HAL
open science

Influence de la transformation martensitique induite par la déformation sur le comportement mécanique d'aciers inoxydables duplex

Audrey Lechartier

To cite this version:

Audrey Lechartier. Influence de la transformation martensitique induite par la déformation sur le comportement mécanique d'aciers inoxydables duplex. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT : 2015GREAI107 . tel-01286219

HAL Id: tel-01286219

https://theses.hal.science/tel-01286219

Submitted on 10 Mar 2016

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.

UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Audrey LECHARTIER

Thèse dirigée par **Marc MANTEL**
et codirigée par **Muriel VERON**

préparée au sein **Laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et des Procédés (SIMaP)**
et de **École doctorale d'Ingénierie - Matériaux Mécanique Énergétique Environnement Procédé Production (I-MEP2)**

Influence de la transformation martensitique induite par la déformation sur le comportement mécanique d'aciers inoxydables duplex

Thèse soutenue publiquement le **15 décembre 2015**,
devant le jury composé de :

M. Frédéric PRIMA
Professeur, ENSCP Chimie ParisTech, Président
M. Pascal JACQUES
Professeur, Université Catholique de Louvain, Rapporteur
M. Cyril CAYRON
Collaborateur scientifique, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Rapporteur
Mme Sophie CAZOTTES
Maître de Conférence, INSA de Lyon, Examinatrice
M. Marc MANTEL
Professeur, Grenoble-INP, Directeur de thèse
Mme Muriel VERON
Professeur, Grenoble-INP, Co-directeur de thèse
M. Alexis DESCHAMPS
Professeur, Grenoble-INP, Co-encadrant de thèse
M. Nicolas MEYER
Docteur, UGITECH, Co-encadrant de thèse
M. Rafael ESTEVEZ
Professeur, Grenoble-INP, Invité

Remerciements

Le moment est venu pour moi de finaliser ce manuscrit en ayant une pensée pour toutes les personnes qui ont fait de cette thèse une expérience exceptionnelle.

En premier lieu je remercie vivement les membres de mon jury, qui ont accepté d'évaluer mon travail. Merci à Frédéric Prima pour avoir présidé ce jury ainsi qu'à Cyril Cayron et Pascal Jacques qui ont rapporté ce manuscrit. Un grand merci pour votre regard critique, juste, avisé et constructif qui m'a permis d'enrichir mes réflexions.

J'adresse maintenant un immense merci à tous mes encadrants qui furent nombreux mais qui ont chacun joué un rôle important au bon déroulement de cette thèse. Marc, merci pour ta disponibilité, tes conseils, je suis ravie d'avoir travaillé en ta compagnie car outre ton appui scientifique tu as toujours été là pour me soutenir et me conseiller. Muriel j'ai eu la chance de pouvoir travailler à tes cotés et de bénéficier d'une initiation au microscope électronique à transmission. Un grand merci pour l'aide que tu m'as apportée à la préparation de la soutenance et pour ta bonne humeur sans faille. Alexis je tiens à t'adresser un grand merci pour ta disponibilité tes remarques toujours très constructives, tu as l'art de mettre en perceptives les résultats. Je suis très heureuse d'avoir pu bénéficier de tes conseils pendant ces trois années. Rafael je tiens à te remercier car malgré un emploi du temps chargé tu as su trouver du temps pour m'expliquer et m'aider dans la partie modélisation. Un grand merci également à Nicolas qui a suivi de près mon travail pour Ugitech. Tu as toujours su trouver du temps pour répondre à mes questions et me proposer des solutions aux différents problèmes que j'ai pu rencontrer. Je finirai par un commentaire général sur votre enthousiasme et votre soutien tout au long de ce travail, ce fut un réel plaisir d'apprendre à vos côtés pendant ces trois années.

J'ai eu la chance d'effectuer ma thèse avec l'entreprise Ugitech que je remercie vivement

pour son accueil. La journée hebdomadaire passée à Ugine m'a permis de côtoyer de nombreuses personnes qui ont participé à ce travail. Tout d'abord merci à Dominique Ferrière de m'avoir accueilli au centre de recherche. Je pense également à Christophe Bourgin qui a libéré un peu de son temps pour participer à mes réunions d'avancement et à Christophe Vachet sans qui les modélisations Forge n'existeraient pas. Je remercie Maximilien Libert, Pierre Chemelle, Angélique Gauthier, Frédéric Bonifassi, Frédéric Moser, Emmanuel Vuattoux qui m'ont aidé pour les caractérisations microstructurales ou mécaniques de cette thèse. Merci à vous tous pour votre bonne humeur et vos conseils.

Au cours de cette thèse j'ai eu l'opportunité de travailler avec différentes personnes à qui j'adresse toute ma gratitude pour leur aide et leur participation au bon déroulement de ce travail. Un grand merci à Sophie Cazottes qui m'a permis d'effectuer un essai au laboratoire MATEIS de Lyon. Merci d'avoir accepté d'être examinatrice dans mon jury, tes remarques et tes conseils ont enrichi ma réflexion. Merci à Pierre Vacher qui m'a permis d'utiliser le logiciel de corrélation d'images 7D et à Guillaume Geandier pour l'initiation au logiciel Fullprof. J'ai une pensé également pour Thomas Buslaps responsable de la ligne Id15b à l'ESRF sur laquelle nos essais ont été réalisés. Je tiens à remercier tout le personnel du CMTC pour leur disponibilité et leur implication. Je pense notamment à Francine avec qui j'ai passé de nombreuses heures devant le MEB pour effectuer les essais de traction in situ. Je remercie également Guilhem pour son aide et son soutien sur la partie corrélation d'image in situ, ton enthousiasme déplace des montagnes. Merci à Gilles pour son aide sur le MET, à Frédéric de Gueuser pour les traitements des essais effectués à l'ESRF, à Marc Verdier et Solène pour les essais de nanoindentations et enfin à Patrice, stagiaire qui a grandement contribué à plusieurs résultats de ce travail.

Au cours de ces trois années j'ai eu l'occasion de rencontrer de nombreuses personnes au sein du laboratoire SIMaP et tout particulièrement dans le groupe Physique du Métal. Je tiens à saluer les permanents, les techniciens, ingénieurs mais aussi les doctorants avec qui beaucoup de bons moments ont été passés. Je peux notamment citer les barbecues, les sorties au bar mais aussi les parties de tarot du midi. J'adresse un immense merci à Fanny et Nicolas avec qui j'ai partagé le bureau pendant deux ans. Pleins de discussions endiablées autours d'un thé et parfois même de gâteaux ont fait de cette thèse un moment inoubliable.

Martin puis Hugo ont ensuite posé leurs valises dans le bureau, merci à vous deux pour votre bonne humeur. J'ai également une pensée pour Laurent qui a toujours été présent et de très bons conseils ainsi que pour Eva avec qui j'ai souvent partagé des tasses de thé au soleil et l'éprouvante période de rédaction. Je tiens également à remercier tous les autres doctorants qui ont participé à la bonne humeur générale, Thomas, Quentin, Rosen, Hasan, Mamhoud, Kitty, Solène, Nadia.

Pour finir je remercie mes amis et ma famille pour les sorties et leur soutien. Une pensée particulière pour Delphine et les moments passés à discuter de nos thèses. Un grand merci à mes parents, qui m'ont toujours soutenu et ont été présents dans tous les moments importants. Enfin, je remercie grandement Romain qui a été à mes côtés et a toujours su trouver les bons mots. Merci pour tous les bons moments passés ensembles.

Table des matières

Introduction **1**

1 État de l'art **5**

1.1 Les aciers inoxydables duplex 7

1.1.1 Structure et métallurgie 7

1.1.2 Propriétés mécaniques 9

1.1.2.1 Influence de la microstructure 9

1.1.2.2 Influence du traitement thermique 10

1.1.2.3 Influence de la composition chimique 10

1.2 Transformation martensitique 11

1.2.1 Généralités 11

1.2.2 La transformation par voie mécanique 14

1.2.2.1 Thermodynamique 14

1.2.2.2 Mécanisme de transformation 16

1.2.3 Influence de la transformation de phase sur les propriétés mécaniques 16

1.3 Facteurs métallurgiques influençant la transformation de phase 18

1.3.1 La composition chimique 18

1.3.2 La taille de grains 19

1.3.3 La température 21

1.3.4 Le mode de déformation 22

1.4 Modèles de la transformation martensitique 23

1.4.1 Modèle d'Olson et Cohen 24

1.4.2 Modèle de Stringfellow 26

1.4.3 Modèle de Tomita et Iwamoto 27
1.5 Conclusion 27

2 Méthodes expérimentales 29

2.1 Alliages étudiés 31
2.1.1 Élaboration et transformation des matériaux étudiés 31
2.1.2 Matériaux et caractérisations microstructurales 32
2.2 Caractérisation du comportement mécanique 34
2.2.1 Essais de traction 34
2.2.2 Mesure de dureté par nanoindentation 35
2.2.2.1 Principe 35
2.2.2.2 Propriétés mesurées 36
2.2.3 Mesure de champs cinématiques à l'échelle macroscopique 36
2.2.3.1 Description du dispositif expérimental 37
2.2.3.2 Exploitation des résultats 38
2.2.4 Mesure de champs cinématiques à l'échelle microscopique 39
2.2.4.1 Description du dispositif expérimental 39
2.2.4.2 Exploitation des résultats 41
2.3 Caractérisation de la transformation de phase par diffraction des rayons X à l'ESRF 42
2.3.1 Objectifs 42
2.3.2 Description du dispositif expérimental 42
2.3.3 Exploitation des résultats 44
2.4 Cartographies de phases et d'orientations en microscopie électronique en transmission 45
2.4.1 Préparation et dispositif expérimental 45
2.4.2 Principe 46

3 Effet de la composition chimique sur le comportement des alliages duplex 49

3.1 Matériaux et microstructure 51
3.1.1 Choix des alliages étudiés 51

3.1.2 Microstructure et composition des phases 52
3.1.3 Les pré-déformations 53
3.2 Comportement mécanique des alliages en traction uniaxiale 54
3.2.1 Influence de la composition chimique 54
3.2.2 Influence du traitement de mise en solution 56
3.2.3 Influence de la pré-déformation 58
3.3 Champs de déformations locaux 62
3.4 Influence de la transformation martensitique sur la distribution des déformations dans chacune des phases 66
3.4.1 Alliage A, sans transformation martensitique 67
3.4.2 Alliage D, avec une transformation martensitique au cours de la déformation plastique 69
3.5 Microstructure et transformation martensitique, analyse EBSD 73
3.6 Conclusion 76

4 Mise en oeuvre et caractérisation d'alliages modèles 79
4.1 Matériaux et microstructures 82
4.1.1 Composition des nuances 82
4.1.2 Traitements thermomécaniques 84
4.1.2.1 Nuance ferritique 84
4.1.2.2 Nuance austénitique 85
4.2 Comportement en traction des alliages élaborés 86
4.2.1 Caractéristiques mécaniques des alliages 86
4.2.2 Quantification de la transformation $\gamma \longrightarrow \alpha'$ 88
4.3 La transformation de phase dans la nuance duplex 90
4.3.1 Les mécanismes de la transformation martensitique 90
4.3.1.1 Après 10 % de déformation plastique 90
4.3.1.2 Après 20 % de déformation plastique 91
4.3.1.3 Déformations accumulées après un essai de traction 94
4.3.2 Répartition des déformations dans chacune des phases 96
4.4 Conclusion 98

5 Modélisation du comportement mécanique en traction 101

5.1 Démarche adoptée 103

5.2 Détermination des lois de comportement élasto-plastiques 104

5.2.1 L'acier inoxydable duplex 104

5.2.2 Lois de comportement des phases 105

5.3 Modèle d'homogénéisation suivant le schéma auto-cohérent 108

5.3.1 Modèle d'homogénéisation 108

5.3.1.1 Problème général de l'inclusion d'Eshelby en élasticité . . . 108

5.3.1.2 Schéma d'homogénéisation auto-cohérent 110

5.3.1.3 Extension non linéaire du schéma auto-cohérent 111

5.3.2 Schéma d'homogénéisation appliqué à notre étude 113

5.4 La transformation martensitique 113

5.4.1 Cinétique de transformation 113

5.4.2 Lois de comportement de la martensite 115

5.5 Comparaison des résultats expérimentaux et du modèle 117

5.5.1 Détermination du comportement effectif macroscopique de l'alliage duplex 117

5.5.2 Influence de la transformation martensitique sur la répartition des déformations dans chaque phase 118

5.5.3 Influence de la proportion des phases austénitiques et ferritiques . . . 120

5.6 Conclusion 122

6 Discussion 125

6.1 Les mécanismes de transformation 127

6.2 Cinétique de transformation 129

6.3 Influence de la transformation de martensitique sur la distribution des déformations 131

6.4 Retour sur la problématique industrielle 133

6.4.1 Nouvelle coulée laboratoire 133

6.4.2 Autre piste d'amélioration du compromis entre résistance à la traction et allongement 137

6.4.3 Influence du chemin de déformation 138

Conclusions et perspectives **143**

A Essai de traction in situ et EBSD **147**

Introduction

Depuis les années 70 les applications industrielles des aciers inoxydables duplex, caractérisés par une structure biphasée austénite-ferrite, ont progressivement augmenté. Cette famille d'aciers inoxydables présente une combinaison unique entre de bonnes propriétés mécaniques, une excellente résistance à la corrosion et une teneur en élément d'alliage comme par exemple le Ni et le Mo plus faible. Ils sont généralement utilisés pour des applications en milieux corrosifs comme l'industrie chimique, pétrochimique, la désalinisation, la pâte à papier... Cependant, malgré des propriétés intéressantes ces aciers restent relativement peu employés à cause d'une élaboration et d'une mise en oeuvre difficile.

Plus récemment, grâce à la mise au point de nouvelles nuances (*lean duplex*) sans molybdène et possédant une teneur très basse en Ni, les perspectives de développement ont été élargies. L'intérêt est de remplacer une partie des principaux aciers inoxydables austénitiques 304 et 316 qui représentent environ 70 % du marché mondial des aciers inoxydables par des nuances plus économiques. Compte tenu des multiples domaines d'application et d'un fort potentiel de développement, les aciers inoxydables duplex sont aujourd'hui largement étudiés. Les principaux axes de recherches sont la précipitation des phases intermétalliques, la demixition au cours du vieillissement, la résistance à la corrosion, la mise en oeuvre ou encore le comportement mécanique.

La mise sur le marché des aciers inoxydables *Lean Duplex* a par exemple permis de proposer des nuances plus performantes en termes de combinaison résistance mécanique / allongement à la rupture. Le comportement mécanique des nuances duplex peut être assez complexe. En plus du caractère biphasé avec deux phases aux propriétés mécaniques contrastées la phase austénitique est susceptible de se transformer en martensite au cours de

la déformation plastique. Cette transformation de phase induite par la déformation appelée effet TRIP (TRansformation Induced Plasticity) est responsable de l'excellent compromis résistance mécanique / allongement observé sur certains lean duplex, figure 1. Cette thèse participe aux récents travaux de compréhension de la transformation martensitique induite par déformation dans les alliages bihasés. Les études proposées tentent d'évaluer l'effet de plusieurs paramètres comme la composition chimique, la taille de grains, le chemin de déformation ou encore la température.

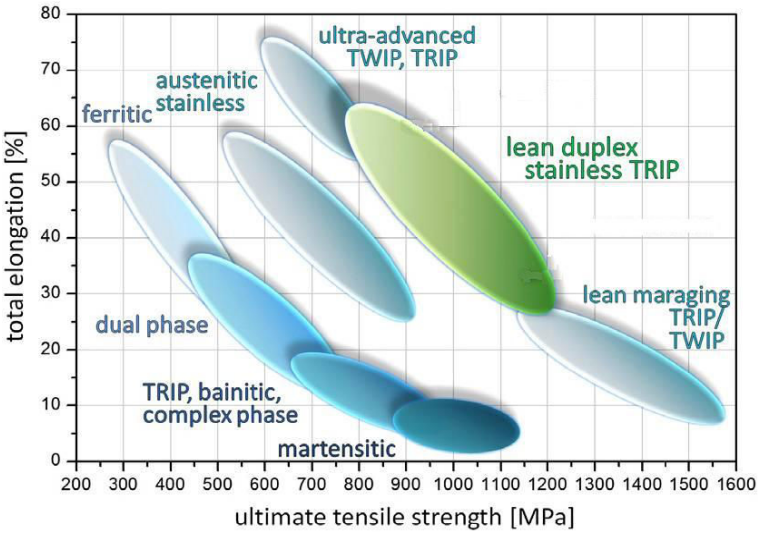


FIGURE 1 – Comparaison des propriétés en résistance à traction et en élongation des principaux aciers [HPR11].

Ce travail s'inscrit dans une démarche préalable de mise en fabrication de nouvelles nuances. Ugitech, producteur de produits longs en aciers inoxydables fabrique des barres en nuance lean duplex pour le marché du bâtiment. Les barres sont utilisées sous plusieurs formes pour renforcer les structures en béton : rond à béton, systèmes de connexion permettant de solidariser mécaniquement des éléments de maçonnerie... L'intérêt de l'acier inoxydable par rapport aux autres matériaux est triple : résistance à la corrosion pour la durabilité, propriétés mécaniques élevées et conductivité thermique basse pour limiter les ponts thermiques. Pour réussir à répondre au cahier des charges de certains clients, l'acier inoxydable duplex utilisé pour les systèmes de connexion doit présenter des propriétés mécaniques élevées. Le matériau doit pouvoir allier à la fois une résistance mécanique élevée (Rm $>$ 950 MPa) afin de supporter des charges statiques importantes et une ductilité considérable (A% $>$ 15). Les nuances actuellement produites par Ugitech de type 1.4362

et 1.4062 ne permettent pas de concilier la résistance élevée et un allongement suffisant. L'objectif industriel est de mettre au point une nuance lean duplex de type 1.4362 possédant un compromis résistance /allongement optimisé. Le tableau 1 présenté ci-dessous répertorie les compositions chimiques des principales nuances duplex suivant la norme EN 100088-1.

Table 1 – Plage de composition chimique (% en masse) des différents duplex selon la norme EN 100088-1.

Nom de l'alliage		C_{max}	C_{max}	C_{max}	Ni	Cr	Mo	N
Lean duplex	1.4062	0,03	1	2	1,0 à 2,9	21,5 à 24	$\leq$ 0,45	0,16 à 0,28
Lean duplex	1.4362	0,03	1	2	3,5 à 5,5	22 à 24	0,10 à 0,60	0,05 à 0,20
Duplex	1.4462	0,03	1	2	4,5 à 6,5	21 à 23	2,5 à 3,5	0,10 à 0,22
Super duplex	1.4410	0,03	1	2	6,0 à 8,0	24 à 26	3 à 4,5	0,24 à 0,35

Cet objectif industriel nous à conduit a plusieurs interrogations scientifiques, dont les réponses ont permis d'optimiser la composition de l'alliage et son procédé de traitement thermomécanique :

— Quelle est l'influence de la composition chimique sur la stabilité de l'alliage ?

— Quel est l'effet de la transformation martensitique sur le comportement mécanique ?

— Quels sont les mécanismes de déformation et de transformation induite ? Sont-ils identiques pour tous les aciers étudiés ?

— Quelle est l'influence de la structure multiphasée sur le comportement mécanique et la cinétique de transformation ?

— Comment décrire le comportement mécanique des aciers inoxydables duplex possédant une transformation de phase au cours de la déformation ?

Pour répondre à ces principales interrogations le manuscrit se divise en six chapitres.

