



HAL
open science

Relation microstructure - comportement macroscopique dans les aciers : effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation

Achraf Boudiaf

► **To cite this version:**

Achraf Boudiaf. Relation microstructure - comportement macroscopique dans les aciers : effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. INSA de Rouen; École Militaire Polytechnique (Alger), 2011. Français. NNT : 2011ISAM0022 . tel-00681700

HAL Id: tel-00681700

<https://theses.hal.science/tel-00681700>

Submitted on 22 Mar 2012

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

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



ÉCOLE MILITAIRE POLYTECHNIQUE
ET
INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE ROUEN

THÈSE EN COTUTELLE

pour obtenir le grade de
Docteur de l'EMP et de l'INSA de Rouen

Spécialité: **Mécanique des Matériaux**

préparée aux laboratoires:
**Génie des Matériaux (École Militaire Polytechnique) &
Groupe Physique des Matériaux (UMR 6634, CNRS - Université de Rouen et
INSA de Rouen)**

présentée et soutenue publiquement
par

Achraf Boudiaf

le 28 Mars 2011

Titre:
**Relation microstructure - comportement
macroscopique dans les aciers : Effet de la taille de
grain austénitique sur la plasticité de transformation**

Jury

M. Ziad MOUMNI,	ENSTA - Paristech, France (<i>Président</i>)
M. Fodil MERAGHNI,	ENSAM - Metz, France (<i>Examineur</i>)
M. Abdelaziz ATI,	Université de Béjaïa, Algérie (<i>Examineur</i>)
M. Kamel NECIB,	EMP - Alger, Algérie (<i>Examineur</i>)
M. Lakhdar TALEB,	INSA - Rouen, France (<i>Directeur de thèse</i>)
M. Mohamed El Amine BELOUHRANI,	EMP - Alger, Algérie (<i>Directeur de thèse</i>)

N° attribué par la bibliothèque

□□□□□□□□□□□□□□

Remerciements

Le présent travail a été réalisé dans le cadre d'une thèse en cotutelle entre l'École Militaire polytechnique (EMP) d'Alger et l'École Nationale Supérieure des Sciences Appliquées (INSA) de Rouen.

Je remercie vivement l'ensemble des membres du jury, en commençant par K. Necib et F. Meraghni pour l'analyse détaillée de qu'ils ont fourni en tant que rapporteurs et pour le regard critique qu'ils ont porté sur ce travail. Je remercie Z. Moumni pour avoir accepté de présider le jury.

Je tiens à remercier L. Taleb, de l'INSA de Rouen et M. A. Belouchrani de l'EMP, pour avoir accepté de diriger cette thèse. Je leur exprime ma gratitude pour l'ensemble de leurs conseils avisés et pour leur aide précieuse.

J'adresse mes plus vifs remerciements à A. Guillet et A. Hauet du Groupe Physique des Matériaux pour le temps qu'ils m'ont consacré, autant sur les plans expérimentaux que bibliographiques. Ces discussions m'auront été indispensables et j'en suis extrêmement reconnaissant.

Je remercie également tous ceux qui ont participé à ce travail : A. Britah pour ses nombreux conseils ; A. Lehtihet pour le temps qu'il a consacré à mes innombrables questions, sur le plan numérique ; Francis, Stéphane et David de l'INSA de Rouen pour leur assistance.

Je veux également remercier l'ensemble des membres du Laboratoire Génie des Matériaux de l'EMP ainsi que les membres de l'équipe de recherche ERMECA du GPM pour l'ambiance chaleureuse qui règne dans chacun des laboratoires et qui a participé chaque jour au bon déroulement de la thèse.

Enfin je tiens à remercier ma famille et mes amis pour leurs encouragements. Je remercie tout particulièrement ma femme pour son soutien, son écoute et sa patience.

Table des matières

	Page
Table des matières	v
Liste des tableaux	vii
Liste des figures	ix
Résumé	xvii
Abstract	xix
Introduction Générale	1
1 Étude Bibliographique	5
1 Introduction	5
2 Taille de grain austénitique	6
2.1 Conditions d'austénitisation et taille de grain austénitique	6
2.2 Influence des précipités sur la taille de grain austénitique	10
2.3 Taux de chauffage et affinement de grain austénitique	13
3 Transformations de phases dans les aciers	14
3.1 Transformation au cours de chauffage (Austénitisation)	15
3.2 Transformations au cours de refroidissement	15
3.3 Conséquences mécaniques des transformations de phases	18
4 Plasticité de transformation (TRIP)	19
4.1 Mécanismes du TRIP	20
4.2 Mise en évidence expérimentale du TRIP	21
5 Évaluation du TRIP	25
5.1 Évaluation expérimentale du TRIP	25
5.2 Coefficient de plasticité de transformation, k	29
5.3 Modélisation du TRIP	30
6 Effet de la taille de grain sur le TRIP	39
6.1 Taille de grain et température de début de transformation mar-	
tensitique	41
6.2 Taille de grain et taux de transformation	42
6.3 Taille de grain et plasticité de transformation	44
7 Conclusion	48
2 Méthodologie expérimentale	51
1 Introduction	51
2 Matériau, éprouvettes et dispositifs d'essais	52
2.1 Matériau de l'étude	52
2.2 Éprouvette et dispositif d'essai	55
3 Corrélation : traitement thermique - évolution de la taille de grain	59
3.1 Préparation des échantillons pour la détermination de la taille de	
grain	59
4 Mesures de la taille de grain	63
4.1 Principe	63

TABLE DES MATIÈRES

4.2	Méthodes de mesure de la taille du grain	64
5	Essais réalisés et procédures d'essais	66
5.1	Essais de dilatométrie libre (FDT)	66
5.2	Essais de plasticité de transformation (TRIP)	74
6	conclusion	83
3	Résultats expérimentaux	85
1	Évolution de la taille des grains avec les conditions d'austénitisation	86
1.1	Micrographies optiques	86
1.2	Résultats des mesures de la taille de grain	86
2	Résultats des essais de dilatométrie libre	92
2.1	Courbes dilatométriques	92
2.2	Mise en évidence de la présence de contraintes internes	98
3	Résultats des essais de plasticité de transformation	104
3.1	TRIP sous traction	104
3.2	Effet de la direction du chargement : traction, torsion et traction + torsion)	110
4	Conclusion	110
4	Comparaison des résultats et discussion	115
1	Introduction	115
2	Présentation des résultats des essais de plasticité de transformation	117
3	Résultats des campagnes de TRIP sous traction	119
3.1	Mise en évidence de l'effet de la taille du grain austénitique sur le TRIP	119
3.2	Effet de la répétition des cycles dilatométriques	122
4	Résultats des essais multiaxiaux	125
4.1	TRIP et direction de chargement	125
4.2	Récapitulatif des résultats multiaxiaux	131
5	Comparaisons des résultats	140
5.1	Influence de la contrainte appliquée	140
5.2	Influence de la taille de grain	143
5.3	Simulation du TRIP	146
5.4	Comparaison de l'expérience avec la simulation	149
6	Conclusion	153
	Conclusion Générale	155
	Bibliographie	158

Liste des tableaux

1.1	Expressions principales du coefficient de plasticité de transformation k .	30
2.1	Composition chimique de l'acier 35NCD16 (teneur massique en %) . .	53
2.2	Conditions opératoires pour les essais de dilatométrie libre sur l'acier 35NCD16.	67
2.3	Contraintes appliquées en MPa au cours des trois séries d'essais TRIP (chargement multiaxial).	79
3.1	Expressions de type Arrhenius décrivant l'évolution de la taille de grain austénitique de l'acier 35NCD16 en fonction du temps de maintien dans les conditions isothermes.	92
3.2	Paramètres thermo-métallurgique de l'acier 35NCD16 déterminés à partir des essais de dilatométrie libre.	95
4.1	Expressions des fonctions $g(z)$ proposées par Desalos (1981) et Arbrassart (1972) pour décrire la cinétique de plasticité de transformation.	148
4.2	Valeurs des paramètres matériaux de l'acier 35NCD16 utilisés dans la simulation de la plasticité de transformation avec le modèle de Taleb et Sidoroff.	151

Liste des figures

1.1	Diagramme de transformation isotherme d'un acier $35CrMo4$. Influence de la température d'austénitisation et du temps de maintien sur la grosseur du grain austénitique (Murry, 1998).	8
1.2	Variation de taille de grain austénitique avec la température d'austénitisation dans un alliage $Fe - 18%Mn$. (Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998) . . .	9
1.3	Évolution de la taille du grain austénitique et de la fraction volumique des carbures V_4C_3 en fonction de la température de normalisation (Maropoulos <i>et al.</i> , 2007)	10
1.4	Détails du diagramme d'équilibre fer-carbone (Murry, 1998)	14
1.5	Représentation schématique de la plasticité de transformation due au mécanisme de Magee : (a) absence de contrainte appliquée, (b) application d'une contrainte.	21
1.6	Représentation schématique de la plasticité de transformation due au mécanisme de Greenwood et Johnson : (a) absence de contrainte appliquée, (b) application d'une contrainte.	22
1.7	Plasticité de transformation finale sous différents états de contrainte. D'après Petit-Grostabussiat (2000) : (a) transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ pour du fer à $910^\circ C$, (b) transformation $\alpha + FeC3 \rightarrow \gamma$ pour un alliage $Fe - 0.4C$	22
1.8	Variation de la plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour une transformation complète. Acier $60NCD11$. D'après Petit-Grostabussiat (2000) : (a) austénitisation à $1050^\circ C$ et refroidissement avec $V_r = 0.5^\circ Cs^{-1}$, (b) austénitisation à $1050^\circ C$ et refroidissement avec $V_r = 5^\circ Cs^{-1}$, (c) austénitisation à $900^\circ C$ et refroidissement rapid.	23
1.9	Influence de la contrainte axiale appliquée (de compression) avant transformation sur la déformation de plasticité de transformation totale d'un acier $35NCD16$ (austénitisé à $900^\circ C$). D'après Petit-Grostabussiat (2000).	24
1.10	Déformation plastique équivalente de transformation en fonction de la contrainte équivalente appliquée pour différents cas de chargements bi-axiaux. D'après Videau <i>et al.</i> (1995).	24

1.11	Essai de dilatométrie libre :	
	(a) Cycle thermique menant à la transformation de la phase ferritique en phase austénitique pendant le chauffage et à la transformation opposée pendant le refroidissement,	
	(b) Aucune charge n'est appliquée pendant le cycle,	
	(c) Déformation thermique en fonction de la température dans un essai de dilatométrie libre menant à la transformation martensitique.	26
1.12	Essai de plasticité de transformation :	
	(a)) Cycle thermique menant à la transformation de la phase ferritique en phase austénitique pendant le chauffage et à la transformation opposée pendant le refroidissement,	
	(b) Une force est appliquée, juste avant le début de la transformation bainitique, et maintenue jusqu'à la température ambiante,	
	(c) Déformation totale (thermique + élastique + plasticité de transformation) en fonction de la température dans l'essai de plasticité de transformation sur la transformation martensitique.	27
1.13	Évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température : (transformation bainitique d'un acier 16MND5 sous une contrainte de 24MPa). (Taleb <i>et al.</i> , 2001).	28
1.14	Évolution du coefficient de plasticité de la transformation en fonction de la fraction volumique de la bainite formée. Comparaison entre les modèles de Greenwood-Johnson, d'Abrassart et de Leblond (Taleb <i>et al.</i> , 2001).	29
1.15	Géométrie considérée par Leblond <i>et al.</i> (1989) pour l'évaluation de $\langle \frac{\delta \epsilon^{eq}}{\delta z} \rangle_{V_1}$	36
1.16	Nouvelle géométrie prise à l'étude pour l'analyse micromécanique considérée par Taleb et Sidoroff (2003).	38
1.17	Variation de la température M_s avec la taille de grain austénitique :	
	(a) pour un alliage $Fe - 18\%Mn$ (Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998),	
	(b) pour un alliage $Fe - 0.13C - 5Ni - 2.27Mn$ (Yang et Bhadeshia, 2009).	42
1.18	Effet de l'énergie de défaut d'empilement (alliage $Fe - 18\%Mn$) (Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998) :	
	(a) Variation de l'énergie de défaut d'empilement avec la taille de grain austénitique,	
	(b) Variation de la température M_S avec l'inverse de l'énergie de défaut d'empilement.	43
1.19	Fraction volumique moyenne de l'austénite $\bar{\xi}_A$ en fonction du logarithme de la déformation axiale moyenne $\bar{\epsilon}_{11}$ pour différentes valeurs de la taille de grain d_0 :(Turteltaub et Suiker, 2006)	
	(a) orientation du grain $[111]_A$,	
	(b) orientation du grain $[100]_A$	44

1.20	Évolution avec la température (Desalos, 1981) :	
	(a) de la déformation de la limite d'écoulement $\sigma_{0.002}$ de l'austénite métastable de l'acier A533 austénitisé à 950°C pendant 3 min (la vitesse de déformation est de $0.1s^{-1}$),	
	(b) de la déformation de taux de consolidation $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$ (pour $\varepsilon < 0.02$) de l'austénite de l'acier A533 austénitisé à 950°C pendant 3 min.	46
1.21	Évolution avec la température (Desalos, 1981) :	
	(a) de la déformation de la limite d'écoulement $\sigma_{0.002}$ de l'austénite métastable de l'acier A533 austénitisé à 1250°C pendant 3 min,	
	(b) de la déformation de taux de consolidation de l'austénite de l'acier A533 austénitisé à 1250°C pendant 3 min.	47
1.22	Évolution de la déformation longitudinale avec la fraction volumique transformée (y) pour l'acier A533 (Desalos, 1981) :	
	(a) austénitisé à 900°C pendant 3 min, transformé de manière isotherme à 500°C et soumis à une contrainte uniaxiale $\sigma_1 = 4.2daN/mm^2$ ou $\sigma_2 = 7.3daN/mm^2$,	
	(b) austénitisé à 1250°C pendant 3 min et soumis à une contrainte uniaxiale $\sigma_1 = 4.8daN/mm^2$ ou $\sigma_2 = 8daN/mm^2$ entre 650°C et l'ambiante.	47
2.1	Courbes de trempabilité Jominy de l'acier 35NCD16 (Haker et Glavar, 2005).	53
2.2	Diagramme de transformation en refroidissement continu (TRC) de l'acier 35NCD16 (Desalos, 2003).	54
2.3	Microstructure de l'acier 35NCD16 trempé à l'eau :	
	(a) Microscope optique. Attaque Nital (4%).(Murry, 1998),	
	(b) Image MEB (LGM-EMP). Attaque acide picrique + Nital (4%).	55
2.4	Géométrie de l'éprouvette.	57
2.5	Vue générale du dispositif d'essai (ERMECA/GPM - Rouen).	58
2.6	Cavités formées à l'intersection de la surface libre et le joint de grain :	
	(a) Principe de l'attaque chimique (García de Andrés <i>et al.</i> , 2001),	
	(b) Image MEB (LGM-EMP). Attaque acide picrique.	62
2.7	Principe de la méthode des trois cercles.	65
2.8	Chargements thermomécaniques lors des essais de dilatométrie libre.	67
2.9	Courbe typique de dilatométrie de l'acier 35NCD16.	68
2.10	Exploitation de la courbe dilatométrique de l'acier 35NCD16.	70
2.11	Proportion volumique de la phase martensitique formée au refroidissement.	72
2.12	Détermination du point M_S (Yang et Bhadeshia, 2007) :	
	(a) par la méthode de l'expansion,	
	(b) par la méthode de l'offset.	72
2.13	Chargements thermomécaniques lors des essais de plasticité de transformation à 5 kN.	75
2.14	Chargements thermomécaniques au cours de la série Tr-10kN.	76
2.15	Chargement thermomécanique (première série de traction à 92 MPa).	77
2.16	Chargement thermomécanique (deuxième série de traction à 92 MPa).	78

2.17	Chargement thermomécanique multiaxial :	
	(a) Essai TRIP en traction,	
	(b) Essai TRIP en torsion,	
	(c) Essai TRIP en traction + torsion.	80
3.1	Micrographies montrant les joints de grain austénitique. Attaque à l'acide picrique pour les conditions d'austénitisation suivantes :	
	(a) 900 °C - 5 min. (b) 1000 °C - 5 min. (c) 1100 °C - 5 min. (d) 1100 °C - 30 min.	87
3.2	Évolution de la taille de grain austénitique de l'acier 35NCD16 en fonction de la température d'austénitisation et du temps de maintien. Les courbes de tendances sont établies en ce basant sur une évolution de type Arrhenius.	90
3.3	Comparaison des résultats expérimentaux avec les prédictions des tailles du grain austénitique estimées par la relation empirique proposée par Seok-Jae et Young-Kook (2008).	91
3.4	Cycles thermiques relevées au cours des essais de dilatométrie libre sur acier 35NCD16 :	
	(a) série 1 : $Vr = -10^{\circ}C \cdot s^{-1}$. (b) série 2 : $Vr = -1^{\circ}C \cdot s^{-1}$. (c) série 3 : $Vr = -10^{\circ}C \cdot s^{-1}$	94
3.5	Évolution des proportions volumiques de martensite formées au refroidissement au cours des essais de dilatométrie libre.	97
3.6	Mise en évidence des contraintes internes - cycles dilatométrique à vitesse de refroidissement de $-10^{\circ}C$	99
3.7	Évolution de la déformation résiduelle avec la succession de cycles dilatométriques.	101
3.8	Succession de dilatométries libres tirées de l'essai TRIP800(D) :	
	(a) résultats expérimentaux bruts,	
	(b) Courbes expérimentales avec translation de manière à faire coïncider les déformations au début du refroidissement.	102
3.9	Succession de dilatométries libres tirées de l'essai TRIP850(D) :	
	(a) résultats expérimentaux bruts,	
	(b) Courbes expérimentales avec translation de manière à faire coïncider les déformations au début du refroidissement.	103
3.10	Déformation totale en fonction de la température enregistré au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 sous traction à 57 MPa :	
	(a) essai à 900 °C sans maintien,	
	(b) essai avec maintien de 30 minute à 900 °C.	106

3.11	Déformation totale en fonction de la température enregistré au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 sous traction à 57 MPa ; La courbe du cycle de plasticité de transformation est décalée vers le haut pour faire coïncider les points de transformation des deux cycles :	
	(a) essai à 900 °C sans maintien,	
	(b) essai avec maintien de 30 minute à 900 °C.	107
3.12	Déformation totale en fonction de la température enregistré au cours des essais de plasticité de transformation : (a) TRIP900-10kN ; (b) TRIP1000-10kN ; (c) TRIP1100-10kN.	108
3.13	Évolution de la déformation totale en fonctions de la température :	
	(a) TRIP800(A), (b) TRIP850(B), (c) TRIP950(C), (d) TRIP800(D), (e) TRIP850(E).	111
3.14	Évolution des déformations totales axiale et de cisaillement enregistrées au cours des essais biaxiaux :	
	(a) Essai 1 - Traction seule ($\sigma = 92$ MPa ; $\tau = 0$),	
	(b) Essai 2 - Torsion ($\sigma = 0$; $\tau = 53$ MPa),	
	(c) Essai 3 - Torsion + Tension ($\sigma = 92$ MPa ; $\tau = 53$ MPa).	112
4.1	Évolution de la plasticité de transformation. Essai de plasticité de transformation (chauffage à 900 ° C sans maintien) avec une contrainte de traction de 57 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	117
4.2	Proportion volumique de la phase martensitique formée au refroidissement lors de l'essai de dilatométrie à 900 ° C sans maintien.	118
4.3	Comparaison entre les résultats des deux essais de plasticité de transformation (sous une contrainte de 57 MPa) avec deux conditions d'austénitisation (sans maintien et avec maintien à 900 ° C pendant 30 minutes) :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	120
4.4	Évolution de la plasticité de transformation pour les essais réalisés avec une contrainte de 115 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	121
4.5	Effet de l'application de plusieurs cycles dilatométrie libre sur une même éprouvette pour l'évaluation de la plasticité de transformation sous contrainte de 92 MPa :	
	(a) austénitisation à 800 ° C,	
	(b) austénitisation à 850 ° C.	123
4.6	Évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température dans les essais TRIP800(A), TRIP850(B), TRIP 950(C), TRIP800(D) et TRIP850(E).	124

4.7	Évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température dans les essais TRIP800(D), TRIP850(E) et TRIP 950(C).	125
4.8	Évolutions de la déformation axiale de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction de 92 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	127
4.9	Évolutions de la composante de cisaillement de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction de 92 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	128
4.10	Évolutions de la déformation axiale de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en torsion de 92 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	129
4.11	Évolutions de la composante de cisaillement de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en torsion de 92 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	130
4.12	Évolutions des composantes axiale et de cisaillement de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction + torsion de contrainte équivalente égale à 130 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	132
4.13	Évolutions de la déformation équivalente de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction + torsion équivalent à 130 MPa :	
	(a) en fonction de la température,	
	(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.	133
4.14	Évolution de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 austénitisé à : 800, 850, 900 et 950 ° C ; cas de la traction ($\sigma_{eq} = \sigma_{zz} = 92$ MPa, $\tau=0$) :	
	(a) Déformation axiale ($\varepsilon_{eq}^{pt} = \varepsilon^{pt}$),	
	(b) Déformation de cisaillement ($\gamma^{pt}=0$).	135
4.15	Évolution de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 austénitisé à : 800, 850, 900 et 950 ° C ; cas de la torsion ($\sigma_{zz} = 0$, $\sigma_{eq} = \tau \cdot \sqrt{3} = 92$ MPa) :	
	(a) Déformation axiale ($\varepsilon^{pt} = 0$),	
	(b) Déformation de cisaillement ($\varepsilon_{eq}^{pt} = \gamma^{pt}/\sqrt{3}$).	136

4.16	Évolution de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 austénitisé à : 800, 850, 900 et 950 ° C ; cas du chargement bi-axial de traction + torsion ($\sigma_{eq} = 130$ MPa) :	
	(a) Déformation axiale, (b) Déformation de cisaillement, (c) Déformation équivalente.	137
4.17	Valeurs finales de la plasticité de transformation en fonction de la température d'austénitisation pour un niveau de contrainte de 92 MPa. . . .	138
4.18	Influence de la contrainte appliquée sur le TRIP pour la même taille du grain austénitique (6.4 μm).	140
4.19	Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la contrainte appliquée : austénitisation à 900 ° C sans maintien (correspond à $d = 6.4 \mu m$).	141
4.20	Influence de contrainte appliquée sur la plasticité de transformation :	
	(a) Déformation plastique équivalente finale en fonction de la contrainte équivalente pour différents cas de chargements biaxiaux sur l'acier 16MND5 (Coret <i>et al.</i> , 2002),	
	(b) variation du TRIP avec la contrainte axiale appliquée (de compression) d'un acier 35NCD16 (austénitisé à 900° C), tiré de Petit-Grostabussiat (2000).	142
4.21	Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique pour les cas de chargement en traction uniaxiale.	144
4.22	Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique pour les cas de chargement en torsion. . . .	145
4.23	Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique pour les cas de chargement bi-axial en traction + torsion.	146
4.24	Fonctions $g(z)$	148
4.25	Confrontation de la simulation avec quelques résultats expérimentaux : Contrainte appliquée de traction de 92 MPa.	152

Résumé

Ce travail de thèse constitue une contribution à l'étude des conséquences mécaniques des transformations de phases à l'état solide dans les aciers, en particulier la plasticité de transformation (TRIP). Notre objectif principal est de mettre en évidence et de quantifier l'effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. Ainsi, l'évolution de cette taille de grain pour un acier faiblement allié (35NCD16) a été étudiée, en prenant en compte différentes conditions d'austénitisation. Ensuite, des essais de plasticité de transformation ont été conduits avec les mêmes conditions d'austénitisation dans le but d'observer l'évolution du TRIP avec la taille de grain austénitique. En ce qui concerne le chargement mécanique, trois types de chargement sont considérés : cas de la traction uniaxiale, cas de la torsion et le cas biaxial de traction + torsion. Les expériences réalisées dans cette étude ont abouti à différents résultats : (i) le TRIP semble augmenter avec la taille de grain austénitique dans le cas du chargement uniaxial de traction ; (ii) il est indépendant de la taille du grain dans le cas de la torsion ; (iii) pour un chargement biaxial de traction + torsion, le TRIP diminue légèrement avec la taille de grain austénitique. Ces résultats montrent que les modèles micromécaniques décrivant le TRIP doivent être revus en vue de prendre en compte comme paramètre la taille de grain austénitique pour une meilleure prédiction de la plasticité de transformation.

Abstract

This work is a contribution to the study of the mechanical consequences of solid-solid state phase transformations in steels, particularly the transformation Induced Plasticity (TRIP). Our main objective is to identify and quantify the effect of the Austenite Grain Size (AGS) on transformation plasticity. Thus, the evolution of the grain size for a low alloy steel (35 NCD 16) was studied, taking into account different austenitization conditions. Then, transformation plasticity tests were carried out with the same conditions of austenitization in order to observe the evolution of TRIP with the austenite grain size. With regard to mechanical loading, three types of loading are considered : the uniaxial tension case, torsion case and the biaxial tension + torsion case. The experiments in this study led to different results : (i) The TRIP seems to increase with austenite grain size in the case of uniaxial tensile loading. (ii) The TRIP is independent of the grain size for the torsion case. (iii) For the biaxial tension + torsion case, the TRIP decreases slightly with the austenite grain size. These results show that the micromechanical models describing the TRIP should be reviewed to take account as a parameter the austenite grain size for better prediction of the transformation plasticity strain.

Introduction Générale

Dans les opérations thermomécaniques telles que le soudage dans les aciers, le matériau de base subit des variations thermiques qui provoquent, au cours du chauffage, une austénitisation ($\alpha \rightarrow \gamma$). Au cours du refroidissement, l'austénite se transforme suivant la vitesse de refroidissement en ferrite, bainite ou martensite. Les principales conséquences thermomécaniques de ces transformations de phases sont au nombre de quatre :

- Les transformations de phases engendrent des déformations dites de transformation qui traduisent les différences de compacités entre les phases filles et mères. De plus, ces phases ont des coefficients de dilatations différents ce qui engendre des contraintes locales importantes,
- Lors d'une transformation structurale, l'application d'une contrainte, même de niveau inférieur à la limite d'élasticité dans la phase la plus faible, conduit à une déformation irréversible dite : *déformation de plasticité de transformation*,
- Les changements de phase engendrent des changements de caractéristiques thermomécaniques. Le comportement multiphasé doit être pris en compte,
- L'écrouissage de l'austénite préalable à un changement de phase peut être transmis en totalité ou en partie à la phase produite. Autrement dit, il y a restauration partielle ou totale de l'écrouissage lors d'un changement de phase.

L'évolution mécanique sous l'effet, entre autres, de caractéristiques thermiques et mécaniques en fonction de la composition métallurgique est donc fortement influencée par les transformations de phases.

L'état métallurgique de la structure, avant la transformation, est alors très important et la maîtrise de ses paramètres est d'une grande importance pour la bonne compréhension de phénomènes tels que la plasticité de transformation qui fait l'objet de notre travail où l'on va s'intéresser en particulier à un paramètre très important qui est la taille de grain austénitique.

Dans des travaux antérieurs relatifs à la plasticité de transformation, il a déjà été montré que les conditions d'austénitisation jouent un rôle essentiel dans la manifestation des conséquences thermomécaniques causées par les transformations de phases.

Notre travail s'inscrit dans la continuité de ces travaux, en vu de leur enrichissement, en tenant compte de l'effet de la taille de grain austénitique, qui est en relation directe avec les conditions d'austénitisation, sur le phénomène de la plasticité de transformation.

Avant d'entamer l'étude des effets de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation, nous avons jugé important de consacrer la première partie de ce travail (chapitre I) pour rappeler des notions élémentaires nécessaires à la compréhension des phénomènes étudiés, ainsi une brève revue bibliographique sur les travaux réalisés s'intéressant à la plasticité de transformation.

Dans le deuxième chapitre, les démarches expérimentales adoptées au cours de cette thèse sont exposées. Plusieurs aspects sont pris en considération : (i) l'évolution de la taille du grain austénitique avec les conditions d'austénitisation, (ii) le comportement dilatométrique de l'acier objet de l'étude, (iii) la configuration du chargement mécanique, simple et/ou complexe, lors des campagnes d'essais de plasticité de transformation (trois types de chargement sont considérés : cas de la traction uniaxiale, cas de la torsion uniaxiale et le cas biaxial de traction + torsion). L'objectif majeur est de déterminer la corrélation entre la taille du grain austénitique et l'évolution de la

plasticité de transformation.

Les chapitres IV et V, traitent la présentation et la comparaison des résultats expérimentaux avec ceux donnés par la modélisation, afin de montrer la dépendance du TRIP vis-à-vis des conditions opératoires (température d'austénitisation, contraintes appliquées, direction du chargement, etc.). Un modèle a été choisi pour dresser cette comparaison, c'est celui proposé par [Taleb et Sidoroff \(2003\)](#).

Chapitre 1

Étude Bibliographique

1 Introduction

Les opérations thermomécaniques telles que le soudage et les traitements thermiques s'accompagnent, généralement, de cycles thermiques importants conduisant à des transformations métallurgiques. Le matériau subit des chargements thermiques qui provoquent, au cours du chauffage, une austénitisation ($\alpha \rightarrow \gamma$). Au cours du refroidissement, l'austénite se transforme, suivant la vitesse de refroidissement, en ferrite, perlite, bainite, ou martensite.

Lors d'un changement de phase dans un acier, la différence de compacité entre la phase mère et les phases produites induit un changement de volume, ce qui mène à un état de contrainte local très élevé. Si l'on applique, pendant ce changement de phase, une contrainte extérieure, même si elle est inférieure à la limite élastique de la phase la plus faible, l'écoulement plastique local est alors orienté impliquant une déformation plastique macroscopique; c'est la plasticité de transformation. Le phénomène de la plasticité de transformation, peut apparaître dans les problématiques de soudage où, lors du dépôt du cordon, le matériau de base subit des chargements thermiques conduisant à des transformations de phase.

L'état métallurgique de la structure, avant et pendant la transformation, est alors très important et la maîtrise de ses paramètres est d'une grande importance pour la

bonne compréhension du phénomène de la plasticité de transformation. Dans notre cas, on s'intéressera en particulier à un paramètre très important qui est la taille de grain austénitique.

Avant d'entamer l'étude des effets de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation, nous avons jugé important de consacrer le premier chapitre pour rappeler des notions élémentaires nécessaires à la compréhension des phénomènes étudiés ainsi qu'une brève revue bibliographique sur les travaux réalisés relatifs à la taille de grain austénitique et à la plasticité de transformation.

2 Taille de grain austénitique

À hautes températures et au dessus de A_{C3} on a une phase unique : l'austénite. Au cours du refroidissement, la germination des phases se fait sur les défauts : points triples et joints de grain de l'austénite. On voit donc que la taille des grains de l'austénite joue un rôle important sur la structure finale de l'acier.

Si l'acier passe un "long séjour" dans la zone d'austénite, les grains d'austénite croissent. La taille du grain austénitique n'est pas seulement dépendante de la température et du temps de maintien, mais aussi d'autres facteurs tel que la composition chimique.

2.1 Conditions d'austénitisation et taille de grain austénitique

Il est possible de retenir divers couples température - temps de maintien, pour la même taille de grain austénitique, la température pouvant être d'autant plus proche de A_{C3} que le maintien à température est plus long.

Les conditions optimales sont donc définies après examen des spécificités du chauffage et du maintien. Soit, on chauffe à des températures plus élevées que A_{C3} pendant un temps de maintien relativement court, ou bien, chauffer à des températures plus proches de A_{C3} avec une durée de maintien plus longue.

D'après (Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998), le changement de la taille de grains austénitique d'un alliage $Fe - 18\%Mn$ avec la température d'austénitisation n'est sensible à la température d'austénitisation qu'après un seuil qu'il l'a déterminé expérimentalement pour un alliage $Fe - 18\%Mn$ (figure 1.2). Il est observé que la taille de grains austénitique de l'alliage varie dans une large gamme de 13 à 185 μm par austénitisation de 973 à 1373°K.

Maropoulos *et al.* (2007) ont réalisés une série de tests consistant à traiter thermiquement des éprouvettes à différentes températures variant de 850 à 950°C. D'après les résultats des essais, après une petite augmentation initiale, la taille de grain reste presque constante à environ 10 μm puis à une température critique, $\approx 1000^\circ C$, se développe un grains austénitique très grossier jusqu'à 200 μm donnant pour résultat un mélange de grains grossiers et fins. Avec l'augmentation de la température, les grains se développent davantage et par la suite la majorité des grains devient grossier.

La taille de grain austénitique après une deuxième austénitisation est toujours plus petite que celle après austénitisation initial, indépendamment des températures d'austénitisation utilisées. Maropoulos *et al.* (2007) expliquent, dans une étude sur un acier 0.38%C - 3.5%Ni - 0.9%Cr - 0.73%Mo - 0.2%V, que les cycles de traitements thermiques tel que le recuit ou la trempe influencent la croissance des carbures et leurs effets sur la taille de grain austénitique.

Fig. 1.1: Diagramme de transformation isotherme d'un acier $35CrMo4$. Influence de la température d'austénitisation et du temps de maintien sur la grosseur du grain austénitique (Murry, 1998).

Fig. 1.2: Variation de taille de grain austénitique avec la température d'austénitisation dans un alliage $Fe - 18\%Mn$.
([Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998](#))

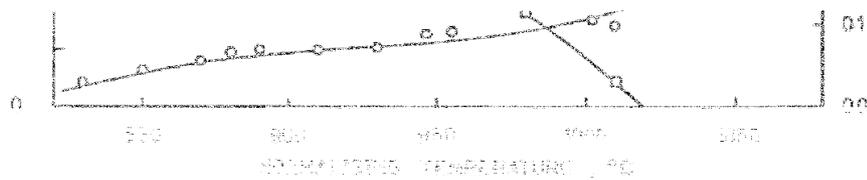


Fig. 1.3: Évolution de la taille du grain austénitique et de la fraction volumique des carbures V_4C_3 en fonction de la température de normalisation (Maropoulos *et al.*, 2007)

2.2 Influence des précipités sur la taille de grain austénitique

La mise en solution des carbures peut jouer un rôle sensible sur la cinétique de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ lorsque les carbures précipités sont difficiles à dissoudre, c'est-à-dire généralement lorsqu'ils sont grossiers et formés à partir d'éléments d'alliage carburigènes. Il faut noter ici que, par le biais de l'intervention d'obstacles susceptibles de freiner le grossissement des grains d'austénite, les conditions d'élaboration vont pouvoir intervenir. En effet, ces obstacles au grossissement des grains peuvent être des particules assez fines et dispersées telles que des carbures et des nitrures (Murry, 1998).

