstructure A-950-TAS testée a) à -120°C et b) à -150°C dans le sens long.

En résumé, au-dessus de la TTDF, les facettes de clivage présentent de nombreux micro-ligaments ductiles qui ressemblent à la morphologie de l'austénite résiduelle. En revanche, en dessous de la TTDF, les facettes de clivage sont lisses, ce qui laisse penser que l'austénite résiduelle se serait

transformée en martensite avant la rupture ou au moment de celle-ci. On peut alors faire l'hypothèse que l'austénite résiduelle serait stable mécaniquement jusqu'à la TTDF.

Dans le domaine de la transition ductile-fragile, les éprouvettes contiennent des zones avec quelques facettes de clivage entourées de cupules (Figure 3. 16 a). On suppose qu'une fissure ductile se propage et qu'en amont de cette fissure, des microfissures de clivage amorcent (contraintes locales élevées). Ces fissures de clivage s'arrêtent sur un joint de grain de forte désorientation [Mor2013] et sont rattrapées par la fissure ductile principale. Ces zones ont été observées afin d'identifier l'élément microstructural à l'origine du clivage (Figure 3. 16 b). La plupart du temps, un carbure se situe dans la zone d'amorçage du clivage. La taille de ces carbures (quelques centaines de nanomètres) laisse penser que ce sont les carbures $M_{23}C_6$ qui seraient à l'origine des fissures de clivage, et non les carbures de niobium beaucoup plus petits.

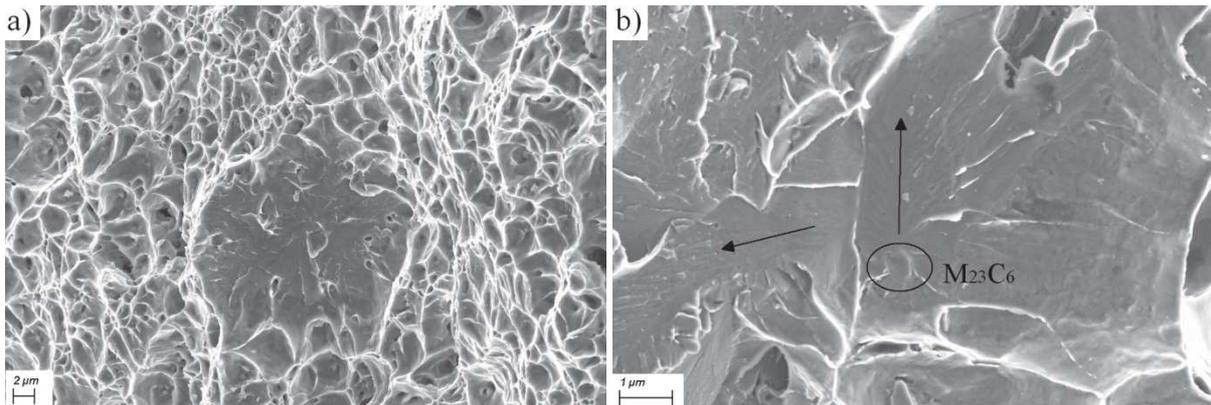


Figure 3. 16 : a) Facette de clivage entourée de cupules et b) zone d'amorçage du clivage pour la microstructure A-950-TAS testée à -120°C dans le sens long. Les flèches représentent la propagation de la fissure par clivage.

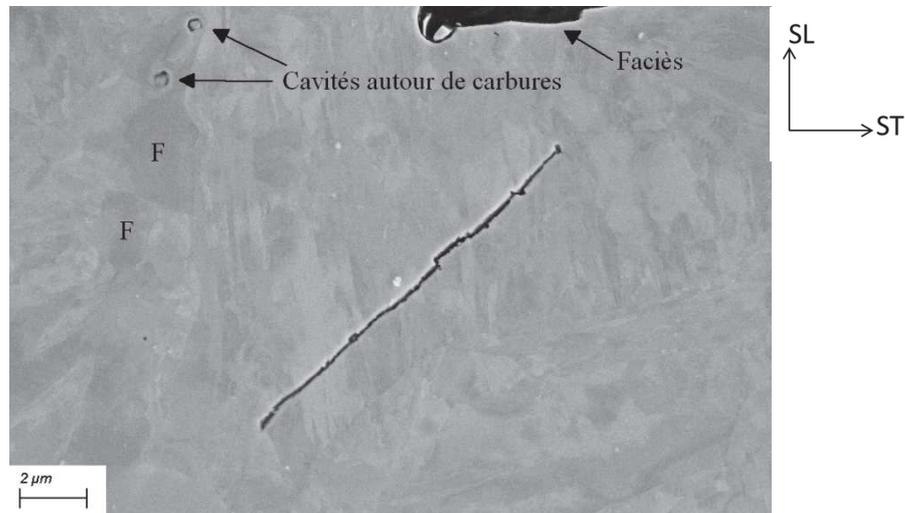


Figure 3. 17 : Observation au MEB d'une éprouvette Charpy de la microstructure A-950-TAS testée à -120°C, en coupe, sous le faciès de rupture. F = Ferrite.

Certaines éprouvettes testées dans le domaine de transition sont examinées en coupe, afin d'observer l'endommagement sous le faciès de rupture. La présence de microfissures arrêtées sur les faciès de rupture laissait penser que de l'endommagement pouvait se développer hors de la fissure principale. Les éprouvettes sont polies jusqu'à 1 μm puis un polissage final à l'OPS est effectué plutôt qu'une attaque chimique pour éviter de créer des cavités pendant la préparation de l'échantillon et de les confondre avec l'endommagement dû à l'essai mécanique. Des cavités autour de carbures et des microfissures de quelques micromètres sont observées (Figure 3. 17). L'endommagement est localisé sur une profondeur de 20 μm en dessous du faciès de rupture et reste limité à quelques microfissures. La microstructure est difficilement identifiable avec une préparation à l'OPS mais quelques grains de

ferrite peuvent être discernés. Les microfissures ne semblent pas se propager préférentiellement dans les grains de ferrite. Cela a été vérifié en observant des éprouvettes en coupe après une attaque chimique révélant la microstructure (Figure 3. 18). Les cavités visibles sur la Figure 3. 18 b sont sûrement agrandies par l'attaque chimique et ce qu'on voit à l'intérieur des fissures (Figure 3. 18 a) provient de la préparation de l'échantillon.

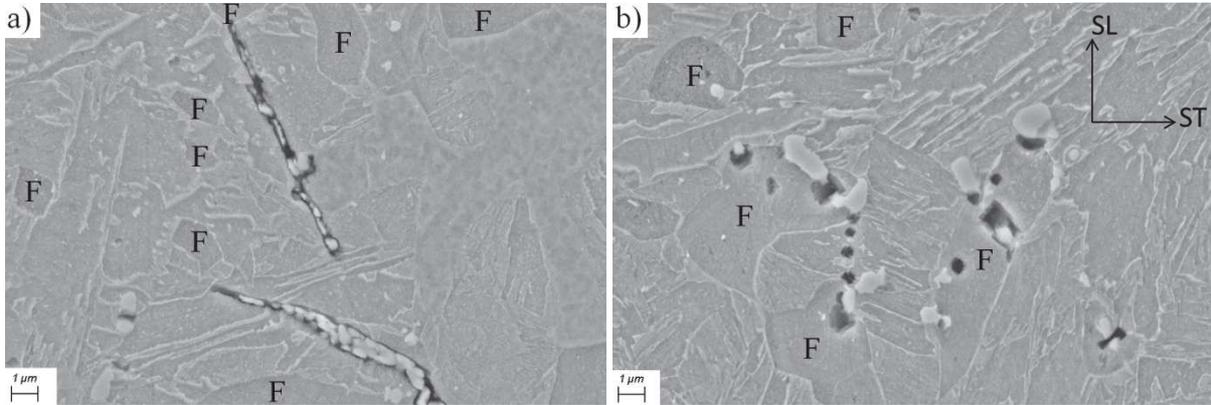


Figure 3. 18 : Observation au MEB d'une éprouvette Charpy de la microstructure A-950-TAS testée à -120°C , en coupe sous le faciès de rupture, après une attaque chimique Beraha. F=Ferrite.

3. Influence de la teneur en niobium sur la résilience

3.1. Courbes de transition ductile-fragile

Des courbes de transition ductile-fragile ont été déterminées sur la microstructure B-950-TAS dans le sens long et le sens travers afin d'étudier l'influence de la teneur en niobium sur la résilience. Les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS ayant subi le même traitement thermique ont des courbes de transition ductile-fragile très différentes (Figure 3. 19). Le plateau fragile de la nuance B est supposé être à 10 J/cm^2 (comme pour les autres microstructures présentées par la suite). Les valeurs de résilience au niveau du palier ductile sont de 70 J/cm^2 et 40 J/cm^2 pour la nuance B dans le sens long et le sens travers respectivement. La TTDF est de -40°C pour la microstructure B-950-TAS tandis qu'elle est de -120°C pour la microstructure A-950-TAS. De même que pour la nuance A, la direction de sollicitation fait varier la résilience au niveau du palier ductile. En résumé, l'ajout de niobium dans la composition chimique permet d'augmenter la résilience au niveau du palier ductile et de considérablement diminuer la TTDF.

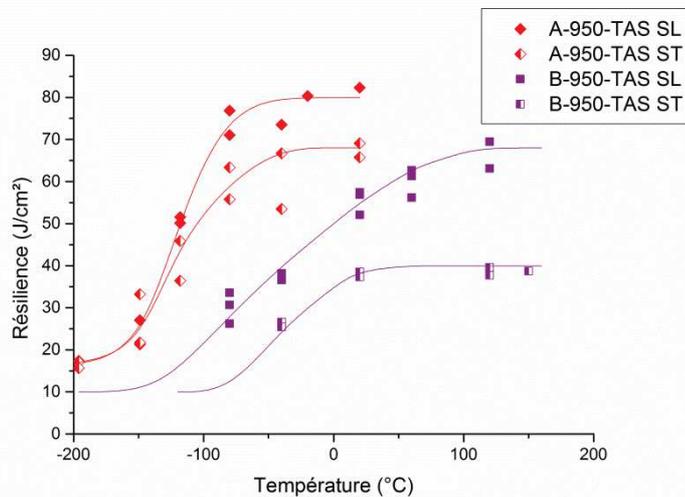


Figure 3. 19 : Résilience des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS testées dans le sens long (SL) et le sens travers (ST).

La Figure 3. 20 représente la cristallinité des éprouvettes Charpy. La température pour laquelle les éprouvettes de la nuance B ont une cristallinité de 0,5 est autour de -20°C , soit 80°C de plus que la nuance A.

La microstructure B-950-TAS présente des faciès de rupture totalement ductiles lors d'essais à 120°C et 150°C . Dans le cas de la nuance B testée dans le sens travers, malgré une diminution de 30% de la cristallinité entre 20°C et 150°C , la résilience n'augmente pas. En règle générale, la résilience est directement liée à la cristallinité. Cela n'est pas le cas pour la nuance B testée dans le sens travers.

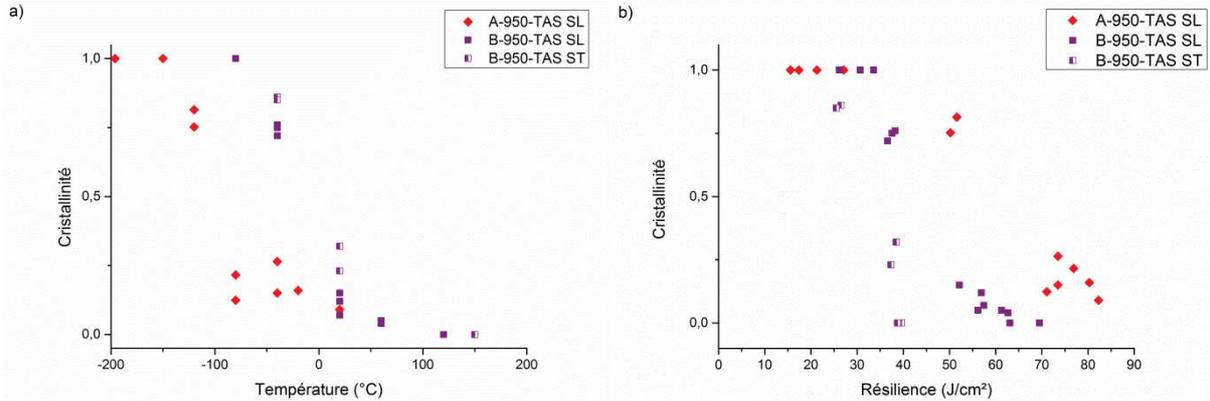


Figure 3. 20 : Cristallinité des éprouvettes des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS testées dans le sens long (SL) et le sens travers (ST) a) en fonction de la température et b) en fonction de la résilience.

3.2. Mécanismes de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes de la microstructure B-950-TAS sont observés et comparés à ceux de la microstructure A-950-TAS. Les comportements macroscopiques sont similaires avec une rupture ductile en biseau. La microstructure B-950-TAS présente une seule population de cupules, comme la microstructure A-950-TAS (Figure 3. 21). Les cupules sont légèrement plus petites avec une moyenne de $1,3\ \mu\text{m}$ de diamètre contre $1,7\ \mu\text{m}$ pour la microstructure A-950-TAS (Figure 3. 24 a). La microstructure B-950-TAS possède une fraction de carbures de chrome plus élevée que la microstructure A-950-TAS (0,7% au lieu de 0,4%), avec des tailles de carbures M_{23}C_6 similaires ($0,5\ \mu\text{m}$). La distance moyenne entre carbures M_{23}C_6 (Eq. 3.1) est donc plus faible pour la microstructure B-950-TAS ($8,5\ \mu\text{m}$ au lieu de $11,5\ \mu\text{m}$). La germination des cupules étant gouvernée par la population de carbures de chrome, cela engendre des cupules plus petites. De plus, pour confirmer cela, les rapports de taille de cupules ($1,7/1,3$) et de distance entre carbures de chrome ($11/8,5$) sont tous les deux d'environ 1,3.

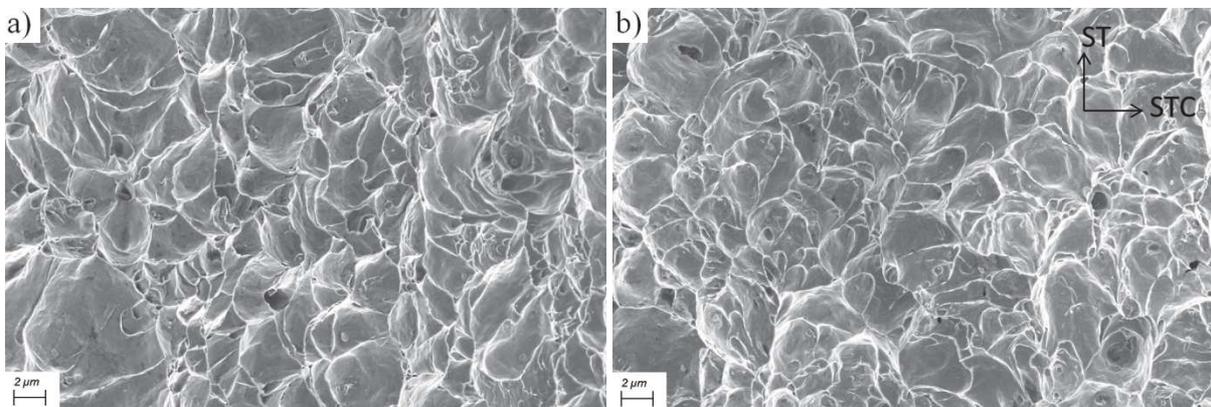


Figure 3. 21 : Faciès de rupture de la microstructure a) A-950-TAS testée à 20°C et b) B-950-TAS testée à 120°C dans le sens long.

De plus, les éprouvettes testées dans le sens travers présentent de très nombreuses lignes de délaminage, davantage que pour la microstructure A-950-TAS (Figure 3. 22). La propreté inclusionnaire n'a pas été analysée pour la nuance B mais il semblerait que cette nuance contienne plus d'aluminates que la nuance A.

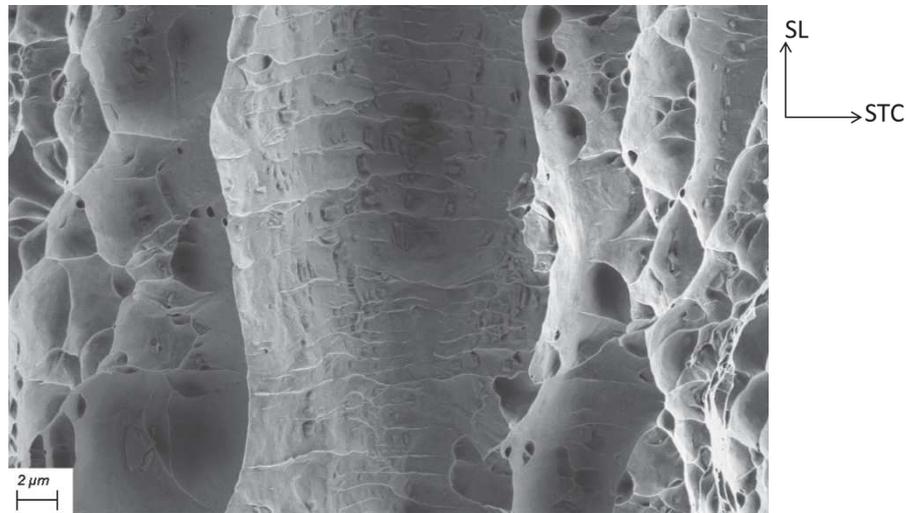


Figure 3. 22 : Ligne de délaminage pour la microstructure B-950-TAS testée à 20°C dans le sens travers.

La Figure 3. 23 représente des facettes de clivage des microstructures A-950-TAS et B-950-TAS testées dans le sens long. Les facettes de clivage sont légèrement plus grandes pour la microstructure B-950-TAS avec une taille moyenne de 7,8 μm contre 6,2 μm pour la microstructure A-950-TAS (Figure 3. 24 b). La taille moyenne du grain austénitique est de 14 μm et 9 μm pour les microstructures B-950-TAS et A-950-TAS respectivement. L'augmentation de la taille des facettes de clivage pour la microstructure B-950-TAS est probablement liée à l'augmentation de la taille du grain austénitique primaire [Wan2008].

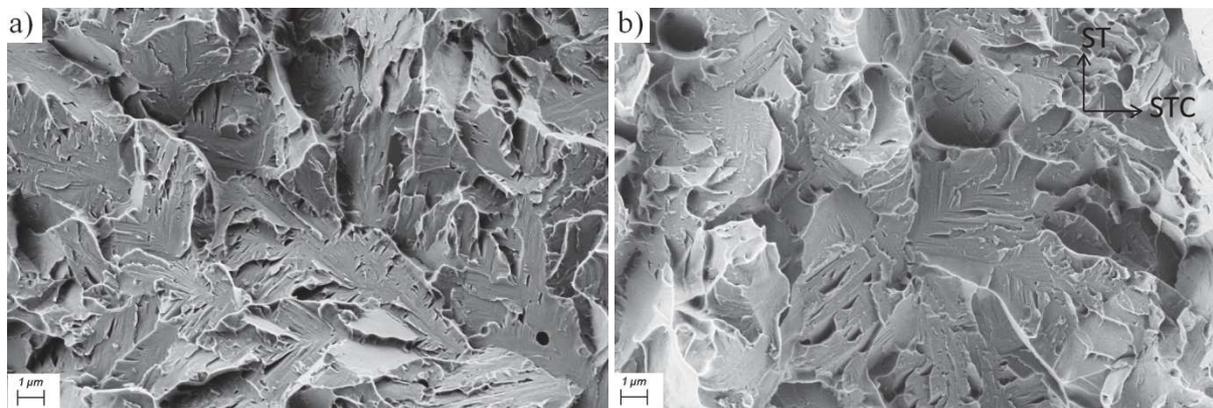


Figure 3. 23 : Faciès de rupture de la microstructure a) A-950-TAS testée à -196°C et b) B-950-TAS testée à -80°C dans le sens long.

Afin de comparer la rupture par clivage à iso-température, les facettes de clivage des deux microstructures A-950-TAS et B-950-TAS ont été observées pour une même température prise égale à -80°C (Figure 3. 25). Cette température correspond au haut de la transition pour la microstructure A-950-TAS et au bas de la transition pour la microstructure B-950-TAS. La microstructure A-950-TAS présente quelques micro-ligaments ductiles à l'intérieur des facettes de clivage qu'on a supposé être la rupture ductile des films d'austénite résiduelle. En revanche, les facettes de clivage de la microstructure B-950-TAS sont très lisses à -80°C. Cela laisse penser qu'à -80°C, la stabilité mécanique de l'austénite dans ces deux nuances ne serait pas la même. L'austénite resterait stable mécaniquement pour la microstructure A-950-TAS et romprait de manière ductile tandis qu'elle serait transformée en martensite avant ou pendant la rupture pour la microstructure B-950-TAS.

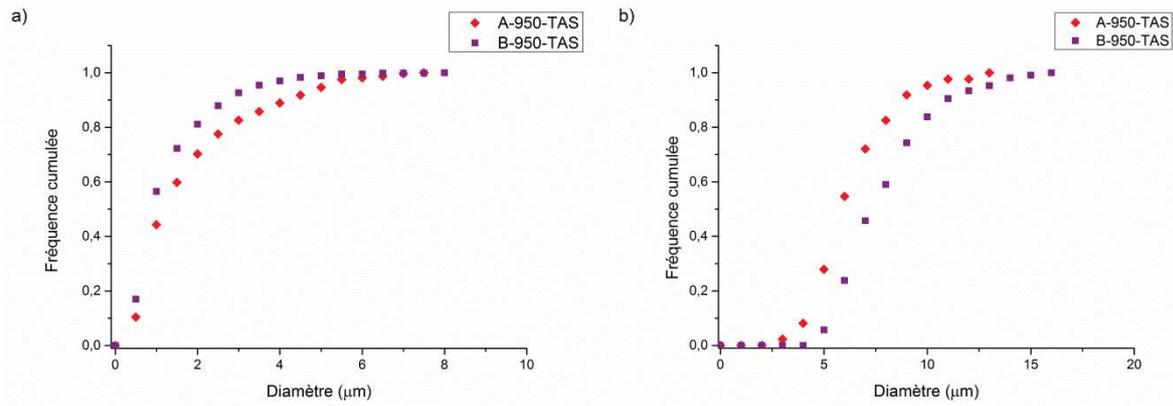


Figure 3. 24 : Distribution des tailles a) de cupules et b) de facettes de clivage pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS testées dans le sens long.

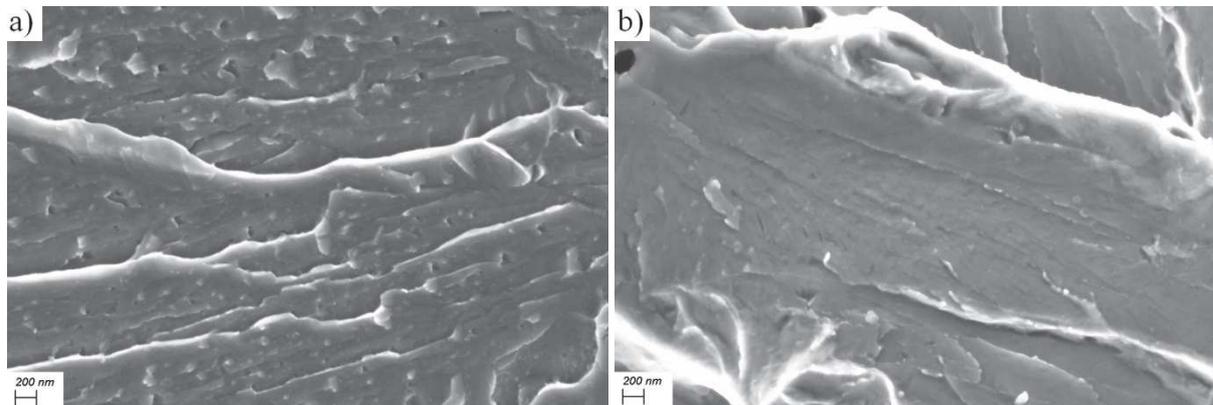


Figure 3. 25 : Facettes de clivage typiques des microstructures a) A-950-TAS et b) B-950-TAS testées à -80°C dans le sens long.

La Figure 3. 26 a) montre les facettes de la microstructure B-950-TAS à 20°C . Cette température correspond au haut du domaine de transition pour la microstructure B-950-TAS et les facettes présentent le même aspect que pour la microstructure A-950-TAS à -80°C , avec des micro-ligaments ductiles. On peut alors faire l'hypothèse que l'austénite serait stable mécaniquement à 20°C mais pas à -80°C pour la microstructure B-950-TAS. La Figure 3. 26 b) montre quelques facettes de la microstructure B-950-TAS à -40°C . Cette température correspond à la TTDF. Il semble que les deux aspects des facettes de clivage soient présents, avec des micro-ligaments ductiles sur les facettes à droite et à gauche mais une facette assez lisse au centre. L'austénite commencerait à être moins stable mécaniquement à -40°C . La TTDF semble être liée à la température pour laquelle l'austénite n'est plus stable mécaniquement, comme pour la microstructure A-950-TAS.

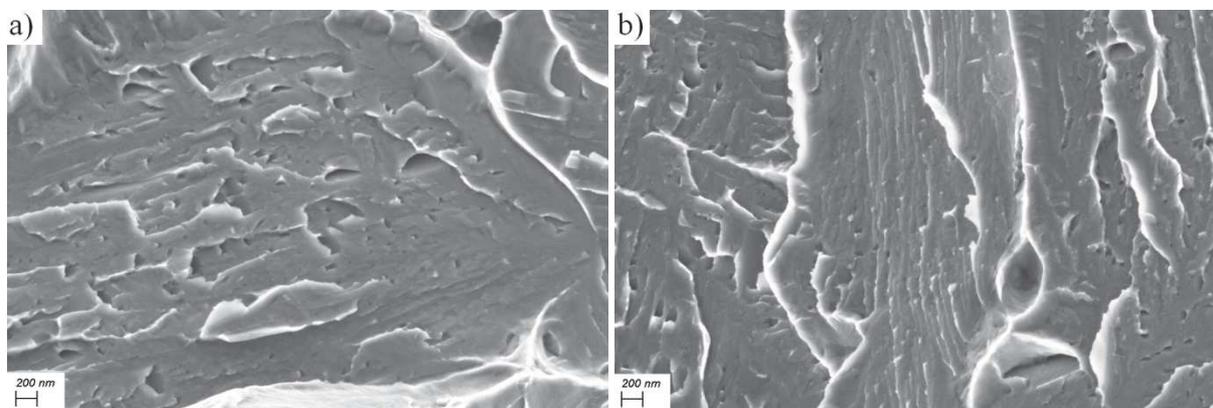


Figure 3. 26 : Facettes de clivage typiques de la microstructure B-950-TAS testée a) à 20°C et b) à -40°C dans le sens long.

En conclusion, l'ajout de niobium dans la composition chimique est bénéfique pour la résilience, aussi bien pour la rupture ductile que pour la TTDF. Dans le cas de la rupture ductile, l'ajout de niobium est bénéfique en diminuant la fraction de carbures de chrome. Dans le cas de la rupture fragile et de la TTDF, l'ajout de niobium est bénéfique en diminuant la taille du grain d'austénite primaire et peut-être en modifiant la stabilité mécanique de l'austénite résiduelle. La suite de ce chapitre se focalise sur l'influence de la température d'austénitisation et des conditions de refroidissement sur la résilience de la nuance A uniquement.

4. Influence des conditions d'austénitisation sur la résilience

4.1. Courbes de transition ductile-fragile

La Figure 3. 27 représente les courbes de transition déterminées pour les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS dans le sens long. Le palier fragile de la microstructure A-1000-TAS est à 10 J/cm² et le palier ductile est à 80 J/cm², comme pour la microstructure A-950-TAS. La TTDF est de -90°C, soit 30°C de plus que celle de la microstructure de référence.

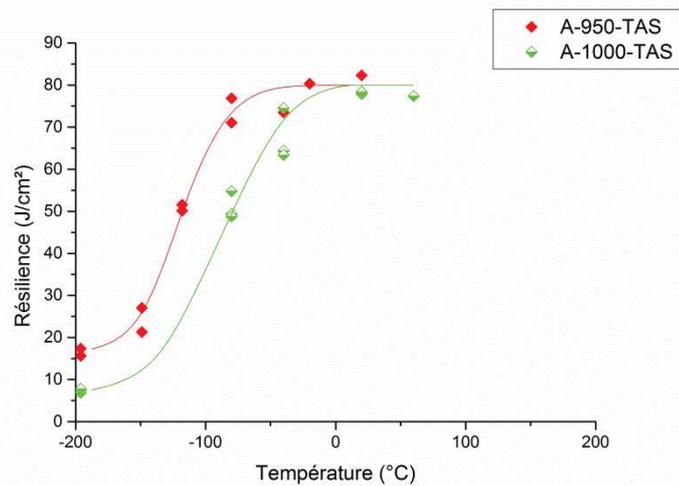


Figure 3. 27 : Résilience des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS testées dans le sens long.

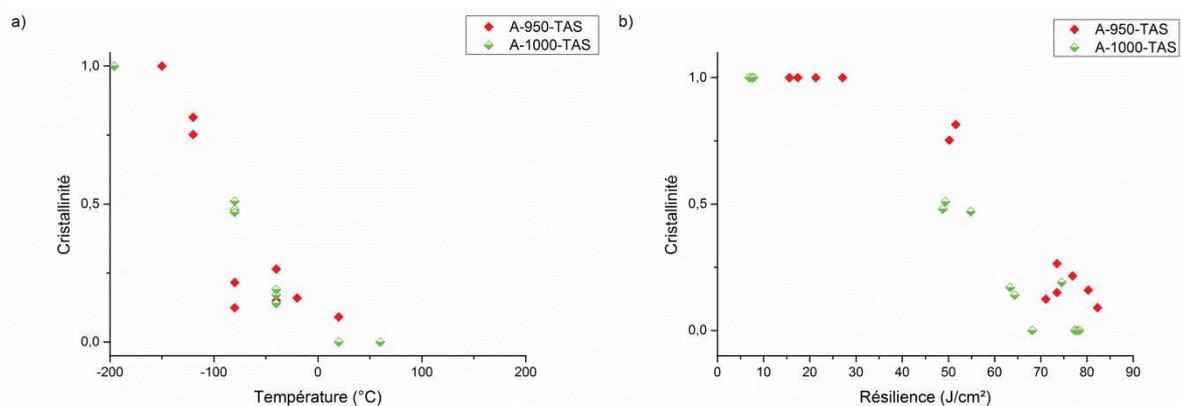


Figure 3. 28 : Cristallinité des éprouvettes des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS testées dans le sens long a) en fonction de la température et b) en fonction de la résilience.

L'augmentation du temps et de la température d'austénitisation a engendré une légère augmentation de la TTDF sans modifier l'énergie de rupture au palier ductile.

La Figure 3. 28 représente la cristallinité des éprouvettes Charpy. La température pour laquelle les éprouvettes de la microstructure A-1000-TAS ont une cristallinité de 0,5 est -80°C , ce qui est proche de la valeur de la TTDF (-90°C). De plus, les faciès issus des essais à 20°C et 60°C sont entièrement ductiles. Les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS présentent la même évolution de la cristallinité en fonction de la température mais, à cristallinité égale, le matériau A-1000-TAS présente une résilience plus faible.

4.2. Mécanismes de rupture

La Figure 3. 29 montre les faciès de rupture à 20°C des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS. Les distributions des tailles de cupules sont comparées (Figure 3. 31 a). Les cupules de la microstructure A-1000-TAS mesurent en moyenne $2,2\ \mu\text{m}$ contre $1,7\ \mu\text{m}$ pour la microstructure A-950-TAS. De plus, les faciès de rupture de la microstructure A-1000-TAS présentent quelques grandes cupules de $10\ \mu\text{m}$ de diamètre. La microstructure austénitisée à 1000°C possède beaucoup moins de carbures de chrome (0,1%) qu'après une austénitisation à 950°C (0,4%). La taille moyenne des carbures M_{23}C_6 étant $0,5\ \mu\text{m}$ pour les deux microstructures, la distance moyenne entre carbures de chrome (Eq. 3.1) est de $11,5\ \mu\text{m}$ et $23\ \mu\text{m}$ pour les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS respectivement (avec l'hypothèse d'une répartition uniforme). Pour autant, une deuxième population de cupules liée aux carbures NbC ou M_3C ne se déclenche pas pour la microstructure A-1000-TAS. La présence de quelques grosses cupules est due à certains carbures M_{23}C_6 isolés et au fait que les carbures NbC et M_3C ne prennent pas le relais en termes d'endommagement. Les grosses cupules représentent moins de 10% des cupules en nombre mais aussi en aire donc leur présence n'a sans doute pas d'effet significatif sur l'énergie à rupture.

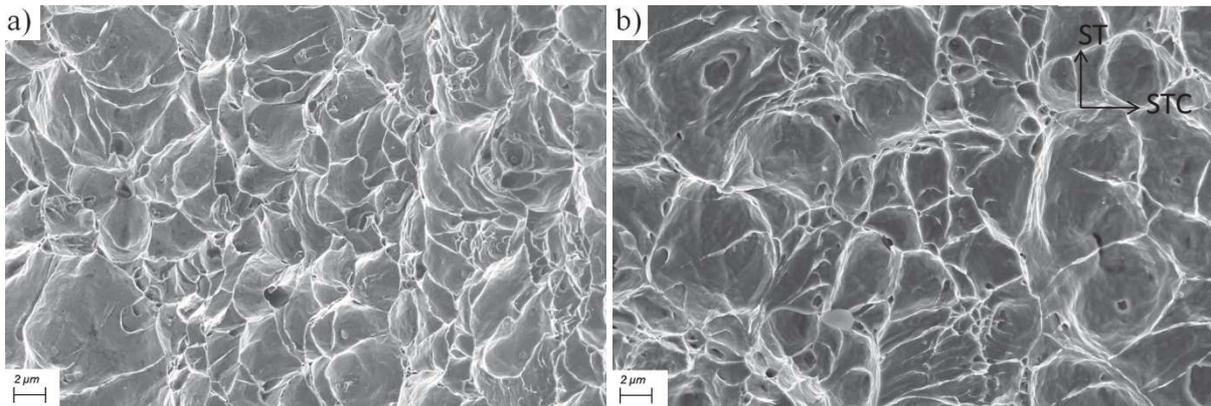


Figure 3. 29 : Faciès de rupture des microstructures a) A-950-TAS et b) A-1000-TAS testées à 20°C dans le sens long.

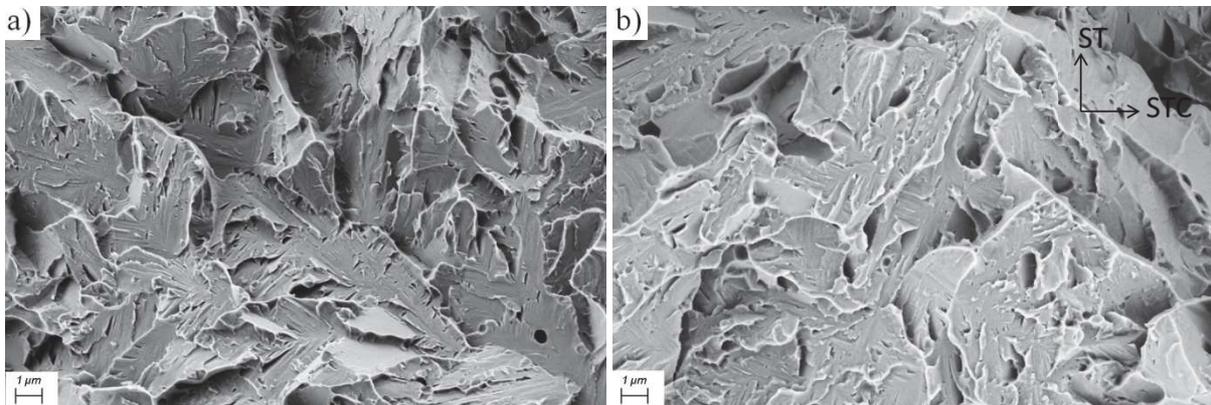


Figure 3. 30 : Faciès de rupture des microstructures a) A-950-TAS et b) A-1000-TAS testées à -196°C dans le sens long.

La Figure 3. 30 montre les faciès de rupture à -196°C des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS. Les facettes de clivage mesurent en moyenne $7,1\ \mu\text{m}$ pour la microstructure A-1000-TAS tandis que la moyenne est de $6,2\ \mu\text{m}$ pour la microstructure A-950-TAS (Figure 3. 31 b). Les tailles moyennes de grain austénitique sont de $12\ \mu\text{m}$ et $9\ \mu\text{m}$ pour les microstructures A-1000-TAS et A-950-TAS respectivement. Comme dans le cas de la nuance B, l'augmentation de la taille des facettes de clivage pour la microstructure A-1000-TAS est corrélée à l'augmentation de la taille du grain d'austénite primaire.

La microstructure A-1000-TAS présente des facettes avec un aspect déformé à -80°C , comme la microstructure A-950-TAS, avec de nombreux micro-ligaments de déchirure ductile au sein des facettes de clivage (Figure 3. 32 a). A cette température, la microstructure A-1000-TAS est juste au dessus de la TTDF (égale à -90°C). En revanche, les facettes sont lisses à -196°C (Figure 3. 32 b).

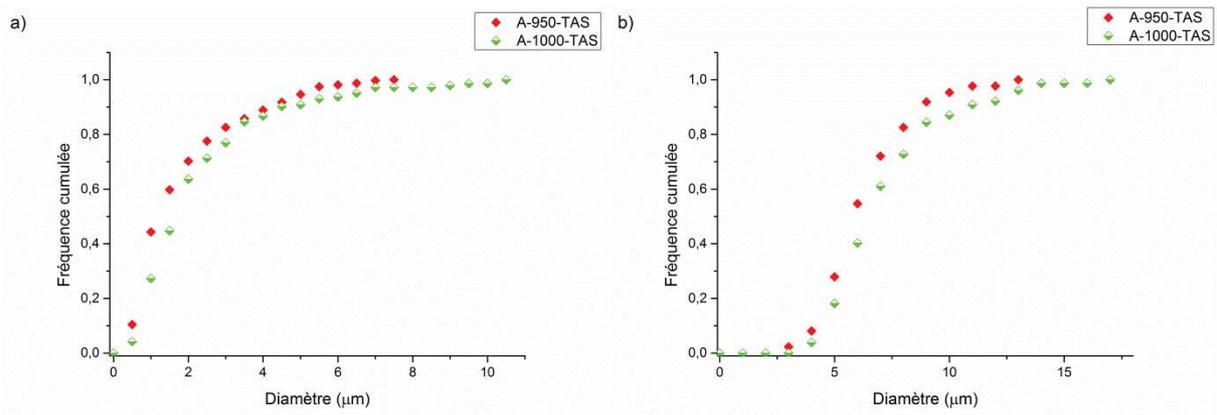


Figure 3. 31 : Distribution des tailles a) de cupules et b) de facettes de clivage pour les microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS testées dans le sens long.

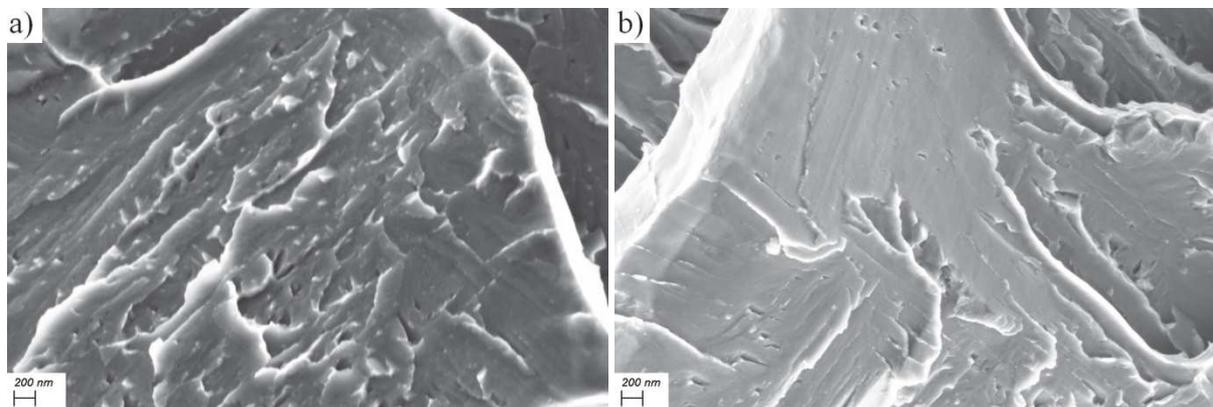


Figure 3. 32 : Facettes de clivage typiques de la microstructure A-1000-TAS testée a) à -80°C et b) à -196°C dans le sens long.

En conclusion, la diminution des fractions de ferrite et de carbures de chrome avec une austénitisation à 1000°C ne permet pas d'améliorer la résilience. Pour l'étude de l'influence de la vitesse de refroidissement, l'austénitisation est à 950°C pendant 5min.

5. Influence de la vitesse de refroidissement lors de la transformation martensitique sur la résilience

5.1. Courbes de transition ductile-fragile

Les courbes de transition des microstructures A-950-TE et A-950-SP sont représentées sur la Figure 3. 33 afin d'étudier l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résilience. Dans le cas de la microstructure A-950-TE, des essais ont aussi été réalisés dans le sens travers. Les microstructures A-950-TE et A-950-SP testées dans le sens long ont un palier ductile à 65 J/cm² et un palier fragile à 10 J/cm². Comme vu précédemment pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS (Figure 3. 19), il y a une diminution de la résilience au niveau du palier ductile dans le sens travers avec une valeur de 50 J/cm² pour la microstructure A-950-TE. La TTDF est de 20°C et 0°C pour les microstructures A-950-TE et A-950-SP respectivement, tandis qu'elle est de -120°C pour la microstructure A-950-TAS.

La valeur de résilience d'une éprouvette de la microstructure A-950-TE testée à -80°C paraît étrangement élevée (21 J/cm²) pour une cristallinité de 1. Le faciès de rupture ne présente rien de particulier qui pourrait l'expliquer. Le palier fragile est malgré tout estimé à 10 J/cm² sur la Figure 3. 33 mais il faudrait refaire un essai à -80°C pour le confirmer.

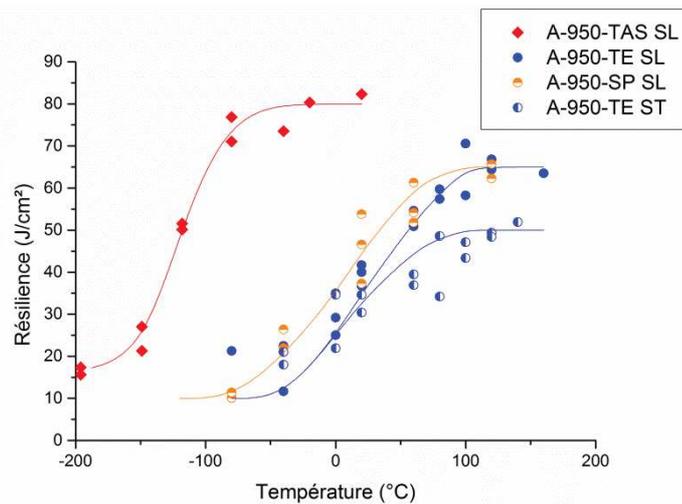


Figure 3. 33 : Résilience des microstructures A-950-TAS, A-950-TE et A-950-SP dans le sens long (SL) et A-950-TE dans le sens travers (ST).

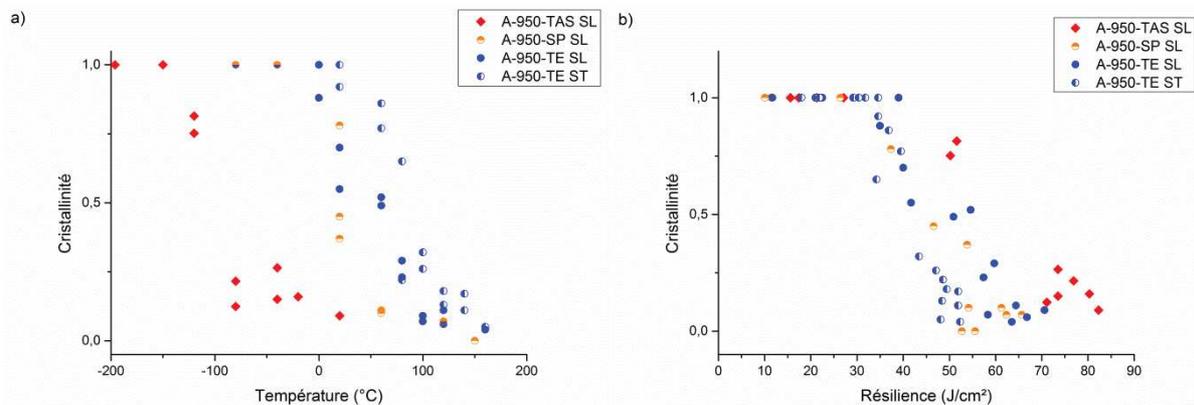


Figure 3. 34 : Cristallinité des éprouvettes Charpy des microstructures A-950-TAS, A-950-TE et A-950-SP dans le sens long (SL) et A-950-TE dans le sens travers (ST) en fonction de a) la température et b) la résilience.

L'augmentation de la vitesse de refroidissement engendre donc une forte hausse de la TTDF (plus de 100°C d'écart) et une diminution de la résilience au niveau du palier ductile (d'environ 15 J/cm² soit 20% dans le sens long).

La Figure 3. 34 représente la cristallinité des éprouvettes. On observe le même décalage de la cristallinité que pour les résiliences en fonction de la vitesse de refroidissement. Les températures pour lesquelles les éprouvettes ont une cristallinité de 0,5 sont 20°C et 60°C pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE respectivement.

La microstructure A-950-SP présente un comportement en résilience proche de celui de la microstructure A-950-TE. En conséquence, seuls les faciès de rupture des microstructures A-950-TAS et A-950-TE sont présentés ici sachant que la microstructure A-950-SP présente les mêmes mécanismes de rupture que la microstructure A-950-TE.

5.2. Mécanismes de rupture

La Figure 3. 35 montre les faciès de rupture des microstructures A-950-TAS et A-950-TE testées à 20°C et 120°C respectivement. Les distributions des tailles de cupules sont comparées sur la Figure 3. 37 a. Les cupules de la microstructure A-950-TE mesurent en moyenne 1,5 µm au lieu de 1,7 µm pour la microstructure A-950-TAS mais l'écart entre des distributions n'est pas significatif.

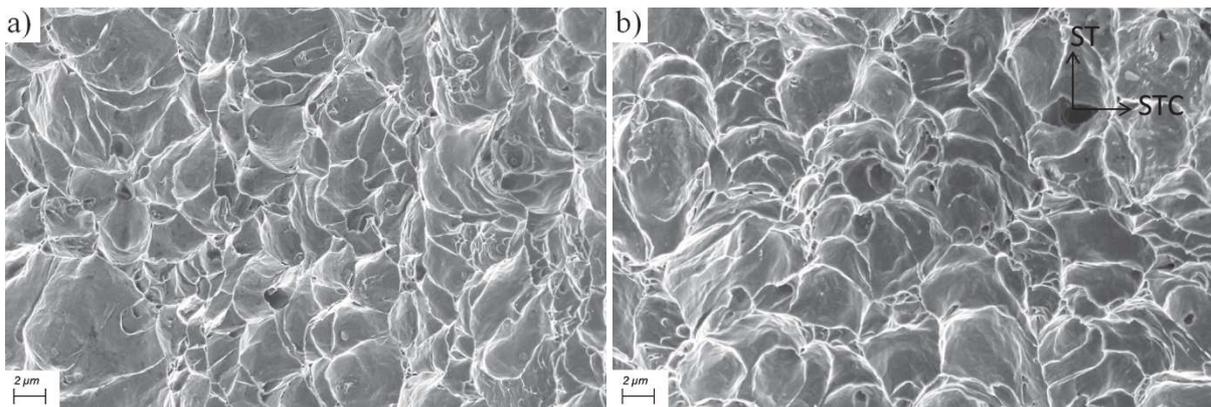


Figure 3. 35 : Faciès de rupture de la microstructure a) A-950-TAS testée à 20°C et b) A-950-TE testée à 120°C dans le sens long.

La Figure 3. 36 montre les faciès de rupture des microstructures A-950-TAS et A-950-TE testées à -196°C et -80°C respectivement. Les facettes de clivage mesurent en moyenne 6,8 µm pour la microstructure A-950-TE (Figure 3. 37 b), ce qui est légèrement supérieur à la moyenne mesurée pour la microstructure A-950-TAS (6,2 µm) mais l'écart entre les distributions n'est pas significatif.

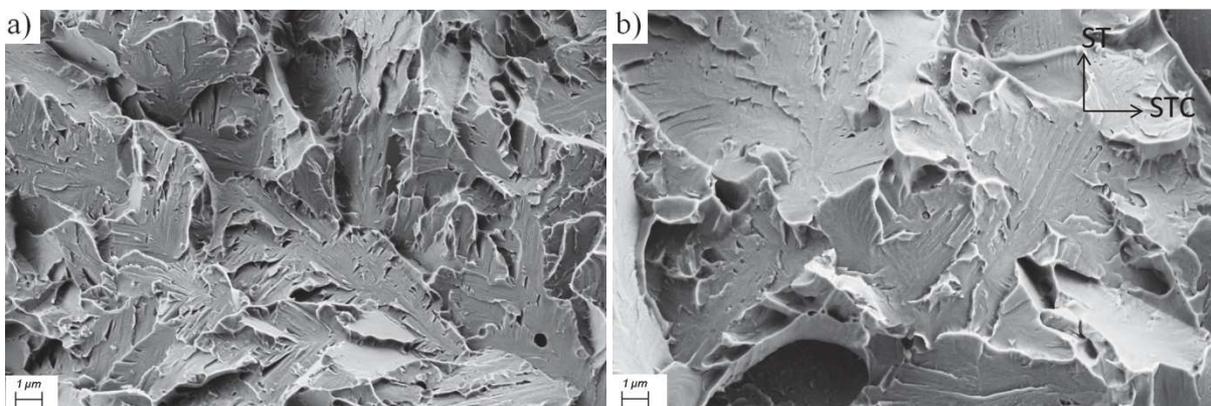


Figure 3. 36 : Faciès de rupture de la microstructure a) A-950-TAS testée à -196°C et b) A-950-TE testée à -80°C dans le sens long.

Les facettes de clivage des éprouvettes testées à -80°C sont très différentes d'une vitesse de refroidissement à l'autre. Les facettes de la microstructure A-950-TE sont plutôt lisses en comparaison de celles de la microstructure A-950-TAS (Figure 3. 38). De même, à 20°C qui correspond à la TTDF pour la microstructure A-950-TE, les facettes sont lisses (Figure 3. 39 a). En revanche, à 60°C , les facettes sont déformées et présentent des micro-déchirures ductiles ainsi que des décohésions entre les carbures et la matrice (Figure 3. 39 b).

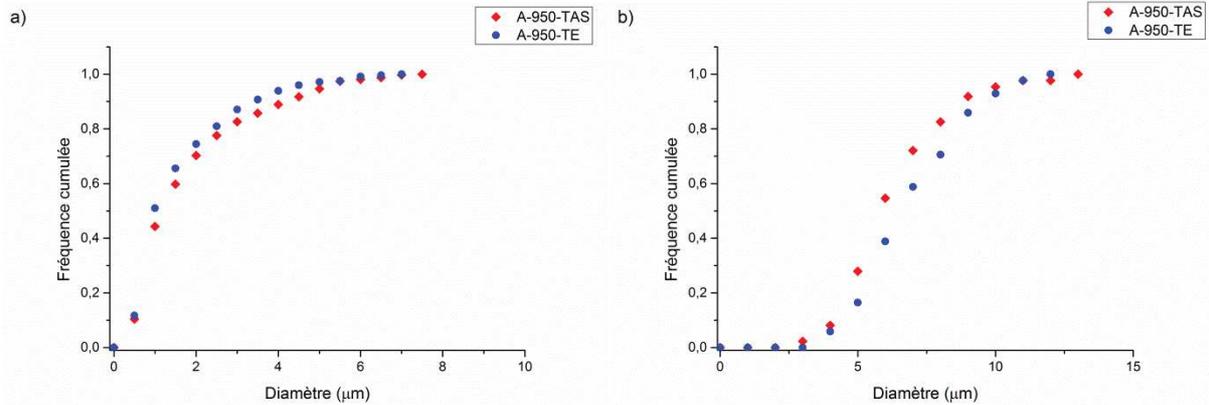


Figure 3. 37 : Distribution des tailles a) de cupules et b) de facettes de clivage pour les microstructures A-950-TAS et A-950-TE testées dans le sens long.