Le premier chapitre présente au travers d'une revue bibliographique les propriétés métallurgiques et mécaniques des aciers inoxydables duplex. On abordera l'influence de la transformation martensitique sur les propriétés mécaniques avant de présenter différents facteurs métallurgiques influençant la transformation de phase.

Le chapitre deux présente les alliages étudiés ainsi que leur mode d'élaboration. Les méthodes de caractérisation employées au cours de cette thèse sont ensuite détaillées : la corrélation d'images a permis de mesurer la répartition des déformations au cours d'un essai

de traction alors que les essais de diffraction des rayons X à haute énergie ont permis la quantification de la phase martensitique. D'autres outils de caractérisation comme l'EBSD ou le MET ont été utilisés pour préciser les mécanismes de la transformation martensitique induite par la déformation. Le principe et l'intérêt de chacune des techniques sont précisés.

Le troisième chapitre a pour but de déterminer l'influence de la transformation martensitique sur le comportement mécanique. Pour cela quatre alliages d'aciers inoxydables duplex de stabilité distincte sont étudiés. Les caractérisations par diffraction des rayons X à haute énergie et par corrélation d'images sont employées pour rendre compte de l'effet de la transformation de phase sur le comportement en plasticité.

Dans le chapitre quatre, on compare la cinétique de transformation dans un alliage duplex et dans un alliage monophasé austénitique de même composition que la phase austénitique du duplex. Ceci nous renseigne sur l'influence de l'environnement (biphasage, taille de grains...) sur l'avancement de la transformation martensitique induite. Les mécanismes de transformation propres à la nuance duplex seront également mis en évidence grâce à des essais réalisés au MET.

Le chapitre cinq décrit la construction d'un modèle mécanique des nuances duplex à l'échelle des phases. La démarche adoptée pour élaborer le modèle sera détaillée et les paramètres nécessaires seront identifiés. Les prédictions du modèle seront confrontées aux résultats expérimentaux, par exemple à ceux obtenus grâce à la corrélation d'images.

Dans le chapitre six les principaux résultats obtenus au cours de ce travail de thèse seront discutés. Ce dernier chapitre permettra également revenir sur les objectifs d'application de ce travail dans le cadre industriel pour mesurer les avancées réalisées et proposer de nouvelles perceptives.

Chapitre 1

État de l'art

Au cours des 15 dernières années l'utilisation et le développement des aciers inoxydables lean duplex ont considérablement progressé. Du point de vue des propriétés mécaniques la démarche "d'alloy design" visant à ajuster la composition chimique pour favoriser l'effet TRIP, a permis d'augmenter les propriétés mécaniques des lean duplex et a fortement contribué à cette évolution positive.

Dans ce chapitre sont présentées les propriétés métallurgiques et mécaniques des aciers inoxydables duplex. La transformation martensitique dans le cas général et son influence sur les propriétés mécaniques sont décrites. Enfin, la présentation de facteurs métallurgiques ayant une influence significative sur la transformation de phase est abordée. Plusieurs de ces paramètres sont intégrés dans différents modèles décrivant la cinétique de transformation.

Sommaire

1.1 Les aciers inoxydables duplex 7

1.1.1 Structure et métallurgie 7

1.1.2 Propriétés mécaniques 9

1.2 Transformation martensitique 11

1.2.1 Généralités 11

1.2.2 La transformation par voie mécanique 14

1.2.3 Influence de la transformation de phase sur les propriétés mécaniques 16

1.3 Facteurs métallurgiques influençant la transformation de phase 18

1.3.1 La composition chimique 18

1.3.2 La taille de grains 19

1.3.3 La température 21

1.3.4 Le mode de déformation 22

1.4 Modèles de la transformation martensitique 23

1.4.1 Modèle d'Olson et Cohen 24

1.4.2 Modèle de Stringfellow 26

1.4.3 Modèle de Tomita et Iwamoto 27

1.5 Conclusion 27

1.1 Les aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables ont été découverts à la fin du 19ème siècle par l'allemand Hans Goldschmidt et sont particulièrement appréciés pour leur résistance à la corrosion. Ces aciers sont des alliages contenant une faible teneur en carbone et une teneur en chrome supérieure à 10,5 %. Le chrome présent en quantité importante confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion en permettant la formation d'une fine couche protectrice d'oxyde de chrome, appelée couche de passivation. Les aciers inoxydables peuvent alors être utilisés en milieu agressif dans des domaines d'applications variés (eau de mer, environnement chimique et pétrochimique, nucléaire...). Au début du 20ème siècle les grandes familles d'aciers inoxydables se développent, il est possible de distinguer les nuances ferritiques, martensitiques, austénitiques et austéno-ferritiques. Cette dernière nuance également appelée duplex lorsque l'acier contient en quantité égale de la ferrite et de l'austénite a été découverte par Hochmann lors d'essais de corrosion inter-granulaire sur des éprouvettes censées être en acier inoxydable austénitique [LP90].

1.1.1 Structure et métallurgie

Les aciers inoxydables austénitiques et lean duplex sont obtenus à partir d'un mélange des éléments principaux Fe-Ni-Cr. Une coupe pseudo-binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel est présentée sur la figure 1.1. La ligne en pointillée noire montre le cas d'une nuance austénitique de type 304 Fe20Cr10Ni qui est monophasée à partir d'une température de 1100 °C. La ligne en trait continue montre le cas schématique d'un nuance lean duplex. En augmentant le Cr et en diminuant le Ni on obtient une structure $\alpha + \gamma$ aux températures comprises entre 900 et 1200 °C. L'étape de refroidissement permet de garder cette structure à la température ambiante.

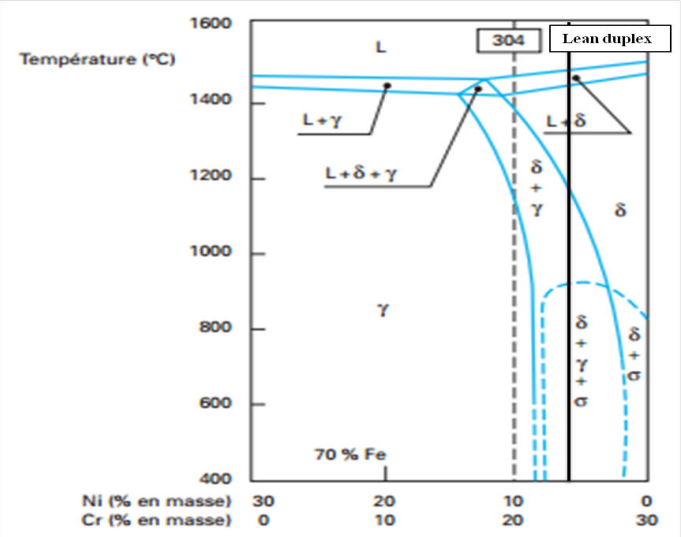


FIGURE 1.1 – Coupe pseudo-binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer [CUN10].

Les aciers duplex ont à température ambiante une structure composée à la fois d'austénite (phase γ, structure cubique à face centré) et de ferrite (phase α, structure cubique centré). Lors de la solidification, la coexistence des phases γ et δ n'est pas immédiate, l'alliage se solidifie d'abord entièrement en ferrite et ce n'est qu'au cours du refroidissement post solidification que la phase austénitique germe et croît à l'intérieur de la phase α.

Ces deux phases sont en équilibre au sein de l'alliage et leurs proportions à l'intérieur de l'alliage vont évoluer au cours des traitements thermomécaniques (laminage, traitement thermique de mise en solution). La fraction α/γ finale va dépendre des conditions d'hypertrempe et de la composition chimique, figure 1.1. En effet, plus la température du traitement thermique sera élevée et plus la teneur en ferrite sera importante. La composition chimique des aciers inoxydables est constituée d'un certain nombre d'éléments d'alliages, qui peut se répartir en deux catégories, les éléments gammagènes qui favorisent la structure austénitique et les éléments alphagènes qui favorisent la structure ferritique.

Éléments alphagènes :

Chrome, Cr : il confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion mais peut favoriser la formation de phases intermétalliques. Les aciers inoxydables duplex en contiennent au moins 20 %.

Molybdène, Mo : élément qui renforce l'action du chrome en conférant à l'acier une résistance à la corrosion par piqûre. Sa teneur est limitée à environ 7 % pour les aciers super

duplex car il favorise aussi la formation de phases intermétalliques nocives vis à vis de la résilience de l'acier. Les nuances lean duplex n'en contiennent pas.

Éléments gammagènes :

Nickel, Ni : il permet de retarder la formation de phase intermétalliques et d'augmenter la ténacité.

Manganèse, Mn : élément utilisé en substitution du nickel dans les nuances économiques.

Carbone, C : élément susceptible de précipiter pour former des carbures inter-granulaires fragilisants et dégradants la résistance à la corrosion (phénomène de corrosion inter-granulaire) lors d'un refroidissement lent ou d'un maintien en température au voisinage de 700 ° C. C'est pour cette raison que le traitement d'hypertrempe est réalisé.

Azote, N : il peut remplacer une partie du nickel grâce à son pouvoir gammagène. Il réduit l'énergie de faute d'empilement et augmente le taux d'écrouissage de la phase austénitique. Il augmente également la résistance mécanique en favorisant un durcissement par solution solide ainsi que la résistance à la corrosion par piqûre.

Selon leur pouvoir alphagène ou gammagène, les éléments constituant les matériaux sont affectés d'un coefficient. L'équilibre entre les éléments gammagène et alphagène est quantifié en terme de chrome ou nickel équivalent [LP90].

1.1.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex sont singulières. La combinaison des deux phases permet l'obtention d'une limite élastique élevée (caractéristique de la ferrite) et d'une bonne ductilité (caractéristique de l'austénite). Outre l'effet cumulé des deux phases, le comportement mécanique est fortement influencé par la composition chimique et les traitements thermomécaniques.

1.1.2.1 Influence de la microstructure

La structure biphasée des aciers inoxydables duplex conduit après transformation à chaud à une taille de grains (entre 5 et 20 μm) plus faible que celle des aciers inoxydables austénitiques ou ferritiques (entre 30 et 100 μm). Par déformation à froid il est possible d'affiner la taille de grains, l'application d'une déformation sévère réalisée par des procédés

de type ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) [Seg74], [Seg99] permet d'atteindre une taille de grains sub-micrométrique. Cette diminution, d'après la loi de Hall-Petch engendre une augmentation de la dureté. En utilisant ce type de méthode Maj et al.[MACM+14] ont réussi à accroître de manière significative la limite élastique. Cependant le gain obtenu en résistance mécanique obtenu par écrouissage à froid est au détriment de la ductilité, qui diminue drastiquement. Ce comportement implique des risques de rupture prématurée préjudiciable pour de nombreuses applications. La réalisation d'un traitement thermique à l'issue du procédé de déformation [CYJW12] permet d'obtenir un meilleur compromis résistance / allongement.

1.1.2.2 Influence du traitement thermique

Les aciers inoxydables duplex sont sujets suivant la température et la durée du traitement thermique à la formation de différentes phases intermétalliques. Elles entraînent une baisse de la résistance à la corrosion (par appauvrissement de la matrice) et une chute drastique des caractéristiques mécaniques.

La phase σ, la plus étudiée, se forme suivant l'alliage entre 600 et 1000 °C, elle est connue pour être dure, fragile et riche en chrome, molybdène. La classe des super duplex riches en ces deux éléments sont davantage sujets à cette fragilisation [AOR12]. Certains éléments d'alliages comme le Co, Al, N freinent la formation de la phase σ [PR02]. Kim et al. [KKK+13] ont montré que l'ajout de cérium suivant sa teneur pouvait entraver la formation de la phase σ et ainsi préserver la ductilité et la résilience de l'alliage.

Le traitement thermique peut également être utilisé pour modifier la proportion des phases ferritiques et austénitiques. Il a été montré que pour les aciers inoxydables duplex la proportion optimale était de 50 %. Dans ces conditions l'alliage possède un bon compromis résistance mécanique / allongement [dLCG15].

1.1.2.3 Influence de la composition chimique

Une augmentation des teneurs en chrome, molybdène ou cuivre favorise un durcissement par solution solide des deux phases. L'addition d'azote permet d'accroître la résistance mécanique en gardant un allongement intéressant [hMjZsG+11]. L'action durcissante

de l'azote concerne essentiellement la phase austénitique puisque la phase ferritique et rapidement saturée en éléments interstitiels.

Les aciers inoxydables lean duplex, faiblement alliés présentent de très bonnes caractéristiques mécaniques [WRL+14], [HPR11]. En effet, de par leur teneur modérée en éléments d'alliages la phase austénitique présente une transformation de phase au cours de la déformation plastique. La martensite formée va augmenter considérablement la résistance du matériau tout en participant à la déformation ce qui occasionne une bonne ductilité.

1.2 Transformation martensitique

1.2.1 Généralités

La transformation de l'austénite en martensite est appelée transformation displacive car elle intervient sans flux de diffusion, mais par un mouvement coopératif et coordonné des atomes, s'effectuant principalement selon un mécanisme de cisaillement [BD24], figure 1.2. Le déplacement des atomes s'effectue dans la direction de cisaillement, parallèlement à ce plan fixe. La vitesse de cette transformation est quant à elle uniquement limitée par la vitesse des ondes élastiques dans un solide.

La phase martensitique obtenue est une solution solide sursaturée où les atomes se situant sur les sites octaédriques engendrent une distorsion du réseau. Il existe essentiellement deux types de structures cristallines de la martensite dans les aciers :

— une structure quadratique centré (QC), caractéristique de la martensite α',

— une structure hexagonale compacte (HC), caractéristique de la martensite ϵ.

Cependant lorsque la teneur en carbone est faible la maille quadratique est considérée comme cubique centré (CC).

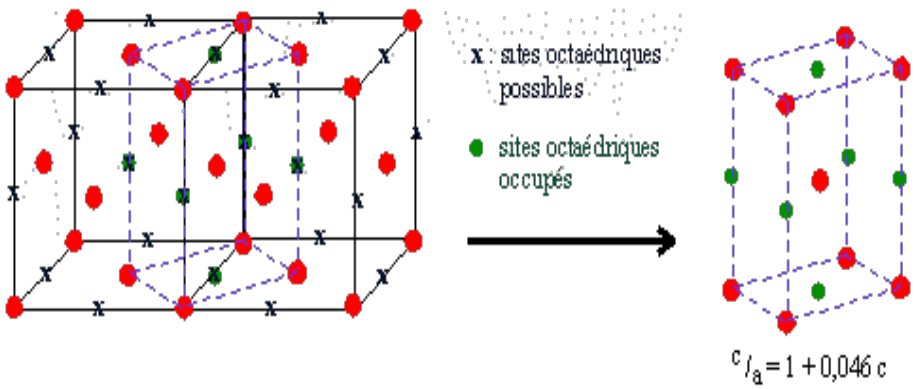


FIGURE 1.2 – Schéma de Bain du passage de l'austénite (γ) à la martensite (α')

Les phases austénitiques (structure cubique face centré) et martensitiques (structure cubique centré) appartiennent à deux systèmes cristallins distincts qui n'ont pas la même compacité, il existe donc une variation volumique à l'échelle macroscopique lors de la transformation. Selon le mécanisme de Bain la transformation martensitique se manifeste dans le réseau cristallin austénitique et est associée à un glissement cristallographique. Les deux phases dépendent l'une de l'autre et leurs orientations cristallographiques sont donc interdépendantes. Les relations d'orientations entre le réseau cristallin de la martensite formée et le réseau de l'austénite ont été déterminées par plusieurs auteurs. Voici différentes relations présentes dans la littérature.

TABLE 1.1 – Relation d'orientation

Nom	Relation d'orientation
Bain [BD24]	$(100)_\gamma//(100)_{\alpha'}$ $[011]_\gamma//[001]_{\alpha'}$
Kurdjumov-sachs (K-S) [KS30]	$(111)_\gamma//(110)_{\alpha'}$ $[0\bar{1}1]_\gamma//[1\bar{1}1]_{\alpha'}$
Sachs, Nishiyama [VN77]	$(101)_\gamma//(111)_{\alpha'}$ $[12\bar{1}]_\gamma//[10\bar{1}]_{\alpha'}$

Une "*nouvelle*" théorie est introduite par Cayron [Cay13], [Cay15] comme alternative à la théorie phénoménologique des transformations martensitiques. La remise en cause des principaux modèles de transformation martensitique prend appui sur le fait qu'il est souvent

impossible de définir précisément une relation d'orientation entre les grains de martensite et d'austénite. Ces observations sont basées sur l'exploitation de figures de pôles obtenues en diffraction des rayons X où en EBSD, figure 1.3. De plus pour le moment les différentes étapes de la transformation de phase n'ont jamais été observées expérimentalement. Finalement la théorie proposée repose sur une transformation en une seule étape '*one step*' basée sur une distorsion angulaire.

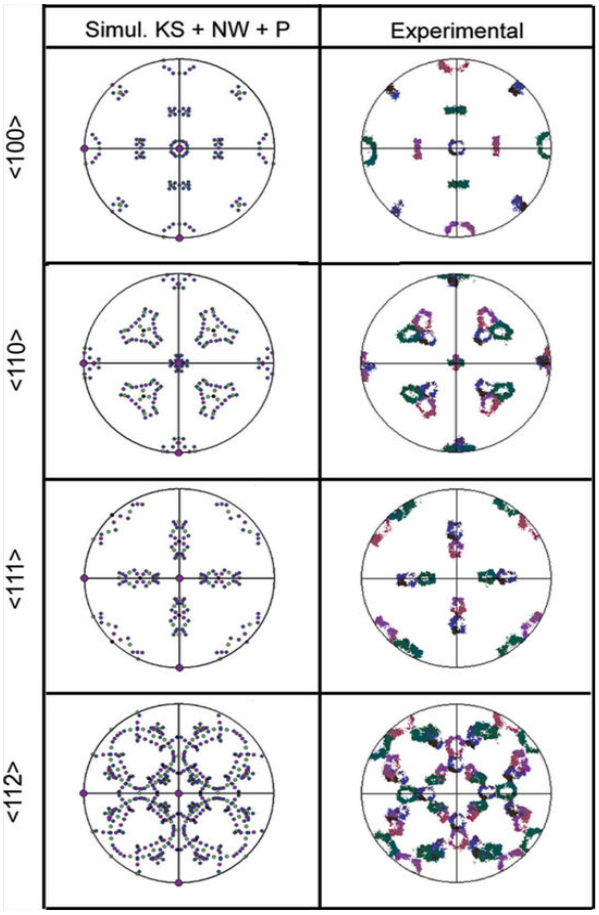


FIGURE 1.3 – Figures de pôles caractéristiques d'une transformation martensitique pour les plans ⟨100⟩, ⟨110⟩, ⟨111⟩ et ⟨112⟩. La première colonne représente les 24 variants K-S en bleu, les 12 variants de N-W en violet et les 12 variants de Pitsch en vert. La deuxième colonne représente les figures de pôles expérimentales de la transformation martensitique obtenues pour un acier 9Cr-1Mo-0.1C [Cay13].

La transformation s'effectuant par voie thermique est quasi-instantanée et est caractérisée par la température Ms à laquelle l'austénite commence à se transformer en martensite. Ms est étroitement dépendante de plusieurs paramètres comme la taille de grains, la limite élastique ou encore la composition chimique. Ce dernier paramètre a fait l'objet de plusieurs études aboutissant à des formules empiriques reliant la température Ms à la composition

chimique.

$Ms(C) = 1302 - (42Cr) - (61Ni) - (33Mn) - (28Si) - 1667(C + N)$ Lacombe et Béranger [LP90]

1.2.2 La transformation par voie mécanique

1.2.2.1 Thermodynamique

La transformation d'origine mécanique, contrairement à la transformation d'origine thermique peut s'effectuer à des températures supérieures à Ms par application d'une contrainte externe. Cet apport d'énergie mécanique permet de modifier la température de début de transformation, cependant au dessus de la température Md il n'est plus possible d'induire cette transformation quel que soit le niveau de contrainte appliqué. La figure 1.4 schématise les conditions de formation de la martensite en fonction de la contrainte et de la température.