Le vanadium est connu pour être très efficace pour le raffinement de grain par la formation de précipités V_4C_3 (carbure) et VN (niture). Pendant la solidification, les régions interdendritiques tendent à se diviser avec le carbone et l'azote, qui peut mener à la précipitation non homogène des particules de carbone et d'azote à la solidification,

en particulier aux joints de grains. Le grossissement de grain dans les aciers au carbone implique une croissance progressive des grains quand la température augmente. Cependant, dans les aciers avec des éléments d'alliage avec effet de raffinement de grain tels que l'aluminium, le niobium, le vanadium et le titane, produisent des précipités solubles, une croissance anormale soudaine des grains est rapportée (Maropoulos *et al.*, 2007).

Les carbures de vanadium jouent un rôle important dans le contrôle de la taille de grain austénitique. Les particules de deuxième phase, telles que les carbures et les nitrures, peuvent influencer la croissance de grain parce qu'elles diminuent la surface de frontière de grain et par conséquent l'énergie globale de la frontière. Il a été montré qu'après plusieurs cycles de traitement de recuit, le vanadium est hors solution sous forme de grosses particules (Maropoulos *et al.*, 2007). Il n'est pas clair à quelle étape du recuit les grosses particules ont été formées mais Maropoulos *et al.* (2007) supposent qu'elles ont été développées pendant le maintien à 900°C pendant une durée de 10 heures.

Le chrome qui est un élément alphagène, joue un rôle essentiel dans l'augmentation de la trempabilité. Il forme des carbures du type M_7C_3 qui participent à la résistance à la corrosion et s'opposent au grossissement du grain lors de l'austénitisation (Desalos, 2003). Par la présence de carbures primaires, formés lors de la solidification, le molybdène s'oppose au grossissement du grain lors de la trempe. De plus, il augmente la trempabilité, mais à condition que la température de trempe soit suffisante pour assurer la dissolution partielle ou totale des carbures.

La diminution de la surface des joints qui accompagne le grossissement a pour conséquence la réduction du nombre de sites sur lesquels les grains de ferrite peuvent germer ; cette germination est donc retardée et le temps d'incubation de la transformation est augmenté. Les courbes constituant les diagrammes de transformation se déplacent donc vers les longues durées (vers la droite), parallèlement à l'axe des abs-

cisses. Cet effet est généralement plus ample sur le domaine supérieur (formation de ferrite pro-perlitique) que sur le domaine bainitique.

La morphologie des grains joue aussi, un rôle dans la croissance de grain austénitique. En effet, les d'atomes de frontière sur le côté concave du joint de grain sont plus étroitement liées que les d'atomes de frontière sur le côté convexe, parce qu'ils sont plus étroitement entourés par les atomes voisins du même grain. Cette attache serrée des atomes du côté concave du joint de grain devrait faire que le taux auquel les atomes sautent à travers le joint de grain du cristal convexe vers le cristal concave est plus grand que dans la direction opposée. Plus la courbure du joint de grain est grande, plus grand est cet effet et plus le mouvement de joint de grain est rapide.

Il a été identifié que les grands grains se développent aux dépens des petits, et un modèle simple décrivant le changement de l'énergie de la frontière de grain E a été développé (Maropoulos *et al.*, 2007), dans lequel :

$$-E = K \cdot \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_c} \right) \quad (1.1)$$

où R est le rayon d'un grain quelconque, R_c est le rayon critique et K est une constante. Ce modèle indique que la croissance des grains de taille plus grande que la taille critique causerait une diminution de l'énergie, tandis que la croissance des grains de taille plus petite, que la taille critique causerait une augmentation de l'énergie.

Des tentatives ont été entreprises pour développer une théorie satisfaisante sur les effets des particules de deuxième phase sur la croissance de grain et la taille de grain. Zener (voir Maropoulos *et al.* (2007)) a considéré l'équilibre entre la force d'entraînement par unité de surface pour le mouvement de joint de grain ainsi que la force de blocage due aux particules de deuxième phase présentes dans le joint grain. Zener a développé la relation suivante,

$$R_{max} = \frac{4r}{3f} \quad (1.2)$$

où R_{max} est le rayon de courbure maximum du grain, r et f sont le rayon et la fraction volumique des particules, respectivement.

Cette relation suppose des particules sphériques et une distribution uniforme des particules, ces hypothèses sont difficilement vérifiées dans la réalité. Cependant, il donne une bonne approximation de l'effet des précipités sur la croissance de grain. Puisqu'il peut supposer que le rayon de courbure est directement proportionnel à la taille de grain, l'équation 1.2 prouve que la taille de grain finale à prévoir, en présence des particules de deuxième phase, dépend de la taille et de la fraction volumique des particules (Maropoulos *et al.*, 2007).

2.3 Taux de chauffage et affinement de grain austénitique

L'affinement de grain par plusieurs cycles d'austénitisation a été démontré par un certain nombre de chercheurs (Maropoulos *et al.*, 2007). Le taux de chauffage utilisé pour l'austénitisation est un paramètre très important pour le contrôle du degré d'affinement de grain. Porter et Dabkowski (voir Maropoulos *et al.* (2007)), ont travaillé sur un acier $5Ni - Cr - Mo - V$, étudiant divers taux de chauffage et constatant que l'affinement de grain était beaucoup plus prononcé en utilisant des vitesses de chauffage plus rapides.

Homma (voir Maropoulos *et al.* (2007)) travaillant sur un acier $3.5Ni - Cr - Mo - V$, constate que la ré-austénitisation à un taux de chauffage de l'ordre de $50^{\circ}C/h$ ne provoque aucun affinement de la taille de grain, tandis que pour un taux de chauffage de l'ordre de $400^{\circ}C/h$ un affinement a été obtenu, indépendamment de la taille de grain originale de l'austénite.

Fig. 1.4: Détails du diagramme d'équilibre fer-carbone (Murry, 1998)

3 Transformations de phases dans les aciers

En se référant au diagramme fer-carbone, en dessous de 912°C d'une part et d'autre part de 1394°C à 1538°C , la structure cristalline du fer pur est cubique centrée (CC); dans cet état, les atomes de fer occupent les sommets et le centre d'un cube dont l'arête, à 20°C , mesure $0,2866\text{nm}$. En dessous de 9912°C , la forme cristalline du fer est dite "*fer α* ", par contre entre 1394°C et 1538°C , elle est dite "*fer δ* " bien qu'elles soient toutes deux identiques (Murry, 1998).

Entre 912°C et 1394°C , la structure cristalline du fer pur est cubique à face centrée (CFC). Dans cet état, les atomes de fer occupent les sommets et les centres des faces d'un cube dont l'arête mesure $0,3647\text{nm}$ à 912°C et $0,3678\text{nm}$ à 1394°C . Cette forme est dite "*fer γ* " ou Austénite (Murry, 1998).

3.1 Transformation au cours de chauffage (Austénitisation)

L'austénitisation a pour objet de mettre en solution le carbone et, éventuellement, les éléments d'alliage précipités sous forme de carbures. Pour ce faire, il est nécessaire de se placer dans les conditions où le carbone est soluble dans le fer, c'est-à-dire de provoquer, par chauffage, la transformation du fer α en fer γ . La transformation austénitique peut être obtenue si la température est supérieure à A_{C3} , plus elle est élevée plus le grain austénitique est gros et cela influence notablement les conditions de transformations au refroidissement (Murry, 1998).

On appelle conditions d'austénitisation, les paramètres intervenant dans la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, les principaux sont :

- la vitesse de montée en température, la nature et la teneur des éléments alliés, qui influent sur la cinétique de transformation et les points de début et de fin de transformation,
- la température et la durée du maintien, au-delà de A_{C3} pour la quantité d'austénite nouvellement formée, qui définissent la taille de grain austénitique.

3.2 Transformations au cours de refroidissement

En refroidissement, on a l'habitude de distinguer les transformations par diffusion, les transformations par cisaillement (ou martensitiques), les transformations intermédiaires (réactions massives ou bainitiques)

a. Transformations par diffusion

A une température de maintien isotherme déterminée, l'austénite se décompose pendant la période de croissance en agrégats ferrite-carbures après un temps d'incubation. Cette décomposition est gouvernée par le changement de réseau cristallin du fer γ (*CFC*) vers le fer α (*CC*) d'autant plus que l'on s'éloigne de A_{c3} et par la tendance à la formation de carbures d'autant plus facile que la température est élevée (phénomène thermiquement activé).

En conditions anisothermes, les transformations par diffusion se produisent pour des vitesses de refroidissement relativement faibles. En général, ces transformations interviennent à température relativement haute et leurs cinétiques sont très sensibles à cette dernière. Ces transformations atteignent souvent un état stable après passage par plusieurs stades de transition métastables de stabilité croissante (Murry, 1998). Parmi les transformations par diffusion, on distingue la transformation ferrito-perlitique.

L'augmentation de la taille de grain austénitique conduit à une augmentation de la durée de germination du fait que celle-ci se développe essentiellement aux joints des grains et que ceux-ci se voient diminués dans ce cas, les grains étant moins nombreux (Cavallo, 1998).

b. Transformations par cisaillement ou transformations martensitiques

La phase mère peut être conservée par un refroidissement très rapide dans un état d'équilibre métastable à basse température. La force motrice à la décomposition augmente avec l'abaissement de température jusqu'à permettre un autre mode de transformation.

Au-dessous d'une température dite température de début de transformation martensitique (M_s) où la force motrice devient suffisante pour faire apparaître un germe stable, l'interface se propage par un cisaillement de plan et de direction déterminés qui intéresse à la fois de grandes régions de la phase mère contenant un grand nombre d'atomes, ce qui crée un nouveau réseau.

La distance parcourue par un atome quelconque par rapport à ses voisins est inférieure à l'espacement des atomes dans le réseau. La composition de la phase mère et de la phase produite sont les mêmes. L'exemple le plus connu est la transformation des alliages ferreux à l'état martensitique. Le cisaillement d'un volume du cristal pour produire un nouveau réseau contenant le même nombre d'atomes implique un changement de forme qui donne naissance à de fortes tensions élastiques.

Lorsque l'austénite formée contient davantage de carbone et d'éléments d'alliages dissous, elle est plus trempante. Il en est de même, lorsque la transformation martensitique est précédée d'une transformation par diffusion (Cavallo, 1998). La température de fin de transformation martensitiques (M_f) est difficilement décelable. Si la température finale est maintenue entre M_s et M_f , la transformation est incomplète et de l'austénite subsiste (austénite résiduelle).

c. Transformations intermédiaires

En abaissant les températures de transformation d'un même alliage, on passe continûment des transformations par diffusion à hautes températures, où la mobilité atomique est forte et la surfusion limitée, aux transformations martensitiques où la mobilité atomique est négligeable et la force motrice considérable.

Des transformations mixtes sont attendues aux températures intermédiaires où la

mobilité est faible et où la force motrice est insuffisante pour entretenir un processus complet de cisaillement. Les transformations bainitiques des aciers s’y apparentent (Murry, 1998).

3.3 Conséquences mécaniques des transformations de phases

Les conséquences mécaniques des transformations de phases sont les suivantes (Cavallo, 1998) :

- L’évolution métallurgique conduit à une déformation de transformation du fait des différences de compacité mises en jeu par les transformations structurales. Cette déformation de transformation est “sphérique” et s’ajoute à la déformation purement thermique,
- En présence de contraintes mêmes inférieures à la limite élastique de la phase la plus molle à la température considérée, il y a *plasticité de transformation*. Celle-ci conduit à une déformation irréversible. Elle se produit uniquement durant l’avancement de la transformation,
- Les caractéristiques mécaniques diffèrent suivant la composition métallurgique, en particulier, les caractéristiques plastiques (limite d’élasticité notamment). Le module d’élasticité et le coefficient de Poisson sont quant à eux, peu influencés par la composition métallurgique. Par ailleurs, la part de l’écroûissage de la phase mère transmise à la nouvelle phase formée au refroidissement est supposée totale ou partielle selon le type de transformation,
- Du fait de la présence de constituants aux caractéristiques thermiques et mécaniques différentes, le calcul thermomécanique doit prendre en compte le comportement multiphasé du matériau à la température considérée. En général, une loi de mélange linéaire est utilisée.

Par ailleurs, l'état de contrainte influence les transformations structurales en modifiant leur cinétique et les plages de températures auxquelles elles se produisent. Toutefois, cette influence est négligée par la plupart des codes industriels de calculs de structures, du fait des difficultés liées à la caractérisation expérimentale de ce phénomène, aux manques de données existantes et à la nature totalement couplée du problème résultant.

4 Plasticité de transformation (TRIP)

Lors d'une transformation métallurgique, certaines régions du matériau, voient leurs volumes modifiés. Un état de contrainte interne résulte de la cohabitation entre les régions du matériau nouvellement formé et les régions voisines. Cet état de contrainte interne diffère d'un point à un autre de la structure. Dans la plupart des cas, cette différence conduit au moins à la plastification du matériau voisin des régions transformées, parfois même à la plastification des régions transformées elles-mêmes. Si une contrainte extérieure est appliquée, le champ de contrainte interne peut être orienté induisant une plastification, et une déformation plastique macroscopique est alors observée. C'est cet effet mécanique associé aux transformations de phases qui est appelé plasticité de transformation ([Petit-Grostabussiat, 2000](#)).

La plasticité de transformation, comparé à la plasticité classique présente deux particularités macroscopiques à savoir ([Taleb *et al.*, 2001](#)) :

- Elle peut se produire à un niveau de contrainte appliquée pour lequel, sans transformation, aucune déformation irréversible significative n'est générée,
- Sous une contrainte appliquée constante, la plasticité de transformation se développe au moment où la transformation métallurgique se développe.

4.1 Mécanismes du TRIP

Deux mécanismes sont responsables de ce phénomène : le mécanisme de Magee, relatif à la transformation Martensitique, et le mécanisme de Greenwood-Johnson qui est, quand à lui, relatif aux transformations par diffusion et aux différences entre les caractéristiques des différentes phases.

a. Mécanisme de Magee

Selon [Magee \(1966\)](#) , la plasticité de transformation est due à une orientation des phases, nouvellement formées, sous l'effet d'une contrainte appliquée (transformation de l'austénite en martensite). Durant cette transformation, la martensite se développe sous la forme de plaquettes générant des contraintes de cisaillement élevées dans la phase austénitique. En absence de contrainte appliquée, les plaquettes s'orientent aléatoirement et ont un effet global (macroscopique) isotrope. Par contre, l'application d'une contrainte externe favorise l'orientation des plaquettes suivant une même direction, dans ce cas, la résultante des contraintes de cisaillement ne sera donc, pas nulle ce qui va engendrer une déformation macroscopique irréversible dans la direction de la contrainte effective appliquée.

b. Mécanisme de Greenwood-Johnson

D'après [Greenwood et Johnson \(1965\)](#), la plasticité de transformation est due à la différence de compacité entre les phases parentes et produites. En effet, la phase austénitique est une structure cubique à faces centrées, alors que les structures ferritiques sont des structures cubiques centrées, la différence de compacité entre ces deux structures induit un changement de volume lors de la transformation. En ab-

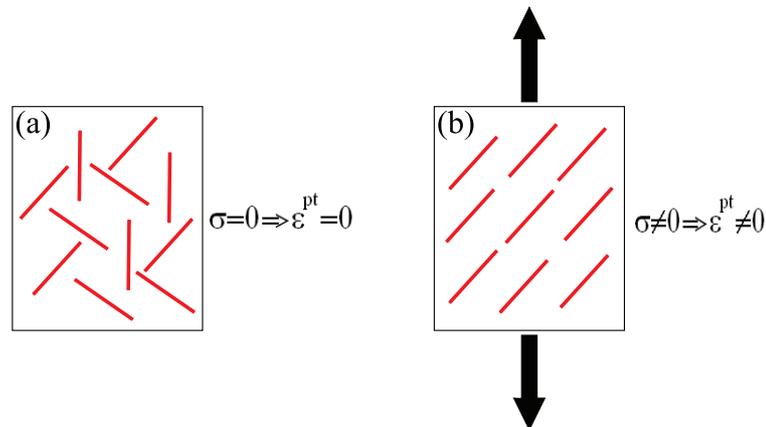


Fig. 1.5: Représentation schématique de la plasticité de transformation due au mécanisme de Magee :
 (a) absence de contrainte appliquée,
 (b) application d'une contrainte.

sence de contrainte externe appliquée, le tenseur microscopique des contraintes internes est sphérique et seule une variation globale macroscopique du volume est observée. Lorsqu'une contrainte externe est appliquée, le tenseur microscopique des contraintes n'est plus sphérique, ce qui induit une déformation irréversible dans la direction de la contrainte effective appliquée.

4.2 Mise en évidence expérimentale du TRIP

Les premières investigations importantes sur le sujet sont faites aux États-Unis par [Porter et Rosenthal \(1959\)](#). En soumettant des éprouvettes à une contrainte extérieure, durant toute la transformation, ils observent une déformation plastique macroscopique proportionnelle à la charge appliquée. Ensuite [Greenwood et Johnson \(1965\)](#) constatent une relation de linéarité entre la déformation de plasticité de transformation et la contrainte appliquée jusqu'à des niveaux de contrainte équivalents à la moitié de la limite d'élasticité de la phase austénitique (Fig. 1.7).

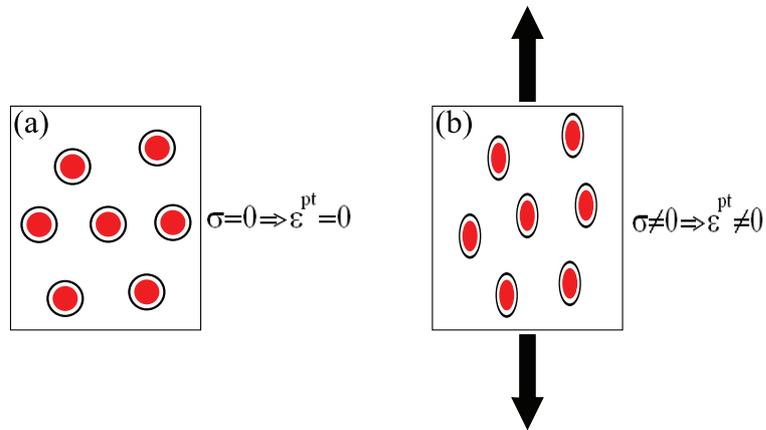


Fig. 1.6: Représentation schématique de la plasticité de transformation due au mécanisme de Greenwood et Johnson :
 (a) absence de contrainte appliquée,
 (b) application d'une contrainte.

Fig. 1.7: Plasticité de transformation finale sous différents états de contrainte. D'après Petit-Grostabussiat (2000) :
 (a) transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ pour du fer à $910^{\circ}C$,
 (b) transformation $\alpha + FeC_3 \rightarrow \gamma$ pour un alliage $Fe - 0.4C$.

Fig. 1.8: Variation de la plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour une transformation complète. Acier 60NCD11. D'après [Petit-Grostabussiat \(2000\)](#) :

- (a) austénitisation à 1050°C et refroidissement avec $V_r = 0.5^{\circ}\text{C s}^{-1}$,
- (b) austénitisation à 1050°C et refroidissement avec $V_r = 5^{\circ}\text{C s}^{-1}$,
- (c) austénitisation à 900°C et refroidissement rapid.

D'autres travaux se sont intéressés au problème des interactions entre la transformation martensitique et les contraintes mécaniques, on peut citer : [Colette \(1980\)](#), [Gautier *et al.* \(1985\)](#), [Simon *et al.* \(1994\)](#) et [Videau *et al.* \(1995\)](#).

Les essais de plasticité de transformation consistent à superposer un chargement thermique et un chargement mécanique. Ce dernier est appliqué au cours de la transformation et ne dépasse pas la limite d'élasticité de la phase austénitique. Il peut couvrir la totalité de la transformation, ou être appliqué durant une partie de la transformation.



Fig. 1.9: Influence de la contrainte axiale appliquée (de compression) avant transformation sur la déformation de plasticité de transformation totale d'un acier 35NCD16 (austénitisé à 900°C). D'après [Petit-Grostabussiat \(2000\)](#).



Fig. 1.10: Déformation plastique équivalente de transformation en fonction de la contrainte équivalente appliquée pour différents cas de chargements biaxiaux. D'après [Videau et al. \(1995\)](#).

5 Évaluation du TRIP

5.1 Évaluation expérimentale du TRIP

L'essai typique pour évaluer le phénomène de plasticité de transformation, se compose de deux cycles thermomécaniques consécutifs sur la même éprouvette : le premier cycle est appelé essai de dilatométrie libre, le deuxième est appelé essai de plasticité de transformation. Dans les deux cas, l'éprouvette est soumise au même cycle thermique qui mène à la transformation de la phase α en phase γ (austénitisation) pendant le chauffage et à la transformation inverse, la phase γ se transforme en α , pendant le refroidissement (Taleb *et al.*, 2001). La vitesse de refroidissement doit être identique pour les deux essais, sa valeur est définie selon la phase métallurgique désirée. Pour un acier 16MND5, une transformation martensitique est obtenue à une vitesse de refroidissement de près de tandis qu'une transformation bainitique est obtenue avec . Pendant l'essai de dilatométrie libre, l'éprouvette est seulement soumise à la variation de la température. Dans l'essai de plasticité de transformation, une charge est appliquée à l'éprouvette juste avant le début de la transformation au cours du refroidissement. Cette charge peut être maintenue pendant toute la durée de la transformation (Taleb *et al.*, 2001).

La différence entre les déformations mesurées dans la plasticité de transformation et les essais de dilatométrie libre donnent l'évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température. En outre, l'essai de dilatométrie libre permet d'avoir l'évolution de la fraction volumique de la nouvelle phase formée (z) en fonction de la température (Taleb *et al.*, 2001).

La déformation de plasticité de transformation peut être définie par les caractéristiques principales suivantes : sa valeur finale comparée à la valeur de la contrainte ap-

pliquée, son évolution suivant la progression de la transformation et sa dépendance à l'égard des caractéristiques de la contrainte appliquée.

Fig. 1.11: Essai de dilatométrie libre :
(a) Cycle thermique menant à la transformation de la phase ferritique en phase austénitique pendant le chauffage et à la transformation opposée pendant le refroidissement,
(b) Aucune charge n'est appliquée pendant le cycle,
(c) Déformation thermique en fonction de la température dans un essai de dilatométrie libre menant à la transformation martensitique.

Généralement l'évaluation expérimentale de la plasticité de transformation n'est pas toujours une tâche facile. En effet, la plasticité de transformation est supposée égale à la différence entre la déformation totale (sans la déformation élastique) observée pendant l'essai de plasticité de transformation et la déformation observée pendant la même transformation mais sans contrainte appliquée (essai de dilatométrie libre). Cette hypothèse implique que la déformation totale est considérée comme la somme de trois composants (équation 1.3) : thermique, élastique et plastique de transformation. Une telle hypothèse est valide si la contrainte appliquée ne produit ni la plasticité classique ni le fluage. Malheureusement, il est constaté que ces conditions ne sont pas toujours vérifiées.

$$\varepsilon^{total} = \varepsilon^e + \varepsilon^{thm} + \varepsilon^p \quad (1.3)$$

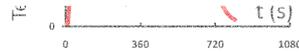


Fig. 1.12: Essai de plasticité de transformation :

- (a) Cycle thermique menant à la transformation de la phase ferritique en phase austénitique pendant le chauffage et à la transformation opposée pendant le refroidissement,
- (b) Une force est appliquée, juste avant le début de la transformation bainitique, et maintenue jusqu'à la température ambiante,
- (c) Déformation totale (thermique + élastique + plasticité de transformation) en fonction de la température dans l'essai de plasticité de transformation sur la transformation martensitique.

où,

$$\varepsilon^p = \varepsilon^{tp} + \varepsilon^{pc} \quad (1.4)$$

avec,

ε^e : déformation macroscopique élastique,

ε^{thm} : déformation macroscopique thermo-métallurgique associée à l'augmentation de volume due à la dilatation thermique et à la déformation de transformation lors du changement : de phase $\alpha \rightarrow \gamma$,

ε^p : déformation macroscopique plastique,

ε^{pt} : déformation de plasticité de transformation (TRIP),

ε^{pc} : déformation macroscopique de plasticité classique.

La contrainte externe appliquée étant très inférieure à la limite élastique de la phase

γ du matériau, il n'y a donc pas de ε^{pc} ,

$$\Rightarrow \varepsilon^{total} = \varepsilon^e + \varepsilon^{thm} + \varepsilon^{pt} \quad (1.5)$$

Fig. 1.13: Évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température : (transformation bainitique d'un acier 16MND5 sous une contrainte de 24MPa). (Taleb *et al.*, 2001).

On considère que l'“*essai de plasticité de transformation*” nous donne la déformation totale ε^{total} . l'“*essai de dilatométrie libre*” nous donne la déformation thermométallurgique ε^{thm} dont une partie est associée à l'augmentation de volume lors du changement de phase. On obtient alors le TRIP en soustrayant de la déformation obtenue par l'“*essai de plasticité de transformation*” la déformation élastique donnée par la loi de Hooke et la déformation obtenue par l'“*essai de dilatométrie libre*”.

$$\Rightarrow \varepsilon^{pt} = \varepsilon^{total} - \varepsilon^{thm} - \varepsilon^e \quad (1.6)$$

5.2 Coefficient de plasticité de transformation, k

Le rapport entre la valeur finale de plasticité de transformation et la contrainte (constante) appliquée durant la transformation, est généralement appelé paramètre de plasticité de transformation, k . Ce paramètre est généralement considéré constant pendant la transformation. Le paramètre k peut être considéré comme une fonction f_1 (Petit-Grostabussiat, 2000). Cette fonction dépend de la variation volumique relative entre les phases mère et fille, et de la limite d'élasticité de la phase austénitique.

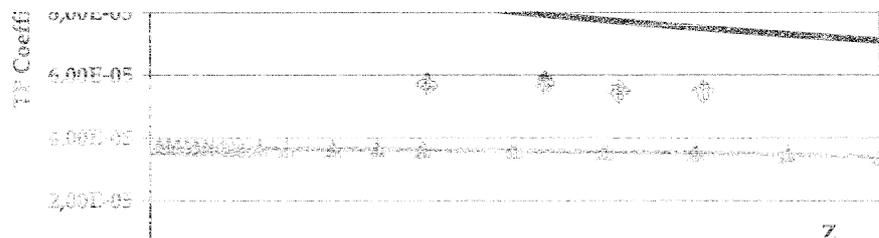


Fig. 1.14: Évolution du coefficient de plasticité de la transformation en fonction de la fraction volumique de la bainite formée. Comparaison entre les modèles de Greenwood-Johnson, d'Abrassart et de Leblond (Taleb *et al.*, 2001).

D'après Taleb *et al.* (2001), le paramètre de plasticité de transformation (k) peut être considéré comme constant pour une transformation donnée, il est expérimentalement identifié comme le rapport de la norme finale de la plasticité de transformation divisé par la norme de la contrainte appliquée. Cette hypothèse est valide sous deux conditions :

- la contrainte appliquée ne doit pas dépasser le seuil pour lequel elle cesse d'être proportionnelle à la plasticité de transformation finale,
- la contrainte appliquée ne doit provoquer ni la plasticité classique ni le fluage.

Ces deux conditions sont bien vérifiées dans le cas où la contrainte appliquée est équivalente au quart de la limite d'élasticité conventionnelle de la phase austénitique.

La littérature nous donne quelques expressions analytiques exprimant ce paramètre. Ces expressions sont résumées dans le tableau 1.1 :

Référence	Greenwood et Johnson (1965)	Arbrassart (1972)	Leblond <i>et al.</i> (1989)
Expression	$\frac{5}{2} \frac{\Delta \varepsilon_1^2}{\sigma_y^1}$	$\frac{3}{4} \frac{\Delta \varepsilon_1^2}{\sigma_y^1}$	$2 \frac{\Delta \varepsilon_1^2}{\sigma_y^1 (\varepsilon_1^{eff})}$

TAB. 1.1: Expressions principales du coefficient de plasticité de transformation k

5.3 Modélisation du TRIP

Les principaux modèles existants, décrivant la plasticité de transformation en se basant sur le mécanisme de Greenwood-Johnson, peuvent être représentés par le produit de 3 fonctions (Taleb *et al.*, 2001). La première fonction exprime la dépendance aux caractéristiques relatives à la phase parente et aux phases produites. Ces caractéristiques peuvent dépendre du taux de transformation. La seconde fonction exprime la dépendance vis-à-vis de l'évolution de la transformation. La troisième fonction exprime la dépendance par rapport aux caractéristiques de la contrainte appliquée et à la limite élastique du mélange qui dépend, quand à elle du taux de transformation.

$$\dot{\varepsilon}^{pt} = k \left(\frac{\Delta V}{V}; \sigma_1^y \right) \cdot f_2(z) \cdot \dot{z} \cdot f_3(S, \sigma_y(z)) \quad (1.7)$$

où

$\frac{\Delta V}{V}$: la différence de volume relative entre la phase parente et les phases produites,

σ_1^y : la limite élastique de la phase la plus faible (phase parente),

z : la fraction volumique de la martensite produite,

\underline{S} : le tenseur déviateur des contraintes dû au chargement appliqué,

σ_y : la limite élastique du mélange.

La plupart des modèles ont été développés sur la base du mécanisme de Greenwood-Johnson où l'on ne considère que la croissance diffusive d'une nouvelle phase de plus faible compacité par rapport à la phase parente et aux propriétés élasto-plastiques différentes. Aussi, ces modèles ne conviennent a priori qu'aux transformations à caractère diffusif. Cependant, ces modèles ont déjà montré leur pertinence pour la prédiction macroscopique du TRIP au cours de transformation martensitique dans des situations classiques sous chargement monotone.

a. Modèle de Greenwood et Johnson

Le premier modèle est proposé par [Greenwood et Johnson \(1965\)](#) pour déterminer le TRIP dans le cas unidimensionnel, son expression est comme suivante :

$$\varepsilon^{pt} = \frac{5}{6} \frac{\Delta V}{V} \frac{\sigma}{\sigma_y^1} \quad (1.8)$$

avec :

- σ_y^1 : la limite élastique de la phase la plus molle,
 $\frac{\Delta V}{V}$: la variation de volume due au changement de phase,
 σ : la contrainte appliquée (tenseur uniaxial).

b. Modèle de Mitter

Plus tard, Mitter (voir [Petit-Grostabussiat \(2000\)](#)) confirme le modèle de Greenwood-Johnson par son modèle :

$$\varepsilon^{pt} = \frac{\Delta V}{V} \frac{\alpha}{\sigma_y^1} + \frac{\beta}{\sigma_y^2} \sigma \quad (1.9)$$

avec :

- σ_y^2 : la limite élastique de la phase la plus dure,
 α, β : des coefficients dépendant de l'ordre de la transformation
(α varie de 0.06 à 0.28 ; β varie de 0.45 à 0.78).

c. Modèle de Abrassart

Une autre expression est développée par [Arbrassart \(1972\)](#) qui permet de décrire l'évolution du TRIP en fonction de la proportion volumique de la phase formée z . Elle conduit souvent à des valeurs de plasticité de transformation 3 fois inférieures aux résultats expérimentaux :

$$\varepsilon^{pt} = \frac{1}{4\sigma_y^1} \frac{\Delta V}{V} (3z - 2z^{3/2}) \sigma \quad (1.10)$$

d. Modèle de Desalos

Desalos (1981) contribue à l'élaboration d'une formulation qui permet de déterminer la vitesse de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée et du taux de phase nouvellement formée.

En se basant sur les résultats d'essais de dilatométrie sous une charge de compression durant la transformation au refroidissement (bainitique ou martensitique) pour un acier A533 (acier de composition équivalente au 16MND5), Desalos (1981) propose la formulation suivante :

$$\varepsilon^{pt} = k \cdot z \cdot (2 - z) \cdot \sigma \quad (1.11)$$

k est le facteur de plasticité de transformation, $k = \frac{\varepsilon^{pt}}{\sigma_{app}}$.

Toutefois, cette formulation reste liée au cas d'un chargement uniaxial et constant.

e. Modèle de Fischer

De leur côté, Fischer *et al.* (2000) adoptent une analyse micromécanique visant à inclure non seulement le mécanisme de Greenwood et Johnson mais aussi le mécanisme de Magee. Ses travaux le conduisent à proposer l'expression suivante :

$$\varepsilon^{pt} = \frac{5}{4\sigma_y^*} \left[\left(\frac{\Delta V}{V} \right)^2 + \frac{3}{4} \gamma^2 \right]^{\frac{1}{2}} S \quad (1.12)$$

avec :

$$\sigma_y^* = \left(\frac{1 - (\sigma_y^1/\sigma_y^2)}{\ln(\sigma_y^1/\sigma_y^2)} \right)$$

où :

σ_{y^*} : est calculée à partir des limites élastiques de la phase élastique et des phases ferritiques,

γ : est la partie déviatorique de la déformation de transformation.

f. Modèle de Leblond

Leblond *et al.* (1989) considèrent un volume macroscopique qui contient deux phases. La déformation totale peut être décomposée en 3 parties :

$$\varepsilon^{total} = \varepsilon^e + \varepsilon^{th} + \varepsilon^p \quad (1.13)$$

A partir de l'hypothèse de l'homogénéité élastique : la déformation macroscopique est la moyenne de celles microscopiques :

$$E^e = \langle \varepsilon^e \rangle_V$$

et aussi,

$$E^{th} = \langle \varepsilon^{th} \rangle_V \text{ et } E^p = \langle \varepsilon^p \rangle_V$$

E^e : peut être déterminée à partir de la loi de Hooke,

E^{th} : peut être déterminée à partir d'un essai de dilatométrie libre,

E^p : se compose de la plasticité classique et de la partie déviatorique de la déformation de transformation.

$$\dot{E}^p = (1 - z)\langle \dot{\varepsilon}_1^p \rangle_{V_1} + z\langle \dot{\varepsilon}_p^2 \rangle_{V_2} + \dot{z}\langle \Delta \varepsilon_{1 \rightarrow 2}^p \rangle_F \quad (1.14)$$

- $\dot{\varepsilon}_i^p$: taux de déformation plastique microscopique de la phase i ,
 $\Delta\varepsilon_{1\rightarrow 2}^p$: partie déviatorique de la déformation de transformation,
 $\langle \Delta\varepsilon_{1\rightarrow 2}^p \rangle_F$: valeur moyenne de $\Delta\varepsilon_{1\rightarrow 2}^p$ sur le front de la transformation F .