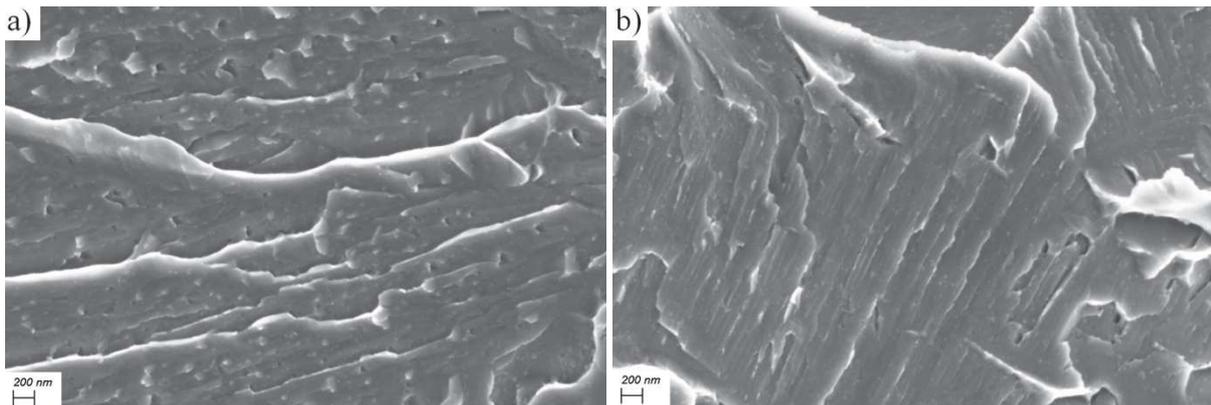


Figure 3. 38 : Facettes de clivage typiques des microstructures a) A-950-TAS et b) A-950-TE testées à -80°C dans le sens long.

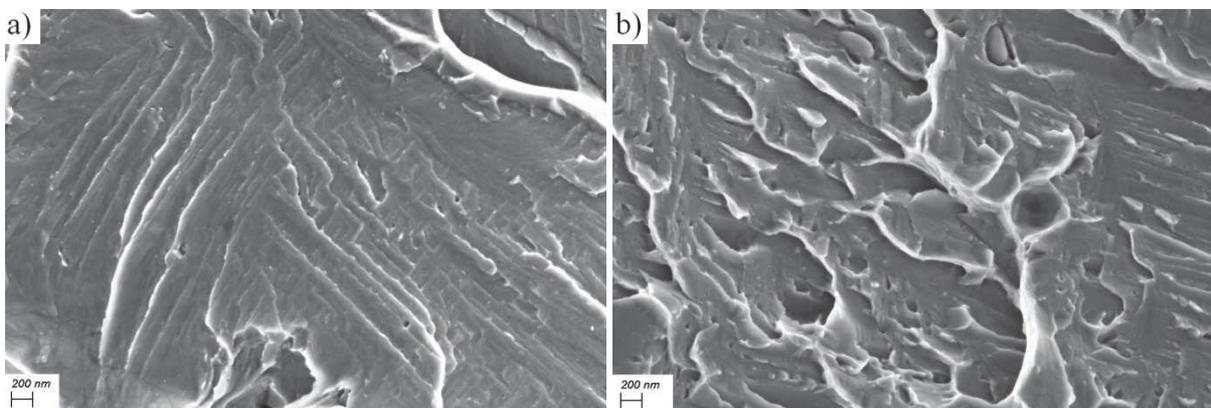


Figure 3. 39 : Facettes de clivage typiques de la microstructure A-950-TE testée a) à 20°C et b) à 60°C dans le sens long.

En conclusion, l'augmentation de la vitesse de refroidissement dégrade fortement la résilience, aussi bien la TTDF que l'énergie à rupture au palier ductile.

6. Discussion

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes Charpy a permis d'établir trois domaines de température entre lesquels les mécanismes de rupture diffèrent. A très basse température, au niveau du palier fragile, la rupture est contrôlée par la résistance à l'amorçage du clivage. Sur les faciès de rupture, il n'y a qu'un seul site d'amorçage du clivage. La première fissure (issue d'un carbure ou d'une inclusion) qui se propage dans la matrice provoque la rupture totale de l'éprouvette. Dans le domaine de transition, la rupture est gouvernée par la résistance à la propagation du clivage. Les faciès de rupture présentent plusieurs fissures de clivage entourées de cupules, qui correspondent sûrement à des fissures de clivage arrêtées à des joints de forte désorientation ($> 15^\circ$). La première fissure de clivage qui arrive à traverser les joints de forte désorientation engendre la rupture totale de l'éprouvette. A plus haute température, la rupture est entièrement ductile. La rupture est alors contrôlée par la résistance à la germination et la croissance de cavités.

D'après la littérature (Chapitre 1), trois éléments de la microstructure devraient jouer un rôle important sur la résilience : les populations de carbures [McM1965], la taille de la microstructure [Wan2008] et la présence de films d'austénite résiduelle [Che2017]. La nuance A est un acier avec peu d'inclusions. Il a été mis en évidence que les carbures de chrome, qui sont les carbures de plus grande taille dans la microstructure, sont les éléments déclenchant la rupture.

D'après les observations en coupe, les grains de ferrite ne semblent pas être un chemin privilégié de fissuration par clivage. D'après les travaux de Miotti Bettanini sur la nuance A [Mio2018], la ferrite est soumise à une triaxialité des contraintes élevée due au contraste mécanique entre la ferrite et la martensite dans le domaine ductile. La ferrite pourrait alors être une zone privilégiée d'amorçage du clivage si ce contraste persiste à basse température. D'après Jo. et al. [Jo2017], la présence d'une petite quantité de ferrite non transformée peut dégrader la résilience dans les aciers martensitiques.

L'ajout de 0,1 pds.% de niobium dans la composition chimique permet de diminuer la TTDF de 80°C et d'augmenter le palier ductile de 10 J/cm^2 lors d'une sollicitation dans le sens long. L'effet bénéfique du niobium sur la résilience est connu dans la littérature [Min2014]. Le niobium, en solution solide ou sous forme de carbures, permet de diminuer la taille du grain d'austénite primaire [Wu2015] [Zha2015]. En effet, la taille moyenne du grain austénitique est de $9 \mu\text{m}$ et $14 \mu\text{m}$ pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS respectivement. Comme déjà évoqué dans le Chapitre 1, diminuer la taille du grain d'austénite primaire permet de diminuer considérablement la TTDF [Han2013] [Wan2008].

L'influence de l'ajout de niobium sur la résilience de l'acier 22MnB5 a été étudiée par Jian et al. [Jia2015]. L'ajout de 0,02 pds.% de niobium permet de diminuer la taille moyenne du grain d'austénite primaire de $16 \mu\text{m}$ à $9 \mu\text{m}$ après une austénitisation à 950°C pendant 5min. Cela engendre une augmentation de la résilience de 65 J/cm^2 à 75 J/cm^2 à température ambiante. Cette étude n'évoque cependant pas l'influence du niobium sur la TTDF.

L'affinement du grain d'austénite primaire n'est pas le seul effet bénéfique de l'ajout de niobium. La précipitation de carbures de niobium induit une diminution de la fraction de carbures de chrome. Or les carbures de chrome gouvernent la rupture ductile et sont a priori à l'origine de la rupture par clivage. En conséquence, la diminution de la fraction de carbures de chrome permet d'augmenter l'énergie à rupture au palier ductile. De plus, il est possible que la diminution de la fraction de carbures de chrome permette d'augmenter la résistance à l'amorçage du clivage et donc de diminuer la TTDF.

D'après la littérature, le niobium pourrait aussi avoir une influence sur la fraction d'austénite résiduelle [Mis2013] [Gra2012] [Zha2015] (Chapitre 1). La présence de films d'austénite résiduelle est connue pour être bénéfique pour la résilience [Che2017]. Dans cette étude, les fractions obtenues par sigma-métrie donnent 2,6% et 2,8% d'austénite résiduelle et par diffraction des neutrons 3,7% et

3,1% pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS respectivement. Même si les épaisseurs des films d'austénite observés au MET diffèrent (30-40 nm pour A-950-TAS et 10-20 nm pour B-950-TAS), il n'est pas évident qu'il y ait plus d'austénite résiduelle dans la microstructure A-950-TAS. Cependant, l'observation des faciès de rupture laisse penser que l'austénite serait moins stable mécaniquement dans la nuance B. D'après les calculs présentés dans le Chapitre 2 sur la répartition des atomes de carbone dans la microstructure, il y a 0,075 pds.% et 0,058 pds.% de carbone dans les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS respectivement, dans l'austénite primaire, juste avant la trempe. Par conséquent, le niobium, en modifiant les populations de carbures, augmente la quantité de carbone disponible en solution solide dans l'austénite primaire. Les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS sont refroidies lentement, les atomes de carbone peuvent donc diffuser pendant le refroidissement pour enrichir l'austénite résiduelle. La différence de stabilité mécanique pourrait alors être due à des concentrations en carbone différentes dans l'austénite résiduelle. D'ailleurs, le paramètre de maille de la microstructure B-950-TAS (3,59Å) est légèrement inférieur à celui de la microstructure A-950-TAS (3,60Å).

En résumé, l'ajout de niobium dans la composition chimique est bénéfique pour la résilience en diminuant la taille du grain d'austénite primaire, en diminuant la fraction de carbures de chrome et peut-être en augmentant la quantité d'atomes de carbone disponibles pour stabiliser l'austénite résiduelle.

La microstructure A-1000-TAS possède moins de carbures de chrome que la microstructure A-950-TAS (0,1% au lieu de 0,4%) donc on pourrait s'attendre à une amélioration de la résilience, surtout au palier ductile. Cependant, la microstructure A-1000-TAS a des valeurs de résilience légèrement plus faibles au niveau de la transition. La taille moyenne du grain austénitique primaire est de 12 µm et 9 µm pour les microstructures A-1000-TAS et A-950-TAS respectivement. L'augmentation de la taille du grain d'austénite primaire engendre une augmentation de la température de transition ductile-fragile qui n'est pas entièrement compensée par l'effet bénéfique de la diminution de la fraction de carbures de chrome. Finalement, l'augmentation de la température du traitement d'austénitisation à 1000°C pendant 15 min ne permet pas d'améliorer la résilience. Chatterjee et al. [Cha2014] ont aussi étudié l'influence du traitement thermique sur un acier 9Cr-1Mo en effectuant des traitements à 950°C, 1025°C et 1100°C. Bien que la microstructure traitée à 1100°C soit celle contenant le moins de carbures de chrome, l'augmentation de la taille du grain d'austénite primaire pendant le traitement thermique dégrade les valeurs de résilience. C'est finalement la microstructure traitée à 1025°C, contenant plus de carbures de chrome mais avec une taille de grain d'austénite primaire plus faible, qui présente dans leur cas la meilleure transition ductile-fragile. Dans les aciers martensitiques contenant des carbures de chrome, il faut trouver un optimum lors du traitement d'austénitisation entre la dissolution des carbures de chrome et l'augmentation de la taille des grains austénitiques.

La TTDF de la microstructure A-950-TE est plus élevée de 140°C que celle de la microstructure A-950-TAS. Diminuer la vitesse de refroidissement après l'austénitisation favorise a priori la diffusion des atomes de carbone de la martensite sursaturée vers l'austénite résiduelle. La fraction d'austénite résiduelle mesurée au sigma-mètre est de 2,6%, 0,7% et 0,6% pour les microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE respectivement. D'après la littérature (Chapitre 1), les films d'austénite résiduelle sont des obstacles à la propagation du clivage [Kim1983] et permettent ainsi d'améliorer la résilience [Che2017]. Ces différences de fraction d'austénite résiduelle en fonction de la vitesse de refroidissement expliquent les variations de la TTDF. De plus, il est probable que l'austénite résiduelle soit plus riche en carbone dans la microstructure A-950-TAS que dans la microstructure A-950-TE, ce qui contribue à sa stabilité mécanique à plus basse température. L'observation des facettes de clivage semble indiquer que la stabilité mécanique de l'austénite résiduelle participerait aussi à la diminution de la TTDF.

7. Conclusion

La teneur en niobium et le traitement thermique peuvent faire varier très fortement la résilience et décaler de plus de 100°C la température de transition ductile-fragile. Il apparaît que l'ajout de niobium, une austénitisation à 950°C pendant 5min, et la diminution de la vitesse de refroidissement sont tous les trois bénéfiques pour la résilience. De plus, la résilience est plus élevée dans le sens long que dans le sens travers, notamment au niveau du palier ductile.

La rupture ductile est gouvernée par les carbures de chrome. La microstructure B-950-TAS, qui possède de nombreux carbures de chrome, présente un palier ductile plus faible que la microstructure A-950-TAS. De plus, la taille des cupules est corrélée à la distance entre les carbures de chrome.

Les inclusions de type aluminates sont à l'origine de lignes de délaminage lors d'une sollicitation dans le sens travers. Cela explique la diminution des valeurs de résilience au niveau du palier ductile pour les essais dans le sens travers.

D'après l'observation des sites d'amorçage du clivage, les carbures de chrome seraient aussi à l'origine de la rupture fragile. De plus, les microfissures observées sur les coupes se propagent aussi bien dans la martensite qu'à travers les grains de ferrite. Les grains de ferrite ne sont donc pas, a priori, des zones favorisant la propagation du clivage. Cependant, le rôle de la ferrite sur l'amorçage du clivage reste à éclaircir.

L'augmentation de la taille du grain d'austénite primaire engendre une augmentation de la TTDF en diminuant la résistance à la propagation du clivage dans le domaine de la transition.

La fraction d'austénite résiduelle et sa stabilité mécanique semblent aussi avoir un impact très fort sur la résilience. Contrairement aux fractions d'austénite résiduelle obtenues dans la littérature (entre 5% et 30%) (Chapitre 1), il y a très peu d'austénite résiduelle dans les microstructures de cette étude. Dans ce cas, plusieurs questions se posent. Comment la présence d'aussi peu d'austénite résiduelle peut-elle alors décaler de plus de 100°C la température de transition ductile-fragile ? De plus, la vitesse de refroidissement ne fait pas varier la fraction de carbures de chrome mais modifie malgré tout l'énergie à rupture au palier ductile. La précipitation de cémentite joue-t-elle un rôle dans l'amélioration de la résilience alors qu'elle n'affecte pas directement la rupture ductile ? Est-ce que les variations de fraction de carbures de chrome jouent sur la contrainte critique de clivage ?

L'objectif des prochains chapitres va être de décorrélérer l'influence des différents éléments microstructuraux sur la résilience et de comprendre comment ils améliorent ou détériorent la résilience, en identifiant s'ils modifient la résistance à l'amorçage du clivage ou à la résistance à la propagation du clivage. De plus, on tentera aussi d'expliquer les écarts de palier ductile. Pour ce faire, dans le chapitre 4, les propriétés mécaniques en traction quasi-statique et la contrainte critique d'amorçage du clivage sont déterminées. Ensuite, dans le Chapitre 5, des microstructures modèles sont réalisées et étudiées afin de décorrélérer l'effet des différents paramètres microstructuraux et d'étudier plus précisément l'influence de la répartition des atomes de carbone dans la microstructure.

Chapitre 4

Propriétés mécaniques et critère de rupture fragile par clivage

Afin de caractériser mécaniquement les différentes microstructures, des essais de traction quasi-statiques sont réalisés à plusieurs températures. L'objectif est aussi de déterminer les contraintes critiques de clivage pour mieux comprendre les résultats des essais Charpy et les liens entre la microstructure et la résistance à la rupture fragile.

Les essais sur des éprouvettes lisses permettent de caractériser le comportement élasto-plastique en fonction de la température de l'essai. Des essais de déchirure ont aussi été réalisés sur des éprouvettes Kahn, à température ambiante, pour étudier la rupture ductile des nuances A et B avec une propagation stable de la fissure. Enfin, des essais sont effectués sur des éprouvettes double-entaillées, à température ambiante pour étudier l'influence de la triaxialité des contraintes sur la rupture ductile, et à basses températures pour étudier l'amorçage de la rupture par clivage. L'approche locale de la rupture est utilisée pour déterminer les contraintes critiques d'amorçage du clivage. Pour cela, des lois de comportement ont été identifiées et les essais sur les éprouvettes double-entaillées ont été simulés numériquement. Les contraintes critiques de clivage sont déterminées pour toutes les microstructures et les faciès de rupture sont observés pour identifier les éléments microstructuraux à l'origine de la rupture fragile.

Chapitre 4

Propriétés mécaniques et critère de rupture fragile par clivage

1.	Principe de l'approche locale de la rupture	111
2.	Propriétés mécaniques	111
2.1.	Procédures expérimentales	111
2.2.	Résultats des essais de traction sur éprouvettes lisses	114
2.2.1.	Comportement élastoplastique à température ambiante	114
2.2.2.	Comportement élastoplastique à basses températures	117
2.2.3.	Mécanismes de rupture	121
2.3.	Résultats des essais sur éprouvettes Kahn	123
2.4.	Essais de traction sur éprouvettes double-entaillées	125
2.4.1.	Résultats des essais à température ambiante	125
2.4.2.	Résultats des essais à basses températures	130
2.5.	Conclusion sur les essais de traction	139
3.	Analyse mécanique des conditions d'amorçage de la rupture par clivage	139
3.1.	Lois de comportement	140
3.2.	Résultats des simulations	142
3.3.	Détermination des contraintes critiques de clivage	148
3.4.	Discussion	151
4.	Conclusion	152

1. Principe de l'approche locale de la rupture

L'approche locale de la rupture consiste à déterminer un critère de rupture qui dépend des contraintes et déformations locales au niveau d'un défaut [Bes2004]. Ce critère dépend du mécanisme de rupture (rupture par clivage ou rupture ductile). L'avantage de l'approche locale de la rupture par rapport à l'approche globale est qu'elle prend explicitement en compte la sollicitation mécanique, y compris les effets de géométrie, ce qui fait que le critère de rupture ainsi identifié dépend essentiellement du matériau et non de la géométrie. De plus, le critère de rupture peut être directement relié aux paramètres microstructuraux comme la taille de grains ou la fraction de précipités. L'approche locale de la rupture nécessite des essais de traction sur des éprouvettes simples de dimensions réduites et de la modélisation mécanique passant par la simulation numérique pour estimer le chargement mécanique lors de la rupture.

Dans cette étude, l'approche locale est utilisée seulement pour caractériser la rupture par clivage. Une des premières méthodes pour la détermination d'un critère de rupture est le modèle déterministe RKR (Ritchie, Knott et Rice) [Rit1973]. C'est un modèle simple qui consiste à considérer que la rupture a lieu lorsque la contrainte principale maximale atteint une valeur critique σ_c sur une distance caractéristique X_c . Ensuite d'autres modèles prenant en compte l'adoucissement engendré par la déformation plastique ont été développés comme le modèle probabiliste de Beremin [Ber1983], mais cette méthode est beaucoup plus coûteuse en essais et en simulations numériques. Pour décrire la transition ductile-fragile, il est nécessaire d'utiliser un modèle de type Beremin car la déformation plastique avant la rupture par clivage est non négligeable et la dispersion expérimentale est généralement élevée.

Dans notre étude, il a été décidé d'utiliser un modèle simple de type RKR. Le critère de rupture utilisé est la contrainte critique de clivage σ_F et la rupture par clivage a lieu lorsque la contrainte principale maximale atteint cette valeur critique. Cependant, deux précautions seront prises : ce critère de rupture ne sera déterminé que pour des températures basses pour lesquelles la rupture sera entièrement fragile et pour des essais où la déformation plastique avant rupture sera limitée. Dans ce domaine de température, qui correspondrait au palier fragile sur les courbes de transition des essais Charpy, la rupture fragile est contrôlée uniquement par la résistance à l'amorçage du clivage, ou la première propagation de la fissure du carbure vers la matrice [Lam2004]. En effet, il y a qu'un seul site d'amorçage du clivage sur les faciès des éprouvettes Charpy, et la première fissure (issue probablement d'un carbure) engendre la rupture totale de l'éprouvette. Ça ne serait pas le cas dans le domaine de transition ductile fragile où la rupture fragile est contrôlée par la résistance à la propagation du clivage (il y a plusieurs sites d'amorçage du clivage, entourés de cupules, visibles sur les faciès des éprouvettes Charpy, qui correspondent à des fissures fragiles arrêtées). En conséquence, la contrainte critique de clivage σ_F déterminée dans cette étude est plus précisément un critère de rupture dépendant de la résistance à l'amorçage du clivage, et non à la résistance à la propagation du clivage.

2. Propriétés mécaniques

2.1. Procédures expérimentales

Des essais de traction à 20°C, -40°C et -100°C sur des éprouvettes lisses et double-entaillées (Figure 4. 1) sont réalisés sur une machine MTS 250 kN équipée de mors hydrauliques. Des thermocouples de type K (chromel-alumel) sont soudés sur l'éprouvette et les essais ont lieu à l'intérieur d'une enceinte climatique refroidie à l'azote liquide. La température de -100°C est la température la plus basse possible pour les essais dans l'enceinte climatique (un essai sur une

éprouvette EV45 a aussi été réalisé à +100°C dans l'enceinte climatique pour obtenir une rupture totalement ductile avec la microstructure A-950-TE).

Les essais sur éprouvettes Kahn sont réalisés sur une machine MTS 100 kN et les éprouvettes sont maintenues par des goupilles.

Des essais à -196°C sur des éprouvettes lisses et double-entaillées sont aussi réalisés sur la machine MTS 100 kN et les éprouvettes sont maintenues dans des coquilles et plongées dans un bain d'azote liquide. L'objectif de ces essais était d'obtenir des faciès de rupture totalement fragiles, ce qui n'était pas le cas de toutes les microstructures à -100°C.

Certains essais sont doublés, voire triplés. Plus précisément, cela concerne les essais à température ambiante et les essais à -100°C ou -196°C, sur les éprouvettes entaillées qui servent à estimer la contrainte critique de clivage.

Les géométries des éprouvettes lisses TR7, des éprouvettes Kahn KA60 et des éprouvettes double-entaillées EU1 et EV45 testées à 20°C, -40°C ou -100°C sont données sur la Figure 4. 1. Dans le cas des essais dans l'azote liquide, la géométrie des éprouvettes est modifiée pour que les têtes ainsi créées entrent dans des coquilles de maintien. Les géométries des éprouvettes correspondantes (lisses TR6 et entaillées EU1a) testées dans l'azote liquide sont données sur la Figure 4. 2.

- Conditions des essais de traction sur les éprouvettes lisses (TR7 et TR6) :

La vitesse de déplacement traverse est de 0,126 mm/s et 0,1 mm/s pour les éprouvettes TR7 et TR6 respectivement, ce qui correspond pour les deux géométries à une vitesse de déformation initiale de 3.10^{-3} s^{-1} . Un extensomètre longitudinal est placé sur l'éprouvette pour mesurer l'allongement. La longueur initiale entre les repères est de 25 mm.

- Conditions des essais de traction sur les éprouvettes entaillées (EU1, EV45, EU1a et KA60) :

La vitesse du vérin est de 0,01 mm/s ce qui permet d'avoir une vitesse initiale de déformation d'environ 3.10^{-3} s^{-1} en fond d'entaille d'après une étude préliminaire à partir de modélisations numériques par éléments finis. Deux extensomètres clip mesurent l'ouverture pour chacune des entailles des éprouvettes double-entaillées pendant l'essai. Pour tous les essais, la différence entre les mesures des deux clips est inférieure à 4%, ce qui confirme le bon alignement du montage. L'ouverture d'entaille est considérée comme étant la moyenne des valeurs des deux extensomètres clips. Pour les éprouvettes Kahn, un seul extensomètre clip est utilisé. La contrainte nette F/S_0 est calculée en divisant la force par la surface initiale du ligament entre les entailles.

De plus, les essais à température ambiante sont filmés par une caméra de résolution 4 MP avec une fréquence d'acquisition de 4 images/s. Un mouchetis aléatoire est appliqué sur les éprouvettes à l'aide de deux bombes de peinture. La caméra permet de suivre l'évolution du mouchetis par prise d'images. Les champs locaux de déplacement, puis de déformation sont ensuite calculés par le logiciel de corrélation d'images Vic2D à partir du tenseur de Lagrange. La taille des images est de 400x400 μm^2 . Avant chaque essai avec corrélation d'images, plusieurs photos sont prises en statique et après un déplacement de l'éprouvette de 1 cm, 2 cm et 3 cm (sans déformation) afin d'obtenir la déformation mesurée pendant un simple déplacement de corps rigide et d'estimer l'incertitude de mesure. L'incertitude de mesure obtenue est inférieure à 0,3% de déformation. Dans le cas des essais sur les éprouvettes lisses, la corrélation d'images est utilisée pour déterminer les coefficients de Lankford.

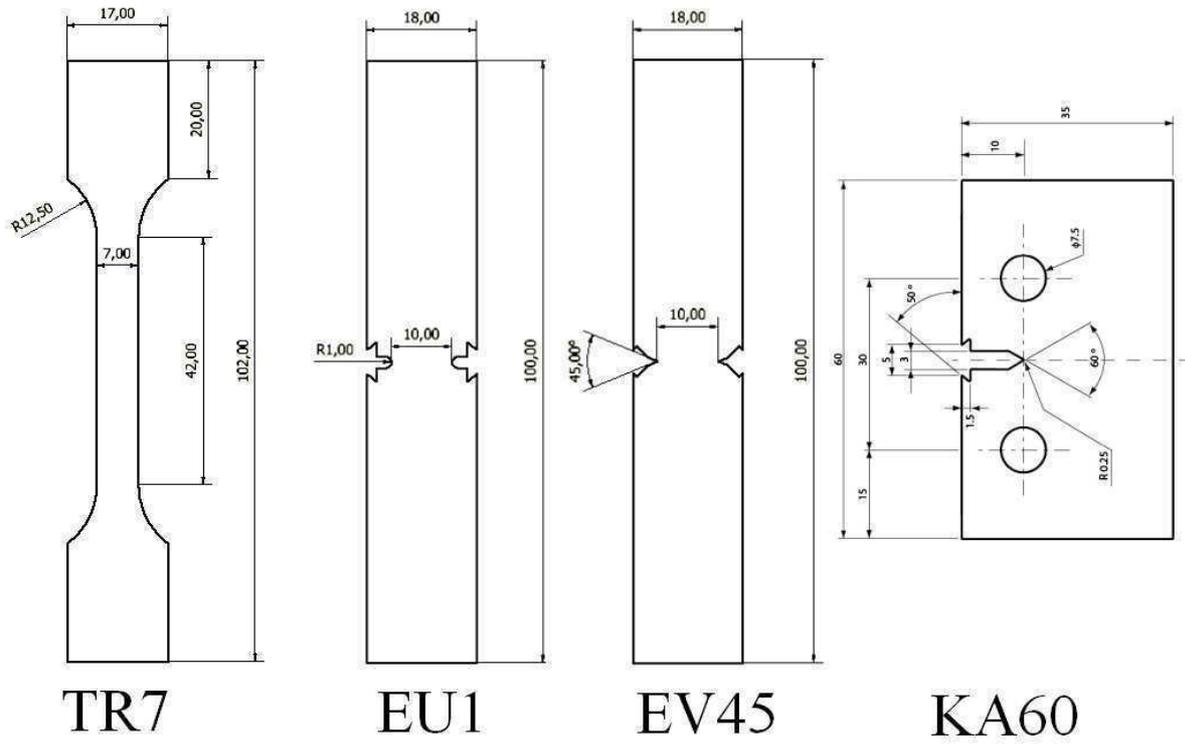


Figure 4. 1 : Géométrie des éprouvettes de traction testées à 20°C, -40°C ou -100°C. L'épaisseur est de 1,5 mm. Le rayon d'entaille des éprouvettes EV45 est de 0,25 mm.

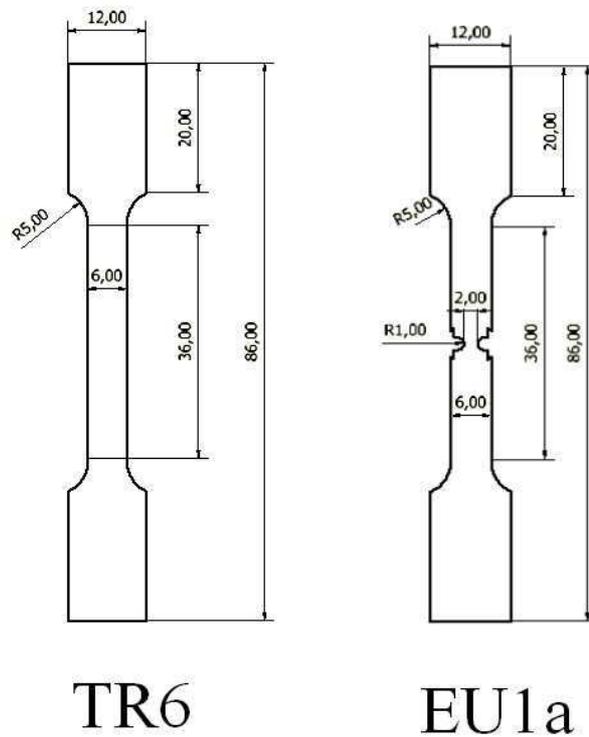


Figure 4. 2 : Géométrie des éprouvettes de traction testées dans l'azote liquide. L'épaisseur est de 1,5 mm.

2.2. Résultats des essais de traction sur éprouvettes lisses

2.2.1. Comportement élastoplastique à température ambiante

Pour commencer, les résultats des essais à 20°C dans le sens long sont comparés pour toutes les microstructures (Figure 4. 3). Les caractéristiques mécaniques sont résumées dans le Tableau 4. 1. Dans ce Tableau, les valeurs de limite d'élasticité à 0,2% de déformation ($R_{p0,2}$), de résistance mécanique (R_m), d'allongement maximum réparti (A_g) et d'allongement à rupture (A) sont données. Les valeurs d'allongement à rupture ne sont pas connues lorsque les éprouvettes rompent hors de l'extensomètre. Les essais à 20°C ont été doublés. La Figure 4. 3 présente un des deux essais pour chaque microstructure. Entre deux essais identiques, l'écart sur R_m est compris entre 5 et 12 MPa pour toutes les microstructures sauf la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long avec un écart de 19 MPa entre deux essais.

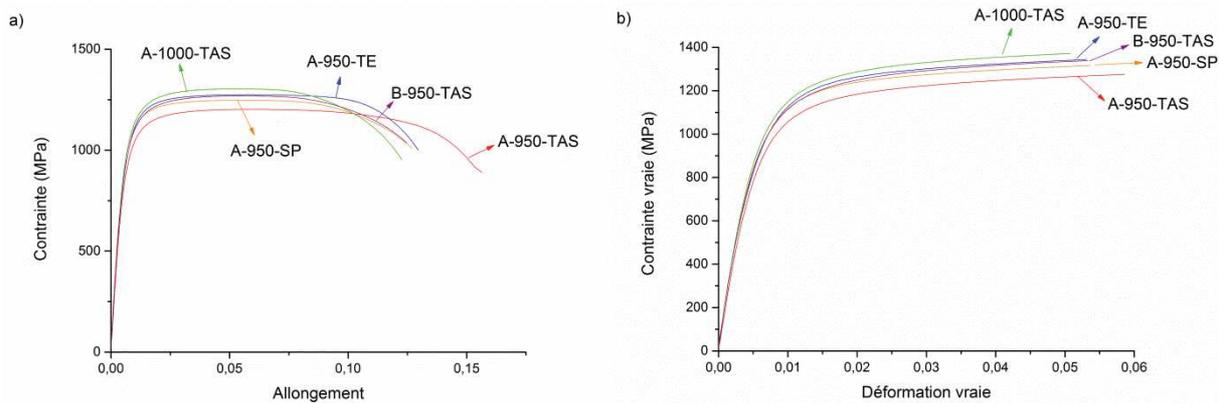


Figure 4. 3 : Courbes de traction sur les éprouvettes TR7 des différentes microstructures testées à 20°C dans le sens long a) en contrainte et allongement relatif conventionnels et b) en contrainte et déformation rationnelles.

La résistance à l'écoulement plastique dépend de la microstructure (Figure 4. 3). Cela se caractérise par des valeurs de $R_{p0,2}$ et de R_m différentes d'une microstructure à l'autre. En revanche, A_g et A sont similaires pour toutes les microstructures sauf A-950-TAS qui a un allongement à rupture un peu plus élevé (15,6%) (Tableau 4. 1). A température ambiante, l'ajout de niobium dans la nuance A engendre une diminution en moyenne de 31 MPa sur $R_{p0,2}$. L'augmentation de la température d'austénitisation à 1000°C (A-1000-TAS) permet une augmentation en moyenne de 86 MPa sur $R_{p0,2}$ comparé à la microstructure A-950-TAS. De plus, l'augmentation de la vitesse de refroidissement provoque une augmentation de $R_{p0,2}$ d'environ 60 MPa pour les deux microstructures A-950-SP et A-950-TE par rapport à A-950-TAS.

Plusieurs éléments de la microstructure jouent sur la valeur de la limite d'élasticité : la taille de la microstructure, les éléments en solution solide, la densité de dislocations, les fractions de phases et les carbures [Sch2010bis]. Dans le cas des microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS, le $R_{p0,2}$ semble fortement lié à la fraction de ferrite qui possède une limite d'élasticité plus faible que la martensite (Figure 4. 4) [Son2018]. Pour rappel, les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS contiennent 14%, 10% et 4% de ferrite respectivement. Malgré le durcissement engendré par les carbures de niobium et la diminution de la taille de la microstructure ($d\gamma = 9 \mu\text{m}$), la microstructure A-950-TAS possède un $R_{p0,2}$ inférieur à celui de la microstructure B-950-TAS ($d\gamma = 14 \mu\text{m}$). De même, la microstructure A-1000-TAS a une taille de grain primaire austénitique plus élevée ($d\gamma = 12 \mu\text{m}$) mais la valeur du $R_{p0,2}$ est supérieure à celle de la microstructure A-950-TAS. Ces trois microstructures ayant subi un refroidissement à l'air soufflé, la quantité de carbone en véritable solution solide dans la martensite (y compris près des dislocations) est supposée faible, les atomes de carbone ayant principalement diffusé dans la cémentite ou l'austénite résiduelle pour ces trois microstructures. Pour les microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE qui contiennent la même fraction de ferrite, $R_{p0,2}$ est directement lié à la fraction d'austénite résiduelle et à la diffusion des atomes de carbone en dehors de la martensite [Mar2014]. D'après Zhang et al.

[Zha2013], la présence d'austénite résiduelle joue un rôle important dans la diminution de la limite d'élasticité.

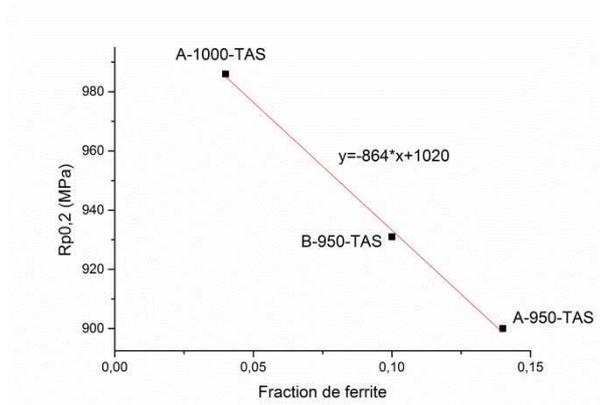


Figure 4. 4 : Valeur moyenne de $R_{p0,2}$ en fonction de la fraction de ferrite dans les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS.

L'anisotropie en contrainte dans le plan de la tôle est étudiée seulement sur les microstructures A-950-TAS, A-950-TE et B-950-TAS à température ambiante en réalisant des essais dans le sens travers (Figure 4. 5). L'anisotropie en contrainte est faible, avec des écarts sur R_m de 24 MPa, 33 MPa et 0 MPa en moyenne entre le sens long et le sens travers pour les microstructures A-950-TAS, A-950-TE et B-950-TAS respectivement (Tableau 4. 1). En tenant compte de la dispersion des résultats, les écarts ne semblent pas significatifs.

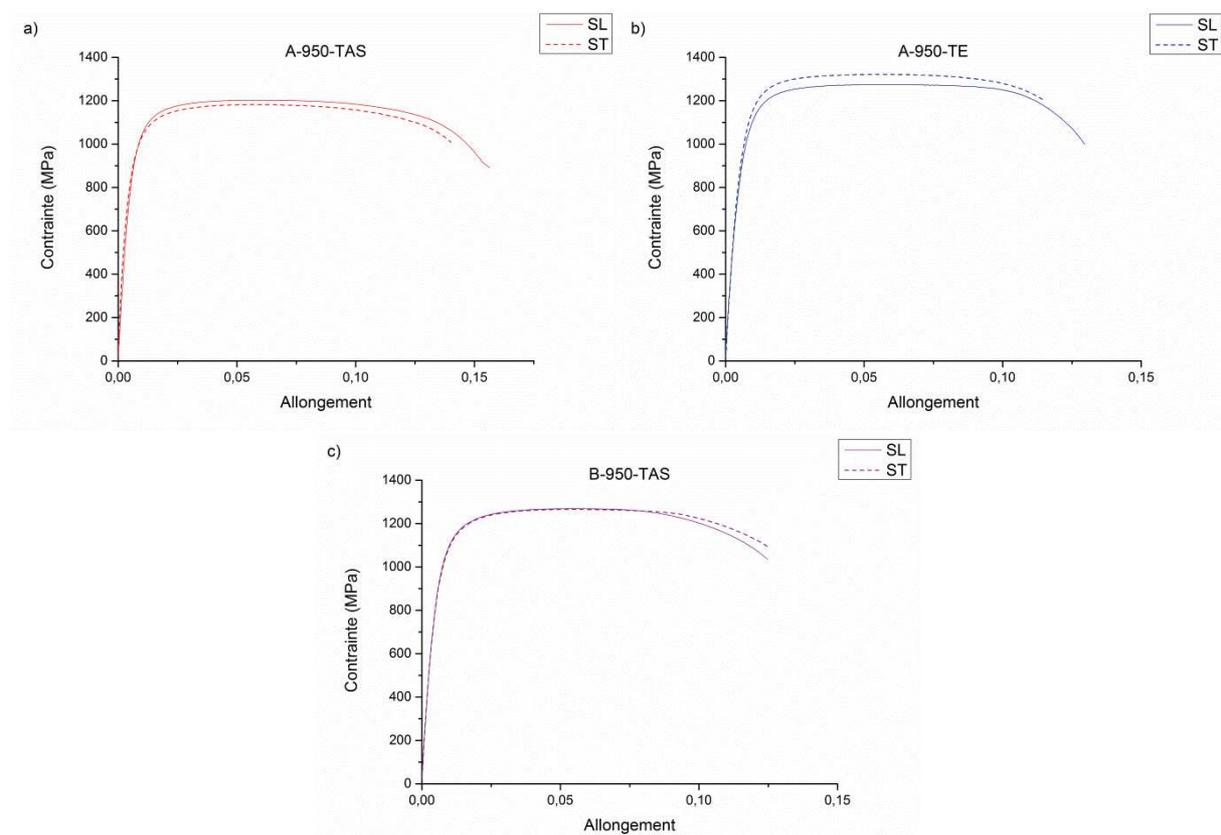


Figure 4. 5 : Courbes de traction des microstructures a) A-950-TAS, b) A-950-TE et c) B-950-TAS, testées dans le sens long (SL) et le sens travers (ST) à 20°C.

L'anisotropie en déformation est caractérisée par le coefficient de Lankford r (Eq. 4.1).

$$r = \frac{\varepsilon_{largeur}^p}{\varepsilon_{épaisseur}^p} = \frac{\varepsilon_{largeur}^p}{-\varepsilon_{largeur}^p - \varepsilon_{longueur}^p} \quad (\text{Eq. 4. 1})$$

$\varepsilon_{largeur}^p$, $\varepsilon_{longueur}^p$ et $\varepsilon_{épaisseur}^p$ sont les déformations plastiques vraies dans la largeur, la longueur et l'épaisseur de la zone utile de l'éprouvette. Si $\varepsilon_{longueur}^p$ est calculée à partir des mesures de l'extensomètre, $\varepsilon_{largeur}^p$ est mesurée à partir des résultats de la corrélation d'images (Figure 4. 6), en plaçant des extensomètres virtuels dans la largeur de l'éprouvette. $\varepsilon_{épaisseur}^p$ est calculé en supposant une conservation du volume. Le coefficient de Lankford n'est pas constant au cours de l'essai (Figure 4. 7 a). Une valeur moyenne du coefficient de Lankford est déterminée en calculant le coefficient directeur de la droite représentant $\varepsilon_{largeur}^p$ en fonction de $\varepsilon_{épaisseur}^p$ (Figure 4. 7 b).

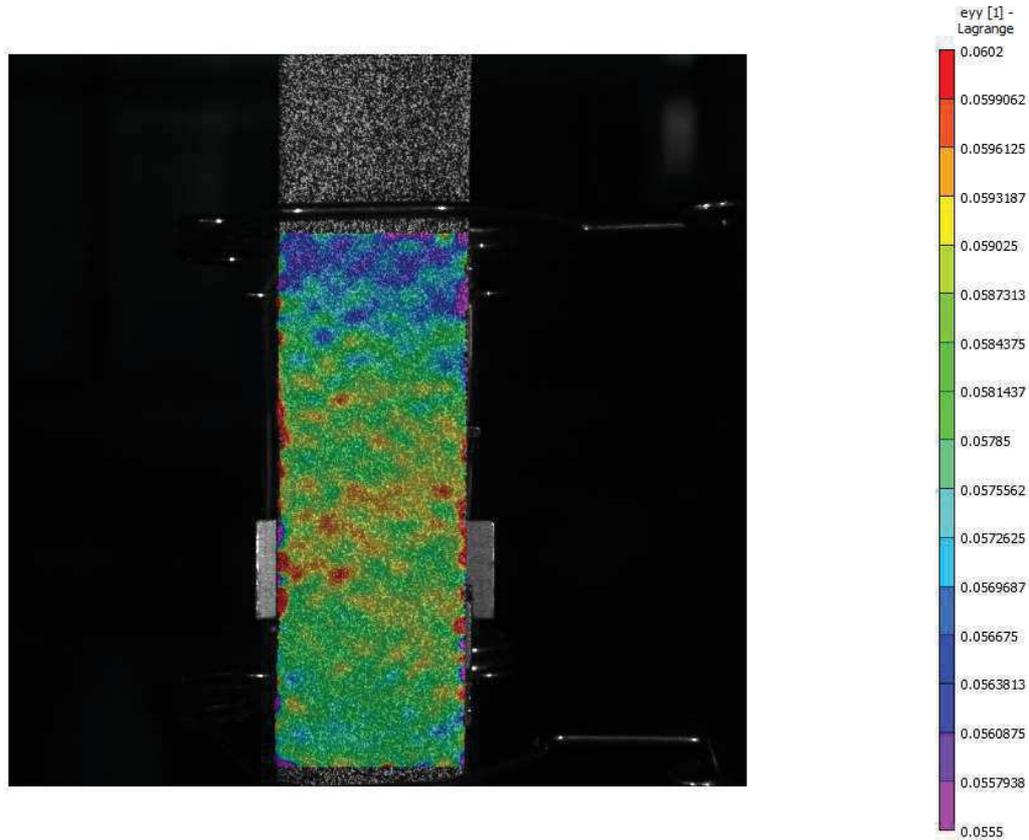


Figure 4. 6 : Déformation axiale mesurée par corrélation d'images au moment où R_m est atteint sur une éprouvette de traction de la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long.

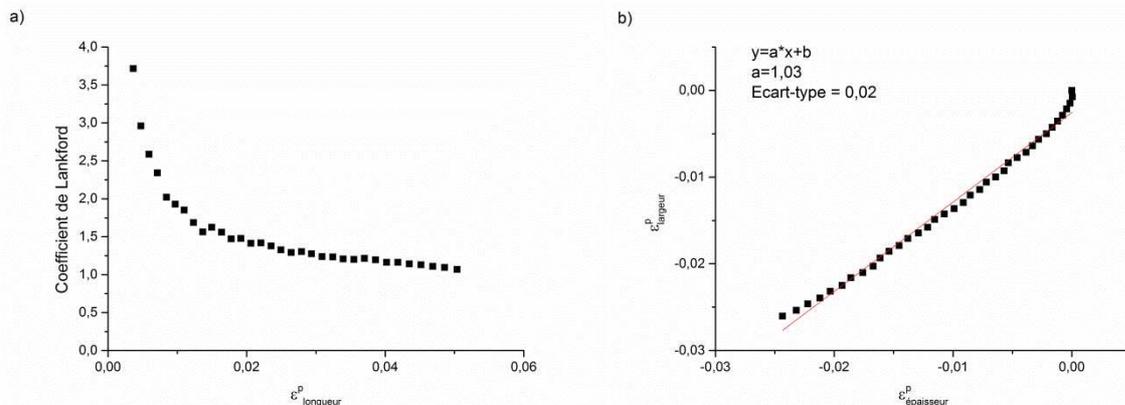


Figure 4. 7 : a) Evolution du coefficient de Lankford au cours de l'essai et b) mesure du coefficient de Lankford moyen pour la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long.

Les coefficients de Lankford sont mesurés sur un essai dans le sens long pour toutes les microstructures et un essai dans le sens travers pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-950-TE. Le matériau est considéré isotrope en déformation si le coefficient de Lankford est égal à 1. Les valeurs sont autour de 1 pour toutes les microstructures sauf A-950-TE pour laquelle le coefficient de Lankford est autour de 1,4 aussi bien lors d'une sollicitation dans le sens long que dans le sens travers (Tableau 4. 1). Ce résultat est surprenant. Une vitesse de refroidissement très rapide engendrerait une anisotropie en déformation significative. Peut-être que la trempe à l'eau pendant la transformation martensitique provoque une certaine anisotropie microstructurale liée aux contraintes de trempe qui serait à l'origine de l'anisotropie de déformation.

2.2.2. Comportement élastoplastique à basses températures

Les essais à basses températures sur les éprouvettes lisses ne sont effectués que dans le sens long. Les courbes des essais à basses températures sont données sur la Figure 4. 8.

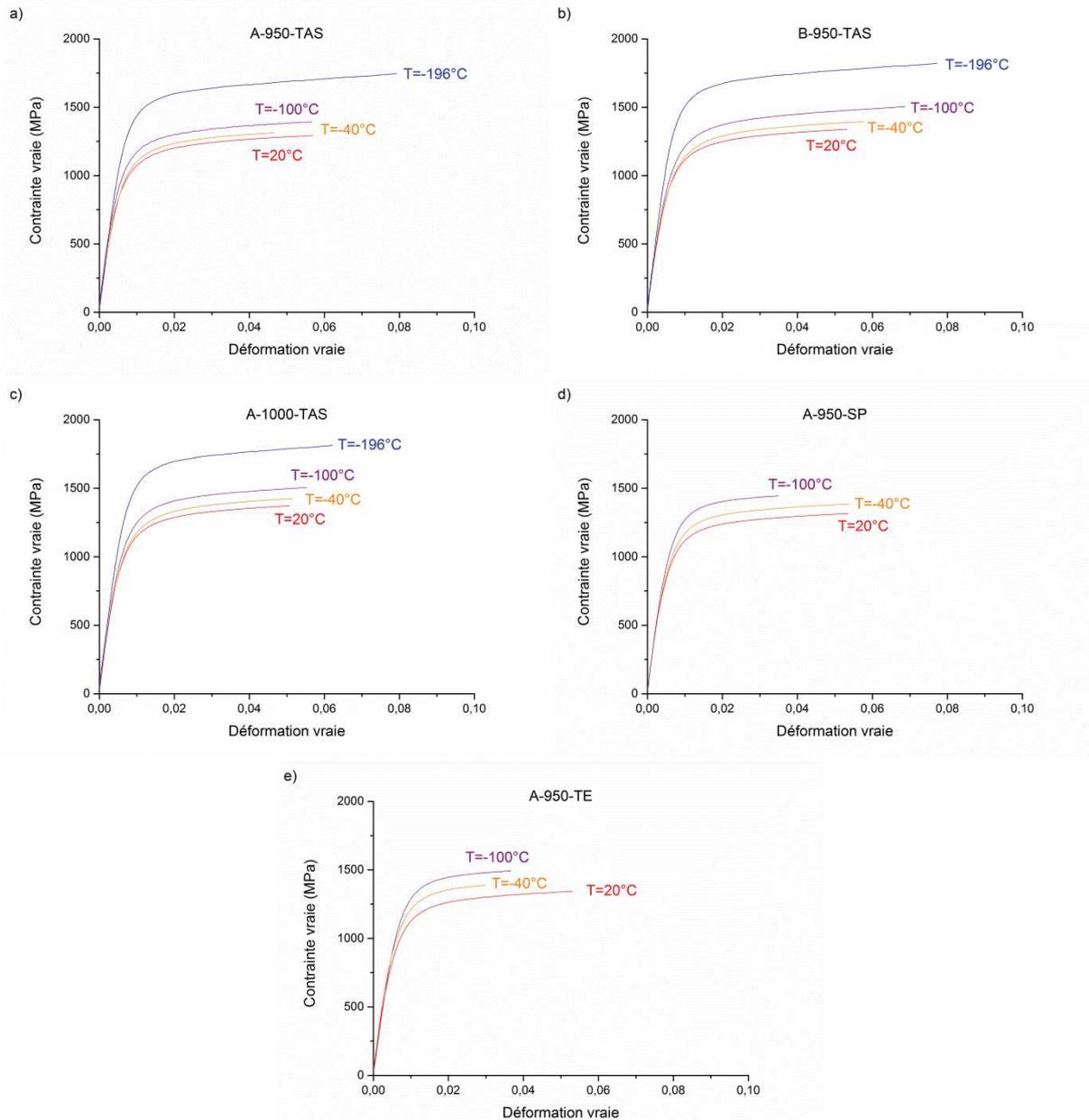


Figure 4. 8 : Evolution des courbes de traction en fonction de la température de l'essai en contraintes et déformations vraies pour les microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE testées dans le sens long.

A-950-TAS

a)	T=-196°C	T=-100°C	T=-40°C	T=20°C	
	SL	SL	SL	SL	ST
Rp_{0,2} (MPa)	1351/1329/1374	1044	938	921/878	901/878
Rm (MPa)	1613/1625/1621	1319	1253	1222/1203	1183/1195
Ag (%)	8,3/8,9/8,6	5,8	4,8	5,9/6,0	5,7/5,4
A (%)	16,2/14,3/16,9			15,6	14,1
r				1,03	0,94
Cristallinité	1/1/1	0,24	0	0/0	0/0

B-950-TAS

b)	T=-196°C	T=-100°C	T=-40°C	T=20°C	
	SL	SL	SL	SL	ST
Rp_{0,2} (MPa)	1441	1051	963	908/953	950/954
Rm (MPa)	1688	1405	1318	1263/1268	1266/1266
Ag (%)	8,0	7,1	5,9	5,5/4,7	5,6/5,6
A (%)	8,4	17,8	13,9	12,3/12,5	12,5/12
r				1,10	0,98
Cristallinité	1	0,66	0,23	0/0	0/0

A-1000-TAS

c)	T=-196°C	T=-100°C	T=-40°C	T=20°C	
	SL	SL	SL	SL	ST
Rp_{0,2} (MPa)	1446	1095	1015	974/998	
Rm (MPa)	1704	1424	1354	1298/1304	
Ag (%)	6,4	5,7	5,3	5,1/5,2	
A (%)	11,9	12,3		12,3	
r				0,98	
Cristallinité	1	0,12	0	0/0	

A-950-SP

d)	T=-196°C	T=-100°C	T=-40°C	T=20°C	
	SL	SL	SL	SL	ST
Rp_{0,2} (MPa)	Rupture dans les mors	1135	1010	958/961	
Rm (MPa)		1396	1314	1248/1240	
Ag (%)		3,6	5,5	5,5/3,68	
A (%)				12,7	
r				1,11	
Cristallinité	1/1/1	0,82	0,38	0/0	

A-950-TE

e)	T=-196°C	T=-100°C	T=-40°C	T=20°C	
	SL	SL	SL	SL	ST
Rp_{0,2} (MPa)	Rupture dans les mors	1129	1062	945/961	1007/1017
Rm (MPa)		1440	1346	1275/1281	1301/1321
Ag (%)		3,7	3,0	5,5/3,5	4,0/5,8
A (%)				13,0	11,5
r				1,40	1,38
Cristallinité	1/1/1	0,94	0,46	0/0	0,37/0,55

Tableau 4.1 : Caractéristiques mécaniques des microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.