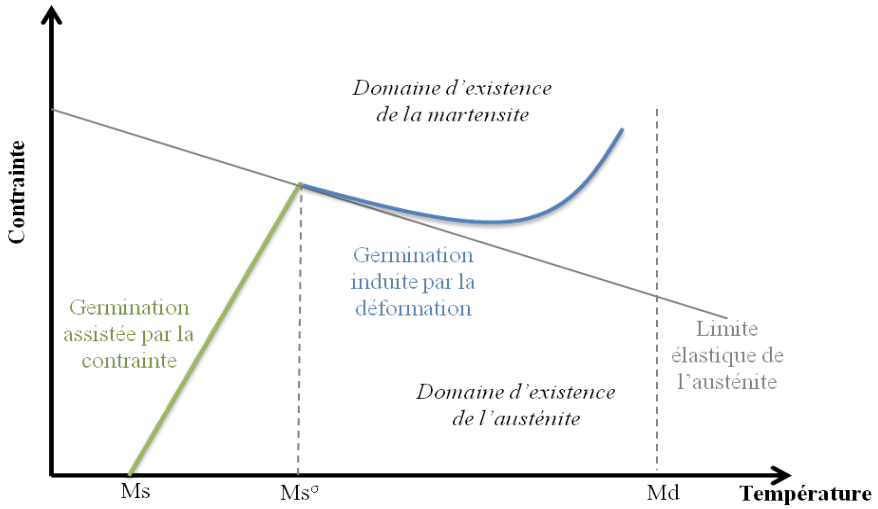


FIGURE 1.4 – Illustration schématique de la variation de la contrainte critique avec la température. Reproduction du schéma d'Olson et Cohen [OC72].

Pour des températures comprises entre Ms et M_S^σ, la contrainte critique de début de transformation varie linéairement avec la température. Elle est inférieure à la limite d'élasticité σ_γ de l'austénite. Dans ce domaine c'est donc l'énergie élastique qui déclenche

prématurément la transformation qui est dite assistée par une contrainte. A la température M_S^σ, la contrainte critique de transformation et la limite élastique sont confondues. Lorsque la température est supérieure à M_S^σ, la contrainte nécessaire à la transformation est supérieure à la limite d'élasticité σ_γ de l'austénite. Dans ce domaine, la compétition importante entre la création de nouveaux sites de germinations et la consolidation de la phase mère, entraîne une variation entre la contrainte et la température de début de formation. Lorsque la température est supérieure à Md la déformation plastique consolide l'austénite et devient le principal mécanisme de déformation, la transformation martensitique est alors impossible.

La transformation martensitique a été largement étudiée pour les aciers inoxydables austénitiques et son étude a été étendue depuis quelques années aux aciers inoxydables duplex. Les différentes études réalisées ont mis en évidence un paramètre empirique utilisé pour caractériser la capacité de l'austénite à se transformer en martensite lors d'une déformation. La température Md_{30} est le paramètre déterminé pour la première fois par Angel [Ang54] pour les aciers austénitiques, il dépend principalement de la composition chimique. Md_{30} est la température pour laquelle 50 % de martensite a été formée après une déformation vraie de 30 %. A ce jour plusieurs formules empiriques ont été proposées.

$Md_{30}(°C) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo)$ Equation d'Angel [Ang54]

$Md_{30}(°C) = 551 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 29(\%Ni + \%Cu) - 18,5(\%Mo) - 68(\%Nb)$ Equation de Nohara [NOO77]

$Md_{30}(°C) = 580 - 520(\%C) - 2(\%Si) - 16(\%Mn) - 16(\%Cr) - 23(\%Ni) - 26(\%Cu) - 300(\%N) - 10(\%Mo)$ Equation de Zhang [ZH13]

Dans ces différentes formules, les éléments d'alliages de l'acier sont exprimés en pourcentage massique.

1.2.2.2 Mécanisme de transformation

Le mécanisme de germination est essentiellement contrôlé par l'énergie de faute d'empilement (EFE) [OC72], [Ols75]. Cette énergie est fortement dépendante de la composition chimique mais aussi de la température [RP77] [RPT78] [LR71]. Deux expressions couramment utilisées pour les aciers totalement austénitiques sont données ci dessous :

$EFE(mJ.m^{-2}) = -53 + 6,2Ni + 0,7Cr + 3,2Mn + 9,3Mo$ Equation de Schramm et Reed [SR75]

$EFE(mJ.m^{-2}) = -25,7 + 2Ni + 410C - 0,9Cr - 77N - 13Si - 1,2Mn$ Equation de Pickering [Pic88]

Deux mécanismes peuvent être proposés suivant la valeur de l'EFE de l'acier :

— Une forte énergie de faute d'empilement conduit à un mécanisme CFC $\longrightarrow$ QC.
  La phase martensitique (QC) se forme à partir de la phase austénitique (CFC) par deux cisaillements consécutifs ou simultanés laissant deux plans invariants. Les sites de germination de la martensite dans ce cas, sont les macles et / ou les faute d'empilement induits par la déformation.

— Une faible énergie de faute d'empilement conduit à un mécanisme supplémentaire : CFC $\longrightarrow$ HC $\longrightarrow$ QC [Ols75].
  En premier lieu la martensite ϵ (HC) se forme sur les plans (111) de l'austénite par superposition de défauts d'empilement. Puis la martensite α' (QC) se forme :
  — à l'intersection de deux plaquettes de martensite ϵ
  — à l'intersection d'une plaquette ϵ et d'une bande de glissement
  — à l'intersection d'une plaquette ϵ et d'une macle mécanique

1.2.3 Influence de la transformation de phase sur les propriétés mécaniques

La transformation martensitique induite par déformation plastique a été observée sur diverses nuances d'aciers inoxydables duplex. Herrera et al. [HPR11] ont mis en évidence

cette transformation au cours d'un essai de traction uniaxiale en comparant une nuance de type 1.4362 et une nuance de type lean duplex au Mn, dans laquelle la baisse de la teneur en Ni a été compensée par une diminution du Cr et une augmentation du Mn et du C. Le tableau 1.2 présente les compositions des alliages. Le choix de ces éléments permet de diminuer la stabilité de l'austénite et d'obtenir une phase métastable où la transformation martensitique aura lieu à des déformations élevées. On constate figure 1.5 que les courbes de traction des deux nuances sont très différentes. Le 1.4362 présente une consolidation modérée alors que le duplex au Mn présente une consolidation marquée à partir de 25 % de déformation. Ce phénomène est associé à la transformation martensitique induite et se traduit par une augmentation conjointe de l'allongement et de la résistance.

Table 1.2 – Composition chimique (% en masse) de la nuance 1.4362 et la nuance modifiée [HPR11]

Nuance	Cr	Ni	N	Mn	C	Cu	Si	Mo
1.4362	22	4	0,03	-	0,003	-	-	0,3
1.4362 au Mn	19,9	0,42	0,16	4,79	0,11	0,46	0,35	-

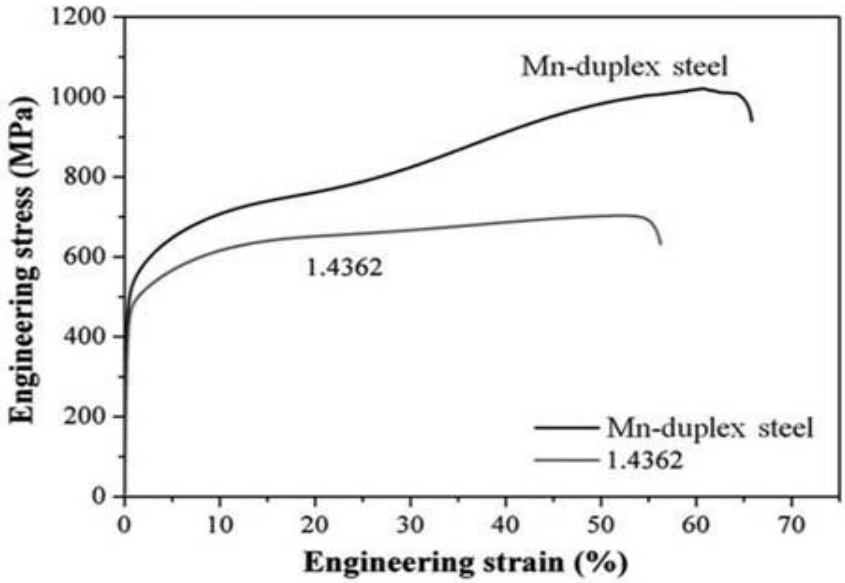


Figure 1.5 – Comparaison des courbes conventionnelles de traction pour les alliages 1.4362 et 1.4362 Mn [HPR11]

1.3 Facteurs métallurgiques influençant la transformation de phase

De nombreux paramètres sont susceptibles d'influencer la transformation martensitique et de modifier en conséquence le comportement mécanique de l'alliage.

1.3.1 La composition chimique

La présence des éléments d'alliages a une forte influence sur la stabilité de la phase austénitique. Le paramètre empirique Md_{30} présenté dans la partie 1.2.2.1 permet de quantifier l'impact de la composition chimique sur la transformation de phase pour une température donnée. De manière générale l'ajout d'un élément d'alliage augmente la stabilité de la phase austénitique et contribue à diminuer Md_{30} [ZRX+14], [JGZJL12].

Des auteurs [CJHP12b], [CJHP12a], [CJHP11] ont par exemple cherché à caractériser l'influence de la teneur en azote sur des aciers inoxydables duplex à très basse teneur en nickel. L'ajout d'azote à des teneurs élevées est possible à condition que les teneurs en manganèse et en chrome soient élevées afin d'augmenter la solubilité de l'azote dans l'alliage. Les compositions des alliages sont visibles dans le tableau 1.3. Les résultats montrent que l'augmentation de la teneur en azote accroît la fraction d'austénite et la stabilité de l'austénite (diminution du paramètre Md_{30}).

D'un point de vue mécanique, l'augmentation du pourcentage d'austénite joue un rôle positif sur le compromis/résistance allongement. En effet, pour cette nuance métastable la stabilité croissante entraînée par l'ajout d'azote participe également à l'optimisation du compromis, figure 1.6 [CJHP12a].

Table 1.3 – Composition chimique (% en masse) des quatre nuances étudiées par [CJHP12a]

Nuance	Cr	Ni	N	Mn	C	Si	Md_{30}	Fraction austénite
0,1 N	20,30	0,20	0,102	5,05	0,021	0,22	99	0,18
0,2 N	20,19	0,20	0,188	5,15	0,018	0,19	66	0,42
0,3 N	20,08	0,23	0,283	5,06	0,020	0,19	40	0,54
0,35 N	20,25	0,23	0,354	4,80	0,018	0,21	17	0,73

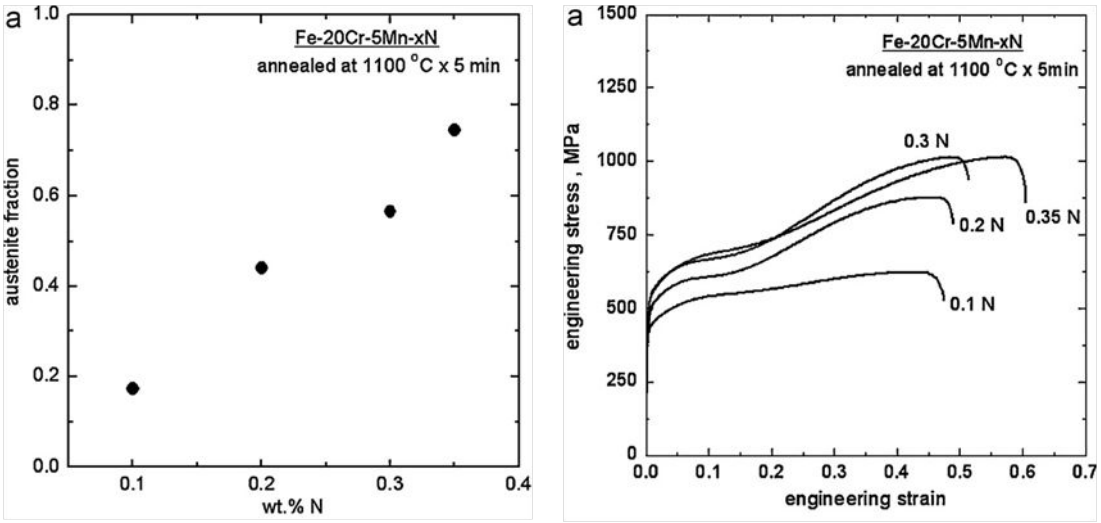


FIGURE 1.6 – Fraction de phase austénitique et courbes conventionnelles de traction pour différentes teneurs en azote [CJHP12a]. Étude réalisée sur un acier inoxydable duplex.

1.3.2 La taille de grains

La taille de grains est identifiée depuis longtemps comme paramètre influençant la transformation martensitique. Nohara [NOO77] en 1977 a proposé une formule reliant la température Md_{30} à la taille de grains. Lorsque la taille de grains diminue le paramètre Md_{30} augmente, ce qui correspond à une stabilisation de la phase austénitique.

$$Md_{30}(C) = 551 - 462(C+N) - 9,2(Si) - 8,1(Mn) - 13,7(Cr) - 29(Ni+Cu) - 18,5(Mo) - 68(Nb) - 1,42(d-8) \quad (1.1)$$

Cet effet de la taille de grains est difficile à interpréter. Des auteurs ont montré [KMTK13], [YOE+15] que les mécanismes de déformation changeaient en fonction de la taille de grains. Kisko et al. ont montré que pour des grains de 1,5 ; 4 et 18 μm le taux de martensite augmente graduellement avec la taille de grains. En revanche, ces auteurs ont également montré que le taux de martensite formé pour un alliage possédant des grains d'environ 500 nm est plus important que pour des grains de 18 μm. Ce phénomène est expliqué par l'augmentation du nombre d'interfaces pouvant engendrer la germination de la martensite α', figure 1.7.

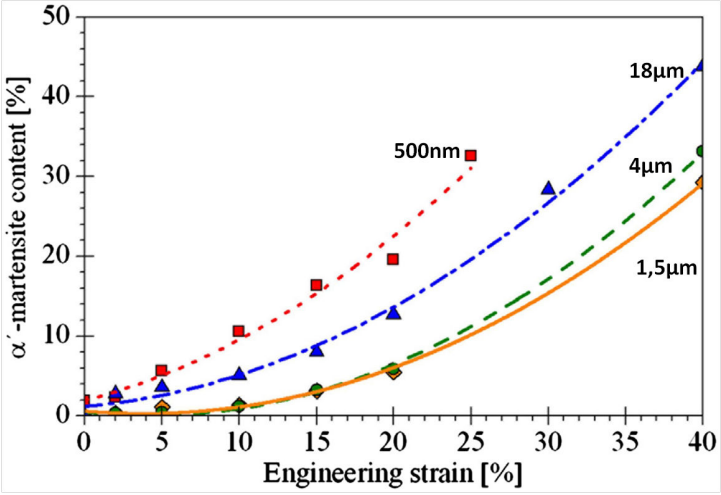


FIGURE 1.7 – Pourcentage de martensite en fonction de la déformation conventionnelle pour différentes tailles de grains. Étude réalisée sur un acier inoxydable austénitique 15cr-9Mn-Ni-Cu [KMTK13].

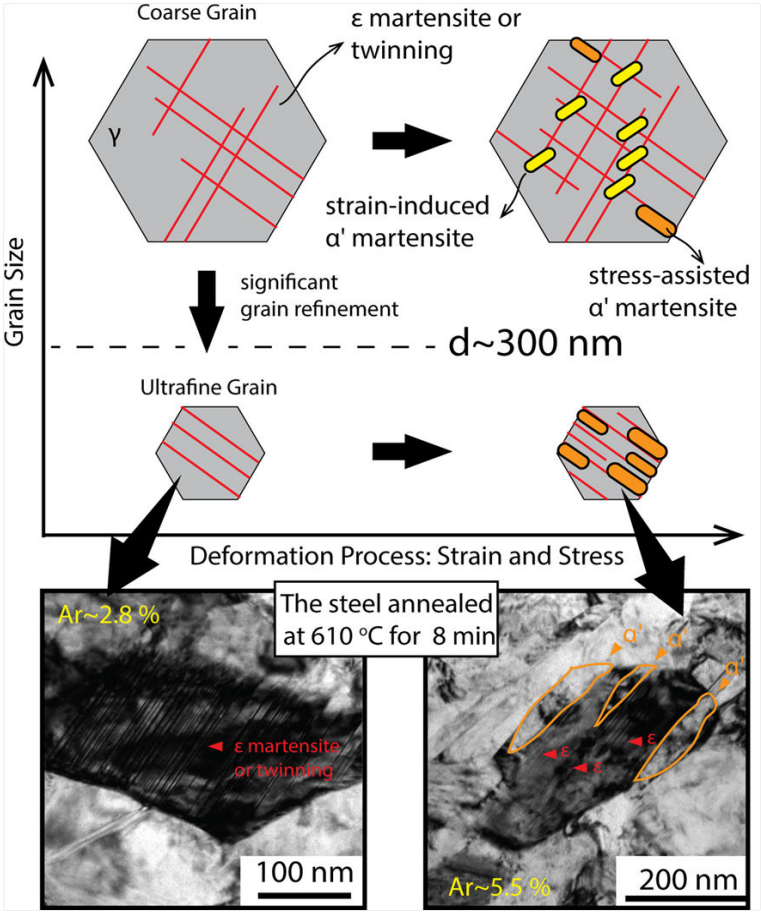


FIGURE 1.8 – Diagramme schématique et image TEM réalisée sur un acier 610SA. Relation entre la taille de grains et les mécanismes de déformation [YOE+15].

Yen et al. [YOE+15] ont également étudié des alliages à très petits grains et présentent des résultats significativement différents. En effet, ils ont identifié que lorsque la taille de grains est inférieure à environ 300 nm, il n'existe qu'un seul variant de martensite ϵ, figure 1.8. Dans ce cas la transformation martensitique est uniquement assistée par la contrainte, ce qui diminue le taux de martensite formée.

D'autres auteurs [Mar11], [VKMS94] ont étudié des grains de taille plus importante, compris entre 5 - 250 μm et montrent que le taux de martensite formée augmente graduellement avec la taille de grains.

1.3.3 La température

La température est un paramètre influençant la transformation martensitique. Lors d'un essai de traction, l'énergie nécessaire à une transformation martensitique est majoritairement apportée par l'énergie de Gibbs de transformation $\gamma \longrightarrow \epsilon$, terme qui dépend de la température.

Les changements de stabilité engendrés par la température ont une forte influence sur le comportement mécanique. Par exemple, Hamada et al.[HKMT13] ont montré que la transformation de phase débute plus tôt lorsque la température diminue, figure 1.9.