D'après (Leblond *et al.*, 1989), le dernier terme de l'équation(1.14) qui explique la moyenne déviatorique de la déformation de transformation disparaît quand il n'y a aucune orientation préférée (mécanisme de Greenwood et Johnson). D'autre part, le second terme de l'équation (1.14) disparaît aussi en supposant que la phase produite est élastique.

$$\Rightarrow \dot{E}^p = (1 - z)\langle \varepsilon_1^p \rangle_{V_1} \quad (1.15)$$

$$\dot{E}^p = (\dot{E}^{pc}) + \dot{E}^{pt} \quad (1.16)$$

où,

$$\dot{E}^{pt} = (1 - z)\langle \frac{\delta \varepsilon_1^p}{\delta z} \rangle_{V_1} \dot{z} \quad (1.17)$$

En tenant compte de la plasticité standard de Von Mises et en supposant l'uniformité de σ_1^y ,

$$\Rightarrow \dot{E}^{pt} = (1 - z)\frac{3}{2}\frac{1}{\sigma_1^y}\langle \frac{\delta \varepsilon_1^{eq}}{\delta z} \cdot s_1 \rangle_{V_1} \dot{z} \quad (1.18)$$

Grâce aux hypothèses suivantes :

- négligence de la corrélation entre s_1 et $\frac{\delta \varepsilon_1^{eq}}{\delta z}$,

Fig. 1.15: Géométrie considérée par [Leblond *et al.* \(1989\)](#) pour l'évaluation de $\langle \frac{\delta \varepsilon_1^{eq}}{\delta z} \rangle_{V_1}$.

– on admet que la valeur moyenne S_1 de s_1 dans V_1 est égale à la moyenne macroscopique.

Pour évaluer la moyenne $\langle \frac{\delta \varepsilon_1^{eq}}{\delta z} \rangle_{V_1}$ qui apparaît dans l'équation (1.18), [Leblond *et al.* \(1989\)](#) utilisent le modèle micromécanique d'une phase produite sphérique qui se développe sphériquement dans la phase parente sous charge extérieure faible (Fig. 1.15).

Deux hypothèses sont faites :

- Les déformations élastiques sont beaucoup plus petites que les déformations plastiques dans la phase austénitique,
- Les forces de compression qui ont été provoquées par la croûte γ sur le noyau de α ont un effet négligeable sur le volume du dernier.

Ceci conduit à :

$$\langle \frac{\delta \varepsilon_1^{eq}}{\delta z} \rangle_{V_1} = -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{1-z} \ln(z) \quad (1.19)$$

$$\Rightarrow \dot{E}^{pt} = \frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} S \quad (1.20)$$

Afin d'éviter la singularité en début de transformation qui apparaît dans l'équation 1.20, Leblond *et al.* (1989) introduisent un seuil "calé" sur des simulations numériques.

$$\dot{E}^{pt} = \begin{cases} 0 & \text{si } z \leq 0.03 \\ -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z > 0.03 \end{cases} \quad (1.21)$$

Pour permettre l'application de contraintes significatives (proches de la limite d'élasticité de l'austénite), une fonction $h\left(\frac{\sigma^{eq}}{\sigma^y}\right)$ calée aussi sur des simulations numériques, est introduite :

$$\dot{E}^{pt} = \begin{cases} 0 & \text{si } z \leq 0.03 \\ -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} \sinh\left(\frac{\sigma^{eq}}{\sigma^y}\right) & \text{si } z > 0.03 \end{cases} \quad (1.22)$$

avec,

$$h\left(\frac{\sigma^{eq}}{\sigma^y}\right) = \begin{cases} 1 & \text{si } \frac{\sigma^{eq}}{\sigma^y} \leq \frac{1}{2} \\ 1 + 3.5 \left(\frac{\sigma^{eq}}{\sigma^y} - \frac{1}{2}\right) & \text{si } \frac{\sigma^{eq}}{\sigma^y} > \frac{1}{2} \end{cases} \quad (1.23)$$

où σ^y est la limite d'élasticité de l'ensemble des 2 phases.

g. Modèle de Taleb et Sidoroff

Taleb et Sidoroff (2003) ont repris le modèle de Leblond en vérifiant les effets des différentes hypothèses de comportement admises par Leblond pour tenter de lever la

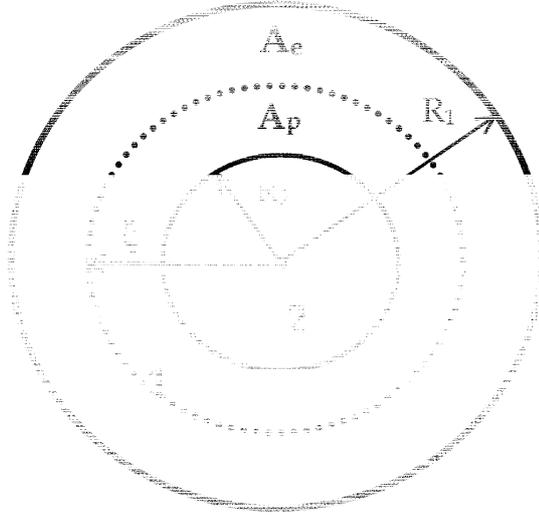


Fig. 1.16: Nouvelle géométrie prise à l'étude pour l'analyse micromécanique considérée par Taleb et Sidoroff (2003).

singularité à l'origine ($z = 0$). Plusieurs cas ont été étudiés en considérant une géométrie sphérique identique au modèle de Leblond (Fig. 1.16).

L'étude a permis de comprendre les conséquences des hypothèses de Leblond dont certaines s'obtiennent naturellement. Elle a permis également d'étendre ce modèle en levant la singularité à l'origine. L'expression du modèle proposé est la suivante :

$$\dot{E}^{pt} = \begin{cases} -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z_l) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z \leq z_l \\ -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z > z_l \end{cases} \quad (1.24)$$

avec,

$$z_l = \frac{\sigma_1^y}{2\Delta\varepsilon_{12}} \cdot \frac{4\mu + 3K}{9 \cdot \mu \cdot K} \quad (1.25)$$

où :

z_l : est la fraction volumique limite de la phase nouvellement formé à partir

de laquelle toute l'austénite est plastifié,

k_c : est le modules de compressibilité

μ : est le modules de cisaillement en élasticité.

Sur la figure 1.16, A_e et A_p sont des régions élastique et plastique de la phase parente (1) qui contient la phase produite (2). R_1 et R_2 sont des rayons qui définissent la frontière de deux phases, ξ est la frontière entre deux zones élastique et plastique.

Ensuite, en reprenant les remarques de Leblond, Taleb et Sidoroff (2003) utilisent la loi linéaire d'écroutissage suivante : $\sigma_1^y = \sigma_1^{y,0} + hE_1^{eff}$. Celle-ci permet de donner une description précise du durcissement local.

$\sigma_1^{y,0}$, h et E_1^{eff} sont respectivement la limite élastique initiale de la phase austénitique, le module d'écroutissage et la moyenne de la déformation plastique.

$$\dot{E}^{pt} = \begin{cases} -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z_1)\dot{z} & \text{si } z \leq z_l \\ -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z)\dot{z} & \text{si } z > z_l \end{cases} \quad (1.26)$$

Concernant ce modèle, comparé au modèle de Leblond, il n'est pas nécessaire de supposer que la plasticité de transformation ne commence qu'au-delà de 3% de l'avancement de la transformation, puisque il considère un taux de phase limite.

6 Effet de la taille de grain sur le TRIP

La cinétique des transformations $\gamma \rightarrow \alpha$ hors équilibre peut être modifiée en fonction de certaines conditions dans lesquelles se déroule la transformation.

C'est ainsi qu'interviennent :

- les conditions d'austénitisation,
- un écrouissage éventuel de l'austénite,
- les contraintes appliquées à l'austénite pendant sa transformation,
- les ségrégations dans le volume d'acier considéré.

Les conditions d'austénitisation ont une influence importante sur la cinétique de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ en intervenant sur deux processus :

- le grossissement des grains d'austénite,
- la mise en solution des carbures et précipités.

Le grossissement des grains d'austénite intervient lorsque les conditions sont telles que l'énergie libre peut être diminuée par une réduction de la surface des joints des grains. Les conditions favorables sont réunies lorsque le métal est porté à haute température et qu'aucun obstacle ne vient freiner la migration des joints. Le phénomène est thermiquement activé avec une énergie apparente d'activation, dans le cas des aciers, de l'ordre de $75 \text{ kJ}/(\text{mol}^\circ \text{ K})$ (Murry, 1998). Ajoutons que l'expérience montre que le grossissement des grains d'austénite favorise aussi le développement de structures aciculaires, notamment dans le domaine de formation de la ferrite.

En effet, toute élévation de la température d'austénitisation permet de compléter la mise en solution des carbures et, par là même, entraîne un enrichissement de l'austénite en carbone et en éléments d'alliage, éléments qui peuvent alors faire sentir leur influence sur la cinétique de la transformation. Mais cette élévation de température et la mise en solution concomitante des carbures peuvent favoriser par ailleurs le grossissement des grains d'austénite.

En cherchant dans littérature, on trouve peu de travaux qui se sont intéressés aux influences de la taille des grains austénitiques sur la plasticité de transformation ; certaines études datent des débuts des années 80. Parmi ces études, on peut citer les travaux de [Desalos \(1981\)](#) visant la détermination de l'évolution de la limite d'écoulement et du taux de consolidation en fonction de la température pour différentes conditions d'austénitisation. En revanche, nous trouverons beaucoup de travaux qui s'intéressent aux effets de la taille de grain austénitique sur les paramètres métallurgiques de la transformation au refroidissement, ci-dessous nous donnons un bref aperçu.

6.1 Taille de grain et température de début de transformation martensitique

La taille de grain de la phase mère est un des facteurs considérables existants, capables d'affecter les paramètres de la transformation de phase en particulier, la température d'austénitisation, la température de début de la transformation martensitique (M_S) ainsi que sur le taux de la transformation.

Une étude récente ([Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998](#)), met en évidence la relation entre l'énergie de défaut d'empilement et la formation de la martensite (ϵ) et sur la forte dépendance de la taille de grain austénitique. [Joong-Hwan et Chong-Sool \(1998\)](#) proposent une formulation donnant la température de début de la transformation martensitique en fonction de l'inverse de l'énergie de défaut d'empilement pour un alliage $Fe - Mn$.

D'après [Joong-Hwan et Chong-Sool \(1998\)](#), la température de début de transformation martensitique M_S augmente rapidement avec l'augmentation de la taille du grain austénitique, elle se sature vers $35 \mu m$, puis elle augmente lentement pour des grains plus grossiers. L'énergie des défauts d'empilement, en revanche, diminue fortement jus-

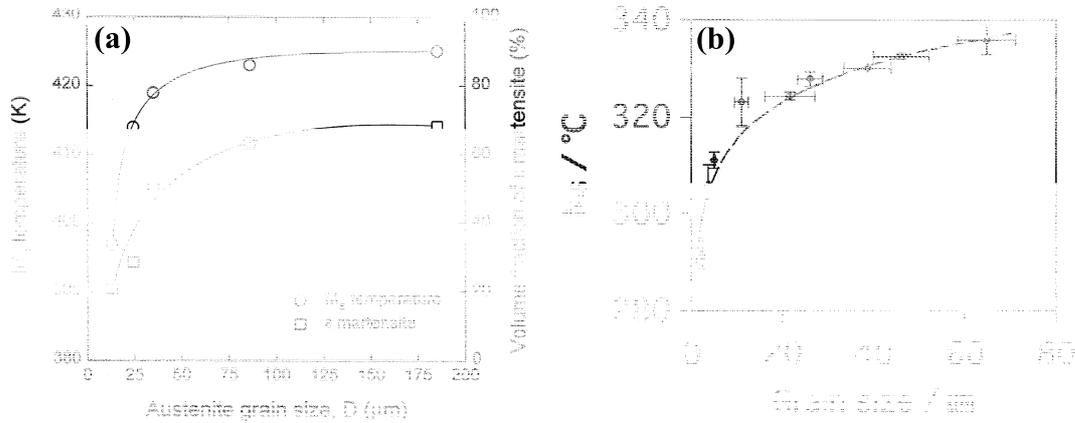


Fig. 1.17: Variation de la température M_s avec la taille de grain austénitique :
 (a) pour un alliage $Fe - 18\%Mn$ (Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998),
 (b) pour un alliage $Fe - 0.13C - 5Ni - 2.27Mn$ (Yang et Bhadeshia, 2009).

qu'à $35 \mu\text{m}$, au delà de cette valeur, elle est légèrement abaissée.

En se basant sur ces observations, Joong-Hwan et Chong-Sool (1998) établirent une relation linéaire entre la température de début de transformation martensitique (M_s) et l'inverse de l'énergie de défaut d'empilement, c'est-à-dire la probabilité du défaut d'empilement. Ce résultat suggère que la variation de M_s avec la taille du grain austénitique dépend fortement du changement dans l'énergie des défauts d'empilement.

6.2 Taille de grain et taux de transformation

Dans une simulation numérique de la réponse mécanique locale d'un grain austénitique pour un acier au carbone multiphasé, Turteltaub et Suiker (2006) ont montré que la réponse mécanique locale d'un grain transformé d'austénite résiduelle dépend fortement de la taille et de l'orientation de grain.

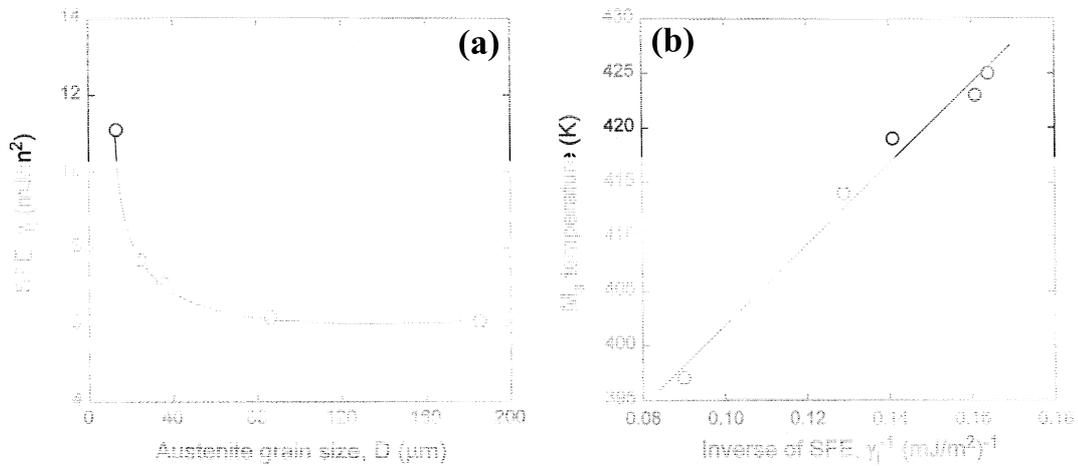


Fig. 1.18: Effet de l'énergie de défaut d'empilement (alliage $Fe - 18\%Mn$) (Joong-Hwan et Chong-Sool, 1998) :
 (a) Variation de l'énergie de défaut d'empilement avec la taille de grain austénitique,
 (b) Variation de la température M_S avec l'inverse de l'énergie de défaut d'empilement.

Turteltaub et Suiker (2006) trouvent que, pour des grains chargés dans les directions [111], le taux de la transformation $|d\bar{\xi}_A/d\bar{\epsilon}_{11}|$ est inférieur pour des tailles de grain plus petites tandis que pour des grains chargés dans les directions [100] le taux de transformation est plus haut pour des tailles de grain plus petites. En outre, il est intéressant d'observer que les grains d'austénite chargés dans les directions [111] ne se transforment pas entièrement en martensite; la quantité non transformée d'austénite augmente quand la taille de grain devient plus petite.

En revanche, les grains d'austénite chargés dans les directions [100] sont plus favorablement orientés pour la transformation, ils se transforment entièrement en martensite, qui se produit à environ 10 % de déformation pour toutes tailles de grain.

Dans leurs simulations, Turteltaub et Suiker (2006) trouvent des transformations inachevées pour des grains chargés dans les directions [111], en particulier quand la taille de grain est réduite. En revanche, les grains qui ont été chargés dans les directions

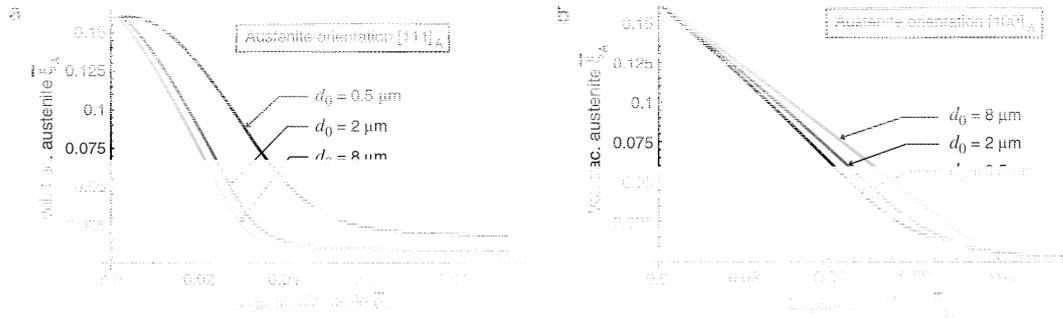


Fig. 1.19: Fraction volumique moyenne de l'austénite $\bar{\xi}_A$ en fonction du logarithme de la déformation axiale moyenne $\bar{\epsilon}_{11}$ pour différentes valeurs de la taille de grain d_0 : (Turteltaub et Suiker, 2006)
 (a) orientation du grain $[111]_A$,
 (b) orientation du grain $[100]_A$.

$[100]$ se transforment entièrement en martensite. En outre, pour cette orientation, la déformation dans l'austénite est plus homogène pour de plus petits grains, ce qui induit une contrainte effective plus élevée de transformation.

La simulation proposée par Turteltaub et Suiker (2006) permet d'avoir une prédiction qualitative des effets les plus significatifs de la taille de grain pendant l'étape initiale de la transformation. Par contre, ce modèle n'inclut pas la déformation plastique dans l'austénite due à la transformation martensitique. Ces effets sont susceptibles de jouer un rôle important aux niveaux élevés de contrainte.

6.3 Taille de grain et plasticité de transformation

L'influence de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation a été négligée dans la plupart des études (tous les paramètres de transformation, pour le refroidissement, ont été déterminés pour les mêmes conditions d'austénitisation) et peu d'auteurs se sont intéressés à cette influence.

Les caractéristiques mécaniques d'un métal sont d'autant plus élevées que son grain est plus fin. La limite d'élasticité, par exemple, dépend de l'inverse de la racine carrée de la taille de grain d selon la loi de Hall-Petch (voir Murry (1998)). La relation de Hall-Petch relie la contrainte seuil à la taille de grain par la relation :

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (1.27)$$

où d est la taille de grain, σ_0 la contrainte de friction et k le facteur de Hall-Petch. L'interprétation physique de cette relation repose sur la théorie d'empilement des dislocations du même signe, générée par une source de Frank-Read.

Dans sa formulation initiale, la relation de Hall-Petch relie la contrainte d'écoulement à la taille de grain. Appliquée à des matériaux métalliques en plasticité cristalline, elle est à l'origine de nombreuses discussions. L'interprétation physique de la relation de Hall-Petch repose sur des mécanismes basés sur la théorie des dislocations :

a- Empilements de dislocations : l'augmentation de la contrainte aux joints de grains est due à la formation d'empilements de dislocations. A terme, cette concentration de contrainte conduit à l'activation de sources de dislocations dans les grains voisins ; le glissement se propage de grain en grain.

b- Interaction entre dislocations : plus le grain sera petit, plus la densité de dislocations sera élevée pour une déformation donnée.

c- Le joint de grain comme source de dislocations : la concentration de contrainte créée à l'origine par les empilements de dislocations n'est pas nécessaire pour activer le glissement de grain à grain. Ce sont alors les joints de grains, qui sous l'action d'un

chargement extérieur, se comportent comme des sources de dislocations.

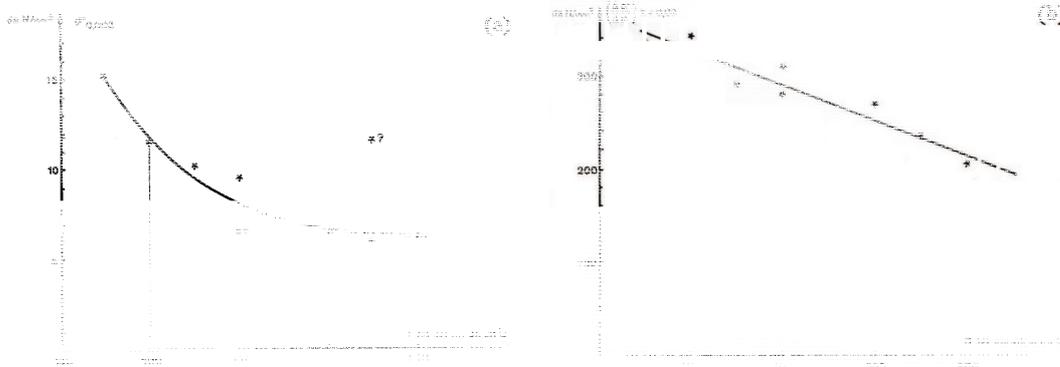


Fig. 1.20: Évolution avec la température (Desalos, 1981) :
 (a) de la déformation de la limite d'écoulement $\sigma_{0.002}$ de l'austénite métastable de l'acier A533 austénitisé à 950°C pendant 3 min (la vitesse de déformation est de 0.1s^{-1}),
 (b) de la déformation de taux de consolidation $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$ (pour $\varepsilon < 0.02$) de l'austénite de l'acier A533 austénitisé à 950°C pendant 3 min.

Rares sont les travaux qui se sont intéressés à l'effet de la taille de grain sur le phénomène de plasticité de transformation. Dans ces travaux sur la transformation bainitique de l'acier A533. (Desalos, 1981), introduit l'effet de la taille de grain austénitique en essayant de déterminer l'évolution de la limite d'écoulement et du taux de consolidation en fonction de la température pour différentes conditions d'austénitisation (pour deux cas : grain austénitique fin et gros).

Les essais de compression (ou traction), effectués par Desalos (1981) sur l'austénite métastable à $T > 500^{\circ}\text{C}$, permettent de d'écrire l'évolution de la limite élastique de l'austénite sous la forme :

$$\sigma = K\varepsilon^m \cdot \dot{\varepsilon}^n \quad (1.28)$$

où $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation, m et n sont des coefficients qui dépendent des conditions initiales d'austénitisation (composition de la solution solide austénitique, et

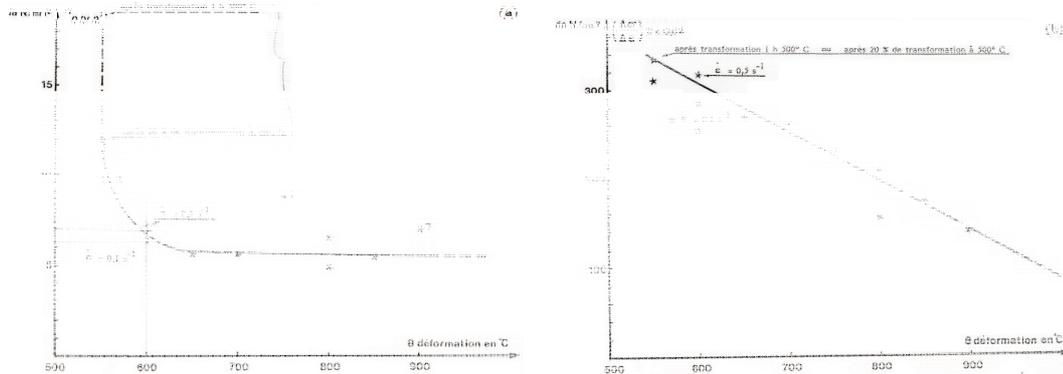


Fig. 1.21: Évolution avec la température (Desalos, 1981) :
 (a) de la déformation de la limite d'écoulement $\sigma_{0.002}$ de l'austénite métastable de l'acier A533 austénitisé à 1250°C pendant 3 min,
 (b) de la déformation de taux de consolidation de l'austénite de l'acier A533 austénitisé à 1250°C pendant 3 min.

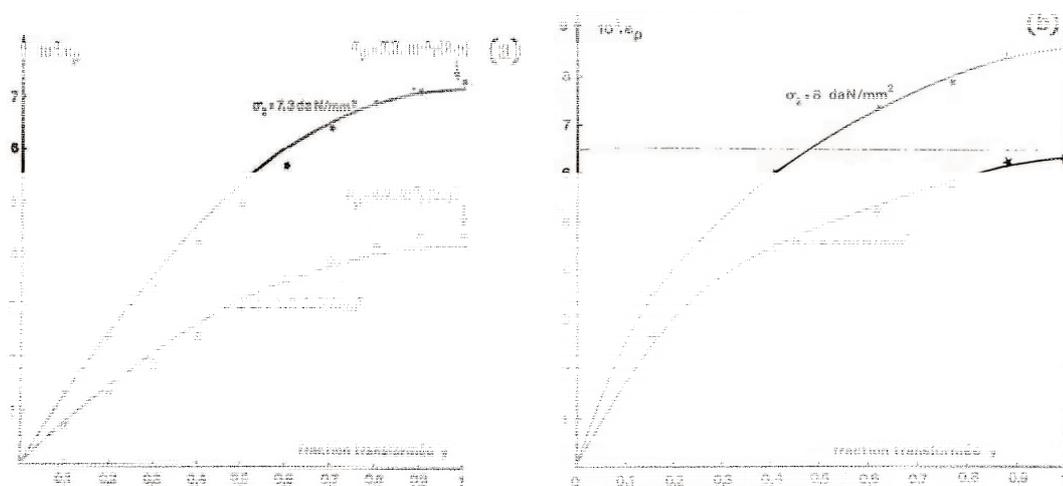


Fig. 1.22: Évolution de la déformation longitudinale avec la fraction volumique transformée (y) pour l'acier A533 (Desalos, 1981) :
 (a) austénitisé à 900°C pendant 3 min, transformé de manière isotherme à 500°C et soumis à une contrainte uniaxiale $\sigma_1 = 4.2\text{daN/mm}^2$ ou $\sigma_2 = 7.3\text{daN/mm}^2$,
 (b) austénitisé à 1250°C pendant 3 min et soumis à une contrainte uniaxiale $\sigma_1 = 4.8\text{daN/mm}^2$ ou $\sigma_2 = 8\text{daN/mm}^2$ entre 650°C et l'ambiante.

taille du grain austénitique). Desalos (1981) considère, pour une première approximation de son modèle élasto-plastique, la limite d'écoulement $\sigma_{0.002}$ à $\varepsilon = 0.002$ et le taux de consolidation $\frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} = \frac{\sigma_{0.02} - \sigma_{0.002}}{0.02}$.

Desalos (1981) trouve que la limite d'écoulement semble évoluer lentement au delà de $600^{\circ}C$ après austénitisation à $1250^{\circ}C$ (austénite à gros grains).

7 Conclusion

La plupart des études concernant les conséquences mécaniques et métallurgiques sur les transformations en phase solide dans les aciers ont, souvent, négligé les effets de la taille de grain austénitique, surtout sur la plasticité de transformation. Bien que des modèles mathématiques (Ashby et Easterling (1982), Leblond et Devaux (1984)) ont été établis décrivant l'évolution du grain austénitique au cours du chauffage (austénitisation) afin de prédire la grosseur du grain austénitique en fonction de la température en incluant les effets des éléments d'alliage. La majorité des résultats présentés ne concernait que les mêmes conditions d'austénitisations.

Par ailleurs, il a été mis en évidence l'effet de la taille de grain sur les propriétés mécanique de l'austénite métastable au cours de la transformation bainitique d'un acier 16MND5 (Desalos, 1981). Il reste, quand même, de mettre le point sur les autres paramètres de la plasticité de transformation pour des différentes conditions d'austénitisation (influence de la taille de grain austénitique).

Le travail à suivre doit permettre l'établissement d'une base de données fiable afin de permettre d'introduire l'effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation dans les modèles existants et établir un programme d'essais de plasticité de transformation sous différentes conditions d'austénitisation en tenant compte de :

- la composition chimique (teneurs en élément d'alliage) de l'acier de l'étude, qui est dans notre cas, le 35NCD16,
- les températures d'austénitisation et les vitesses de chauffe,
- les durées de maintien à hautes températures s'il est le cas.

Ont doit aussi, en s'appuyant sur les modèles déjà présentés, prédire la taille de grain austénitique et vérifier par la suite, à l'aide des simulations expérimentales et en utilisant les techniques micrographiques pour déterminer la taille de grain austénitique pour chaque condition d'austénitisation.

Chapitre 2

Méthodologie expérimentale

1 Introduction

Dans le présent chapitre, nous détaillerons les différentes expériences menées au cours de la thèse. En premier lieu, nous donnerons quelques informations sur le matériau de l'étude et les démarches expérimentales adoptées. Ensuite, nous traiterons les différentes études expérimentales de l'effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. Ce chapitre sera divisé en deux parties : i) la première, concerne l'étude de l'évolution de la taille de grain austénitique en fonction des conditions d'austénitisation, à savoir la température et le temps de maintien ii) la deuxième partie, quant à elle, s'intéresse aux essais de plasticité de transformation en reproduisant quelques conditions d'austénitisation adoptées dans la première partie afin de corréler les résultats des essais avec l'évolution de la taille de grain austénitique.

Le but principal des essais présentés dans ce chapitre est la corrélation entre la taille de grain austénitique et l'évolution de la plasticité de transformation. Ces essais permettront également la détermination des paramètres liés au comportement thermo-mécano-métallurgiques de l'acier 35NCD16 (dépendant de la température). Le moyen utilisé pour cette caractérisation se traduit par la mise en œuvre des essais de dilatométrie

libre et de plasticité de transformation sous différentes conditions d'austénitisation et de chargement mécanique complexe.

Avant de mener l'étude proprement dite, nous présenterons le matériau utilisé dU points de vue des caractéristiques physiques, mécaniques et métallurgiques; ainsi que les dispositifs expérimentaux utilisés.

2 Matériau, éprouvettes et dispositifs d'essais

2.1 Matériau de l'étude

Le matériau étudié est un acier faiblement allié à basse teneur en carbone. La nuance d'acier est désigné 35NCD16 (par la norme française) ou 36NiCrMo16 (par la norme DIN), fournie par “*Thyssen-Senard*”. La trempabilité de cet acier, pratiquement sans limite (Fig. 2.1), et sa grande ténacité (environ $60J/cm^2$ avec une limite élastique à 0.2% d'environ 1500 MPa) font qu'il soit choisi pour des pièces fortement sollicitées ou très ouvragées, quelles que soient leurs dimensions tels que les organes de transmission, pignons, arbres, frettes pour l'aéronautique, les machines-outils et la mécanique générale.

Une analyse de composition chimique par spectromètre de masse a été réalisée sur un échantillon d'acier 35NCD16. La composition chimique du matériau est donnée dans le tableau 2.1. La composition nominale donnée par le fournisseur est comparé avec celle obtenue par l'analyse.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Fe
0.35	0.29	0.48	0.21	0.011	1.81	3.78	0.27	0.17	Balance

TAB. 2.1: Composition chimique de l'acier 35NCD16 (teneur massique en %)

Notre choix s'est porté sur cet acier car il présente une transformation de phase d'austénite en martensite pour des vitesses de refroidissement faible. En effet, pour cet acier, le refroidissement conduit, quelle que soit la vitesse, à une transformation martensitique (Fig. 2.2). L'examen de la microstructure au microscope optique montre une structure totalement martensitique très fine comme le montrent les métallographies de la figure 2.3a. Pour une telle microstructure, les joints de grain austénitique ne sont pas aisément observables avec une attaque chimique usuelle. Cela nécessite l'emploi de méthodes spécifiques pour la révélation des anciens joints de grain austénitique.

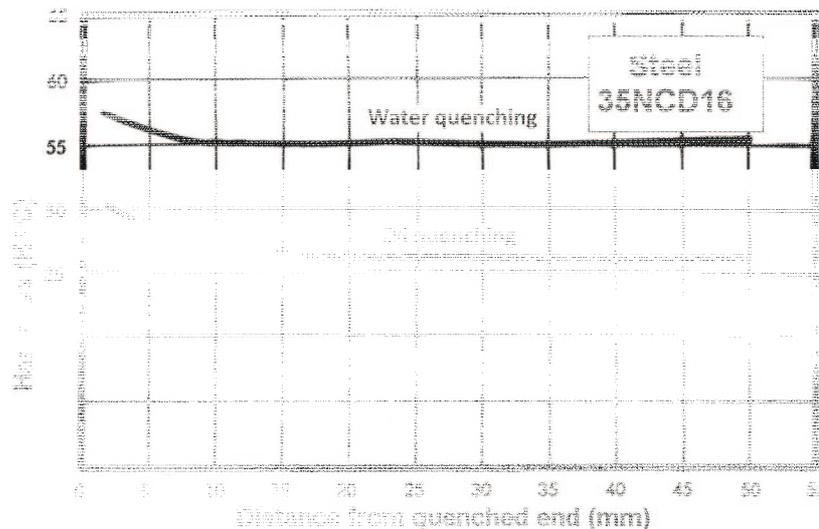


Fig. 2.1: Courbes de trempabilité Jominy de l'acier 35NCD16 (Haker et Glavar, 2005).