Dans le cas des microstructures A-950-SP et A-950-TE testées à -196°C, les éprouvettes rompent dans les coquilles au niveau des congés et les résultats ne sont donc pas exploitables. Les éprouvettes sont toutes usinées au fil par électroérosion. La rupture dans les coquilles n'est pas due à un problème de préparation des éprouvettes mais parce que ces deux microstructures sont bien trop fragiles à cette température et que les congés sont des zones de concentration de contraintes.

Comme couramment observé dans les aciers de structure cubique centrée, la résistance à l'écoulement plastique augmente quand la température de l'essai diminue, pour toutes les microstructures (Figure 4. 8). Cela se caractérise par une augmentation de $R_{p_{0,2}}$ et de R_m d'environ 400 MPa entre 20°C et -196°C (Figure 4. 9). L'écrouissage est différent en début de déformation mais assez peu dépendant de la température pour des déformations supérieures à 2%.

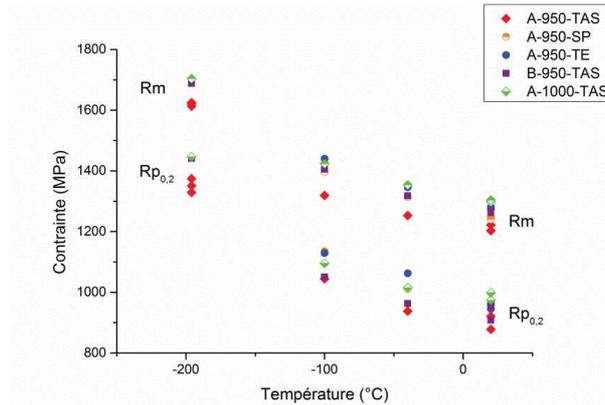


Figure 4. 9 : Evolution de $R_{p_{0,2}}$ et de R_m en fonction de la température pour les microstructures testées dans le sens long.

Les valeurs d'Ag varient un peu en fonction de la température (Figure 4. 8). Elles ont tendance à augmenter à basses températures pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS, tandis qu'elles diminuent pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE (Tableau 4. 1).

De plus, les valeurs d'allongement à rupture, A, diminuent aussi à basses températures pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE. Elles ne varient pas beaucoup en fonction de la température pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS sauf dans le cas de l'essai à -100°C pour la microstructure B-950-TAS où la valeur est étrangement élevée (17,8%).

L'écrouissage est étudié en calculant le coefficient d'écrouissage instantané n_i et le taux d'écrouissage θ :

$$n_i = \frac{\varepsilon_t d\sigma_t}{\sigma_t d\varepsilon_t} \quad (\text{Eq. 4. 2})$$

$$\theta = \frac{d\sigma_t}{d\varepsilon_t} \quad (\text{Eq. 4. 3})$$

avec σ_t et ε_t les contraintes et déformations vraies, respectivement. La Figure 4. 10 montre que les microstructures étudiées présentent un écrouissage en deux étapes. En début de déformation ($< 0,02$), le coefficient d'écrouissage diminue fortement. Ensuite, il présente un plateau. Les courbes d'écrouissage sont très similaires entre les différentes microstructures. La microstructure A-950-TAS possède des coefficients d'écrouissage légèrement plus faibles en tout début de déformation, ce qui est en lien avec la diminution de $R_{p_{0,2}}$ qui inclut déjà l'écrouissage lié à 0,2% de déformation plastique. De la même manière, la Figure 4. 11 montre que le taux d'écrouissage diminue au cours de l'essai et est plus élevé pour les microstructures A-1000-TAS et A-950-TE (qui ont des $R_{p_{0,2}}$ et des R_m plus élevés) que pour la microstructure A-950-TAS. A basses températures, les courbes d'écrouissage présentent un bruit important, probablement à cause du flux d'azote qui peut faire vibrer

l'extensomètre pendant l'essai. De plus, il n'y a pas d'effet TRIP visible sur les courbes d'érouissage de la Figure 4. 10 et de la Figure 4. 11. Les fractions d'austénite résiduelle étant faibles (< 4%), l'effet de la possible transformation de l'austénite en martensite d'érouissage n'est pas visible sur les courbes d'érouissage.

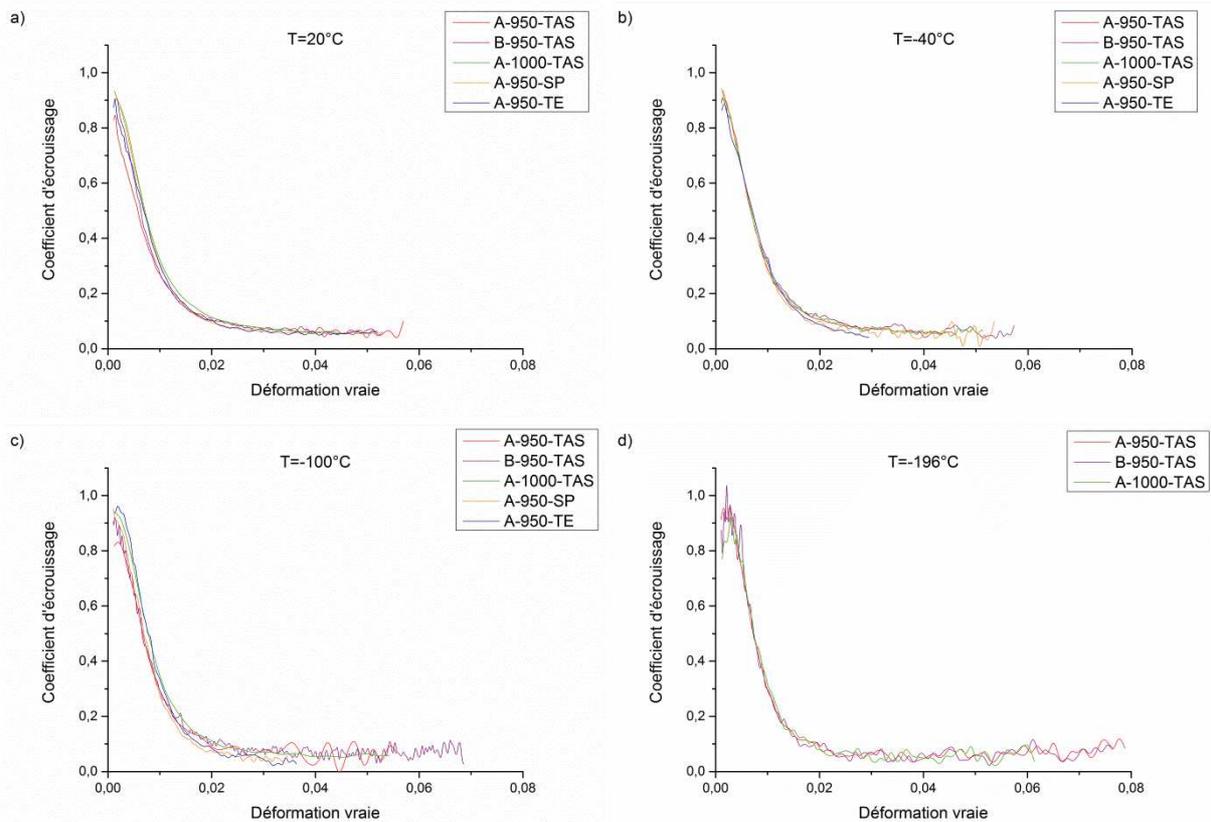


Figure 4. 10 : Evolution du coefficient d'érouissage en fonction de la déformation vraie à a) 20°C, b) -40°C, c) -100°C et d) -196°C pour les essais dans le sens long.

Afin d'étudier la stabilité mécanique de l'austénite résiduelle, un échantillon a été découpé dans chaque éprouvette lisse après rupture, hors de la zone de striction. La fraction d'austénite dans ces échantillons est ensuite mesurée au sigma-mètre. Pour rappel, l'incertitude de mesure au sigma-mètre liée à la répétabilité a été estimée à 0,2% dans le Chapitre 2. D'après la Figure 4. 12, les fractions d'austénite dans les microstructures A-950-SP et A-950-TE restent similaires aux fractions initiales, aussi bien pour les essais à 20°C qu'à -100°C. L'austénite ne se transforme donc pas, ou très peu, en martensite d'érouissage, du moins avant striction. L'austénite résiduelle des microstructures A-950-SP et A-950-TE est stable mécaniquement jusqu'à Rm.

Les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS présentent toutes les trois une diminution du taux d'austénite résiduelle après les essais de traction. Une partie de l'austénite se transforme pendant les essais. La fraction d'austénite de la microstructure B-950-TAS après l'essai à -196°C paraît élevée. En effet, si on ne prend pas en compte cette valeur, il semble que plus la température de l'essai est faible, moins il y a d'austénite résiduelle après rupture. D'après Tonizzo et al. [Ton2017], la stabilité mécanique de l'austénite diminue à basses températures, ce qui favoriserait la formation de martensite d'érouissage. De plus, ces trois microstructures présentent une augmentation de l'allongement A_g lorsque la température de l'essai diminue, ce qui n'est pas le cas des microstructures A-950-SP et A-950-TE. La valeur de l' A_g et la fraction d'austénite transformée pendant l'essai sont peut-être liées.

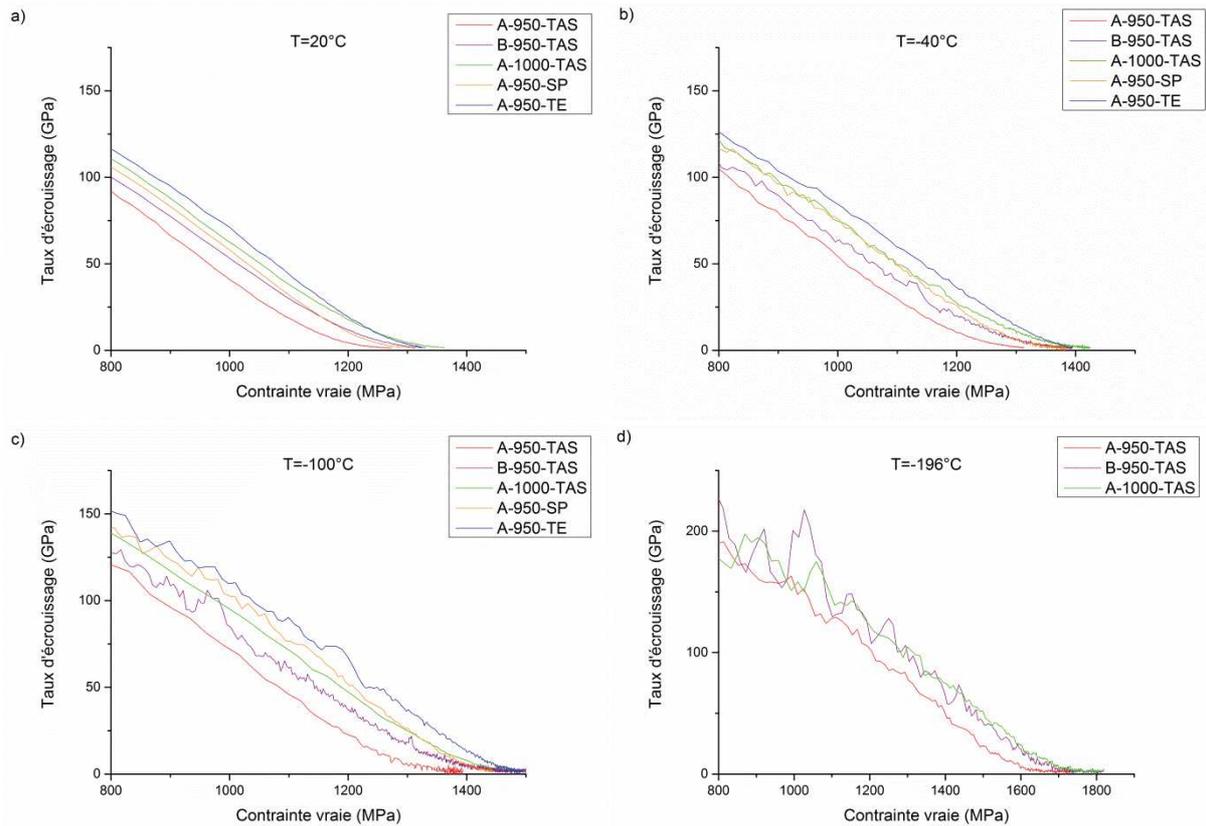


Figure 4. 11 : Taux d'écroutissage à a) 20°C, b) -40°C, c) -100°C et d) -196°C pour les essais dans le sens long.

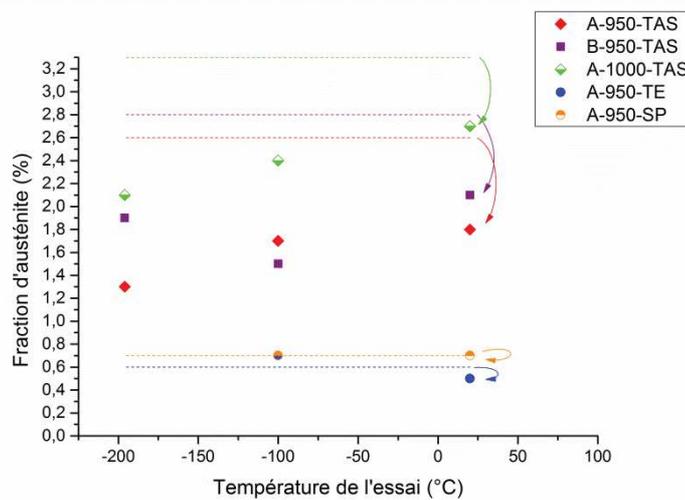


Figure 4. 12 : Fraction d'austénite après rupture dans les éprouvettes de traction testées dans le sens long. Les droites représentent les fractions d'austénite initiales, avant les essais de traction.

2.2.3. Mécanismes de rupture

Les faciès de rupture ont été observés à la binoculaire afin de mesurer leur cristallinité. Pour une température donnée, les éprouvettes lisses sont plus ductiles que les éprouvettes Charpy (Figure 4. 13). En effet, l'augmentation de la vitesse de déformation en passant d'un essai quasi-statique à un essai dynamique et l'augmentation de la triaxialité des contraintes avec l'entaille engendrent une augmentation de la résistance à l'écoulement plastique. La contrainte critique de clivage est atteinte plus rapidement et cela favorise l'amorçage du clivage.

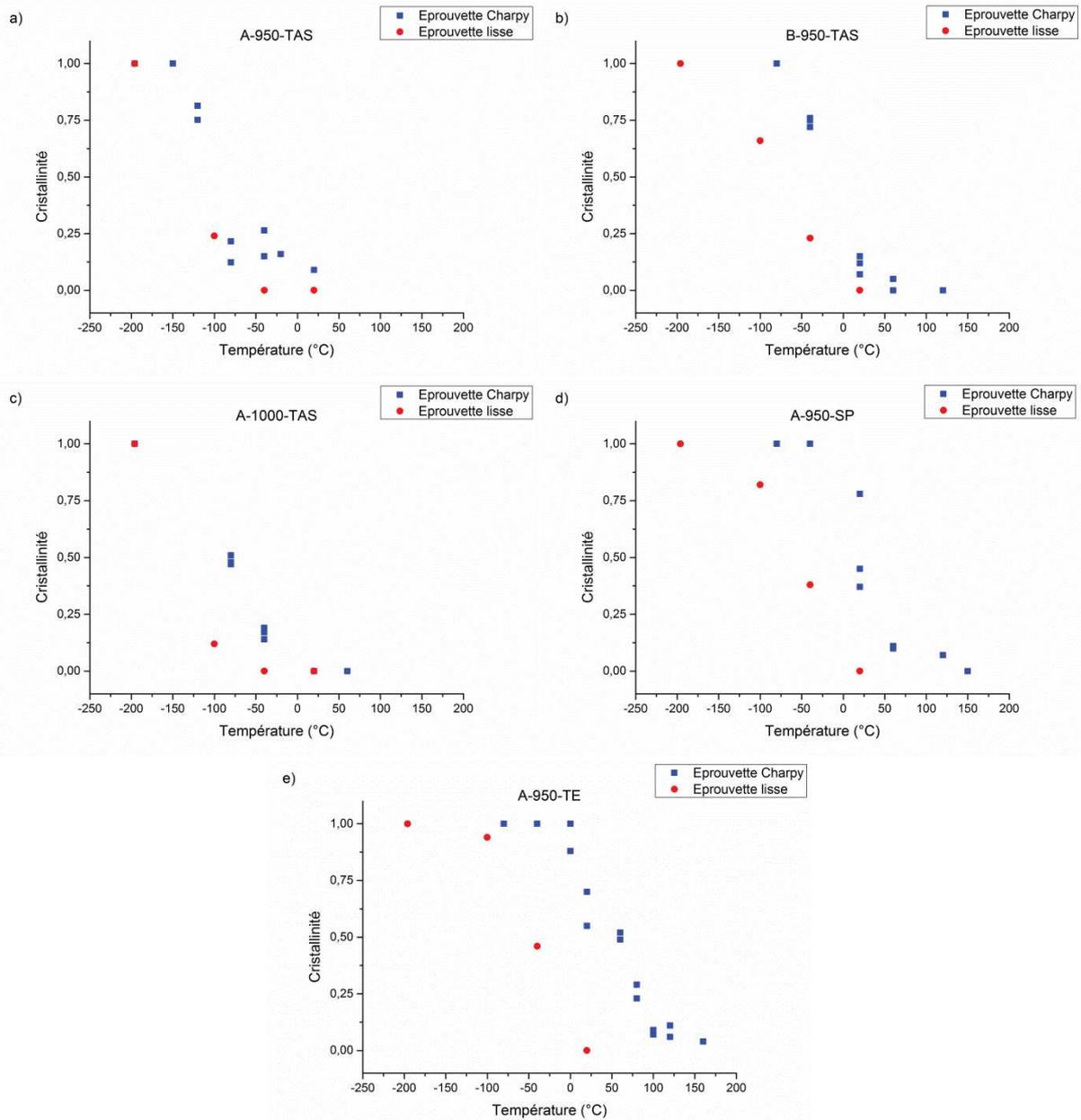


Figure 4.13 : Comparaison de la cristallinité des éprouvettes lisses avec celle des éprouvettes Charpy testées dans le sens long pour les microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.

La rupture est en biseau lorsqu'elle est ductile et à plat lorsqu'elle est fragile. Les faciès de rupture sont observés au MEB. Contrairement aux éprouvettes Charpy, les éprouvettes lisses présentent deux populations de cupules (de grandes cupules de taille similaire à celle des éprouvettes Charpy et des cupules plus petites de 500 nm de diamètre), sauf dans le cas de la microstructure B-950-TAS qui ne présente qu'une seule population de cupules (Figure 4.14). Des carbures sphériques d'environ 50 nm de diamètre sont observés dans les petites cupules. Ce sont donc les carbures de niobium qui sont à l'origine de cette seconde population de cupules. Les carbures de niobium participent à la rupture ductile lors d'essais quasi-statiques sur des éprouvettes lisses.

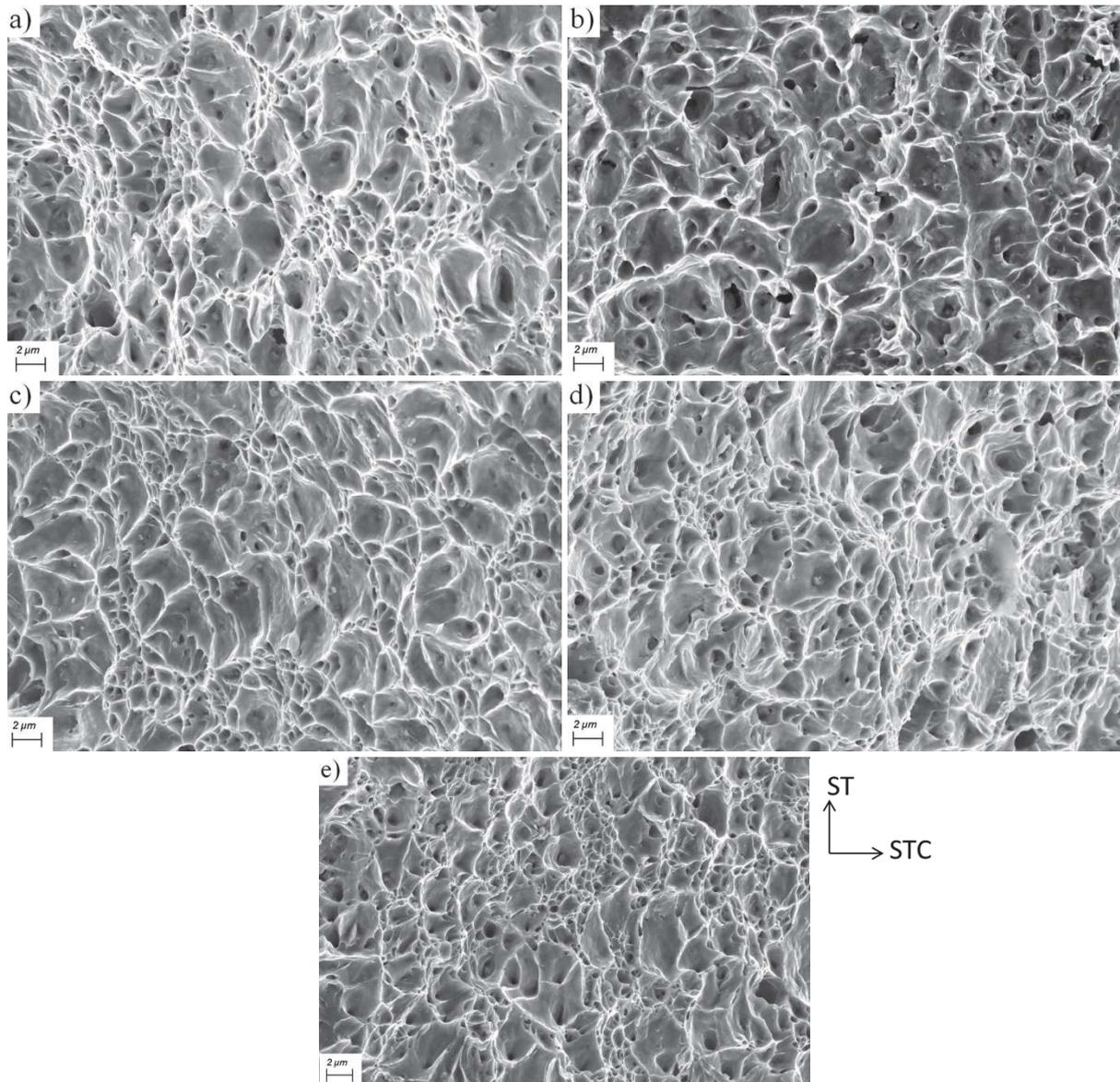


Figure 4. 14 : Faciès de rupture des éprouvettes lisses testées à 20°C dans le sens long des microstructures
 a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.

2.3. Résultats des essais sur éprouvettes Kahn

Les essais sur les éprouvettes Kahn ont été réalisés uniquement pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS car elles présentent des paliers ductiles très différents. L'objectif de ces essais est en effet d'étudier la rupture ductile en réalisant un essai quasi-statique avec une propagation stable de la fissure et de relier cette différence de palier ductile au comportement en déchirure quasi-statique. Les essais sont réalisés à température ambiante dans le sens long. Des traits de trusquin sont tracés sur les éprouvettes tous les millimètres et les essais sont filmés pour suivre la propagation de la fissure en surface avec une méthode optique (Figure 4. 15). Une image est prise toutes les 0,25 s. Les essais ont été triplés et présentent une bonne reproductibilité. En effet, les trois courbes de traction sont très similaires pour la microstructure A-950-TAS (Figure 4. 16 a). Il en est de même avec les courbes des essais sur la nuance B.

Les courbes de charge-déplacement sont très similaires entre les deux nuances (Figure 4. 16 b). L'amorçage de la fissure est déterminé en surface à partir des images prises par la caméra et il est représenté par un point sur la Figure 4. 16 b.

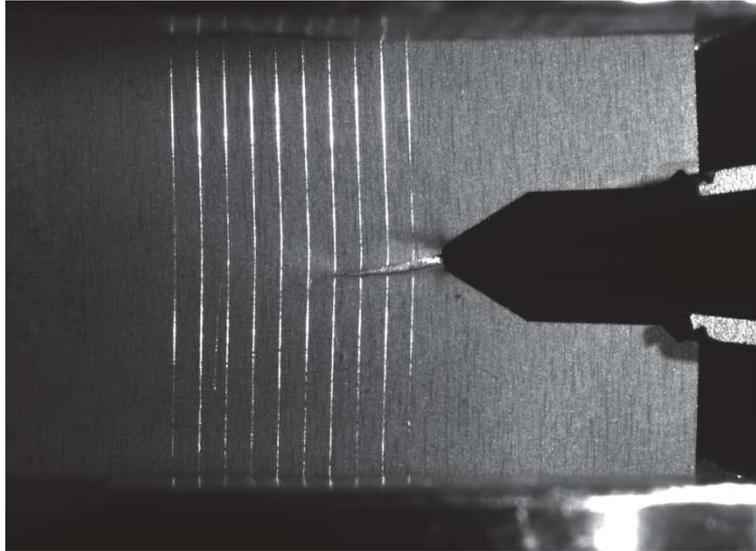


Figure 4. 15 : Photo de la propagation de fissure pour la microstructure A-950-TAS testée dans le sens long.

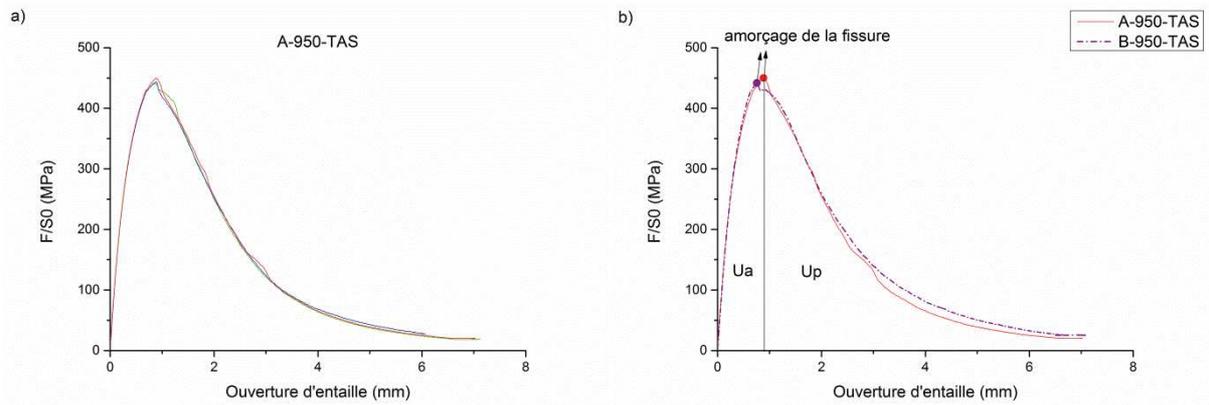


Figure 4. 16 : a) Reproductibilité des essais de traction sur les éprouvettes Kahn pour la microstructure A-950-TAS et b) comparaison des courbes entre les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS. L'énergie d'amorçage U_a et de propagation U_p sont représentées pour la microstructure A-950-TAS.

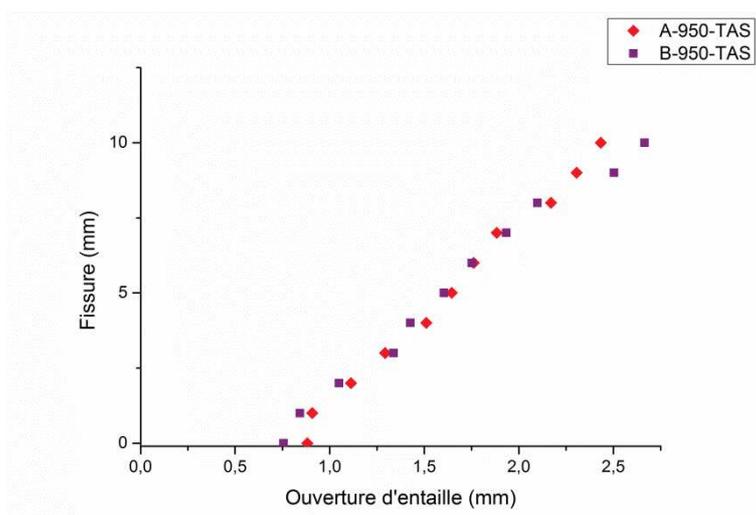


Figure 4. 17 : Avancée de la fissure en fonction de l'ouverture d'entaille.

Les énergies d'amorçage U_a et de propagation U_p sont déterminées en mesurant l'aire sous la courbe charge-déplacement par la méthode des trapèzes. Les énergies d'amorçage sont de 28 J/cm^2 et

22 J/cm² pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS respectivement. De plus, les énergies de propagation sont de 71 J/cm² et 89 J/cm² pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS respectivement. Il y a donc très peu de différence entre ces deux microstructures.

Le suivi de la fissure par méthode optique permet de représenter l'avancée de la fissure en fonction de l'ouverture d'entaille (Figure 4. 17). La fissure se propage à la même vitesse pour les deux microstructures.

Il semble donc que les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS ont le même comportement en déchirure ductile lors d'un essai quasi-statique, contrairement aux essais Charpy. Les essais Charpy sont des essais dynamiques, ce qui engendre de la viscosité et un auto-échauffement qui peut être important. Dans les travaux de B. Tanguy, une augmentation de la température de plus de 150°C a été mesurée lors d'essais Charpy [Tan2001]. Cette augmentation de la température peut impacter la stabilité de l'austénite résiduelle. D'ailleurs, d'après Nakanishi [Nak2018], l'austénite résiduelle est plus stable mécaniquement lors d'un essai dynamique que d'un essai quasi-statique à cause de l'élévation de la température. Pour ces raisons, les essais sur des éprouvettes Kahn ne représentent pas le comportement de ces microstructures lors d'essais Charpy. Il a alors été décidé de ne pas faire plus d'essais sur des éprouvettes Kahn.

2.4. Essais de traction sur éprouvettes double-entaillées

2.4.1. Résultats des essais à température ambiante

La machine MTS 250 kN sur laquelle ont été réalisés les essais de traction à 20°C, -40°C et -100°C présentait un problème de vitesse de déplacement du vérin lorsque la vitesse imposée était faible, ce qui est le cas pour les éprouvettes entaillées (0,01 mm/s). La vitesse n'était pas tout à fait constante (Figure 4. 18 a). Cela provoque quelques irrégularités sur les courbes présentées par la suite. La machine MTS 250 kN était la seule machine disponible pour faire des essais à basses températures avec des mors hydrauliques. Quelques essais ont été réalisés sur une autre machine avec des mors manuels mais cela induit une torsion non négligeable sur les éprouvettes, leur épaisseur étant seulement de 1,5 mm. Les essais ont donc été effectués sur la machine MTS 250 kN et le bruit sur les courbes est jugé acceptable (Figure 4. 18 b).

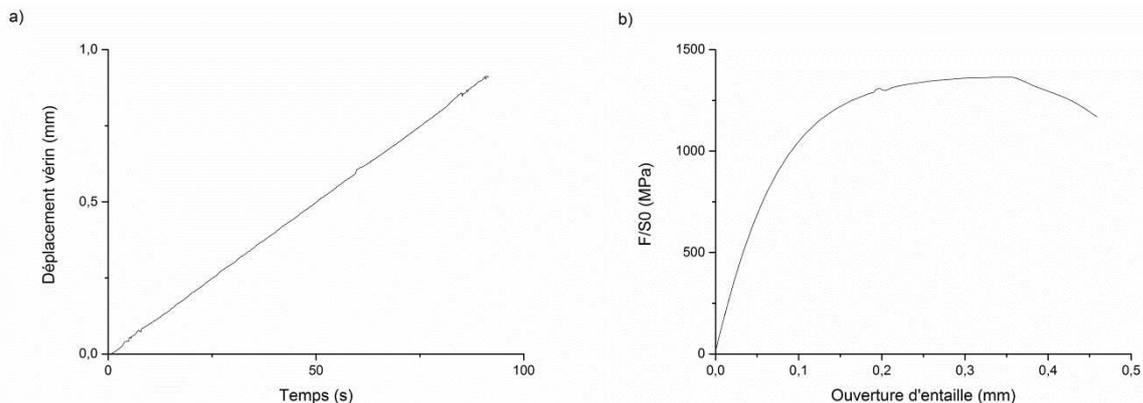


Figure 4. 18 : a) Déplacement du vérin en fonction du temps pour l'essai à 20°C sur l'éprouvette EV45 de la microstructure A-950-TAS et b) courbe de traction associée.

La Figure 4. 19 représente les essais à température ambiante sur les éprouvettes EU1 et EV45. Pour les deux géométries d'éprouvette, la résistance à l'écoulement plastique diffère selon la microstructure et elle est liée aux valeurs de $R_{p0,2}$ sur éprouvettes lisses. En effet, les microstructures avec un $R_{p0,2}$ élevé (A-1000-TAS et A-950-TE) sont celles qui atteignent des valeurs de contrainte nette F/S_0 plus élevées.

Les chutes progressives de contrainte nette sur les courbes des éprouvettes EU1 (Figure 4. 19 a) ne correspondent pas à de l'endommagement ou à la propagation d'une fissure mais elles sont dues à un effet de structure qui apparait une fois tout le ligament plastifié sur toute éprouvette entaillée qui rompt pour des ouvertures d'entaille élevées. Les éprouvettes EV45 ne présentent pas de chute progressive de la contrainte nette comme les éprouvettes EU1 car, cela sera montré dans la partie 3 à l'aide de la simulation numérique, la déformation est très localisée au niveau des entailles et le ligament est peu plastifié.

Les éprouvettes EU1 rompent brutalement à la fin de l'essai avec une propagation instable de la fissure ductile aussitôt après son amorçage. En revanche, dans le cas des éprouvettes EV45 (Figure 4. 19 b), les chutes de contrainte nette observées pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS correspondent à l'amorçage puis à la propagation stable d'une fissure ductile. Les éprouvettes EV45 des microstructures A-950-SP et A-950-TE rompent brutalement par clivage à 20°C et les courbes de traction ne présentent pas de chute de charge. Ainsi, il est facile de savoir si la rupture est plutôt ductile ou fragile directement à partir des courbes. Cette différence de propagation de fissure ductile entre les éprouvettes EU1 et EV45 est aussi liée à la déformation plastique du ligament. Les éprouvettes EU1 présentent une propagation instable de la fissure car le matériau est très déformé plastiquement sur tout le ligament, ce qui n'est pas le cas des éprouvettes EV45 [Pet2018].

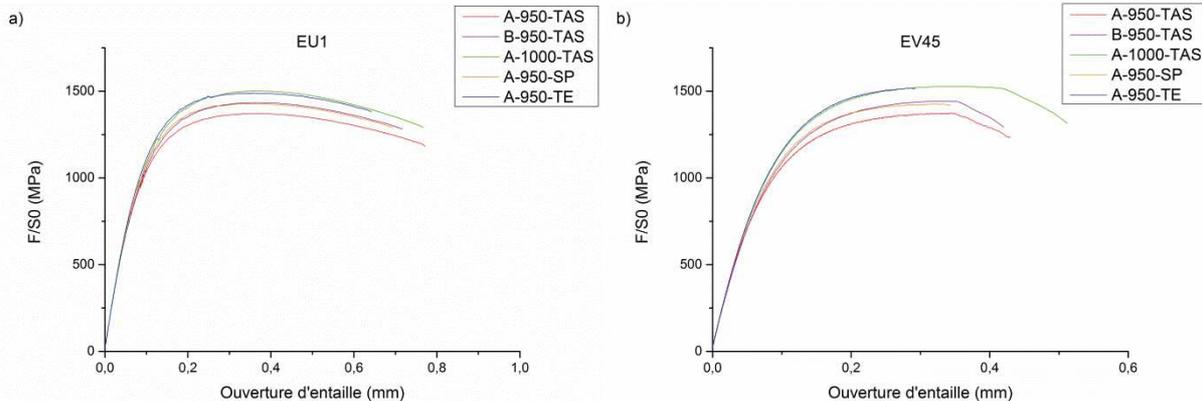


Figure 4. 19 : Courbes de traction sur les éprouvettes a) EU1 et b) EV45 testées à 20°C dans le sens long. La rupture intervient juste à la fin des courbes (chute brutale de la force à zéro).

Les différences d'ouverture d'entaille à rupture entre les éprouvettes EU1 et EV45 sont liées à la triaxialité des contraintes. Plus l'entaille est sévère, plus la triaxialité des contraintes augmente à ouverture d'entaille donnée et cela engendre l'augmentation de la croissance des cavités et des contraintes locales, provoquant un amorçage de la rupture pour des ouvertures d'entaille plus faibles [Ass2005].

Dans le cas des éprouvettes qui rompent de manière ductile, la rupture démarre des deux entailles. Il est visible sur la Figure 4. 20 que les éprouvettes EU1 sont beaucoup plus déformées que les éprouvettes EV45. En effet les épaisseurs du ligament au niveau des entailles après rupture est de 0,9 mm et de 1,2 mm pour les éprouvettes EU1 et EV45 de la Figure 4. 20 respectivement (l'épaisseur initiale est de 1,5 mm).

La rupture est en biseau avec des triangles d'amorçage à chaque entaille, pour les deux géométries d'éprouvette (Figure 4. 20). Les triangles d'amorçage sont plus grands sur les faciès des éprouvettes EV45. En fond d'entaille, la tension hydrostatique est élevée (surtout si l'entaille est sévère), d'où la rupture par striction interne et la présence d'un triangle d'amorçage. En s'éloignant du fond d'entaille, la pression hydrostatique diminue, ce qui favorise la rupture en biseau par localisation [Bro2004].

Au niveau des triangles d'amorçage, il n'y a toujours qu'une seule population de cupules liée aux carbures de chrome (Figure 4. 21).

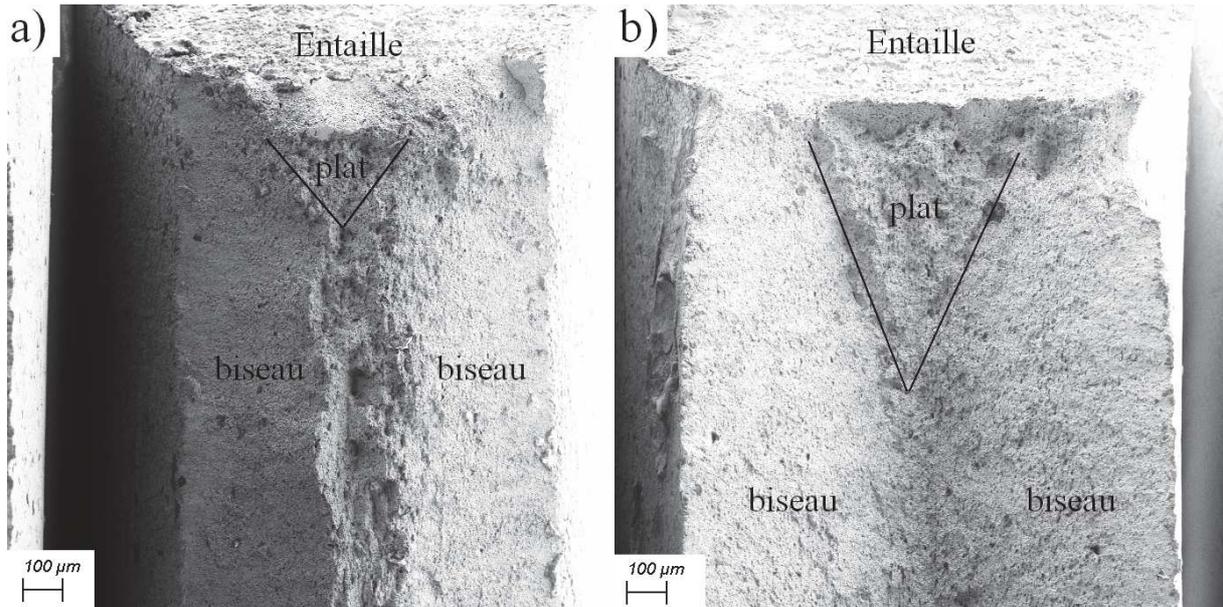


Figure 4. 20 : Triangle d'amorçage (rupture ductile à plat) sur les éprouvettes a) EU1 et b) EV45 testées à 20°C dans le sens long pour la microstructure A-950-TAS.

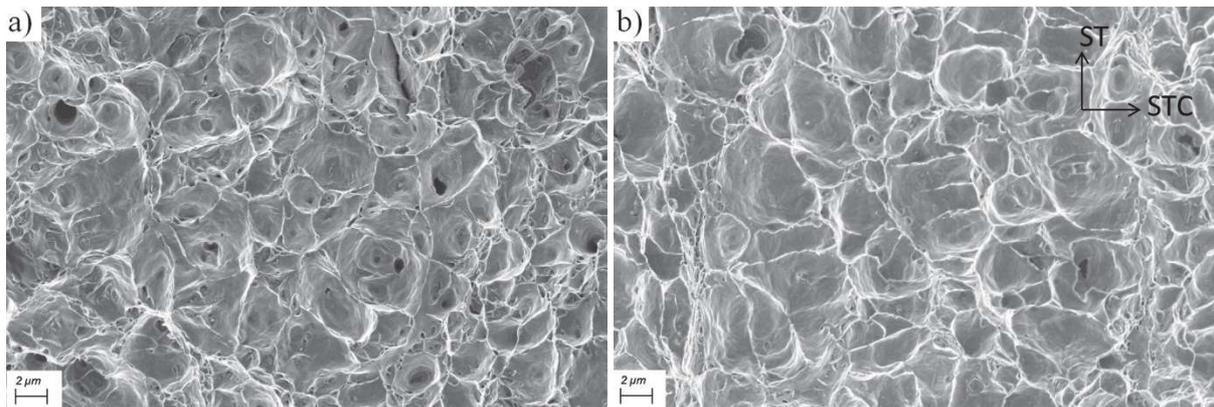


Figure 4. 21 : Faciès de rupture au niveau du triangle d'amorçage de l'éprouvette a) EU1 et b) EV45 testée à 20°C dans le sens long pour la microstructure A-950-TAS.

D'après Rice et Tracey [Ric1969], la vitesse de croissance des cupules est directement liée au taux de triaxialité :

$$\frac{\dot{R}}{R} = 0,283 \times \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) \dot{\epsilon}_p \quad (\text{Eq. 4. 4})$$

avec R le rayon d'une cavité, σ_m la contrainte moyenne, σ_{eq} la contrainte de von Mises et $\dot{\epsilon}_p$ la vitesse de déformation équivalente. Pour rappel, le rapport σ_m / σ_{eq} représente le taux de triaxialité.

L'influence de la triaxialité sur les populations de cupules s'observe sur la Figure 4. 22 et la Figure 4. 23 où les images MEB sont prises à mi-largeur et à mi-épaisseur. Dans le cas des éprouvettes EU1, il y a deux populations de cupules, sauf pour la microstructure B-950-TAS, comme pour les éprouvettes lisses. En revanche, pour les éprouvettes EV45, il y a une population de cupules pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS mais deux populations pour la microstructure A-1000-TAS. Les microstructures A-950-SP et A-950-TE sont fragiles à 20°C mais une éprouvette EV45 de la microstructure A-950-TE a été testée à 100°C pour obtenir un faciès ductile. Le faciès ne présente qu'une seule population de cupules à mi-épaisseur.

La rupture ductile des éprouvettes EV45 ressemble donc plus à celle des éprouvettes Charpy, sauf pour la microstructure A-1000-TAS. La germination de cavités commence au niveau des carbures de chrome. Dans le cas où la triaxialité est élevée (éprouvettes EV45 et Charpy), la croissance des cupules est rapide et il y a coalescence sans que la germination de cupules au niveau des carbures de niobium ait pu commencer. On obtient alors une seule population de cupules d'environ 2 μm de diamètre. Lorsque le taux de triaxialité est plus faible (éprouvettes lisses et EU1), la croissance des cavités issues des carbures de chrome est plus lente et la germination de cavités au niveau des carbures de niobium a lieu avant la coalescence. On observe alors une deuxième population de cupules d'environ 500 nm de diamètre liée aux carbures de niobium, sauf pour la microstructure B-950-TAS qui ne contient pas de carbures de niobium.

Pour la microstructure A-1000-TAS, il y a peu de carbures de chrome (0,1% contre 0,4% dans la microstructure A-950-TAS) et la distance entre carbures de chrome est plus grande que dans la microstructure A-950-TAS. Dans les éprouvettes EV45, même si la croissance des cupules est rapide, la germination de cavités au niveau des carbures de niobium a lieu avant la coalescence.

En revanche, les faciès de rupture des microstructures A-950-TAS et A-950-TE présentent deux populations de cupules aux bords de l'éprouvette EV45 (toujours à mi-largeur), là où le cisaillement est important (Figure 4. 24).

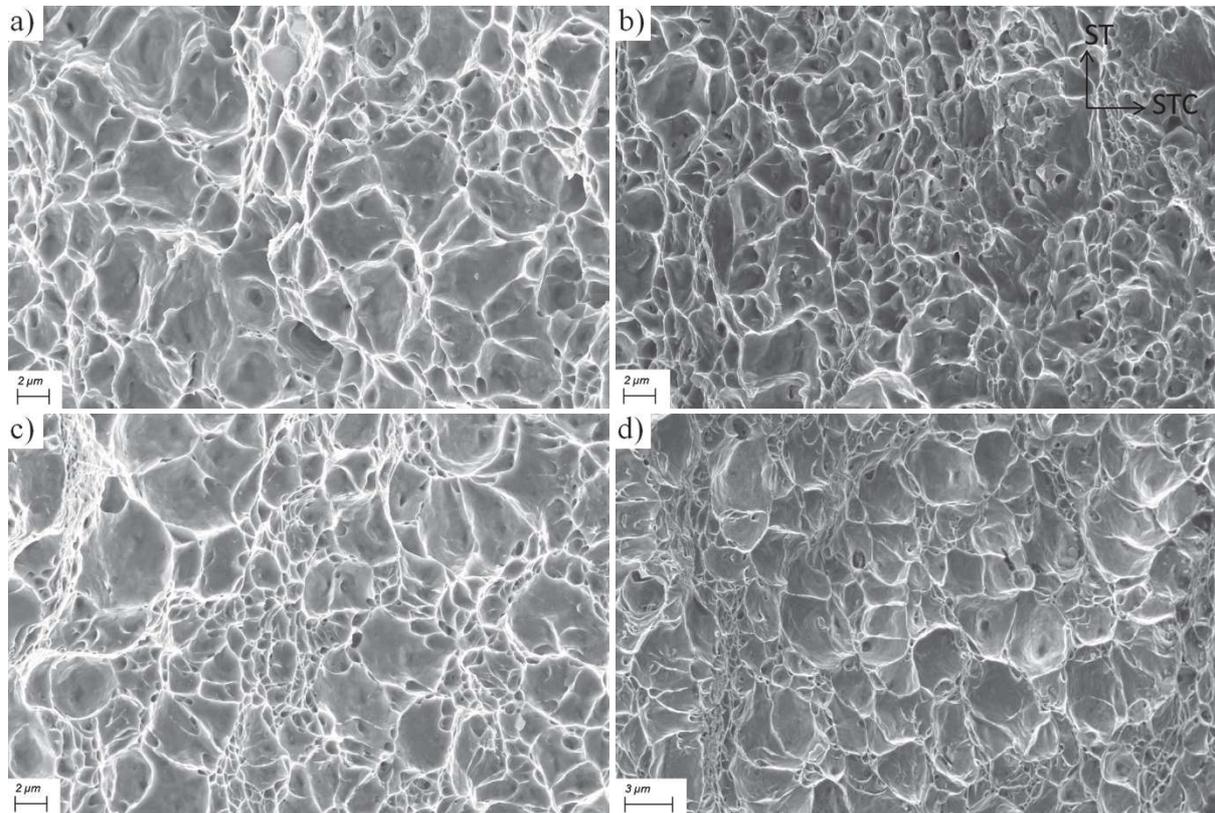


Figure 4. 22 : Faciès de rupture des éprouvettes EVE45 testées dans le sens long des microstructures a) A-950-TAS à 20°C, b) B-950-TAS à 20°C, c) A-1000-TAS à 20°C et d) A-950-TE à 100°C.

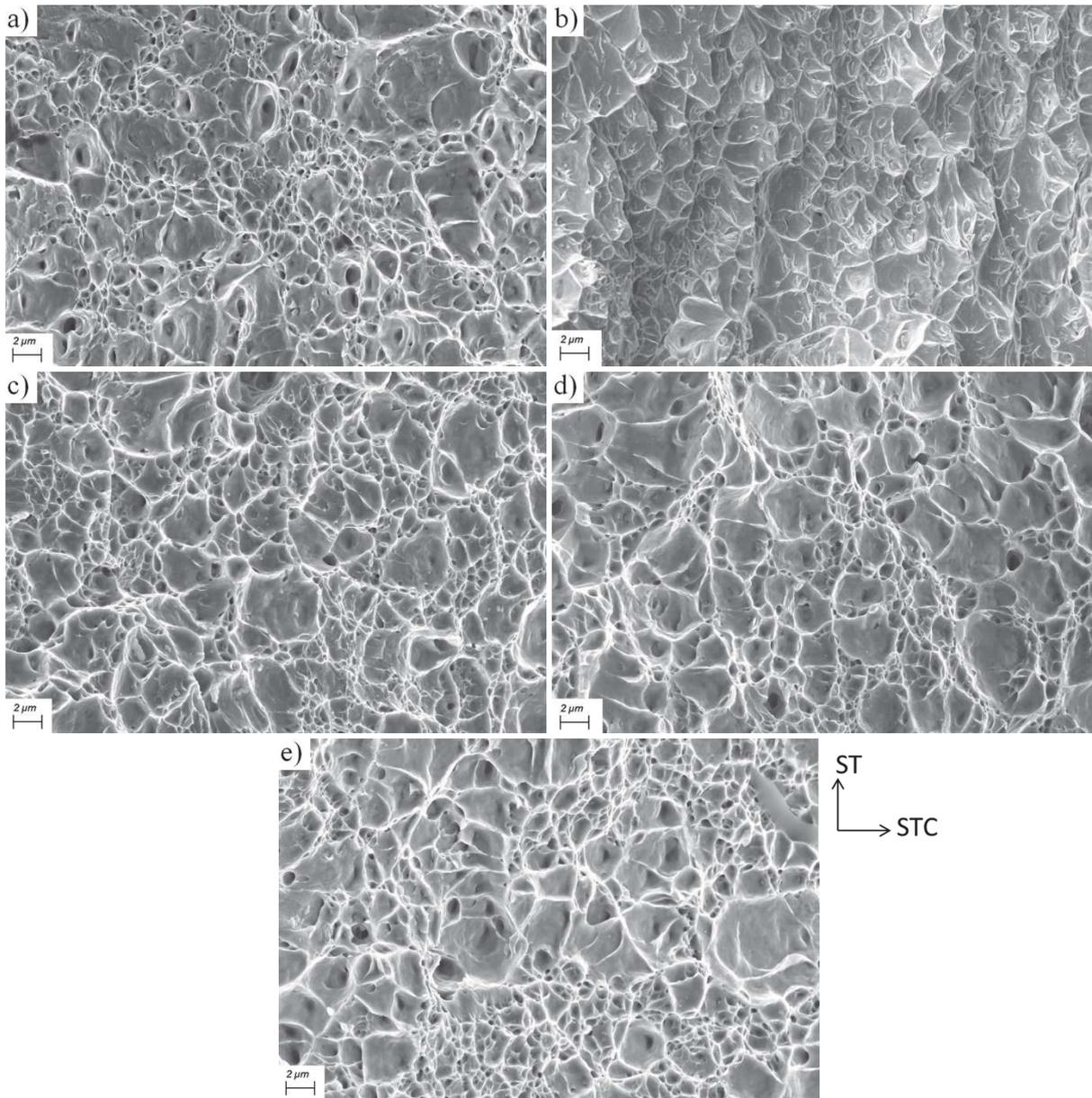


Figure 4. 23 : Faciès de rupture des éprouvettes EU1 testées à 20°C dans le sens long des microstructures
a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.