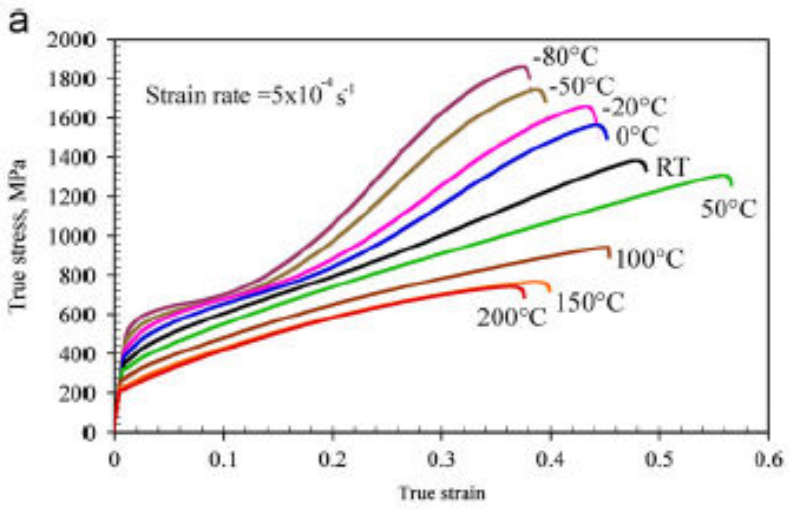


FIGURE 1.9 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable austénitique [HKMT13].

Un traitement thermique préalable peut également avoir des conséquences sur la transformation de phase lors de l'essai de traction. Ran et al. [RXL+14] ont montré sur

des aciers inoxydables duplex que l'augmentation de la durée d'un traitement à 700 ° C (1 h à 7 h) engendre une diminution de la stabilité de l'austénite au cours de la déformation. Ce phénomène est expliqué par la précipitation de carbures de chrome ($M_{23}C_6$) qui appauvrissent la matrice en Cr et en C. Ceci a pour conséquence l'augmentation du paramètre Md_{30}. La cinétique de transformation de l'alliage change et on observe un début de transformation pour un taux de déformation plus faible, figure 1.10.

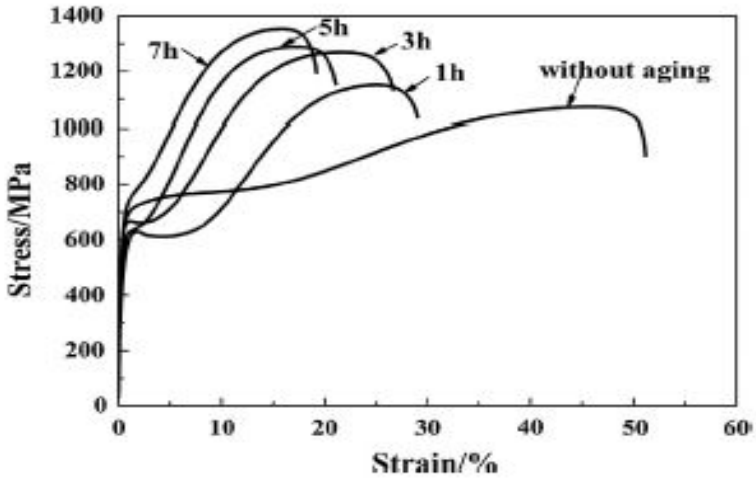


FIGURE 1.10 – Influence de la durée d'un traitement thermique de vieillissement sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex [RXL+14].

1.3.4 Le mode de déformation

Suivant le type de déformation effectué la cinétique de transformation évolue. Murr et al. [MSH82] ont montré sur un acier inoxydable (304), qu'un essai de traction biaxiale favorise la transformation de phase par rapport un essai de traction uniaxiale. Iwamato et al. [ITT98] ont réalisé des essais de traction et de compression uniaxiale sur un acier inoxydable austénitique 304. Ils montrent que l'évolution de la transformation dépend du niveau de déformation. En effet, pour des faibles déformations c'est l'essai de compression qui engendre le plus de martensite, alors que c'est l'essai de traction qui génère le plus de martensite pour les grandes déformations , figure 1.11. Ce résultat est confirmé par Lebedev et al. [LK00] qui ont montré qu'un essai de traction favorise le passage $\gamma \longrightarrow \alpha'$ par expansion de volume.

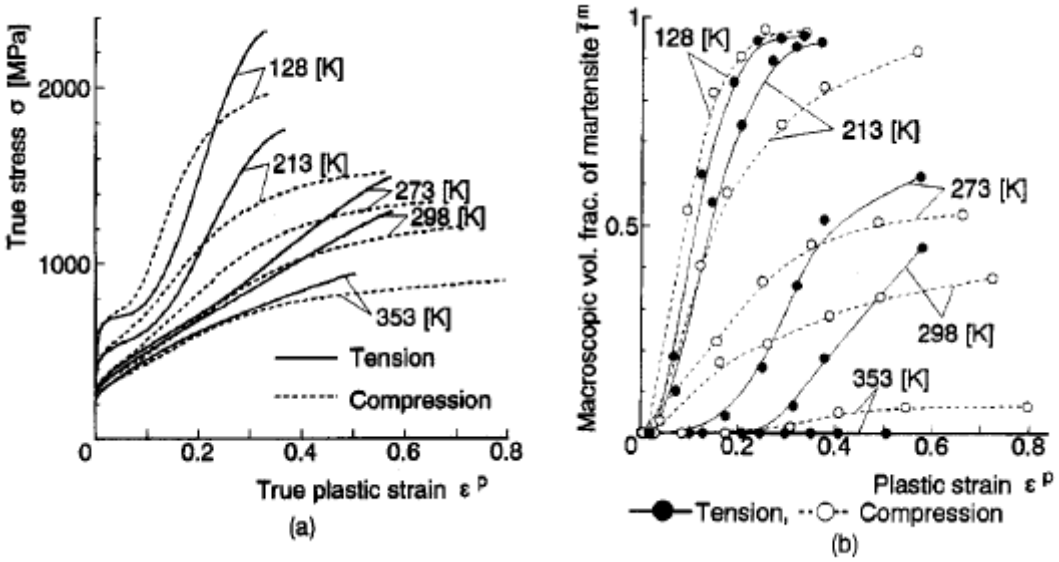


FIGURE 1.11 – Graphique de gauche : contrainte en fonction de la déformation plastique et graphique de droite : fraction de martensite en fonction de la déformation pour des essais de compression et de traction [ITT98].

Outre l'influence du chemin de déformation, la vitesse de déformation semble également avoir un impact. En règle générale les auteurs ont montré [THNP05], [HKMT13] qu'une augmentation de la vitesse entrave la transformation martensitique. Cependant il est difficile de découpler l'influence de la vitesse de celle de la température car lors d'un essai à grande vitesse la température de l'échantillon ne peut pas être isotherme. La dissipation de l'énergie n'étant pas suffisante un échauffement est provoqué entraînant une diminution de la formation de martensite.

1.4 Modèles de la transformation martensitique

Dans cette partie on s'intéresse seulement aux modèles de transformation martensitique induite par la déformation plastique. Plusieurs auteurs [LP72] [MT70] [VCR09] ont montré que les joints de grains, de macles ainsi que l'intersection des bandes de glissements sont des sites préférentiels à la germination de la phase martensitique. Les modèles présentés sont basés sur constats physiques.

1.4.1 Modèle d'Olson et Cohen

Olson et Cohen [Ols75] ont développé un modèle à base physique décrivant la cinétique de la transformation martensitique en fonction de la déformation plastique. Dans leur modèle ils considèrent que les intersections des bandes de cisaillement sont des sites préférentiels pour la germination de la martensite. Le volume libre de ces bandes décroit linéairement avec la déformation plastique, on peut écrire la variation de la fraction volumique des bandes f_{sb} en fonction du taux de déformation ϵ

$$\frac{df^{sb}}{1-f^{sb}} = \alpha.d\epsilon \tag{1.2}$$

dans cette expression α représente le taux de déformation des bandes de cisaillement. En intégrant la fonction on obtient :

$$f^{sb} = 1 - exp(-\alpha\epsilon) \tag{1.3}$$

On s'intéresse ensuite au nombre de bandes de cisaillement par unité de volume d'austénite qui est noté N_v^{sb} :

$$N_v^{sb} = \frac{f^{sb}}{\bar{v}^{sb}} \tag{1.4}$$

Avec $\bar{v}^{sb}$ le volume moyen d'une bande de cisaillement considéré comme constant.

Par la suite le nombre d'intersections de bandes de cisaillement par unité de volume d'austénite peut alors être relié au nombre de bandes de cisaillement par une expression de la forme :

$$N_v^I = K(N_v^{sb})^n \tag{1.5}$$

On a $K = \frac{\pi^2 d^2}{16}$ qui dépend de la taille de la martensite formée, d est le diamètre moyen et l'exposant n est une constante qui vaut 2. L'augmentation du nombre de germes de martensite α' par unité de volume d'austénite N_v^m, peut être relié à l'augmentation du nombre d'intersections de bandes de cisaillement :

$$\dot{N}_v^m = p\dot{N}_v^I \tag{1.6}$$

p est ici la probabilité qu'une intersection de bandes génère un germe de martensite α'.

La variation de la fraction volumique des bandes de cisaillement en fonction de la fréquence d'apparition dN^m s'écrit :

$$\frac{\dot{f}_m}{1 - f_m} = \bar{v}^m \dot{N}_v^m \tag{1.7}$$

En intégrant la dernière équation, on trouve la relation décrivant l'évolution de la fraction volumique de martensite en fonction de la déformation plastique :

$$fm = 1 - exp\left\{-\beta\left[1 - exp(-\alpha\epsilon)\right]^n\right\} \tag{1.8}$$

Avec :

$\alpha = \frac{df^{sb}}{d\epsilon}$: qui représente le taux de formation des bandes de cisaillement,

$\beta = \frac{\bar{v}^{\alpha'} K}{(\bar{v}^{sb})^n} p$: qui représente la fréquence d'apparition des sites de germination de α'

n : exposant reliant le nombre total de bandes et le nombre d'intersections. Olson et Cohen ont retenu la valeur de 4,5.

Ce modèle permet d'évaluer de manière simple l'évolution de la fraction de martensite au cours d'un essai de traction uniaxiale. Cependant, des améliorations ont été proposées par de nombreux auteurs permettant de prendre en compte de nouveaux paramètres comme la température et l'état de contrainte.

1.4.2 Modèle de Stringfellow

Le modèle de Stringfellow [SPO92] est constitué de deux parties : une loi de cinétique de transformation qui décrit l'évolution de la fraction volumique de martensite et une loi qui définit la résistance mécanique du composite biphasé.

La probabilité P de formation de bandes de glissement est décrite comme une fonction de distribution. Ce terme dépend de la température et de l'état de contrainte.

$$P = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{g} exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{g' - \bar{g}}{S_g}\right)^2\right] dg' \tag{1.9}$$

— $\bar{g}$ est la moyenne de la fonction de distribution pour une probabilité donnée

— S_g est son écart type

— g' la fonction de distribution normalisée de l'énergie libre de transformation

— g la force thermodynamique normalisé d'avancement de la transformation définie par $g = g_0 - g_1\Theta + g_2\Sigma$.

Avec g_0, g_1 et g_2 des constantes sans dimension, Θ une température normalisée dépendant de la température de l'essai et Σ est le taux de triaxialité des contraintes.

Dans des conditions isothermes (T=0) on peut écrire :

$$\dot{P} = \frac{g_2}{\sqrt{2\pi} S_g} exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{g - \bar{g}}{S_g}\right)^2\right] \dot{\Sigma} \tag{1.10}$$

En utilisant les équations précédentes on obtient la loi qui décrit l'évolution de la fraction volumique de martensite :

$$\dot{f} = (1 - f)(A_f \dot{\gamma}_a + B_f \dot{\Sigma}) \tag{1.11}$$

Avec A_f et B_f des termes dépendant de f_{sb}, P.

Ce modèle va permettre de prendre en compte l'état de contrainte qui va affecter la probabilité de germination ainsi que le paramètre thermodynamique g qui détermine l'étendue de la transformation dans les différentes conditions mécaniques.

1.4.3 Modèle de Tomita et Iwamoto

Ce nouveau modèle proposé par Tomita et Iwamoto généralise la loi d'évolution de Stringfellow en intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation de manière phénoménologique à l'aide d'un coefficient de sensibilité à la vitesse M. L'expression finalement proposée est une équation donnant la vitesse de déformation des intersections de bandes α en fonction de la température T, du taux de triaxialité des contraintes τ et de la vitesse de déformation :

$$\alpha = (\alpha_1 T^2 + \alpha_2 T + \alpha_3 - \alpha_4 \tau) \left(\frac{\dot{\bar{\epsilon}}_a^{pslip}}{\dot{\epsilon}_y} \right)^M \tag{1.12}$$

$\dot{\bar{\epsilon}}_a^{pslip}$ est la vitesse de déformation par glissement dans la phase austénitique

$\dot{\epsilon}_y$ est la vitesse de déformation

Ce modèle plus complet permet de prendre en compte plusieurs paramètres ce qui améliore l'estimation de la fraction de martensite formée au cours d'une déformation plastique.

Dans cette partie seulement trois modèles ont été présentés, cependant d'autres auteurs ont également décliné le modèle d'Olson et Cohen afin de proposer des lois de cinétique de transformation [TC93], [HHR98].

1.5 Conclusion

Les aciers inoxydables lean duplex possèdent des propriétés mécaniques accrues par la transformation martensitique. Ces dernières années des études ont contribué à mieux comprendre ces alliages. Les études ont principalement porté sur les mécanismes de la transformation de phase ainsi que l'influence de l'état microstructural sur la transformation. Ces problématiques sont importantes pour interpréter le comportement mécanique de l'alliage. Cependant, encore peu d'informations permettent de lier le comportement mécanique locale à la transformation martensitique. Pour cette thèse nous essayerons d'introduire cette nouvelle dimension tout en continuant à s'intéresser aux autres problématiques.

Chapitre 2

Méthodes expérimentales

On s'attachera d'abord à présenter les alliages étudiés ainsi que leur mode d'élaboration. Ensuite, la microstructure complexe de l'alliage duplex engendrée par une structure biphasée et une transformation de phase nécessite l'utilisation de plusieurs techniques de caractérisation. Les analyses sont réalisées à l'aide de plusieurs dispositifs : un microscope optique, un microscope optique à balayage (MEB) et un microscope électronique à transmission (MET) permettant des caractérisations à différentes échelles.

Le comportement mécanique de l'acier a été caractérisé grâce à des essais de traction, au cours desquels des mesures par corrélation d'images permettent de caractériser la distribution spatiale de la déformation plastique. La quantification de la phase martensitique α' au cours d'un essai de traction a été effectuée grâce à la diffraction des rayons X.

Le principe et l'intérêt de chacune des techniques expérimentales sont décrits dans ce chapitre. Les paramètres expérimentaux utilisés et les préparations effectuées sont précisés.

Sommaire

2.1 Alliages étudiés 31

2.1.1 Élaboration et transformation des matériaux étudiés 31

2.1.2 Matériaux et caractérisations microstructurales 32

2.2 Caractérisation du comportement mécanique 34

2.2.1 Essais de traction 34

2.2.2 Mesure de dureté par nanoindentation 35

2.2.3 Mesure de champs cinématiques à l'échelle macroscopique 36

2.2.4 Mesure de champs cinématiques à l'échelle microscopique 39

2.3 Caractérisation de la transformation de phase par diffraction des rayons X à l'ESRF 42

2.3.1 Objectifs 42

2.3.2 Description du dispositif expérimental 42

2.3.3 Exploitation des résultats 44

2.4 Cartographies de phases et d'orientations en microscopie électronique en transmission 45

2.4.1 Préparation et dispositif expérimental 45

2.4.2 Principe 46

2.1 Alliages étudiés

Plusieurs alliages de compositions différentes et répondant à la norme européenne de la nuance 1.4362 [NFE05] ont été élaborés. Les compositions chimiques des aciers inoxydables duplex étudiés au cours de l'étude sont présentées dans le tableau 2.1. La composition chimique de chaque alliage est déterminée par deux méthodes suivant le type d'élément. De la fluorescence X est utilisée pour le nickel et le chrome alors que les éléments léger (carbone, azote) sont quantifiés avec un analyseur de gaz. Les raisons du choix de ces alliages seront abordées dans les chapitres 3 et 4.

Table 2.1 – Composition chimique (% en masse) des alliages étudiés dans les chapitres 3 et 4.

	Nom de l'alliage	C	Ni	Cr	N
Chapitre 3	Alliage A	0,021	3,63	23,91	0,19
	Alliage B	0,025	4,06	22,85	0,15
	Alliage C	0,020	4,28	22,43	0,11
	Alliage D	0,021	4,578	22,15	0,07
Chapitre 4	Alliage Duplex	0,021	4,24	22,12	0,12
	Alliage Austénitique	0,031	5,20	20,04	0,19
	Alliage Ferritique	0,005	3,13	24,69	0,028

2.1.1 Élaboration et transformation des matériaux étudiés

Dans cette partie on a choisi de présenter les étapes d'élaborations et de transformations communes à tous les alliages.

Tout d'abord, les différentes coulées d'acier inoxydable duplex ont été élaborées en laboratoire au centre de recherche d'Ugitech dans un four à arc électrique par un procédé VIM (Vacuum Induction Melting). Les coulées laboratoires se présentent sous forme de lingot de 25 kg.

Ensuite, ces lingots sont mis en forme par traitements thermomécaniques. En premier, les lingots sont forgés à une température comprise entre 950 °C et 1250 °C pour obtenir un

produit plat de section transversale 18 x 100 mm^2. Ce processus permet d'écrouir le matériau et d'augmenter les propriétés mécaniques de l'alliage en affinant sa microstructure.

Par la suite, du laminage à chaud avec un maintien en température à 1180 ° C est effectué dans le but de réduire l'épaisseur finale des largets à environ 6 mm.

Pour finir les alliages A à D étudiés dans le chapitre 3 sont maintenus à 1000 ° C pendant deux heures suivi d'un refroidissement à l'eau, cette température permet d'obtenir une proportion de phase ferritique et austénitique proche de 50 %. L'hypertrempe permet de remettre tous les éléments d'additions en solution solide, de manière à éviter les phases intermétalliques (phase σ, phase κ) et les précipités (carbures, nitrures).

Les traitements thermiques effectués sur les alliages duplex, austénitiques et ferritiques seront détaillés dans le chapitre 4.

2.1.2 Matériaux et caractérisations microstructurales

Les matériaux biphasés, comme l'alliage inoxydable duplex 1.4362 possèdent une microstructure caractéristique. La micrographie de l'acier duplex étudié est présentée après polissage et attaque électro-nitrique à 85 % sur la figure 2.1. La solution est obtenue en mélangeant 97 mL d'eau (H_2O) et 553 mL d'acide nitrique (HNO_3). L'attaque doit être réalisée à l'aide d'un générateur de courant qui délivre une densité de courant à 50 $mA.cm^{-2}$ pendant 30 s. A l'issue de cette attaque la phase ferritique apparaît plus sombre que la phase austénitique.

La microstructure est constituée d'îlots d'austénite dans une matrice ferritique. La disposition des phases ainsi que celle des îlots d'austénite dans l'acier résulte du procédé de mise en forme. La taille des domaines ferritiques et austénitiques est équivalente et peut être estimée à environ 10 μm.