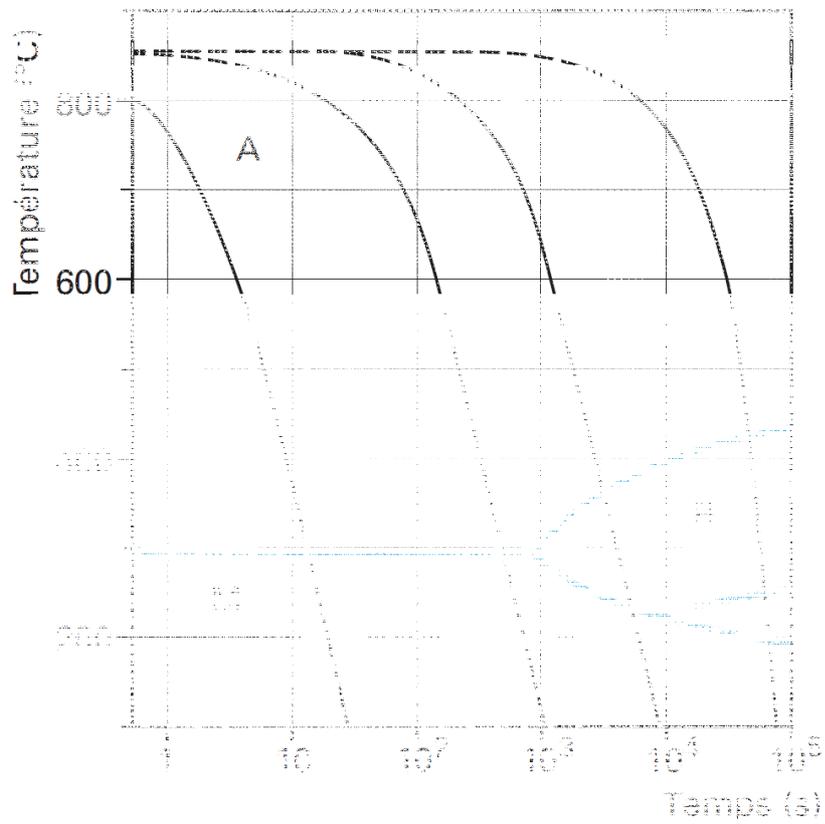


Fig. 2.2: Diagramme de transformation en refroidissement continu (TRC) de l'acier 35NCD16 (Desalos, 2003).

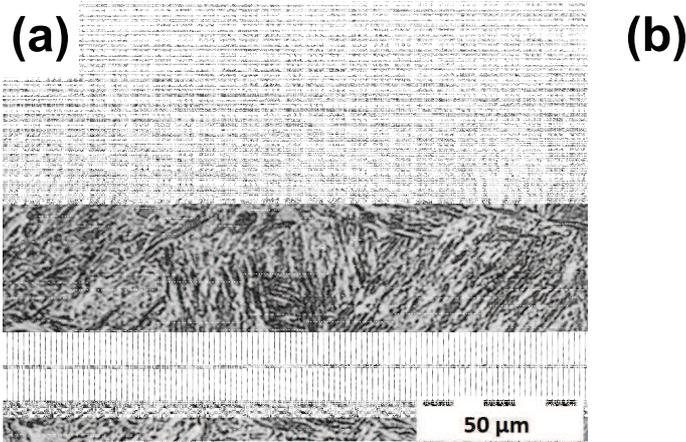


Fig. 2.3: Microstructure de l'acier 35NCD16 trempé à l'eau :
 (a) Microscope optique. Attaque Nital (4%).(Murry, 1998),
 (b) Image MEB (LGM-EMP). Attaque acide picrique + Nital (4%).

2.2 Éprouvette et dispositif d'essai

Les éprouvettes sont prélevées sur des ronds bruts de l'acier 35NCD16 de 35 mm de diamètre. L'éprouvette d'essai est un tube mince avec deux têtes massives (Fig. 2.4). La partie centrale, un cylindre tubulaire, nous permet d'obtenir un champ de contraintes quasi-homogène ainsi qu'un gradient de température négligeable, à travers la section du tube. Les champs de contraintes et de déformations ont la forme suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{\theta z} \\ 0 & \sigma_{\theta z} & \sigma_{zz} \end{pmatrix}, \quad \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{rr} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{\theta\theta} & \gamma_{\theta z}/2 \\ 0 & \gamma_{\theta z}/2 & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

Les contraintes axiales et de cisaillement appliqués à l'éprouvette sont calculées à partir de la force de traction F et du couple de torsion C :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (2.2)$$

où, $S = \pi (r_{ext}^2 - r_{int}^2)$.

$$\tau = \frac{C}{I_o/r_{moy}} \quad (2.3)$$

où, $I_o = \frac{\pi}{2} (r_{ext}^4 - r_{int}^4)$ et $r_{moy} = \frac{r_{ext} + r_{int}}{2}$.

Avec,

S : section de la zone utile de l'éprouvette,

r_{moy} : rayon moyen de la section de la zone utile de l'éprouvette,

r_{ext} : rayon extérieur de la section de la zone utile de l'éprouvette,

r_{int} : rayon intérieur de la section de la zone utile de l'éprouvette,

I_o : moment d'inertie de la section.

Avant tout essai, les éprouvettes subissent un traitement thermique qui conduit à l'austénitisation dans le but d'avoir le même état initial mécanique et métallurgique. Ce traitement thermique consiste en un chauffage jusqu'à 1050 °C, un maintien d'une heure suivi d'un refroidissement lent dans le four. Le processus entier est exécuté sous vide.

Fig. 2.4: Géométrie de l'éprouvette.

Chargement thermique

Le chauffage de la partie utile de l'éprouvette est assuré par induction électromagnétique. Cette configuration permet une montée plus rapide en température et ne requière aucune isolation électrique de l'éprouvette. Le refroidissement est piloté par la circulation d'un gaz (azote) à l'intérieur de l'éprouvette et de l'argon sur la surface extérieure.

Les mesures de températures sont faites via quatre thermocouples type K (Chromel - Alumel) microsoudés en plusieurs points sur la zone utile de l'éprouvette pour vérifier l'homogénéité de la température. Les essais sont réalisés sous atmosphère protectrice (argon) afin d'éviter toute oxydation ou décarburation de l'éprouvette.

Chargement mécanique

Le chargement mécanique est appliqué grâce à une machine hydraulique d'essais thermomécanique multiaxiale (traction - torsion - pression interne) MTS équipée d'une

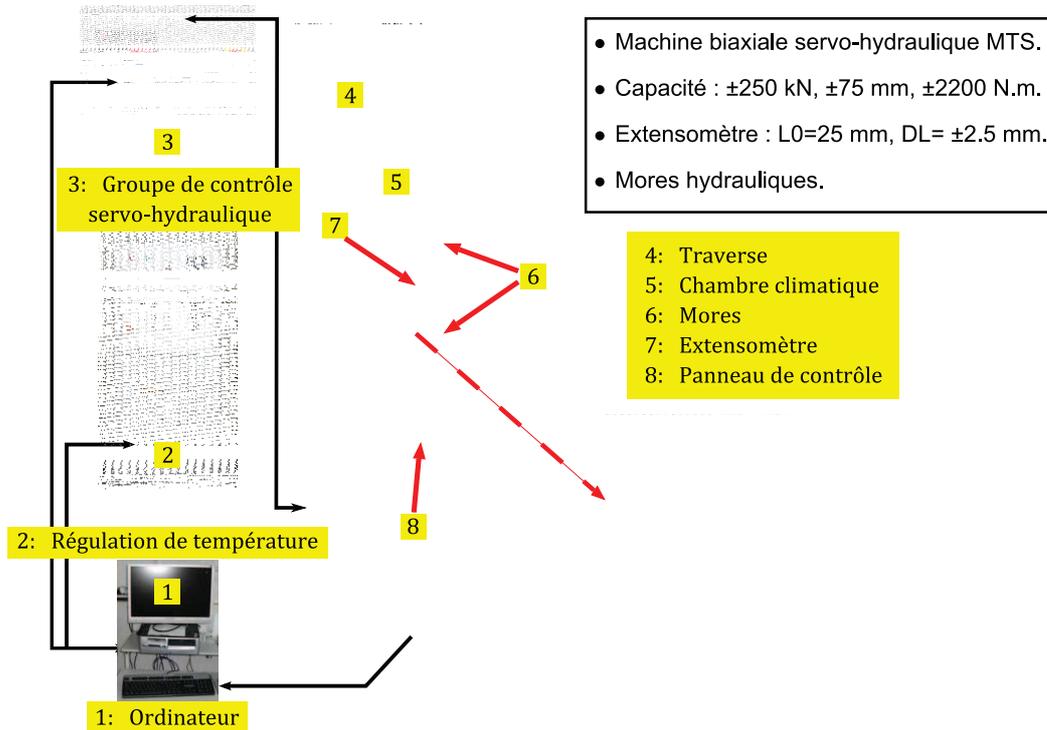


Fig. 2.5: Vue générale du dispositif d'essai (ERMECA/GPM - Rouen).

chambre climatique (Fig. 2.5).

La mesure de l'allongement et la rotation de la zone utile se fait à l'aide d'un extensomètre bi-axial MTS opérant à hautes températures. L'extensomètre est refroidi à l'eau afin d'assurer un fonctionnement à une température fixe de $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ afin d'éviter toutes perturbations lors de la mesure. La distance entre les tiges en alumine de l'extensomètre (dont les extrémités, de forme adéquate, sont en contact avec les extrémités de la zone utile) est de 25 mm .

3 Corrélation : traitement thermique - évolution de la taille de grain

Dû à son influence sur la microstructure et les propriétés mécaniques et électriques, la détermination de la taille initiale des grains de l'austénite des matériaux devient d'une très grande importance dans les études métallurgiques (García de Andrés *et al.*, 2001). La détermination de la taille initiale du grain exige, en principe, deux étapes distinctes : la révélation des joints de grain et la mesure de celle-ci. Aujourd'hui, les procédures à suivre pour la mesure de la taille de grain austénitique sont très bien connues. D'autre part, les techniques de révélation des joints de grains dépendent de la composition chimique des aciers, du traitement thermique correspondant ainsi que d'autres facteurs (García de Andrés *et al.*, 2001).

3.1 Préparation des échantillons pour la détermination de la taille de grain

L'obtention de la surface d'examen nécessite une série d'opérations allant du prélèvement des échantillons à l'attaque chimique. Afin de bien mener cette étude, nous avons prélevé des échantillons à partir d'un brut cylindrique de nuances d'aciers considérées.

Traitements thermiques

Dans des conditions quasi-statiques, les températures de début et de fin de transformation, au chauffage, sont notées respectivement A_{C1} et A_{C3} . Elles sont données par

les formules empiriques d'Andrews et Eldis (Barralis et Maeder, 1982) pour des aciers faiblement alliés contenant moins de 0.6% de carbone.

Andrews :

$$A_{C1}(^{\circ}C) = 727 - 10.7(\%Mn) - 16.9(\%Ni) + 29.1(\%Si) + 16.9(\%Cr) + 6.38(\%W) + 290(\%As)$$

$$A_{C3}(^{\circ}C) = 912 - 203(\%C) - 30(\%Mn) - 15.2(\%Ni) + 44.7(\%Si) + 104(\%V) + 13.1(\%W) + 31.5(\%Mo)$$

Eldis :

$$A_{C1}(^{\circ}C) = 712 - 17.8(\%Mn) - 19.1(\%Ni) + 20.1(\%Si) + 11.9(\%Cr) + 9.8(\%Mo)$$

$$A_{C3}(^{\circ}C) = 871 - 254.4(\%C)0.5 - 14.2(\%Ni) + 51.7(\%Si)$$

La température de début de la transformation austénitique (A_{C1}) de l'acier 35NCD16 est de l'ordre de 750 °C. Des échantillons sous forme de pastilles parallélépipédiques de taille 8x8x10 mm³ sont chauffés dans un four avec une vitesse moyenne de chauffage d'environ 0,5 °C s⁻¹. Comme la croissance de grain est un processus thermiquement activé, nous avons effectué des traitements allant de 900 °C jusqu'à 1100 °C avec un pas de 100 °C. Pour chaque température les échantillons sont maintenus pendant 0, 5, 15 et 30 minutes avant d'être trempés à l'eau afin d'interrompre brusquement la croissance du grain austénitique.

Polissage

Pour la microscopie, les échantillons sont enrobés à chaud dans une résine (bakélite), polis mécaniquement sur papiers abrasifs sous eau (successivement sur papiers 220,

500, 800, 1000 puis 1200), puis polis à la pâte diamantée jusqu'à 1 μm . Entre chaque opération, les échantillons sont nettoyés à l'éthanol absolu afin de les débarrasser de tout résidu et séchés à l'air. Le dernier nettoyage se fait à l'aide d'un bain d'alcool à ultrasons.

Attaque métallographique

L'attaque acide est un procédé contrôlé de corrosion guidé par les différences de potentiel électrochimique entre les différentes hétérogénéités physiques ou chimiques de la surface. L'attaque induit une dissolution différenciée des phases présentes (Ros-Yanez *et al.*, 2001).

Le nital attaque généralement plus sévèrement la ferrite (Ros-Yanez *et al.*, 2001) que les autres phases et laisse austénite et cémentite intactes (Ros-Yanez *et al.* (2001), Girault *et al.* (1998)). La bainite, qui contient de la ferrite est également dissoute mais présente une morphologie très caractéristique, ce qui permet de la reconnaître aisément. Les lattes de bainite sont plus résistantes à l'attaque au nital que la ferrite (Ros-Yanez *et al.*, 2001). Le nital n'est pas efficace lorsqu'une microstructure présente simultanément de l'austénite (cubique faces centrées) et de la martensite car il ne permet pas de les distinguer Girault *et al.* (1998).

Il existe, dans la littérature, une panoplie de méthodes expérimentales utilisées pour mettre en évidence les frontières du grain austénitique mais il s'avère que c'est une opération délicate et difficile à mettre en œuvre (García de Andrés *et al.*, 2001). En

(a)

(b)

Fig. 2.6: Cavités formées à l'intersection de la surface libre et le joint de grain :
(a) Principe de l'attaque chimique ([García de Andrés *et al.*, 2001](#)),
(b) Image MEB ([LGM-EMP](#)). Attaque acide picrique.

effet, ces méthodes sont nécessairement difficiles, spécialement dans les aciers faiblement alliés. Dans ce sens, au cours des années récentes, plusieurs recherches ont été menées dans le but d'offrir des méthodes simples pour révéler les frontières de grains austénitiques dans les aciers faiblement alliés. Quelques-unes ont été adaptées à l'usage générale et d'autres sont désignées pour des conditions spécifiques ([Benscoter \(1985\)](#), [Zhang et Guo \(1993\)](#), [Baldinger *et al.* \(1994\)](#), [García de Andrés *et al.* \(2001\)](#)).

Ainsi, pour l'acier 35NCD16 dont la structure est entièrement martensitique et fine, une attaque adaptée de la méthode inspirée de [Benscoter \(1985\)](#) est préférée. En effet, elle offre l'avantage de faire apparaître les joints de grains austénitiques sans faire apparaître la structure martensitique.

Pour révéler les joints de grains de l'austénite, les échantillons sont chimiquement attaqués par immersion dans une solution aqueuse chaude (70 – 80 °C) sursaturée en

acide picrique contenant quelques gouttes d'un agent mouillant (sulfonate de sodium tricyclobenzene "Teepol 601") (Benscoter (1985), Yang et Bhadeshia (2009)). Habituellement, la durée de l'attaque est entre 10 et 40 secondes. L'attaque est répétée deux ou trois fois afin d'obtenir une meilleure révélation de la microstructure.

Microscopie optique (MO)

L'attaque des aciers polis met en évidence les joints de grains, les défauts et les irrégularités de surface. Une fois l'attaque terminée, divers examens métallographiques sont réalisés sur les échantillons d'aciers traités thermiquement auparavant. Pour chaque échantillon, plusieurs micrographies sont faites avec différents grossissement dans le but de choisir les mieux adaptés aux normes en vigueur pour la détermination de la taille de grain.

4 Mesures de la taille de grain

4.1 Principe

Le volume moyen des cristaux, c'est-à-dire la taille de grain d'un matériau métallique, peut être caractérisée par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparée pour faire apparaître les contours des sections des cristaux par le plan de coupe.

Le grain est mis en évidence par attaque métallographique et capturé sur une image

par un microscope optique. On peut utiliser cette image ou travailler sur une épreuve photographique de l'image.

4.2 Méthodes de mesure de la taille du grain

Trois méthodes peuvent être utilisées :

- par comptage,
- par intersection,
- par comparaison avec des images types.

Les méthodes de détermination de ces grandeurs sont purement géométriques, il en résulte qu'elles sont absolument indépendantes du métal ou de l'alliage considéré (Le Masson et Blain, 1976). Ces grandeurs conventionnelles sont :

- Le nombre de grains par unité de surface : m ,
- L'aire moyenne de grain : $a = 1/m$,
- La taille moyenne du grain ou diamètre moyen du grain, $d = \sqrt{a}$,
- La longueur moyenne d'intersections \bar{L} : Quotient de la longueur totale d'un ou plusieurs segments tracés sur l'image de l'éprouvette par le nombre de grains dénombrés sur ces lignes,
- L'indice conventionnel de grosseur de grain : Nombre sans dimension relié à m par une relation mathématique et des règles d'application pouvant être différentes

d'un métal à l'autre. Ces indices sont désignés par la lettre G suivie d'une lettre propre à chaque système.

Fig. 2.7: Principe de la méthode des trois cercles.

La taille moyenne est caractérisée soit par l'indice de la grosseur du grain G , soit par la longueur moyenne d'intersections \bar{L} , dans les cas les plus fréquents.

Dans cette présente étude, le diamètre moyen des grains est mesuré par la méthode dite de “*trois cercles*” (NF, 2003). Le nombre des intersections de joints de grains avec les circonférences de trois cercles concentriques d'une longueur circonférentielle totale de 500 mm est compté. Le grossissement sélectionné est telle que le nombre d'intersections doit être compris entre 75 et 150. Pour chaque échantillon, cette opération est répétée 5 fois afin d'obtenir un résultat statistiquement valide.

5 Essais réalisés et procédures d'essais

5.1 Essais de dilatométrie libre (FDT)

L'essai de dilatométrie libre (*Free Dilatometric Test*) consiste à appliquer un cycle thermique à la zone utile d'une éprouvette sans aucune force appliquée. La variation de la déformation d'origine thermique est enregistrée en fonction de l'évolution de la température au cours du chauffage et du refroidissement. Il est alors possible de déterminer le coefficient de dilatation en fonction de la température.

Procédure

Dans un essai de dilatométrie libre, un cycle thermique est imposé, qui consiste en un chauffage jusqu'à une température maximale (de $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ par exemple) à la vitesse de $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$, suivi d'un refroidissement rapide. Une contrainte nulle est imposée (cf. chapitre 1). La déformation et la température sont enregistrées en fonction du temps.

Essais réalisés

Sur la même éprouvette, trois séries de cycles thermiques sont imposés. Seule la vitesse de refroidissement varie dans chaque série de dilatométrie :

La première série consiste à appliquer trois cycles de dilatométrie libre avec une vitesse de refroidissement de $-10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. La deuxième série est composée de deux

cycles avec une vitesse de refroidissement dix fois plus faible ($-1 \text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$). Enfin, la dernière série est une reproduction de la première série. Ceci afin de voir un éventuel effet de la répétition de cycles thermique et de la vitesse de refroidissement sur les paramètres thermo-métallurgiques de l'acier de l'étude. Les conditions opératoires sont résumées dans le tableau 2.2.

N° Essai	Nbr de cycles	T.Aust ($^{\circ}\text{C}$)	V_{ch} ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$)	V_{ref} ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$)
Série 1	03 cycles	900	10	-10
Série 2	02 cycles	900	10	-1
Série 3	03 cycles	900	10	-10

TAB. 2.2: Conditions opératoires pour les essais de dilatométrie libre sur l'acier 35NCD16.

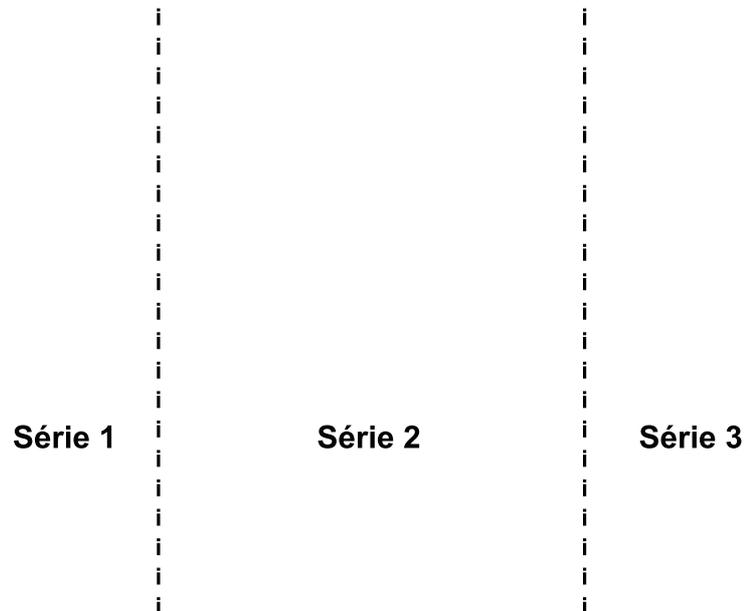


Fig. 2.8: Chargements thermomécaniques lors des essais de dilatométrie libre.

Fig. 2.9: Courbe typique de dilatométrie de l'acier 35NCD16.

Exploitation des résultats par l'analyse dilatométrique

L'analyse dilatométrique permet d'obtenir, à partir d'une courbe de dilatométrie, les paramètres matériaux relatifs aux transformations métallurgiques. Ainsi, les coefficients de dilatation des phases, les proportions de phases formées et les points de transformation sont déterminés.

(a) Coefficients de dilatation de la phase α : Nous avons choisi d'évaluer les coefficients de dilatation de la phase α au chauffage sur les plages de température entre $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($< A_{C1}$).

Les coefficients de dilatation au chauffage et au refroidissement seront utilisés afin de déterminer les proportions de phase au refroidissement.

(b) Coefficient de dilatation de l'austénite γ : Le coefficient de dilatation de la phase évalué au cours du refroidissement sur les plages de température entre 800 °C et 400 °C ($> M_S$).

Dans la plupart des cas, la détermination du coefficient de dilatation de l'austénite en fonction de la température s'avère inutile et la détermination d'un coefficient constant s'avère d'une précision suffisante. La valeur moyenne du coefficient de dilatation constant de l'austénite obtenu pour l'ensemble des essais à refroidissement 10 °C · s⁻¹ vaut $2.3 \cdot 10^{-5}$ avec un écart type de $0.03 \cdot 10^{-5}$.

(c) Différence de compacité des phases : La différence de compacité entre austénite et martensite est obtenue à 20 °C. Les plages d'estimation des coefficients de dilatation sont celles choisies dans le paragraphe précédent.

La “différence de compacité” à 20 °C est obtenue en considérant le coefficient de dilatation de la phase martensitique au refroidissement et par extrapolation linéaire de la courbe de déformation de l'austénite au refroidissement jusqu'à 20 °C (voir Fig. 2.10). Il est à noter que cette valeur inclut la déformation liée aux contraintes internes lors de la transformation lorsqu'il y a un allongement résiduel et ne correspond donc pas à la déformation liée à la différence de compacité des phases seules.

(d) Proportions de phases formées au refroidissement : L'évolution de la fraction volumique de martensite z en fonction de la température est déterminée à partir de l'évolution de la déformation thermique en fonction de la température ($\varepsilon^{thm} = f(T)$)

Fig. 2.10: Exploitation de la courbe dilatométrique de l'acier 35NCD16.

déduite de l'essai de dilatométrie libre) en supposant une loi de mélange linéaire pour obtenir la déformation thermique (ε^{thm}) du mélange des phases (Taleb *et al.*, 2001). En effet, on peut écrire,

$$\varepsilon^{thm} = \alpha \cdot (T - T^a) + (1 - z) \cdot \Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{T^a} \quad (2.4)$$

avec,

$$\alpha = z \cdot \alpha_\alpha + (1 - z) \cdot \alpha_\gamma \quad (2.5)$$

où,

z : est la fraction volumique de la phase martensitique,

α_α : est le coefficient de dilatation thermique de la phase martensitique,

- α_γ : est le coefficient de dilatation thermique de la phase austénitique,
- α : est le coefficient de dilatation thermique du mélange,
- $\Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{T^a}$: est la différence de compacité entre la phase martensitique et la phase austénitique à température ambiante (T^a).

Les expressions (2.4) et (2.5) mènent à :

$$z = \frac{\varepsilon^{thm} - \alpha_\gamma \cdot (T - T^a) - \Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{T^a}}{(\alpha_\alpha - \alpha_\gamma) \cdot (T - T^a) - \Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{T^a}} \quad (2.6)$$

Compte tenu de l'allongement résiduel au cycle dilatométrique, on utilise les valeurs des coefficients de dilatation déterminés au chauffage entre 100 et 400 °C pour la phase ferritique et en extrapolant la courbe de déformation de l'austénite jusqu'à 20 °C au refroidissement (Fig. 2.10).

La figure 2.11 fournit un exemple de courbes estimant les proportions de phase formée au refroidissement par la méthode précédemment décrite.

(e) Points de transformation : L'un des paramètres qui peuvent être extraits de la courbe dilatométrique est la température du début de transformation martensitique M_S . Il existe différentes méthodes pour détecter cette température. Dans certains travaux récents (Chupatanakul et Nash, 2006), M_S est identifié au-delà du point où la courbe dilatométrique s'écarte sensiblement de la contraction thermique extrapolé de l'austénite.

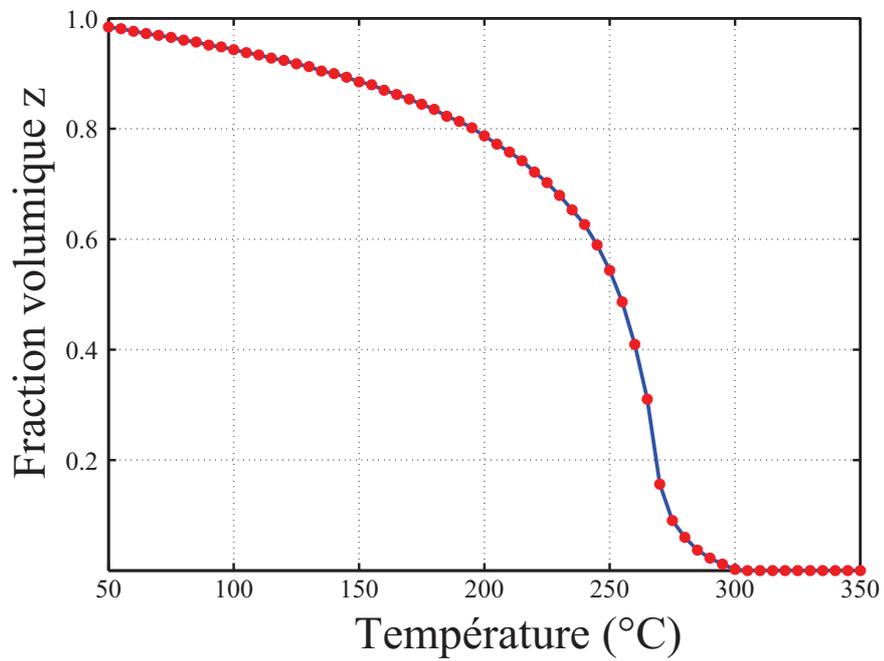


Fig. 2.11: Proportion volumique de la phase martensitique formée au refroidissement.

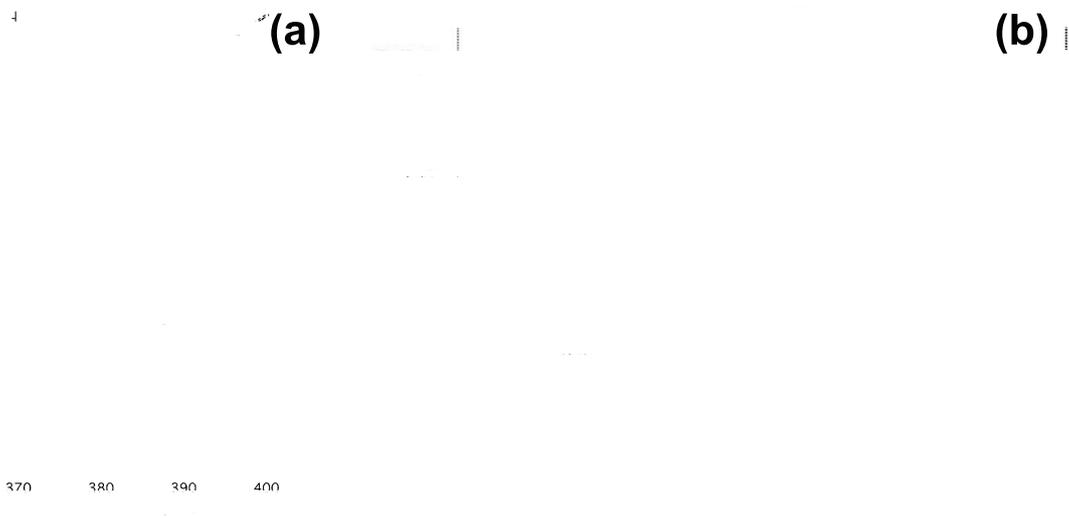


Fig. 2.12: Détermination du point M_S (Yang et Bhadeshia, 2007) :
 (a) par la méthode de l'expansion,
 (b) par la méthode de l'offset.

La méthode de l'expansion repose sur la détection d'un écart par rapport à la courbe de contraction thermique linéaire de l'austénite. Cette dernière courbe peut être fixée en ajustant une droite de régression linéaire aux données, ce qui donne une pente m et une interception C .

Toutefois, la pente et l'interception sont associées à des erreurs standards, donc des lignes peuvent être tracées $(m \pm \Delta m, C \pm \Delta C)$, définissant des limites supérieure et inférieure de confiance de 95% à la courbe de contraction thermique de l'austénite. La figure 2.12a illustre comment, en utilisant les lignes $(m + \Delta m, C + \Delta C)$ et $(m - \Delta m, C - \Delta C)$.

Le procédé offset est couramment utilisé dans la détermination de la limite d'élasticité des matériaux quand la courbe contrainte-déformation est lisse, ainsi il est difficile de définir la déviation de la déformation. Dans le cas d'un essai de traction, il est classique de décaler la ligne d'essai d'une valeur de 0.2% afin de définir la limite d'élasticité conventionnelle. Une procédure similaire pourrait être suivie pour la détermination de M_S comme illustré sur la figure 2.12b.

Les points de transformation sont déterminés par la méthode de l'offset proposée par Yang et Bhadeshia (2007) qui donne des résultats plus précis.

Pour la plupart des essais, M_S vaut environ 340 °C. La transformation se poursuit jusqu'à des températures relativement basses de l'ordre de 150 °C à 120 °C.

5.2 Essais de plasticité de transformation (TRIP)

L'essai de plasticité de transformation ou TRIP (Transformation Induced Plasticity) se compose de deux cycles thermomécaniques consécutifs sur la même éprouvette (cf. chapitre 1) : le premier cycle est un essai de dilatométrie libre, une contrainte nulle est imposée, le deuxième est appelé essai de plasticité de transformation, où une charge mécanique est appliquée à l'éprouvette juste avant le début de la transformation au refroidissement. Dans les deux cas, l'éprouvette est soumise au même cycle thermique qui mène à la transformation de la phase α en phase γ (austénitisation) pendant le chauffage et à la transformation inverse pendant le refroidissement.

Chargement uniaxial (traction)

(a) **Première campagne de traction (mise en évidence de l'effet taille de grain)** : Le but de cette campagne d'essai est la mise en évidence de l'influence de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation de l'acier 35NCD16. Dans ce stade, nous avons choisis de retenir la durée de maintien comme paramètre de grossissement de la taille de grain.

- **Traction à 57 MPa** : Au cours de cette campagne, deux essais de plasticité de transformation sont conduits. Dans les deux essais, la température d'austénitisation est de $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ et la vitesse de chauffage est égale à environ $50\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. La vitesse de refroidissement est presque constante dans le même essai, sa valeur est de $-15\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$.

Dans l'essai de plasticité de transformation, une charge axiale de traction égale à 5 kN est appliquée à l'éprouvette juste avant le début de la transformation (à 350 °C) au cours du refroidissement. Cette force est maintenue pendant toute la durée de la transformation.

La différence entre les deux essais réside dans la différence entre les tailles de grain austénitique des deux éprouvettes. Cette différence de taille est obtenue par l'application de deux conditions d'austénitisation distinctes : le premier essai est opéré sans maintien à température, tandis que dans la deuxième l'éprouvette est maintenue 30 minutes à la température d'austénitisation.



Fig. 2.13: Chargements thermomécaniques lors des essais de plasticité de transformation à 5 kN.

(b) Deuxième campagne de traction (effet de répétition des cycles) : Une deuxième campagne d'essais de plasticité de transformation est considérée. Dans cette série de tests, d'autres paramètres d'austénitisation sont retenus. Le grossissement de grain austénitique est piloté par l'augmentation de la température d'austénitisation.

Toutefois, le maintien longtemps à haute température génère quelques effets parasites. En effet, il est difficile d'assurer la condition contrainte nulle de manière rigoureuse car le moindre effort "*parasite*" dans la gamme de précision de la machine (de l'ordre de quelques centaines de Newton) peut provoquer une déformation viscoplastique aux hautes températures (autour de 1000 °C). De ce fait nous avons abandonné le maintien, seule la température est retenue comme paramètre d'austénitisation.

- **Traction de 115 MPa :** Une série de trois essais de plasticité de transformation est réalisé où le chargement mécanique est une force de traction égale à 10 kN (ce qui correspond à une contrainte de traction de 115 MPa). La seule différence entre ces trois essais est la température de l'austénitisation (900, 1000 et 1100 °C). Aucun maintien à température n'est considéré. Les essais sont notés par TRIP900-10kN, TRIP1000-10kN et TRIP1100-10kN.