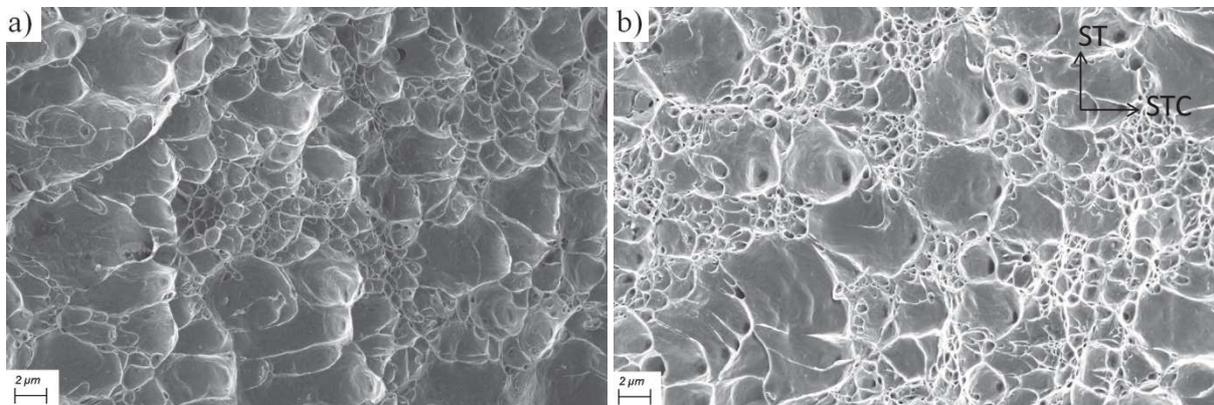


Figure 4. 24 : Faciès de rupture aux bords des éprouvettes EV45 des microstructures a) A-950-TAS testée à 20°C et b) A-950-TE testée à 100°C.

Pour la microstructure A-950-TAS, l'influence du sens de prélèvement est étudiée en réalisant des essais dans le sens travers à 20°C. La Figure 4. 25 représente les courbes des deux essais réalisés dans le sens long et l'essai réalisé dans le sens travers pour les deux géométries d'éprouvette (les deux courbes des essais réalisés dans le sens long sur l'éprouvette EU1 se superposent). La résistance à l'écoulement plastique est similaire entre les essais dans le sens long et le sens travers. Cependant l'ouverture d'entaille à rupture est plus faible dans le sens travers avec 0,61 mm au lieu de 0,77 mm dans le sens long pour les éprouvettes EU1 et 0,33 mm au lieu de 0,43 mm et 0,46 mm dans le sens long pour les éprouvettes EV45.

Pour les deux géométries d'éprouvette, les faciès de rupture présentent des lignes de délaminage lors d'une sollicitation dans le sens travers (Figure 4. 26).

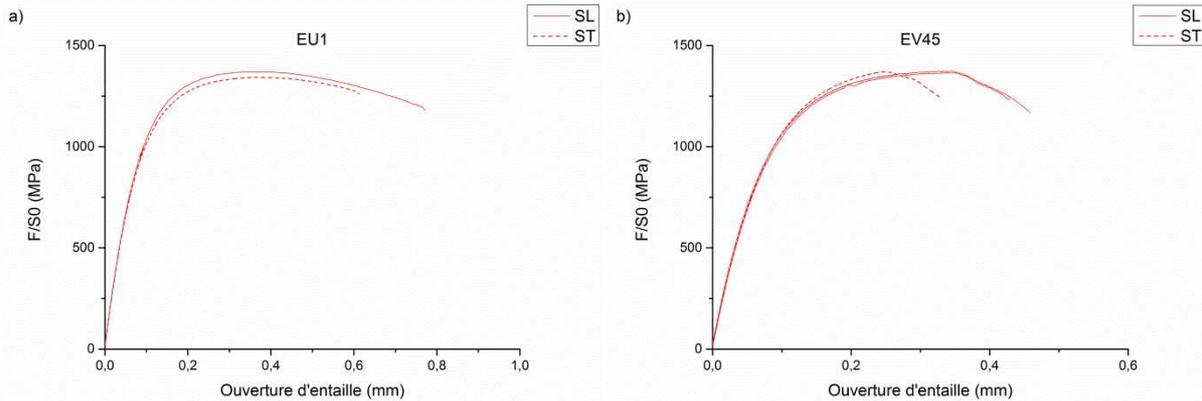


Figure 4. 25 : Courbes de traction dans le sens long (SL) et le sens travers (ST) sur les éprouvettes a) EU1 et b) EV45 testées à 20°C pour la microstructure A-950-TAS.

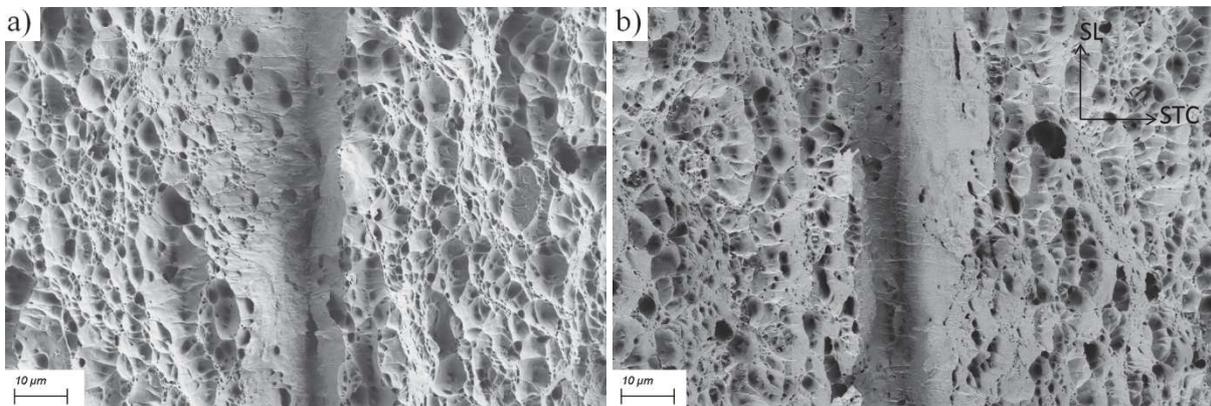


Figure 4. 26 : Faciès de rupture des éprouvettes a) EU1 et b) EV45 testées dans le sens travers pour la microstructure A-950-TAS.

2.4.2. Résultats des essais à basses températures

Les courbes des essais réalisés à -40°C et -100°C sont représentées sur la Figure 4. 27 et la Figure 4. 28. Plus la température de l'essai diminue et plus la résistance à l'écoulement plastique augmente. Ceci est lié à l'augmentation de $R_{p0,2}$ et de R_m avec la diminution de la température.

De plus, pour les éprouvettes EU1 (Figure 4. 27), plus la température de l'essai diminue et plus l'ouverture d'entaille à rupture augmente, sauf pour la microstructure A-950-TE à -100°C. Dans le cas des éprouvettes EV45 (Figure 4. 28), tant que la rupture est ductile (diminution de la charge visible), l'ouverture d'entaille à rupture augmente quand la température diminue, comme pour les éprouvettes EU1. En revanche, quand la rupture est fragile, l'ouverture d'entaille à rupture diminue quand la température diminue.

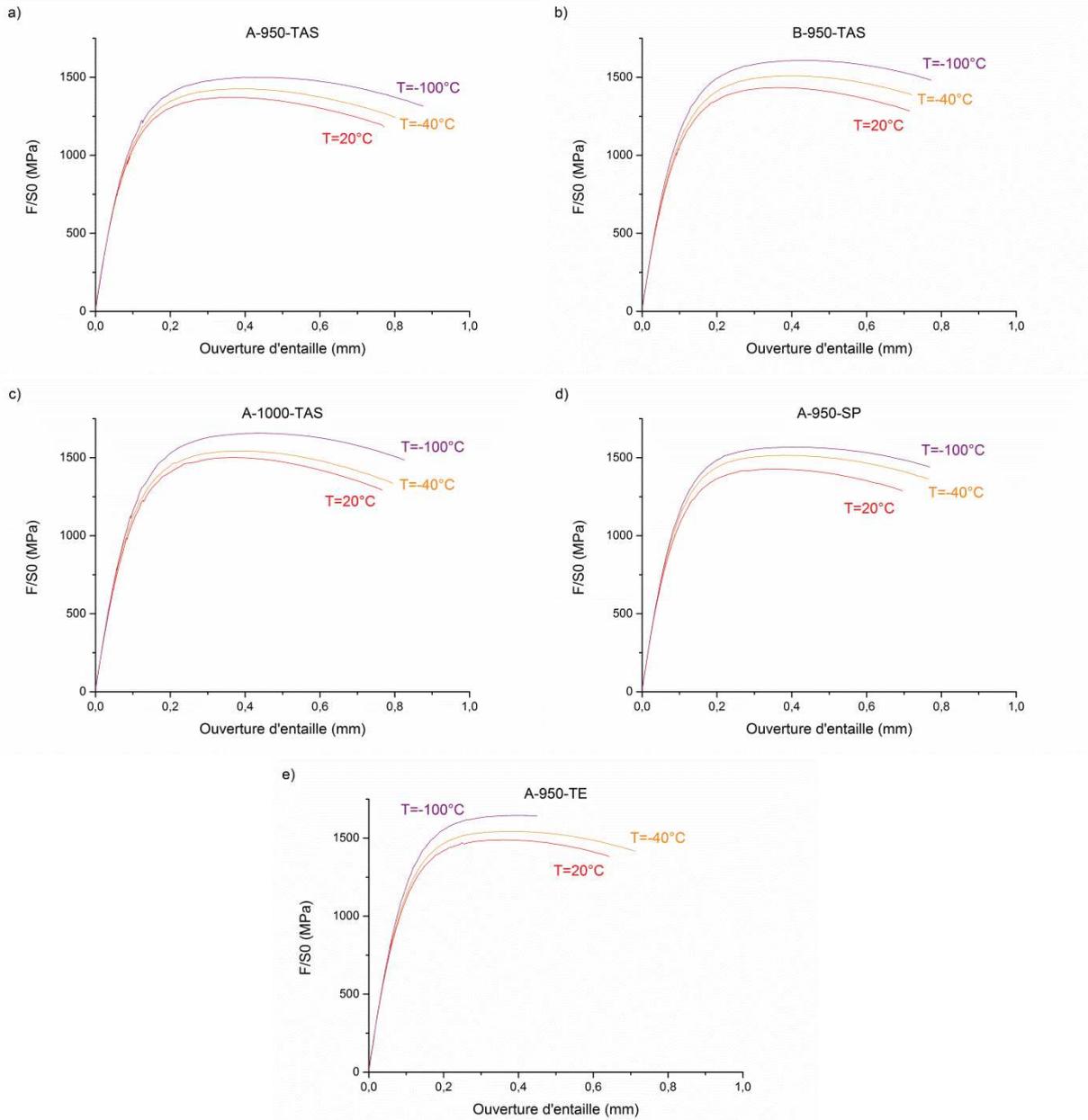
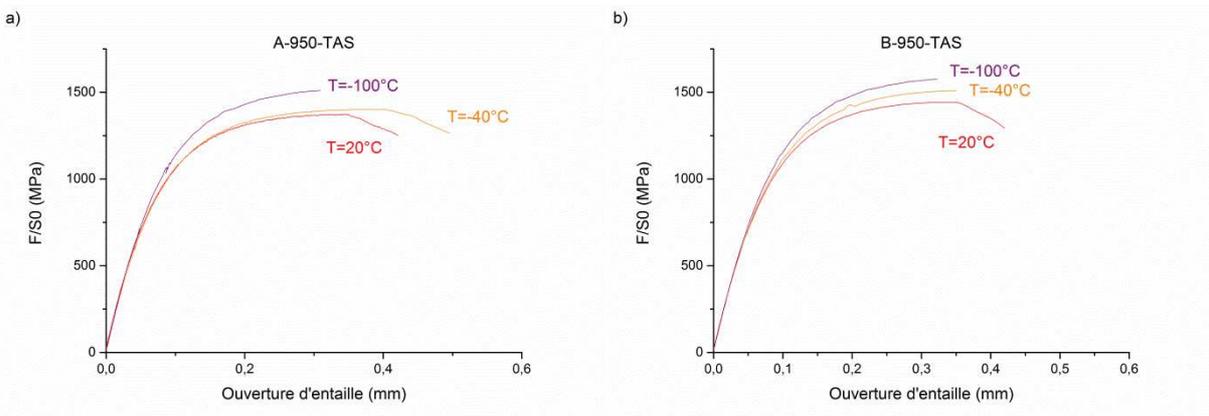


Figure 4.27 : Courbes de traction des éprouvettes EU1 testées dans le sens long pour les microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.



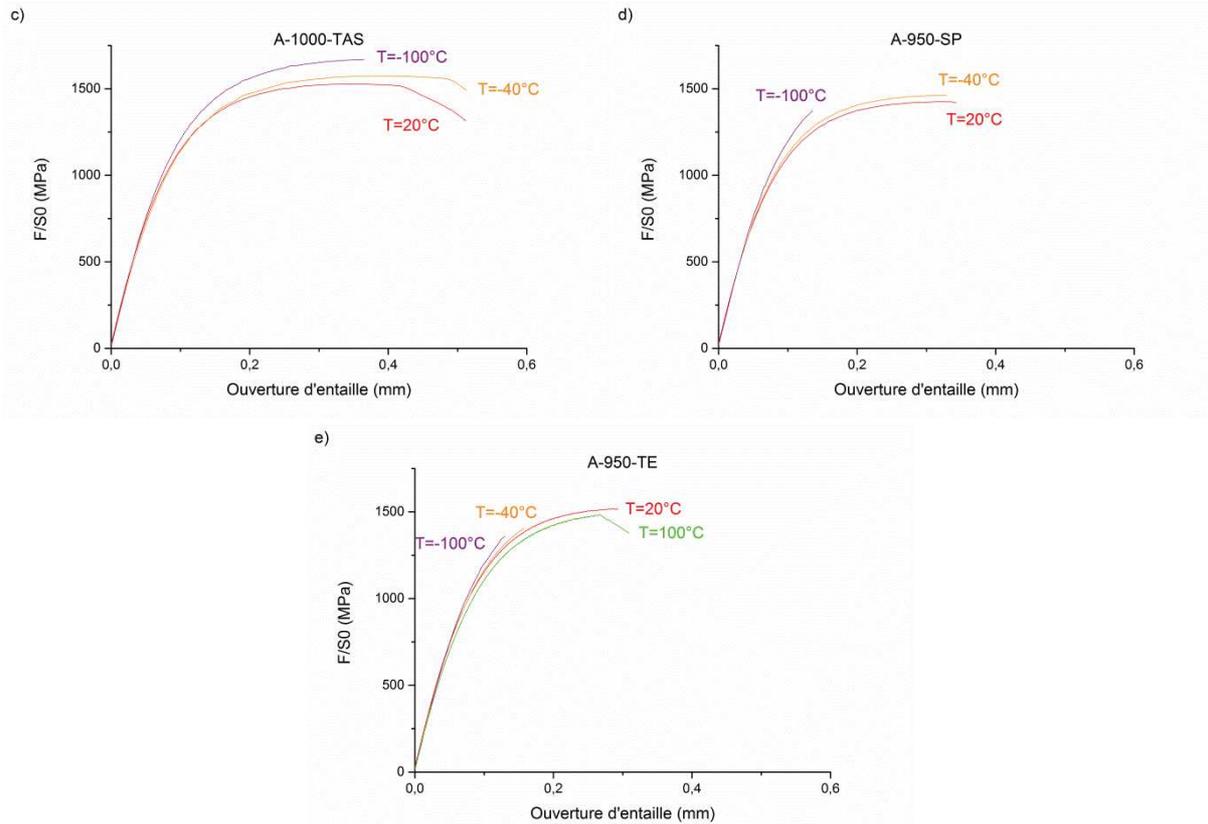


Figure 4. 28 : Courbes de traction des éprouvettes EV45 testées dans le sens long pour les microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.

La rupture par clivage intervient perpendiculairement à la direction de traction. La cristallinité des faciès de rupture est mesurée à partir d'images prises à la loupe binoculaire (Figure 4. 29). La cristallinité des éprouvettes EU1 et EV45 en fonction de la température est plus proche de celle des éprouvettes Charpy que celle des éprouvettes lisses. De plus, pour une température donnée, les éprouvettes EU1 sont plus ductiles que les éprouvettes EV45. La triaxialité des contraintes est plus élevée dans l'éprouvette EV45 que dans l'éprouvette EU1 à ouverture d'entaille donnée donc les contraintes locales sont plus élevées. La contrainte critique de clivage est alors atteinte plus rapidement pour les éprouvettes EV45, ce qui explique l'augmentation de la cristallinité.

De plus, la déformation est fortement localisée autour des entailles ce qui permet d'atteindre localement des valeurs de déformation à rupture bien supérieures à celles déterminées en traction. C'est particulièrement le cas pour les éprouvettes EU1 qui présentent des ouvertures d'entaille à rupture élevées. Par conséquent, lorsqu'une éprouvette EU1 rompt par clivage, c'est un matériau déjà très déformé qui clive. Cela est visible sur la Figure 4. 30 a. Les facettes de clivage sont petites et très déformées en fond d'entaille comparées à celles observées en fond d'entaille sur une éprouvette EV45 (Figure 4. 30 b). La petite taille des facettes en fond d'entaille des éprouvettes EU1 s'explique par le fait que la microstructure se déforme beaucoup dans le sens de sollicitation (sens long). La taille de la microstructure se rétrécit donc dans le sens travers et le sens travers court (plan de propagation de la fissure). En d'autres termes, on ne rompt pas par clivage le même matériau dans les éprouvettes EU1 et les éprouvettes EV45. C'est pourquoi les éprouvettes EV45 semblent plus adaptées que les éprouvettes EU1 pour déterminer la contrainte critique de clivage et analyser les résultats des essais Charpy, sachant que les facettes de clivage sont peu déformées dans les éprouvettes Charpy.

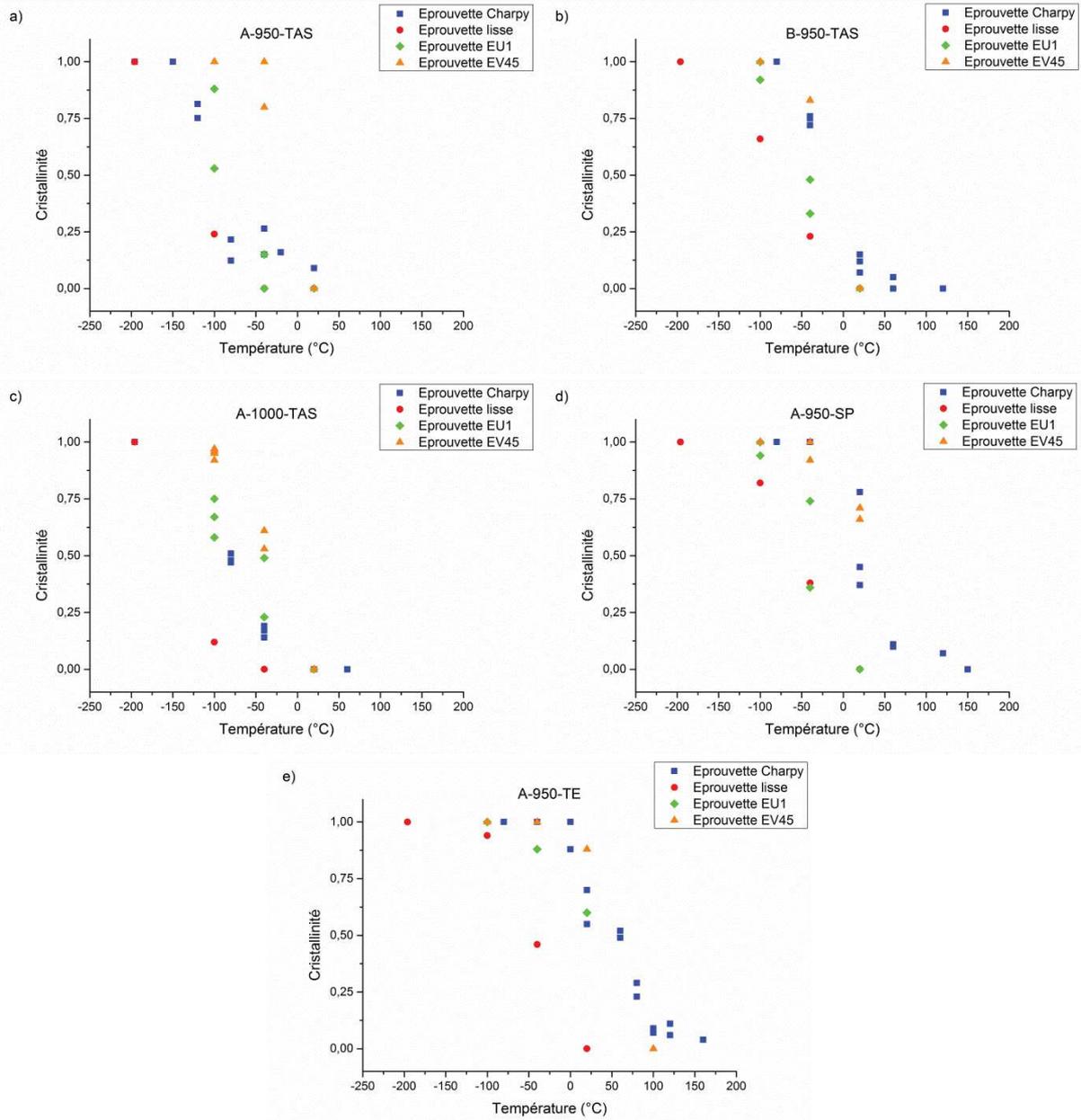


Figure 4. 29 : Cristallinité des éprouvettes Charpy, des éprouvettes lisses et des éprouvettes EU1 et EV45 testées dans le sens long pour les microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE.

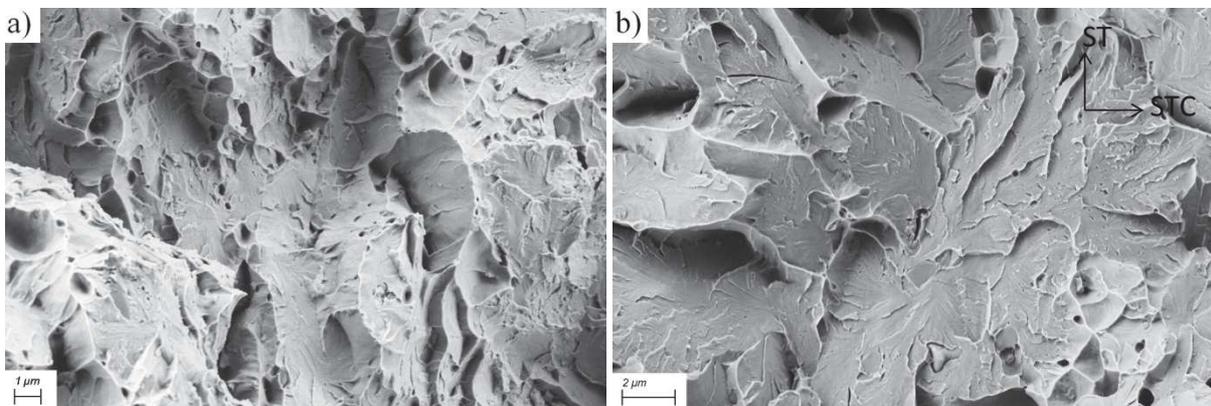


Figure 4. 30 : Faciès de rupture en fond d'entaille de l'éprouvette a) EU1 et b) EV45 pour la microstructure A-950-TAS testée à -100°C.

Seules les microstructures A-950-SP et A-950-TE présentent des faciès entièrement fragiles à -100°C avec les éprouvettes EV45. Quelques cupules sont observables (en bas à droite) sur la Figure 4. 30 b pour la microstructure A-950-TAS. Pour déterminer les contraintes critiques de clivage sans recourir à la modélisation de la propagation d'une fissure ductile, il faut un faciès entièrement fragile. Il a donc été nécessaire de réaliser des essais à -196°C sur des éprouvettes EU1a. A cette température, les microstructures sont très fragiles et il y a un risque que l'amorçage du clivage démarre en bord de l'entaille au lieu de l'intérieur du ligament si l'entaille est trop sévère (il est préférable d'avoir une amorce à l'intérieur du ligament pour la détermination des contraintes critiques de clivage afin de s'affranchir des défauts et des contraintes résiduelles d'usinage). Il a donc été choisi de prendre une géométrie avec des entailles en U de rayon 1 mm. Malgré tout, les éprouvettes EU1a des microstructures A-950-SP et A-950-TE présentent un amorçage du clivage en bord d'entaille. A -196°C , le matériau se déforme assez peu avant la rupture par clivage. Les facettes de clivage ne sont donc pas déformées comme sur la Figure 4. 30 a.

Les courbes des essais à -196°C sont présentées sur la Figure 4. 31. Comme pour les essais à 20°C sur les éprouvettes EU1 et EV45 (Figure 4. 19), la résistance à l'écoulement plastique dépend de la microstructure et elle est corrélée aux valeurs de $R_{p0,2}$ sur éprouvettes lisses. De plus, les ouvertures d'entaille à rupture sont très différentes d'une microstructure à l'autre. Les microstructures A-950-SP et A-950-TE rompent très rapidement avec des ouvertures d'entaille de 0,06 mm et 0,03 mm respectivement. Les microstructures A-1000-TAS et B-950-TAS ont des ouvertures d'entaille à rupture de 0,14 mm et 0,13 mm respectivement. La microstructure A-950-TAS rompt un peu plus tard avec une ouverture d'entaille de 0,19 mm. Les essais ont été triplés sauf pour la microstructure B-950-TAS où seulement deux essais ont été effectués à cause de la quantité de matière disponible. La reproductibilité des essais est commentée dans la partie 3 de ce chapitre pour la détermination des contraintes critiques de clivage (Figure 4. 52).

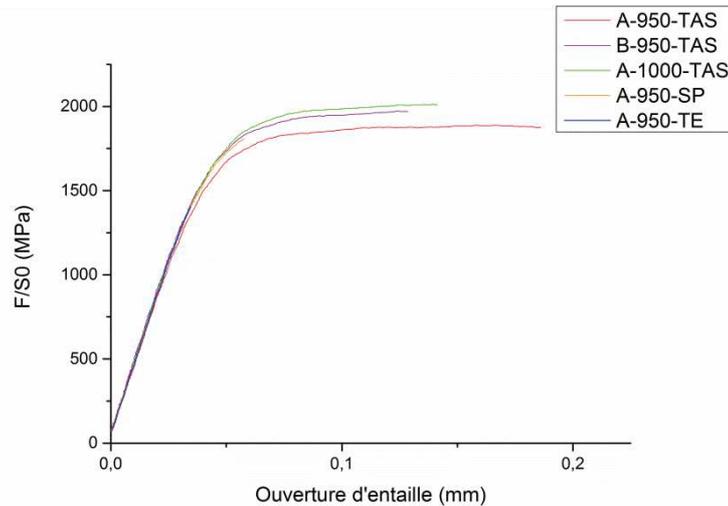


Figure 4. 31 : Courbes de traction sur les éprouvettes EU1a testées à -196°C dans le sens long.

Pour toutes les éprouvettes double-entaillées qui ont rompu de manière fragile, le site d'amorçage du clivage a été déterminé en remontant les rivières de clivage sur le faciès de rupture. Cela concerne les éprouvettes EU1a pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS (pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE, l'amorçage a lieu en bord d'entaille et est difficilement identifiable) et les éprouvettes EV45 testées à -100°C pour toutes les microstructures sauf A-1000-TAS qui est trop ductile à cette température. Sur chaque site d'amorçage, des pointés EDX sont effectués afin de définir l'élément microstructural à l'origine du clivage. Sur quasiment tous les sites d'amorçage, le clivage a démarré au niveau d'une particule. On rencontre deux cas possibles. Si l'analyse EDX donne environ 60 pds.% de chrome sur la particule, c'est un carbure de chrome. Si l'analyse EDX donne majoritairement du titane (environ 50 pds.%) avec de l'oxygène (environ 30 pds.%) du chrome, de l'azote et du fer, c'est un oxyde de titane issu de l'élaboration. De plus, des

pointés EDX sont effectués sur toutes les facettes de clivage entourant la particule. Pour rappel, les grains de ferrite sont enrichis en chrome (15 pds.% au lieu de 11 pds.% dans la martensite). Si l'analyse EDX donne plus de 13 pds.% de chrome, il est supposé que la facette de clivage traverse un grain de ferrite.

La Figure 4. 32 représente les sites d'amorçage des trois éprouvettes EU1a de la microstructure A-950-TAS testées à -196°C . Chaque éprouvette est nommée, par exemple EU1a_A-950-TAS_01, pour que chaque site d'amorçage puisse être associé à une valeur de contrainte critique de clivage déterminée par la suite. Pour chacun des trois sites d'amorçage, le clivage a démarré près d'un carbure de chrome et d'un grain de ferrite. Sur la Figure 4. 32 c, il y a plusieurs cupules au niveau du site d'amorçage et le clivage semble avoir démarré de part et d'autre des cupules.

Pour les trois éprouvettes de la microstructure A-1000-TAS testées à -196°C (Figure 4. 33), le clivage a amorcé sur des oxydes de titane qui sont d'ailleurs fissurés sur les images a et b.

Pour la microstructure B-950-TAS, seulement deux éprouvettes ont été testées à -196°C (Figure 4. 34). Sur l'image a, le clivage a amorcé près d'un carbure de chrome et d'un grain de ferrite. Pour l'image b, l'analyse EDX n'a pas pu être effectuée car le site d'amorçage se situe dans un trou et il n'y avait pas assez de signal reçu par le détecteur.

Les éprouvettes EV45 testées à -100°C ont aussi été observées. Pour la microstructure A-950-TAS, trois éprouvettes ont été testées mais la troisième éprouvette présente trop de cupules sur le site d'amorçage et celui-ci n'est pas facilement identifiable. Le faciès de cette éprouvette n'est donc pas présenté ici. Comme pour les essais à -196°C , le clivage s'amorce près des carbures de chrome et des grains de ferrite (Figure 4. 35).

Pour la nuance B, seulement deux essais ont été effectués à -100°C . Sur la Figure 4. 36 a, l'amorçage du clivage a lieu près de deux carbures de chrome et d'un grain de ferrite. Sur la Figure 4. 36 b, le clivage démarre sur des grains de ferrite mais aucune particule n'est visible.

Pour la microstructure A-950-SP, aucune particule ou grain de ferrite n'ont été identifiés sur la Figure 4. 37 a. En revanche, sur les images b et c, le clivage amorce sur un carbure de chrome et près de grains de ferrite.

Enfin, pour la microstructure A-950-TE (Figure 4. 38), l'amorçage du clivage a lieu sur des carbures de chrome et près de grains de ferrite.

En résumé, pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE, les carbures de chrome sont à l'origine du clivage. De plus, il y a souvent un grain de ferrite près des sites d'amorçage. D'après Miotti Bettanini [Mio2018], la ferrite est soumise à une triaxialité des contraintes élevée due au contraste mécanique entre la ferrite et la martensite. Cependant, comme cela a été évoqué dans le Chapitre 2, les carbures de chrome sont situés préférentiellement près ou dans des grains de ferrite. En conséquence, il est difficile de savoir si la ferrite est présente sur les sites d'amorçage car elle joue un rôle dans l'amorçage du clivage ou si elle est juste présente car il y a souvent un grain de ferrite près des carbures de chrome dans la microstructure. En revanche, pour la microstructure A-1000-TAS qui possède moins de carbures de chrome (0,1% contre 0,4% pour A-950-TAS), ce sont les oxydes de titane qui sont à l'origine du clivage.

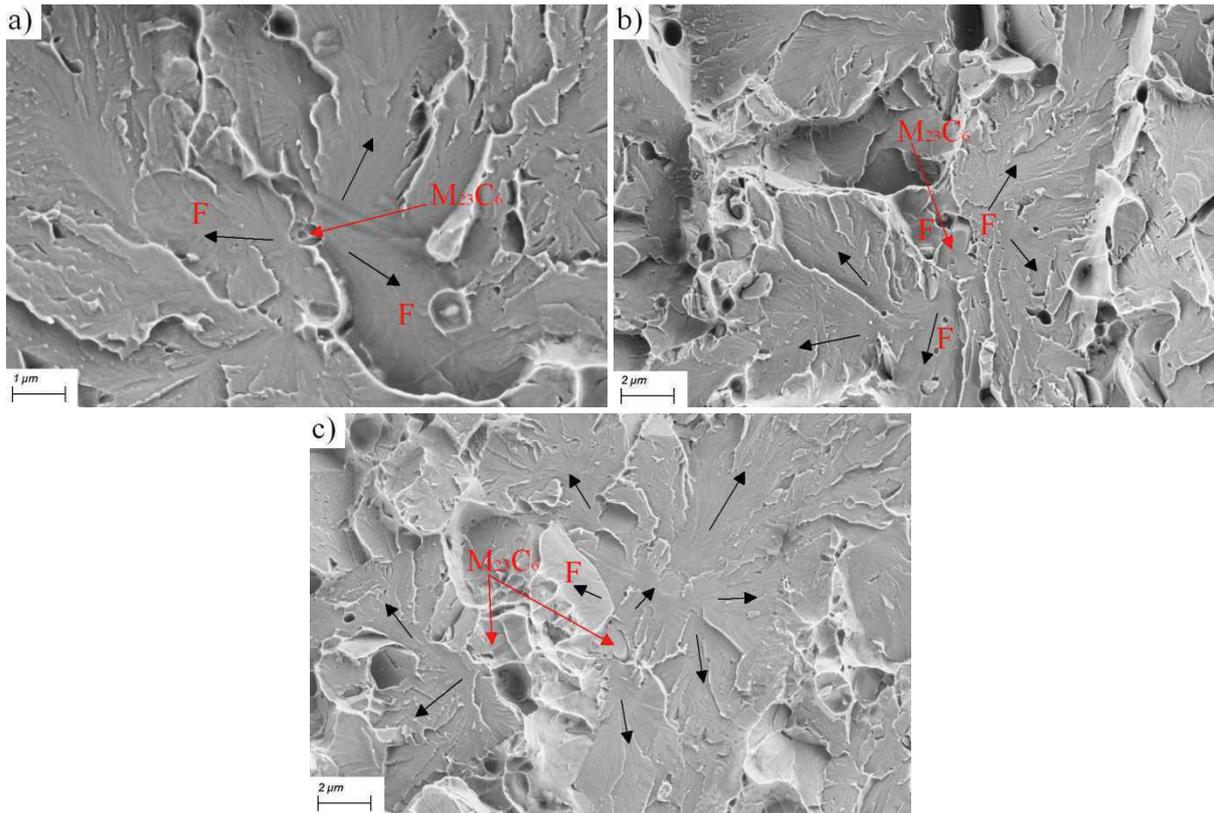


Figure 4. 32 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EU1a_A-950-TAS_01, b) EU1a_A-950-TAS_02 et c) EU1a_A-950-TAS_03 testées à -196°C (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

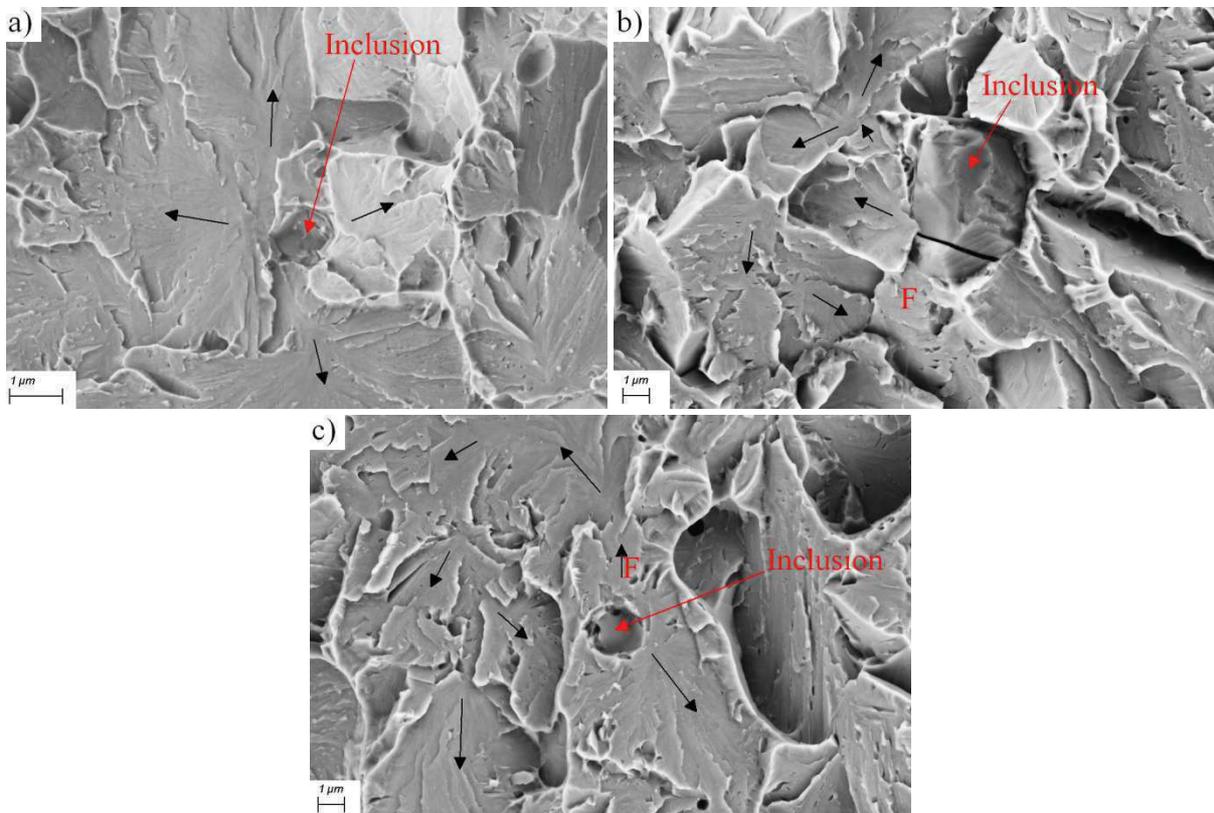


Figure 4. 33 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EU1a_A-1000-TAS_01, b) EU1a_A-1000-TAS_02 et c) EU1a_A-1000-TAS_03 testées à -196°C (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

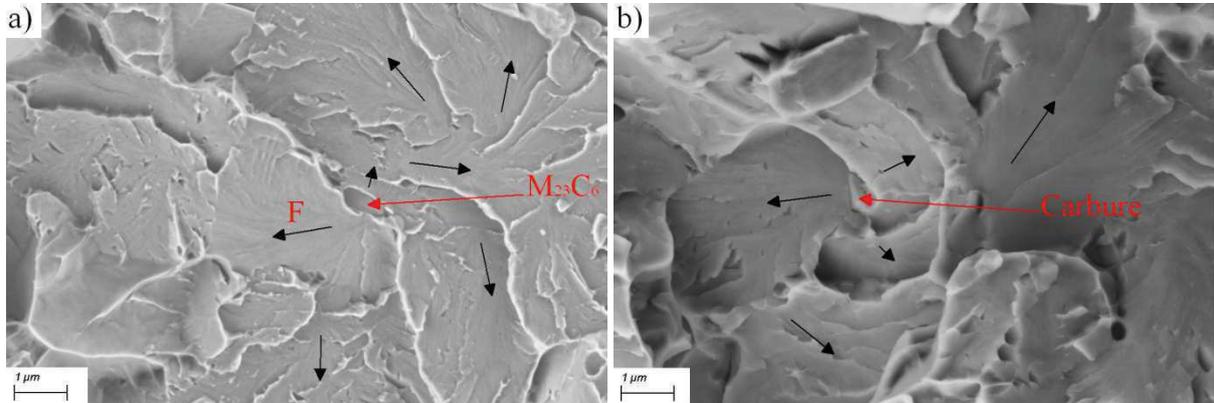


Figure 4. 34 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EU1a_B-950-TAS_01 et b) EU1a_B-950-TAS_02 testées à -196°C (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

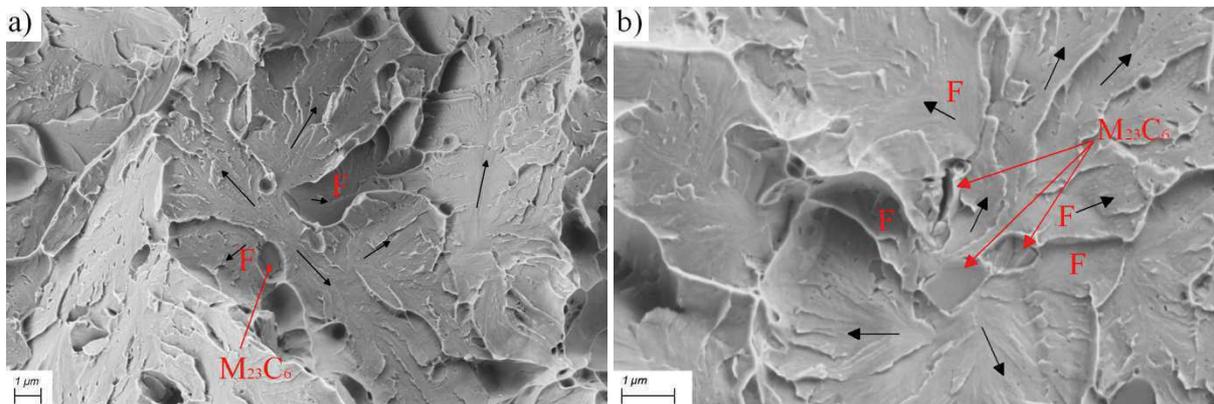


Figure 4. 35 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EV45_A-950-TAS_01 et b) EV45_A-950-TAS_02 testées à -100°C (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

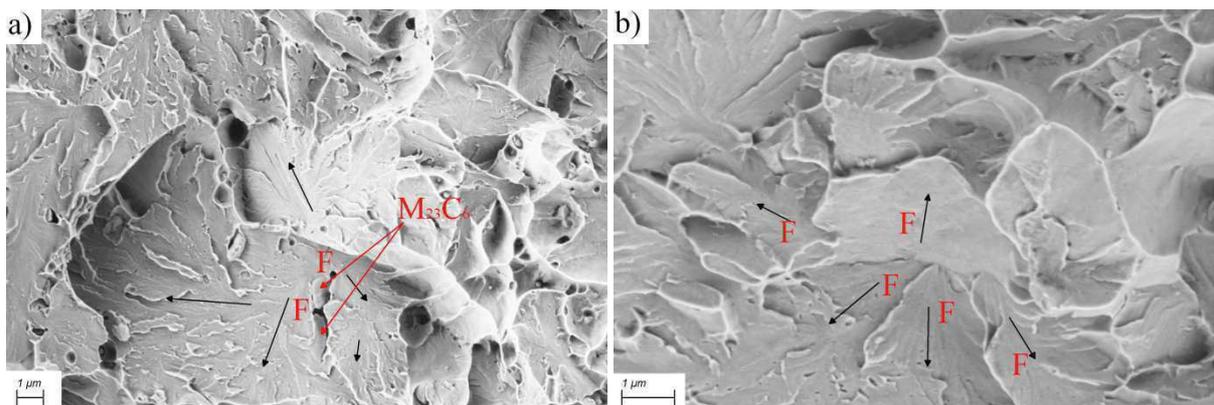


Figure 4. 36 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EV45_B-950-TAS_01 et b) EV45_B-950-TAS_02 testées à -100°C (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

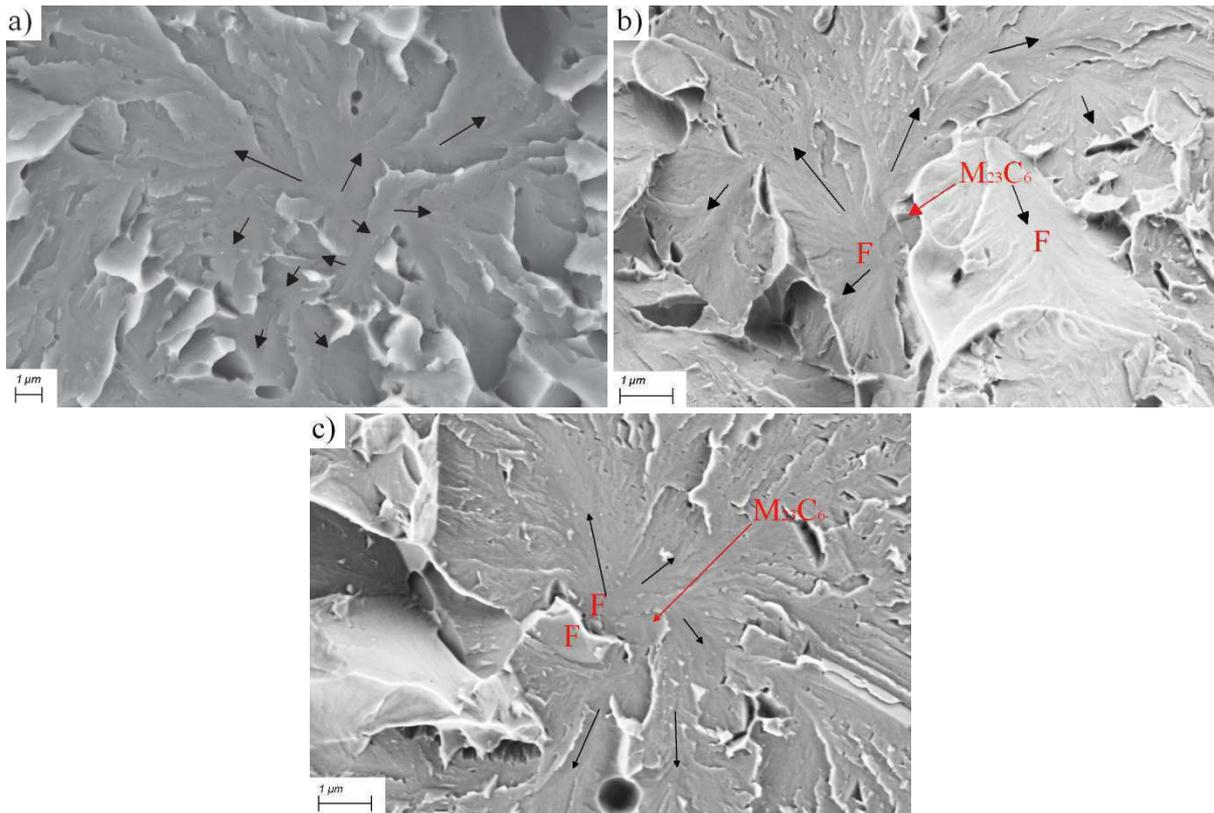


Figure 4. 37 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EV45_A-950-SP_01, b) EV45_A-950-SP_02 et c) EV45_A-950-SP_03 testées à $-100^{\circ}C$ (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

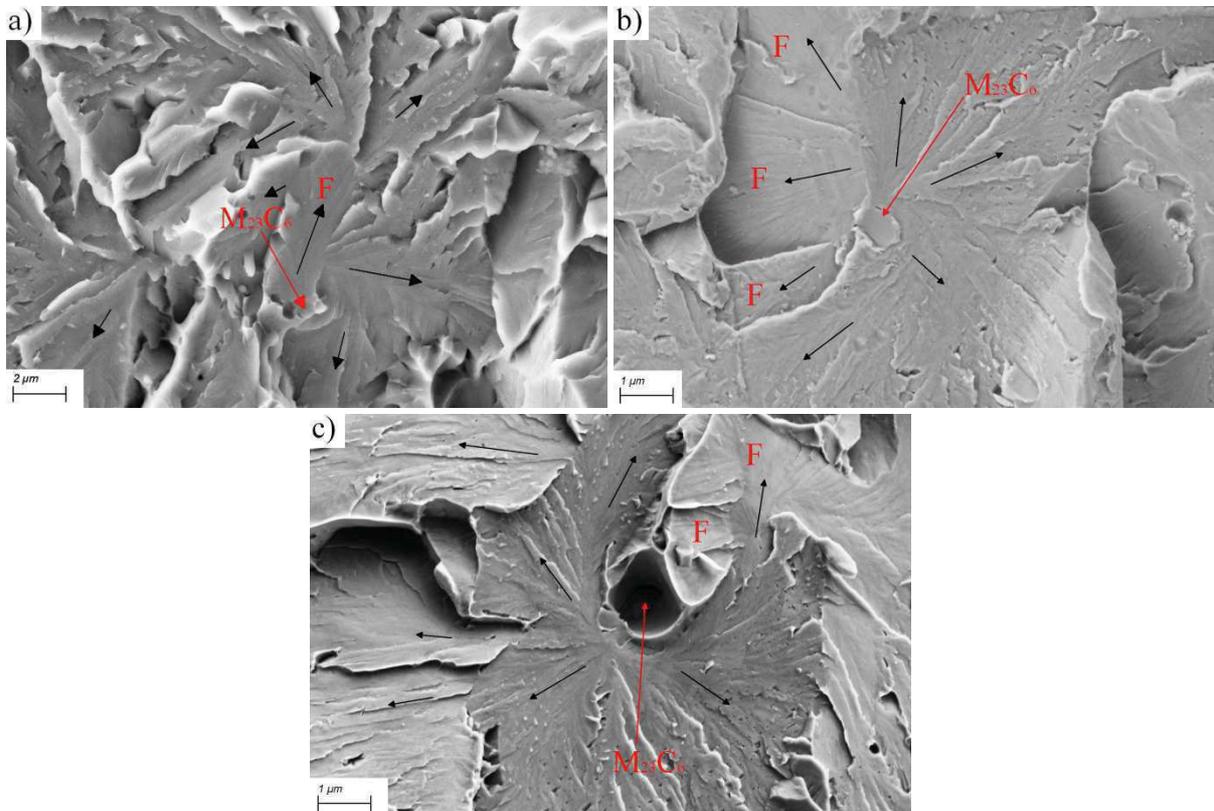


Figure 4. 38 : Sites d'amorçage du clivage sur les éprouvettes a) EV45_A-950-TE_01, b) EV45_A-950-TE_02 et c) EV45_A-950-TE_03 testées à $-100^{\circ}C$ (F=Ferrite). Les flèches noires représentent les directions de propagation de la fissure.

2.5. Conclusion sur les essais de traction

A température ambiante, les valeurs de $R_{p0,2}$ et de R_m varient en fonction de la microstructure. Les deux éléments qui semblent le plus impacter la valeur de $R_{p0,2}$ sont les fractions de ferrite et d'austénite. De plus, l'anisotropie en contrainte et en déformation mesurée pour des sollicitations dans le sens long et le sens travers est faible.

La valeur de $R_{p0,2}$ augmente avec la diminution de la température de l'essai. Les fractions d'austénite sont trop faibles pour générer l'inflexion caractéristique de l'effet TRIP sur les courbes de traction. Cependant, une partie de l'austénite se transforme en martensite d'écrouissage avant la striction pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS avec une augmentation de la fraction de martensite d'écrouissage lorsque la température de l'essai diminue.

Les faciès de rupture des éprouvettes lisses présentent deux populations de cupules (sauf pour la microstructure B-950-TAS) contrairement aux éprouvettes Charpy qui n'en présentent qu'une pour toutes les microstructures.

Les énergies d'amorçage et de propagation d'une fissure ductile ont été mesurées pour les nuances A et B à l'aide d'essais de traction quasi-statiques sur des éprouvettes Kahn. Les énergies sont similaires pour les deux nuances. Ces essais ne sont donc pas représentatifs du comportement de ces matériaux lors d'un essai Charpy.

En ce qui concerne les essais sur les éprouvettes double-entaillées, la résistance à l'écoulement plastique diffère selon la microstructure et la température de l'essai, suivant les mêmes évolutions que le $R_{p0,2}$ et le R_m . Les faciès de rupture des éprouvettes EU1 ressemblent à ceux des éprouvettes lisses avec deux populations de cupules sauf pour la microstructure B-950-TAS. En revanche, les éprouvettes EV45 ne présentent principalement qu'une seule population de cupules, comme pour les éprouvettes Charpy (sauf pour la microstructure A-1000-TAS). Cette différence de populations de cupules entre les éprouvettes EU1 et EV45 est liée à la triaxialité des contraintes qui est plus élevée dans les éprouvettes EV45 et les éprouvettes Charpy que dans les éprouvettes EU1 et les éprouvettes lisses.

Les facettes de clivage sont très déformées dans les éprouvettes EU1 comparées à celles des éprouvettes EV45 et EU1a car les éprouvettes EU1 rompent pour des ouvertures d'entaille élevées donc une fois le matériau très déformé. De plus, l'observation des sites d'amorçage du clivage a permis d'identifier les carbures de chrome comme étant à l'origine du clivage pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE. Dans le cas de la microstructure A-1000-TAS qui possède moins de carbures de chrome (0,1%), ce sont les inclusions (oxydes de titane) qui sont à l'origine du clivage.