La quantification de chaque phase est effectuée avec une balance magnétique. Cette technique permet de mesurer la teneur moyenne des phases magnétiques (ferrite + martensite) dans l'échantillon analysé et d'en déduire la fraction d'austénite. La fraction volumique de phase magnétique s'obtient en faisant le rapport entre l'aimantation à saturation de l'alliage étudié σ_s sur l'aimantation des phases magnétiques σ_0. Cette valeur

peut être déduite de la composition chimique par la formule empirique suivante :

$$\sigma_0 = 2,17 - 0,12 \times \%C - 0,026 \times \%Mn - 0,33 \times \%Ni - 0,0275 \times \%Mo - 0,023 \times \%Cu - 0,06 \times \%V - 0,061 \times \%Si \tag{2.1}$$

La mesure de σ_s est effectuée à l'aide d'un sigmamètre SERMAG 35-13 M. L'appareil est constitué d'un aimant permanent produisant un champ magnétique H uniforme et constant (H = 1,28 Tesla). Lorsque l'échantillon est introduit dans l'entrefer, il acquiert un moment magnétique M proportionnel à sa masse $M = m_s$. L'échantillon est ensuite extrait de l'entrefer, ce qui produit une force électromotrice induite proportionnelle au moment magnétique de l'échantillon. Pour mesurer cette force, deux bobines disposées autour de l'entrefer sont reliées à un galvanomètre balistique qui mesure le courant induit. On remonte à σ_s avec la formule suivante :

$$\sigma_s = \frac{(Ri + Ra) \times \theta}{m \times a} \tag{2.2}$$

θ = déviation lue sur le galvanomètre ;

Ri = résistance interne du circuit (bobine et galvanomètre) ;

Ra = résistance additionnelle ajustable pour régler la sensibilité lorsque la déviation θ est trop grande ;

m = masse de l'échantillon mesurée avec une balance de précision ;

a = coefficient d'étalonnage de l'appareillage.

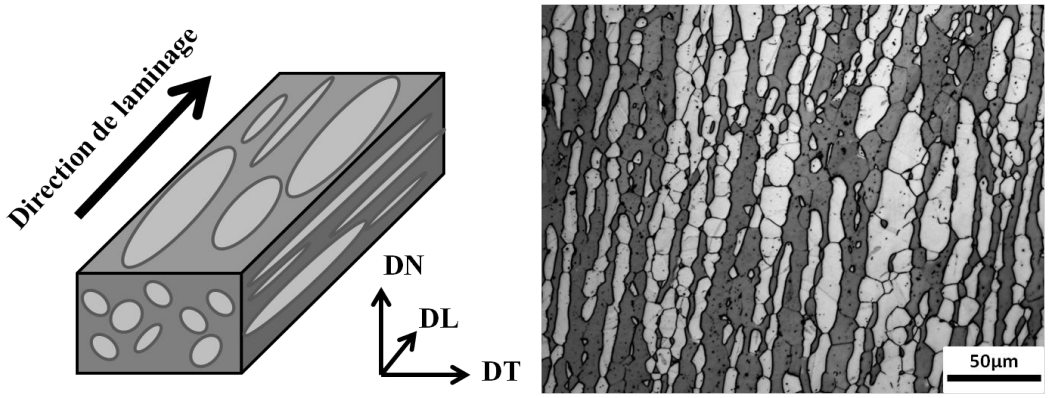


FIGURE 2.1 – Microstructure de l'acier inoxydable duplex : dans la direction de laminage (DL). Images observées au microscope optique

2.2 Caractérisation du comportement mécanique

2.2.1 Essais de traction

Les essais mécaniques sont réalisés en traction quasi-statique. Tous les essais sont effectués à température ambiante à une vitesse de déformation de $\dot{\epsilon} = 5.10^{-4}\ s^{-1}$, ce qui permet de limiter l'échauffement de l'échantillon, même en présence de la transformation martensitique. Une étude de thermographie infrarouge réalisée durant un essai de traction a permis de visualiser l'élévation de la température. La figure 2.2 montre que la température augmente d'environ 5 °C lorsque la déformation est homogène (entre la position 1 et 2), valeur qui reste faible pour un essai de traction. Lors de la striction la température croit localement jusqu'à une température de 32 °C. Les machines de traction ainsi que les dimensions des éprouvettes diffèrent suivant les analyses réalisées.

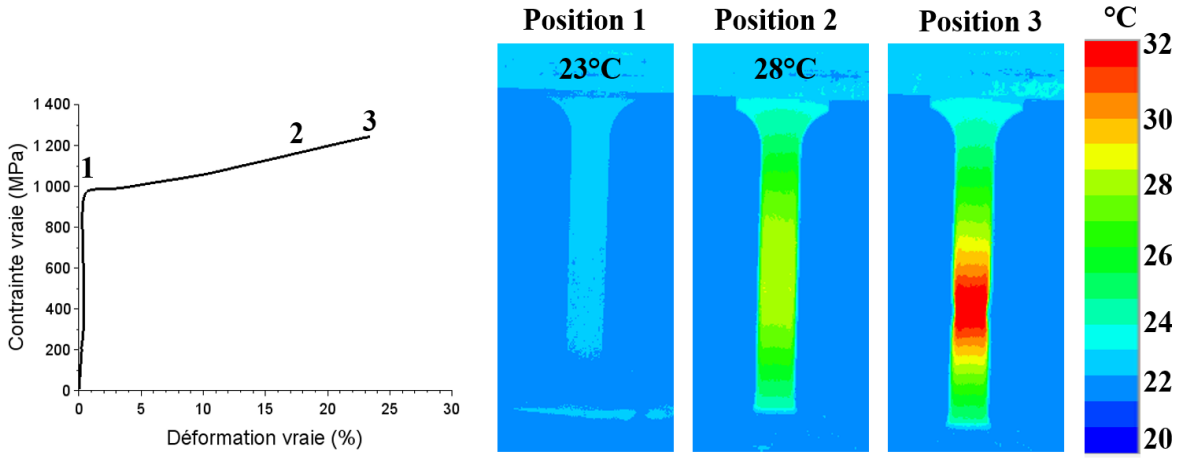


FIGURE 2.2 – Thermographie infrarouge au cours d'un essai de traction réalisé sur l'alliage C.

2.2.2 Mesure de dureté par nanoindentation

La nanoindentation est une technique d'indentation instrumentée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux.

2.2.2.1 Principe

La nanoindentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue dans un matériau dans le but d'obtenir ses propriétés élasto-plastiques. Il existe plusieurs types de pointes, dans notre étude nous avons utilisé la pointe Berkovich de géométrie pyramidale à base triangulaire.

Durant le test d'indentation un système d'acquisition enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Ces deux paramètres sont mesurés en continue lors de la phase de charge et de décharge. A l'issue de l'essai on obtient une courbe de charge en fonction du déplacement, figure 3.26

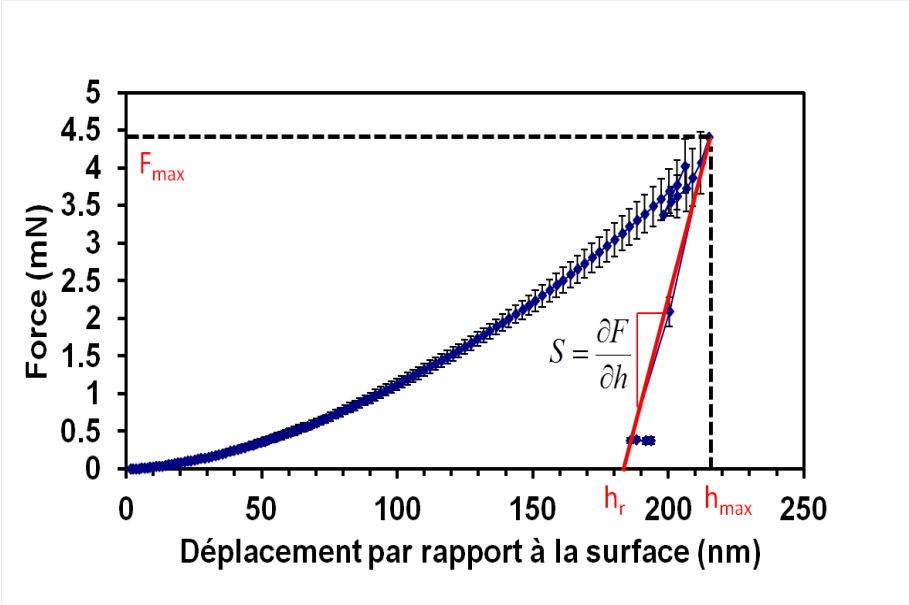


FIGURE 2.3 – Courbe charge-décharge obtenue par nanoindentation pour la phase austénitique d'un acier inoxydable duplex.

2.2.2.2 Propriétés mesurées

Les deux principales propriétés mesurées sont le module élastique (E) et la dureté (H). Pour notre étude on déterminera uniquement la dureté. Pour cela l'aire de contact A_c entre l'indenteur Berlovich et l'échantillon est définie par la relation suivante :

$$A_c = 24,56 \times h_c^2 \tag{2.3}$$

Avec : $h_c = h_{max} - \epsilon \times \frac{F_{max}}{S}$

Finalement l'expression de la dureté est égale :

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} \tag{2.4}$$

2.2.3 Mesure de champs cinématiques à l'échelle macroscopique

La mesure de champs cinématiques est réalisée à l'aide de la corrélation d'images. Cette technique est utilisée depuis plusieurs années afin de mesurer des déplacements et de calculer des déformations. Elle permet d'accéder à un champ de déformations contrairement aux moyens traditionnels comme l'extensomètre qui donne des valeurs moyennes sur une zone

d'intérêt.

2.2.3.1 Description du dispositif expérimental

La corrélation d'images est une technique qui compare deux images afin d'estimer le déplacement et la déformation de motifs par rapport à une image dite de référence. Les logiciels de corrélation se servent d'algorithmes utilisant des images en niveaux de gris comme données d'entrée. Ainsi, avant chaque essai de traction, les éprouvettes sont recouvertes d'un mouchetis blanc et noir qui servira de motif. Le mouchetis est un élément important dans l'analyse des données, il doit être fin, réparti de manière homogène et l'histogramme des niveaux de gris le plus large possible. La figure 2.4 représente un histogramme adéquat pour effectuer l'analyse par corrélation. Tout au long de l'essai les images sont réalisées avec une caméra de 29 Millions de pixels permettant une fréquence d'acquisition de 1Hz.

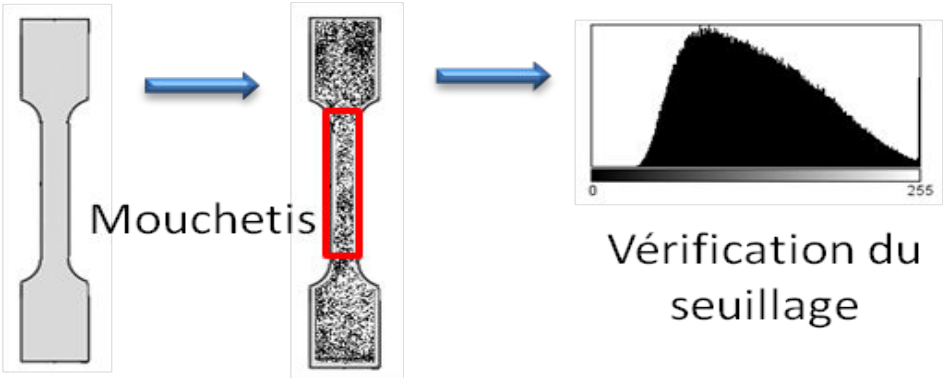


FIGURE 2.4 – Réalisation d'un mouchetis et vérification du niveau de gris

Les éprouvettes de traction uniaxiale utilisées ont été usinées par électro-érosion avec leur axe de traction parallèle à la direction de laminage. Leurs dimensions sont reportées sur la figure 2.5.

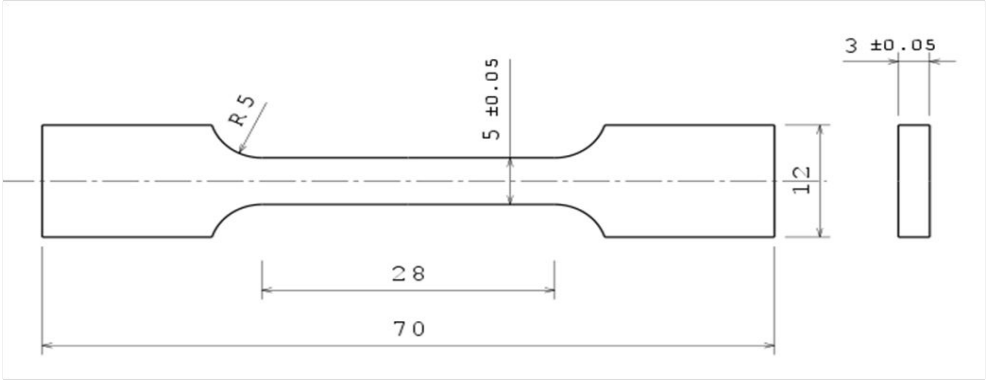


FIGURE 2.5 – Représentation schématique des éprouvettes utilisées pour les essais de traction à l'échelle macroscopique.(Les valeurs sont données en mm)

2.2.3.2 Exploitation des résultats

Pour cette étude c'est le logiciel de corrélation 7D développé par Pierre Vacher [VDMMT99] qui a été utilisé. Une fois l'essai réalisé, 7D permet de définir une zone d'analyse possédant une grille virtuelle de taille variable, figure 2.6 a et b. Il est également important de définir la taille du motif de corrélation appelé zone d'intérêt (ZOI). Elle peut être soit plus petite que le pas du maillage, figure 2.6 c, soit plus grande ou encore égale, figure 2.6 d. Le choix de la taille du maillage et de la zone d'intérêt est à effectuer en fonction de la taille du mouchetis, du nombre de pixels disponibles et de l'échelle recherchée. Il influence grandement la qualité de la mesure et le bruit observé. Pour cette étude, les dimensions du maillage et des ZOI sont de 10 x 10 pixels.

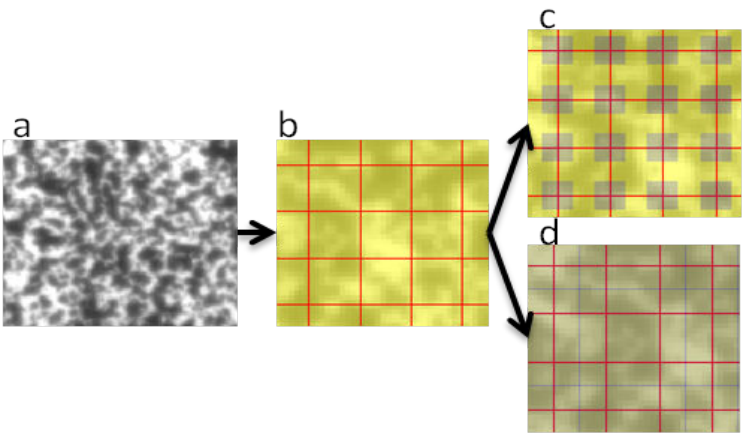


FIGURE 2.6 – Les différentes étapes d'utilisation du logiciel 7D : **a.** sélection d'une zone d'intérêt, **b.** choix de la taille de grille. Choix des dimensions des ZOI **c.** plus petites que la grille **d.** de taille identique.

La méthode de corrélation repose sur l'utilisation de la fonction de corrélation croisée. Cette fonction est un opérateur qui agit sur deux fonctions (f(x,y), g(x,y)), correspondant chacune à une image. Pour mesurer le déplacement relatif de deux images selon les axes x et y, l'algorithme recherche les valeurs des déplacements dx et dy telles que g(x+dx,y+dy) maximise l'opérateur de corrélation avec f. Dans la pratique, l'algorithme applique cette procédure sur toutes les zones d'intérêt de l'image. La répétition de cette procédure permet d'obtenir une cartographie des déplacements entre deux images. La figure 2.7 montre l'évolution des ZOI entre l'état initial sans déformations et l'état final déformé.

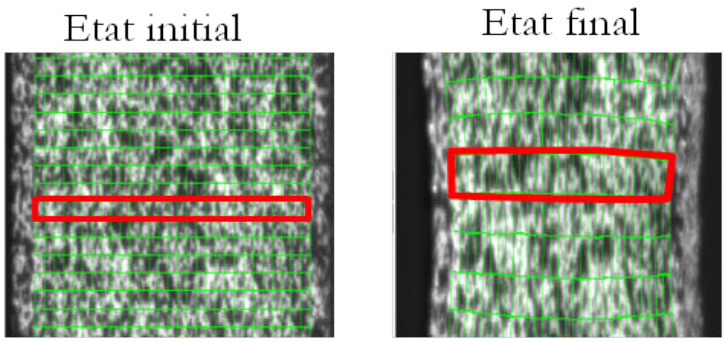


FIGURE 2.7 – Grille à l'état initial et grille à l'état déformé

Le logiciel de corrélation 7D permet d'obtenir les champs de déformations en chaque point de la grille. Ces données, sous forme de fichier texte ont été traitées de manière à obtenir une vision de l'hétérogénéité des déformations le long de l'éprouvette.

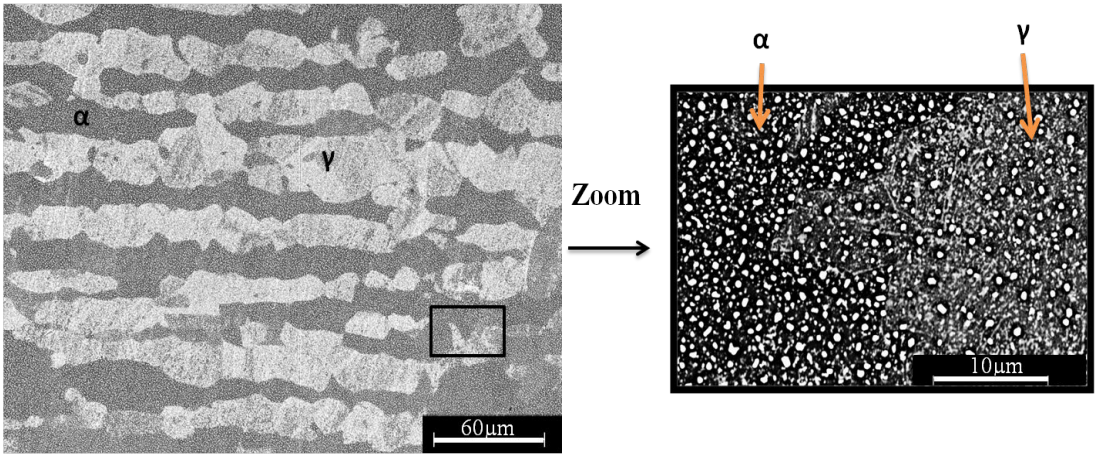
2.2.4 Mesure de champs cinématiques à l'échelle microscopique

Dans cette partie c'est toujours la technique de mesure des champs de déformation par corrélation d'images qui est employée. Cependant l'essai étant réalisé dans l'enceinte d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) la technique expérimentale et le logiciel utilisé pour le traitement des résultats diffèrent de ceux présentés dans la partie précédente.

2.2.4.1 Description du dispositif expérimental

L'étude des champs cinématiques par corrélation d'images au MEB nécessite la réalisation d'un mouchetis permettant d'augmenter le contraste de l'image. Des '*microbilles*' d'or sont déposées à la surface de l'échantillon grâce au processus de démouillage consistant à réduire

l'aire de contact entre un solide et un film de mouillage [CT12] et [JLK+13]. Ainsi, un film d'or de 15 nm est déposé sur l'éprouvette de traction préalablement polie. L'échantillon est ensuite maintenu à 350 ° C pendant 24 h sous air. En chauffant les processus diffusifs sont accélérés, le film devient instable et se rétracte. Il reste finalement un ensemble de '*mirobilles*' d'or qui présente un rapport volume / surface plus favorable que pour un film mince, figure 2.2.4.1. Le contraste obtenu en électrons rétrodiffusés des '*microbilles*' d'or et des deux phases constituant le matériau constitue un histogramme en niveaux de gris idéal couvrant la plage des 256 niveaux de gris.



La phase austénitique et représentée en claire et la phase ferritique en sombre.

Le microscope électronique à balayage est aménagé pour recevoir une platine de traction uniaxiale. La cellule de charge de 250 daN, permet de soumettre à une traction des éprouvettes de petites dimensions présentées sur la figure 2.8. Le chargement est réalisé par paliers car le temps d'acquisition des images de résolution 4096 x 3072 pixels est de plusieurs minutes.