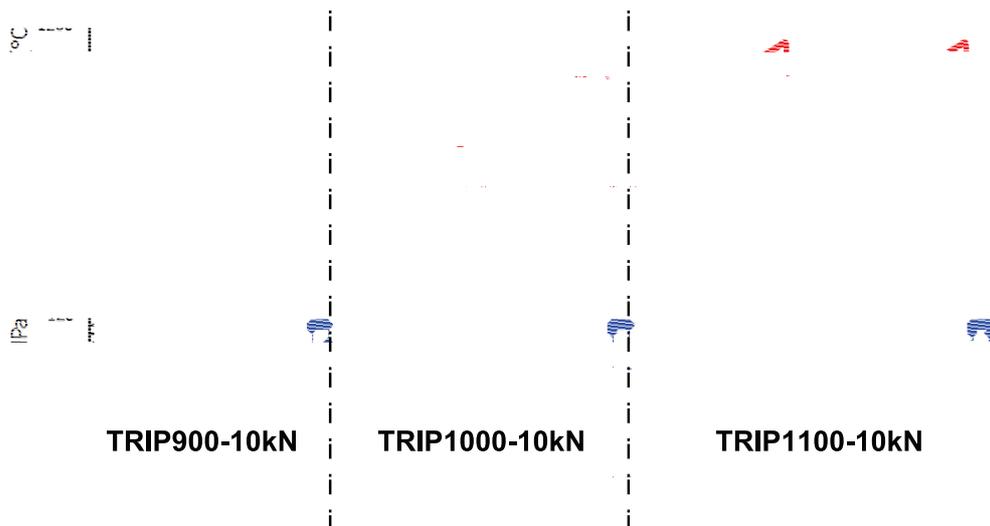


Fig. 2.14: Chargements thermomécaniques au cours de la série Tr-10kN.

- **Traction de 92 MPa (effet de répétition de cycles dilatométriques) :**

Deux séries d'essais de plasticité de transformation ont été réalisées avec une charge de 8 kN qui correspond à une contrainte de 92 MPa.

Au cours du chauffage, nous avons utilisé deux taux de chauffage : (i) de la température ambiante à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, la vitesse de chauffage est d'environ $15\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. (ii) à partir de $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ à la température maximale, la vitesse de chauffage est d'environ $0.5\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. Cette procédure permet d'avoir une austénite plus homogène et de reproduire les mêmes conditions d'austénitisation que celles que nous avons adoptées pour la mesure de la taille du grain austénitique. Le taux de refroidissement est constant et égal à environ $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$.

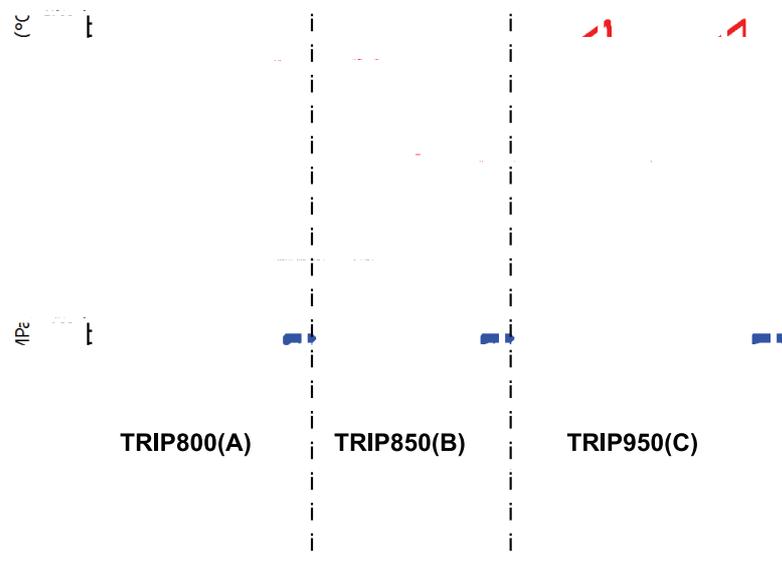


Fig. 2.15: Chargement thermomécanique (première série de traction à 92 MPa).

La première série est composée de trois essais, la seule différence entre ces essais est associée à la température maximale (800, 850 et $950\text{ }^{\circ}\text{C}$) ; aucun maintien à température

n'est considéré. Les essais sont ainsi notés : TRIP800(A), TRIP850(B) et TRIP 950(C).

La deuxième série d'essais consiste à reproduire les deux premiers essais de la série précédente mais cette fois en effectuant trois cycles successifs de dilatométrie libre suivis d'un cycle de plasticité de transformation. Les essais sont notés : TRIP800(D) et TRIP850(E).

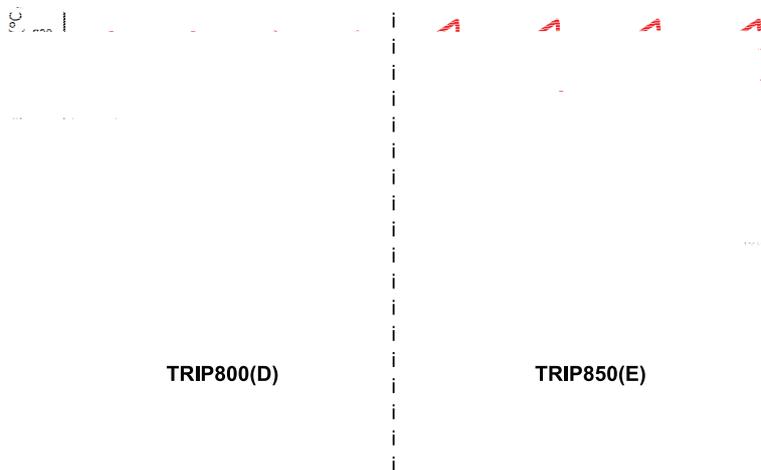


Fig. 2.16: Chargement thermomécanique (deuxième série de traction à 92 MPa).

Chargement multiaxial (traction + torsion)

Toutes les éprouvettes ont été chauffées à des températures supérieures à la température de transformation austénitique sans durée de maintien. Au cours du chauffage, nous avons utilisé deux taux de chauffage : (i) de la température ambiante à 700 °C, la vitesse de chauffage est d'environ 15 °C · s⁻¹. (ii) à partir de 700 °C à la température maximale, la vitesse de chauffage est d'environ 0.5 °C · s⁻¹. Cette procédure permet d'avoir une austénite plus homogène et de reproduire les mêmes conditions

d'austénitisation que celles que nous avons adoptées pour la mesure de la taille du grain austénitique. Le taux de refroidissement est constant et égal à environ $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Série d'essais	Chargement mécanique		
	σ	τ	σ_{eq}
1 (traction)	92	0	92
2 (torsion)	0	53	92
3 (traction + torsion)	92	53	130

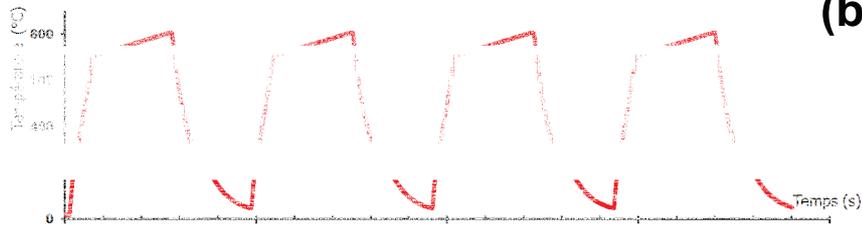
TAB. 2.3: Contraintes appliquées en MPa au cours des trois séries d'essais TRIP (chargement multiaxial).

Trois températures d'austénitisation sont considérées : 800, 850 et 900 $^{\circ}\text{C}$. Pour chaque température maximale, nous avons effectué trois séries d'essais : dans la première, une force de traction est appliquée, dans la seconde un couple de torsion et dans la dernière on applique simultanément une force de traction et un couple de torsion. Pour chaque essai TRIP, les deux composantes de la contrainte appliquée σ et τ sont maintenues constantes durant la transformation de phase. La contrainte équivalente au sens de Von Mises est donnée par :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma^2 + 3 \cdot \tau^2} \quad (2.7)$$

(a)

(b)



(c)

Fig. 2.17: Chargement thermomécanique multiaxial :
(a) Essai TRIP en traction,
(b) Essai TRIP en torsion,
(c) Essai TRIP en traction + torsion.

Analyse d'un essai de dilatométrie avec transformation sous contrainte

La déformation totale est donnée en fonction de la température, à partir des enregistrements de la température et de l'allongement en fonction du temps. Cette déformation inclut la déformation thermique sur toute la durée du cycle (y compris la déformation liée à la différence de compacité des phases), et les déformations dues à la charge appliquée, déformations élastique et de plasticité de transformation (et de plasticité et fluage éventuellement), cumulées à la déformation thermique sur la partie du cycle thermique où la charge est non nulle.

Il s'agit de déterminer, entre autres, à partir de cette courbe, la déformation de plasticité de transformation suivant la température et l'avancement de la transformation.

Afin de ne considérer que l'effet de la plasticité de transformation, on retranche, à la courbe expérimentale donnant la déformation totale en fonction de la température, les déformations élastique, thermo-métallurgique, plastique et éventuellement de fluage (cf. chapitre 1).

Hypothèse 1 : Pendant l'essai de plasticité de transformation, la charge appliquée a peu d'effet sur l'avancement de la transformation, et la déformation thermo-métallurgique engendrée est identique à celle de l'essai de dilatométrie libre.

Hypothèse 2 : La contrainte externe appliquée étant très inférieure à la limite élastique de la phase γ du matériau, il n'y a donc pas de plasticité classique ou fluage.

• **Détermination de la déformation axiale :** La déformation axiale peut être obtenue par la relation suivante :

$$\varepsilon^{tp}(T) = \varepsilon^{total}(T) - \varepsilon^{thm}(T) - \varepsilon^e(T) \quad (2.8)$$

La déformation macroscopique élastique, due à l'application de la force, est donnée par :

$$\varepsilon^e(T) = \frac{\sigma}{E(T)} \quad (2.9)$$

σ est donnée par l'équation 2.2 et $E(T)$ est le module d'Young en fonction de la température.

• **Détermination de la déformation de cisaillement :** L'application d'un couple de torsion lors de l'essai de plasticité de transformation engendre une déformation de cisaillement. Elle peut être déterminée par la relation suivante :

$$\gamma^{pt}(T) = \gamma(T) - \gamma^e(T) \quad (2.10)$$

La déformation macroscopique élastique, due à l'application du couple de torsion, est donnée par :

$$\gamma^e(T) = \frac{2 \cdot (1 + \nu) \cdot \tau}{E(T)} \quad (2.11)$$

τ est donné par l'équation 2.3 et $E(T)$ est le module d'Young en fonction de la température.

• **Détermination de la déformation équivalente :** La déformation équivalente au sens de Von Mises est donnée par :

$$\varepsilon_{eq}^{pt}(T) = \varepsilon^{pt}(T) + \gamma^{pt}(T) / \sqrt{3} \quad (2.12)$$

6 conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les procédures expérimentales adoptées pour décrire l'évolution de la taille de grain austénitique de l'acier 35NCD16 en fonction de la température et le temps de maintien. Le dispositif d'essais thermomécaniques et les conditions opératoires sont également décrits.

Le dispositif d'essais nous a permis de réaliser des cycles thermiques et thermomécaniques correspondant aux chargements à réaliser en vue de *mettre en évidence* et de *quantifier* au mieux l'effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. Ces chargements sont caractérisés par les températures maximales atteintes conduisant à différentes tailles de grain austénitique.

Par ailleurs, les chargements mécaniques à appliquer sont pilotés à force nulle pendant une partie du cycle ou la totalité (cycle de dilatométrie libre) et ils consistent, au cours d'un même cycle, en l'application d'une charge avant le début de la transformation au refroidissement et maintenue pendant la transformation (plasticité de transformation), que ce soit unidirectionnel (traction ou torsion) ou bidirectionnel (traction + torsion).

Nous avons aussi, présenté les méthodes employées pour l'exploitation des résultats expérimentaux. De la dilatométrie libre, les paramètres matériaux relatifs à la transformation martensitique sont déterminés : les coefficients de dilatation thermique des phase α et γ , la différence de compacité entre les phases, la fraction volumique de la phase martensitique et la température de début de la transformation martensitique.

Une première campagne d'essais de plasticité de transformation est réalisée dans le but de mettre en évidence l'effet de la taille de grain. Ensuite, une deuxième campagne d'essais est lancée comportant des essais uniaxiaux, de traction ou de torsion, et biaxiaux de traction + torsion. Les résultats seront présentés et commentés dans le chapitre suivant.

Chapitre 3

Résultats expérimentaux

Introduction

Dans le présent chapitre, les principaux résultats expérimentaux obtenus au cours des essais réalisés dans le cadre de cette étude seront présentés et répartis suivant trois parties. Dans la première partie seront présentés les résultats relatifs à l'évolution de la microstructure de l'acier 35NCD16 (taille de grain austénitique) en fonction des conditions d'austénitisation à savoir : la température et le temps de maintien. Les résultats seront confrontés avec ceux donnés dans la littérature.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous procéderons à l'identification des paramètres thermo-métallurgique de l'acier de l'étude. L'influence des conditions d'austénitisation sur ces paramètres est discutée.

Enfin, dans la dernière partie nous présenterons les résultats préliminaires des essais de plasticité de transformation obtenus au cours des différentes campagnes d'essais. Nous nous sommes intéressés à l'évolution de la déformation totale (enregistrée lors de ces essais) en fonction des conditions d'austénitisation et cela en prenant en compte différents cas de chargement mécanique : axial (traction seule ou torsion seule) et biaxial

(traction + torsion).

1 Évolution de la taille des grains avec les conditions d'austénitisation

Nous allons présenter dans cette section les évolutions microstructurales de l'acier 35NCD16 associées aux conditions d'austénitisation présentés dans le chapitre précédent.

1.1 Micrographies optiques

Les micrographies optiques typiques des échantillons trempés à l'eau après avoir été austénitisés à différentes températures et temps de maintien sont présentées dans la figure 3.1.

1.2 Résultats des mesures de la taille de grain

Le grossissement des grains des matériaux polycristallins est un processus thermiquement activé qui dépend de la température maximale de chauffage et du temps de maintien à cette température. Par conséquent, si le chauffage est appliqué à une structure entièrement recristallisée, les joints de grains migrent à travers la microstructure, ce qui augmente le diamètre moyen des grains. L'énergie motrice pour la croissance des grains est l'abaissement de l'énergie des joints de grains par la réduction de la zone frontalière totale des grains (Ju *et al.*, 2008).

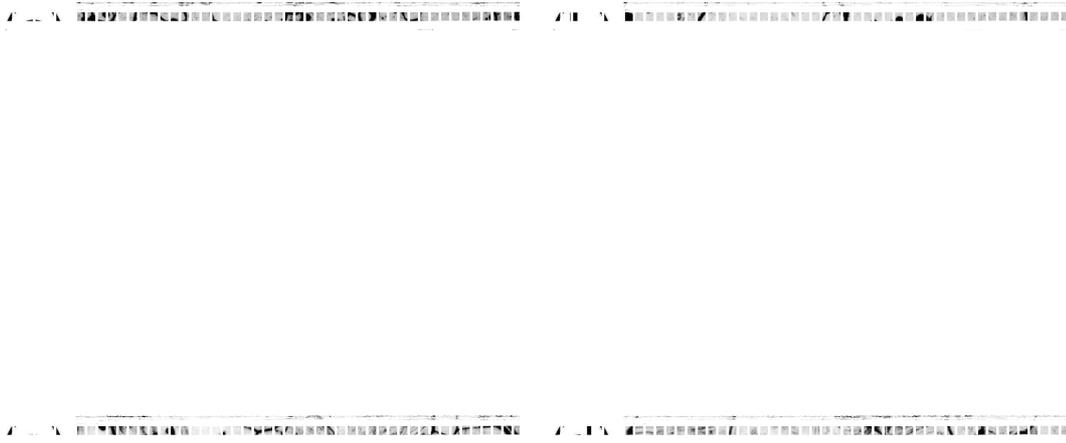


Fig. 3.1: Micrographies montrant les joints de grain austénitique. Attaque à l'acide picrique pour les conditions d'austénitisation suivantes :
(a) 900 °C - 5 min. (b) 1000 °C - 5 min. (c) 1100 °C - 5 min. (d) 1100 °C - 30 min.

La relation entre le croisement du grain austénitique et les conditions d'austénitisation est expliquée par un processus de saut atomique thermiquement activé et exprimée par l'équation d'Arrhenius ([Seok-Jae et Young-Kook, 2008](#)) :

$$d = A \cdot e^{-Q/RT} \cdot t^n \quad (3.1)$$

où

d : la taille de grain en micromètre,

A : constante,

Q : l'énergie d'activation pour la croissance du grain austénitique en $J \cdot mol^{-1}$,

R : constante des gaz égale à $8.32 J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$,

T : température d'austénitisation en Kelvin,

t : temps de maintien à la température d'austénitisation en secondes,

n : exposant du temps.

D'après [Reed-Hill \(1973\)](#), c'est une règle générale que l'exposant n augmente lorsque la température augmente et se rapproche de la valeur 0,5.

Récemment, [Seok-Jae et Young-Kook \(2008\)](#) ont proposés une équation empirique pour prédire la taille de grain austénitique pour les aciers faiblement alliés en tenant compte de l'effet des éléments d'alliage sur l'énergie d'activation pour la croissance des grains, elle est donnée par la relation suivante :

$$d = 76671 \cdot \exp\left(-\frac{89098 + 3581C + 1211Ni + 1443Cr + 4031Mo}{R \cdot T}\right) t^{0.211} \quad (3.2)$$

Prenant en compte que l'énergie d'activation pour la croissance du grain austénitique (Q) est influencée par le type et la quantité des éléments d'alliage, elle peut être exprimé comme suit :

$$Q = Q_0 + \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial Q_i}{\partial X_i} X_i \right) \quad (3.3)$$

où :

Q_0 : est l'énergie d'activation ($J \cdot mol^{-1}$) pour la croissance du grain austénitique, presque constante pour les concentrations massiques des éléments d'alliage

Mn et Si respectivement égales à 0.85% et 0.25%,

Q_i : est l'incrément de l'énergie d'activation par l'addition d'un élément d'alliage i tel que le Ni , Cr , Mo et le C ,

X_i : est la concentration massique de l'élément i .

Cependant, cette formule est valable pour un acier contenant environ 0.85% Mn et 0.25% Si . De ce fait, nous ne pouvons pas comparer les résultats expérimentaux avec les tailles prédites par cette formule. Néanmoins, nous avons établi des relations empiriques de type Arrhenius (par extrapolation des données expérimentales) pour chaque température d'austénitisation qui donnent l'évolution de la taille de grain austénitique



Fig. 3.2: Évolution de la taille de grain austénitique de l'acier 35NCD16 en fonction de la température d'austénitisation et du temps de maintien. Les courbes de tendances sont établies en ce basant sur une évolution de type Arrhenius.



Fig. 3.3: Comparaison des résultats expérimentaux avec les prédictions des tailles du grain austénitique estimées par la relation empirique proposée par Seok-Jae et Young-Kook (2008).

comme fonction du temps de maintien (voir Tableau 3.1). Les expressions que nous avons proposées ne représentent que qualitativement l'évolution de la taille de grain austénitique en fonction du temps dans les conditions isothermes. Pour pouvoir établir des relations plus précises il est nécessaire d'étendre le nombre des points à observer (gamme des températures et du temps de maintien).

L'évolution de la taille de grain austénitique avec la température d'austénitisation et du temps de maintien est présentée sur la figure 3.2. La croissance du grain austénitique avec l'augmentation de la température et du temps de maintien est clairement apparente et elle concorde avec l'évolution de type Arrhenius.

Température	900 °C	1000 °C	1100 °C
Expression	$d = 2.4 \cdot t^{0.192}$	$d = 8.1 \cdot t^{0.1}$	$d = 11.9 \cdot t^{0.1}$

TAB. 3.1: Expressions de type Arrhenius décrivant l'évolution de la taille de grain austénitique de l'acier 35NCD16 en fonction du temps de maintien dans les conditions isothermes.

2 Résultats des essais de dilatométrie libre

2.1 Courbes dilatométriques

Les essais de dilatométrie libre permettent la détermination des coefficients de dilatation des phases, les proportions de phases formées et les points de transformation.

Comme expliqué dans le chapitre précédent (cf. chapitre 2). Les essais de dilatométrie libre se composent de trois séries; la première série consiste à appliquer trois cycles de dilatométrie libre 900 °C avec une vitesse de refroidissement de $-10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. La deuxième série est composée de deux cycles avec une vitesse de refroidissement dix fois plus faible ($-1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Enfin, la dernière série est une reproduction de la première série.

Les résultats expérimentaux des essais de dilatométrie libre sont présentés sur la figure 3.4 donnant la déformation thermo-métallurgique en fonction du temps. Il s'agit de déterminer, à partir de cette courbe, les coefficients de dilatation thermique moyens,

la déformation liée à la différence de compacité des phases et la température de début de la transformation martensitique.

A première vue, en examinant les courbes dilatométriques enregistrées au cours de ces trois séries d'essais, on remarque que l'évolution de la déformation thermo-métallurgique en fonction de la température diffère d'un cycle à un autre et cela pour les trois premiers cycles d'austénitisation (série 1). Ce n'est qu'à partir de la deuxième série que le comportement thermo-métallurgique semble être stabilisé et au bout du quatrième cycle d'austénitisation (sur un total de 8 cycles) il devient complètement identique. De ce fait, nous pouvons avancer que les cycles répétitifs d'austénitisation ont tendance à normaliser le comportement thermo-métallurgique du matériau.

Paramètres thermo-métallurgiques du matériau

La détermination des paramètres thermo-métallurgiques du matériau est explicitée dans le chapitre précédent (cf. chapitre 2). Le tableau suivant (3.2) fournit les résultats obtenus sur l'ensemble des essais :

(a) Coefficients de dilatation de la phase α : Les coefficients de dilatation de la phase α sont évalués sur les plages de température entre $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le coefficient de dilatation varie peut avec le nombre de cycles répétés et sa valeur moyenne est égale à $12.6 \cdot 10^{-6}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ avec un écart-type moyen de $0.5 \cdot 10^{-6}$.

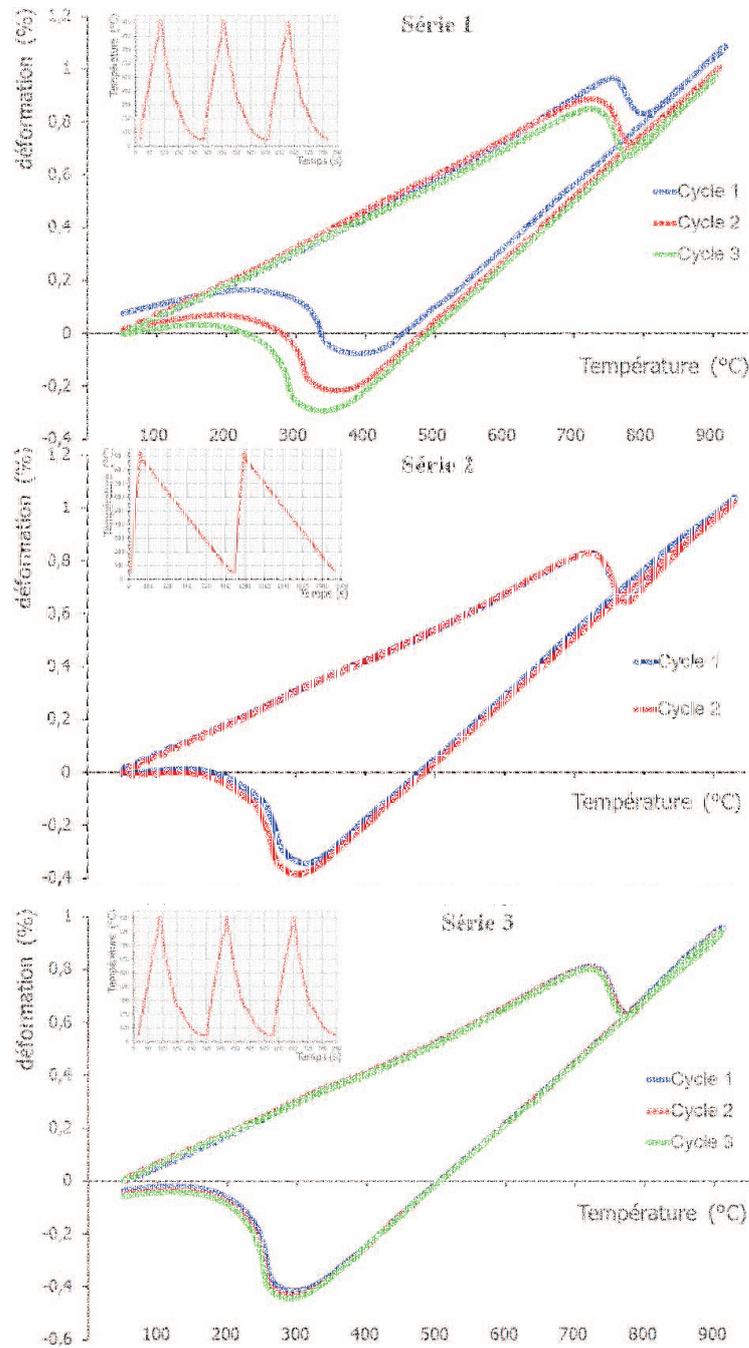


Fig. 3.4: Cycles thermiques relevées au cours des essais de dilatométrie libre sur acier 35NCD16 :
 (a) série 1 : $V_r = -10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. (b) série 2 : $V_r = -1^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. (c) série 3 : $V_r = -10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$.

Série 1				
	$\alpha_\alpha(10^{-6})$	$\alpha_\gamma(10^{-6})$	$\Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{50}(10^{-3})$	M_S
	$^{\circ}C^{-1}$	$^{\circ}C^{-1}$	-	$^{\circ}C$
Cycle 1	12,68	23,17	10,60	446
Cycle 2	13,29	23,78	10,25	407
Cycle 3	12,90	23,72	10,45	374

Série 2				
	$\alpha_\alpha(10^{-6})$	$\alpha_\gamma(10^{-6})$	$\Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{50}(10^{-3})$	M_S
	$^{\circ}C^{-1}$	$^{\circ}C^{-1}$	-	$^{\circ}C$
Cycle 1	12,19	23,49	10,17	346
Cycle 2	12,24	23,50	10,20	345

Série 3				
	$\alpha_\alpha(10^{-6})$	$\alpha_\gamma(10^{-6})$	$\Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{50}(10^{-3})$	M_S
	$^{\circ}C^{-1}$	$^{\circ}C^{-1}$	-	$^{\circ}C$
Cycle 1	12,26	23,14	10,45	340
Cycle 2	11,63	23,18	10,56	338
Cycle 3	11,57	23,05	10,45	330

TAB. 3.2: Paramètres thermo-métallurgique de l'acier 35NCD16 déterminés à partir des essais de dilatométrie libre.

(b) Coefficient de dilatation de l'austénite γ : La valeur moyenne du coefficient de dilatation de la phase γ obtenu pour l'ensemble des essais vaut $23.4 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ avec un écart-type moyen de $0.2 \cdot 10^{-6}$.

(c) Différence de compacité des phases : La différence de compacité entre austénite et martensite est obtenue à $50 \text{ }^\circ\text{C}$ vu que la plupart des cycles de dilatométrie libre démarrent de cette température donc nous ne pouvons pas l'estimer pour la température de $20 \text{ }^\circ\text{C}$ tel que précisé dans le chapitre précédent (cf. chapitre 2). La valeur moyenne de la différence de compacité entre les phases α et γ est de $10.4 \cdot 10^{-3}$ avec un écart-type moyen de $0.1 \cdot 10^{-3}$.

(d) Température de début de transformation martensitique M_S : Les points de transformation sont déterminés par la méthode de l'offset proposé par [Yang et Bhadeshia \(2009\)](#) (cf. chapitre 2). Mis à part la première série d'essais, M_S vaut environ $340 \text{ }^\circ\text{C}$. La transformation se poursuit jusqu'à des températures relativement basses de l'ordre de $150 \text{ }^\circ\text{C}$ à $120 \text{ }^\circ\text{C}$.

(e) Fraction volumique de la martensite : L'exploitation des courbes dilatométriques (suivant la procédure décrite dans le précédent) a permis de déterminer la proportion de phase formée à la fin de chaque transformation pour chaque cycle dilatométrique. La figure [3.5](#) illustre les évolutions des proportions de phase formées au cours du refroidissement issus de ces courbes.

Fig. 3.5: Évolution des proportions volumiques de martensite formées au refroidissement au cours des essais de dilatométrie libre.

Après un cycle de dilatométrie libre, la transformation martensitique semble débiter très tôt à environs $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ce qui ne colle pas avec les données du matériau ($M_S \approx 350\text{ }^{\circ}\text{C}$), la transformation progresse jusqu'à la température ambiante où la proportion volumique de martensite vaux presque 1. Un second cycle de dilatométrie libre déplace la courbe vers la gauche et ainsi de suite jusqu'au quatrième cycle à partir duquel nous commençons de ne pas voir de différences significatives dans les évolutions des fractions volumiques de martensite.

2.2 Mise en évidence de la présence de contraintes internes

Un cycle de dilatométrie libre parfait devrait conduire à un tracé (de la déformation thermo-métallurgique en fonction de la température) en boucle fermée mais dans certains cas ce fait n'est pas généralement observé (voir à titre d'exemple [Nagayama *et al.* \(2001\)](#) page 28, [Cavallo \(1998\)](#) page 85). En effet, une déformation plastique résiduelle est souvent observée (figure 3.6) et qui diffère d'un essai à un autre. Cette déformation peut être positive pour certaines éprouvettes ou négatives pour d'autres.

La déformation résiduelle semble progresser dans le sens négatif, si le chargement thermique est répété sur la même éprouvette, et converge vers une valeur limite au bout d'un certain nombre de cycles. Ce type de comportement à été observé par [Nagayama *et al.* \(2001\)](#).

En effet, dans la série 1 des essais de dilatométrie libre et après un premier cycle dilatométrique, une déformation résiduelle positive de 0.08% est observée. Cet allonge-

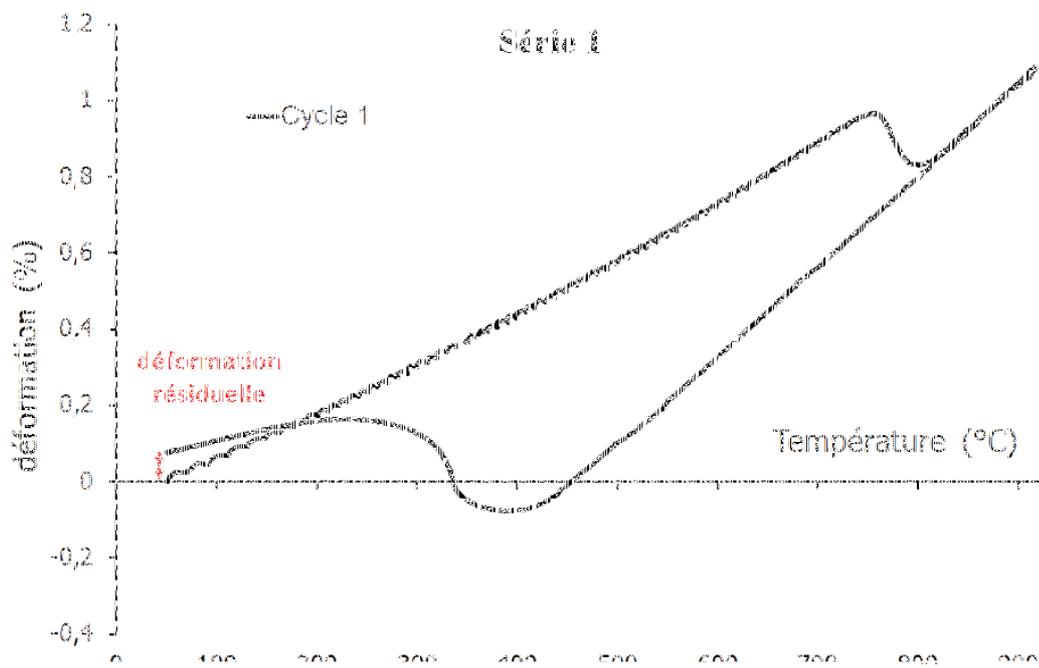


Fig. 3.6: Mise en évidence des contraintes internes - cycles dilatométrique à vitesse de refroidissement de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

ment tend à diminuer avec le nombre de cycles et devient quasi-nul au bout du troisième cycle (-0.002% de déformation résiduelle). Durant les derniers cycles (séries 2 et 3) la déformation résiduelle devient négative et continue d'évoluer avec le nombre de cycles puis elle se stabilise et atteint la valeur de -0.05% pour les deux derniers cycles (figure 3.7).

Ce résultat à été confirmé plus tard, dans une autre série d'essais conduits ultérieurement, (cf. chapitre 2) où nous appliquons trois cycles de dilatométrie libre avant un essai de plasticité de transformation (essais TRIP800(D) et TRIP850(E)). Une déformation résiduelle négative est observée (figures 3.8a et 3.9a).

Si on procède au décalage des tracés, de manière à ramener le début du refroidissement au même point, on constate que les parties inférieures des tracés coïncident presque parfaitement (figures 3.8b et 3.9b). Cela nous amène à supposer que la déformation résiduelle observée n'est pas liée de manière essentielle à la transformation au refroidissement. Ce résultat est important pour l'évaluation de la plasticité de transformation.

Malgré que les éprouvettes ont subi un traitement thermique préalable (recuit) avant de réaliser les essais, nous avons remarqué qu'après un cycle d'austénitisation les paramètres thermo-métallurgiques du matériau sont trop éloignés de la valeur moyenne estimée, notamment pour la température de début de transformation martensitique et l'évolution de la proportion volumique de martensite. Le matériau commence à avoir un comportement stable vis-à-vis des cycles d'austénitisation après un certain nombre de cycles, en général ne dépassant pas le nombre de quatre.