3. Analyse mécanique des conditions d'amorçage de la rupture par clivage

Les essais sur les éprouvettes EU1, EV45 et EU1a sont analysés mécaniquement par la méthode des éléments finis, l'objectif étant de déterminer les valeurs de la contrainte critique d'amorçage de la rupture par clivage pour chaque éprouvette. Ces contraintes critiques de clivage ont été déterminées pour chaque microstructure afin d'être comparées aux résultats des essais Charpy. Le logiciel utilisé est Z-set. Il a été décidé d'étudier seulement le comportement dans le sens long.

3.1. Lois de comportement

Pour analyser mécaniquement les essais, il faut d'abord déterminer les lois de comportement des microstructures en fonction de la température.

La loi de comportement élastoplastique comprend une équation décrivant le comportement élastique par la loi de Hooke (avec $E = 210$ GPa et $\nu = 0,3$) et une loi d'écrouissage isotrope R :

$$R(p) = R_0 + Hp + Q_1(1 - e^{-b_1p}) + Q_2(1 - e^{-b_2p}) \quad (\text{Eq. 4. 5})$$

avec p la déformation plastique cumulée. Les paramètres R_0 , H , Q_1 , b_1 , Q_2 et b_2 sont optimisés pour décrire le comportement du matériau. L'exponentielle avec les paramètres Q_1 et b_1 représente l'écrouissage pour de faibles déformations (l'exponentielle sature autour de 1% de déformation selon les valeurs de b_1 données dans le Tableau 4. 2). Le deuxième terme exponentiel avec les paramètres Q_2 et b_2 représente l'écrouissage pour des déformations intermédiaires (l'exponentielle sature à 12,5% de déformation). Enfin le paramètre H contrôle le comportement en grandes déformations (écrouissage linéaire) une fois que les deux termes exponentiels s'approchent de leurs asymptotes respectives.

Les taux de déformation étant élevés en fond d'entaille, on utilise une modélisation en grandes déformations avec une intégration implicite par la méthode de Newton-Raphson. Les coefficients de Lankford étant proches de 1, on utilise un critère isotrope, à savoir le critère de von Mises.

Pour optimiser les paramètres de la loi de comportement, les éprouvettes lisses, EU1 et EV45 sont maillées grossièrement (taille de l'élément ~ 100 μm en fond d'entaille pour les éprouvettes entaillées) avec des éléments quadratiques à intégration réduite. Un huitième de l'éprouvette est modélisé avec les conditions de symétrie usuelles (Figure 4. 39). L'identification des paramètres à 20°C, -40°C et -100°C a été faite en trois étapes. La première étape consiste à optimiser les paramètres Q_1 , b_1 , Q_2 et b_2 à partir des courbes de traction avant striction sur éprouvette lisse. On utilise l'optimiseur Z-opt afin de minimiser l'écart entre la courbe expérimentale et la courbe de l'essai simulé. La méthode d'optimisation utilisée est la méthode de Levenberg-Marquardt. La deuxième étape consiste à optimiser le paramètre H à partir de la courbe de traction sur l'éprouvette EU1, pour laquelle les déformations atteignent des valeurs plus élevées que dans une éprouvette lisse. La troisième étape consiste à valider la loi de comportement en vérifiant qu'elle simule correctement les essais sur les éprouvettes EV45.

Le Tableau 4. 2 récapitule les valeurs des paramètres R_0 , H , Q_1 , b_1 , Q_2 et b_2 pour chaque microstructure et chaque température d'essai. R_0 ne correspond pas au $R_{p0,2}$ puisque ce dernier correspond à une déformation plastique de 0,2% contre 0% pour R_0 . Pour simuler au mieux le tout début de la déformation plastique par la loi d'écrouissage, R_0 a été choisi égal à 600 MPa. Cette valeur de 600 MPa correspond à la fin du domaine élastique pour l'essai à 20°C. L'influence de la température sur le $R_{p0,2}$ est pris en compte par l'évolution du paramètre Q_1 avec la température. De plus, il est possible de décrire correctement le comportement des différentes microstructures en conservant les paramètres Q_2 et b_2 constants. C'est le paramètre H qui varie en fonction de la microstructure et de la température de l'essai.

Pour la température de -196°C, les paramètres de la loi d'écrouissage ont été choisis à l'aide de la courbe de traction sur l'éprouvette lisse et le paramètre H a été choisi à l'aide de la Figure 4. 40 c par extrapolation. Ensuite, les paramètres sont vérifiés en comparant la courbe de l'essai sur l'éprouvette EU1a avec la courbe simulée (directement sur un maillage fin présenté par la suite).

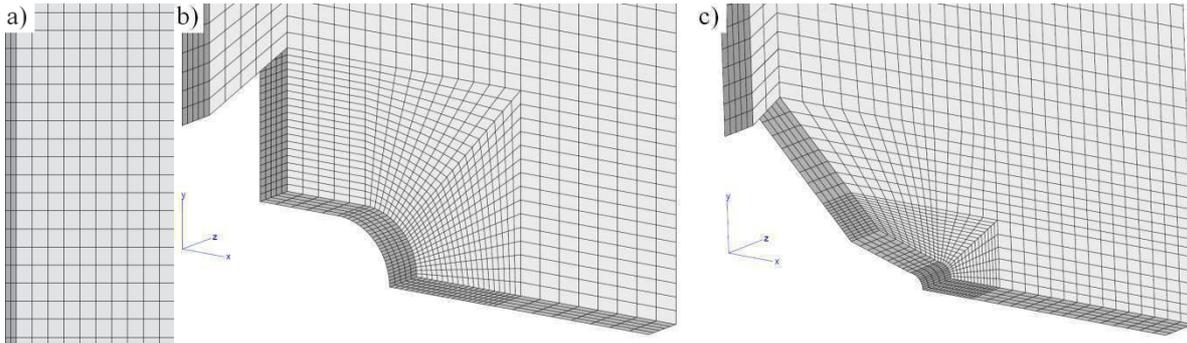


Figure 4. 39 : Maillage a) d'une éprouvette lisse et d'un huitième d'une éprouvette b) EU1 et c) EV45 (zone proche de l'entaille).

A-950-TAS

a)	R_0 (MPa)	H (MPa)	Q_1 (MPa)	b_1	Q_2 (MPa)	b_2
T=20°C	600	425	460	475	208	37
T=-40°C		600	520	475		
T=-100°C		800	580	565		
T=-196°C		1100	900	750		

B-950-TAS

b)	R_0 (MPa)	H (MPa)	Q_1 (MPa)	b_1	Q_2 (MPa)	b_2
T=20°C	600	425	540	400	208	37
T=-40°C		550	590	400		
T=-100°C		750	650	450		
T=-196°C		1050	980	800		

A-1000-TAS

c)	R_0 (MPa)	H (MPa)	Q_1 (MPa)	b_1	Q_2 (MPa)	b_2
T=20°C	600	400	580	425	208	37
T=-40°C		500	630	425		
T=-100°C		750	700	475		
T=-196°C		1050	1000	750		

A-950-SP

d)	R_0 (MPa)	H (MPa)	Q_1 (MPa)	b_1	Q_2 (MPa)	b_2
T=20°C	600	425	520	425	208	37
T=-40°C		550	590	475		
T=-100°C		600	670	600		

A-950-TE

e)	R_0 (MPa)	H (MPa)	Q_1 (MPa)	b_1	Q_2 (MPa)	b_2
T=20°C	600	425	580	400	208	37
T=-40°C		425	650	450		
T=-100°C		425	745	500		

Tableau 4. 2 : Paramètres de la loi d'écroutissage pour les microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-1000-TAS, d) A-950-SP et e) A-950-TE testées dans le sens long, en fonction de la température.

Les graphiques permettant de comparer les courbes expérimentales et simulées sont présentées plus loin dans ce chapitre, avec les simulations issues de maillages plus fins.

La Figure 4. 40 montre l'évolution des paramètres Q_1 , b_1 et H en fonction de la température. Pour rappel, les essais à -196°C n'ont pas été validés pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE. Les évolutions du paramètre Q_1 en fonction de la microstructure et de la température sont très similaires à celles de $R_{p0.2}$ (Figure 4. 9). Le paramètre b_1 augmente aussi à basses températures, pour toutes les microstructures. En revanche, l'évolution du paramètre H dépend de la microstructure. Le paramètre H augmente linéairement avec la diminution de la température pour les microstructures A-950-TAS,

B-950-TAS et A-1000-TAS. En revanche le paramètre H reste constant et faible pour la microstructure A-950-TE et semble avoir un comportement intermédiaire entre les microstructures A-950-TAS et A-950-TE pour la microstructure A-950-SP.

Pour rappel, le paramètre H décrit le comportement en grandes déformations. D'après la Figure 4. 12, une partie de l'austénite se transforme en martensite d'écroissage avant la striction pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS, ce qui n'est pas le cas des microstructures A-950-SP et A-950-TE. De plus, la stabilité mécanique de l'austénite étant plus faible à basses températures, la fraction d'austénite transformée augmente lorsque la température de l'essai diminue. Le paramètre H semble suivre les mêmes évolutions que la fraction d'austénite transformée. De plus, les taux de déformation atteints dans les éprouvettes double-entaillées sont beaucoup plus élevés que les valeurs d'Ag, favorisant la transformation de l'austénite. L'augmentation du paramètre H est peut-être lié à l'écroissage apporté par la transformation martensitique dans les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS à basses températures.

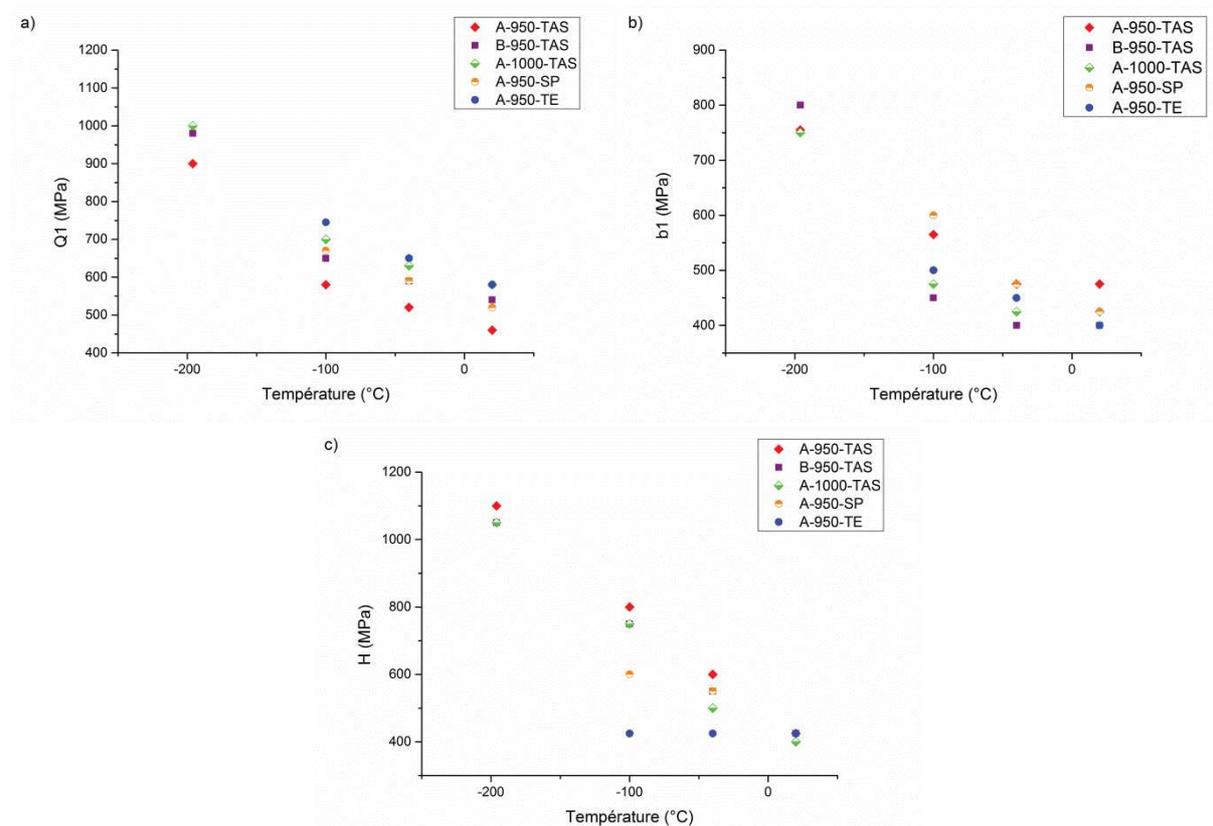


Figure 4. 40 : Evolution des paramètres a) Q_1 , b) b_1 et c) H en fonction de la température.

3.2. Résultats des simulations

Les simulations numériques sont réalisées sur des maillages fins en 3D avec des éléments quadratiques à intégration réduite. La taille de la maille est de $50 \times 50 \times 50 \mu\text{m}^3$ au niveau des entailles. Un huitième de l'éprouvette de traction est modélisé avec les conditions de symétrie usuelles (Figure 4. 41). Ce niveau de raffinement n'affecte pas le comportement macroscopique des courbes de traction.

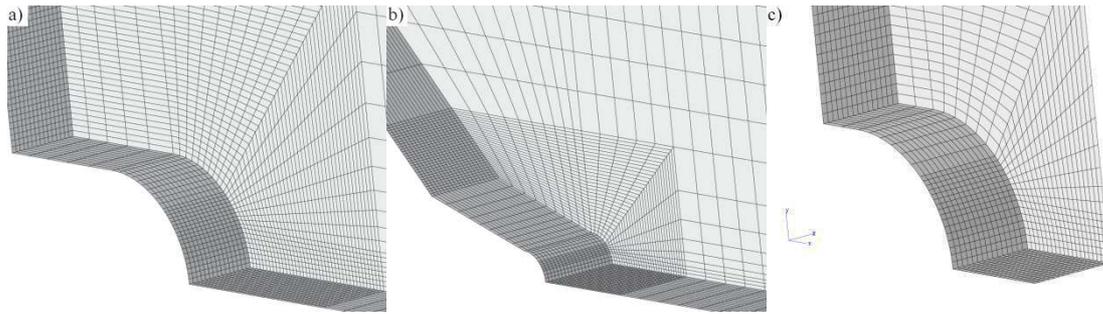


Figure 4. 41 : Maillage d'un huitième d'une éprouvette a) EU1, b) EV45 et c) EU1a (proche de l'entaille).

Les essais sur éprouvettes entaillées engendrent de fortes déformations plastiques (largement supérieures à la déformation élastique). Afin d'éviter de fortes oscillations spatiales de contraintes dues au calcul de la contrainte dans les cas quasi-incompressibles, il est nécessaire d'utiliser des éléments finis avec une formulation dite mixte [Fel2011]. Les éléments mixtes, en plus du déplacement, introduisent la pression et la variation de volume comme inconnues nodales du problème. La pression et le changement de volume sont interpolés linéairement. Ces éléments permettent d'éliminer les oscillations dues à l'incompressibilité. Cela n'impacte ni les courbes macroscopiques ni les lois de comportement décrites précédemment.

La Figure 4. 42 permet de comparer les courbes de traction conventionnelles expérimentales et simulées pour les essais sur éprouvettes lisses. La partie après striction n'est pas simulée et n'est pas représentée sur les courbes expérimentales. L'écart maximal en contrainte entre la courbe expérimentale et la courbe simulée est de 3% (43 MPa) et il est atteint avec l'essai à -100°C sur la microstructure A-950-SP. Ces écarts sont surtout visibles pour les faibles déformations ce qui n'affecte a priori pas les contraintes critiques de clivage. De plus, la contrainte est le plus souvent sous-estimée.

La Figure 4. 43 représente les courbes expérimentales et simulées pour les essais sur éprouvettes EU1. L'écart maximal en contrainte nette est de 4% (57 MPa). Il est atteint avec l'essai à -100°C sur la microstructure A-950-SP. Pour cette géométrie, la contrainte est plutôt surestimée. C'est pourquoi il n'a pas été possible de mieux simuler, à la fois, les courbes des éprouvettes lisses et celles des éprouvettes entaillées. Pour mieux simuler les essais, il est possible d'utiliser un critère de plasticité plus général comme le critère d'Hosford mais il a été choisi de garder le critère de von Mises car les écarts entre les courbes expérimentales et simulées sont jugés acceptables.

La Figure 4. 44 représente les courbes expérimentales et simulées pour les essais sur éprouvettes EV45. La fissuration ductile n'est pas simulée. L'écart maximal en contrainte nette est de 3% (40 MPa). Il est atteint avec l'essai à -40°C sur la microstructure A-950-TAS.

La Figure 4. 45 permet de comparer les courbes expérimentales et simulées pour les essais sur éprouvettes EU1a. L'écart maximal en contrainte nette est de 1,5% (30 MPa). Il est atteint avec l'essai sur la microstructure A-950-TAS.

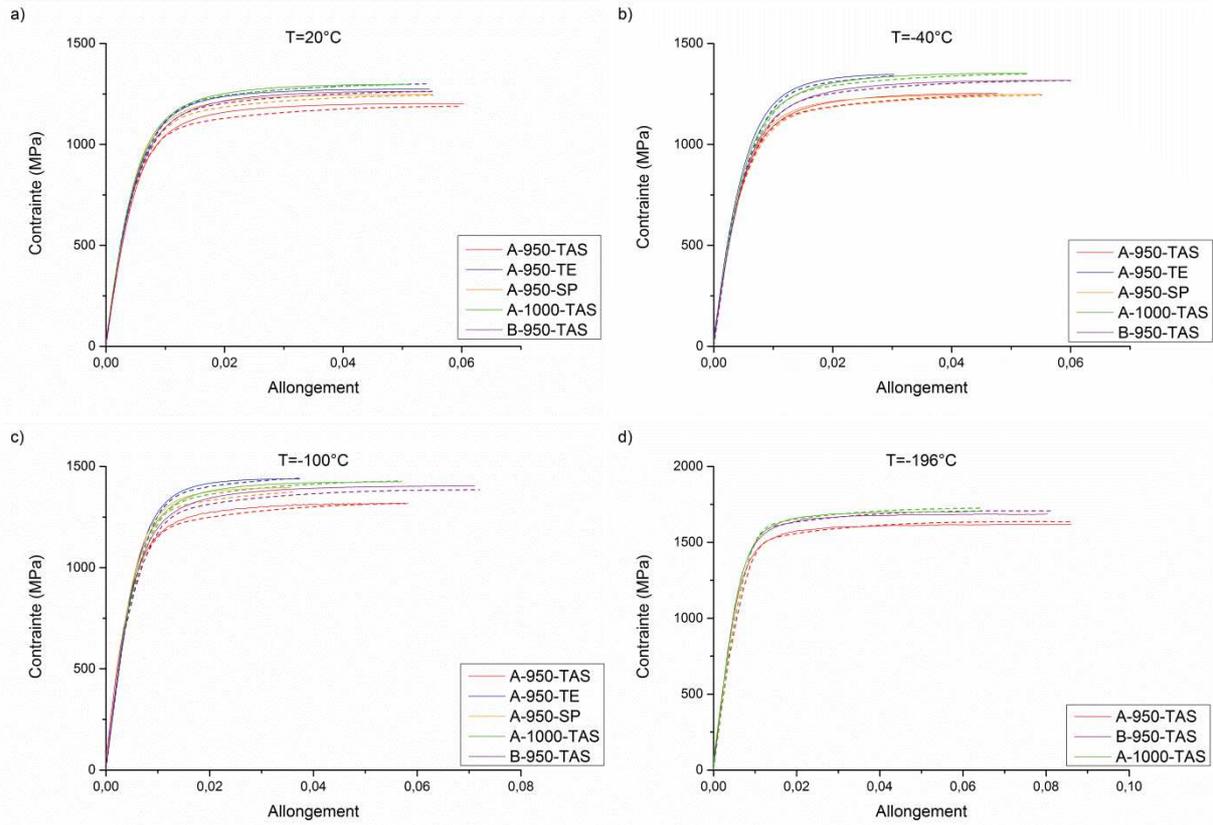


Figure 4. 42 : Courbes expérimentales (traits pleins) et simulées (traits en pointillés) pour les essais sur éprouvettes lisses à a) 20°C, b) -40°C, c) -100°C et d) -196°C.

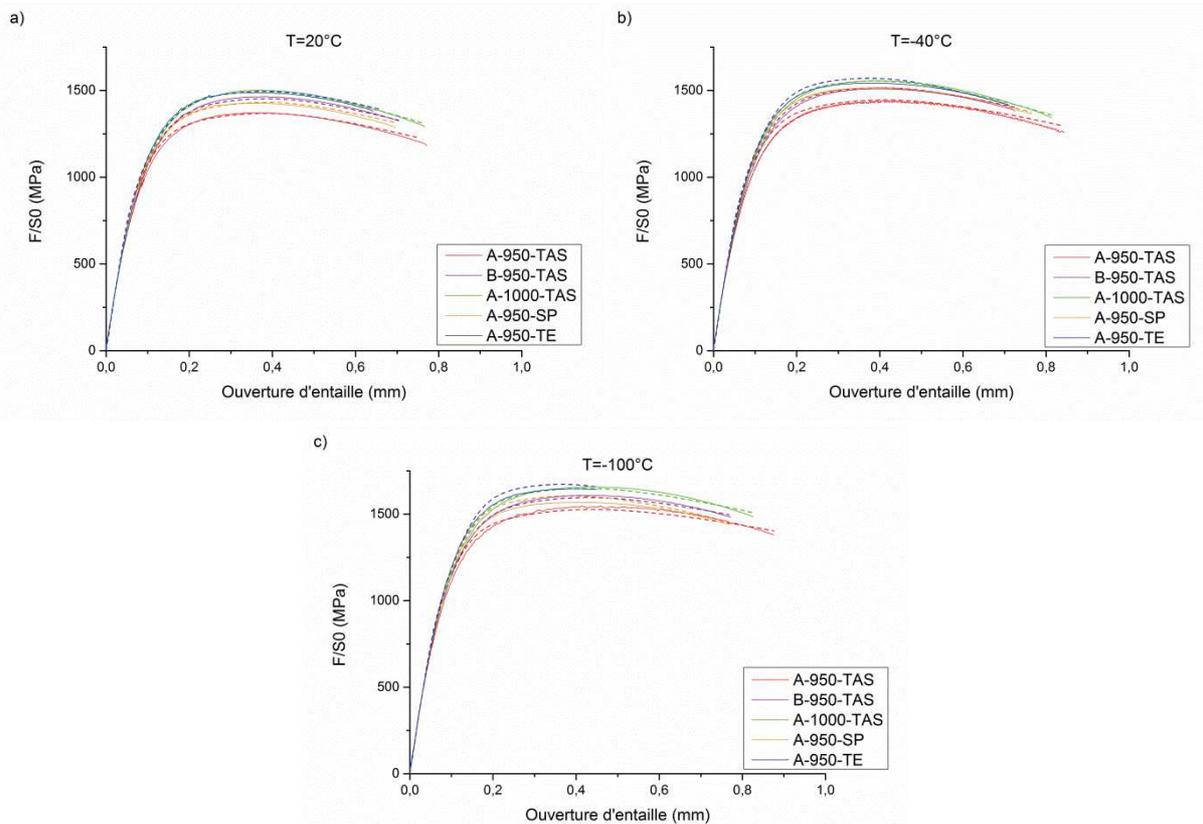


Figure 4. 43 : Courbes expérimentales (traits pleins) et simulées (traits en pointillés) pour les essais sur éprouvettes EU1 à a) 20°C, b) -40°C et c) -100°C.

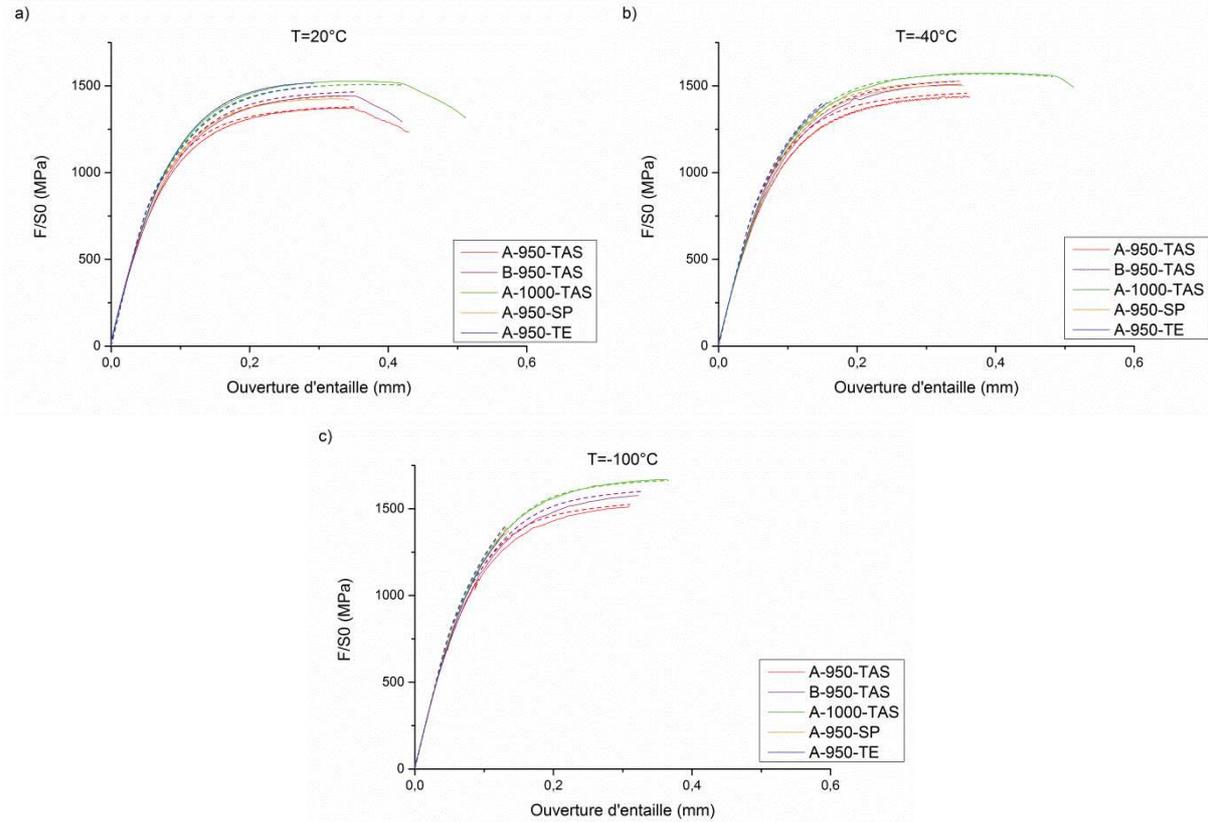


Figure 4. 44 : Courbes expérimentales (traits pleins) et simulées (traits en pointillés) pour les essais sur éprouvettes EV45 à a) 20°C , b) -40°C et c) -100°C .

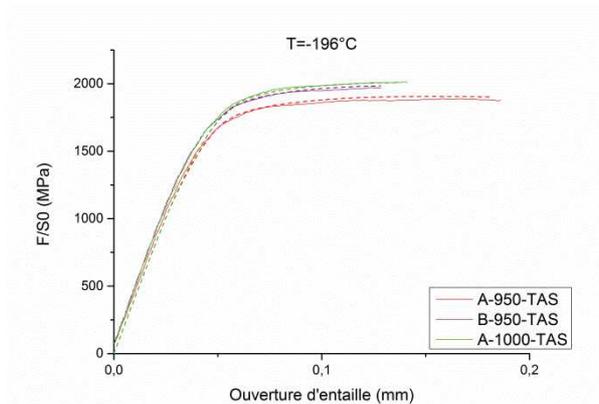


Figure 4. 45 : Courbes expérimentales (traits pleins) et simulées (traits en pointillés) pour les essais sur éprouvettes EU1a à -196°C .

La triaxialité des contraintes est calculée à l'instant où l'ouverture d'entaille de la courbe simulée atteint l'ouverture d'entaille à rupture expérimentale, le long du ligament à mi-épaisseur dans les éprouvettes EU1 et EV45 pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C (Figure 4. 46). Comme il a déjà été dit précédemment, plus l'entaille est sévère, plus la triaxialité des contraintes est élevée, notamment près de l'entaille. Pour l'éprouvette EV45, la triaxialité atteint la valeur de 0,9 tandis que dans l'éprouvette EU1, la valeur maximale est de 0,8 au moment de la rupture. En revanche, la zone du ligament avec de forts taux de triaxialité est plus grande dans l'éprouvette EU1. Cela est aussi visible sur la Figure 4. 47 où la zone avec des contraintes axiales élevées est plus étendue dans l'éprouvette EU1. Pour rappel, l'éprouvette EU1 de la microstructure A-950-TAS rompt avec une ouverture d'entaille à rupture deux fois plus élevée que l'éprouvette EV45 (0,8 mm au lieu de 0,4 mm avec l'éprouvette EV45). Lors d'un essai sur une éprouvette EV45, les valeurs de triaxialité

augmentent localement très rapidement et engendrent des valeurs de contraintes locales élevées près de l'entaille, ce qui amène à une rupture plus rapide que lors d'un essai sur une éprouvette EU1.

De plus, la Figure 4. 48 montre que le ligament est totalement plastifié au moment de la rupture pour les éprouvettes EU1 et que ce n'est pas le cas pour les éprouvettes EV45.

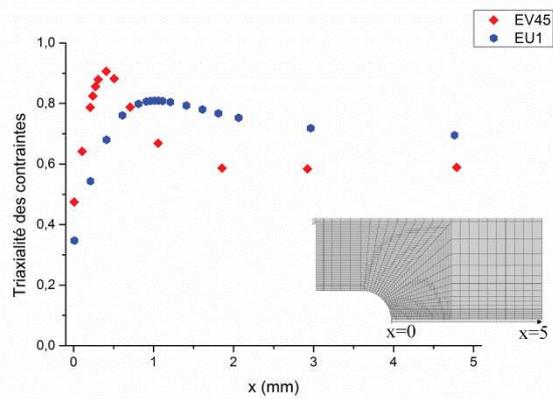


Figure 4. 46 : Triaxialité des contraintes le long du ligament (à mi-épaisseur), au moment de la rupture pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C.

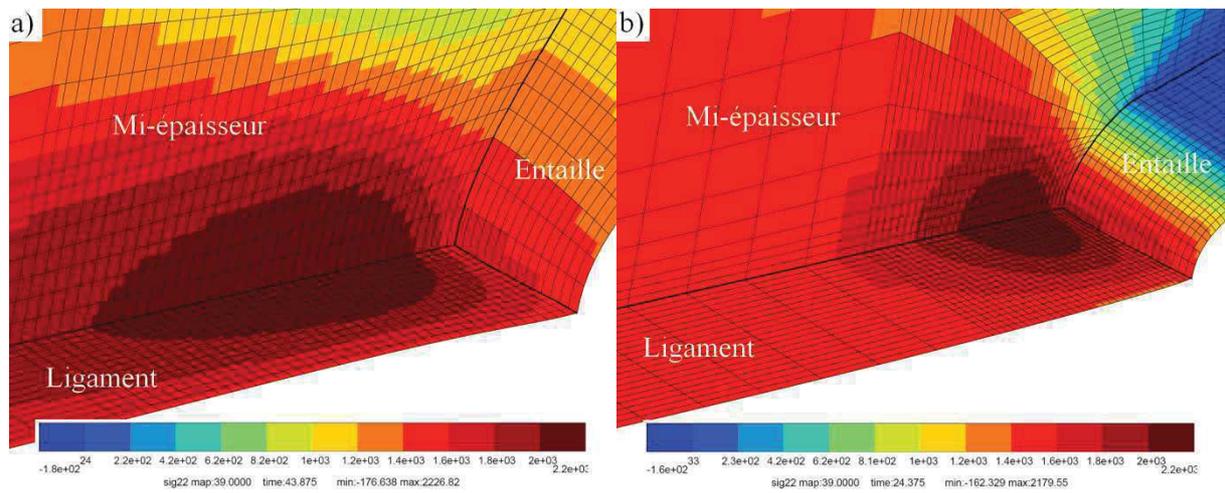


Figure 4. 47 : Isovaleurs (sur points de Gauss) des contraintes axiales au moment de la rupture pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C sur l'éprouvette a) EU1 et b) EV45 (zone proche de l'entaille).

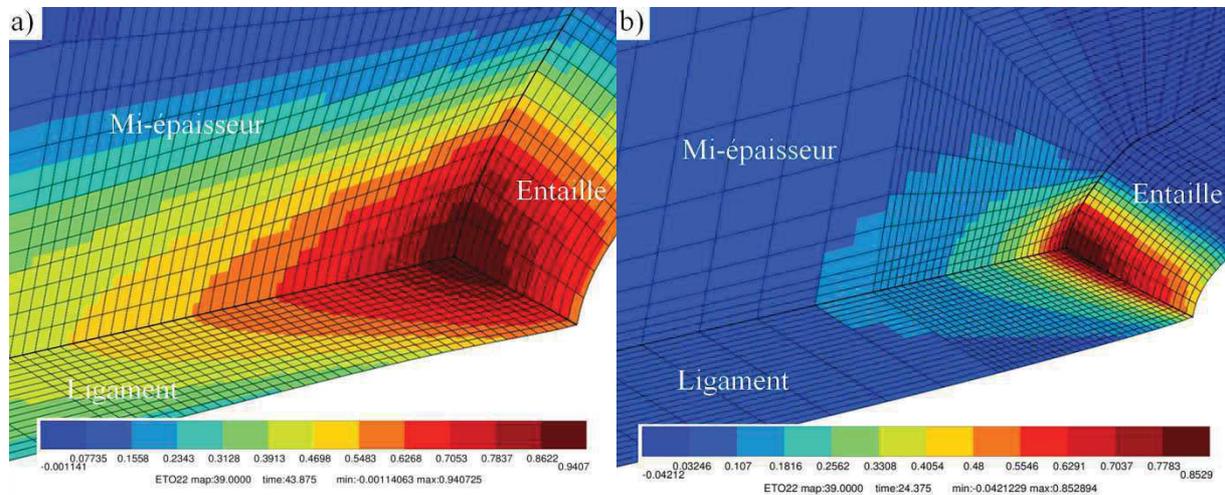


Figure 4. 48 : Isovaleurs (sur points de Gauss) des déformations axiales au moment de la rupture pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C sur l'éprouvette a) EU1 et b) EV45 (zone proche de l'entaille).

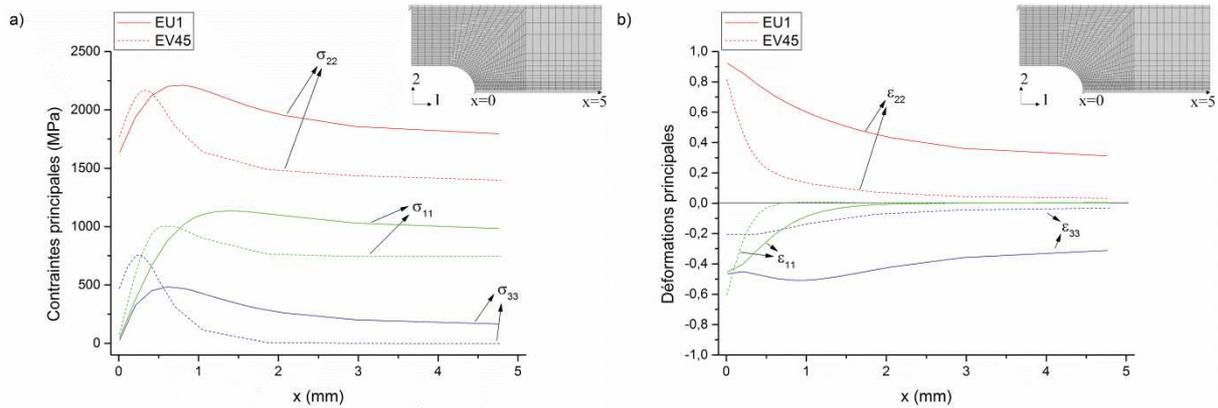


Figure 4. 49 : a) Contraintes principales et b) déformations principales le long du ligament (à mi-épaisseur), au moment de la rupture pour la microstructure A-950-TAS testée à 20°C.

L'évolution des contraintes et des déformations principales à mi-épaisseur le long du ligament au moment de la rupture est représentée sur la Figure 4. 49 (les variations de la contrainte σ_{22} et de la déformation ϵ_{22} le long du ligament correspondent aux variations visibles sur la Figure 4. 47 et la Figure 4. 48 respectivement). Au moment de la rupture, les contraintes σ_{22} maximales sont similaires pour les deux géométries d'éprouvettes (environ 2200 MPa). En ce qui concerne les déformations principales à rupture, la déformation est très localisée et en bord d'entaille dans le cas de l'éprouvette EV45, tandis qu'elle est élevée tout le long du ligament pour l'éprouvette EU1.

Les évolutions de contraintes et déformations le long du ligament sont similaires pour toutes les microstructures.

Les contraintes critiques de clivage sont déterminées sur les éprouvettes EV45 testées à -100°C et les éprouvettes EU1a testées à -196°C. La triaxialité des contraintes, les contraintes et les déformations principales sont donc comparées pour ces essais sur la microstructure A-950-TAS (Figure 4. 50 et Figure 4. 51). Pour la détermination des contraintes critiques, on s'intéresse aux valeurs de contraintes sur le maillage déformé (pour pouvoir faire la comparaison avec les faciès de rupture). Les courbes sont donc cette fois-ci représentées en fonction de la position X le long du ligament sur le maillage déformé, avec les coordonnées des points de Gauss au moment de la rupture et non les coordonnées initiales.

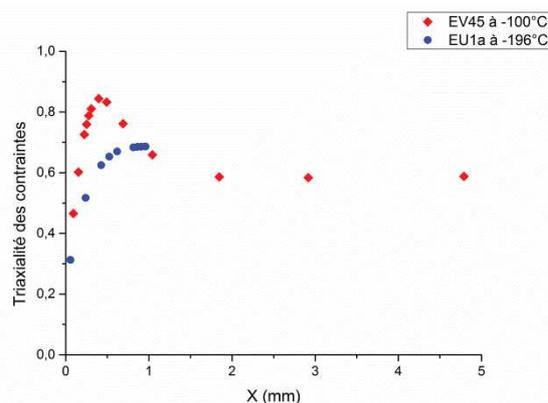


Figure 4. 50 : Triaxialité des contraintes le long du ligament (à mi-épaisseur) sur la géométrie déformée, au moment de la rupture pour la microstructure A-950-TAS.

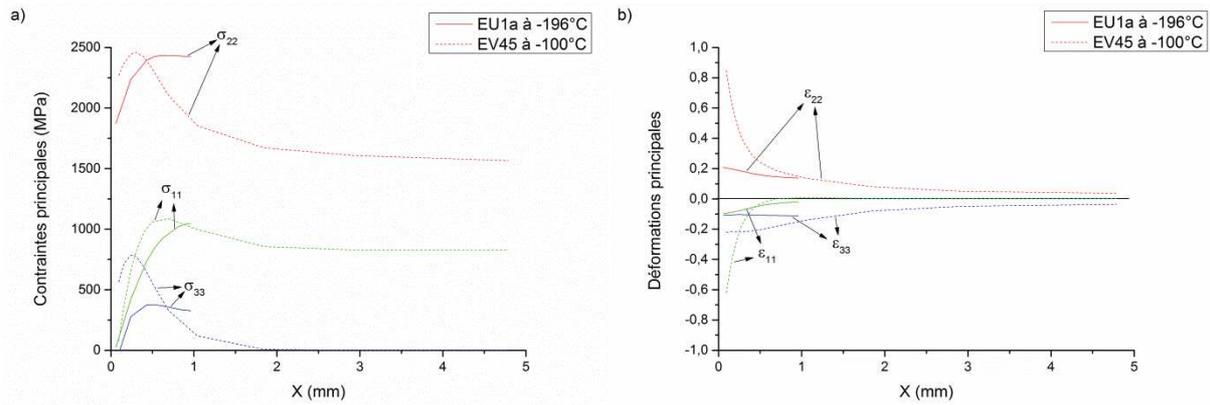


Figure 4.51 : a) Contraintes principales et b) déformations principales le long du ligament (à mi-épaisseur) sur la géométrie déformée, au moment de la rupture pour la microstructure A-950-TAS.

Le rayon d'entaille et la longueur du ligament sont différents entre les éprouvettes EU1a et EV45. Cela engendre des écarts significatifs de triaxialité des contraintes et de déformation près de l'entaille. Les contraintes critiques de clivage estimées sur les éprouvettes EU1a et EV45 ne seront donc pas facilement comparables.

3.3. Détermination des contraintes critiques de clivage

Les contraintes critiques de clivage sont déterminées sur les éprouvettes présentant un faciès entièrement fragile et dont l'amorce du clivage n'est pas située en bord d'entaille. Cela concerne les éprouvettes EU1a testées à -196°C pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS, et les éprouvettes EV45 testées à -100°C pour les microstructures A-950-SP et A-950-TE. Pour vérifier si les valeurs des contraintes critiques obtenues de ces deux géométries d'éprouvettes à des températures différentes sont comparables, la contrainte critique de clivage est aussi mesurée sur les éprouvettes EV45 testées à -100°C pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS, même s'il y a quelques cupules au niveau du site d'amorçage du clivage.

Pour une microstructure et une température données, deux ou trois éprouvettes ont été testées. La reproductibilité des essais étant bonne, la même loi de comportement est utilisée par condition (Figure 4.52 et Figure 4.53). Le seul essai pour lequel il y a une différence significative entre la courbe simulée et la courbe expérimentale est l'essai sur l'éprouvette EV45_A-950-TAS_02 (écart de 66 MPa pour la contrainte nette à rupture). L'instant à rupture sélectionné dans la simulation numérique est par contre identifié pour chaque essai.

La contrainte critique de clivage σ_F est définie comme étant la contrainte σ_{22} à l'instant de la rupture au point de Gauss situé au niveau du site d'amorçage du clivage expérimentalement observé sur le faciès de rupture. Plus précisément, il y a deux sites d'amorçage du clivage par éprouvette, une amorce à chaque entaille. En suivant les rivières de clivage, il est possible de déterminer l'endroit où les deux fissures se rencontrent. En supposant que les vitesses de propagation des deux fissures sont les mêmes, la fissure la plus longue sur le faciès de rupture est celle qui a démarré en premier. C'est le site d'amorçage de cette première fissure qui est choisi pour la détermination de la contrainte critique. Les sites d'amorçage du clivage choisis pour la détermination de la contrainte critique ont été présentés précédemment dans ce chapitre (Figure 4.32 à Figure 4.38). Pour chaque éprouvette, la distance entre le site d'amorçage et l'entaille, et la distance entre le site et le bord de l'éprouvette sont mesurées pour connaître les coordonnées, sur maillage déformé, du point de Gauss à choisir pour la mesure de la contrainte critique. Les sites d'amorçage sont tous situés près de l'entaille, là où la triaxialité des contraintes et les contraintes locales sont élevées, généralement à mi-épaisseur.

L'incertitude de mesure sur la contrainte critique de clivage est déterminée comme étant la somme de deux incertitudes : l'incertitude liée à la loi de comportement et l'incertitude sur le choix du point de

Gauss. L'incertitude liée à la loi de comportement est estimée comme étant l'écart de contrainte entre la courbe expérimentale et simulée à l'instant de la rupture (Figure 4. 52 et Figure 4. 53). L'incertitude de mesure sur les coordonnées du point de Gauss est de 50 μm . L'incertitude de mesure de la contrainte critique sur le choix du point de Gauss est alors déterminée comme étant l'écart maximal entre la contrainte σ_F et les contraintes σ_{22} des points de Gauss situés à 50 μm du point de Gauss choisi pour la détermination de σ_F .

Les résultats sont résumés dans le Tableau 4. 3. Il y a une certaine variabilité des résultats d'un essai à l'autre pour une même microstructure. Les contraintes critiques des essais à -100°C pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS sont obtenues après une déformation plastique importante avant rupture ($\epsilon_{22} > 30\%$). Elles sont légèrement plus élevées à -100°C (autour de 2400 MPa) qu'à -196°C (autour de 2300 MPa). D'après les travaux de Tankoua [Tan2015], la déformation plastique engendre une augmentation de la contrainte critique de clivage en diminuant la taille de la microstructure dans le plan de propagation de la fissure.

A -100°C , les contraintes critiques d'amorçage de la rupture par clivage sont autour de 2400 MPa pour toutes les microstructures. A -196°C , les contraintes sont autour de 2300 MPa pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS tandis qu'elles sont autour de 2400 MPa pour la microstructure A-1000-TAS. La microstructure A-1000-TAS semble donc avoir une résistance à l'amorçage du clivage légèrement meilleure que les autres microstructures, à -196°C .

Par comparaison, Bonadé et al. obtiennent une contrainte de rupture par clivage de 1955 ± 15 MPa (avec des éprouvettes CT) pour un acier inoxydable martensitique revenu Eurofer97 avec une taille de grain austénitique de 10 μm [Bon2008] et Odette et al. obtiennent une contrainte de rupture par clivage de 2400 ± 100 MPa (avec des éprouvettes de flexion 4 points) pour un acier inoxydable martensitique avec une taille de grain austénitique de 58 μm [Ode1984].

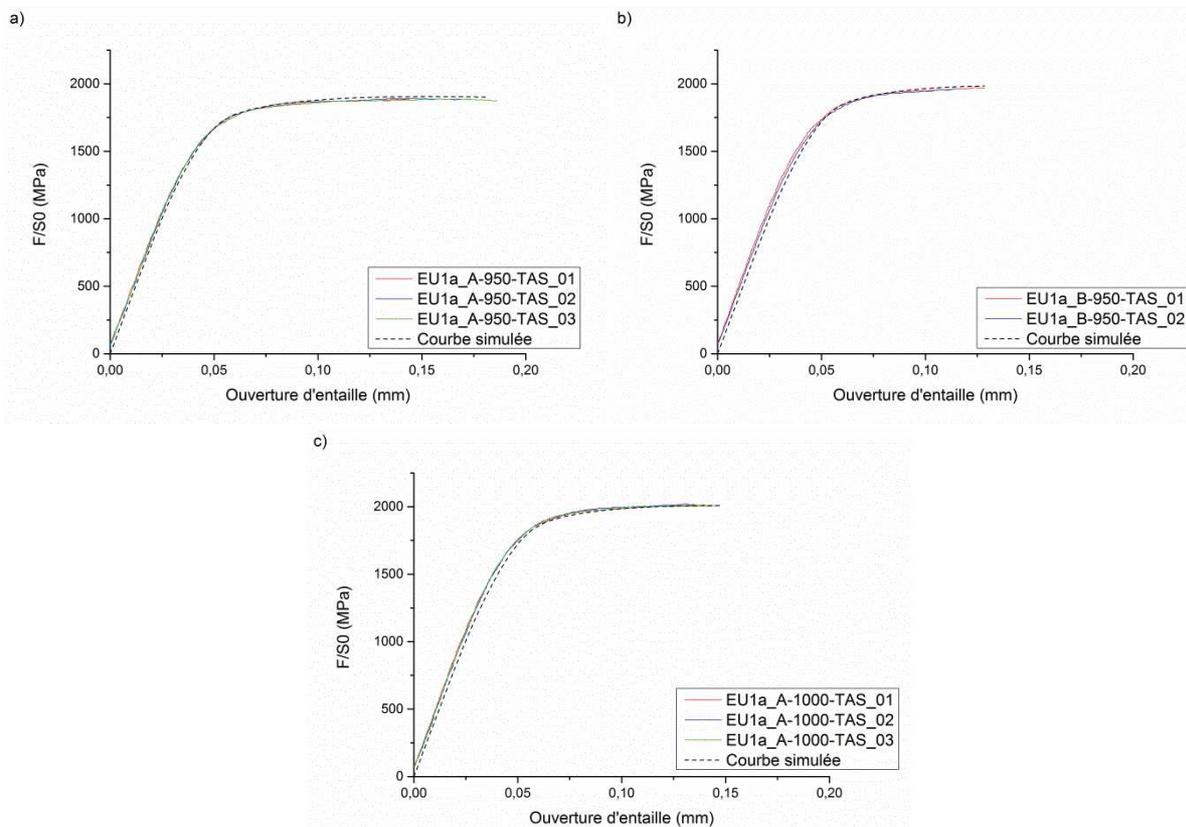


Figure 4. 52 : Courbes de traction expérimentales (traits pleins) et simulées des microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS et c) A-1000-TAS testées à -196°C avec les éprouvettes EU1a.

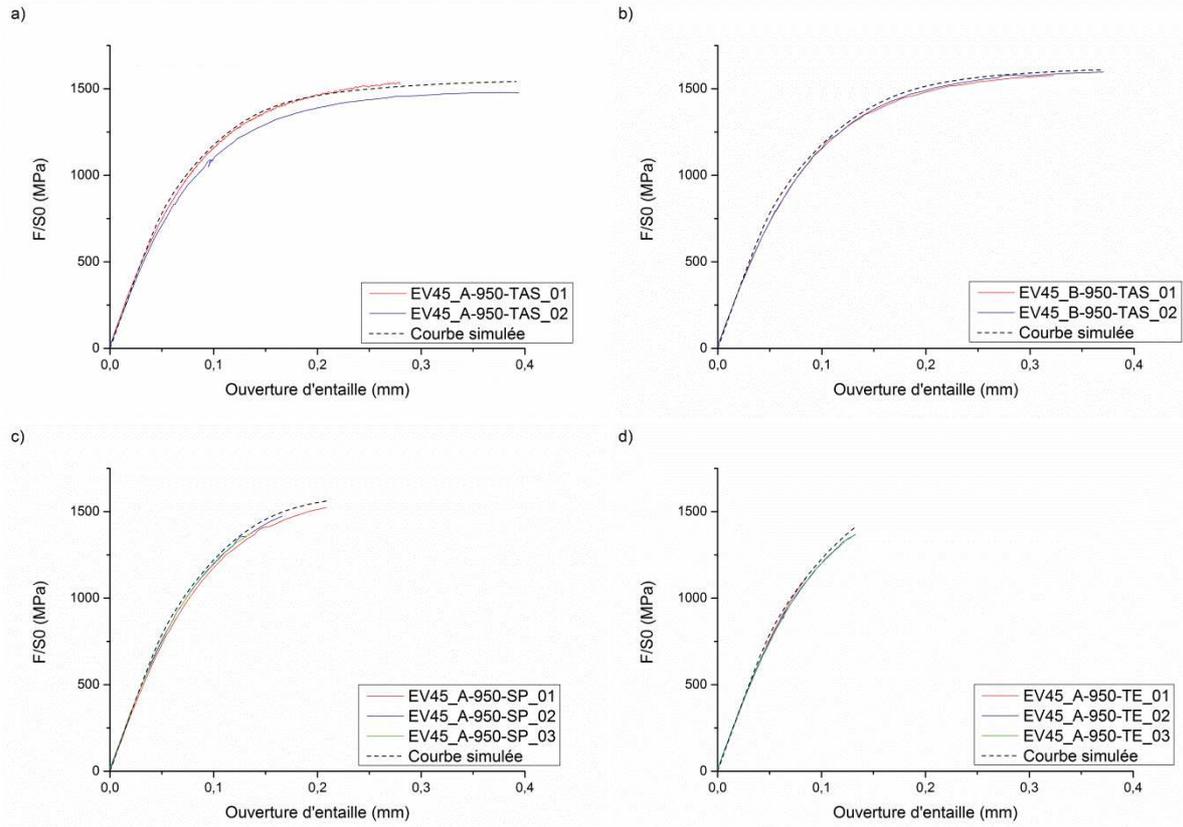


Figure 4. 53 : Courbes de traction expérimentales (traits pleins) et simulées des microstructures a) A-950-TAS, b) B-950-TAS, c) A-950-SP et d) A-950-TE testées à -100°C avec les éprouvettes EV45.