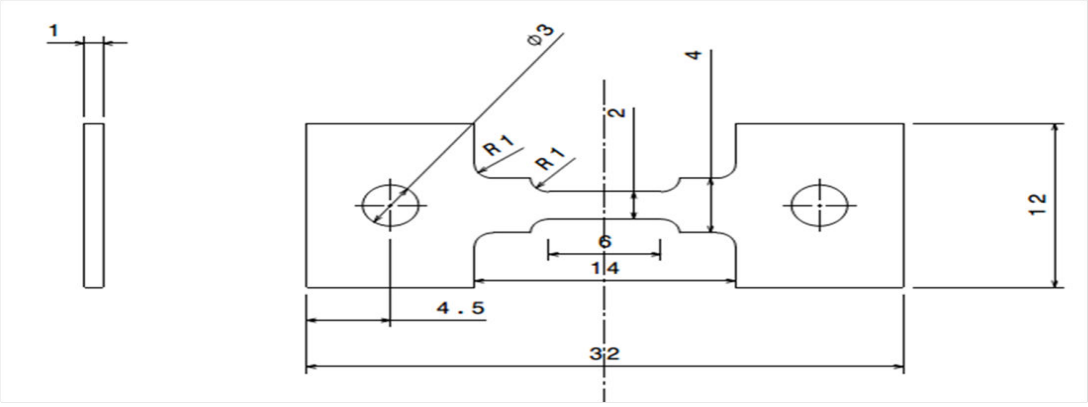


FIGURE 2.8 – Représentation graphique de l'éprouvette de traction utilisée pour les essais à l'échelle microscopique.(Les valeurs sont données en mm)

2.2.4.2 Exploitation des résultats

La mesure des champs de déformation a été réalisée grâce au logiciel CorrelManuV développé par Michel Bornert [Bor96] et Doumalin [Dou00]. Ce logiciel est bien adapté à ce type d'analyse car il permet de traiter des images n'ayant pas tout à fait le même contraste / brillance ce qui est inévitable lors de l'acquisition d'images avec un MEB. En effet, il est nécessaire de satisfaire au principe de conservation du contraste local mais une conservation rigoureuse des niveaux de gris n'est pas obligatoire grâce au choix du coefficient de corrélation insensible aux variations globales de contraste et de luminosité.

Comme pour les mesures effectuées à l'échelle macroscopique la zone d'intérêt doit être choisie en fonction du mouchetis et de l'échelle recherchée. Pour cette étude la zone d'intérêt mesure 30 x 30 pixels avec un domaine de recherche de 15 x 15 pixels. Un champ de déformation logarithmique est calculé pour chaque zone d'intérêt et un schéma d'intégration à huit voisins a été choisi pour le calcul de déformation afin de fournir un bon compromis entre la résolution spatiale et la précision sur la déformation mesurée.

2.3 Caractérisation de la transformation de phase par diffraction des rayons X à l'ESRF

2.3.1 Objectifs

La quantification de la martensite formée au cours de la déformation plastique est le plus souvent effectuée ex-situ. La technique consiste à déformer plastiquement un échantillon puis à utiliser un outil de caractérisation comme le dosage magnétique, la diffraction / diffusion des rayons X ou neutrons. Dans ces conditions le nombre de points montrant la cinétique de transformation de phase ne peut pas être très élevé et il est difficile d'évaluer de manière précise le début de la transformation de phase. C'est pourquoi l'utilisation d'une technique permettant de suivre en continu les changements de phases au cours d'une sollicitation mécanique a été utilisée. La diffraction des rayons X à haute énergie est combinée à une machine de traction et à un détecteur 2D pour une acquisition rapide de clichés de diffraction.

2.3.2 Description du dispositif expérimental

Le suivi in-situ des transformations de phases par diffraction des rayons X à haute énergie a été réalisé à l'European Synchrotron Facility (ESRF) de Grenoble sur la ligne id15B (High Energy X-ray Scattering). Dans la cabine optique, trois monochromateurs en silicium de type Laue permettent de sélectionner trois énergies possibles : 30, 60 et 90 keV. Les essais ont été effectués à une énergie proche de 90 keV pour l'ensemble des échantillons.

Un détecteur plat, a été utilisé pour collecter les anneaux de Deye-Scherrer complets. Le détecteur est un Pixium et fait partie de la famille des détecteurs à écran plat développés et utilisés depuis longtemps par des spécialistes de l'imagerie médicale. Ces détecteurs sont constitués d'un écran au phosphore qui est couplé à une matrice en silicium amorphe. Ils présentent une excellente sensibilité dans la gamme d'énergie $30 - 100$ keV ainsi que des cadences d'acquisition pouvant atteindre 7 images par seconde. Ce type de détecteur constitue donc un outil idéal pour étudier les transformations de phase. Les caractéristiques principales de ce détecteur sont une taille de pixel de 154 x 154 μm^2, une taille d'images de 2480 x 1910 pixels. Le temps d'acquisition d'une image toutes les quatre secondes a été

utilisé pour tous les essais réalisés.

La machine de traction uniaxiale utilisée à une cellule de charge de 4,4 kN permettant d'effectuer des essais sur des éprouvettes de traction dont le schéma est présenté sur la figure 2.9.

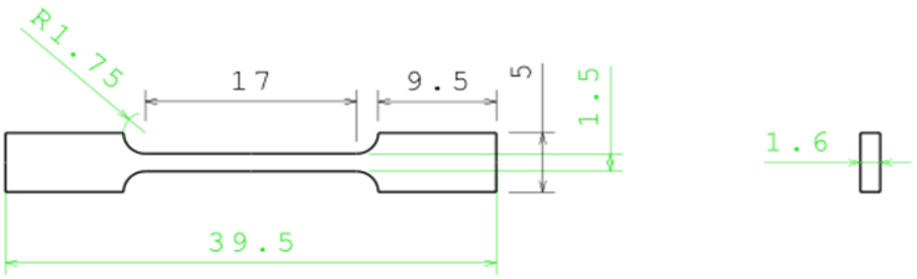


FIGURE 2.9 – Représentation schématique des échantillons utilisés pour les mesures de diffraction. L'épaisseur des éprouvettes est de 1,60 mm. (Les valeurs sont données en mm).

La machine de traction est positionnée sur une platine mobile permettant un déplacement en z. Ce mécanisme permet de déplacer le dispositif de traction au cours de l'essai et d'analyser ainsi toujours la même zone au centre de l'éprouvette. Pour chaque acquisition d'un anneau de Debye Scherrer la force et le déplacement donnés par la machine de traction sont enregistrés de manière automatique. La vitesse de déformation retenue pour l'ensemble des essais est de 5.10^{-4} s^{-1}. Un schéma du dispositif expérimental est présenté sur la figure 2.10.

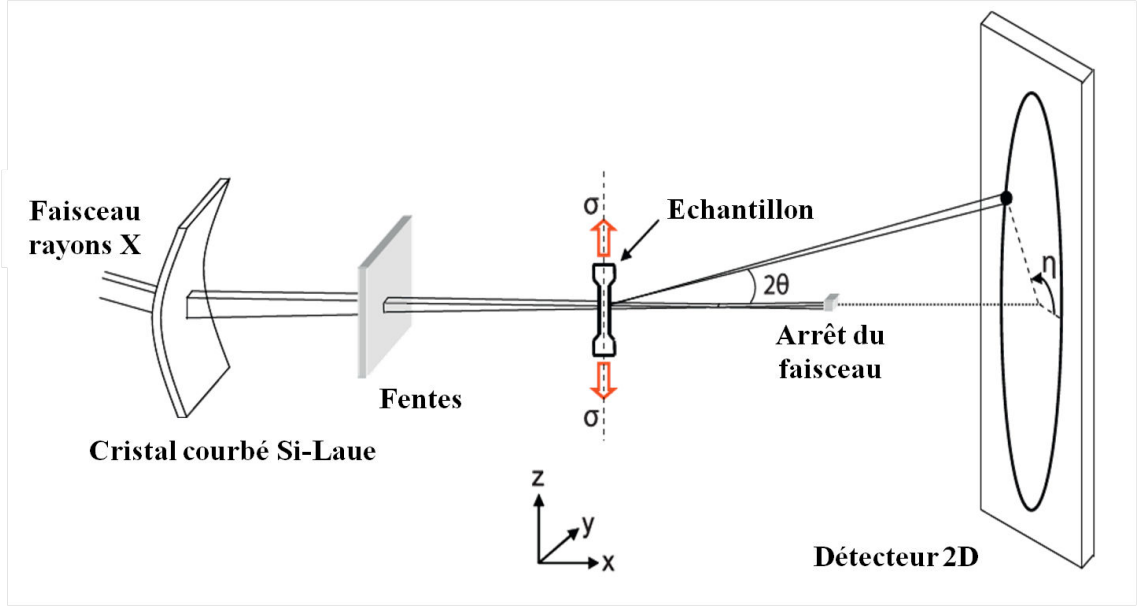


FIGURE 2.10 – Représentation schématique du dispositif expérimental utilisé sur la ligne id15B de l'ESRF, Grenoble.

2.3.3 Exploitation des résultats

La longueur d'onde du rayonnement incident doit être connue avec précision pour le dépouillement des résultats. Pour cela la diffraction d'une poudre référence en oxyde de césium est utilisée. Le paramètre de maille de cette poudre étant connue il est possible de déterminer la longueur d'onde du faisceau incident ($\lambda = 0,142273\ \dot{A}$). Les clichés de diffractions obtenus au cours des essais de traction ont été calibrés par rapport à cette référence. Une intégration circulaire est ensuite effectuée afin d'obtenir des diffractogrammes conventionnels montrant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction. Après l'intégration successive des anneaux de Debye Sherrer, l'ensemble des diffractogrammes sont traités par affinement Rietveld grâce aux logiciels Fullprof [Car93] et WinPLOTR [RRC00]. La figure 2.11 montre un exemple de traitement des données pour l'oxyde de cesium.

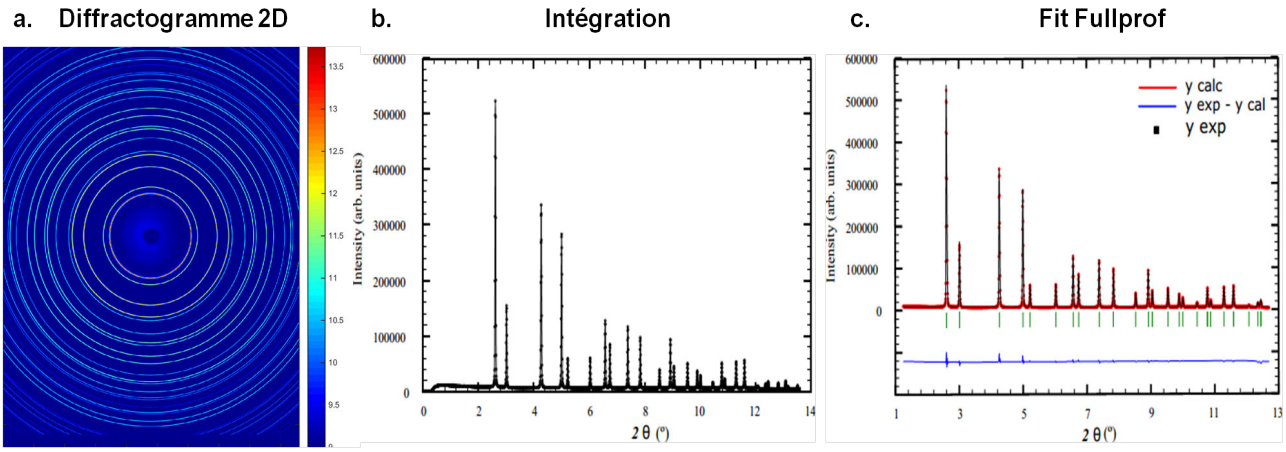


FIGURE 2.11 – Traitement des données ESRF, exemple sur l'oxyde de césium **a.** anneaux de Debye Sherrer **b.** intégration pour obtenir l'intensité en fonction de l'angle 2θ **c.** fit en utilisant le logiciel Fullprof

2.4 Cartographies de phases et d'orientations en microscopie électronique en transmission

2.4.1 Préparation et dispositif expérimental

Les échantillons analysés au Microscope Electronique à Transmission (MET) doivent être sous forme de lames minces trouées de 3 mm de diamètre et d'une épaisseur d'environ 80 μm. Pour cette étude les lames sont prélevées sur la surface normale au laminage.

La première étape consiste à polir l'échantillon avec du papier SiC 1200 jusqu'à atteindre une épaisseur d'environ 80 μm, ensuite la lame mince est découpée à l'emporte pièce en disque de 3 mm de diamètre. La deuxième étape de préparation est l'électropolissage permettant d'effectuer un nouvel amincissement et le trou situé généralement au centre du disque. Pour cela la solution chimique composée de 50 mL d'acide perchlorique, de 100 mL de méthanol et de 950 mL d'éther monobutylique de l'éthylène glycol refroidie à 15 $^\circ$C Le TenuPol-5 est ensuite réglé pour appliquer une tension de 25 V avec un double jet. Les bords du trou sont alors suffisamment minces pour pouvoir être transparents aux électrons et une observation peut être effectuée.

Les observations ont été effectuées avec un MET Jeol 2100F travaillant avec une tension d'accélération de 200 kV et utilisant un dispositif de contrôle de faisceau d'électron.

2.4.2 Principe

Le logiciel d'indexation automatique de diagrammes de diffraction nommé ACOM (Automated Crystal Orientation Mapping) a été développé au laboratoire du SIMaP par E. Rauch et M. Véron [RD05] et [RV14]. Il permet d'obtenir des informations d'orientations cristallographiques pour cela il est couplé à un outil appelé ASTAR permettant de prendre le contrôle du faisceau. Le balayage d'une zone définie de l'échantillon peut alors être effectué et les clichés de diffraction obtenus en chaque point sont recueillis grâce à une caméra CCD reliée à l'ordinateur de contrôle, figure 2.12. Ensuite les clichés de diffraction obtenus sont comparés à une banque de donnée composée d'un ensemble de diagrammes de diffraction avec différentes orientations pour une structure cristallographique et un paramètre de maille spécifique.

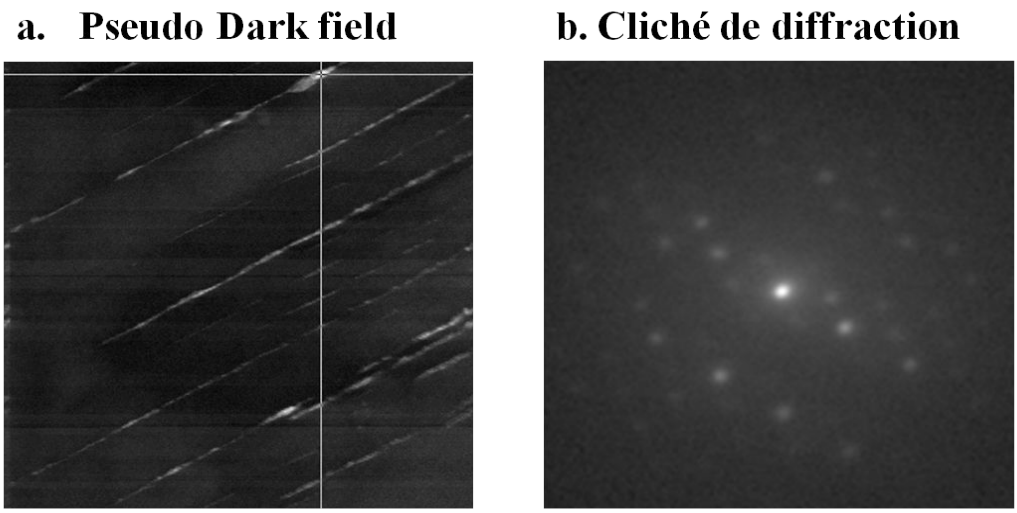


FIGURE 2.12 – **a.** Image en pseudo Dark Field **b.** Cliché de diffraction associé à un point de l'image

Pour chaque analyse il est nécessaire de connaître les phases présentes dans l'échantillon afin de sélectionner les banques de données adéquates. Ce dispositif permet par exemple d'obtenir en chaque point de balayage une information sur les phases en présence, sur l'orientation cristallographique, figure 2.13. Ces informations sont pondérées par un indice de fiabilité qui est associé à chaque point d'indexation.

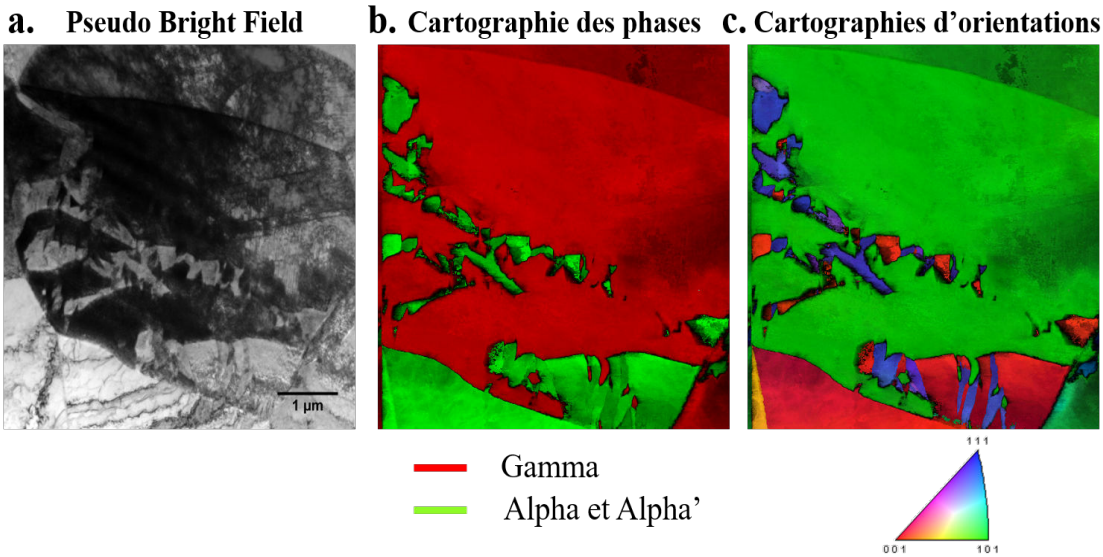


FIGURE 2.13 – **a.** Image en pseudo Bright Field **b.** Cartographie des phases en présence **c.** Cartographie des orientations.

Chapitre 3

Effet de la composition chimique sur le comportement des alliages duplex

La martensite est un élément microstructural durcissant et son apparition au cours de la déformation augmente sensiblement la capacité d'écrouissage des aciers. Cette transformation de phase est un point clé pour améliorer le compromis entre la résistance mécanique et l'allongement à la rupture. L'axe directeur de ce chapitre est de déterminer l'influence de la transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$ sur le comportement mécanique. Pour cela quatre nuances d'aciers inoxydables duplex où la stabilité de la phase austénitique varie ont été étudiées.

L'évolution de la teneur en martensite en fonction de la déformation plastique a été mesurée par diffraction des rayons X à haute énergie au cours d'un essai de traction. Cette technique d'analyse est fiable et la fréquence d'acquisition permet d'obtenir une bonne description de la cinétique de transformation.

L'utilisation de la corrélation d'images a permis d'évaluer à des échelles différentes la répartition de la déformation plastique dans l'échantillon. Les mesures réalisées à l'échelle macroscopique permettent de faire le lien entre le champ cinématique local et l'écrouissage de notre matériau. L'analyse réalisée à l'échelle microscopique sur deux nuances d'aciers inoxydables duplex de stabilité distincte permet de mettre en avant la distribution des déformations plastiques dans chacune des phases.