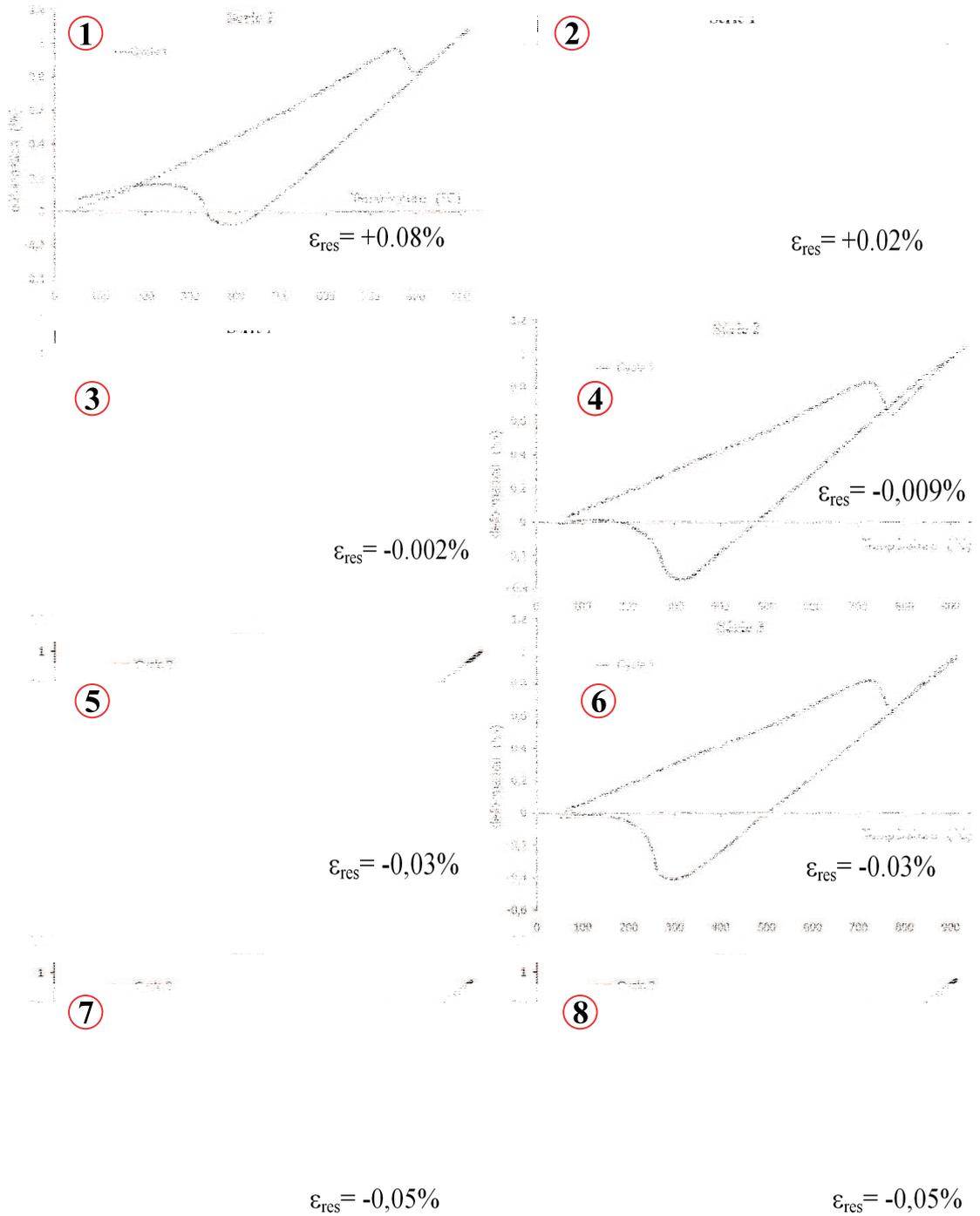


Fig. 3.7: Évolution de la déformation résiduelle avec la succession de cycles dilatométriques.



Fig. 3.8: Succession de dilatométries libres tirées de l'essai TRIP800(D) :
(a) résultats expérimentaux bruts,
(b) Courbes expérimentales avec translation de manière à faire coïncider les déformations au début du refroidissement.



Fig. 3.9: Succession de dilatométries libres tirées de l'essai TRIP850(D) :
(a) résultats expérimentaux bruts,
(b) Courbes expérimentales avec translation de manière à faire coïncider les déformations au début du refroidissement.

3 Résultats des essais de plasticité de transformation

Dans cette section, nous allons présenter les résultats des essais de dilatométrie sous contrainte réalisés dans le cadre la présente thèse. Pour tous les essais les contraintes appliquées sont choisis de telle sorte qu'elles n'engendrent pas de plasticité classique ou fluage. D'une manière générale la contrainte appliquée est inférieure à la limite d'élasticité de la phase la plus molle à la température de l'application de la charge et est maintenue constante jusqu'à la fin de l'essai.

3.1 TRIP sous traction

Première campagne de traction à 57 MPa

Dans de cette campagne, deux essais de plasticité de transformation sont conduits avec deux conditions d'austénitisation. La contrainte appliquée vau^x 57 MPa ce qui correspond à environ le quart de la limite élastique à 0.2% de l'austénite au moment de l'application de cette contrainte (c'est-à-dire à $T = 350 \text{ }^{\circ}\text{C}$). Dans les deux essais, la température d'austénitisation est de $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ seul la durée de maintien varie (pas de maintien pour le premier essai et 30 minutes pour le dernier).

La figure 3.10 représente le tracé de la déformation totale en fonction de la température tel que enregistré lors des essais. Un décalage entre les deux courbes (de dilatométrie libre et de l'essai de plasticité de transformation) est observé. Afin de pouvoir estimer

avec précision la déformation de plasticité de transformation on doit faire décaler la courbe représentant l'essai TRIP de telle sorte que les débuts de transformation martensitique des deux courbes coïncident (figure 3.11).

Nouvelle campagne (effet de répétition des cycles)

(a) Traction de 115 MPa : La figure 3.12 montre la déformation totale en fonction de la température enregistrée au cours des essais de plasticité de transformation TRIP900-10kN, TRIP1000-10kN et TRIP1100-10kN. La force appliquée est de 10kN et correspond à une contrainte de traction de 115 MPa.

Comme précisé précédemment, chaque essai est composé de deux cycles : un cycle de dilatométrie libre suivi d'un cycle de plasticité de transformation ; les courbes du cycle de plasticité de transformation sont décalées vers le haut pour faire coïncider les points de transformation au refroidissement des deux cycles.

(b) Traction de 92 MPa : Dans cette campagne d'essais et pour tenir compte de la disparité expérimentale due à la présence de la déformation résiduelle, nous avons réalisés plusieurs essais de dilatométrie libre et de plasticité de transformation sur une même éprouvette. On suppose dans ce cas que l'austénitisation permet d'effacer l'histoire préalable sur l'éprouvette en question. Cette hypothèse a déjà été vérifiée dans des travaux antérieurs sur un acier 16MND5 (Cavallo, 1998) . Nous nous proposons d'évaluer la pertinence d'une telle procédure dans le cadre du présent travail. On réalise pour cela sur la même éprouvette une succession d'essais dans l'ordre suivant (voir cha-

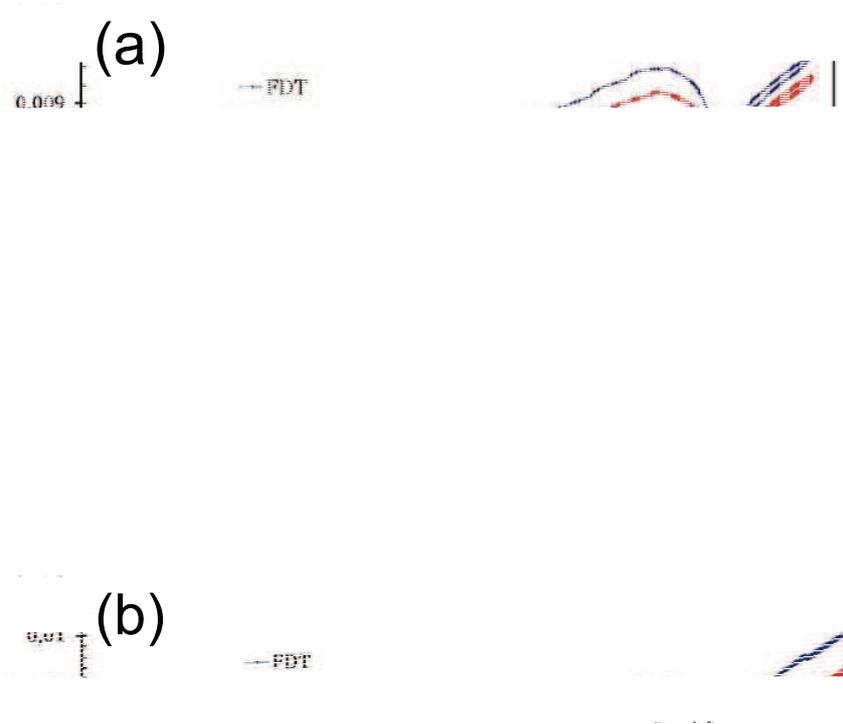


Fig. 3.10: Déformation totale en fonction de la température enregistré au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 sous traction à 57 MPa :
(a) essai à 900 °C sans maintien,
(b) essai avec maintien de 30 minute à 900 °C.

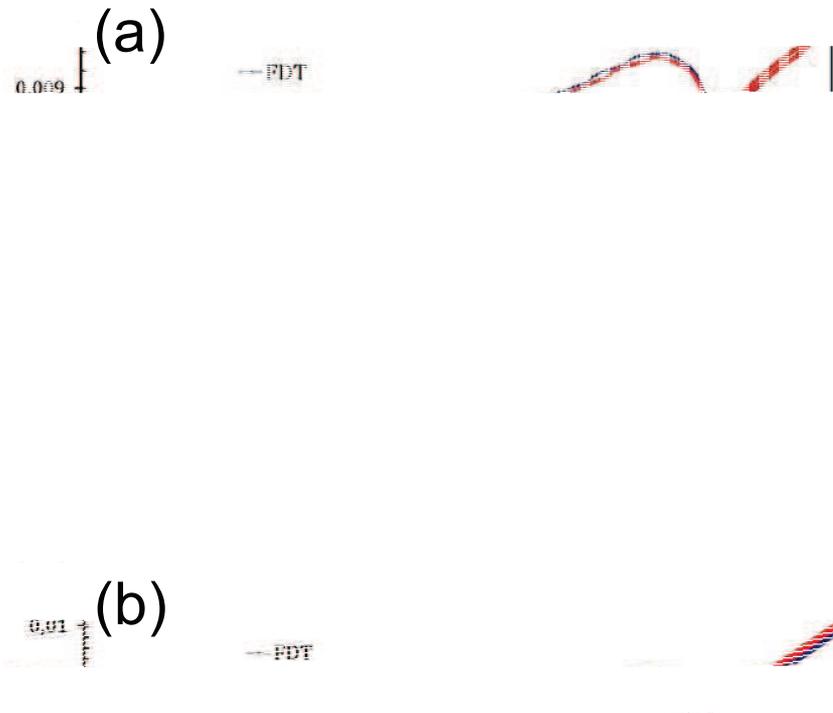


Fig. 3.11: Déformation totale en fonction de la température enregistré au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 sous traction à 57 MPa ; La courbe du cycle de plasticité de transformation est décalée vers le haut pour faire coïncider les points de transformation des deux cycles :

- (a) essai à 900 °C sans maintien,
- (b) essai avec maintien de 30 minute à 900 °C.

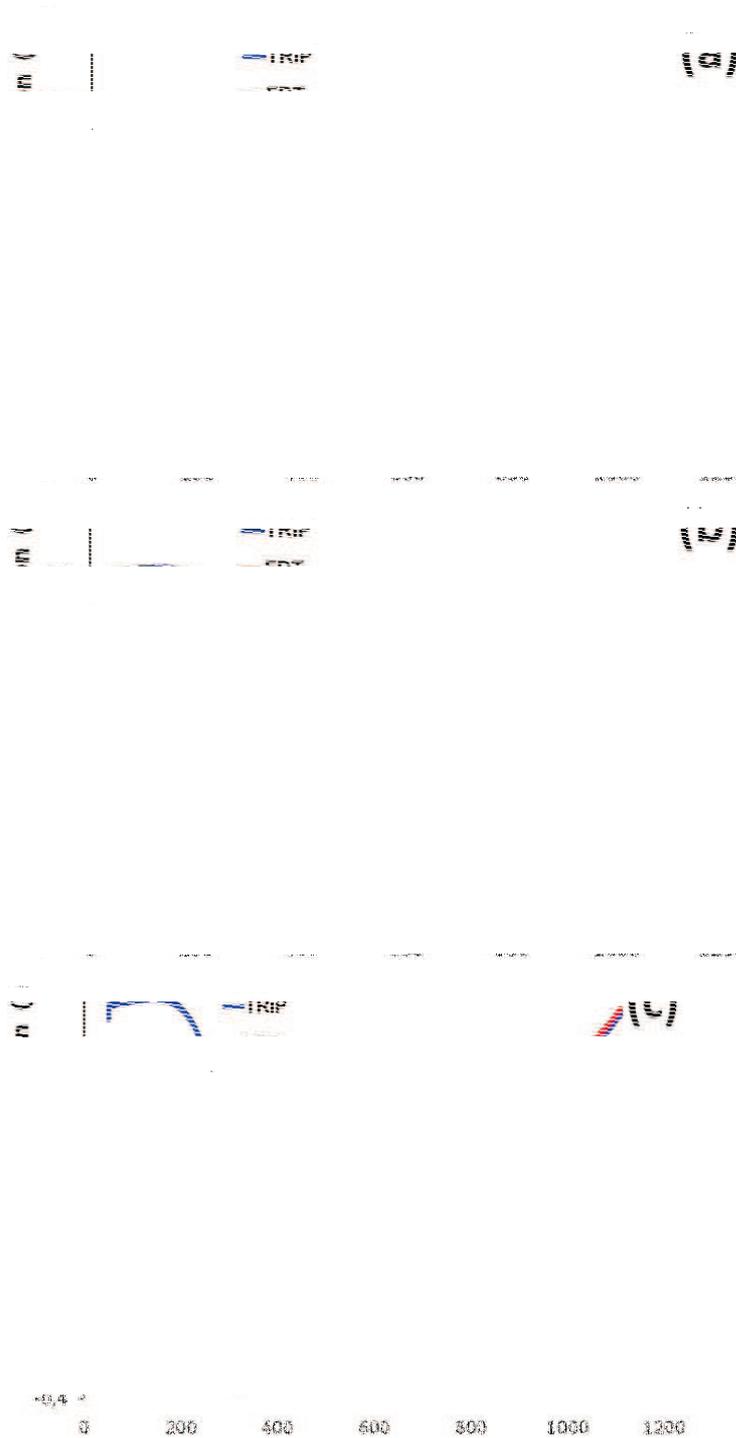


Fig. 3.12: Déformation totale en fonction de la température enregistré au cours des essais de plasticité de transformation : (a) TRIP900-10kN; (b) TRIP1000-10kN; (c) TRIP1100-10kN.

pitre 2) :

- (a) Cycle de dilatométrie libre suivi d'un cycle de plasticité de transformation avec une température maximum de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$: TRIP800(A),
- (b) Cycle de dilatométrie libre suivi d'un cycle de plasticité de transformation avec une température maximum de $850\text{ }^{\circ}\text{C}$: TRIP850(B),
- (c) Cycle de dilatométrie libre suivi d'un cycle de plasticité de transformation avec une température maximum de $950\text{ }^{\circ}\text{C}$: TRIP950(C),
- (d) Trois cycles de dilatométrie libre suivis d'un cycle de plasticité de transformation avec une température maximum de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$: TRIP800(D),
- (e) Trois cycles de dilatométrie libre suivis d'un cycle de plasticité de transformation avec une température maximum de $850\text{ }^{\circ}\text{C}$: TRIP850(E).

Notre hypothèse serait donc valable si nous obtenons des évolutions similaires dans TRIP800(A) et TRIP800(D) ainsi que dans TRIP850(B) et TRIP850(E). Comme cela a été précisé précédemment, tous nos essais de plasticité de transformations sont réalisés avec la même contrainte (traction) de 92 MPa qui reste inférieure à la limite d'élasticité de l'austénite à la température d'application de la charge ($350\text{ }^{\circ}\text{C}$).

La figure 3.13 montre les tracés des déformations en fonction de la température enregistrés au cours des essais décrits au-dessus.

3.2 Effet de la direction du chargement : traction, torsion et traction + torsion)

Dans cette série d'essais, nous avons retenus comme condition d'austénitisation un chauffage sans maintien jusqu'aux températures suivantes : 800, 850 et 900 °C, suivi d'un refroidissement rapide. Pour les essais uniaxiaux la même contrainte équivalente est appliquée juste avant la transformation au refroidissement. Cette contrainte vaut 92 MPa ce qui correspond à une force de 8 kN pour les essais de traction et un couple de 43 $N\cdot m$ pour les essais de torsion alors que dans les essais biaxiaux la contrainte équivalente appliquée est de 130 MPa.

La figure 3.14 montre l'évolution de la déformation totale (axiale et de cisaillement) enregistrée au cours des essais réalisés dans le cas de la campagne d'essais biaxiaux.

Qualitativement, nous pouvons remarquer que le chargement en traction seule cause uniquement une déformation plastique axiale (suivant la direction du chargement), un chargement en torsion seule cause uniquement une déformation plastique de cisaillement et la combinaison des deux (force de traction + couple de torsion) cause simultanément une déformation plastique axiale et un cisaillement plastique.

4 Conclusion

Après avoir expliqué en détails, dans le chapitre précédent, les procédures expérimentales ainsi que les techniques d'analyse utilisées dans le cadre de cette étude, nous avons

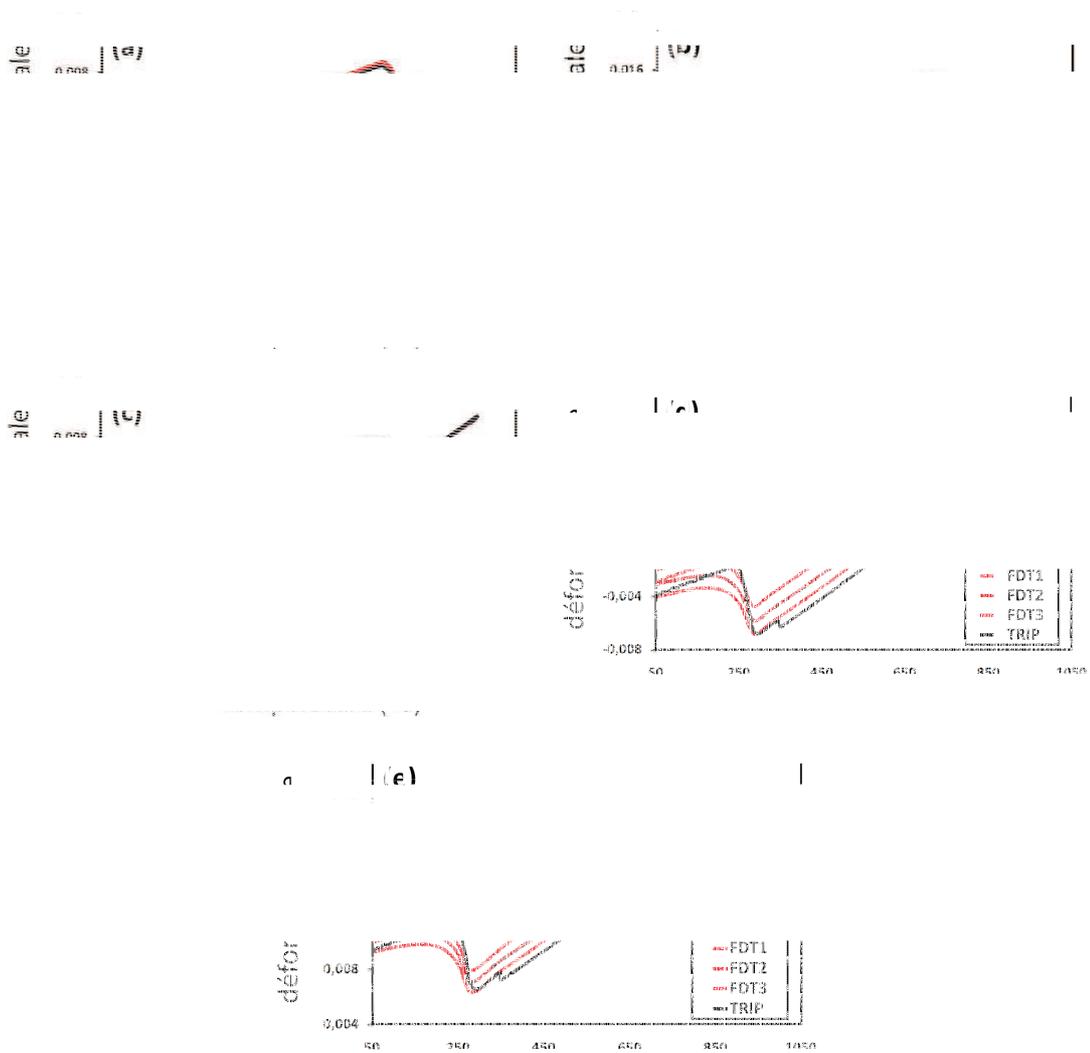


Fig. 3.13: Évolution de la déformation totale en fonctions de la température :
 (a) TRIP800(A), (b) TRIP850(B), (c) TRIP950(C), (d) TRIP800(D),
 (e) TRIP850(E).

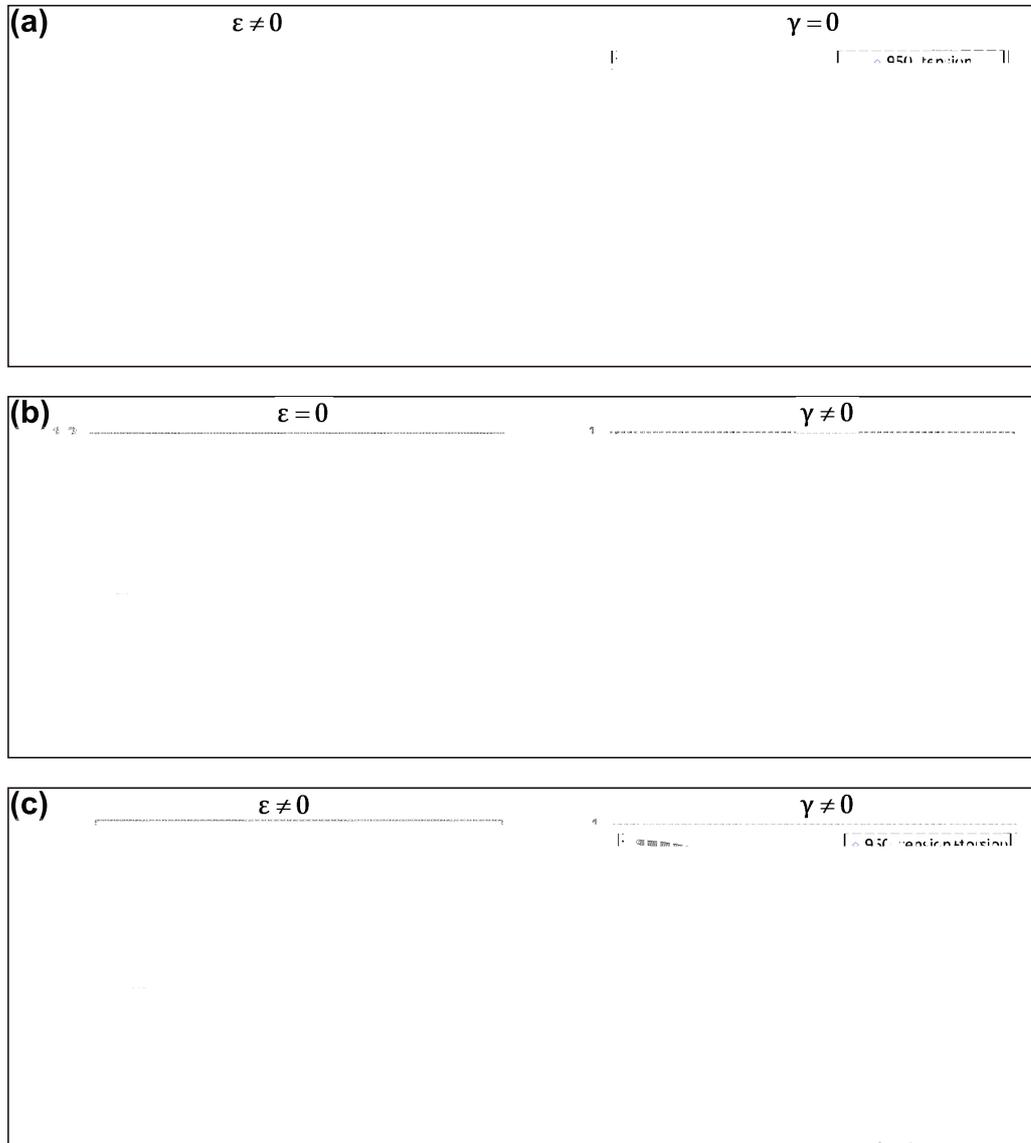


Fig. 3.14: Évolution des déformations totales axiale et de cisaillement enregistrées au cours des essais biaxiaux :

- (a) Essai 1 - Traction seule ($\sigma = 92 \text{ MPa}$; $\tau = 0$),
- (b) Essai 2 - Torsion ($\sigma = 0$; $\tau = 53 \text{ MPa}$),
- (c) Essai 3 - Torsion + Tension ($\sigma = 92 \text{ MPa}$; $\tau = 53 \text{ MPa}$).

présenté les résultats propres à :

- ▷ l'évolution de la taille de grain austénitique avec les conditions d'austénitisation,
- ▷ le comportement thermo-métallurgique (effet de répétition des cycles de dilatométrie),
- ▷ la plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation et dans le cas de chargement mécanique uni-axial ou biaxial.

Pour l'évolution de la taille de grain austénitique avec la température et le temps de maintien, nous avons montré que cette évolution peut obéir à loi d'Arrhenius.

En ce qui concerne l'effet de répétition des cycles de dilatométrie sur les paramètres thermo-métallurgiques du matériau, nous avons vu la disparité des résultats et importante après un cycle d'austénitisation et le matériau commence à avoir un comportement stable vis-à-vis les cycles d'austénitisation après un certain nombre de cycles, en général ne dépassant pas le nombre de quatre.

Au sujet de la plasticité de transformation nous nous sommes contentés de présenter les évolutions de la déformation totale en fonction de la température pour chaque campagne d'essais à part. L'analyse la comparaison et les discussions des résultats des essais de plasticité de transformation seront détaillés dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Comparaison des résultats et discussion

1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté les principaux résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de cette étude. Nous avons vu que la taille de grain austénitique dépend des conditions d'austénitisation, elle augmente avec l'augmentation de la température et du temps de maintien. Le programme d'essais thermomécaniques devait, initialement, être réalisé en reproduisant toutes les conditions d'austénitisation pour lesquels nous avons évalué l'évolution de la taille de grain austénitique.

Excepté la première campagne d'essais de traction (sous 57 MPa), lors des essais thermomécaniques sur éprouvettes avec maintien à température, nous avons relevé des anomalies sur l'évolution de la déformation thermo-métallurgique. En effet, pendant le maintien aux très hautes températures d'austénitisation, la déformation thermo-métallurgique, qui ne devait pas évoluer et rester constante avec le temps, continue d'augmenter malgré que la force soit nulle (valeur affichée par la machine d'essai). Ceci est peut être du à la présence d'une force qui rentre dans le domaine de précision du

dispositif de mesure (de l'ordre du kN, capacité 250 kN). En effet, une telle force, aussi faible soit, peut provoquer des déformations viscoplastiques dès l'approche de 900 ° C - 1100 ° C vu le comportement du matériau dans cette plage de température (absence quasi-totale de domaine d'élasticité).

De ce fait, les résultats des essais en question n'ont pas été considérés. Malheureusement, ceci limite notre investigation sur l'effet de la taille de grain austénitique, qui est en relation directe avec les conditions d'austénitisation sur le TRIP, car seule la température d'austénitisation est considérée comme paramètre. Il ne sera donc pas possible de conduire la totalité des essais qui reproduisent toutes les conditions d'austénitisation considérées dans l'étude de l'évolution de la taille de grain austénitique.

Dans ce chapitre, nous allons présenter les évolutions de la déformation de plasticité de transformation avec les conditions d'austénitisation afin d'étudier l'effet de la taille de grain austénitique qui est en relation avec ces conditions. Une comparaison des résultats est dressée afin de montrer la dépendance du TRIP vis-à-vis des conditions opératoires (température d'austénitisation, contraintes appliquées, direction du chargement, ...). Comme il fallait s'y attendre pour ce type d'essais, leur exploitation a demandé beaucoup de précautions pour extraire des informations fiables.

2 Présentation des résultats des essais de plasticité de transformation

Au cours de l'essai de plasticité de transformation, on enregistre la déformation totale en fonction de la température. La procédure conventionnelle est utilisée pour l'estimation de la déformation de plasticité de transformation (voir chapitre 2). En effet, le TRIP est obtenu par la soustraction, respectivement, de la déformation thermo-métallurgique, de la déformation élastique due à l'application de la charge et de la déformation totale enregistrée (figure 4.1a).



Fig. 4.1: Évolution de la plasticité de transformation. Essai de plasticité de transformation (chauffage à 900 ° C sans maintien) avec une contrainte de traction de 57 MPa :
 (a) en fonction de la température,
 (b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

On peut aussi représenter le TRIP en fonction de l'avancement de la transformation, c'est-à-dire en fonction de la fraction volumique de martensite formée au cours du refroidissement (voir figure 4.1b), pour montrer la cinétique de plasticité de transformation et pour pouvoir ainsi, comparer les résultats expérimentaux avec les évolutions estimées par les modèles micromécaniques analytiques. Les modèles existants donnent

le TRIP comme fonction de la fraction volumique de la phase nouvellement formée z (voir chapitre 1).

La cinétique de la plasticité de transformation signifie l'évolution du TRIP en fonction de la fraction volumique de la martensite (z). Cette fonction est estimée à partir des résultats expérimentaux, $\varepsilon^{pt} = f(T)$ et la fraction volumique de la martensite en fonction de la température $z = f(T)$ (figure 4.2). La procédure utilisée pour estimer la proportion de phase formée au refroidissement est explicité dans le chapitre 2.

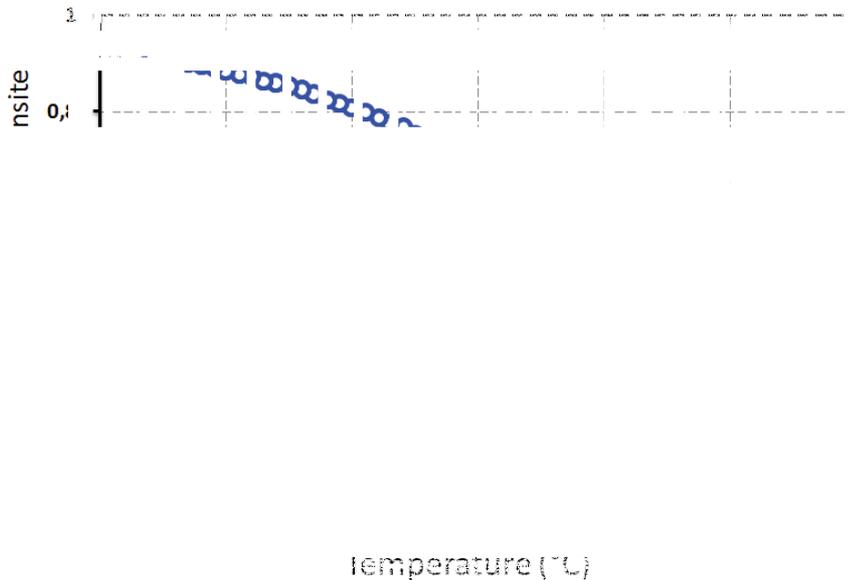


Fig. 4.2: Proportion volumique de la phase martensitique formée au refroidissement lors de l'essai de dilatométrie à 900 ° C sans maintien.

Le procédé employé pour estimer $\varepsilon^{pt} = f(z)$ n'est pas toujours aisé à cause de l'influence de la charge appliquée sur la cinétique de transformation. Cet effet est de plus en plus significatif quand l'effort appliqué est plus grand. Pour cette raison, nous avons appliqué des efforts correspondant à des contraintes ne dépassant pas la moitié

de la limite élastique conventionnelle à 0.2% de l'austénite à la température de début de transformation.

3 Résultats des campagnes de TRIP sous traction

3.1 Mise en évidence de l'effet de la taille du grain austénitique sur le TRIP

Cas d'une traction de 57 MPa

La première série d'essais est réalisée sur un lot d'éprouvettes pour lequel la composition chimique n'est pas connue avec précision. Le reste de l'étude sera réalisé sur un lot différent. Nous avons comparé l'évolution du TRIP en fonction de la température pour deux conditions d'austénitisation, la température d'austénitisation est de 900 ° C pour les deux essais seul le temps de maintien varie (sans maintien pour le premier essai et 30 minutes de maintien pour le second). Une contrainte de traction de 57 MPa est appliqué (cette contrainte est égale à environ le quart de la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de l'austénite qui est 240 MPa) juste avant le début de la transformation au refroidissement (à $T=350$ ° C).

La figure 4.3 montre l'évolution de la plasticité de transformation, en fonction de la température et de la fraction volumique de la martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 réalisés sous une contrainte de 57 MPa pour les deux états considérés.

| | | | | (a) |

Fig. 4.3: Comparaison entre les résultats des deux essais de plasticité de transformation (sous une contrainte de 57 MPa) avec deux conditions d'austénitisation (sans maintien et avec maintien à 900 ° C pendant 30 minutes) :
(a) en fonction de la température,
(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

Concernant l'essai à 900 ° C sans maintien, la déformation semble évoluer rapidement avec l'avancement de la transformation. À partir d'une proportion transformée d'environ 30% ($z = 0.3$), l'évolution de la plasticité de transformation devient moins rapide jusqu'à la fin de la transformation où elle atteint la valeur finale de 0.3%.

Pour l'essai avec maintien de 30 minutes à 900 ° C , la plasticité de transformation atteint très rapidement sa valeur maximale seulement à 20% de la transformation et cesse d'évoluer (sauf qu'elle semble légèrement diminuer) jusqu'à la fin de la transformation où elle a atteint la valeur finale de 0.2%.

Cette première investigation à montré que la plasticité de transformation diminue considérablement lorsque le grain austénitique augmente. Ce résultat est contradictoire avec les observations de (Desalos, 1981), où la plasticité de transformation augmente avec l'augmentation de la taille de grain austénitique.