	σ_F (MPa)	$\Delta\sigma_F$ (MPa)	d (μm)	ε_{22}	$\overline{\sigma_F}$ (MPa)	$\Delta\overline{\sigma_F}$ (MPa)
EU1a_A-950-TAS_01	2201	47	520	0,07	2279	60
EU1a_A-950-TAS_02	2414	33	650	0,14		
EU1a_A-950-TAS_03	2221	101	275	0,17		
EU1a_B-950-TAS_01	2377	43	450	0,09	2311	71
EU1a_B-950-TAS_02	2245	99	280	0,10		
EU1a_A-1000-TAS_01	2445	30	800	0,10	2430	44
EU1a_A-1000-TAS_02	2418	52	450	0,11		
EU1a_A-1000-TAS_03	2426	51	565	0,11		
EV45_A-950-TAS_01	2343	66	175	0,34	2402	82
EV45_A-950-TAS_02	2460	97	335	0,34		
EV45_B-950-TAS_01	2513	60	255	0,30	2464	92
EV45_B-950-TAS_02	2414	123	95	0,63		
EV45_A-950-SP_01	2474	99	300	0,14	2414	100
EV45_A-950-SP_02	2425	94	270	0,10		
EV45_A-950-SP_03	2343	108	275	0,06		
EV45_A-950-TE_01	2374	67	180	0,04	2373	101
EV45_A-950-TE_02	2246	136	285	0,05		
EV45_A-950-TE_03	2500	101	210	0,08		

Tableau 4. 3 : Contrainte critique de clivage (σ_F), incertitude sur la contrainte critique ($\Delta\sigma_F$), distance entre le site d'amorçage et l'entaille (d), la déformation axiale à rupture du point de Gauss choisi pour la détermination de la contrainte critique de rupture par clivage (ε_{22}), la valeur moyenne des contraintes critiques ($\overline{\sigma_F}$) et l'incertitude sur la moyenne ($\Delta\overline{\sigma_F}$).

3.4. Discussion

Les contraintes critiques de clivage sont mesurées à des températures pour lesquelles la rupture est gouvernée par la résistance à l’amorçage du clivage. Par conséquent, les contraintes critiques de clivage mesurées dans ce chapitre ne permettent pas de comparer les résistances à la propagation du clivage des différentes microstructures.

D’après les résultats du Tableau 4. 3, la vitesse de refroidissement n’influe pas sur la résistance à l’amorçage du clivage. Cependant les valeurs de températures de transition ductile-fragile issues des essais Charpy sont très différentes entre les microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE (Chapitre 3). La Figure 4. 54 représente l’évolution tout au long de l’essai de la contrainte axiale et de la déformation plastique cumulée du point de Gauss choisi pour la détermination de la contrainte critique. Les microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE possèdent les mêmes valeurs de contrainte critique de clivage mais les trajectoires pour l’atteindre diffèrent fortement selon la vitesse de refroidissement. Il a été montré précédemment dans ce chapitre qu’augmenter la fraction d’austénite résiduelle en diminuant la vitesse de refroidissement modifie l’écrouissage en début de déformation plastique. D’après la Figure 4. 54 a, l’augmentation de la fraction d’austénite résiduelle, en diminuant l’écrouissage en début de déformation plastique, augmente ainsi le taux de déformation nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage par écrouissage (0,34 pour A-950-TAS et 0,04 - 0,08 pour A-950-TE). L’augmentation de la déformation plastique avant la rupture fragile permet d’améliorer les valeurs de résilience. Il est d’ailleurs connu que diminuer la limite d’élasticité permet de diminuer la température de transition ductile-fragile, favorisant la rupture ductile [Bes2004]. C’est le cas avec l’augmentation de la fraction d’austénite résiduelle.

La déformation axiale à rupture au point de Gauss choisi pour la détermination de σ_F est faible pour l’éprouvette EU1a_A-950-TAS_01 par rapport aux déformations à rupture des deux autres éprouvettes (Figure 4. 54 b). Si on ne prend pas en compte cette éprouvette, les deux autres éprouvettes présentent des valeurs de déformation à rupture légèrement supérieures à celles des microstructures A-1000-TAS et B-950-TAS. La microstructure A-950-TAS a un $Rp_{0,2}$ plus faible que les microstructures A-1000-TAS et B-950-TAS et cela participe peut-être à la légère augmentation de la déformation nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage.

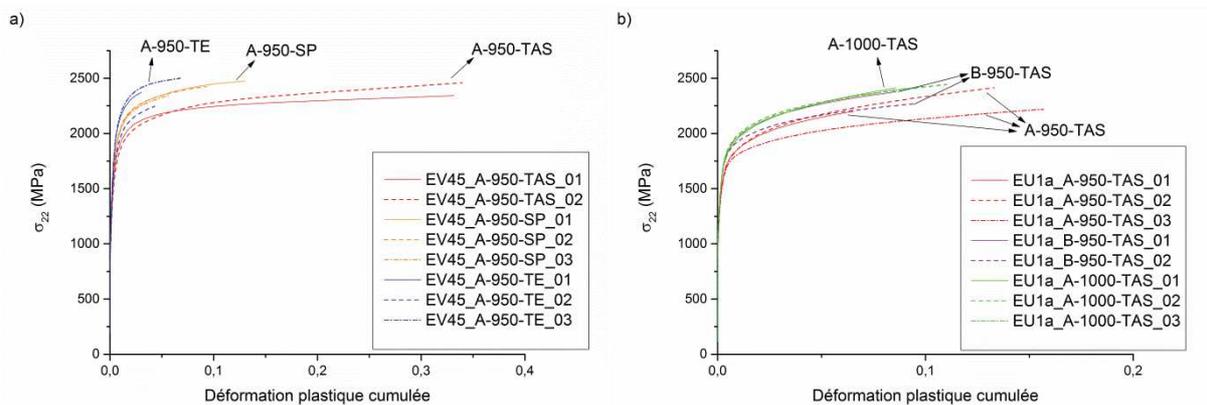


Figure 4. 54 : Evolution de la contrainte et de la déformation, tout le long de l’essai, du point de Gauss correspondant à la zone d’amorçage du clivage pour les essais a) à -100°C sur éprouvettes EV45 et b) à -196°C sur éprouvettes EU1a.

La microstructure A-1000-TAS possède des valeurs de contraintes critiques légèrement supérieures à celles de la microstructure A-950-TAS à -196°C (2400 MPa pour A-1000-TAS et 2300 MPa pour A-950-TAS). L’augmentation du temps et de la température d’austénitisation permet donc d’améliorer légèrement la résistance à l’amorçage du clivage. Pour rappel, le clivage amorce aux carbures de chrome pour la microstructure A-950-TAS, et aux inclusions pour la microstructure A-1000-TAS, qui possède peu de carbures de chrome. Passer d’une microstructure avec 0,4% de carbures $M_{23}C_6$ (A-950-TAS) à une microstructure avec 0,1% de carbures $M_{23}C_6$ (A-1000-TAS) permettrait donc de

gagner 100 MPa sur la contrainte critique d'amorçage de la rupture par clivage. Dans le cas d'aciers SA 508 [Tan2003] [Wu2014], la contrainte critique de clivage est également reliée aux populations de carbures. Cependant, la température de transition ductile-fragile de la microstructure A-1000-TAS (-90°C) est légèrement plus élevée que celle de la microstructure A-950-TAS (-120°C). Pour rappel, la microstructure A-1000-TAS a une taille de grain austénitique plus grande (12 μm) que la microstructure A-950-TAS (9 μm). La résistance à la propagation du clivage est sûrement dégradée pour la microstructure A-1000-TAS [Wan2008] et cela compenserait les effets bénéfiques de l'augmentation de la résistance à l'amorçage. Si cette diminution de la résistance à la propagation du clivage n'impacte pas la valeur de la contrainte critique de clivage, c'est parce que celle-ci est déterminée à -196°C. Or à cette température, la rupture est contrôlée uniquement par la résistance à l'amorçage du clivage.

En ce qui concerne les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS, les valeurs de contraintes critiques de clivage sont similaires. L'ajout de niobium ne fait donc pas varier la résistance à l'amorçage du clivage malgré une fraction de carbures de chrome élevée dans la microstructure B-950-TAS (0,7%). Les valeurs de résilience étant très différentes entre ces deux microstructures, on en conclut que c'est la résistance à la propagation du clivage qui diffère avec l'ajout de niobium dans la composition chimique. La microstructure B-950-TAS a d'ailleurs une taille de grain austénitique plus grande (14 μm) que la microstructure A-950-TAS (9 μm).

4. Conclusion

L'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques en traction uniaxiale se caractérise avant tout par des valeurs de $R_{p0,2}$ différentes et plus généralement par un écrouissage différent en début de déformation plastique. Le $R_{p0,2}$ diminue quand les fractions de ferrite et d'austénite résiduelle augmentent.

L'austénite résiduelle se transforme en martensite d'écrouissage pendant les essais de traction avant striction pour les microstructures A-950-TAS, A-1000-TAS et B-950-TAS. De plus, lorsque la température d'essai diminue, la stabilité mécanique de l'austénite diminue aussi et la fraction d'austénite transformée augmente. Dans le cas des microstructures A-950-SP et A-950-TE, il n'y a pas ou peu de transformation martensitique pendant les essais avant striction, même à basses températures.

La rupture ductile a été étudiée de deux manières. Des essais sur éprouvette Kahn ont été réalisés pour étudier la rupture ductile avec une propagation stable de la fissure. Cependant, ces essais ne sont pas représentatifs du comportement des matériaux lors d'un essai Charpy et les énergies d'amorçage et de propagation sont similaires entre les nuances A et B dont les plateaux ductiles en résilience sont pourtant différents. De plus, l'influence de la triaxialité des contraintes sur la rupture ductile a été étudiée à l'aide d'éprouvettes double-entaillées. Il y a un important effet de la triaxialité des contraintes sur les populations de cupules et sur l'ouverture d'entaille à rupture. Lorsque la triaxialité des contraintes est élevée, il n'y a principalement qu'une seule population de cupules originaires des carbures de chrome et les ouvertures d'entaille à rupture sont relativement faibles. Lorsque la triaxialité des contraintes diminue, une seconde population de cupules liée aux carbures de niobium apparaît (sauf pour la nuance B) et les ouvertures d'entaille à rupture augmentent. La cémentite ne joue aucun rôle direct sur la création de cavités.

En ce qui concerne la rupture par clivage, les carbures de chrome sont à l'origine de l'amorçage du clivage pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE. Dans le cas de la microstructure A-1000-TAS qui possède moins de carbures de chrome (0,1%), ce sont les inclusions (oxydes de titane) qui sont à l'origine du clivage.

L'approche locale de la rupture a permis de déterminer les contraintes critiques d'amorçage du clivage à -196°C pour les microstructures A-950-TAS, B-950-TAS et A-1000-TAS, et à -100°C pour les

microstructures A-950-SP et A-950-TE. A -196 °C , les contraintes critiques de clivage sont autour de 2300 MPa pour les microstructures A-950-TAS et B-950-TAS, et 2400 MPa pour la microstructure A-1000-TAS. Diminuer la fraction de carbures de chrome de 0,4% (A-950-TAS) à 0,1% (A-1000-TAS) permet donc d'améliorer très légèrement la résistance à l'amorçage du clivage en gagnant 100 MPa sur la contrainte critique de clivage. Cependant, au vu des incertitudes de mesure, ce résultat doit être considéré avec prudence.

L'augmentation de la taille du grain primaire austénitique dans les microstructures B-950-TAS et A-1000-TAS engendre une diminution de la résistance à la propagation du clivage par rapport à la microstructure A-950-TAS, ce qui explique les écarts de valeurs des températures de transition ductile-fragile. Mais cela n'influe pas sur la résistance à l'amorçage du clivage et sur la contrainte critique de clivage dans le domaine fragile.

La vitesse de refroidissement ne fait pas varier la résistance à l'amorçage du clivage. Cependant l'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle pour les vitesses de refroidissement faibles modifie l'érouissage en début de déformation plastique et cela engendre une augmentation de la déformation nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage par érouissage. La présence d'austénite résiduelle est ainsi très bénéfique pour la résilience en réduisant l'érouissage aux premiers stades de la déformation.

Le rôle primordial de l'austénite résiduelle a donc été mis en évidence. Le chapitre suivant a pour objectif d'étudier plus en détail l'influence de l'austénite résiduelle sur les valeurs de résilience, et de manière plus générale, l'influence de la répartition des atomes de carbone. De plus, l'écart de résilience au niveau du palier ductile entre les microstructures A-950-TAS et A-950-TE n'est toujours pas expliqué.

Chapitre 5

Etude du lien résilience- microstructure à l'aide de microstructures modèles

Les résultats des chapitres précédents ont montré l'effet considérable de l'auto-revenu de la martensite sur la transition ductile-fragile. Au vu des résultats du Chapitre 4, l'effet bénéfique de l'auto-revenu a été plus particulièrement attribué à la présence d'austénite résiduelle.

Dans le Chapitre 5, de nouvelles microstructures sont créées puis analysées afin d'étudier plus en détail la stabilisation de l'austénite résiduelle en fonction des conditions de traitement thermique. De manière plus générale, la répartition des atomes de carbone est étudiée précisément pour chaque microstructure. De plus, des essais Charpy ont été effectués sur les nouvelles microstructures pour établir les liens les plus quantitatifs possible entre la microstructure et la résilience (plus précisément la température de transition ductile-fragile).

Dans ce chapitre, de nombreuses microstructures sont étudiées mais relativement peu d'essais sont effectués par microstructure. Une méthodologie a été mise en place pour le choix des essais afin d'estimer la température de transition ductile-fragile de chaque microstructure avec seulement quelques éprouvettes Charpy.

Chapitre 5

Etude du lien résilience- microstructure à l'aide de microstructures modèles

1.	Elaboration et caractérisation de nouvelles microstructures	159
1.1.	Elaboration de nouvelles microstructures.....	159
1.1.1.	Elaboration d'une microstructure avec moins de carbures de chrome	159
1.1.2.	Modifications de la répartition des atomes de carbone dans la microstructure	160
1.1.3.	Chemins de refroidissement complexes afin d'étudier la stabilisation de l'austénite résiduelle	161
1.2.	Analyses microstructurales.....	162
1.2.1.	Les microstructures C-950-TAS et C-950-TE.....	162
1.2.2.	Les microstructures obtenues par traitements thermiques à la Gleeble.....	167
1.2.3.	Les microstructures A-1000-TE, A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250	168
1.3.	Discussion sur la stabilité de l'austénite résiduelle et sur la précipitation de cémentite pendant le refroidissement.....	168
2.	Résilience	173
2.1.	Transition ductile-fragile	173
2.1.1.	Effet de la teneur en carbone dans la matrice martensitique sur la résilience	173
2.1.2.	Effet de la précipitation de cémentite sur la résilience	173
2.1.3.	Effet de la vitesse d'un refroidissement continu sur la résilience	174
2.1.4.	Effet d'un refroidissement complexe sur la résilience	175
2.2.	Discussion sur les liens microstructure-résilience.....	175
3.	Conclusion.....	177

1. Elaboration et caractérisation de nouvelles microstructures

De nouvelles microstructures sont créées afin d'étudier plus en détail la stabilisation de l'austénite résiduelle et la répartition des atomes de carbone en fonction de la composition chimique et des conditions de traitement thermique.

D'après les résultats des chapitres précédents, les carbures de chrome sont néfastes pour la rupture ductile et la rupture fragile. Afin d'étudier l'influence des carbures de chrome sur la résilience sans une augmentation de la taille de grain de l'austénite primaire (comme c'est le cas pour la microstructure A-1000-TAS), une troisième nuance est analysée avec notamment moins de carbone (pour diminuer la fraction de carbures de chrome) et plus de nickel (pour diminuer Ac_3) dans la composition chimique. De plus, une trempe rapide est effectuée sur la nuance A austénitisée à 1000°C pendant 15 min pour étudier l'influence sur la résilience de la concentration en carbone en solution solide dans la martensite. Des traitements de revenu sont aussi réalisés sur la microstructure A-950-TE afin d'étudier l'influence de la répartition des atomes de carbone et de la précipitation de cémentite sur la résilience. Enfin, pour étudier plus particulièrement la stabilisation de l'austénite résiduelle, plusieurs chemins de refroidissement sont appliqués sur la nuance A austénitisée à 950°C (trempe interrompue, traitement de partitioning...).

1.1. Elaboration de nouvelles microstructures

1.1.1. Elaboration d'une microstructure avec moins de carbures de chrome

Pour commencer, une troisième nuance, nommée nuance C, est étudiée. Le procédé de fabrication est le même que celui de la nuance A et les tôles ont également une épaisseur de 1,5 mm.

La composition chimique est donnée dans le Tableau 5. 1. Cette nuance contient un peu moins de carbone, d'azote et de chrome et plus de nickel et de manganèse que la nuance A. Cette nuance a été développée afin de favoriser la transformation de la ferrite en austénite pendant le traitement d'austénitisation, ainsi que la dissolution des carbures de chrome. Les teneurs en carbone et en chrome sont abaissées dans le but de diminuer la fraction de carbures de chrome non dissous après l'austénitisation. Pour compenser la diminution de la teneur en carbone, du nickel (élément gammagène) a été ajouté afin de maintenir des températures Ac_1 et Ac_3 autour de 900-950°C.

C	Mn	Si	Ni	Cr	Nb	N
0,07	0,5	0,4	0,4	11	0,1	0,01

Tableau 5. 1 : Composition chimique de la nuance C (en pds. %). Pour rappel, la composition chimique de la nuance A est Fe-0,1C-0,4Mn-0,4Si-0,1Ni-12Cr-0,1Nb-0,03N (en pds. %).

La propreté inclusionnaire de la nuance C a été analysée selon la méthode du champ le plus sale de la norme ASTM E45. Cette nuance est assez propre avec quelques aluminates, silicates et oxydes de petites tailles (Tableau 5. 2) (voir la signification des indices de sévérités en Annexe). La propreté inclusionnaire de la nuance C est similaire à celle de la nuance A avec cependant la présence de silicates qui n'ont pas été observés dans la nuance A.

Sulfures	Aluminates	Silicates	Oxydes
0 fine	2 fine	2 fine	1,5 fine

Tableau 5. 2 : Propreté inclusionnaire de la nuance C.

A l'état recuit, la nuance C est ferritique et contient des carbures de chrome et de niobium. Les fractions de carbures à l'équilibre sont calculées par Thermo-Calc à la température du recuit en vase

clos. A l'équilibre thermodynamique, la nuance C contient 1,3% de carbures de chrome et 0,11% de carbures de niobium. Pour rappel, la nuance A contient 2,0% de carbures de chrome et 0,12% de carbures de niobium à l'état recuit. Cette diminution des fractions de carbures de chrome par rapport à la nuance A est due à la diminution de la concentration en carbone dans la composition chimique de la nuance C par rapport à la nuance A.

Les températures de transformation de phases de la nuance C sont mesurées par dilatométrie (Figure 5. 1). Les températures Ac_1 et M_s sont de 870°C et 420°C. Les températures Ac_1 et M_s sont inférieures à celles de la nuance A (890°C et 430°C respectivement).

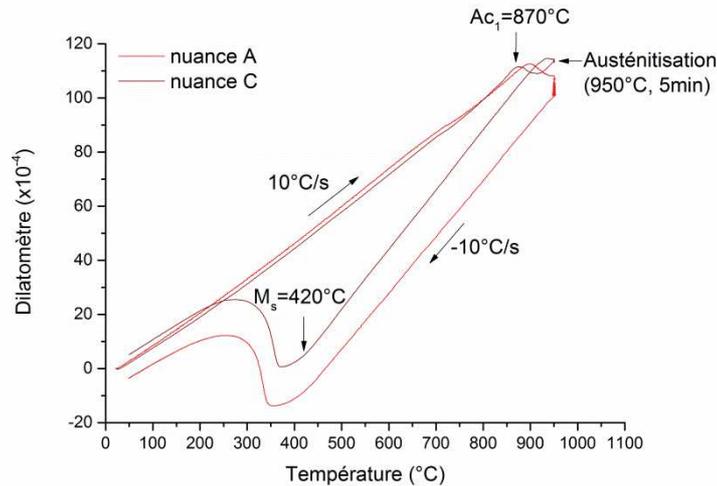


Figure 5. 1 : Courbes de dilatation des nuances A et C. Les températures de début de transformation de phases de la nuance C sont indiquées.

Un traitement thermique à 950°C pendant 5min suivi d'une trempe à l'air soufflé est effectué sur la nuance C (même four que pour la microstructure A-950-TAS). La microstructure obtenue est nommée C-950-TAS. De plus, un traitement thermique est effectué à 950°C pendant 5 min suivi d'une trempe à l'air soufflé jusqu'à 500°C puis d'une trempe à l'eau. La microstructure obtenue est nommée C-950-TE.

1.1.2. Modifications de la répartition des atomes de carbone dans la microstructure

Afin d'étudier la sensibilité à la vitesse de refroidissement d'une microstructure contenant beaucoup de carbone en solution solide, un traitement thermique est réalisé sur la nuance A austénitisée à 1000°C pendant 15 min, trempée à l'air soufflé jusqu'à 500°C puis trempée à l'eau. La microstructure obtenue est nommée A-1000-TE.

Enfin, deux traitements de revenu sont réalisés sur la microstructure A-950-TE : soit un revenu à 170°C pendant 20 min soit un revenu à 250°C pendant 20min. Les microstructures sont nommées A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250 respectivement. Ces traitements constituent les limites hautes et basses du traitement de recuit peinture. Chakraborty et al. [Cha2015] ont observé la précipitation de cémentite après un traitement de revenu à 500°C sur un acier inoxydable martensitique AISI 410. Malheureusement, les auteurs ne réalisent pas des traitements de revenu à des températures plus faibles dans cette étude. Lors des traitements de revenu à 170°C et 250°C, il est possible qu'il y ait la précipitation de carbures de transition [Spr1972] qui seraient sûrement plus difficiles à extraire sur répliques car les carbures seraient plus petits ou plus cohérents que la cémentite extraite sur les répliques déjà présentées.

1.1.3. Chemins de refroidissement complexes afin d'étudier la stabilisation de l'austénite résiduelle

Plusieurs microstructures sont élaborées en réalisant des traitements thermiques plus complexes grâce à la machine Gleeble sur des coupons de dimensions 150x45x1,5 mm³ de la nuance A à l'état recuit. La plus grande dimension est prise dans le sens long. Tous ces traitements thermiques comportent une austénitisation à 950°C suivie de différents chemins de refroidissement (Figure 5. 2).

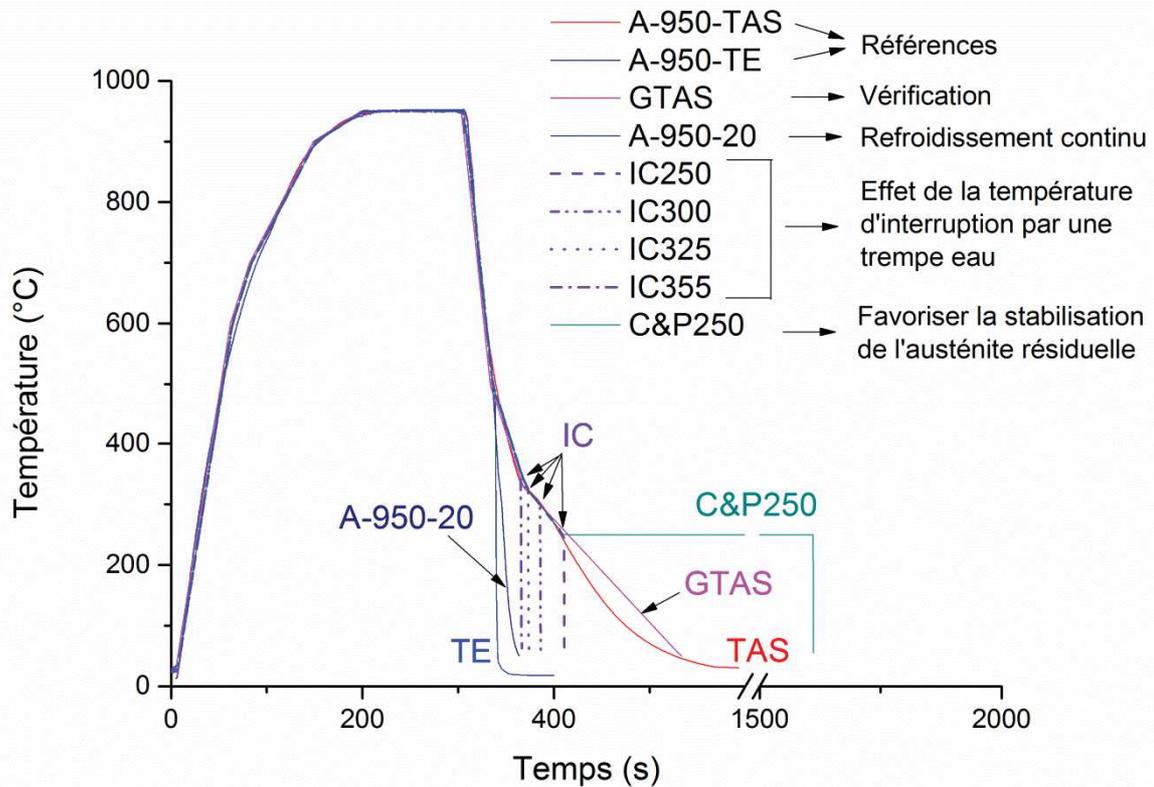


Figure 5. 2 : Courbes de traitements thermiques au four des microstructures A-950-TAS et A-950-TE ainsi que tous les traitements thermiques réalisés à la Gleeble sur la nuance A.

Dans un premier temps, un traitement thermique est réalisé pour être le plus proche possible de celui de la microstructure A-950-TAS traitée dans un four. La microstructure obtenue se nomme GTAS (Gleeble TAS). La vitesse de refroidissement moyenne entre 300°C et 50°C est légèrement plus faible pour la microstructure GTAS (1,7°C/s) que pour la microstructure A-950-TAS (environ 2°C/s).

Ensuite, des traitements thermiques sont réalisés afin de simuler le traitement de la microstructure A-950-TAS mais avec une interruption par une trempée à l'eau à différents stades de la transformation martensitique, à savoir 355°C, 325°C, 300°C ou 250°C. Ces microstructures sont nommées respectivement IC355 (« Interrupted cooling » à 355°C), IC325, IC300 et IC250. L'avancement de la transformation martensitique en fonction de la température sera étudié plus loin dans ce chapitre.

Un traitement est réalisé avec une vitesse de refroidissement de 20°C/s et la microstructure obtenue est nommée A-950-20. La transition ductile-fragile de la microstructure A-950-SP étant très proche de celle de la microstructure A-950-TE, ce traitement thermique est réalisé afin d'étudier s'il y a une continuité des transitions ductile-fragile entre les microstructures A-950-TAS et A-950-TE en fonction de la vitesse de trempée.

Enfin, s'inspirant des traitements Q&P (Chapitre 1), un traitement est réalisé en simulant le traitement de la microstructure A-950-TAS jusqu'à 250°C, température à laquelle un maintien de 20 min est

réalisé suivi d'une trempe à l'eau. La microstructure obtenue se nomme C&P250 (« cooling and partitioning » à 250°C). Cela sera démontré plus loin dans ce chapitre, la transformation martensitique n'est pas finie à 250°C, il reste 9% d'austénite non transformée. Le traitement de partitioning est choisi à 250°C pendant 20 min pour comparer les résiliences de la microstructure C&P250 avec celles de la microstructure A-950-TE-R250, après un traitement de revenu à 250°C pendant 20 min.

1.2. Analyses microstructurales

1.2.1. Les microstructures C-950-TAS et C-950-TE

Une analyse microstructurale complète est effectuée sur la microstructure C-950-TAS en utilisant les mêmes protocoles expérimentaux que ceux présentés dans le Chapitre 2. La Figure 5. 3 montre une micrographie au MEB de la microstructure C-950-TAS. Elle contient quelques grains de ferrite, des carbures de chrome, de niobium et de la cémentite.

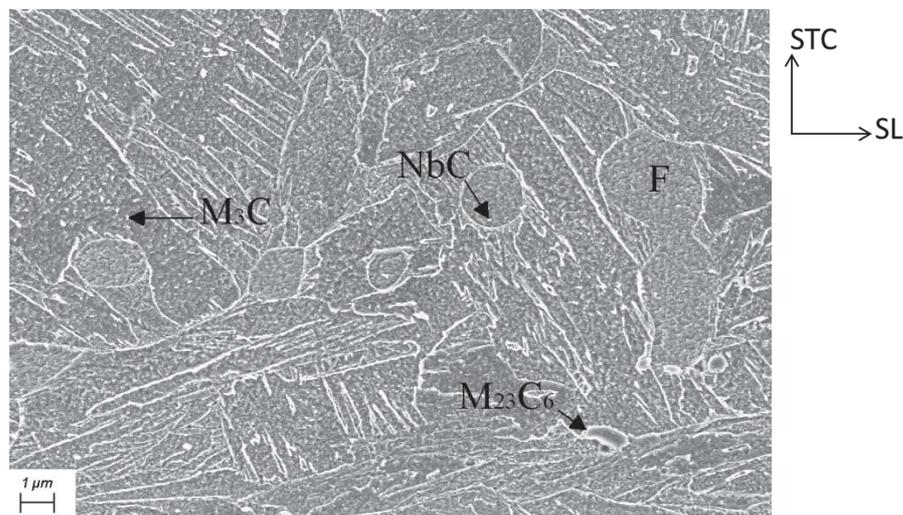


Figure 5. 3 : Micrographie MEB de la microstructure C-950-TAS. F=Ferrite.

La fraction de ferrite (mesurée sur 13 images de largeur 45 µm prises dans une demi-épaisseur) est de 6% avec un écart-type de 2% (il n'y a pas de différence entre peau et mi-épaisseur). Le diamètre moyen des grains de ferrite mesuré à partir de 200 grains est de 2,3 µm avec un écart-type de 1,0 µm (Figure 5. 4 a). Il y a donc moins de ferrite résiduelle que dans la microstructure A-950-TAS (14%) et les queues de distribution sont significativement différentes avec une taille maximale des grains de ferrite qui est deux fois plus faible dans la microstructure C-950-TAS par rapport à la microstructure A-950-TAS.

De plus, la fraction de carbures de chrome est mesurée sur 20 images de largeur 23 µm. Elle est de 0,2 % avec un écart-type de 0,2%. L'intervalle de confiance à 95% est [0,1% ; 0,3%]. Le diamètre moyen des carbures de chrome mesuré sur 50 carbures est de 0,5 µm avec un écart-type de 0,2 µm. Les distributions de taille des carbures étant similaires entre les microstructures A-950-TAS et C-950-TAS (Figure 5. 4 b), on en déduit qu'il y a deux fois moins (en termes de fraction et de densité) de carbures de chrome que dans la microstructure A-950-TAS (fraction de 0,4%). Les modifications apportées sur la composition chimique de la microstructure C-950-TAS permettent bien de diminuer les fractions de ferrite résiduelle et de carbures de chrome non dissous.

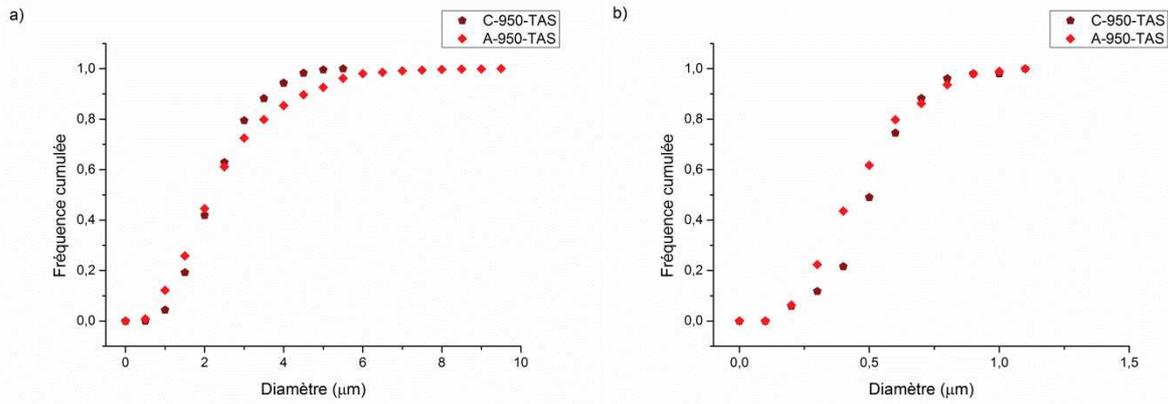


Figure 5. 4 : Distributions de la taille a) des grains de ferrite et b) des carbures de chrome.

Ayant subi le même traitement d'austénitisation que la microstructure C-950-TAS, la microstructure C-950-TE est supposée avoir les mêmes distributions de ferrite et de carbures de chrome, en particulier des fractions de 6% et 0,2% respectivement. De plus, les carbures de niobium ne se dissolvent pas à 950°C. La fraction de carbures de niobium dans les microstructures C-950-TAS et C-950-TE est donc de 0,11% (ce qui correspond à la fraction calculée pour l'état recuit).

A partir de ces données microstructurales, la concentration en carbone dans l'austénite primaire avant la transformation martensitique C_γ peut être estimée (Eq. 5.1) :

$$C_\gamma = \frac{C_0 - f_{M_{23}C_6} \times C_{M_{23}C_6} - f_{Nb(C,N)} \times C_{Nb(C,N)}}{f_\gamma} \quad (\text{Eq. 5. 1})$$

avec C_0 la teneur nominale en carbone dans la composition chimique, $C_{M_{23}C_6}$ et $C_{Nb(C,N)}$ les fractions massiques de carbone dans les carbures $M_{23}C_6$ et les carbonitrides $Nb(C,N)$ respectivement, et $f_{M_{23}C_6}$, $f_{Nb(C,N)}$ et f_γ les fractions de carbures $M_{23}C_6$, de carbonitrides $Nb(C,N)$ et d'austénite primaire respectivement. Les fractions massiques de carbone dans les carbures sont calculées en prenant (comme dans les autres microstructures) comme stœchiométries $Cr_{15}Fe_8C_6$ et $Nb_{0,5}C_{0,34}N_{0,16}$. La concentration en carbone dans l'austénite primaire est de 0,051 pds.% pour les microstructures C-950-TAS et C-950-TE. Pour rappel, la concentration en carbone dans l'austénite primaire de la microstructure A-950-TAS est estimée à 0,075 pds.%.

La fraction de cémentite dans la microstructure C-950-TAS est mesurée sur répliques (Figure 5. 5). La fraction mesurée sur 5 images de largeur 23 μm est de 0,42% avec un écart-type de 0,14%. Il y a donc plus de cémentite que dans la microstructure A-950-TAS. Comme pour la microstructure A-950-TAS, la répartition de la cémentite est hétérogène. En revanche, la microstructure C-950-TE ne présente pas de cémentite.

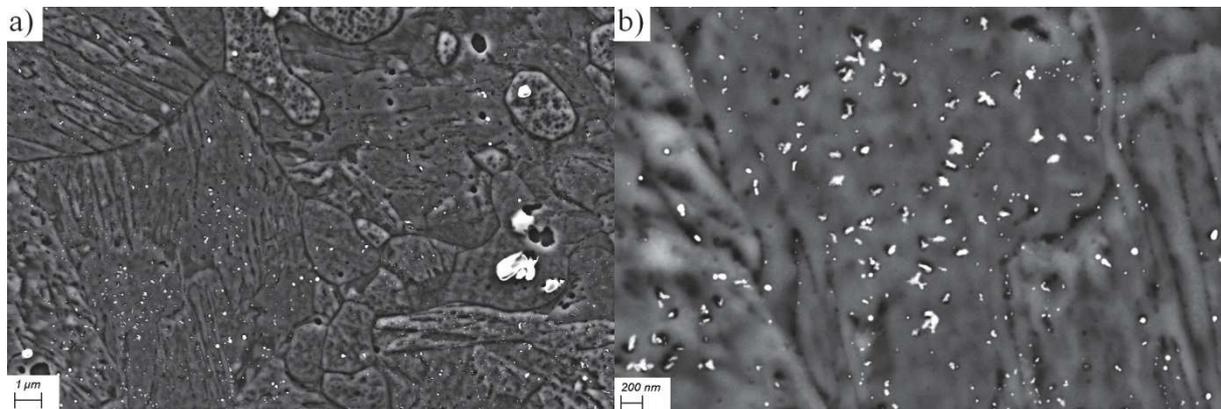


Figure 5. 5 : Micrographies MEB d'une réplique de la microstructure C-950-TAS a) à faible grossissement et b) zoom dans une zone présentant de la cémentite.

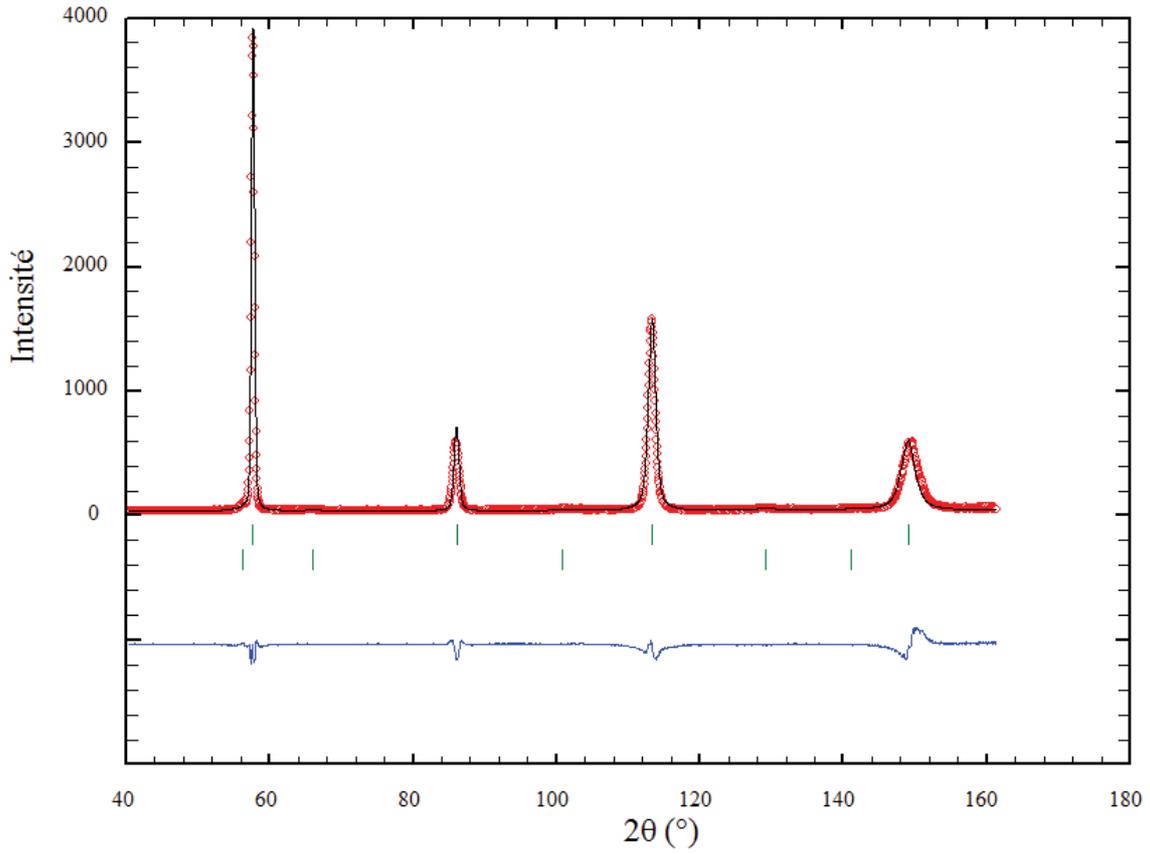


Figure 5. 6 : Diffractogramme des neutrons pour la microstructure C-950-TAS.

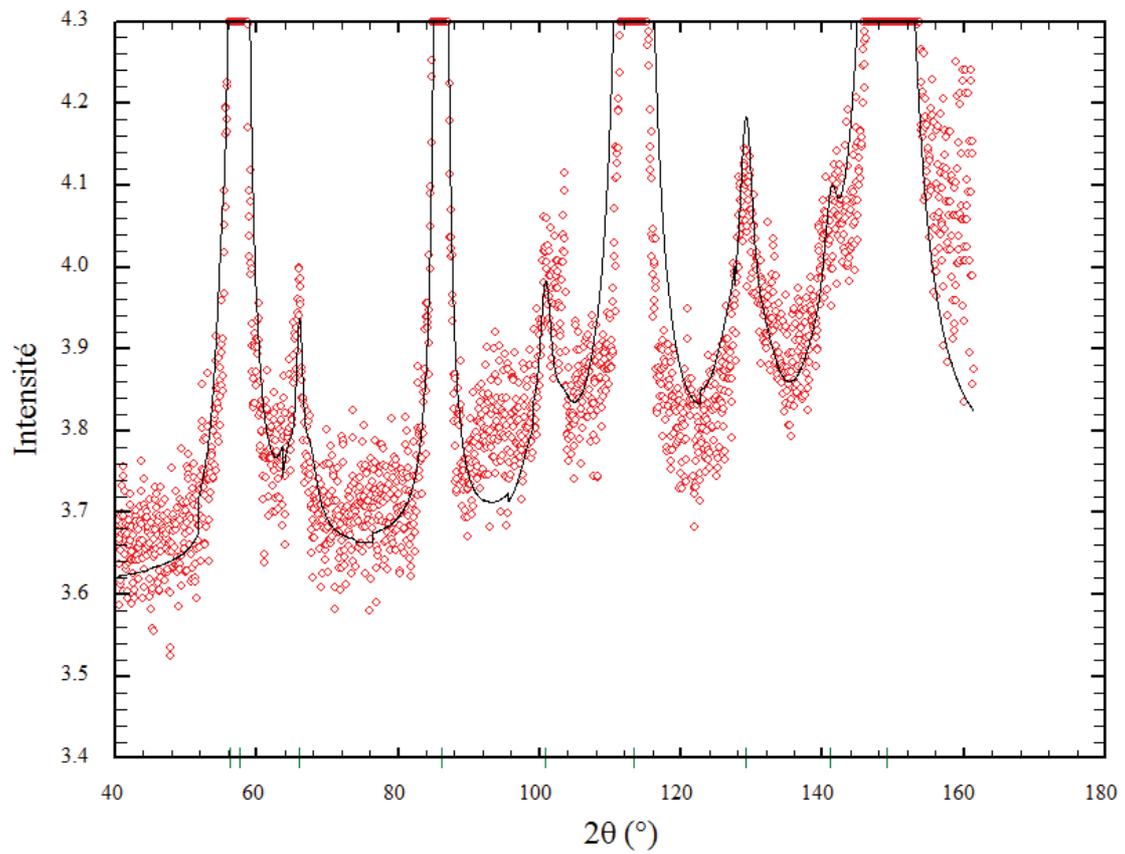


Figure 5. 7 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure C-950-TAS pour visualiser les pics de l'austénite.

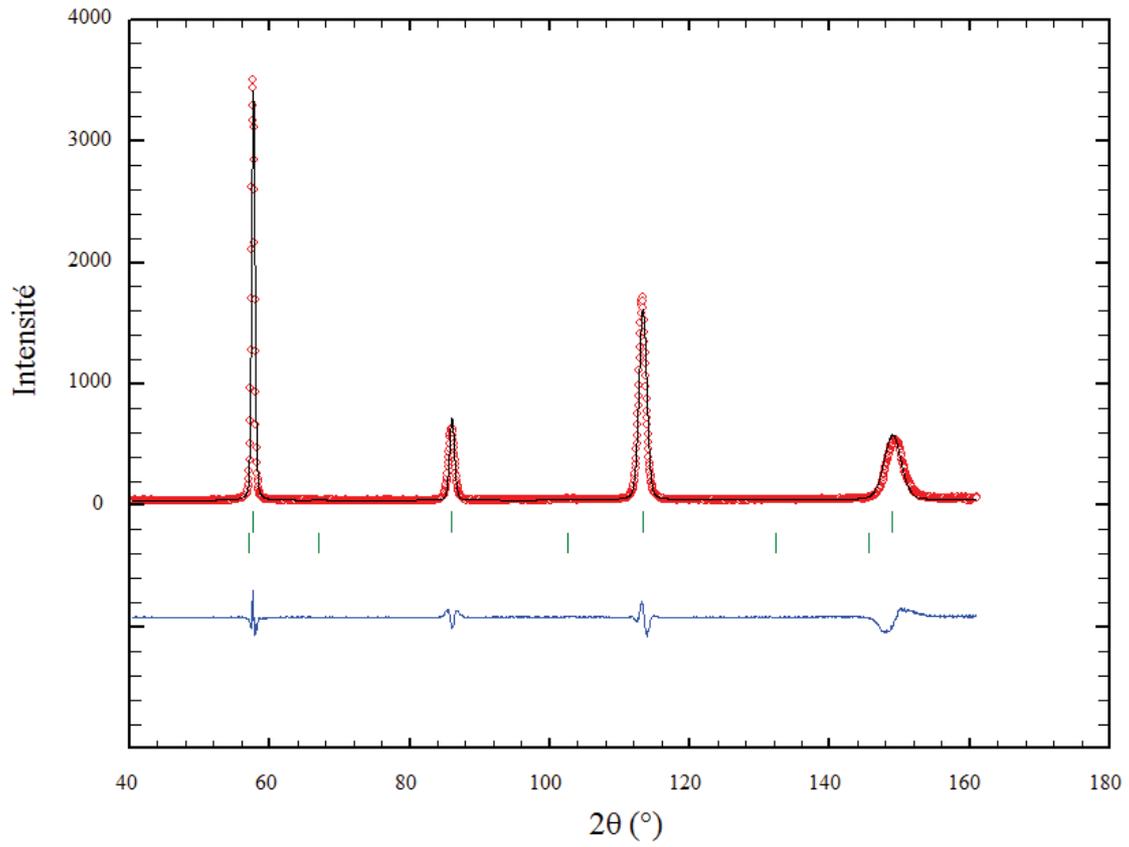


Figure 5. 8 : Diffractogramme des neutrons pour la microstructure C-950-TE.

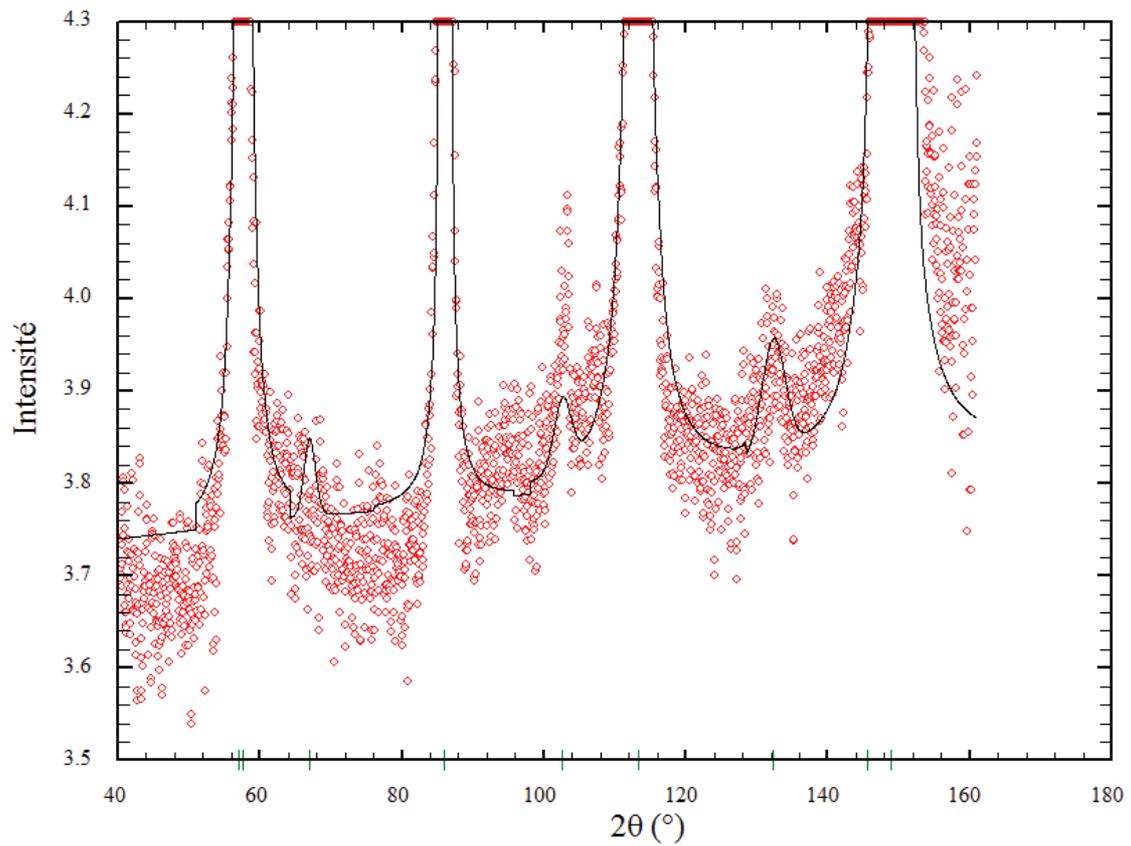


Figure 5. 9 : Zoom sur le diffractogramme de la microstructure C-950-TE pour visualiser les pics de l'austénite.

Les fractions d'austénite résiduelle dans les microstructures C-950-TAS et C-950-TE sont mesurées par sigma-métrie en prenant la nuance C à l'état recuit comme référence sans austénite. Les microstructures C-950-TAS et C-950-TE présentent 2,9% et 0,5% d'austénite respectivement. Ces microstructures ont aussi été analysées en diffraction des neutrons (Figure 5. 6 et Figure 5. 8). Les fractions d'austénite résiduelle mesurées sont de 5,0% et 0,9% pour les microstructures C-950-TAS et C-950-TE respectivement (Figure 5. 7 et Figure 5. 9). De plus, les paramètres de maille de l'austénite sont de 3,60 Å et 3,56 Å respectivement.

Enfin, la taille du grain d'austénite primaire est mesurée sur la microstructure C-950-TAS (Figure 5. 10). Le diamètre moyen mesuré sur 60 grains est de 9 µm avec un écart-type de 3 µm, comme pour la microstructure A-950-TAS.

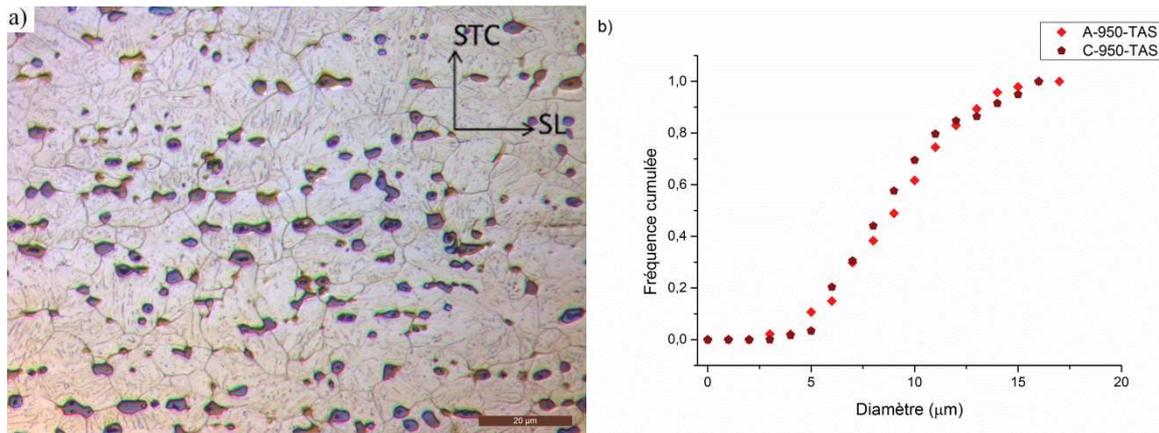


Figure 5. 10 : a) Micrographie optique de la microstructure C-950-TAS (la ferrite apparaît plus sombre) et b) distribution de la taille des grains d'austénite primaire.

L'ensemble des caractéristiques microstructurales des microstructures C-950-TAS et C-950-TE sont résumées dans le Tableau 5. 3. Pour comparaison, les caractéristiques des microstructures A-950-TAS et A-1000-TAS sont ajoutées. La microstructure C-950-TAS est proche de celle de la microstructure A-1000-TAS avec peu de ferrite et de carbures de chrome, tout en ayant une taille de grain d'austénite primaire similaire à la microstructure A-950-TAS. Malgré l'ajout de nickel dans la composition chimique de la nuance C, les fractions d'austénite résiduelle mesurées par sigma-métrie dans les microstructures C-950-TAS et C-950-TE sont respectivement similaires à celles des microstructures A-950-TAS et A-950-TE. Cependant, la fraction d'austénite résiduelle mesurée par diffraction des neutrons dans la microstructure C-950-TAS est bien plus élevée.

	Ferrite	M ₂₃ C ₆	NbC	M ₃ C	Austénite résiduelle	Austénite primaire
C-950-TAS	6%	0,2%	0,11%	0,42%	2,9%	9 µm
C-950-TE	6%	0,2%	0,11%	0%	0,5%	9 µm
A-950-TAS	14%	0,4%	0,12%	0,24%	2,6%	9 µm
A-1000-TAS	4%	0,1%	0,12%	0,76%	3,3%	12 µm

Tableau 5. 3 : Caractéristiques microstructurales des microstructures C-950-TAS, C-950-TE, A-950-TAS et A-1000-TAS (les fractions d'austénite résiduelle indiquées sont mesurées par sigma-métrie).