Sommaire

3.1 Matériaux et microstructure 51

3.1.1 Choix des alliages étudiés 51

3.1.2 Microstructure et composition des phases 52

3.1.3 Les pré-déformations 53

3.2 Comportement mécanique des alliages en traction uniaxiale . 54

3.2.1 Influence de la composition chimique 54

3.2.2 Influence du traitement de mise en solution 56

3.2.3 Influence de la pré-déformation 58

3.3 Champs de déformations locaux 62

3.4 Influence de la transformation martensitique sur la distribution des déformations dans chacune des phases 66

3.4.1 Alliage A, sans transformation martensitique 67

3.4.2 Alliage D, avec une transformation martensitique au cours de la déformation plastique 69

3.5 Microstructure et transformation martensitique, analyse EBSD 73

3.6 Conclusion 76

3.1 Matériaux et microstructure

Dans ce chapitre plusieurs coulées répondant à la norme de la nuance 1.4362 [NFE05] seront présentées. Le choix des analyses chimiques des coulées prend en compte différents critères comme l'indice ferritique (IF) et le paramètre Md_{30}. Le premier paramètre indique la proportion de ferrite dans la microstructure austénite / ferrite, il sera choisi proche de 50 %. Le deuxième représente la stabilité de la phase austénitique, par la température à laquelle 50 % de l'austénite initiale s'est transformée en martensite après une déformation vraie de 30 %. Nous allons faire varier ce paramètre d'une coulée à l'autre afin d'estimer son effet sur le comportement mécanique de l'alliage et notamment le compromis résistance mécanique /allongement à la rupture.

3.1.1 Choix des alliages étudiés

Les nuances d'aciers inoxydables duplex dites à effet TRIP présentent une transformation de la phase austénitique en martensite lors d'une déformation plastique. Plusieurs auteurs [HPR11], [BPK+06], [CJHP12a], ont montré que cet effet permettait d'améliorer le compromis résistance / allongement grâce à un écrouissage tardif induit par la transformation de phase. Dans les nuances austénitiques la stabilité dépend principalement de la composition chimique. Pour les nuances duplex, nous ferons dans un premier temps la même hypothèse, mais nous serons amenés à vérifier l'effet de la présence de la phase ferritique sur la cinétique de transformation.

Des calculs effectués avec le logiciel Thermo-Calc® [SJA85] ont permis d'évaluer l'effet de la variation de la teneur en N, Ni, Cr et Mn dans la limite autorisée par la norme de la nuance 1.4362 [NFE05]. Pour chaque composition chimique la valeur de la température Md_{30} correspondant à la formule de Nohara [NOO77] est calculée à partir de la composition de la phase austénitique du duplex, déterminée par calcul à l'équilibre à la température de mise en solution. Le paramètre empirique Md_{30} permet de comparer la stabilité de différentes nuances, plus il est élevé plus l'austénite sera instable. A l'issue des calculs, nous avons retenu quatre alliages intéressants par leur degré de stabilité et par la proportion de phase ferritique et austénitique. Le tableau 3.1 détaille la composition chimique mesurée par fluorescence X et analyseur de gaz ainsi que l'indice ferritique calculé à l'issue de l'élaboration. Les alliages

ont été élaborés suivant le procédé décrit dans le chapitre 2 et sont nommés de A à D suivant leur stabilité, l'alliage A étant le plus stable et le D le moins stable. L'alliage C possède une composition chimique proche de l'alliage industriel 1.4362.

TABLE 3.1 – Composition chimique (% en masse), indice ferritique (IF en %) et Md_{30} (en °C) des alliages élaborés. Le paramètre Md_{30} est calculé à partir de la composition chimique de la phase austénitique déterminée par le logiciel Thermo-Calc®.

Nom de l'alliage	C	Ni	Cr	N	IF	Md_{30}
Alliage A	0,02	3,63	23,91	0,19	57,9	-85
Alliage B	0,02	4,06	22,85	0,15	49,4	-34
Alliage C	0,02	4,28	22,43	0,11	51,9	-8
Alliage D	0,02	4,58	22,15	0,07	53,3	31

3.1.2 Microstructure et composition des phases

Les microstructures des alliages étudiés présentent des morphologies similaires à l'issue des étapes d'élaboration et des transformations thermomécaniques présentées dans le chapitre 2. Les micrographies effectuées au microscope optique après une attaque électro-nitrique sont visibles sur la figure 3.1.

Des mesures effectuées à la microsonde ont été réalisées afin de déterminer la composition chimique de la phase austénitique et ferritique pour chaque alliage. Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 3.2. A la suite de ces mesures le paramètre Md_{30} a été calculé à partir de la formule de Nohara [NOO77]. Le carbone n'a pas pu être mesuré en raison de sa faible masse atomique. L'erreur de calcul engendrée est minime en raison de sa faible teneur. De plus les quatre alliages possédant le même taux de carbone il est possible d'effectuer une comparaison. Les valeurs du paramètre Md_{30} calculées à partir des données expérimentales sont très proches de celles obtenues par Thermo-Calc®, présentées dans le tableau 3.1.

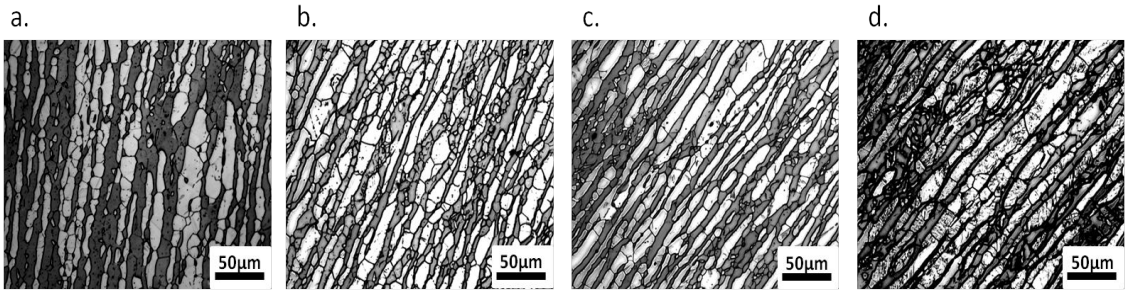


FIGURE 3.1 – Micrographies optiques des quatre alliages étudiés, **a.** Alliage A, **b.** Alliage B, **c.** Alliage C et **d.** Alliage d

TABLE 3.2 – Composition chimique (% en masse) des phases ferritiques et austénitiques des quatre alliages. Le paramètre Md_{30} (en $^{\circ}$C) est calculé à partir de la composition chimique de la phase austénitique mesurée à la microsonde.

Nom de l'alliage	phase	Ni	Cr	N	Md_{30}
Alliage A	Austénite	4.4	22.9	0.39	-119
	Ferrite	2.8	25.3	0.02	X
Alliage B	Austénite	4.8	21.7	0.21	-13
	Ferrite	2.8	25.6	0.02	X
Alliage C	Austénite	5.3	21.1	0.16	-3
	Ferrite	3.0	25.6	0.02	X
Alliage D	Austénite	5.6	20.5	0.12	24
	Ferrite	3.1	25.1	0.02	X

3.1.3 Les pré-déformations

Industriellement les produits se présentent sous forme de barres étirées. Ces produits sont soumis en fin de transformation à un écrouissage à froid compris entre 10 et 20 % liée à l'étape d'étirage. Pour prendre en compte cette déformation sur le comportement mécanique, les quatre alliages ont été pré-déformés par laminage à froid à 10 et 20 % de déformation vraie, cette déformation est calculée à partir de la formule suivante :

$$e_i = e_f \times (exp(\epsilon) - 1) + e_{ef} \tag{3.1}$$

e_i = épaisseur initiale

e_f = épaisseur finale (3 mm)

ϵ = déformation vraie (10 % ou 20 %)

La figure 3.2 présente le pourcentage de phase magnétique (ferrite + martensite induite) mesurée par balance magnétique après les pré-déformations pour les quatre alliages étudiés. Selon les coulées la pré-déformation change la quantité de phase martensitique induite.

L'alliage D se distingue par sa capacité à former de la martensite lors de la pré-déformation, ce résultat est cohérent avec l'indice de stabilité Md_{30}. Pour les autres coulées les résultats traduisent qu'une déformation de 20 % par laminage à froid ne suffit pas pour que la transformation de phase ait lieu de manière significative.

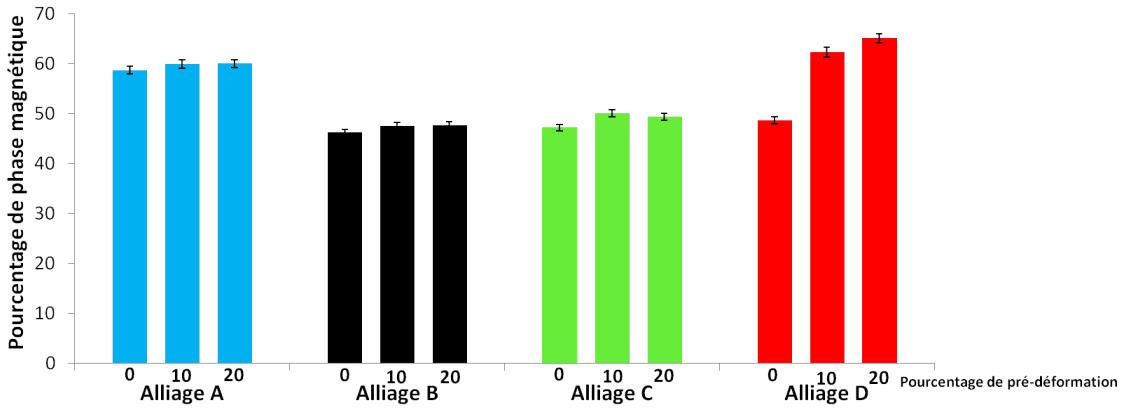


FIGURE 3.2 – Évolution du pourcentage de phase magnétique en fonction du pourcentage de pré-déformation par laminage à froid pour les quatre alliages étudiés.

3.2 Comportement mécanique des alliages en traction uniaxiale

3.2.1 Influence de la composition chimique

La composition chimique et la stabilité de la phase austénique sont deux paramètres qui influencent le comportement mécanique des quatre alliages étudiés.

Les mesures de cinétique de transformation ont été réalisées à partir des essais effectués à l'ESRF. Pour chaque essai de traction l'ensemble des anneaux de Debye Scherrer sont enregistrés puis intégrés afin d'obtenir des diffractogrammes représentant l'intensité en

fonction de l'angle de Bragg (2θ). La fraction massique des phases est ensuite déterminée en utilisant la méthode de Rietveld grâce au logiciel Fullprof [Car93], cf chapitre 2.

La figure 3.3 illustre l'évolution des diffractogrammes lors d'un essai de traction pour l'alliage D sans pré-déformation. Les paramètres de maille de la phase ferritique et martensitique étant très proches les diffractogrammes obtenus ne permettent pas de différencier ces deux phases, l'affinement est donc réalisé à partir de la phase austénitique de structure CFC et de la phase ferritique de structure CC. La fraction massique de la phase ferritique étant constante tout au long de l'essai de traction, il est possible d'en déduire l'évolution de la fraction de phase martensitique.

Les familles de plans associées à la phase austénitique {111}, {220}, {311}, {222} et à la phase ferritique / martensite {110}, {200}, {211} sont identifiées et leurs évolutions au cours de l'essai de traction traduisent un changement du taux de phase. Ce traitement a été effectué pour tous les alliages et les pré-déformations.

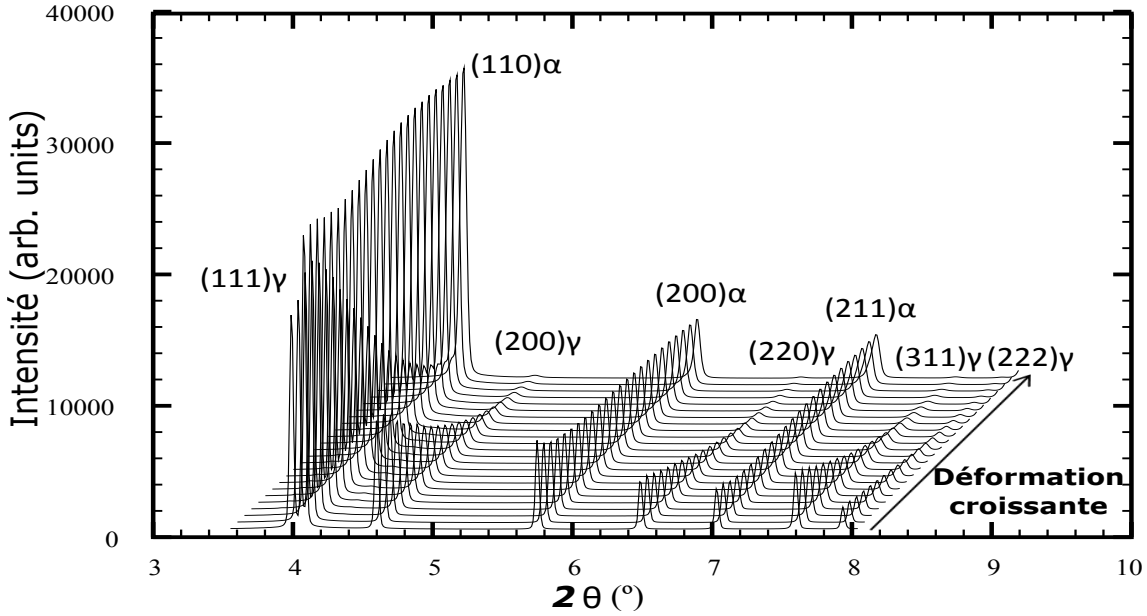


FIGURE 3.3 – Représentation 3D de l'évolution des diffractogrammes au cours d'un essai de traction pour l'alliage D non pré-déformé

Les figures 3.4 comparent le comportement mécanique en traction et l'évolution de la fraction volumique de ferrite + martensite au cours de la déformation pour les quatre alliages.

Sur la première figure, l'alliage D montre une forte augmentation de la contrainte d'écoulement (à partir de 10 %) représentative des aciers présentant une transformation de phase en cours de déformation. La consolidation importante qui en résulte lui octroie

une bonne résistance mécanique mais un allongement faible en raison de sa précocité. Les alliages B et C ont un comportement mécanique très proche, l'augmentation de contrainte est nettement plus faible et plus tardive mais permet d'obtenir une bonne ductilité. Concernant l'alliage A, les signes d'une transformation martensitique n'apparaissent pas, l'alliage possède une bonne limite élastique en raison de sa plus forte teneur en azote. La cinétique de transformation de phase présentée sur la figure 3.4 b est en adéquation avec les observations concernant le comportement mécanique et le calcul du Md_{30}. Pour une même déformation la teneur en martensite est nettement plus élevée pour l'alliage D. Les alliages B et C ont un comportement très proche avec un début de transformation de phase après environ 15 % de déformation. La teneur en phase CC est constante pour l'alliage A, ce qui traduit de l'absence de martensite formée au cours de l'essai de traction.

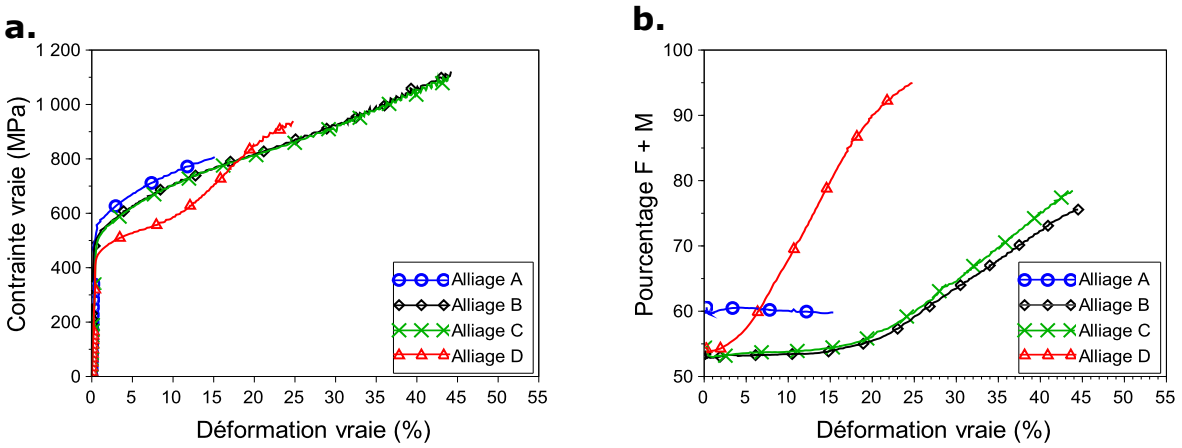


FIGURE 3.4 – Comparaison des quatre alliages, **a.** comportement mécanique contrainte en fonction de la déformation vraie **b.** évolution de la fraction volumique de ferrite + martensite au cours de la déformation.

3.2.2 Influence du traitement de mise en solution

La fraction de phase γ / α dans un alliage duplex dépend du traitement thermique de mise en solution, en effet plus la température de celui-ci est élevée plus la fraction de ferrite est importante. Cette évolution modifie également la répartition des éléments dans les phases et joue donc un rôle important sur la stabilité de l'austénite. Des calculs Thermo-Calc® ont été effectués à partir des compositions chimiques des alliages B,C et D qui montrent une transformation martensitique lors d'un essai de traction après le traitement thermique de référence à 1000 ° C. L'évolution du paramètre Md_{30} en fonction de la température de mise en

solution pour les trois alliages étudiés est présentée sur la figure 3.5 a. et l'évolution de l'indice ferritique est présentée sur la figure 3.5 b. Les résultats obtenus montrent que la stabilité des nuances varie de manière importante suivant la température du traitement. En effet, lorsque la phase austénitique régresse avec l'élévation de la température, sa concentration en éléments gammagènes (Ni et N) augmente, la nuance est alors plus stable. Herrera et al [HPR11] Zhan et al [ZH13] et Jiang et al [JGZJL12] ont montré la nécessité d'optimiser la stabilité de l'alliage pour d'obtenir la transformation de martensitique aux grandes déformations de manière à maximiser la ductilité, ceci passe par une optimisation de l'analyse chimique et de la température de sa mise en solution.

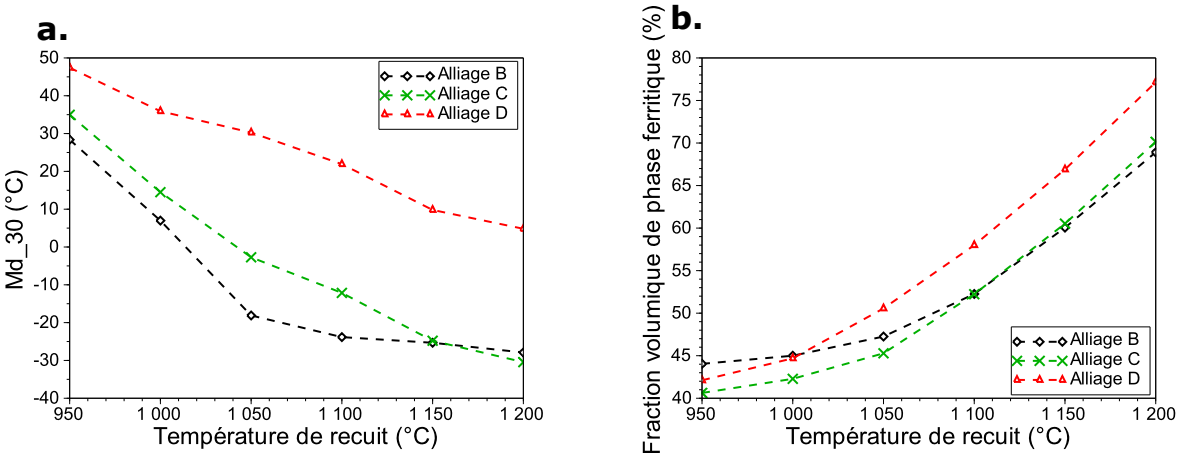


FIGURE 3.5 – Évolution **a.** du paramètre Md_{30} et **b.** du pourcentage de phase ferritique en fonction de la température de recuit pour les alliages A, B et C. Résultats obtenus a partir des calculs d'équilibre effectués avec Thermo-Calc® et de la formule de Nohara appliquée à la composition de l'austénite.