Traction de 115 MPa

La deuxième série d'essais vise la confirmation ou l'infirmerie de constatations avancées dans la section précédente. Dans cette série d'essais, on fait varier la température d'austénitisation pour faire varier la taille de grain austénitique. Les températures d'austénitisation sont 900, 1000 et 1100 ° C. La contrainte appliquée est de 115 MPa (correspondant à la moitié de la limite élastique de l'austénite à 350 ° C).



Fig. 4.4: Évolution de la plasticité de transformation pour les essais réalisés avec une contrainte de 115 MPa :
 (a) en fonction de la température,
 (b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes provenant d'un lot différent de celui utilisé dans la première campagne d'essais.

La figure 4.4 donne l'évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite au cours des essais réalisés avec une contrainte de traction de 115 MPa pour les trois conditions d'austénitisation (900, 1000 et 1100 ° C).

Contrairement aux observations précédentes, Les résultats de cette série montrent que le TRIP augmente lorsque la température d'austénitisation augmente et par conséquent avec une augmentation de la taille du grain austénitique. Cette augmentation est visiblement non linéaire et semble moins importante pour les hautes températures. Ce résultat concorde avec les observations de (Desalos, 1981).

3.2 Effet de la répétition des cycles dilatométriques

Traction de 92 MPa (1^{ère} compagne)

L'évaluation du TRIP consiste à soustraire de la déformation totale, la déformation thermo-métallurgique et la déformation élastique. Pour que cette évaluation soit précise, les valeurs des déformations doivent être exactes. Cependant, nous avons vu que la déformation thermo-métallurgique ne reste pas forcément identique pour une succession de cycles d'austénitisation. Nous avons aussi constaté la présence d'une déformation résiduelle qui varie suivant le nombre de cycle thermiques appliqués. Ceci nous a amené à comparer le résultat de deux essais réalisé avec les mêmes conditions d'austénitisation mais seulement l'un est réalisé après un cycle de dilatométrie libre tandis que l'autre est réalisé après trois cycles. Les essais sont réalisés pour les températures d'austénitisation suivantes : 800 et 850° C.

Dans la figure 4.5 on remarque une légère variation (diminution) du TRIP si une histoire préalable est appliquée à l'éprouvette. Cette diminution semble plus importante pour les essais à 800 ° C. On doit tenir compte de ce résultat dans l'évaluation de l'effet



Fig. 4.5: Effet de l'application de plusieurs cycles dilatométrie libre sur une même éprouvette pour l'évaluation de la plasticité de transformation sous contrainte de 92 MPa :
(a) austénitisation à 800 ° C,
(b) austénitisation à 850 ° C.

de la taille de grain sur le TRIP.

La figure 4.6 montre l'évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température pour différentes conditions d'austénitisation (800, 850 et 950 ° C). Globalement, la plasticité de transformation semble croître avec la température maximale atteinte et par conséquent avec la taille de grain austénitique. Mais ce résultat est quelque peu perturbé par l'incertitude mise en évidence ci-dessus (Figure 4.5) et qui est liée à l'histoire thermo-métallurgique de l'éprouvette. À plus haute température, cet effet d'histoire semble moins important.

Fig. 4.6: Évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température dans les essais TRIP800(A), TRIP850(B), TRIP 950(C), TRIP800(D) et TRIP850(E).

Une telle observation nous amène à discuter les résultats obtenus précédemment. Les résultats obtenus dans la première campagne (traction à 57 MPa) conduisent à une diminution du TRIP avec l'augmentation de la taille du grain austénitique, alors que



Fig. 4.7: Évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température dans les essais TRIP800(D), TRIP850(E) et TRIP 950(C).

l'effet inverse a été observé dans la seconde. Dans le premier cas, l'effet de répétition des cycles de dilatométrie n'est pas étudié. Les résultats obtenus dans le cadre de la présente étude iraient plutôt dans le sens de la deuxième investigation.

4 Résultats des essais multiaxiaux

4.1 TRIP et direction de chargement

Traction de 92 MPa (2^{eme} compagne)

Comme mentionné dans le chapitre précédent, l'application (pendant la transformation au refroidissement) d'une force axiale seule cause une déformation plastique axiale.

Les évolutions de la déformation en fonction de la température et la fraction volumique de martensite, respectivement, sont présentées dans la figure 4.8.

Comme la montre la figure 4.8, l'application d'une force axiale n'engendre aucune déformation de cisaillement. Toutefois, nous remarquons dans la figure 4.9a, qu'au cours de l'essai à 900 ° C ($\sigma \neq 0$ et $\tau = 0$), une petite déformation de cisaillement est mesurée. Cette déformation est probablement due aux conditions expérimentales. Ce phénomène est très petit ou inexistant pour les autres essais.

Torsion de 92 MPa

L'application d'un couple de torsion seul engendre uniquement une déformation plastique de cisaillement. Aucune déformation plastique axiale significative n'est observée (figure 4.10).

Les évolutions de la déformation de cisaillement de plasticité de transformation en fonction de la température et la fraction volumique de martensite, respectivement, sont présentées dans la figure 4.11.

Traction + torsion de 130 MPa

Une force axiale appliquée simultanément avec un couple de torsion pendant la transformation au refroidissement, génèrent une déformation plastique axiale et une déformation plastique de cisaillement. La figure 4.12 montre les évolutions des com-



Fig. 4.8: Évolutions de la déformation axiale de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction de 92 MPa :
 (a) en fonction de la température,
 (b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

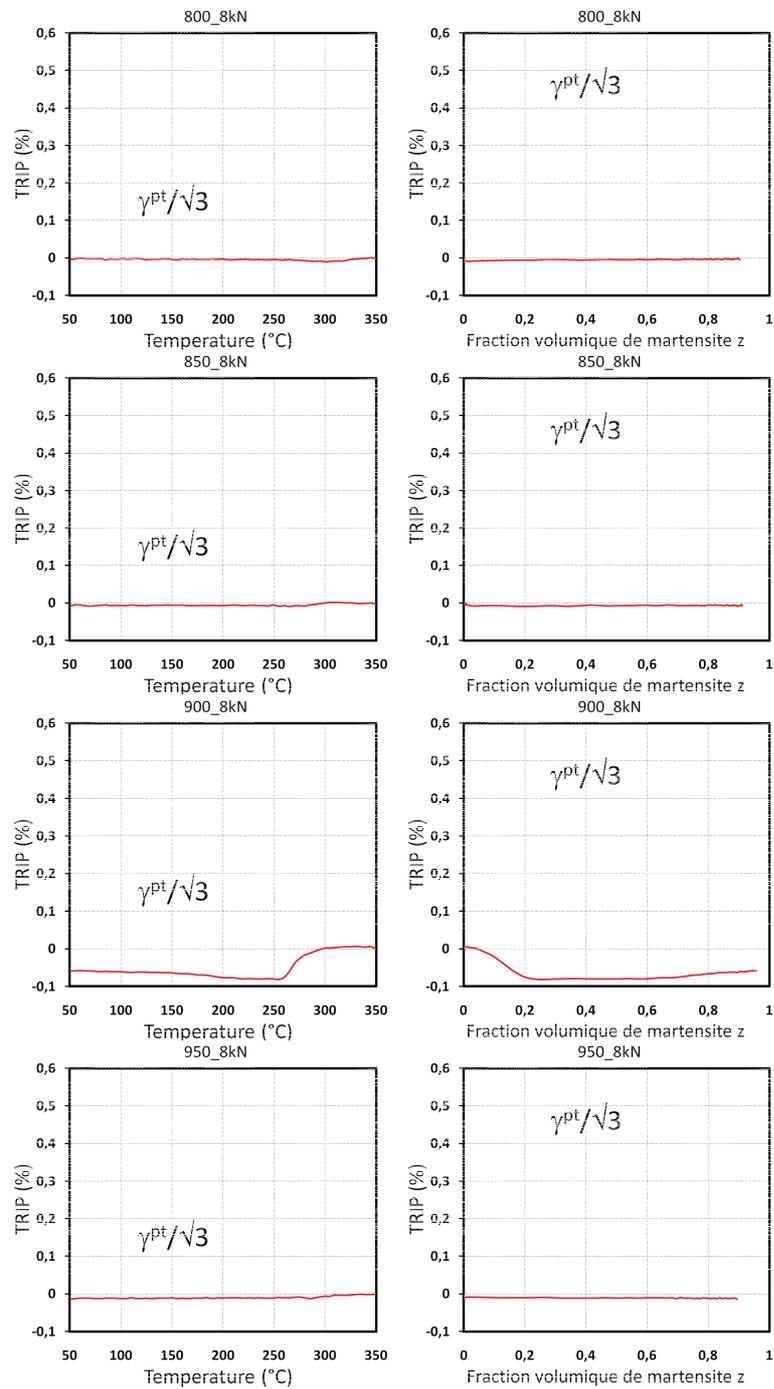


Fig. 4.9: Évolutions de la composante de cisaillement de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction de 92 MPa :
 (a) en fonction de la température,
 (b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

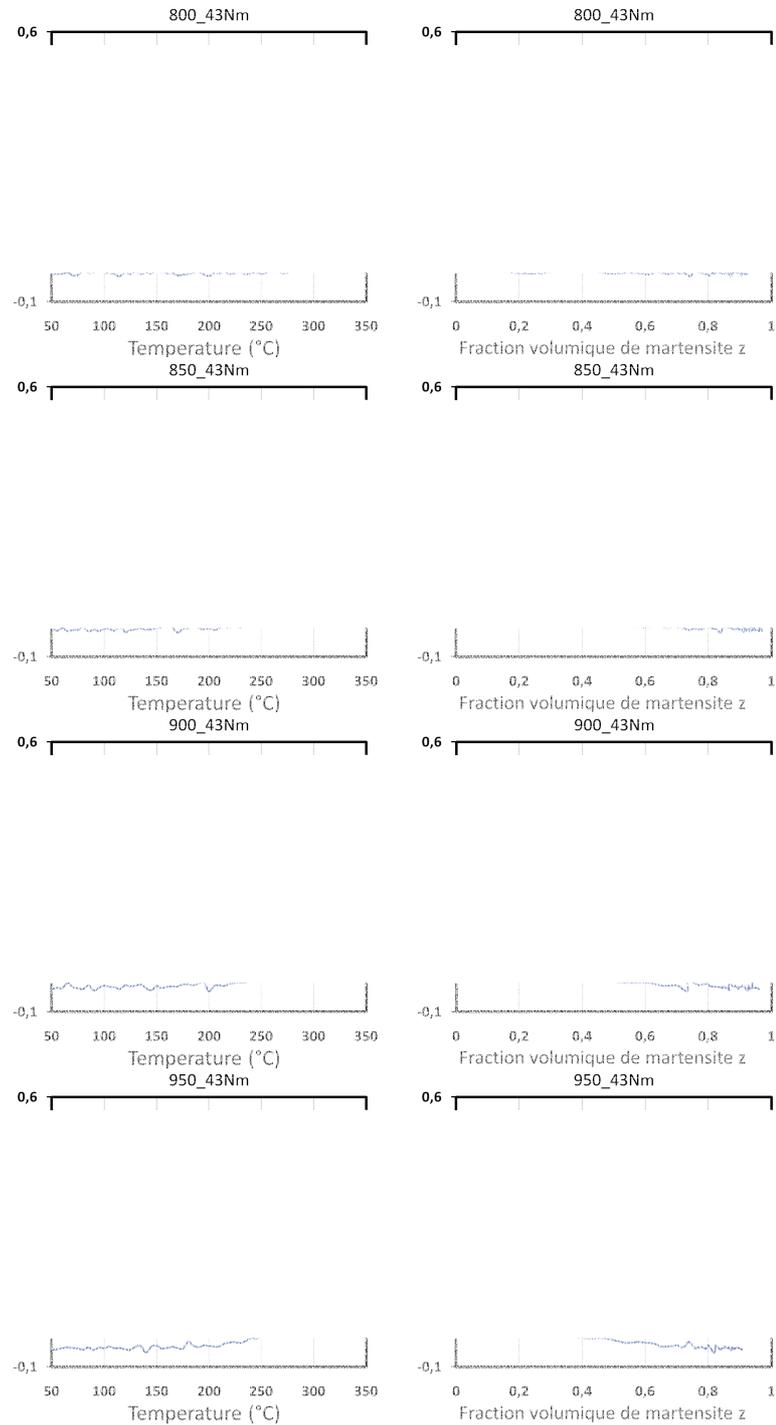


Fig. 4.10: Évolutions de la déformation axiale de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en torsion de 92 MPa :

(a) en fonction de la température,

(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

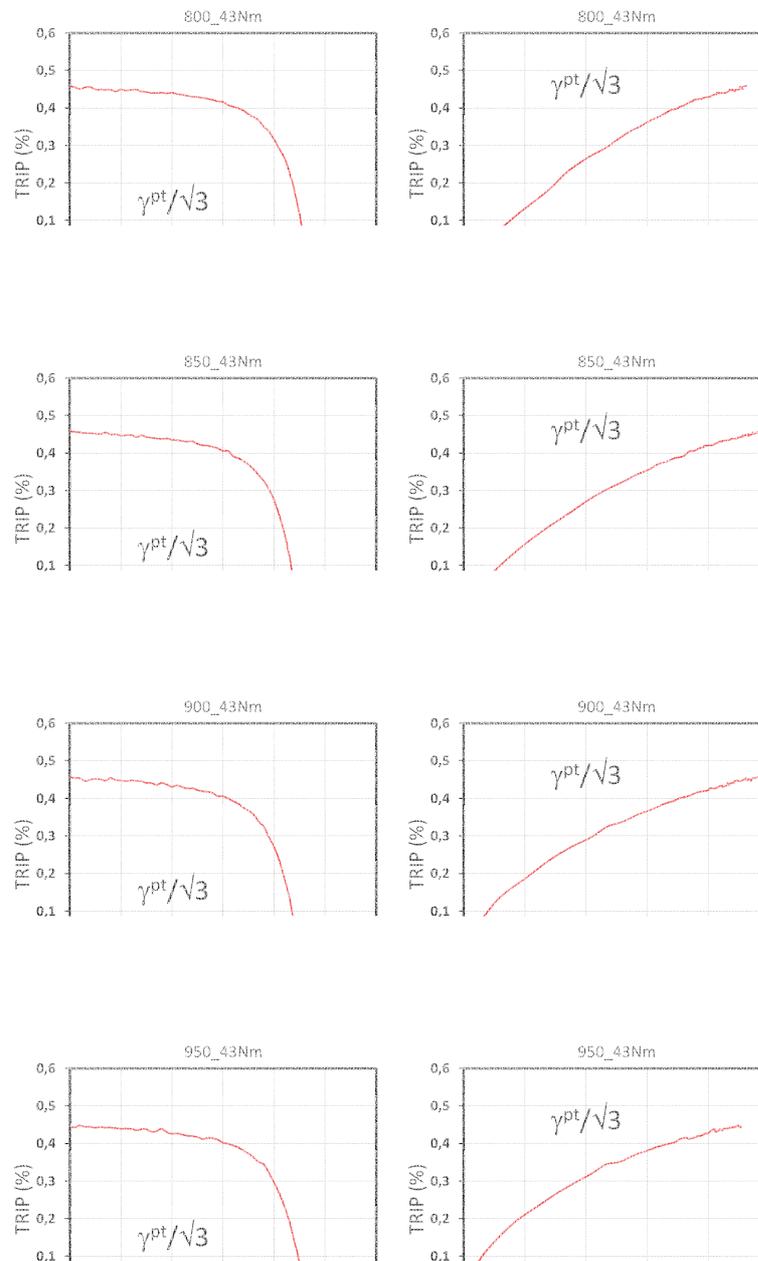


Fig. 4.11: Évolutions de la composante de cisaillement de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en torsion de 92 MPa :
 (a) en fonction de la température,
 (b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

posantes axiale, et de cisaillement de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, respectivement.

La figure 4.13 montre les évolutions de la déformation équivalente (*au sens de Von Mises*) de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, respectivement.

4.2 Récapitulatif des résultats multiaxiaux

La figure 4.14 montre la comparaison entre les évolutions de la plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite pour quatre conditions d'austénitisation au cours de l'essai sous traction de 92 MPa. Dans l'ensemble, le TRIP semble augmenter avec la température maximale atteinte et ainsi avec la taille du grain austénitique. Ces résultats concordent avec ceux obtenus dans la précédente campagne d'essais (sauf pour l'essai à 950 ° C où le TRIP diminue légèrement par rapport à celui obtenu au cours de l'essai à 900 ° C).

Contrairement aux essais uniaxiaux de traction, les résultats des essais de torsion équivalente à 92 MPa ne montrent aucune dépendance de la plasticité de transformation des conditions d'austénitisation (température d'austénitisation) et par conséquent de la taille du grain austénitique. Les évolutions de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite pour les quatre conditions d'austénitisation au cours de l'essai de torsion de 92 MPa sont représentées dans la figure 4.15. En plus, on note que la cinétique de transformation est

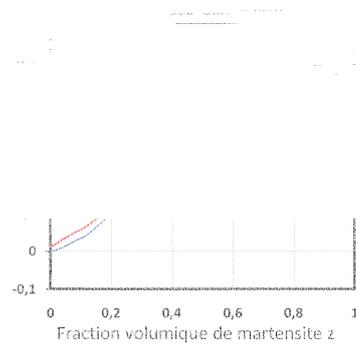


Fig. 4.12: Évolutions des composantes axiale et de cisaillement de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction + torsion de contrainte équivalente égale à 130 MPa :
(a) en fonction de la température,
(b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

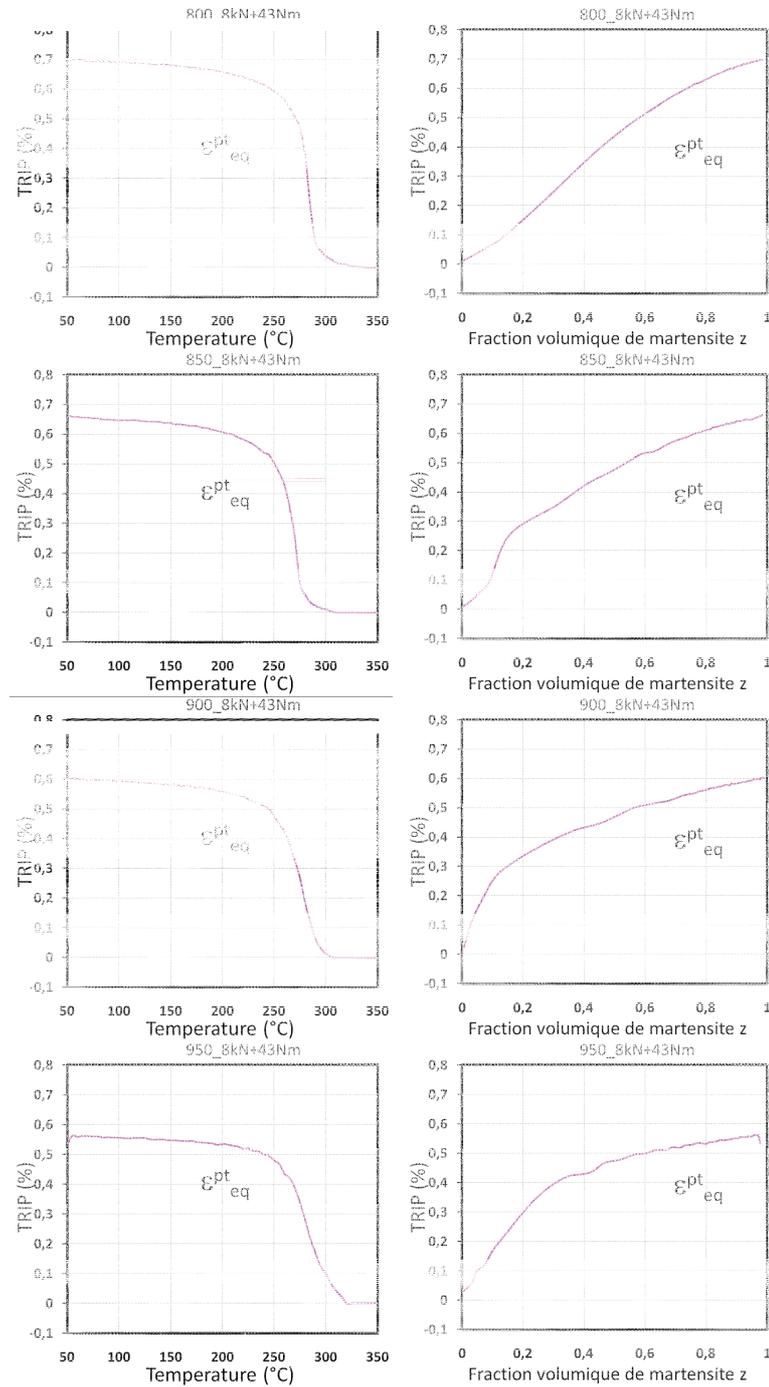


Fig. 4.13: Évolutions de la déformation équivalente de plasticité de transformation pour différentes conditions d'austénitisation sous chargement en traction + torsion équivalent à 130 MPa :
 (a) en fonction de la température,
 (b) en fonction de la fraction volumique de martensite.

peu affectée par la variation de la taille de grain austénitique.

Des essais sous chargement biaxial de traction + torsion, nous pouvons observer que les déformations de plasticité de transformation axiale et de cisaillement diminuent avec la température maximale d'austénitisation, mais cette évolution est moins significative comparée avec celle constatée dans le cas du chargement uni-axial de traction. L'évolution de la déformation de plasticité de transformation équivalente, en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, est représentée dans la figure 4.16.

Afin d'avoir quelques informations sur l'évolution de la valeur finale de plasticité de transformation avec les conditions d'austénitisation de l'acier 35NCD16 pour chaque cas de chargement, nous avons comparé les résultats des trois séries d'essais (traction seule, torsion seule et traction + torsion simultanées) en prenant en compte le même niveau de contrainte appliquée. Dans les essais uniaxiaux, le niveau de contrainte appliquée est égal à 92 MPa, tandis que dans les essais biaxiaux il équivaut à 130 MPa. Nous avons comparé les valeurs finales de la composante axiale (ε_f^{pt}) de la plasticité de transformation avec la composante de cisaillement équivalente ($\gamma_f^{pt}/\sqrt{3}$).

La figure 4.17 montre l'évolution de la valeur finale des composantes axiale et de cisaillement de la plasticité de transformation en fonction de la température d'austénitisation dans le cas des essais multiaxiaux. Notons que ces composantes sont obtenus sous le même niveau de contrainte équivalente appliquée (92 MPa). A priori, on peut s'attendre à des déformations équivalentes identiques dans les deux directions.

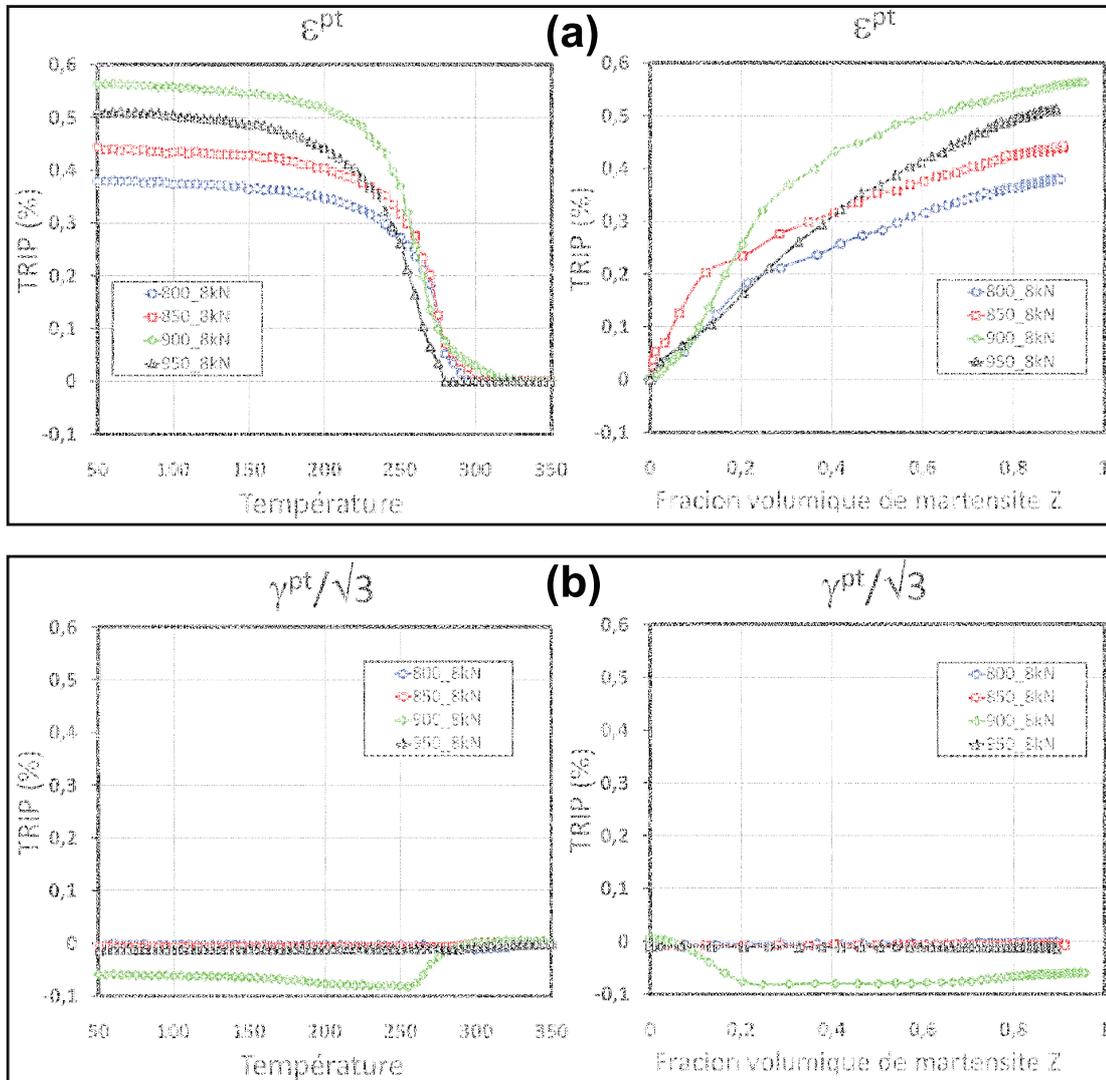


Fig. 4.14: Évolution de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 austénitisé à : 800, 850, 900 et 950 ° C ; cas de la traction ($\sigma_{eq} = \sigma_{zz} = 92$ MPa, $\tau=0$) :
 (a) Déformation axiale ($\epsilon_{eq}^{pt} = \epsilon^{pt}$),
 (b) Déformation de cisaillement ($\gamma^{pt}=0$).

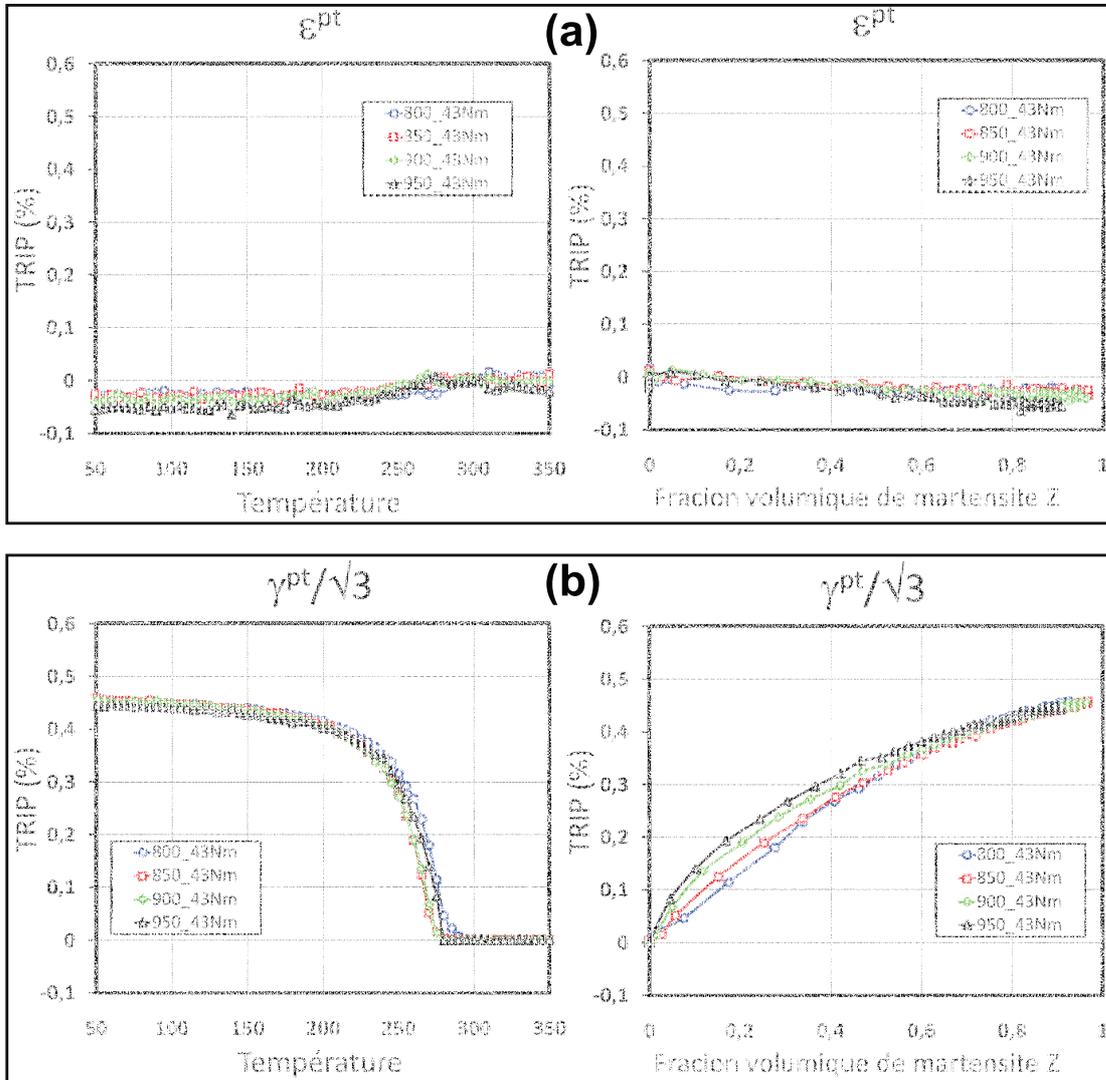


Fig. 4.15: Évolution de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 austénitisé à : 800, 850, 900 et 950 ° C ; cas de la torsion ($\sigma_{zz} = 0, \sigma_{eq} = \tau \cdot \sqrt{3} = 92 \text{ MPa}$) :

(a) Déformation axiale ($\epsilon^{pt} = 0$),
 (b) Déformation de cisaillement ($\epsilon_{eq}^{pt} = \gamma^{pt}/\sqrt{3}$).

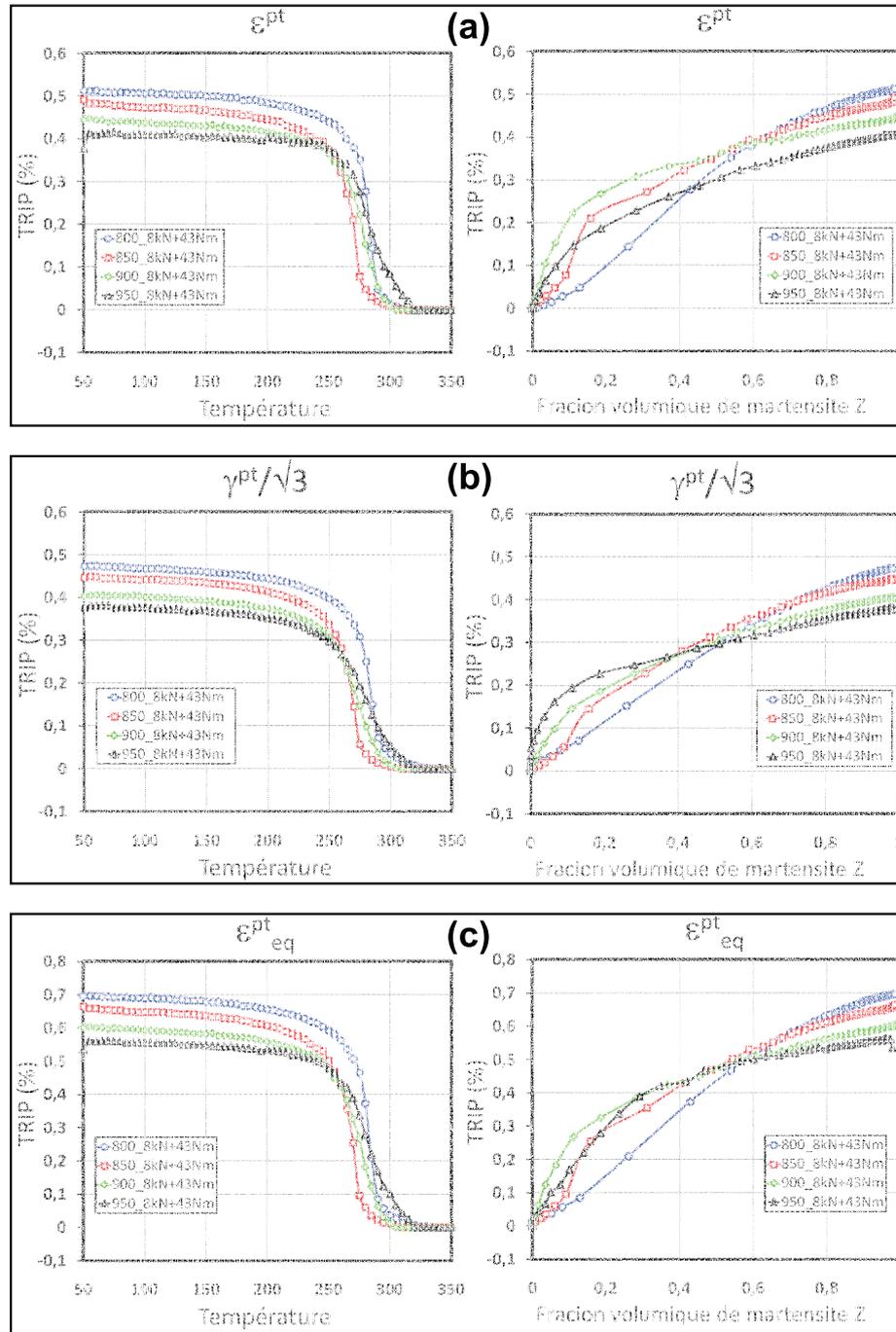


Fig. 4.16: Évolution de plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, au cours des essais de plasticité de transformation sur l'acier 35NCD16 austénitisé à : 800, 850, 900 et 950 ° C ; cas du chargement bi-axial de traction + torsion ($\sigma_{eq} = 130$ MPa) : (a) Déformation axiale, (b) Déformation de cisaillement, (c) Déformation équivalente.