Afin de s'assurer que les microstructures A-950-TAS et C-950-TAS sont comparables en termes de propriétés mécaniques en traction quasi-statique, un essai de traction a été réalisé sur la microstructure C-950-TAS à température ambiante (Figure 5. 11). Le R_{p0,2} et le R_m sont de 843 MPa et 1099 MPa respectivement. La microstructure C-950-TAS a donc une résistance mécanique inférieure à celle de la microstructure A-950-TAS (R_m autour de 1200 MPa).

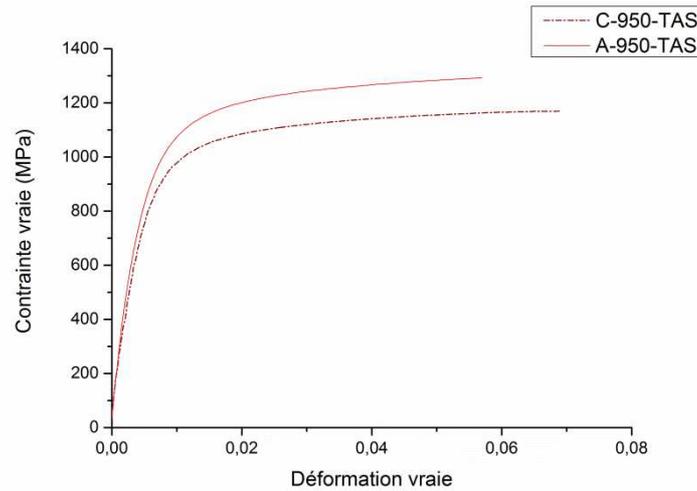


Figure 5. 11 : Courbes de traction des microstructures A-950-TAS et C-950-TAS testées à 20°C dans le sens long.

En résumé, les microstructures C-950-TAS et C-950-TE contiennent, comme attendu, moins de carbures de chrome et de ferrite que la microstructure A-950-TAS sans une augmentation de la taille de grain de l'austénite primaire. Cependant, les propriétés mécaniques en traction quasi-statique sont légèrement dégradées. La diminution de la résistance mécanique peut être due à la diminution de la teneur en carbone dans la composition chimique.

1.2.2. Les microstructures obtenues par traitements thermiques à la Gleeble

Toutes les microstructures GTAS, A-950-20, C&P250 et « IC » sont des microstructures de la nuance A austénitisées à 950°C pendant 5 min. Les fractions de ferrite, de carbures de chrome et de niobium, ainsi que la taille du grain d'austénite primaire sont supposées être les mêmes que ceux de la microstructure A-950-TAS. Pour vérifier que les traitements Gleeble sont comparables aux traitements en four, la fraction de ferrite a été mesurée dans la microstructure GTAS sur cinq images prises à mi-épaisseur. Elle est de 13%. Pour rappel la fraction de ferrite dans la microstructure A-950-TAS est de 14%. Les traitements d'austénitisation à la Gleeble et au four sont donc comparables.

Les fractions de cémentite et d'austénite résiduelle sont mesurées sur répliques et par sigma-métrie respectivement, pour chaque microstructure (Tableau 5. 4).

Les fractions de cémentite et d'austénite résiduelle de la microstructure GTAS sont très légèrement supérieures aux fractions de la microstructure A-950-TAS. Compte tenu des incertitudes et des écarts-types (autour de 0,1% et 0,2% pour les fractions de cémentite et d'austénite respectivement), ces deux microstructures sont cependant considérées comme similaires.

La microstructure refroidie à 20°C/s ne contient pas de cémentite et contient 1,6% d'austénite résiduelle. Si la microstructure A-950-20 contient une fraction d'austénite résiduelle intermédiaire entre la microstructure A-950-TAS (2,6%) et la microstructure A-950-SP (0,7%), ce n'est pas le cas pour la précipitation de cémentite. Soit une vitesse de refroidissement de 20°C/s empêche la précipitation de cémentite, soit les carbures (cémentite ou carbures de transition) sont trop petits ou cohérents pour être extraits sur répliques.

En ce qui concerne les microstructures « IC », plus la température de l'interruption par la trempe à l'eau est élevée, moins il y a de cémentite et d'austénite résiduelle dans la microstructure. Les microstructures « IC » balayent bien toute une gamme de microstructures intermédiaires entre la microstructure A-950-TAS et A-950-TE.

Enfin, le traitement C&P250 favorise la diffusion des atomes de carbone pendant le palier à 250°C. La microstructure obtenue présente donc plus de cémentite et d'austénite résiduelle que la microstructure A-950-TAS. A 250°C, il reste 9% d'austénite non transformée (calculé plus loin dans le chapitre). Or il y a seulement 3,9% d'austénite résiduelle dans la microstructure C&P250. Le palier de 20 min à 250°C n'est donc pas suffisant pour stabiliser les 9% d'austénite par diffusion des atomes de carbone de la martensite déjà formée vers l'austénite. Il y a environ 5% de martensite fraîche dans la microstructure.

	Cémentite (%)	Austénite (%)
A-950-TAS	0,24	2,6
GTAS	0,29	2,7
A-950-20	0	1,6
IC355	0	0,9
IC325	0,09	1,5
IC300	0,24	2,2
IC250	0,26	2,7
C&P250	0,38	3,9

Tableau 5. 4 : Fractions de cémentite et d'austénite résiduelle dans les microstructures traitées thermiquement à la Gleeble et dans la microstructure A-950-TAS.

1.2.3. Les microstructures A-1000-TE, A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250

Les fractions de cémentite et d'austénite résiduelle ont été mesurées pour les trois microstructures A-1000-TE, A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250. Le Tableau 5. 5 résume les fractions obtenues pour ces trois microstructures ainsi que la microstructure A-950-TE qui sert d'élément de comparaison.

	Cémentite (%)	Austénite (%)
A-950-TE	0	0,6
A-950-TE-R170	0	0,6
A-950-TE-R250	0,9	0,6
A-1000-TE	0	0,5

Tableau 5. 5 : Fractions de cémentite et d'austénite résiduelle dans les microstructures A-950-TE, A-1000-TE, A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250.

La microstructure A-1000-TE présente des fractions de cémentite et d'austénite résiduelle similaires à celles de la microstructure A-950-TE.

D'après les résultats du Tableau 5. 5, les traitements de revenu ne font pas varier les fractions d'austénite résiduelle. De plus, il n'y a pas de cémentite visible sur les répliques de la microstructure A-950-TE-R170. En revanche, la microstructure A-950-TE-R250 présente 0,9% de cémentite. Le traitement de revenu à 250°C permet donc une diffusion des atomes de carbone suffisante pour précipiter la cémentite.

1.3. Discussion sur la stabilité de l'austénite résiduelle et sur la précipitation de cémentite pendant le refroidissement

Pour commencer, les microstructures A-950-TAS, A-950-SP, A-950-TE, A-950-20 et « IC » sont plus particulièrement considérées. Plus la température d'interruption par une trempe à l'eau est basse entre la température M_s (370°C) et 250°C, plus il y a d'austénite résiduelle dans la microstructure (Figure 5. 12 a). C'est un refroidissement lent avant 250°C qui permet de former de plus en plus

d'austénite résiduelle. En effet, la microstructure IC250 contient autant d'austénite résiduelle que la microstructure A-950-TAS. La fraction d'austénite résiduelle n'augmente donc pas en réalisant un refroidissement lent entre 250°C et la température ambiante plutôt qu'une trempe à l'eau. De plus, plus la vitesse de refroidissement est élevée, moins il y a d'austénite résiduelle (Figure 5. 12 b).

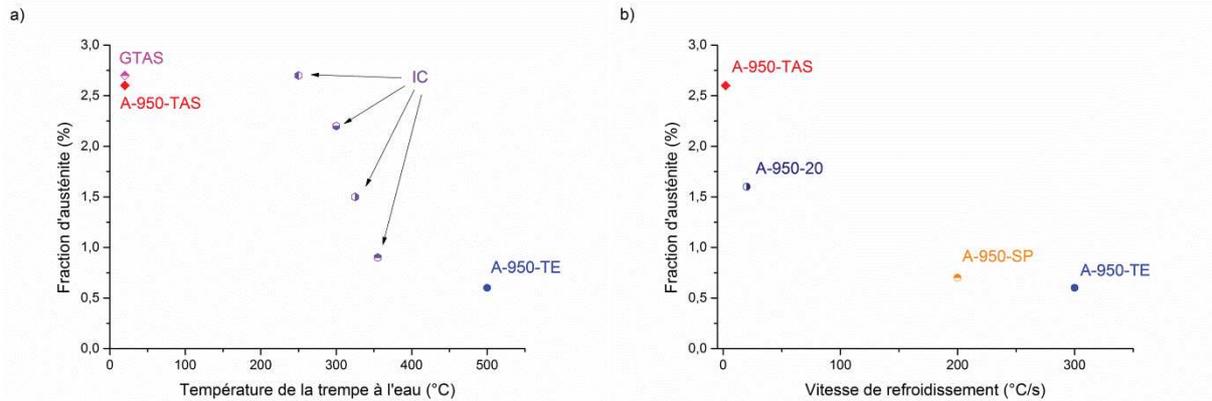


Figure 5. 12 : Evolution de la fraction d'austénite résiduelle a) en fonction de la température d'interruption d'un refroidissement lent par une trempe à l'eau et b) en fonction de la vitesse de refroidissement pendant la transformation martensitique (entre 300°C et 50°C).

Les microstructures A-950-20, A-950-SP et A-950-TE ne contiennent pas de cémentite. Seul un refroidissement lent de 2°C/s (A-950-TAS) pendant la transformation martensitique permet la précipitation de cémentite visible sur répliques. La précipitation de cémentite a lieu principalement entre la température M_s (370°C) et 300°C lors du refroidissement à l'air soufflé de la microstructure A-950-TAS (Figure 5. 13).

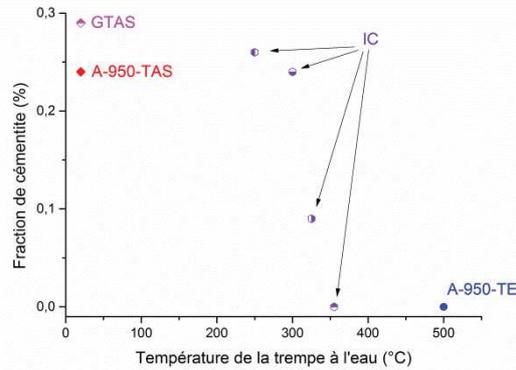


Figure 5. 13 : Evolution de la fraction de cémentite en fonction de la température d'interruption d'un refroidissement lent par une trempe à l'eau.

La fraction de martensite formée à 355°C, 325°C, 300°C et 250°C pendant la transformation martensitique est estimée à l'aide de l'équation de Koistinen-Marburger (Eq. 5.2) [Koi1959] :

$$f_{\alpha'} = 1 - \exp(-k(M_s^{K-M} - T)) \quad (\text{Eq. 5. 2})$$

où $f_{\alpha'}$ est la fraction de martensite formée à la température T . Les paramètres k et M_s^{K-M} sont ajustés en utilisant l'évolution de la fraction d'austénite en fonction de la température calculée par la règle des leviers sur la courbe de dilatométrie de la nuance A refroidie à 2°C/s (Figure 2.56). Les paramètres k et M_s^{K-M} sont ajustés à 0,028 et 337°C respectivement (Figure 5. 14). Comme évoqué dans la littérature [Sou2013], l'équation de Koistinen-Marburger ne permet pas d'estimer les 20 premiers pourcents de martensite formée. Par conséquent, la valeur du paramètre M_s^{K-M} est bien inférieure à la température M_s mesurée par dilatométrie (370°C). Les coefficients de dilatation thermique indiqués sur la

Figure 5. 14 sont ceux de l'austénite et de la martensite avec 14% de ferrite résiduelle. Les valeurs sont similaires aux coefficients de dilatation mesurés dans les travaux de Mola et De Cooman [Mol2013] sur un acier inoxydable martensitique de la famille AISI 420 ($CTE_{\gamma} = 20 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et $CTE_{\alpha} = 11 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$).

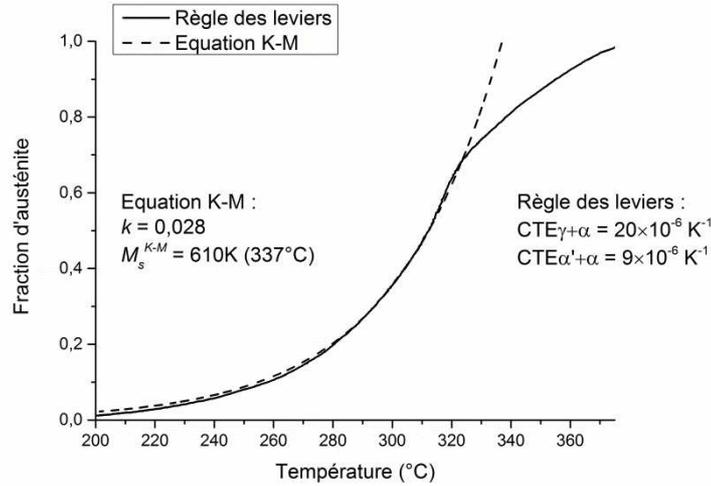


Figure 5. 14 : Evolution de la fraction d'austénite pendant le refroidissement obtenue par la règle des leviers et par l'équation de Koistinen-Marburger (K-M). Les coefficients de dilatation thermique (CTE) de $\gamma+\alpha$ (austénite et ferrite) et de $\alpha'+\alpha$ (martensite et ferrite) utilisés pour la règle des leviers sont indiqués.

La fraction de martensite formée est de 33%, 66% et 91% à 325°C, 300°C et 250°C respectivement. La précipitation de cémentite visible sur répliques s'arrête à 300°C, quand la fraction de martensite atteint 66%. La cémentite est donc située dans les premiers 66% de lattes de martensite formées. Par conséquent, 34% des lattes de martensite de la microstructure A-950-TAS ne devraient pas contenir de cémentite visible sur répliques. La microstructure contient 14% de ferrite, donc 29% de la microstructure ne présente pas de cémentite. L'observation des répliques au MEB (Chapitre 2) suggère cependant qu'une fraction plus élevée de la surface des répliques est dépourvue de cémentite, autour de 50%.

Pour clarifier la distribution des atomes de carbone pendant la transformation martensitique, la distance moyenne de diffusion des atomes de carbone dans une latte de martensite formée à la température T_0 puis refroidie avec le reste de l'échantillon est estimée par l'équation Eq. 5.3.

$$\langle \sqrt{Dt} \rangle = \frac{1}{t_f - t_0} \int_{t_0}^{t_f} \sqrt{D(T(t)) \times (t - t_0)} dt \quad (\text{Eq. 5.3})$$

$$D = 1,35 \times 10^{-6} \exp\left(\frac{-88700}{RT}\right) \quad (\text{Eq. 5.4})$$

D est le coefficient de diffusion des atomes de carbone dans la phase cubique centrée dont l'équation d'Arrhenius (Eq. 5.4) est calculée sur DICTRA (avec les bases TCFE7 et MOBFE4) en prenant la composition chimique de la nuance A. Il y a beaucoup de dislocations dans un acier martensitique, cela pourrait influencer la vitesse de diffusion des atomes de carbone. Les distances de diffusion calculées à partir des coefficients de diffusion de l'équation Eq. 5.4 sont peut-être légèrement sous-estimées [Meh2007]. T est la température, t est le temps, avec t_0 le temps où la latte se forme et t_f le temps au bout duquel la température atteint la température ambiante.

Les distances moyennes de diffusion des atomes de carbone pendant le refroidissement des microstructures A-950-TAS et A-950-TE sont données sur la Figure 5. 15. La distance moyenne de diffusion des atomes de carbone ne dépasse pas 25 nm dans la microstructure A-950-TE. Cependant, elle atteint 250 nm dans les premières lattes de martensite formées de la microstructure A-950-TAS.

Dans la microstructure A-950-TAS, la précipitation de cémentite visible sur répliques a lieu jusqu'à 300°C, dans les lattes de martensite où la distance de diffusion est supérieure à 65 nm. La distance de diffusion des atomes de carbone contrôle la taille des particules de cémentite. L'hétérogénéité de la fraction de cémentite, même entre les paquets de lattes en contenant, observée sur les répliques est due à la diminution des distances de diffusion du carbone dans les lattes de martensite en fonction de la température de germination T_0 .

De plus, en dessous de 250°C, on ne stabilise plus d'austénite résiduelle. On en déduit que c'est la diffusion des atomes de carbone initialement dans les lattes formées entre la température M_s et 250°C qui stabilise l'austénite se trouvant à leur proximité (près des joints de lattes). La distance de diffusion dans les lattes formée au-dessus de 250°C est supérieure à 30 nm.

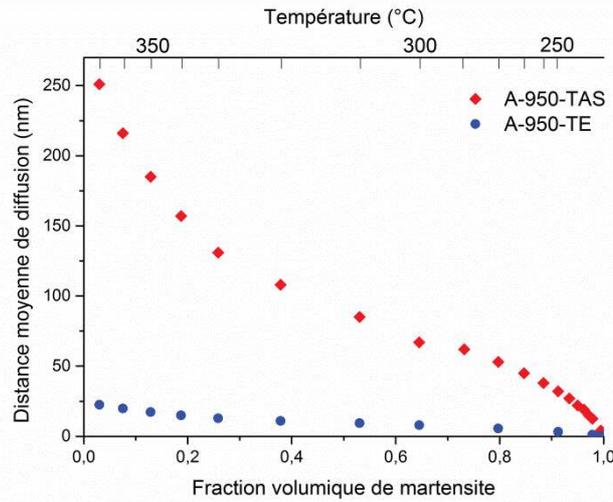


Figure 5. 15 : Distance de diffusion moyenne des atomes de carbone en fonction de la fraction de martensite déjà formée et de la température T_0 à laquelle la latte s'est formée. L'équation de Koistinen-Marburger (Eq. 5.2) est utilisée pour déterminer les relations entre la température et la fraction de martensite formée.

La microstructure A-950-TE-R170 ne contient pas de cémentite tandis que la microstructure A-950-TE-R250 en contient 0,9%. La distance de diffusion des atomes de carbone lors d'un traitement isotherme, l , est calculée avec l'équation Eq. 5.5. Elle est de 300 nm pour un traitement à 170°C pendant 20 min et de 1,7 μm pour un traitement à 250°C pendant 20 min. Malgré une distance de diffusion de 300 nm lors du traitement de revenu à 170°C, valeur supérieure aux distances de diffusion obtenues sur la Figure 5. 15, il n'y a pas précipitation de cémentite visible sur répliques.

$$l = \sqrt{Dt} \quad (\text{Eq. 5. 5})$$

Pour chaque microstructure, la concentration en carbone $C_{\alpha'+\gamma}$ dans la matrice martensitique (martensite à proprement parler et austénite résiduelle) est estimée en supposant que la concentration en carbone dans la ferrite est négligeable (Eq. 5.6).

$$C_{\alpha'+\gamma} = \frac{C_0 - C_{M23C6} f_{M23C6} - C_{Nb(C,N)} f_{Nb(C,N)} - C_{Fe3C} f_{Fe3C}}{1 - f_{\alpha}} \quad (\text{Eq. 5. 6})$$

f_{M23C6} , $f_{Nb(C,N)}$, f_{Fe3C} et f_{α} sont les fractions de carbures de chrome, de niobium, de cémentite et de ferrite respectivement. C_0 , C_{M23C6} , $C_{Nb(C,N)}$ et C_{Fe3C} sont la teneur nominale en carbone et les fractions massiques en carbone dans les carbures de chrome, de niobium et de cémentite respectivement. Les fractions massiques en carbone dans les carbures sont calculées en prenant comme stœchiométries $\text{Cr}_{15}\text{Fe}_8\text{C}_6$, $\text{Nb}_{0,5}\text{C}_{0,34}\text{N}_{0,16}$ (Chapitre 2) et Fe_3C . Les résultats sont donnés dans le Tableau 5. 6.

A partir de ces résultats, il est difficile de quantifier la concentration en carbone dans la martensite et dans l'austénite résiduelle séparément. Cependant, des hypothèses peuvent être faites. Dans les microstructures ayant subi un refroidissement lent ou un traitement de revenu, l'austénite résiduelle est sûrement enrichie en carbone. En revanche, dans les microstructures ayant subi un refroidissement rapide, la diffusion des atomes de carbone est limitée et les atomes de carbone sont supposés être majoritairement ségrégués aux dislocations dans la martensite [Hut2011].

	$C_{\alpha'+\gamma}$		$C_{\alpha'+\gamma}$
A-950-TAS	0,057	GTAS	0,053
A-950-SP	0,075	A-950-20	0,075
A-950-TE	0,075	IC355	0,075
A-1000-TAS	0,036	IC325	0,069
A-1000-TE	0,089	IC300	0,057
B-950-TAS	0,046	IC250	0,055
C-950-TAS	0,021	C&P250	0,046
C-950-TE	0,051	A-950-TE-R170	0,075
		A-950-TE-R250	0,006

Tableau 5. 6 : Concentration en carbone dans la martensite et l'austénite résiduelle (en pds.%).

En résumé, plusieurs microstructures ont été élaborées afin d'étudier l'influence de l'austénite résiduelle et de la répartition des atomes de carbone sur la résilience. D'après les résultats de l'analyse microstructurale, l'objectif est atteint (Figure 5. 16). En effet, les microstructures A-950-TE, A-1000-TE et C-950-TE contiennent des fractions de cémentite et d'austénite résiduelle similaires mais des concentrations en carbone dans la martensite très différentes. La différence entre les microstructures A-950-TE, A-950-TE-R250 et A-950-TE-R170 repose sur la précipitation de cémentite. La microstructure A-950-20 contient une fraction d'austénite résiduelle intermédiaire entre la microstructure A-950-TAS et A-950-TE mais ne contient pas de cémentite. Enfin, Les microstructures « IC » et GTAS balayent bien toute une gamme de microstructures intermédiaires entre la microstructure A-950-TAS et A-950-TE.

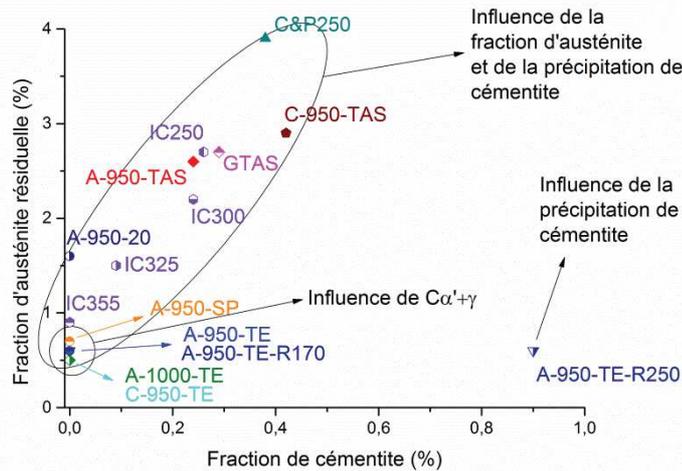


Figure 5. 16 : Fractions d'austénite résiduelle et de cémentite dans les microstructures modèles ainsi que les objectifs liés à l'étude de ces microstructures.

De plus, l'analyse de ces microstructures a permis de mieux comprendre comment a lieu la précipitation de cémentite et la stabilisation de l'austénite résiduelle lors d'un refroidissement lent.

2. Résilience

Des essais Charpy sont réalisés afin d'estimer la température de transition ductile-fragile et la résilience du plateau ductile de chaque microstructure. Cependant, la largeur des deux coupons traités par microstructure à la Gleeble étant de 45 mm, seulement quatre éprouvettes Charpy par microstructure sont usinées et cinq éprouvettes pour la microstructure GTAS (même si la largeur des plaques permettait d'usiner trois éprouvettes Charpy par plaque, soit 6 éprouvettes Charpy au total, il a été choisi de garder de la matière pour mesurer la fraction de cémentite et d'austénite résiduelle dans chaque microstructure). Une étude préliminaire a permis de déterminer que la longueur de la zone homogène en température est de 50 mm entre les mors. Les entailles des éprouvettes Charpy ainsi que les zones plastifiées au cours de l'essai sont positionnées dans la zone homogène. Le choix des températures d'essai est détaillé plus loin dans ce chapitre.

2.1. Transition ductile-fragile

2.1.1. Effet de la teneur en carbone dans la matrice martensitique sur la résilience

La Figure 5. 17 permet de comparer la sensibilité à la vitesse de trempe de la nuance A austénitisée à 1000°C et de la nuance C austénitisée à 950°C avec la nuance A austénitisée à 950°C. La microstructure A-1000-TE a des valeurs de résilience inférieures à celles de la microstructure A-950-TE. En revanche, la nuance C semble moins sensible à la vitesse de trempe. La température de transition ductile-fragile de la microstructure C-950-TE est certes plus élevée que celle de la microstructure C-950-TAS mais elle est largement inférieure à celle de la microstructure A-950-TE. Plus particulièrement, le palier ductile de la microstructure C-950-TE est supérieur à celui des microstructures A-950-TE et A-1000-TE. De plus les transitions ductile-fragile semblent plus brutales pour les microstructures trempées à l'air soufflé que pour celles trempées à l'eau.

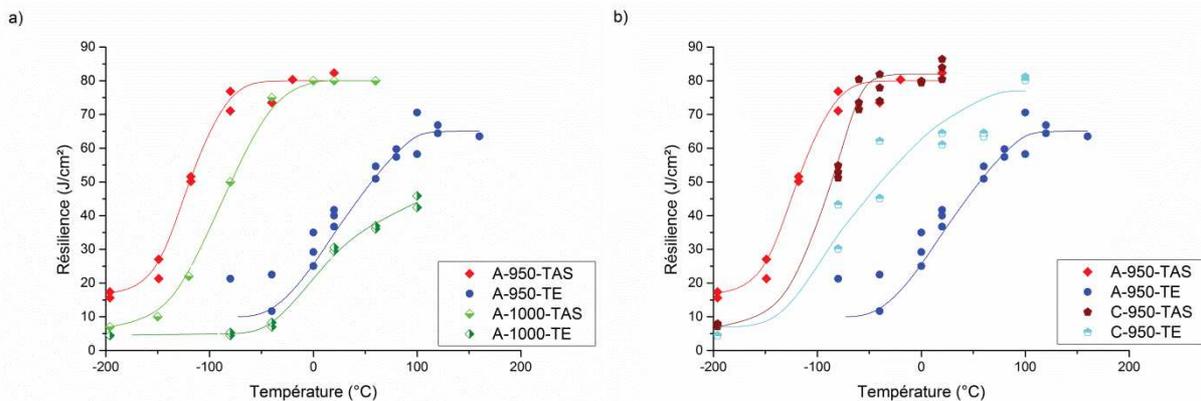


Figure 5. 17 : Influence de la vitesse de refroidissement a) sur la nuance A austénitisée à 1000°C et b) sur la nuance C austénitisée à 950°C.

2.1.2. Effet de la précipitation de cémentite sur la résilience

Les traitements de revenu effectués sur la microstructure A-950-TE permettent d'améliorer les courbes de résilience (Figure 5. 18).

Le traitement de revenu à 250°C permet une diminution de la température de transition ductile-fragile de 20°C à -20°C par rapport à la microstructure A-950-TE, ainsi qu'une légère augmentation du palier ductile. Cependant, les températures de transition ductile-fragile des microstructures A-950-TE-R170 et A-950-TE-R250 restent largement supérieures à celle de la microstructure A-950-TAS.

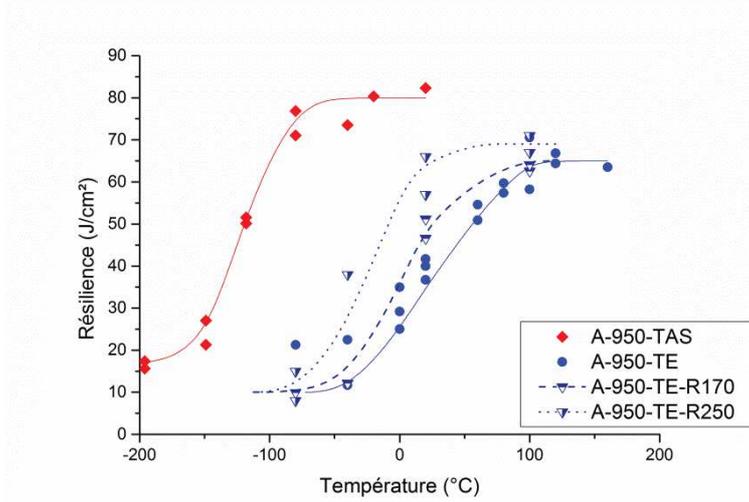


Figure 5. 18 : Influence des traitements de revenu sur la résilience de la microstructure A-950-TE.

2.1.3. Effet de la vitesse d'un refroidissement continu sur la résilience

Des essais Charpy sont réalisés sur les microstructures traitées thermiquement à la Gleeble. Pour chaque microstructure, deux éprouvettes sont testées à 20°C, une à -40°C et la température d'essai de la quatrième éprouvette est choisie selon les valeurs de résilience à 20°C et -40°C, pour déterminer approximativement la transition ductile-fragile. Sur la Figure 5. 19, les courbes de transition ductile-fragile des microstructures GTAS, IC355 et A-950-20 sont comparées à celles des microstructures A-950-TAS, A-950-SP et A-950-TE.

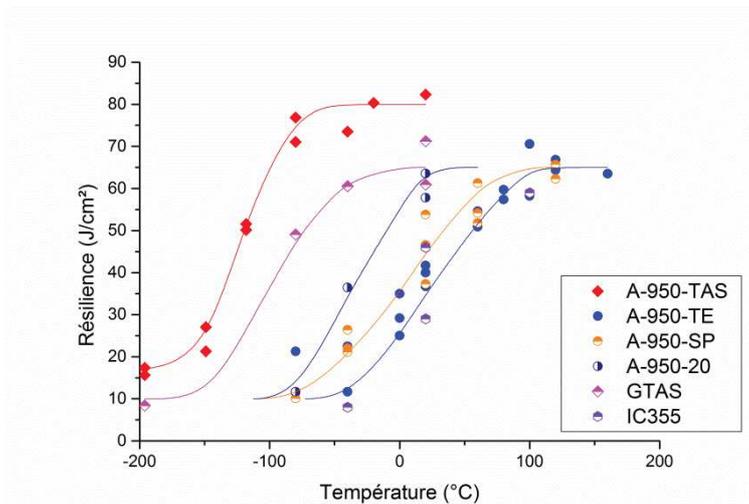


Figure 5. 19 : Influence de la vitesse de refroidissement sur les courbes de transition ductile-fragile.

Les microstructures A-950-TAS et GTAS sont similaires mais les courbes de transition ductile-fragile sont différentes, avec notamment un palier ductile nettement plus bas pour la microstructure GTAS. En revanche, les microstructures IC355 et A-950-TE qui sont elles aussi similaires, présentent la même transition ductile-fragile. La raison de cette différence de palier ductile entre les microstructures A-950-TAS et GTAS n'a pas été identifiée. Suite à la mesure de fraction de ferrite dans la microstructure GTAS (13% contre 14% dans la microstructure A-950-TAS), il a été supposé que les traitements d'austénitisation sont similaires à la Gleeble et au four. Il est possible que la différence de vitesse de refroidissement (1,7°C/s et 2°C/s pour les microstructures GTAS et A-950-TAS respectivement) soit à l'origine de ces écarts de transition ductile-fragile mais cela est contraire aux

résultats précédents selon lesquels plus la vitesse de refroidissement est faible, meilleures sont les courbes de résilience. De plus, les fractions d'austénite et de cémentite sont également comparables.

La microstructure A-950-20 présente une transition ductile-fragile intermédiaire entre celles des microstructures GTAS et A-950-TE.

2.1.4. Effet d'un refroidissement complexe sur la résilience

Les microstructures « IC » présentent des courbes de transition ductile-fragile intermédiaires entre les microstructures GTAS et A-950-TE (Figure 5. 20). La courbe de transition ductile-fragile de la microstructure IC250 est très proche de celle de la microstructure GTAS.

De plus, la microstructure C&P250 présente un palier ductile supérieur à celui de la microstructure GTAS (Figure 5. 20). La courbe de transition de la microstructure C&P250 est celle qui est la plus proche de celle de la microstructure A-950-TAS.

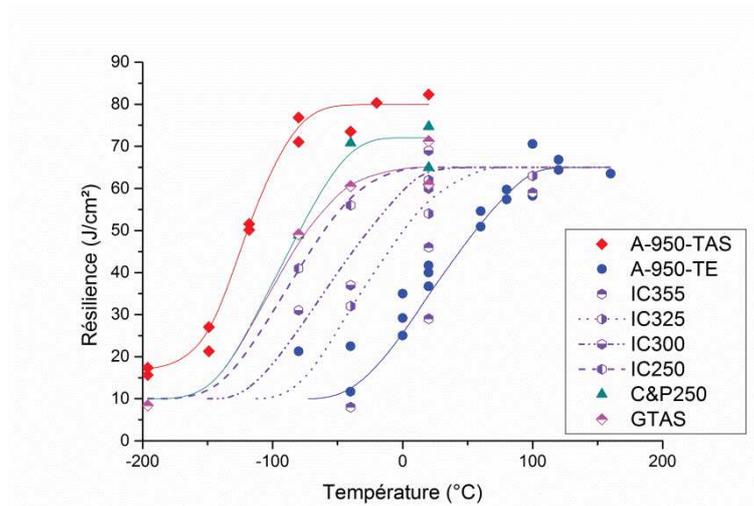


Figure 5. 20 : Courbes de transition ductile-fragile des microstructures traitées thermiquement à la Gleebly.

2.2. Discussion sur les liens microstructure-résilience

Lors des traitements de revenu de la microstructure A-950-TE, les atomes de carbone initialement ségrégués aux dislocations dans la martensite diffusent probablement dans l'austénite résiduelle et également dans la cémentite pour la microstructure A-950-TE-R250. D'après la Figure 5. 18, la diffusion des atomes de carbone a un effet bénéfique sur la résilience. Cependant, il est difficile de déterminer lequel de ces deux effets impacte le plus la résilience entre l'enrichissement en carbone de l'austénite et la libération des dislocations des atomes de carbone. En effet l'enrichissement en carbone de l'austénite résiduelle permet d'augmenter sa stabilité mécanique, ce qui pourrait être bénéfique pour la résilience. De plus, libérer les dislocations des atomes de carbone permet d'augmenter la capacité d'érouissage de la martensite et de résister à la croissance de cavités lors de la rupture ductile, ce qui est également essentiel pour garantir des valeurs de résilience élevées.

Les essais de résilience des microstructures A-950-TE, A-1000-TE et C-950-TE permettent de mieux comprendre l'importance de libérer les dislocations des atomes de carbone. En effet, la nuance A austénitisée à 950°C, la nuance A austénitisée à 1000°C et la nuance C austénitisée à 950°C n'ont pas la même sensibilité à la vitesse de trempe (Figure 5. 17). Pourtant, les trois microstructures A-950-TE, A-1000-TE et C-950-TE contiennent toutes les trois environ 0,5% d'austénite résiduelle et 0% de cémentite. La sensibilité à la vitesse de trempe est sûrement liée à la concentration en carbone dans l'austénite primaire avant la trempe. Dans le cas d'une trempe à l'eau, la distance de diffusion des

atomes de carbone est très limitée (inférieure à 25 nm d'après la Figure 5. 15). Par conséquent, la majorité des atomes de carbone initialement en solution solide dans l'austénite primaire se retrouve ségréguée aux dislocations dans la martensite. Les microstructures A-950-TE, A-1000-TE et C-950-TE contiennent 0,075 pds.%, 0,089 pds.% et 0,051 pds.% de carbone respectivement dans la matrice martensitique (Tableau 5. 6). La microstructure A-1000-TE est donc supposée contenir plus d'atomes de carbone ségrégués aux dislocations que la microstructure C-950-TE. D'après les résultats des essais Charpy, cela impacte fortement les valeurs de résilience et plus particulièrement le palier ductile (Figure 5. 21).

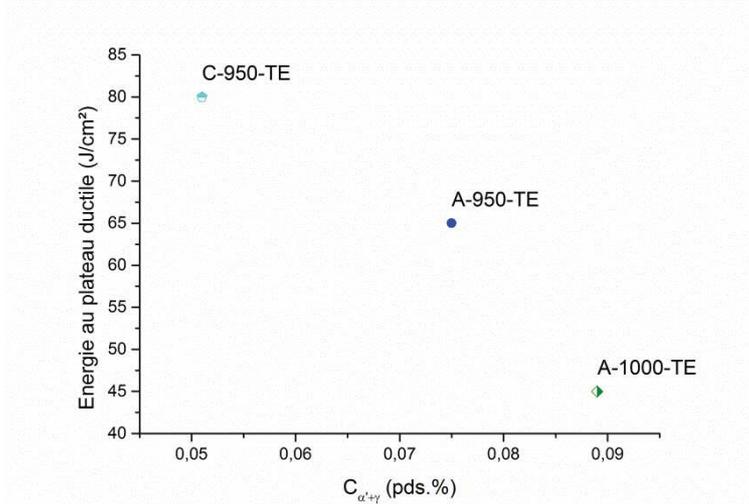


Figure 5. 21 : Evolution de l'énergie au plateau ductile en fonction de la concentration en carbone dans la matrice martensitique.

Les résultats des essais Charpy des microstructures « IC » confirment l'effet bénéfique de l'austénite résiduelle. En effet, la température de transition ductile fragile semble directement liée à la fraction d'austénite résiduelle. De plus, la microstructure C&P250 qui contient 3,9% d'austénite résiduelle présente une meilleure transition ductile-fragile que la microstructure GTAS. La Figure 5. 22 représente la température de transition ductile-fragile de toutes les microstructures issues de la nuance A austénitisée à 950°C en fonction de la fraction d'austénite résiduelle. La température de transition ductile-fragile semble diminuer d'environ 40°C par pourcent d'austénite résiduelle supplémentaire.

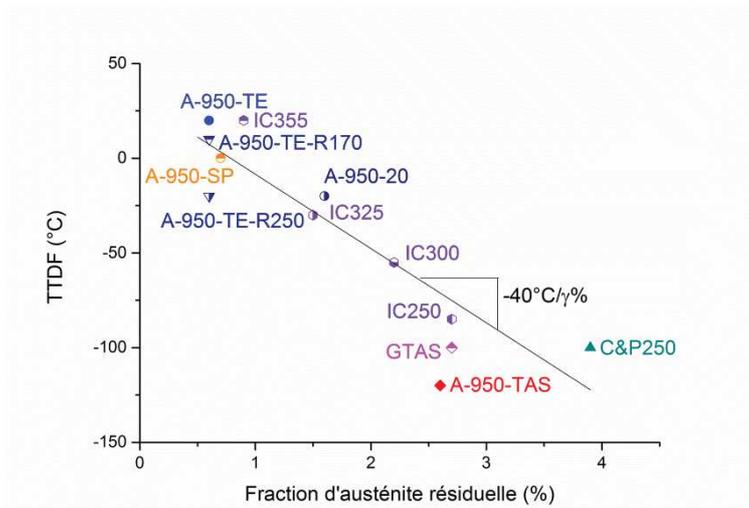


Figure 5. 22 : Evolution de la température de transition ductile-fragile (TTDF) en fonction de la fraction d'austénite résiduelle.

3. Conclusion

Les microstructures modèles ont permis de mieux comprendre comment la vitesse de refroidissement influe sur la microstructure et de mieux comprendre les liens microstructure-résilience.

Lors du refroidissement de la microstructure A-950-TAS, la précipitation de cémentite visible sur répliques a principalement lieu entre la température M_s et 300°C (dans les 70 premiers pourcents de lattes de martensite formées). De plus, la diffusion des atomes de carbone initialement dans les lattes formées entre la température M_s et 250°C (les 90 premiers pourcents de martensite) vers l'austénite se trouvant près des joints de lattes permet la stabilisation de films d'austénite résiduelle.

De plus, l'auto-revenu de la martensite est essentiel pour garantir de bonnes propriétés de résilience, avant tout car cela permet de libérer les dislocations des atomes de carbone ségrévés. D'après les résultats des essais Charpy, il est préférable que la diffusion des atomes de carbone engendre la stabilisation de l'austénite résiduelle plutôt que la précipitation de cémentite.

Conclusions et perspectives

Conclusions

L'objectif industriel de cette étude était d'améliorer la compréhension des liens entre la microstructure et la transition ductile-fragile d'aciers inoxydables martensitiques, afin d'aider à la conception de nouveaux alliages pour application automobile. Les objectifs scientifiques portaient de manière plus générale sur l'amélioration de la compréhension de l'effet de la composition chimique et de l'auto-revenu lors de la trempe sur la résilience. Les travaux de thèse ont permis de répondre aux objectifs tant scientifiques qu'industriels.

Dans un premier temps, cinq microstructures ont été élaborées en faisant varier la teneur en niobium, le traitement d'austénitisation et la vitesse de trempe. Les microstructures obtenues sont complexes avec trois constituants dans la matrice (martensite plus ou moins auto-revenue, ferrite non transformée et austénite résiduelle), quelques inclusions et jusqu'à trois types de carbures (carbures de chrome, de niobium et cémentite). Les transitions ductile-fragile de ces microstructures ont été caractérisées par des essais Charpy. La température de transition ductile-fragile peut varier de plus de 100°C selon la microstructure, d'où l'intérêt de cette étude. La démarche générale consiste à établir les liens entre la microstructure et la résilience. Pour ce faire, ces microstructures ont été caractérisées mécaniquement et les contraintes critiques de rupture par clivage ont été estimées en utilisant l'approche locale de la rupture. De plus, des microstructures modèles ont été caractérisées avec une méthodologie simplifiée afin d'étudier plus précisément la répartition des atomes de carbone dans la microstructure et son effet sur la résilience.

Les mécanismes de rupture et les liens microstructure-résilience

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes Charpy a permis d'établir trois domaines de température entre lesquels les mécanismes de rupture diffèrent.

- A très basse température, au niveau du palier fragile, la rupture est contrôlée par la résistance à l'amorçage du clivage. Sur les faciès de rupture, il n'y a qu'un seul site d'amorçage du clivage. La première fissure (issue d'un carbure ou d'une inclusion) qui se propage dans la matrice provoque la rupture totale de l'éprouvette.
- Dans le domaine de la transition, la rupture est gouvernée par la résistance à la propagation du clivage. Les faciès de rupture présentent plusieurs fissures de clivage entourées de cupules, qui correspondent sûrement à des fissures de clivage arrêtées à des joints de forte désorientation ($> 15^\circ$). La première fissure de clivage qui arrive à traverser les joints de forte désorientation engendre la rupture totale de l'éprouvette.
- A plus haute température, la rupture est entièrement ductile. La rupture est alors contrôlée par la résistance à la germination et la croissance de cavités.

Les analyses microstructurales et mécaniques ont permis d'établir des liens entre certains éléments microstructuraux et les propriétés mécaniques.

- L'amorçage du clivage a généralement lieu près des carbures de chrome et des grains de ferrite. Les carbures de chrome étant situés dans des grains de ferrite dans la microstructure, il est difficile d'identifier si ce sont les carbures de chrome, les grains de ferrite, ou ces deux constituants qui sont à l'origine de l'amorçage du clivage. Dans la microstructure A-1000-TAS qui contient peu de carbures de chrome et de ferrite, ce sont les oxydes de titane qui sont à l'origine de l'amorçage du clivage. Les contraintes critiques de clivage donnent une estimation de la résistance à l'amorçage du clivage. Il semblerait que passer d'un amorçage sur les carbures de chrome à un amorçage sur les inclusions permette d'augmenter légèrement la contrainte critique de clivage (de 2300 MPa à 2400 MPa). Cependant, les incertitudes de mesure étant élevées, ce résultat doit être considéré avec précaution.
- L'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle de 0,6% à 2,6% modifie l'érouissage en début de déformation plastique et engendre la diminution de $R_{p0,2}$ de 950 MPa à 900 MPa (comparaison des microstructures A-950-TAS et A-950-TE). L'approche locale de la rupture a permis de montrer que cette modification de l'érouissage en début de déformation plastique joue un rôle primordial pour retarder l'atteinte de la contrainte critique de clivage requise à l'amorçage du clivage. L'augmentation de la déformation nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage est sûrement bénéfique pour la résilience.
- D'après la littérature, les joints de paquets de lattes et les films d'austénite résiduelle situés entre les lattes de martensite sont des barrières à la propagation du clivage. Leurs effets sur les transitions ductile-fragile des microstructures de l'étude sont conséquents. En revanche, les contraintes critiques de clivage dans le domaine fragile ne semblent pas dépendre de la taille des paquets de lattes et de la fraction d'austénite résiduelle. On en déduit qu'ils modifient la température de transition ductile-fragile en améliorant la résistance à la propagation du clivage, non la résistance à l'amorçage du clivage. On constate d'ailleurs que toutes les microstructures présentent le même palier fragile, à des températures pour lesquelles la rupture est uniquement contrôlée par la résistance à l'amorçage du clivage.
- D'après l'observation des faciès de rupture, la rupture ductile est gouvernée par les carbures de chrome. De plus, selon la triaxialité des contraintes, les carbures de niobium peuvent aussi jouer un rôle dans la germination de cavités secondaires.
- Les inclusions de type aluminates peuvent provoquer des lignes de délaminage lors d'une sollicitation dans le sens travers. Cela est néfaste pour la résilience au plateau ductile.

- L'auto-revenu de la martensite et la libération des atomes de carbone ségrégués aux dislocations vers la cémentite ou l'austénite résiduelle permettent d'augmenter la capacité d'érouissage de la martensite et de résister à la croissance de cavités lors de la rupture ductile.

Les contraintes critiques de clivage

L'approche locale de la rupture est utilisée pour déterminer les contraintes critiques de clivage. Ces contraintes critiques de clivage sont mesurées à des températures pour lesquelles la rupture est contrôlée par la résistance à l'amorçage du clivage uniquement. En effet, il a été choisi de mesurer les contraintes critiques uniquement pour les essais qui présentent des faciès de rupture entièrement fragile, afin de ne pas avoir à simuler une fissuration ductile précédant le clivage instable ou l'effet d'une déformation plastique importante précédant la rupture. Ces contraintes de clivage ne permettent donc pas d'estimer la résistance à la propagation du clivage des différentes microstructures. Or, d'après les transitions ductile-fragile issues des essais Charpy, il semble que la température de transition ductile-fragile dépende fortement de la résistance à la propagation du clivage et moins de la résistance à l'amorçage du clivage. Dans cette étude, la méthodologie adoptée pour l'estimation des contraintes critiques de clivage a donc ses limites et ne permet pas d'établir un lien direct entre les contraintes critiques de clivage et la température de transition ductile-fragile.

L'effet de l'austénite résiduelle sur la résilience

Les films d'austénite résiduelle sont stabilisés à température ambiante grâce à la diffusion des atomes de carbone par l'auto-revenu de la martensite. L'analyse des microstructures modèles a permis de mieux comprendre comment la précipitation de cémentite et la stabilisation de films d'austénite ont lieu pendant un refroidissement lent. Lors du refroidissement de la microstructure A-950-TAS, la cémentite visible sur répliques précipite principalement entre la température M_s et 300°C (dans les 65 premiers pourcents de lattes de martensite formées). De plus, la diffusion des atomes de carbone initialement dans les lattes formées entre la température M_s et 250°C (ce qui correspond aux 90 premiers pourcents de martensite) permet la stabilisation de films d'austénite autour de ces lattes.

Les résultats de fraction d'austénite mesurée par aimantation à saturation sont proches de ceux obtenus par diffraction des neutrons. La sigma-métrie est une technique qui demande beaucoup moins de moyens que la diffraction des neutrons et qui permet de quantifier de très faibles fractions d'austénite (contrairement à la diffraction des rayons X). La sigma-métrie semble donc être une technique fiable et rapide pour la mesure d'austénite résiduelle.

Il y a un écart de 140°C entre les températures de transition ductile-fragile des microstructures A-950-TAS et A-950-TE. Cet écart est principalement attribué à l'austénite résiduelle. L'effet bénéfique de l'austénite résiduelle sur la température de transition ductile-fragile est connu dans la littérature mais uniquement comme obstacle à la propagation du clivage. A l'issue de ces travaux, une deuxième explication est proposée. La présence d'austénite résiduelle, même en faible quantité, engendre la diminution de $R_{p0.2}$. L'analyse mécanique des microstructures A-950-TAS et A-950-TE montre que cette modification de l'érouissage en début de déformation plastique permet d'augmenter la déformation plastique nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage (à la fois la déformation locale au niveau du point de Gauss et le déplacement qu'il faut imposer à l'éprouvette). Cela n'est pas évoqué dans la littérature mais retarder l'atteinte de la contrainte critique de clivage est sûrement bénéfique pour la résilience.

De plus, la stabilité mécanique de l'austénite impacte sûrement les valeurs de résilience. Cependant, l'étude de la stabilité mécanique de l'austénite résiduelle est complexe. La fraction d'austénite est trop faible pour qu'un effet TRIP soit visible sur les courbes de traction. D'après les mesures de fraction d'austénite sur les éprouvettes lisses post-mortem, il semble qu'une partie de l'austénite se transforme en martensite pendant les essais de traction et que la fraction d'austénite transformée augmente quand la température de l'essai diminue. Les faciès de rupture des éprouvettes Charpy ont été observés en

essayant d'identifier les films d'austénite résiduelle dans les facettes de clivage. On observe effectivement des micro-ligaments ductiles dans les facettes de clivage des éprouvettes testées au-dessus de la température de transition ductile-fragile, tandis que les facettes sont beaucoup plus lisses à plus basse température. On a émis l'hypothèse que la température de transition ductile-fragile pourrait dépendre de la stabilité mécanique de l'austénite résiduelle mais il faudrait s'assurer que ces micro-ligaments ductiles correspondent bien à la rupture ductile des films d'austénite.

L'influence de la teneur en niobium et du traitement thermique sur la résilience

Les liens établis entre la microstructure et la transition ductile-fragile permettent de mieux comprendre comment l'ajout de niobium dans la composition chimique, la modification du traitement d'austénitisation et de la vitesse de trempe influent sur les valeurs de résilience.

- L'ajout de niobium dans la composition chimique améliore la résilience de deux manières : en affinant la microstructure et en modifiant les populations de carbures. En effet, la microstructure A-950-TAS présente une taille de grains d'austénite primaire plus fine que la microstructure B-950-TAS. De plus, l'ajout de niobium engendre la précipitation de carbures de niobium et cela provoque indirectement la diminution de la fraction de carbures de chrome. Ces deux effets combinés permettent de diminuer la température de transition ductile-fragile de 80°C.
- L'augmentation de la température et du temps d'austénitisation engendre une variation de tous les éléments microstructuraux. Les variations qui sont susceptibles d'impacter le plus les valeurs de résilience sont l'augmentation de la taille des grains de l'austénite primaire et la diminution de la fraction de carbures de chrome. Cependant ces deux phénomènes ont des effets contraires sur la résilience. Finalement, la transition ductile-fragile de la microstructure A-1000-TAS est proche de celle de la microstructure A-950-TAS avec une température de transition ductile-fragile supérieure de 30°C pour la microstructure A-1000-TAS.
- La vitesse de trempe influe fortement sur les valeurs de résilience. Passer d'une vitesse de refroidissement de 300°C/s à 3°C/s pendant la transformation martensitique permet de diminuer la température de transition ductile-fragile de 140°C grâce à la légère augmentation de la fraction d'austénite résiduelle de 0,6% à 2,6%.

En résumé, il est bénéfique de diminuer la taille de grain de l'austénite primaire. Pour ce faire, il vaut mieux privilégier des températures et des temps d'austénitisation relativement faibles. Cependant, il est préférable que l'austénitisation soit complète à la fin du traitement thermique pour augmenter la résistance mécanique de la pièce finale. De plus, les carbures de chrome étant néfastes aussi bien pour la rupture ductile que la rupture fragile, il est souhaitable de dissoudre le plus de carbures de chrome possible. La nuance C a donc été développée afin d'obtenir une austénitisation plus complète et une dissolution presque totale des carbures de chrome à 950°C (diminution des températures A_{c1} et A_{c3} et moins de carbures de chrome à l'état recuit). De plus, la composition chimique contient 0,1 pds.% de niobium afin de ralentir la croissance des grains austénitiques pendant le traitement thermique. La microstructure C-950-TAS présente de bonnes propriétés de résilience. Malgré tout, la vitesse de trempe influe sur la transition ductile-fragile de la nuance C, même si la transition ductile fragile de la microstructure C-950-TE est moins dégradée que celle de la microstructure A-950-TE. Afin de favoriser l'auto-revenu de la martensite et la stabilisation d'austénite résiduelle, il est préférable d'appliquer une vitesse de refroidissement faible après le traitement d'austénitisation. Pour le procédé d'emboutissage à chaud, cela se traduit par retirer la pièce des outils de la presse avant le début de la transformation martensitique.