0 0

Fig. 4.17: Valeurs finales de la plasticité de transformation en fonction de la température d'austénitisation pour un niveau de contrainte de 92 MPa.

Les remarques suivantes peuvent être formulées :

- Dans le cas du chargement uniaxial de traction, la déformation de plasticité de transformation augmente légèrement avec la température d'austénitisation,
- Dans le cas de chargement en torsion pure, la plasticité de transformation semble indépendante des conditions d'austénitisation,
- Dans le cas de chargement biaxial en traction + torsion, la plasticité de transformation diminue avec l'augmentation de la température d'austénitisation mais cette évolution est moins significative.

Les essais uniaxiaux de torsion semblent plus “*propres*” comparés aux essais uniaxiaux de traction. Cela est probablement associé à la méthode employée pour l'évaluation du TRIP. En effet, dans le cas du chargement en torsion pure, le couplage entre les déformations thermo-métallurgique et de plasticité de transformation n'existe pas, contrairement aux essais de traction uniaxiaux où le couplage entre ces deux déformations (soustraction de la déformation thermo-métallurgique de celle enregistrée lors de l'essai avec contrainte) induit certainement des erreurs lors de l'estimation du TRIP. Donc, nous pouvons dire, ainsi que pour le cas de la torsion pure la taille de grain austénitique n'a pas d'influence significative sur le TRIP pour les conditions d'austénitisation considérées.

5 Comparaisons des résultats

5.1 Influence de la contrainte appliquée

La figure 4.18 montre l'évolution de la plasticité de transformation en fonction de la température et de la fraction volumique de martensite, respectivement, obtenu pour les mêmes conditions d'austénitisation (900 ° C) avec trois contraintes de traction différentes : 57, 92 et 115 MPa. Si on se réfère aux résultats de l'analyse micrographique, le chauffage sans maintien à 900 ° C correspond à la taille de grain austénitique de 6.4 μm . Il est clair que la plasticité de transformation augmente sensiblement avec la contrainte appliquée



Fig. 4.18: Influence de la contrainte appliquée sur le TRIP pour la même taille du grain austénitique (6.4 μm).

Si on observe l'évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation en

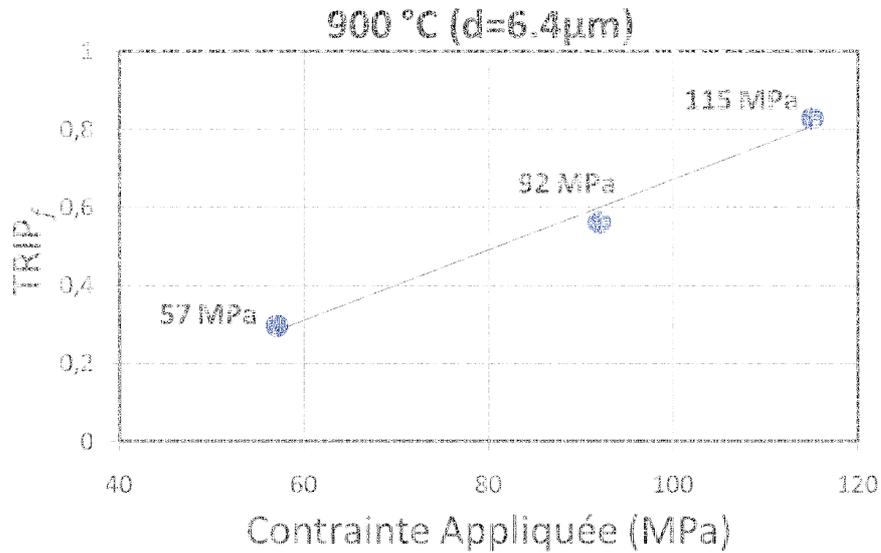


Fig. 4.19: Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la contrainte appliquée : austénitisation à 900 ° C sans maintien (correspond à $d = 6.4 \mu m$).

fonction de la contrainte appliquée (voir figure 4.19), on constate une variation quasi-linéaire. Ce résultat est très similaire à ceux qu'on peut trouver dans la littérature, on peut citer par exemple ceux donnés par Desalos (voir Petit-Grostabussiat (2000), Simon *et al.* (1994) et Coret *et al.* (2002)) (Fig. 4.20). Donc, on peut conclure que les essais confirment les résultats des études précédentes et que la plasticité de transformation est proportionnelle à la contrainte appliquée si celle-ci ne dépasse pas la moitié de la limite d'élasticité conventionnelle de l'austénite (0.2%) à la température de début de transformation martensitique.

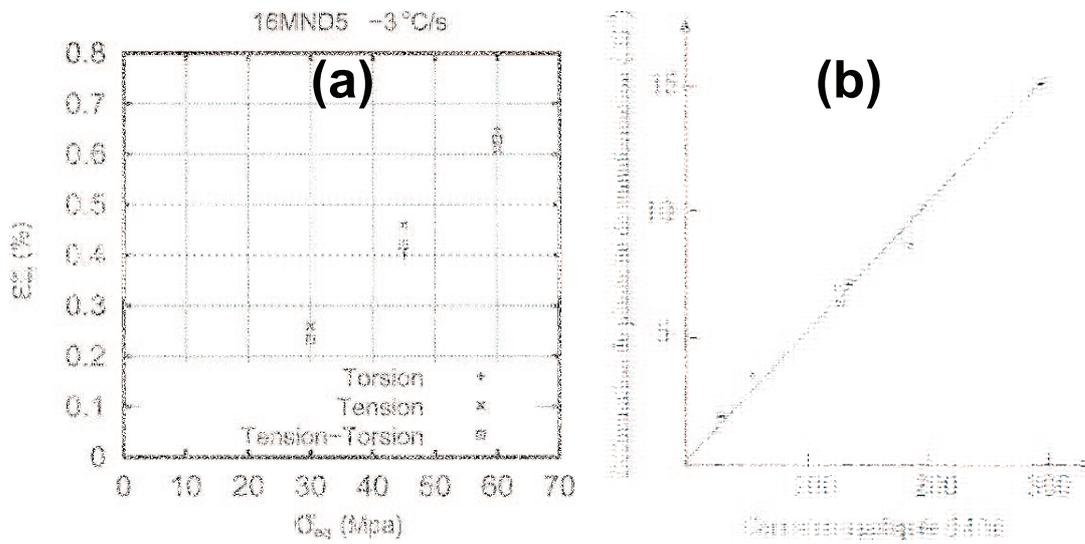


Fig. 4.20: Influence de contrainte appliquée sur la plasticité de transformation :
 (a) Déformation plastique équivalente finale en fonction de la contrainte équivalente pour différents cas de chargements biaxiaux sur l'acier 16MND5 (Coret *et al.*, 2002),
 (b) variation du TRIP avec la contrainte axiale appliquée (de compression) d'un acier 35NCD16 (austénitisé à 900° C), tiré de Petit-Grostabussiat (2000).

5.2 Influence de la taille de grain

En ce qui concerne l'évolution de la déformation de plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique, nous donnerons ici des comparaisons des résultats pour chaque cas de chargement mécanique à part (traction seule, torsion seule et traction avec torsion).

Cas de la traction seule

Nous avons comparé les résultats obtenus pour quatre campagnes d'essais, le chargement uni-axial de traction est considéré comme suit :

- (1) campagne sous traction à 57 MPa,
- (2) campagne sous traction à 92 MPa (1^{ère} campagne),
- (3) campagne sous traction à 92 MPa (2^{ème} campagne),
- (4) campagne sous traction à 115 MPa.

La figure 4.21 montre l'évolution de la valeur finale du TRIP sous chargement uni-axial de traction en fonction de la taille de grain austénitique.

De ces résultats, nous remarquons que, excepté pour la première campagne d'essais à 57 MPa, le TRIP semble augmenter avec la taille de grain austénitique.

Pour la première campagne, l'évolution du TRIP, contrairement aux autres cas, diminue avec l'augmentation de la taille de grain. Il faut noter que s'il s'agit de la même

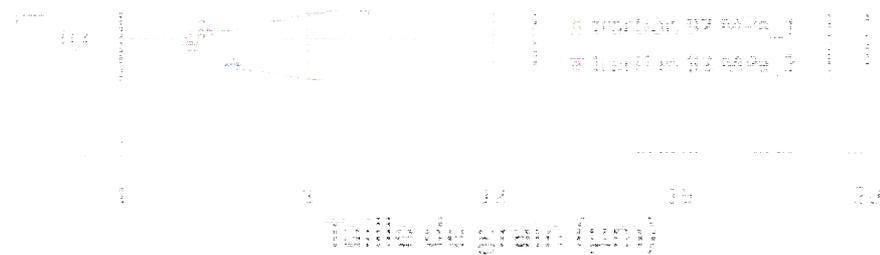


Fig. 4.21: Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique pour les cas de chargement en traction uniaxiale.

nuance d'acier, la première campagne a été réalisée sur des éprouvettes provenant d'un lot différent (matière fournie par Aubert et Duval) de celui servant à conduire les autres campagnes d'essais (matière fournie par Thyssen) et malgré qu'on a pris des précautions pour normaliser l'état initial de toutes les éprouvettes par un traitement thermique. Ce traitement a consisté en une austénitisation à 1050 ° C pendant 30 minutes suivie d'un refroidissement lent (dans le four), l'opération s'effectue sous atmosphère contrôlée (sous vide) afin d'éviter toute oxydation ou décarburation du matériau.

En général, la reproductibilité des résultats des trois dernières campagnes (particulièrement avec une contrainte de 92 MPa) nous mène à conclure que, pour le cas du chargement uni-axial de traction, le TRIP augmente légèrement avec l'augmentation de la taille de grain austénitique pour les conditions d'austénitisation considérées.

Cas de la torsion seule

La figure 4.22 montre l'évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation équivalente ($\varepsilon_{eq}^{pt} = \gamma^{pt}/\sqrt{3}$) en fonction de la taille de grain austénitique, obtenu à partir de la campagne d'essais sous torsion réalisée sous une contrainte équivalente de 92 MPa ($\sigma_{eq} = \tau \cdot \sqrt{3}$). On peut voir clairement que, pour le cas de la torsion pure, le TRIP est indépendant de la taille de grain austénitique pour les conditions d'austénitisation considérées.

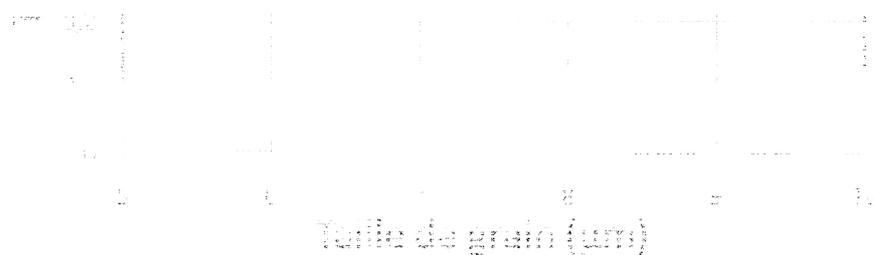


Fig. 4.22: Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique pour les cas de chargement en torsion.

Cas du chargement bi-axial traction + torsion

Pour le cas du chargement bi-axial de traction + torsion ($\sigma_{eq} = 130 \text{ MPa}$), la plasticité de transformation semble diminuer de façon linéaire avec l'augmentation de

la taille de grain austénitique. Donc, pour ce cas de chargement, nous pouvons dire que le TRIP est inversement proportionnel avec la taille de grain. Il semble aussi, que le facteur de proportionnalité est identique pour les composantes, axiale et de cisaillement, de la plasticité de transformation ainsi que pour la déformation équivalente mais cette diminution reste peu significative.

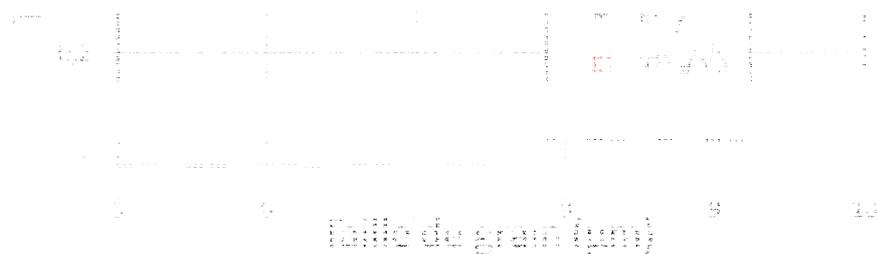


Fig. 4.23: Évolution de la valeur finale de la plasticité de transformation avec la taille de grain austénitique pour les cas de chargement bi-axial en traction + torsion.

5.3 Simulation du TRIP

La plupart des modèles existants, décrivant la plasticité de transformation, expriment le taux de plasticité de transformation comme fonction de la proportion de la phase nouvellement formée z . Ces modèles (présentés dans le chapitre 1) prennent en considération comme paramètres les grandeurs suivantes :

- La différence de compacité entre phases,
- La limite d'élasticité (des phases ou du mélange de phases),
- La contrainte appliquée.

Ces paramètres peuvent être aussi des fonctions de z . il est à noter qu'aucun de ces modèles considèrent implicitement le facteur taille de grain austénitique (une dépendance explicite peut être imaginée à travers la limite d'élasticité de la phase parente). La forme générale des modèles est donnée par la relation suivante (Taleb *et al.*, 2001) :

$$\dot{\varepsilon}^{pt} = k \left(\frac{\Delta V}{V}; \sigma_1^y \right) \cdot f_2(z) \dot{z} \cdot f_3(S, \sigma_y(z)) \quad (4.1)$$

L'équation 4.1 peut être intégrée donnant la forme suivante :

$$\varepsilon^{pt} = k \cdot g(z) \cdot \sigma \quad (4.2)$$

avec,

σ : est la contrainte appliquée (uni-axiale et constante),

k : est le coefficient de plasticité de transformation.

Le TRIP étant la déformation plastique induite par l'application de la contrainte, elle est nulle pour $z = 0$ et maximale pour $z = 1$. Donc, la fonction $g(z)$ est généralement normalisée : $g(0) = 0$ et $g(1) = 1$ (Fig. 4.24).

Le tableau 4.1 donne les fonctions $g(z)$ proposées par Desalos (1981) et Arbrassart (1972).

Référence	Arbrassart (1972)	Desalos (1981)
$g(z)$	$3 \cdot z - 2 \cdot z^{1.5}$	$z(2 - z)$

TAB. 4.1: Expressions des fonctions $g(z)$ proposées par Desalos (1981) et Arbrassart (1972) pour décrire la cinétique de plasticité de transformation.



Fig. 4.24: Fonctions $g(z)$.

5.4 Comparaison de l'expérience avec la simulation

Dans cette section, nous allons comparer les résultats expérimentaux avec ceux donnés par la modélisation. Dans le chapitre 1, nous avons donné une revue bibliographique sur les modèles existants, certains sont limités dans de cas unidimensionnel (ex. modèles de [Greenwood et Johnson \(1965\)](#), [Desalos \(1981\)](#)) et d'autres donnent des estimations pour le TRIP souvent très inférieures aux résultats expérimentaux (ex. [Arbrassart \(1972\)](#)). [Leblond *et al.* \(1989\)](#) considère une formulation qui utilise le modèle micromécanique d'une phase produite sphérique qui se développe sphériquement dans la phase parente sous charge extérieure faible qui mène à la relation suivante :

$$\dot{E}^{pt} = \frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} S \quad (4.3)$$

L'intégration numérique de l'équation 4.3 donne l'évolution de la plasticité de transformation avec l'avancement de la transformation $\varepsilon^{pt} = f(z)$. D'après [Taleb *et al.* \(2001\)](#), la formulation de Leblond est meilleure que les prédictions proposées par Arbrassart et Desalos vis-à-vis de la cinétique de plasticité de transformation. Toutefois, le modèle de Leblond a tendance à sur-estimer le TRIP, particulièrement au début de la transformation. Cette divergence est peut être liée à certaines hypothèses sur lesquelles Leblond s'est basé pour formuler son modèle. Parmi ces hypothèses, Leblond suppose un seuil ($z \leq 0.03$) où la plasticité de transformation est considérée nulle ([Taleb *et al.*, 2001](#)). Ensuite, [Taleb et Sidoroff \(2003\)](#) ont repris le modèle de Leblond en vérifiant les effets des différentes hypothèses de comportement admises par Leblond pour tenter de

lever la singularité à l'origine, c'est ce dernier modèle que nous avons choisi pour notre simulation, car il est plus récent.

L'expression du modèle de Taleb et Sidoroff est donnée par la relation suivante :

$$\dot{E}^{tp} = \begin{cases} -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z_l) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z \leq z_l \\ -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{\sigma_1^y} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z > z_l \end{cases} \quad (4.4)$$

avec,

$$z_l = \frac{\sigma_1^y}{2\Delta\varepsilon_{12}} \cdot \frac{4\mu + 3K}{9 \cdot \mu \cdot K} \quad (4.5)$$

Dans Taleb et Sidoroff (2003), $\Delta\varepsilon_{12}$ est estimé par,

$$\Delta\varepsilon_{12}(T) = (\alpha_2 - \alpha_1) \cdot (T - 20) + \Delta\varepsilon_{12}^{20^\circ C} \quad (4.6)$$

où α_2 et α_1 sont respectivement, les coefficients d'expansion thermique de la phase produite et de la phase parente.

Un écrouissage moyen global est pris en considération en supposant une limite élastique dépendante de la valeur moyenne de la déformation plastique à travers une lois d'écrouissage linéaire (Taleb et Sidoroff, 2003),

$$\sigma_1^y = \sigma_1^{y,0} + h \cdot E_1^{eff} \quad (4.7)$$

où σ_1^y est la limite élastique initiale et h est et le module d'écrouissage.

$$\dot{E}_1^{eff} = \begin{cases} -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{1-z} \ln(z_l) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z \leq z_l \\ -\frac{2\Delta\varepsilon_{12}}{1-z} \ln(z) \dot{z} \frac{3}{2} S & \text{si } z > z_l \end{cases} \quad (4.8)$$

Dans notre simulation, les paramètres du modèle ($\Delta\varepsilon_{12}$, $\sigma_1^{y,0}$, z_l et h) sont supposés constants dans l'intervalle de la transformation au refroidissement. Le tableau 4.2 donne les valeurs de ces paramètres calculés pour l'acier 35NCD16.

E (MPa)	$\Delta\varepsilon_{12}$	$\sigma_1^{y,0}$ (MPa)	z_l	h (MPa)
17602	0.009	240	0.1072	2798.9

TAB. 4.2: Valeurs des paramètres matériaux de l'acier 35NCD16 utilisés dans la simulation de la plasticité de transformation avec le modèle de Taleb et Sidoroff.

Les résultats de la confrontation de la simulation avec l'expérience sont montrés par la figure 5.4. Comme nous l'avons montré précédemment, le TRIP (dans le cas de la traction uniaxiale) dépend des conditions d'austénitisation et augmente légèrement avec la taille de grain austénitique, contrairement à la simulation où elle ne prend pas en compte ce paramètre. Cette différence est clairement apparente telle que nous pouvons l'observer sur la figure 5.4.

Il est à remarquer que, la simulation s'approche le mieux de l'expérience pour une condition d'austénitisation particulière, celle qui consiste à l'austénitisation à 900 °C sans durée de maintien (ce qui correspond à une taille de grain austénitique de 6.4 μm). Le TRIP est surestimé pour les températures d'austénitisation inférieures à 900°

(a)

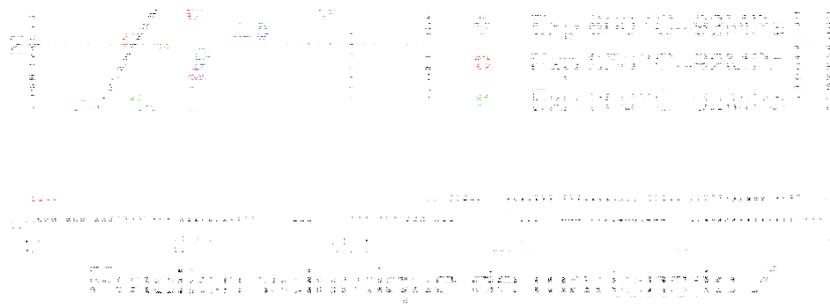


Fig. 4.25: Confrontation de la simulation avec quelques résultats expérimentaux :
Contrainte appliquée de traction de 92 MPa.

C (Fig. 5.4).

La limite d'élasticité est d'autant plus élevées que le grain est plus fin. Par exemple, selon la loi de Hall-Petch, elle dépend de l'inverse de la racine carrée de la taille de grain d (voir chapitre 1).

Pour tenir compte de l'écroûissage, le modèle de Taleb et Sidoroff (2003) considère la limite élastique de la phase austénitique comme une fonction linéaire de la déformation plastique moyenne due à la plastification de l'austénite par l'avancement de la phase martensitique (Eqs. 4.7 et 4.8). Cette fonction dépend implicitement de la taille de grain austénitique. Pour voir si cette dépendance est suffisante pour décrire les résultats expérimentaux, il aurait fallu appliquer le modèle avec différentes limites d'élasticité en rapport avec les conditions d'austénitisation.

En ce qui concerne les cas de chargement de torsion et traction + torsion, où le TRIP est indépendant ou peu dépendant de la taille de grain austénitique, le modèle serait inadapté.

6 Conclusion

Dans le but de montrer l'effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation dans les aciers, et pour le cas du chargement mécanique multiaxial, plusieurs séries d'essais de plasticité de transformation ont été réalisées. En ce qui concerne le chargement mécanique, nous avons considéré plusieurs niveaux de contraintes ap-

pliquées ainsi que différentes directions de chargement, à savoir : la traction uniaxiale, la torsion et le chargement biaxial de traction + torsion. En parallèle, différentes conditions d'austénitisation menant à différentes tailles de grain austénitique ont été considérées. Dans la plupart des essais, seule la température est prise comme paramètre d'austénitisation car, dans plusieurs essais, le maintien à très haute température complique le pilotage précis des essais.

L'analyse des résultats a montré que la taille de grain austénitique peut influencer sur le TRIP de manières différentes et cela suivant la direction et le cas du chargement mécanique et les conclusions suivantes ont été tirées :

- Dans le cas du chargement uniaxial de traction, la déformation de plasticité de transformation augmente légèrement avec la taille de grain austénitique,
- Dans le cas de chargement en torsion pure, la plasticité de transformation semble indépendante du grain austénitique,
- Dans le cas de chargement biaxial en traction + torsion, la plasticité de transformation diminue légèrement avec l'augmentation de la taille de grain austénitique mais son évolution est moins significative.

La simulation du TRIP a été comparée avec les résultats expérimentaux en considérant le modèle de [Taleb et Sidoroff \(2003\)](#). A travers la présence de la limite d'élasticité dans l'expression de ce modèle, ce dernier prévoit implicitement une plasticité de transformation décroissante avec l'augmentation de la taille de grain. Cette prédiction n'est pas complètement cohérente avec les résultats obtenus dans ce travail.

Conclusion Générale

La plupart des études concernant les conséquences mécaniques et métallurgiques sur les transformations en phase solide dans les aciers n'ont, souvent, pas pris en compte les effets de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. Bien que, des modèles mathématiques ont été établis décrivant l'évolution du grain austénitique au cours du chauffage (austénitisation) afin de prédire la grosseur du grain austénitique en fonction de la température en incluant les effets des éléments d'alliage. La majorité des résultats présentés ne concernait que les mêmes conditions d'austénitisation.

Par ailleurs, il a été mis en évidence dans la littérature un effet de la taille de grain sur les propriétés mécaniques de l'austénite métastable au cours de la transformation bainitique d'un acier *16MND5* mais l'évolution de la plasticité de transformation en fonction des conditions d'austénitisation (influence de la taille de grain austénitique) est un travail qui restait à faire et qui a été abordé ici.

Le travail entrepris vise la mise en place d'une base de données fiables afin de contribuer à une meilleure modélisation de la plasticité de transformation et sa dépendance de la structure métallurgique. Ainsi, un programme d'essais de plasticité de transformation sous différentes conditions d'austénitisation a été réalisé en tenant compte de :

- la composition chimique (teneur en éléments d'alliage) de l'acier de l'étude, qui est dans notre cas, le *35NCD16*,

-
- les températures d'austénitisation et les vitesses de chauffe,
 - les durées de maintien a hautes températures s'il est le cas.

Pour l'évolution de la taille de grain austénitique avec la température et le temps de maintien, nous avons montré que cette évolution peut obéir à loi d'Arrhenius. En ce qui concerne l'effet de répétition des cycles de dilatométrie sur les paramètres thermo-métallurgiques du matériau, nous avons constaté une certaine évolution de ces paramètres et une stabilisation relative n'intervient qu'après plusieurs cycles (environ 4).

Dans le but de montrer l'effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation dans les aciers, et pour le cas du chargement mécanique multiaxial, plusieurs séries d'essais de plasticité de transformation ont été réalisées. En ce qui concerne le chargement mécanique, nous avons considéré plusieurs niveaux de contraintes appliquées ainsi que différentes directions de chargement, à savoir : la traction uniaxiale, la torsion et le chargement biaxial de traction + torsion. En parallèle, différentes conditions d'austénitisation menant à différentes tailles de grain austénitique ont été considérées. Dans la plupart des essais, seule la température est prise comme paramètre d'austénitisation car, dans plusieurs essais, le maintien à très haute température complice le pilotage précis des essais.

L'analyse des résultats à montré que la taille de grain austénitique peut influencer le TRIP de manières différentes et cela suivant la direction et le cas du chargement mécanique ; les conclusions suivantes ont été tirées :

- dans le cas du chargement uni-axial de traction, la déformation de plasticité de trans-

formation augmente légèrement avec la taille de grain austénitique,

- dans le cas de chargement en torsion pure, la plasticité de transformation semble indépendante du grain austénitique,
- dans le cas de chargement bi-axial en traction + torsion, la plasticité de transformation diminue légèrement avec l'augmentation de la taille de grain austénitique mais son évolution est moins significative.

La simulation des essais avec un modèle de type Leblond ne permet pas de reproduire avec précision les résultats obtenus. En effet, ce type de modèle prévoit une plasticité de transformation qui évolue dans le même sens que la taille de grain austénitique ce qui n'est pas en accord avec l'ensemble de nos résultats.

Bibliographie

- ARBRASSART, F. (1972). *Influence des transformations martensitiques sur les propriétés mécaniques des alliages de système Fe – Ni – Cr – C*. Thèse de doctorat, Nancy, France.
- ASHBY, F. et EASTERLING, K. E. (1982). A first report on diagrams for grain growth in welds. *Acta. Metall.*, 30:1969–1978.
- BALDINGER, P., POSCH, G. et KNEISLAAS, A. (1994). Revealing austenitic grains in microalloyed steels by picric acid etching. *Pract. Metallogr.*, 31:252–261.
- BARRALIS, j. et MAEDER, G. (1982). *Métallurgie Tome I : métallurgie physique*. Collection Scientifique. ENSAM, Paris.
- BENSCOTER, A. (1985). *Carbon and Alloys Steels in Metals Handbook*, volume 9 de *Metallography and Microstructures*. États-Unis.
- CAVALLO, N. (1998). *Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la Z.A.T. lors d'une opération de soudage*. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France.
- CHUPATANAKUL, S. et NASH, P. (2006). Dilatometric measurement of carbon enrichment in austenite during bainite transformation. *Journal of Materials Science Letters*, 41(15):4965–4969.
- COLETTE, G. (1980). *Sur le comportement thermomécanique des matériaux et des structures métalliques*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.
- CORET, M., CALLOCH, S. et COMBESURE, A. (2002). Experimental study of the phase transformation plasticity of 16MND5 low carbon steel under multiaxial loading. *International Journal of Plasticity*, 18:1707–1727.

- DESALOS, Y. (1981). Comportement dilatométrique et mécanique de l'austénite métastable d'un acier A533. Rapport technique N° 95349401, IRSID, Saint-Germain-en-Lay, France.
- DESALOS, Y. (2003). Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages. *Techniques de l'Ingénieur - Traité Matériaux Métalliques*, M1(105):M1105.1–M1105.19.
- FISCHER, F., REISNER, G., WERNER, E., TANAKA, K., CAILLETAUD, G. et ANTRETTTER, T. (2000). A new view on transformation induced plasticity (TRIP). *International Journal of Plasticity*, 16:723–748.
- García de ANDRÉS, C., BARTOLOMÉ, M., CAPDEVILA, C., SAN MARTÍN, D., CABALLERO, F. et LÓPEZ, V. (2001). Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels. *Materials Characterization*, 46:389–398.
- GAUTIER, E., SIMON, A. et BECK, G. (1985). Etude du comportement mécanique associé à la transformation martensitique d'alliages de type Fe-Ni-C sollicités en fluage ou en traction. *7th International conference on strength of metal and alloys*, 12-16 août 1985, Montréal(ICSMA 7):569.
- GIRAULT, E., JACQUES, P., HARLET, P., MOLS, K., VAN HUMBEECK, J., AERNOUDT, E. et DELANNAY, F. (1998). Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels. *Materials Characterization*, 40:111–118.
- GREENWOOD, G. et JOHNSON, R. (1965). The deformation of metals under small stresses during phase transformations. *Proc. Roy. Soc.*, A283(403).
- HAKER, H. et GLAVAR, U. (2005). *Metal Ravne Steel Selector*. v.3.0. Metal Ravne Company, Slovenia.

- JOONG-HWAN, J. et CHONG-SOOL, C. (1998). Variation of stacking fault energy with austenite grain size and its effect on the M_S temperature of $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensitic transformation in Fe-Mn alloy. *Materials Science and Engineering*, (A 257):353–356.
- JU, W. Q., GUILLET, A. et TALEB, L. (2008). Influence of the austenite grain size on the mechanical behaviour of steels undergoing phase changes : Analyses through satoh tests. *Proceedings of the 2nd International Conference on Distortion Engineering*, 17-19 September(Bremen, Germany):355–362.
- LE MASSON, G. et BLAIN, L. (1976). *Matériaux de construction mécanique et électrique*. France.
- LEBLOND, J. et DEVAUX, J. (1984). A new kinetic model for anisothermal metallurgical transformations in steels including effect of austenite grain size. *Acta. Metal.*, 32(1): 137–146.
- LEBLOND, J., DEVAUX, J. et DEVAUX, J. (1989). Mathematical modelling of transformation plasticity in steel I : case of ideal-plastic phases. *International Journal of Plasticity*, 5:551–572.
- MAGEE, C. (1966). *Transformation Kinetics, Microplasticity and Ageing of Martensite in Fe – 31 – Ni*. Thèse de doctorat, Carnegie Institute of Technologie University, Pittsburgh.
- MAROPOULOS, S., KARAGIANNIS, S. et RIDLEY, N. (2007). Factors affecting prior austenite grain size in low alloy steel. *Journal of Material Sciences*, 42:1309–1321.
- MURRY, G. (1998). Transformations dans les aciers. *Techniques de l'Ingénieur - Traité Matériaux Métalliques*, M1(115):1–11.
- NAGAYAMA, K., TERASAKI, T., TANAKA, K., FISCHER, F., ANTRETTER, T., CAILLETAUD, G. et AZZOUZ, F. (2001). Mechanical properties of a Cr-Ni-Mo-Al-Ti ma-

- raging steel in the process of martensitic transformation. *Materials Science and Engineering*, A(308):25–37.
- PETIT-GROSTABUSSIAT, S. (2000). *Conséquences mécaniques des transformations structurales dans les alliages ferreux*. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France.
- PORTER, L. et ROSENTHAL, P. (1959). Effect of applied tensile stress on phase transformation in steel. *Acta. metall.*, 7:504–514.
- REED-HILL, R. E. (1973). *Physical Metallurgy Principles*. 2.
- ROS-YANEZ, T., HOUBAERT, Y. et MERTENS, A. (2001). Characterization of tripTRIP assisted multiphase steel surface topography by atomic force microscopy. *Materials Characterization*, 47:93–104.
- SEOK-JAE, L. et YOUNG-KOOK, L. (2008). Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels. *Materials and Design*, (29):1840–1844.
- SIMON, A., DENIS et S., Gautier, E. (1994). Effet des sollicitations thermomécaniques sur les transformations de phases dans l'état solide : Aspects métallurgique et mécanique. *Journal de Physique IV*, 4(Colloque C3, Supplément au journal de physique III):199–213.
- TALEB, L., CAVALLO, N. et WAECKEL, F. (2001). Experimental analysis of transformation plasticity. *International Journal of Plasticity*, 17:1–20.
- TALEB, L. et SIDOROFF, F. (2003). A micromechanical modeling of the greenwood-johnson mechanism in transformation induced plasticity. *International Journal of Plasticity*, 19:1821–1842.
- NF (2003). *Norme Européenne et Française : Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente*. NF EN ISO 643. France.

- TURTELTAUB, S. et SUIKER, A. S. J. (2006). Grain size effect in multiphase steels assisted by transformation-induced plasticity. *International Journal of Solids and Structures*, 43:7322–7336.
- VIDEAU, J., CAILLETAUD, G. et PINEAU, A. (1995). Experimental study of the transformation induced plasticity in a Cr-Ni-Mo-Al-Ti steel. *Journal de Physique IV*, 6(Colloque C1, Supplément au journal de physique III):465–474.
- YANG, H. S. et BHADESHIA, H. (2007). Uncertainties in dilatometric determination of martensite start temperature. *Materials Science and Technology*, 23(5):556–560.
- YANG, H. S. et BHADESHIA, H. (2009). Austenite grain size and the martensite-start temperature. *Scripta Materialia*, 60(7):493–495.
- ZHANG, L. et GUO, D. (1993). A general etchant for revealing prior-austenite grain boundaries in steels. *Materials Characterization*, 30:299–305.