Perspectives

Perspectives scientifiques

Pour comparer séparément les énergies d'amorçage et de propagation d'une fissure pour les différentes microstructures, il serait intéressant de réaliser des **essais Charpy instrumentés**.

Au vu des résultats de cette étude, la répartition des atomes de carbone dans la microstructure joue un rôle considérable sur les valeurs de résilience. Il serait intéressant de connaître **la concentration en carbone dans l'austénite résiduelle** et en solution solide dans la martensite. Même s'il est difficile d'obtenir des analyses quantitatives fiables, des mesures en sonde atomique tomographique pourraient donner une estimation des concentrations en carbone dans l'austénite résiduelle et dans la martensite, sans être affectées par les contraintes internes comme en diffraction. De plus, cette technique permettrait d'étudier la ségrégation des atomes de carbone au niveau des dislocations dans la martensite.

D'après l'analyse mécanique des microstructures A-950-TAS et A-950-TE, l'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle permet d'augmenter la déformation plastique nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage. La troisième perspective consiste à **déstabiliser l'austénite résiduelle avant les essais Charpy** avec un maintien long dans l'azote liquide ou une pré-déformation afin de valider l'hypothèse que le début de l'érouissage joue un rôle important sur la déformation nécessaire pour atteindre la contrainte critique de clivage et ainsi la résilience. Les mesures de sigma-métrie après maintien pendant 15 min dans l'azote liquide laissent penser que l'austénite résiduelle est stable thermiquement jusqu'à -196°C . L'austénite devra donc préférentiellement être déstabilisée par pré-déformation. Le niveau de pré-déformation doit être bien choisi afin de ne pas créer de cavités sur les carbures et d'éviter un effet de préchargement à chaud (Warm Pre-Stress Effect).

De plus, la méthodologie adoptée dans cette étude pour la détermination des contraintes critiques de clivage a ses limites car elle ne permet pas de relier directement les contraintes critiques de clivage aux températures de transition ductile-fragile. Il pourrait être envisagé de faire des **mesures de contraintes critiques pour des températures d'essai comprises dans le domaine de transition ductile-fragile**. Il faudrait alors simuler la fissuration ductile qui précède la rupture fragile ainsi qu'évaluer les effets de la déformation plastique associée.

Perspectives industrielles

Dans le dernier chapitre, **une méthodologie simplifiée** a été mise en place pour étudier une nouvelle nuance. Il n'est pas nécessaire de réaliser une analyse mécanique aussi complète que dans les chapitres 3 et 4 pour déterminer les propriétés en résilience d'une nouvelle nuance. D'ailleurs, les contraintes critiques de clivage n'évoluent que très peu pour les différentes microstructures étudiées, du moins dans le domaine purement fragile. Dans le chapitre 5, quelques essais Charpy et un essai de traction à température ambiante permettent d'avoir une première idée des caractéristiques mécaniques d'une microstructure. De plus, pour la nuance C, une analyse microstructurale détaillée a été effectuée mais, au vu des résultats, elle peut être simplifiée. La précipitation de cémentite jouant un rôle limité sur la résilience, il ne semble pas nécessaire de réaliser systématiquement des répliques pour la mesure de la fraction de cémentite. Les mesures importantes dans l'analyse microstructurale sont la mesure de l'austénite résiduelle par sigma-métrie, la mesure de la taille de grain de l'austénite primaire par microscopie optique et la mesure de la fraction de carbures de chrome au MEB.

Même si la composition chimique de la nuance C est optimisée par rapport à celles des nuances A et B, il pourrait être envisagé d'effectuer **d'autres modifications de la composition chimique** afin d'augmenter la température M_s , par exemple. En effet, il est peut-être possible d'augmenter la fraction d'austénite résiduelle dans une microstructure avec une température M_s plus élevée et en appliquant une vitesse de refroidissement lente.

De plus, **l'effet de la déformation lors de l'emboutissage à chaud** n'a pas été étudié mais la déformation peut permettre de stabiliser une plus grande fraction d'austénite résiduelle dans la pièce finale.

Dans le cadre de ce projet qui vise à développer de nouvelles nuances d'aciers inoxydables martensitiques pour application automobile, une nouvelle thèse menée par Constance Chanh a démarré en octobre 2018. L'objectif de ses travaux de thèse est d'étudier le soudage et les mécanismes de fragilisation de ces nuances sous conditions extrêmes de refroidissement, en particulier en optimisant le cycle thermique.

Annexes

Annexe A : Propreté inclusionnaire	187
Annexe B : Protocole expérimental des mesures par diffraction des neutrons	188
Annexe C : Texture	189

Annexe A : Propreté inclusionnaire

Dans cette étude, la propreté inclusionnaire est analysée selon la méthode dite du champ le plus sale de la norme ASTM E45 – 05 [ASTM E45]. C'est une méthode optique pour laquelle la surface polie miroir d'un échantillon (supérieure ou égale à 160 mm²) est analysée sur plusieurs champs au grossissement x100. Il y a quatre types d'inclusions classées selon leur morphologie : les sulfures (gris de forme allongée), les aluminates (au minimum trois particules alignées dans le sens de laminage), les silicates (noirs de forme allongée) et les oxydes (sphériques).

Pour commencer, les inclusions sont identifiées par analyse d'images. Les inclusions sont classées en deux catégories « Fine » ou « Large » selon leur taille (Tableau A. 1). Les inclusions dont la taille est inférieure à 2 µm ne sont pas comptabilisées. Les inclusions dont la taille est supérieure à la limite haute de la catégorie « Large » sont considérées « hors catégorie » et leurs tailles doivent être indiquées.

	Fine		Large	
	Taille minimale (µm)	Taille maximale (µm)	Taille minimale (µm)	Taille maximale (µm)
Sulfures	2	4	> 4	12
Aluminates	2	9	> 9	15
Silicates	2	5	> 5	12
Oxydes	2	8	> 8	13

Tableau A. 1 : Critères pour classer les inclusions en fonction de leur taille (plus précisément, leur épaisseur pour les sulfures, les aluminates et les silicates et leur diamètre pour les oxydes).

Des indices de sévérité sont attribués pour chaque catégorie d'inclusions (c'est-à-dire pour chaque type d'inclusion et chaque catégorie « Fine » ou « Large ») selon la quantité d'inclusions sur chaque micrographie optique (Tableau A. 2). Plus précisément la quantité d'inclusions correspond à la somme des longueurs d'inclusions pour les sulfures, les aluminates et les silicates et du nombre d'inclusions pour les oxydes.

Indice de sévérité	Sulfures	Aluminates	Silicates	Oxydes
0,5	37,0	17,2	17,8	1
1,0	127,0	76,8	75,6	4
1,5	261,0	184,2	176,0	9
2,0	436,1	342,7	320,5	16
2,5	649,0	554,7	510,3	25
3,0	898,0	822,2	746,1	36
3,5	1181,0	1147,0	1029,0	49
4,0	1498,0	1530,0	1359,0	64
4,5	1898,0	1973,0	1737,0	81
5,0	2230,0	2476,0	2163,0	100

Tableau A. 2 : Valeurs minimales, pour chaque indice de sévérité, des longueurs totales d'inclusions (en µm) de sulfures, d'aluminates ou de silicates et du nombre d'oxydes.

La méthode du champ le plus sale consiste à donner les valeurs d'indice de sévérité de la micrographie optique qui comporte l'indice de sévérité le plus élevé pour chaque type d'inclusions.

Annexe B : Protocole expérimental des mesures par diffraction des neutrons

Des mesures de diffraction des neutrons ont été réalisées au Laboratoire Léon Brillouin (LLB) par F. Porcher afin de quantifier la fraction d'austénite résiduelle et de valider les mesures d'austénite résiduelle obtenues par sigma-métrie.

Le spectromètre utilisé est le spectromètre G4.4 (Figure B. 1). Pour obtenir un volume d'analyse suffisant, huit échantillons de dimension $8 \times 8 \times 1,5 \text{ mm}^3$ sont empilés au sein d'un porte-échantillon cylindrique creux en vanadium (qui ne diffracte que très peu au spectromètre G4.4). Le temps de comptage est de 24h par microstructure. La longueur d'onde du faisceau incident est de $1,958 \text{ \AA}$. Les neutrons du faisceau diffracté sont récupérés sur un multi-détecteur composé de 70 collimateurs séparés de 2° . Les détecteurs tournent autour de l'axe de l'échantillon et le pas angulaire est de $0,5^\circ$.

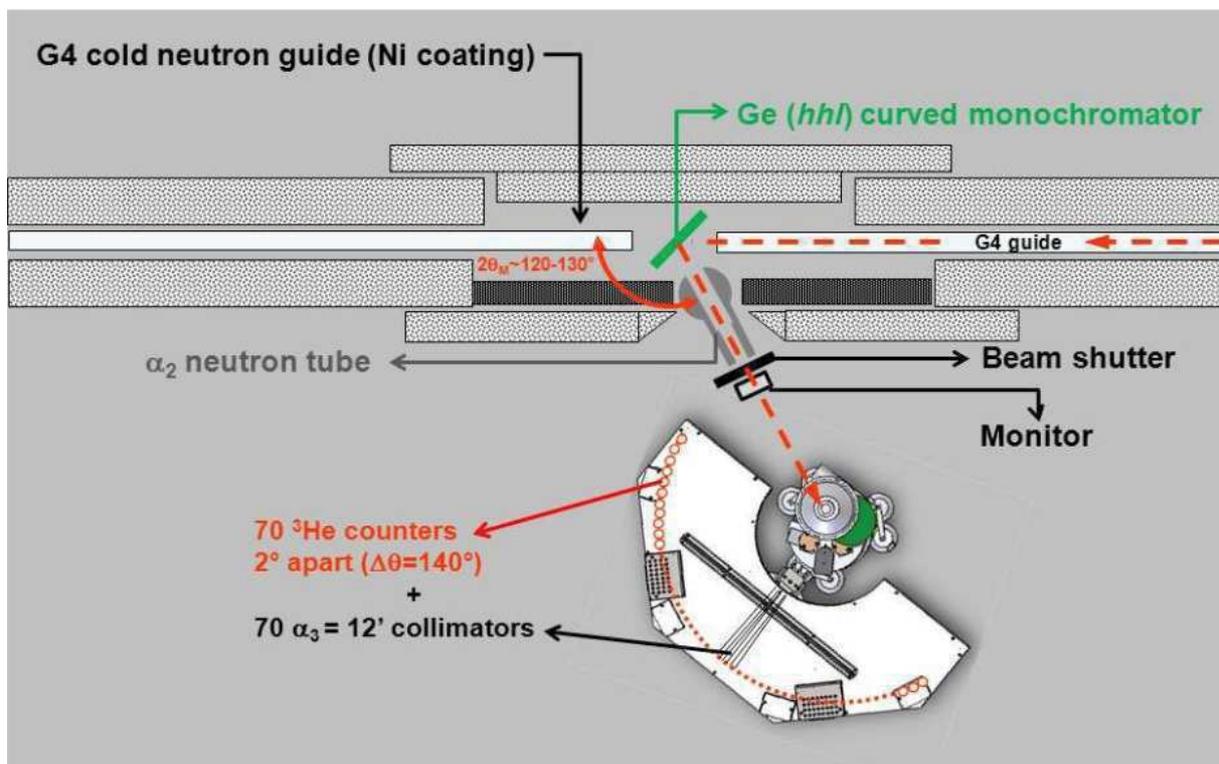


Figure B. 1 : Schéma du spectromètre G4.4 au LLB [LLB].

Pour obtenir le spectre de diffraction, les données de l'ensemble des détecteurs sont nettoyées (certains détecteurs ne fonctionnant pas, leurs données sont supprimées) et moyennées.

Le spectre est ensuite analysé avec le logiciel FullProf en utilisant un affinement Rietveld. On utilise une équation polynomiale du 6^{ème} degré pour soustraire le bruit de fond. Ensuite, la fonction mathématique Pseudo-Voigt est utilisée pour les affinements des pics de diffraction.

Annexe C : Texture

Des mesures de texture en DRX ont été réalisées sur la microstructure A-950-TAS en surface, à $\frac{1}{4}$ épaisseur et à mi-épaisseur (échantillons de dimension 25x30 mm²). La possible texture du matériau pourrait en effet être à l'origine d'une anisotropie des propriétés mécaniques.

L'appareil utilisé est un diffractomètre MRD X'Pert Pro PANalytical équipé d'une anode en cobalt (raie $K\alpha_1$ du cobalt avec une tension de 45 kV et une intensité de 35 mA). Les mesures ont porté sur les figures de pôles {110}, {200} et {211}. Les pas angulaires en déclinaison et en azimut sont de 5° et le temps de comptage est de 10s. La qualité des figures de pôles expérimentales est affectée par la taille des grains. Un dispositif de translation de 5 mm de l'échantillon permet d'augmenter la surface éclairée par les rayons X et par conséquent d'augmenter le nombre de grains participant à la diffraction. Le passage des figures de pôles à la fonction de distribution des orientations (ODF) a été fait à l'aide d'une méthode vectorielle (la méthode Williams-Imhof-Matthies-Vinel) [Mat1982]. Le logiciel utilisé est X'Pert Data collector.

Les textures ne sont pas très marquées dans la microstructure A-950-TAS. L'indice de texture est inférieur à 2,2 (Figure C. 1, Figure C. 2 et Figure C. 3) et la valeur maximale de l'ODF est autour de 7,3 (Figure C. 4, Figure C. 5 et Figure C. 6). Cependant, la texture est légèrement plus importante à mi-épaisseur qu'en surface de l'échantillon. A mi-épaisseur, il y a une légère texture selon les orientations {001}<110>, {111}<112> et {112}<110>.

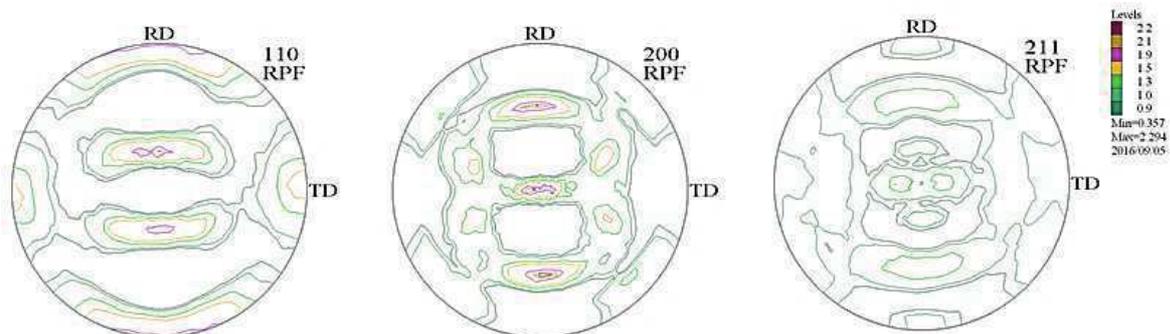


Figure C. 1 : Figures de pôles {110}, {200} et {211} à mi-épaisseur, recalculées à partir de l'ODF.

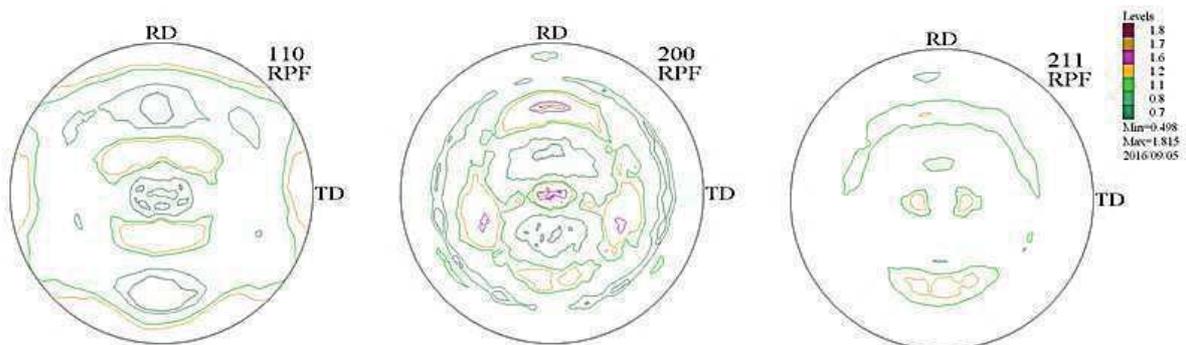


Figure C. 2 : Figures de pôles {110}, {200} et {211} à $\frac{1}{4}$ épaisseur, recalculées à partir de l'ODF.

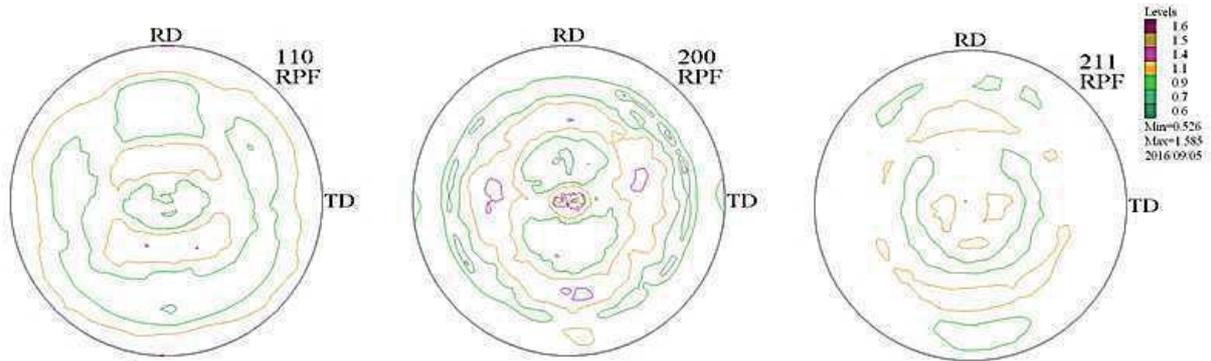


Figure C. 3 : Figures de pôles {110}, {200} et {211} en surface, recalculées à partir de l'ODF.

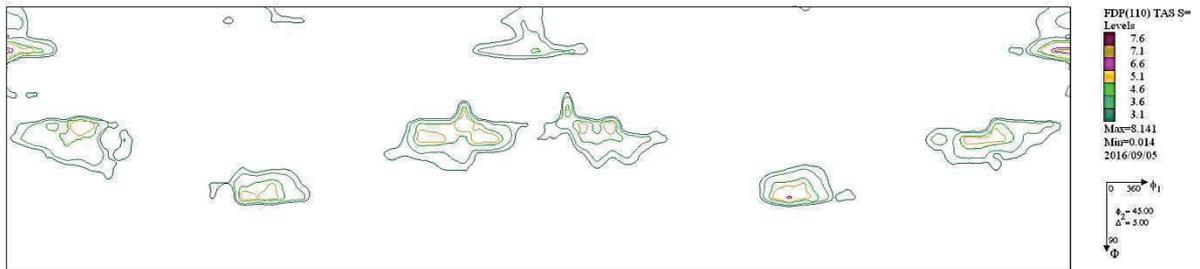


Figure C. 4 : ODF de la microstructure A-950-TAS à mi-épaisseur (coupe à $\phi_2=45^\circ$).

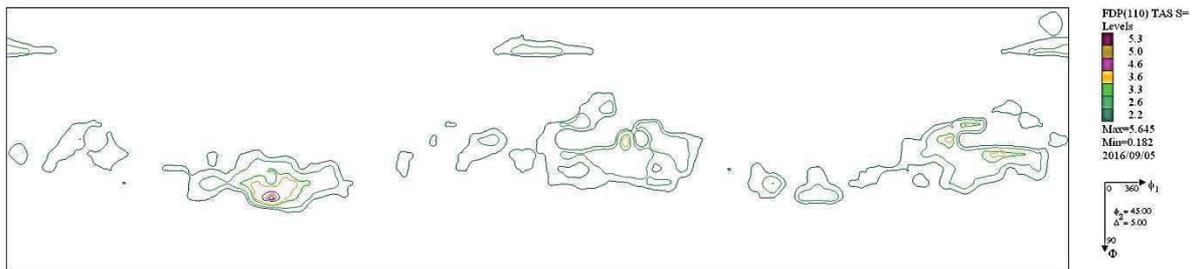


Figure C. 5 : ODF de la microstructure A-950-TAS à $\frac{1}{4}$ épaisseur (coupe à $\phi_2=45^\circ$).

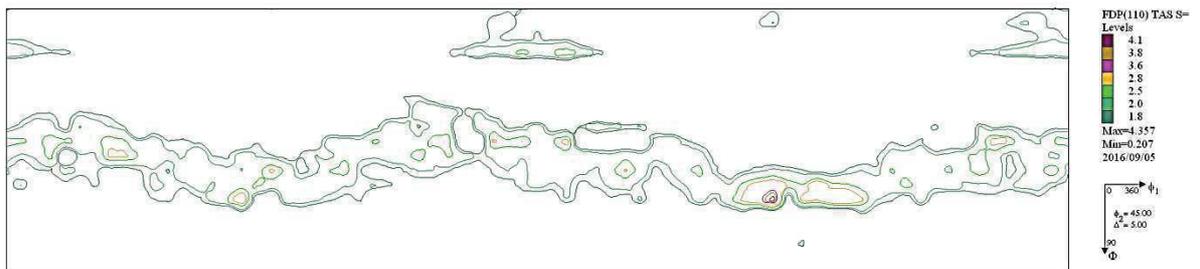


Figure C. 6 : ODF de la microstructure A-950-TAS en surface (coupe à $\phi_2=45^\circ$).

Références bibliographiques

- [All2018] S. Y. P. Allain, S. Gaudez, G. Geandier, J. C. Hell, M. Gouné, F. Danoix, M. Soler, S. Aoued et A. Poulon-Quintin, « Internal stresses and carbon enrichment in austenite of Quenching and Partitioning steels from high energy X-ray diffraction experiments », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 710, n° Supplement C, p. 245-250, 2018.
- [Ano2018] C. R. Anoop, A. Prakash, S. V. S. Narayana Murty, et I. Samajdar, « Origin of low temperature toughness in a 12Cr-10Ni martensitic precipitation hardenable stainless steel », *Materials Science & Engineering A*, vol. 709, p. 1-8, 2018.
- [Arc01] « E - Aciers pour emboutissage à chaud - Usibor[®] et Ductibor[®] ». [En ligne]. Disponible sur: https://automotive.arcelormittal.com/saturnus/sheets/E_FR.html. [Consulté le: 03-oct-2018].
- [Arc02] « Flans soudés au laser multi-épaisseurs : Tailored Blanks ». [En ligne]. Disponible sur: <http://automotive.arcelormittal.com/europe/products/LWB/FR>. [Consulté le : 09-oct-2018].
- [Ass2005] A. Asserin-Lebert, « Etude expérimentale et prévision des mécanismes de rupture des tôles et des joints soudés bout à bout en alliage d'aluminium 6056 », Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.
- [ASTM E45] ASTM E45-05, *Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel*, ASTM International. West Conshohocken, PA, 2005.
- [Bad2013] G. Badinier, « Effect of Carbon Segregation and Carbide Precipitation on the Mechanical Response of Martensite », Thèse de doctorat, The University of British Columbia, Vancouver, 2013.
- [Bad2017] G. Badinier, J. B. Moreau, B. Petit, C. Boissy, J. D. Mithieux, S. Saedlou et J. Peagle, « Development of Press Hardening Stainless Steels for Body-in-White Application », présenté à CHS2 conference, Atlanta, 2017.
- [Bad2017bis] G. Badinier, C. W. Sinclair, S. Allain, F. Danoix, et M. Gouné, « The Mechanisms of Transformation and Mechanical Behavior of Ferrous Martensite », in *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, Elsevier, 2017.
- [Bag1950] Y. A. Bagaryatski, « Wierojatnyj mechanizm raspada martiensita », *Doklady Akademii Nauk SSSR*, vol. 73, p. 1161-1164, 1950.
- [Bai1924] E. Bain, « The nature of martensite », *American Institute of Mining and Metallurgical Engineers - Transactions*, n° 1299-S, p. 11, 1924.
- [Bao2014] F. Bao Zhang, H. Wu Song, M. Cheng, X. Li, S. H. Zhang, et W. Jie Liu, « Microstructure Development and Mechanical Properties of a Hot Stamped Low-Carbon Advanced High Strength

- Steel Treated by a Novel Dynamic Carbon Partitioning Process », *Advanced Materials Research*, vol. 1063, p. 42-46, 2014.
- [Ber1983] F. M. Beremin, « A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel », *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, n° 11, p. 2277-2287, 1983.
- [Bes2004] J. Besson, C. Berdin, S. Bugat, R. Desmorat, F. Feyel, S. Forest, E. Lorentz, E. Maire, T. Pardoën, A. Pineau et B. Tanguy, *Local approach to fracture*. Les Presses de l'Ecole des Mines de Paris, 2004.
- [Ble2003] W. Bleck, A. Frehn, E. Kechagias, J. Ohlert, et K. Hulka, « Control of Microstructure in TRIP Steels by Niobium », *Materials Science Forum*, vol. 426-432, p. 43-48, 2003.
- [Bon2008] R. Bonadé, P. Mueller, et P. Spätig, « Fracture toughness behavior in the ductile–brittle transition region of the tempered martensitic Eurofer97 steel: Experiments and modeling », *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, p. 3985-4000, 2008.
- [Bro2004] F. Bron, J. Besson, et A. Pineau, « Ductile rupture in thin sheets of two grades of 2024 aluminum alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 380, p. 356-364, 2004.
- [Cap2002] C. Capdevila, F. Caballero, et C. Garcia De Andrés, « Determination of Ms Temperature in steels: A Bayesian Neural Network Model », *ISIJ International*, vol. 42:8, p. 894-902, 2002.
- [Cha2014] A. Chatterjee, D. Chakrabarti, A. Moitra, R. Mitra, et A. K Bhaduri, « Effect of normalization temperatures on ductile–brittle transition temperature of a modified 9Cr–1Mo steel », *Materials Science and Engineering A*, vol. 618, p. 219-231, 2014.
- [Cha2015] G. Chakraborty, C. R. Das, S. K. Albert, A. K. Bhaduri, V. T. Paul, G. Panneerselvam et A. Dasgupta, « Study on tempering behaviour of AISI 410 stainless steel », *Materials Characterization*, vol. 100, p. 81-87, 2015.
- [Che2017] J. Chen, W. N. Zhang, Z. Y. Liu, et G. D. Wang, « The role of retained austenite on the mechanical properties of a low carbon 3Mn-1.5Ni steel », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48A, p. 5849-5859, 2017.
- [Dea1981] A. J. Deardo, J. M. Gray, et L. Meyer, « Fundamental metallurgy of niobium in steel », *TMS-AIME*, p. 685-759, 1981.
- [Fel2011] S. Feld-Payet, J. Besson, et F. Feyel, « Finite element analysis of damage in ductile structures using a nonlocal model combined with a three-field formulation », *International Journal of Damage Mechanics*, vol. 20, p. 655-680, 2011.
- [Gou2013] M. Gouné, F. Danoix, S. Allain, et O. Bouaziz, « Unambiguous carbon partitioning from martensite to austenite in Fe–C–Ni alloys during quenching and partitioning », *Scripta Materialia*, vol. 68, n° 12, p. 1004-1007, 2013.
- [Gra2012] A. Grajcar, R. Kuziak, et W. Zalecki, « Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry », *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 12, n° 3, p. 334-341, 2012.
- [Han2010] M. Hantcherli, « Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne, 2010.
- [Han2013] T. Hanamura, S. Torizuka, S. Tamura, S. Enokida, et H. Takechi, « Effect of Austenite Grain Size on Transformation Behavior, Microstructure and Mechanical Properties of 0.1C–5Mn Martensitic Steel », *ISIJ International*, vol. 53, n° 12, p. 2218-2225, 2013.
- [Hid2016] J. Hidalgo et M. J. Santofimia, « Effect of Prior Austenite Grain Size Refinement by Thermal Cycling on the Microstructural Features of As-Quenched Lath Martensite », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, p. 5288-5301, 2016.
- [Hua2015] Q. Huang, H. Biermann, et J. Mola, « Influence of martensite fraction on the extent of partitioning in martensitic stainless steels processed by quenching and partitioning (Q&P) », présenté à 8th European Stainless Steel Conference, Graz, The Austrian Society for Metallurgy and Materials, 2015.
- [Hua2016] Q. Huang, B. C. De Cooman, H. Biermann, et J. Mola, « Influence of Martensite Fraction on the Stabilization of Austenite in Austenitic–Martensitic Stainless Steels », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, p. 1947-1959, 2016.

- [Hua2018] Q. Huang, O. Volkova, B. De Cooman, H. Biermann, et J. Mola, « Influence of Si addition on the carbon partitioning in martensitic-austenitic stainless steels », présenté à 20th Materials Engineering Colloquium (WTK 2018), Chemnitz, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 373, 2018.
- [Hut2008] C. R. Hutchinson, H. S. Zurob, C. W. Sinclair, et Y. J. M. Brechet, « The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain-boundary motion in Nb steels », *Scripta Materialia*, vol. 59, p. 635-637, 2008.
- [Hut2011] B. Hutchinson, J. Hagström, O. Karlsson, D. Lindell, M. Tornberg, F. Lindberg et M. Thuvander, « Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C) », *Acta Materialia*, vol. 59, p. 5845-5858, 2011.
- [Huy2017] P. Huyghe, L. Malet, M. Caruso, C. Georges, et S. Godet, « On the relationship between the multiphase microstructure and the mechanical properties of a 0.2C quenched and partitioned steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 701, n° Supplement C, p. 254-263, 2017.
- [Jac2009] P. J. Jacques, S. Allain, O. Bouaziz, A. De, A. F. Gourgues, B. M. Hance, Y. Houbaert, J. Huang, A. Iza-Mendia, S. E. Kruger, M. Radu, L. Samek, J. Speer, L. Zhao et S. van der Zwaag, « On measurement of retained austenite in multiphase TRIP steels — results of blind round robin test involving six different techniques », *Materials Science and Technology*, vol. 25, n° 5, p. 567-574, 2009.
- [Jia2015] B. Jian, L. Wang, H. Mohrbacher, H. Z. Lu, et W. J. Wang, « Development of Niobium Alloyed Press Hardening Steel with Improved Properties for Crash Performance », *Advanced Materials Research*, vol. 1063, p. 7-20, 2015.
- [Jo2017] M. C. Jo, J. Park, S. S. Sohn, S. Kim, J. Oh, et S. Lee, « Effects of untransformed ferrite on Charpy impact toughness in 1.8-GPa-grade hot-press-forming steel sheets », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 707, p. 65-72, 2017.
- [Joh1965] O. Johari et G. Thomas, « Factors determining twinning in martensite », *Acta Metallurgica*, vol. 13, p. 1211–1212, 1965.
- [Kar2010] H. Karbasian et A. E. Tekkaya, « A review on hot stamping », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, n° 15, p. 2103-2118, 2010.
- [Kim1983] J. I. Kim, C. K. Syn, et J. W. Morris, « Microstructural sources of toughness in QLT-treated 5.5 Ni cryogenic steel », *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, p. 93–103, 1983.
- [Koi1959] D. Koistinen et R. Marburger, « A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure-carbon alloys and plain carbon steels », *Acta Metallurgica*, vol. 7, p. 59-60, 1959.
- [Kra1999] G. Krauss, « Martensite in steel: strength and structure », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 273, p. 40–57, 1999.
- [Lac1990] P. Lacombe, B. Baroux, et G. Beranger, *Les aciers inoxydables*, Les Editions de Physique, 1990.
- [Lam2001] A. Lambert-Perlade, « Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Paris, 2001.
- [Lam2004] A. Lambert-Perlade, T. Sturel, A. F. Gourgues, J. Besson, et A. Pineau, « Mechanisms and modeling of cleavage fracture in simulated heat-affected zone microstructures of a high-strength low alloy steel », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, p. 1039-1053, 2004.
- [Len1984] U. R. Lenel et R. W. K. Honeycombe, « Formation of austenite in Fe-10Cr-0.2C alloy », *Metal Science*, vol. 18, n° 4, p. 201-206, 1984.
- [Ler2012] C. Lerchbacher, S. Zinner, et H. Leitner, « Atom probe study of the carbon distribution in a hardened martensitic hot-work tool steel X38CrMoV5-1 », *Micron*, vol. 43, p. 818-826, 2012.
- [Li2018] Y. J. Li, J. Kang, W. N. Zhang, D. Liu, X. H. Wang, G. Yuan, R. D. K. Misra et G. D. Wang, « A novel phase transition behavior during dynamic partitioning and analysis of retained austenite in quenched and partitioned steels », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 710, p. 181-191, 2018.
- [Lin2018] B. M. Linke, T. Gerber, A. Hatscher, I. Salvatori, I. Aranguren, et M. Arribas, « Impact of Si on Microstructure and Mechanical Properties of 22MnB5 Hot Stamping Steel Treated by

- Quenching & Partitioning (Q&P) », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, p. 54-65, 2018.
- [Liu2011] H. Liu, X. Lu, X. Jin, H. Dong, et J. Shi, « Enhanced mechanical properties of a hot stamped advanced high-strength steel treated by quenching and partitioning process », *Scripta Materialia*, vol. 64, p. 749-752, 2011.
- [LLB] « Spectrometers at the LLB », *Bienvenue sur le site du LLB*. [En ligne]. Disponible sur: http://www-llb.cea.fr/fr-en/spectros_p.php. [Consulté le : 10-oct-2018].
- [Lub2009] S. Lubin, « Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009.
- [Mah2014] N. Maheswari, S. G. Chowdhury, K. C. H. Kumar, et S. Sankaran, « Influence of alloying elements on the microstructure evolution and mechanical properties in quenched and partitioned steels », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 600, p. 12-20, 2014.
- [Mar1969] A. Marder et G. Krauss, « Formation of low-carbon martensite in Fe-C alloys », *ASM Transactions Quarterly*, vol. 62, n° 4, p. 957-963, 1969.
- [Mar1994] A. Martín-Meizoso, I. Ocaña-Arizcorreta, J. Gil-Sevillano, et M. Fuentes-Pérez, « Modelling cleavage fracture of bainitic steels », *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, p. 2057-2068, 1994.
- [Mar2014] F. Maresca, V. G. Kouznetsova, et M. G. D. Geers, « On the role of interlath retained austenite in the deformation of lath martensite », *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 22, n° 4, p. 045011, 2014.
- [Mar2018] F. Maresca, V. G. Kouznetsova, M. G. D. Geers, et W. A. Curtin, « Contribution of austenite-martensite transformation to deformability of advanced high strength steels: From atomistic mechanisms to microstructural response », *Acta Materialia*, vol. 156, p. 463-478, 2018.
- [Mat1982] S. Matthies et G. W. Vinel, « On the reproduction of the orientation distribution function of texturized samples from reduced pole figures using the conception of a conditional ghost correction », *physica status solidi (b)*, vol. 112, n° 2, p. K111-K114, 1982.
- [McM1965] C. J. McMahon et M. Cohen, « Initiation of cleavage in polycrystalline iron », *Acta Metallurgica*, vol. 13, p. 591-603, 1965.
- [Meh2007] H. Mehrer, *Diffusion in Solids: Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2007.
- [Min2014] L. Ming, Q. Wang, H. Wang, C. Zhang, Z. Wei, et A. Guo, « A remarkable role of niobium precipitation in refining microstructure and improving toughness of A QT-treated 20CrMo47NbV steel with ultrahigh strength », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 613, p. 240-249, 2014.
- [Mio2018] A. Miotti Bettanini, F. Hannard, J. D. Mithieux, G. Badinier, P. J. Jacques, T. Pardoën et L. Delannay, « Residual ferrite in martensitic stainless steels: The effect of mechanical strength contrast on ductility », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 731, p. 495-505, 2018.
- [Mis2013] R. D. K. Misra, H. Zheng, K. M. Wu, et L. P. Karjalainen, « Niobium-containing quenching and partitioning processed ultrahigh strength martensite-austenite dual phase steels », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 579, n° Supplement C, p. 188-193, 2013.
- [Mit2013] J. D. Mithieux, G. Badinier, P. O. Santacreu, J. M. Herbelin, et V. Kostoj, « Optimized Martensitic Stainless Steels for Hot Formed Parts in Automotive Crash Application », présenté à CHS2 conference, Luleå, 2013, Luleå University of Technology, vol. B1, p. 57-65.
- [Mol2013] J. Mola et B. C. De Cooman, « Quenching and Partitioning (Q&P) Processing of Martensitic Stainless Steels », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, p. 946-967, 2013.
- [Mol2017] J. Mola, G. Luan, D. Brochnow, O. Volkova, et J. Wu, « Tempering of martensite and subsequent redistribution of Cr, Mn, Ni, Mo, and Si between cementite and martensite studied by magnetic measurements », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, p. 5805-5812, 2017.
- [Mor2006] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, et N. Hansen, « The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels », *Acta Materialia*, vol. 54, p. 5323-5331, 2006.
- [Mor2011] J. W. Morris, « On the ductile-brittle transition in lath martensitic steel », *ISIJ International*, vol. 51, n° 10, p. 1569-1575, 2011.

- [Mor2013] J. W. Morris, C. Kinney, K. Pytlewski, et Y. Adachi, « Microstructure and cleavage in lath martensitic steels », *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 14, n° 1, p. 14208-14217, 2013.
- [Nak2018] D. Nakanishi, T. Kawabata, et S. Aihara, « Effect of dispersed retained γ -Fe on brittle crack arrest toughness in 9% Ni steel in cryogenic temperatures », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 723, p. 238-246, 2018.
- [Nis1978] Z. Nishiyama, M. Fine, M. Meshii, et C. Wayman, *Martensitic Transformation*, Academic Press. 1978.
- [Nis2013] T. Nishibata et N. Kojima, « Effect of quenching rate on hardness and microstructure of hot-stamped steel », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 577, p. S549-S554, 2013.
- [Ode1984] G. R. Odette, G. E. Lucas, R. Maiti, et J. W. Sheckherd, « The micromechanical mechanisms of cleavage fracture in martensitic stainless steels », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 122-123, p. 442-447, 1984.
- [Ols1992] G. Olson et W. Owen, *Martensite: A tribute to Morris Cohen*, ASM International. 1992.
- [Pam1972] C. A. Pampillo et H. W. Paxton, « The effect of reverted austenite on the mechanical properties and toughness of 12 Ni and 18 Ni (200) maraging steels », *Metallurgical Transactions*, vol. 3, p. 2895-2903, 1972.
- [Pet2006] B. Petit, « Etude du comportement mécanique et des modifications de texture et de microstructure induites par la transformation de phase γ - α' sous contrainte d'un acier AISI 304. Aspects expérimentaux et modélisations. », Thèse de doctorat, Université de Metz, Metz, 2006.
- [Pet2018] T. Petit, C. Ritter, J. Besson, et T. F. Morgeneyer, « Impact of machine stiffness on ‘pop-in’ crack propagation instabilities », *Engineering Fracture Mechanics*, 2018.
- [Pin2016] A. Pineau, A. A. Benzerga, et T. Pardoen, « Failure of metals I: Brittle and ductile fracture », *Acta Materialia*, vol. 107, p. 424-483, 2016.
- [Qin2015] S. Qin, Y. Liu, Q. Hao, Y. Wang, N. Chen, X. Zuo et Y. Rong, « The Mechanism of High Ductility for Novel High-Carbon Quenching-Partitioning-Tempering Martensitic Steel », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 46, p. 4047-4055, 2015.
- [Raa2013] D. Raabe, S. Sandlöbes, J. Millan, D. Ponge, H. Assadi, M. Herbig et P. P. Choi, « Segregation engineering enables nanoscale martensite to austenite phase transformation at grain boundaries: A pathway to ductile martensite », *Acta Materialia*, vol. 61, p. 6132-6152, 2013.
- [Ric1969] J. R. Rice et D. M. Tracey, « On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 17, n° 3, p. 201-217, 1969.
- [Rit1973] R. O. Ritchie, J. F. Knott, et J. R. Rice, « On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 21, n° 6, p. 395-410, 1973.
- [San1983] B. P. J. Sandvik et C. M. Wayman, « Characteristics of lath martensite: Part II. The martensite-austenite interface », *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, p. 823-834, 1983.
- [San2011] M. J. Santofimia, L. Zhao, R. Petrov, C. Kwakernaak, W. G. Sloof, et J. Sietsma, « Microstructural development during the quenching and partitioning process in a newly designed low-carbon steel », *Acta Materialia*, vol. 59, p. 6059-6068, 2011.
- [San2015] P. O. Santacreu, G. Badinier, J. B. Moreau, et J. M. Herbelin, « Fatigue Properties of a New Martensitic Stainless Steel for Hot Stamped Chassis Parts », *SAE Technical Papers*, 2015.
- [Sch2010] R. Schnitzer, G. A. Zickler, E. Lach, H. Clemens, S. Zinner, T. Lippmann et H. Leitner, « Influence of reverted austenite on static and dynamic mechanical properties of a PH 13-8 Mo maraging steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, p. 2065-2070, 2010.
- [Sch2010bis] R. Schnitzer, S. Zinner, et H. Leitner, « Modeling of the yield strength of a stainless maraging steel », *Scripta Materialia*, vol. 62, n° 5, p. 286-289, 2010.
- [Seo2014] E. J. Seo, L. Cho, et B. De Cooman, « Application of Quenching and Partitioning (Q&P) Processing to Press Hardening Steel », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, p. 4022-4037, 2014.
- [Seo2016] E. J. Seo, L. Cho, Y. Estrin, et B. C. De Cooman, « Microstructure-mechanical properties relationships for quenching and partitioning (Q&P) processed steel », *Acta Materialia*, vol. 113, p. 124-139, 2016.

- [She2007] D. H. Sherman, S. M. Cross, S. Kim, F. Grandjean, G. J. Long, et M. K. Miller, « Characterization of the Carbon and Retained Austenite Distributions in Martensitic Medium Carbon, High Silicon Steel », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38, p. 1698-1711, 2007.
- [Shi2018] L. Shi, S. A. Alexandratos, et N. P. O'Dowd, « Prediction of prior austenite grain growth in the heat-affected zone of a martensitic steel during welding », *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 166, p. 94-106, 2018.
- [Son2018] C. Song, H. Yu, J. Lu, T. Zhou, et S. Yang, « Stress partitioning among ferrite, martensite and retained austenite of a TRIP-assisted multiphase steel: An in-situ high-energy X-ray diffraction study », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 726, p. 1-9, 2018.
- [Sou2013] T. Sourmail et V. Smanio, « Response to comments on 'Determination of Ms temperature: methods, meaning and influence of 'slow start' phenomenon' by T. Sourmail and V. Smanio », *Materials Science and Technology*, vol. 29, p. 890-892, 2013.
- [Spe1969] G. Speich, « Tempering of low-carbon martensite », *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 245, p. 2553-2564, 1969.
- [Spe2004] J. G. Speer, D. V. Edmonds, F. C. Rizzo, et D. K. Matlock, « Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation », *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 8, p. 219-237, 2004.
- [Spr1972] G. Spreich et W. Leslie, « Tempering of steel », *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 3, p. 1043-1054, 1972.
- [Sri2016] K. Srivatsa, P. Srinivas, G. Balachandran, et V. Balasubramanian, « Improvement of impact toughness by modified hot working and heat treatment in 13%Cr martensitic stainless steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 677, p. 240-251, 2016.
- [Sta1948] C. Stanley Smith et C. Zener, « Grain, phases, and interfaces: an interpretation of microstructure », *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 175, p. 15-51, 1948.
- [Str1954] A. N. Stroh, « The formation of cracks as a result of plastic flow », *Proceedings of the Royal Society*, vol. A223, p. 404-414, 1954.
- [Tan2001] B. Tanguy, « Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture : application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition », Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [Tan2003] B. Tanguy, « Comment on "Effect of carbide distribution on the fracture toughness in the transition temperature region of an SA 508 steel" », *Scripta Materialia*, vol. 49, n° 2, p. 191-197, 2003.
- [Tan2015] F.V. Tankoua Yinga, « Transition ductile-fragile des aciers pour gazoducs: Étude quantitative des ruptures fragiles hors plan et corrélation à l'anisotropie de microtexture », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.
- [Tho2014] G. A. Thomas, F. Danoix, J. G. Speer, S. W. Thompson, et F. Cuvilly, « Carbon Atom Re-Distribution during Quenching and Partitioning », *ISIJ International*, vol. 54, p. 2900-2906, 2014.
- [Ton2017] Q. Tonizzo, A. F. Gourgues-Lorenzon, M. Mazière, A. Perlade, et I. Zuazo, « Microstructure, plastic flow and fracture behavior of ferrite-austenite duplex low density medium Mn steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 706, p. 217-226, 2017.
- [Tsa2002] M. C. Tsai, C. S. Chiou, J. S. Du, et J. R. Yang, « Phase transformation in AISI 410 stainless steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 332, p. 1-10, 2002.
- [Tsu1999] T. Tsuchiyama et S. Takaki, « Effect of partial solution treatment on toughness of 12% Cr-0.3% C steels », *ISIJ international*, vol. 39, n° 2, p. 202-208, 1999.
- [Tsu2012] T. Tsuchiyama, J. Tobata, T. Tao, N. Nakada, et S. Takaki, « Quenching and partitioning treatment of a low-carbon martensitic stainless steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 532, p. 585-592, 2012.
- [Vis2005] U. K. Viswanathan, G. K. Dey, et V. Sethumadhavan, « Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18 Ni (350) maraging steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 398, p. 367-372, 2005.

- [Wan2008] C. Wang, M. Wang, J. Shi, W. Hui, et H. Dong, « Effect of microstructural refinement on the toughness of low carbon martensitic steel », *Scripta Materialia*, vol. 58, n° 6, p. 492-495, 2008.
- [Wan2014] M. M. Wang, C. C. Tasan, D. Ponge, A. Kostka, et D. Raabe, « Smaller is less stable: Size effects on twinning vs. transformation of reverted austenite in TRIP-maraging steels », *Acta Materialia*, vol. 79, p. 268-281, 2014.
- [Wil1987] P. I. Williams et R. G. Faulkner, « Chemical volume diffusion coefficients for stainless steel corrosion studies », *Journal of Materials Science*, vol. 22, p. 3537-3542, 1987.
- [Wil2000] J. Wilde, A. Cerezo, et G. Smith, « Three-dimensional atomic-scale mapping of a Cottrell atmosphere around a dislocation in iron », *Scripta Materialia*, vol. 43, p. 39-48, 2000.
- [Win1962] P. Winchell et M. Cohen, « The strength of martensite », *Transactions of the ASM*, vol. 55, p. 347-361, 1962.
- [Wu2004] S. J. Wu et C. L. Davis, « Effect of duplex ferrite grain size distribution on local fracture stresses of Nb-microalloyed steels », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 387-389, p. 456-460, 2004.
- [Wu2014] S. Wu, H. Jin, Y. Sun, et L. Cao, « Critical cleavage fracture stress characterization of A508 nuclear pressure vessel steels », *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 123-124, p. 92-98, 2014.
- [Wu2015] H. Wu, B. Ju, D. Tang, R. Hu, A. Guo, Q. Kang et D. Wang, « Effect of Nb addition on the microstructure and mechanical properties of an 1800MPa ultrahigh strength steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 622, p. 61-66, 2015.
- [Xio2013] X. C. Xiong, B. Chen, M. X. Huang, J. F. Wang, et L. Wang, « The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel », *Scripta Materialia*, vol. 68, p. 321-324, 2013.
- [You2006] W. You, W. Xu, B. Bai, et H. Fang, « Materialometrical approach of predicting the austenite formation temperatures », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 419, n° 1-2, p. 276-282, 2006.
- [Zen1948] C. Zener, « The micro-mechanism of fracture », *Fracturing of Metals, American Society for Metals*, p. 3-31, 1948.
- [Zha2001] L. Zhao, N. H. van Dijk, E. Brück, J. Sietsma, et S. van der Zwaag, « Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 313, n° 1-2, p. 145-152, 2001.
- [Zha2011] K. Zhang, M. Zhang, Z. Guo, N. Chen, et Y. Rong, « A new effect of retained austenite on ductility enhancement in high-strength quenching-partitioning-tempering martensitic steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, p. 8486-8491, 2011.
- [Zha2013] J. Zhang, H. Ding, C. Wang, J. Zhao, et T. Ding, « Work hardening behaviors of a low carbon Nb-microalloyed Si-Mn quenching-partitioning steel with different cooling styles after partitioning », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 585, p. 132-138, 2013.
- [Zha2015] J. Zhang, H. Ding, R. D. K. Misra, et C. Wang, « Microstructural evolution and consequent strengthening through niobium-microalloying in a low carbon quenched and partitioned steel », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 641, p. 242-248, 2015.
- [Zhu2018] B. Zhu, J. Zhu, Y. Wang, B. Rolfe, Z. Wang, et Y. Zhang, « Combined hot stamping and Q&P processing with a hot air partitioning device », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 262, p. 392-402, 2018.

RÉSUMÉ

Les aciers emboutissables à chaud sont utilisés pour alléger les pièces de structure automobile. Ils présentent une excellente combinaison entre aptitude à la mise en forme, résistance mécanique et ductilité. De nouvelles nuances d'aciers inoxydables martensitiques ont été développées pour cette application. Parmi les propriétés requises, la résilience est un indicateur de la capacité à absorber l'énergie d'un crash. Cependant, le lien entre la microstructure et la résistance au clivage de ces aciers restait à établir. Ces travaux traitent de l'influence de la composition chimique (teneur en niobium), du traitement d'austénitisation et du refroidissement après l'emboutissage à chaud, sur la microstructure et la résilience de ces aciers. Pour ce faire, une analyse microstructurale détaillée est effectuée après différents traitements thermiques. Les microstructures obtenues sont complexes, avec des lattes de martensite plus ou moins auto-revenues, de la ferrite résiduelle, des films d'austénite retenue et des carbures. Les transitions ductile-fragile ont été caractérisées par des essais Charpy sur une large gamme de températures. La contrainte critique de clivage a été déterminée en adoptant l'approche locale de la rupture et vaut 2400 MPa quelle que soit la microstructure. Le niobium a pour principal effet d'affiner la microstructure, ce qui permet d'augmenter la résistance à la propagation des fissures de clivage et d'améliorer significativement la transition ductile-fragile. De plus, l'austénite retenue, dont la fraction dépend du traitement thermique, fait varier l'écroûissage au début de la déformation plastique donc la déformation nécessaire pour atteindre localement la contrainte critique de fissuration par clivage. Ainsi, l'austénite résiduelle permet de diminuer considérablement la température de transition ductile-fragile.

MOTS CLÉS

Acier inoxydable martensitique, résilience, rupture par clivage, niobium, austénite résiduelle

ABSTRACT

Hot stamping steels are widely used for lightweight automotive structural parts, because of their excellent combination of formability, strength and ductility. New hot stamping martensitic stainless steel grades have been developed for this application. Among key properties required for automotive structural parts, impact toughness is a useful indicator of crash worthiness. However, the link between microstructure and the brittle fracture resistance of these steels had still to be established. The present work examined the effect of the chemical composition (niobium addition), austenitization heat treatment, and cooling conditions after hot stamping, on the microstructure and impact toughness of these steels. In order to do this, a detailed analysis of the microstructures obtained after various heat treatments was done. The microstructures are complex, with more or less auto-tempered martensitic laths, untransformed ferrite, retained austenite, and fine alloy carbides. The ductile-to-brittle transition behavior was characterized using Charpy tests over a large temperature range. The critical cleavage fracture stress was determined to be around 2400 MPa whatever the microstructure, by applying the local approach to fracture. The main effect of niobium was to refine the grain size, resulting in a strong improvement of the ductile-to-brittle transition behavior by increasing the resistance to cleavage crack propagation. Moreover, the heat treatment impacts the retained austenite fraction and thus modifies incipient plasticity and the strain necessary to reach locally the critical stress required to trigger cleavage fracture. In this way, retained austenite plays a determining role to decrease the ductile-to-brittle transition temperature.

KEYWORDS

Martensitic stainless steel, impact toughness, cleavage fracture, niobium, retained austenite