Les propriétés mécaniques en traction des alliages ont été étudiées pour deux températures de maintien (1000 °C et 1180 °C) et sont représentées sur la figure 3.6. Entre ces deux essais, on remarque des changements importants concernant la limite d'élasticité, l'allongement ainsi que la résistance mécanique. La figure 3.5 b. montre que la température du traitement thermique influence la proportion des phases α / γ. Finalement nous pouvons dire que la limite d'élasticité est contrôlée par la fraction des phases α / γ et leur composition chimique. Lorsque la ferrite est la phase majoritaire (1180 °C) la limite d'élasticité est augmentée. La résistance à la traction et l'allongement des alliages dépendent simultanément de la stabilité et de la proportion des phases austénitiques et ferritiques.

Après comparaison des propriétés mécaniques, il apparaît qu'un alliage légèrement plus

austénitique et instable donne un meilleur compromis résistance allongement, au détriment d'une limite d'élasticité plus basse. Pour la suite de l'étude les analyses se limiteront aux alliages traités thermiquement à 1000 ° C.

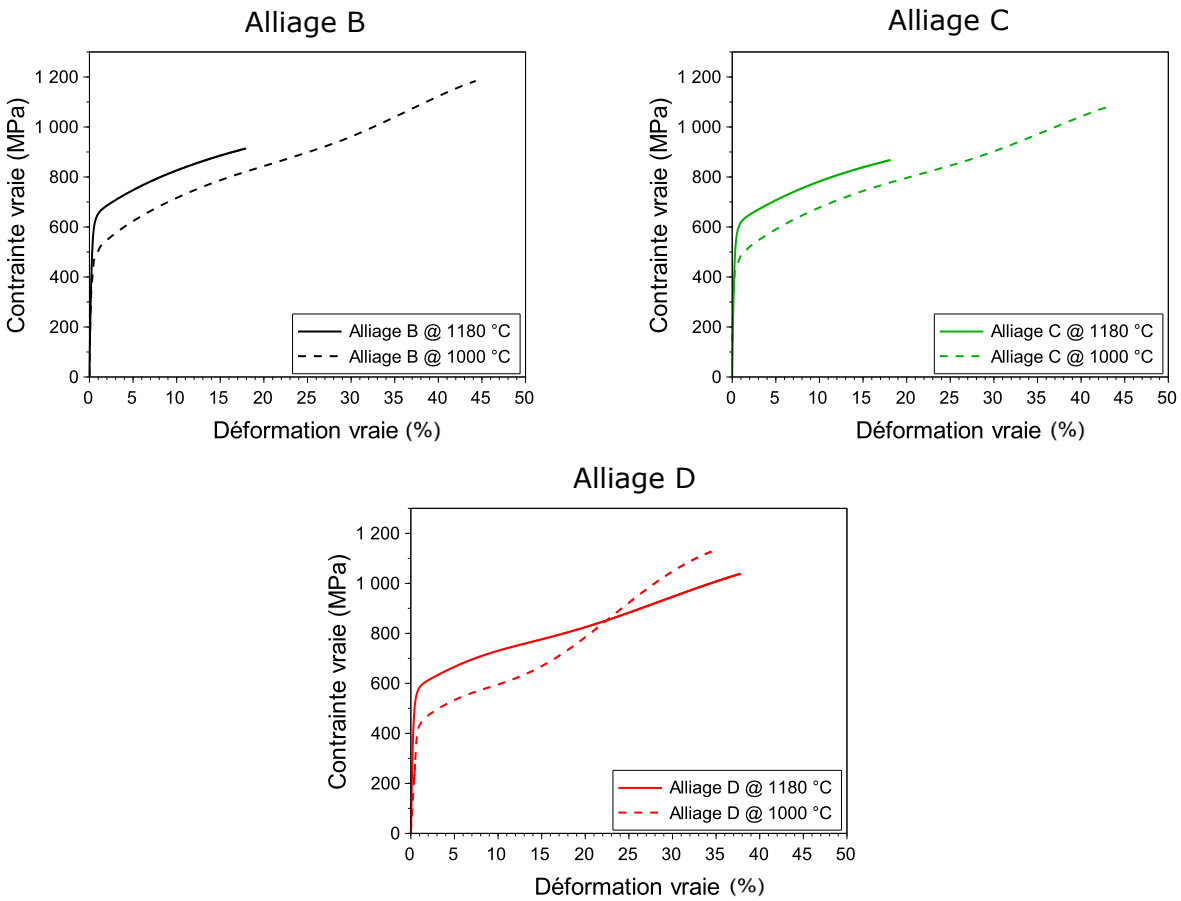


FIGURE 3.6 – Influence de la température du traitement thermique sur les propriétés mécaniques des alliages B, C et D.

3.2.3 Influence de la pré-déformation

La pré-déformation étant une étape importante du processus d'élaboration il est nécessaire d'étudier son influence sur les propriétés mécaniques et sur la cinétique de transformation lors d'un essai de traction.

La figure 3.7 compare le comportement mécanique en traction des alliages étudiés après 10 % et 20 % de pré-déformation. Le laminage à froid permet une augmentation croissante de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction en fonction du taux de déformation appliqué. La limite d'élasticité de l'alliage D reste inférieure à celle des trois autres alliages malgré un pourcentage important de martensite formée lors du laminage. A ce stade, il n'est

pas possible de différencier le durcissement lié à l'effet de l'écrouissage et celui engendré par la phase martensitique.

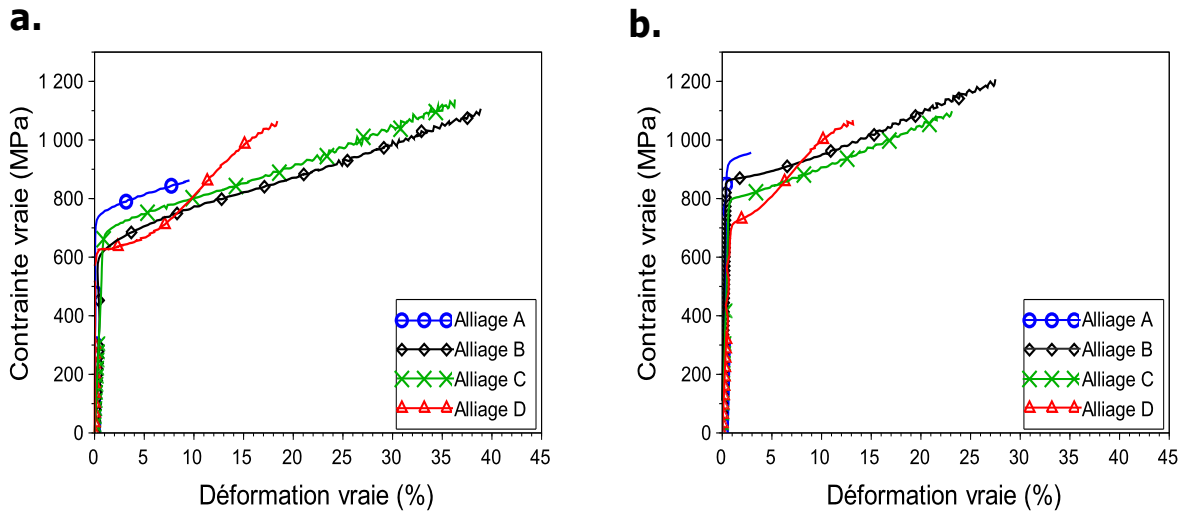


FIGURE 3.7 – Courbes rationnelles de traction après **a.** 10 % et **b.** 20 % de pré-déformation.

Pour mettre en évidence l'effet de la transformation martensitique sur les courbes de traction nous avons tracé l'évolution du taux d'écrouissage $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ ainsi que de la cinétique de transformation en fonction de la déformation vraie appliquée, figures 3.8 ; 3.9 ; 3.10 et 3.11. La cinétique de transformation est déterminée à partir des essais de diffraction des rayons X.

L'écrouissage représenté par la dérivé $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ apparaît clairement influencé par la transformation de phase. Pour l'alliage A stable, le taux d'écrouissage décroit de manière continue avec la déformation, alors que les aciers instables montrent une évolution non monotone avec un maximum d'écrouissage qui apparaît au cours de l'essai. L'évolution de l'écrouissage des alliages instables peut être divisée en trois paliers.

- Palier 1 qui correspond à la première forte diminution, dans cette partie la transformation n'a pas encore eu lieu et $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ décroit avec la déformation. Cependant suivant le pourcentage de pré-déformation deux phénomènes sont observables :
  - la courbe de consolidation passe en dessous de la courbe de traction vraie ce qui peut induire, suivant le critère de Considère une localisation de la déformation,
  - la courbe reste au dessus et la déformation de l'alliage devrait rester homogène.
- Palier 2 qui a pour borne les deux extrema d'écrouissage de la courbe, ici la phase martensitique joue un rôle durcissant et permet d'augmenter la résistance mécanique

de l'alliage, ce qui favorise un écoulement stable, réparti de manière homogène le long de l'éprouvette.

— Palier 3 qui montre une décroissance du taux d'écrouissage avec la déformation engendrée par la saturation de la fraction de martensite formé.

Chaque éprouvette possède un comportement mécanique singulier suivant sa composition et sa pré-déformation. Par exemple l'alliage D montre une forte instabilité, avec un renforcement important au cours de la déformation plastique.

Pour chaque alliage et chaque pré-déformation l'inflexion du palier 2 peut être reliée au début de la transformation martensitique donné par la courbe d'évolution du pourcentage de phase ferritique.

Les alliages possèdent des cinétiques de transformation distinctes en fonction de leur composition et de la pré-déformation. Pour un même alliage la pré-déformation influence le début de la transformation martensitique. Elle intervient à une déformation plus faible lorsque les alliages sont pré-déformés, en revanche une fois qu'elle a débuté l'évolution du pourcentage de phase martensitique est identique à celle du matériau non déformé. En effet les courbes montrant le pourcentage de phase ferritique en fonction de la déformation sont parallèles, figure 3.12.

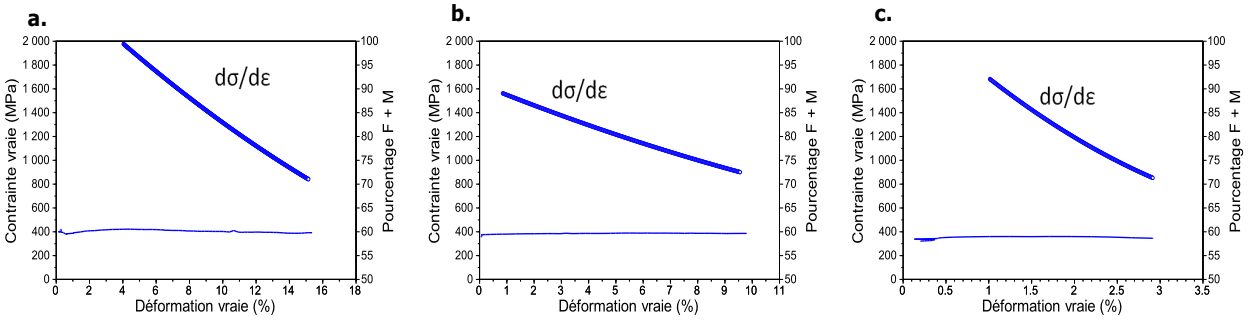


FIGURE 3.8 – Évolution du taux d'écrouissage et du pourcentage de ferrite + martensite en fonction de la déformation pour l'alliage A **a.** sans pré-déformation, **b.** pré-déformé à 10 % et **c.** pré-déformé à 20 %.

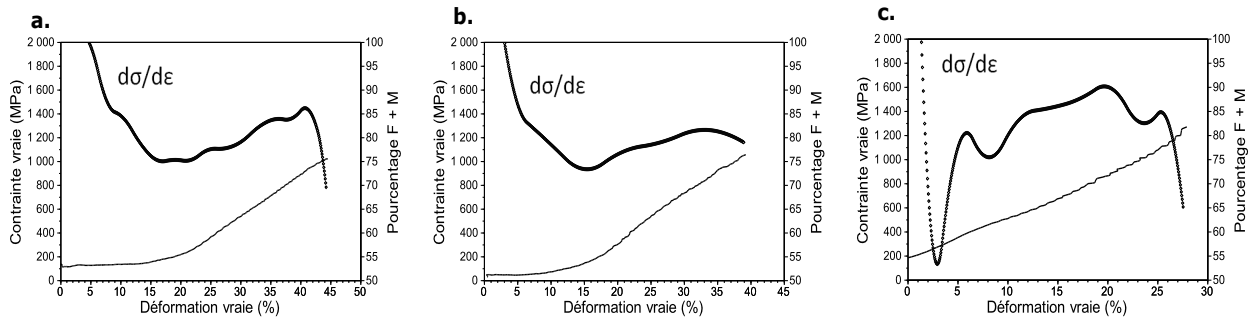


FIGURE 3.9 – Évolution du taux d'écrouissage et du pourcentage de ferrite + martensite en fonction de la déformation pour l'alliage B **a.** sans pré-déformation, **b.** pré-déformé à 10 % et **c.** pré-déformé à 20 %

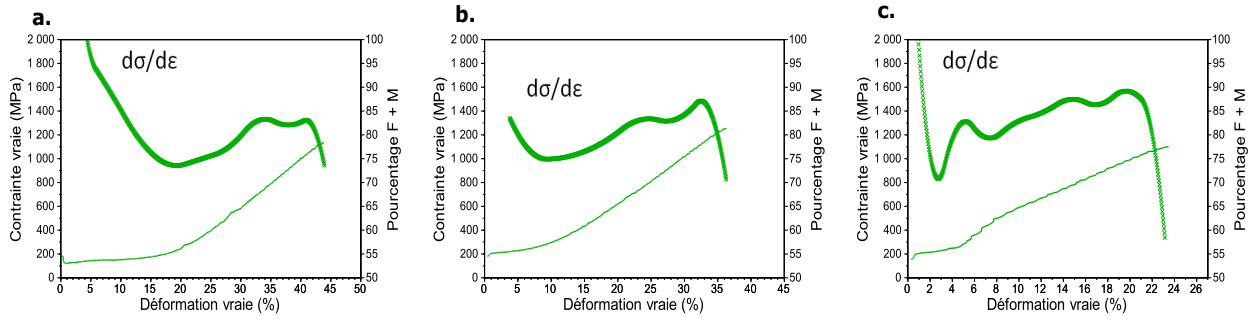


FIGURE 3.10 – Évolution du taux d'écrouissage et du pourcentage de ferrite + martensite en fonction de la déformation pour l'alliage C **a.** sans pré-déformation, **b.** pré-déformé à 10 % et **c.** pré-déformé à 20 %

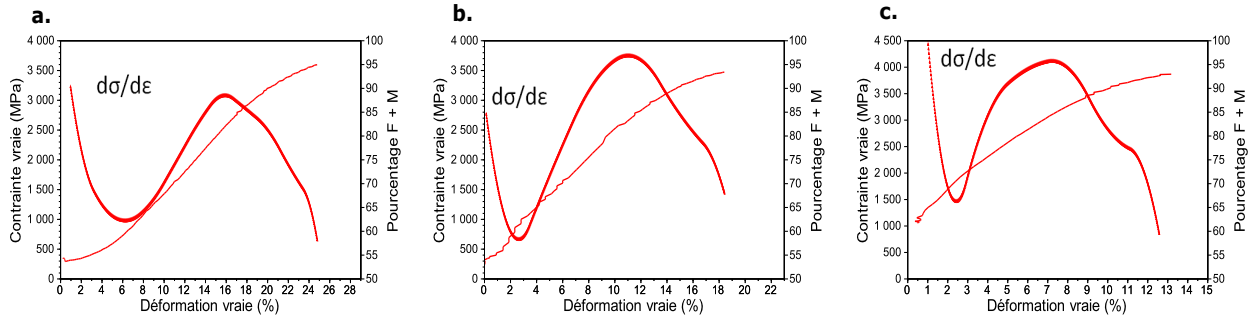


FIGURE 3.11 – Évolution du taux d'écrouissage et du pourcentage de ferrite + martensite en fonction de la déformation pour l'alliage D **a.** sans pré-déformation, **b.** pré-déformé à 10 % et **c.** pré-déformé à 20 %

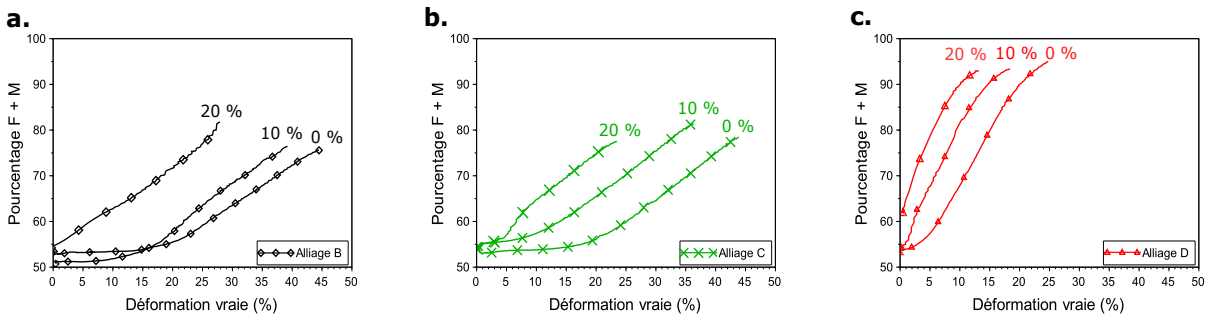


FIGURE 3.12 – Évolution du pourcentage de ferrite + martensite en fonction de la déformation pour les alliages avec 0 % , 10 % et 20 % de pré-déformation pour **a.** l'alliage B, **b.** l'alliage C et **c.** l'alliage D.

3.3 Champs de déformations locaux

La transformation de phase ayant un impact non négligeable sur le comportement mécanique macroscopique il est nécessaire de caractériser son influence sur la distribution spatiale des déformations. Dans cette partie les champs de déformation ont été mesurés grâce à la corrélation d'images, technique présentée dans le chapitre 2.

Pour mettre en avant la répartition des déformations à la surface de l'éprouvette, on a choisi de représenter l'incrément de déformation entre deux images successives. Pour expliquer l'évolution du champ de déformation au cours d'un essai de traction quatre niveaux de déformation ont été choisis et repérés par les numéros de 1 à 4 sur la courbe de traction de l'alliage B, figure 3.13 a. La distribution spatiale des déformations dans l'éprouvette est présentée sur la figure 3.13 b. pour les quatre niveaux. Dans ces quatre images, on peut voir qu'il y a une évolution de l'incrément de déformation le long de l'éprouvette mais pas de changement significatif dans la largeur de l'éprouvette. De cette manière il est facilement possible de représenter sur un même graphique l'évolution de l'incrément de déformation en fonction de la déformation moyenne au cours d'un essai de traction, figure 3.13 c. Cette étude a été réalisée sur tous les alliages et toutes les pré-déformations.

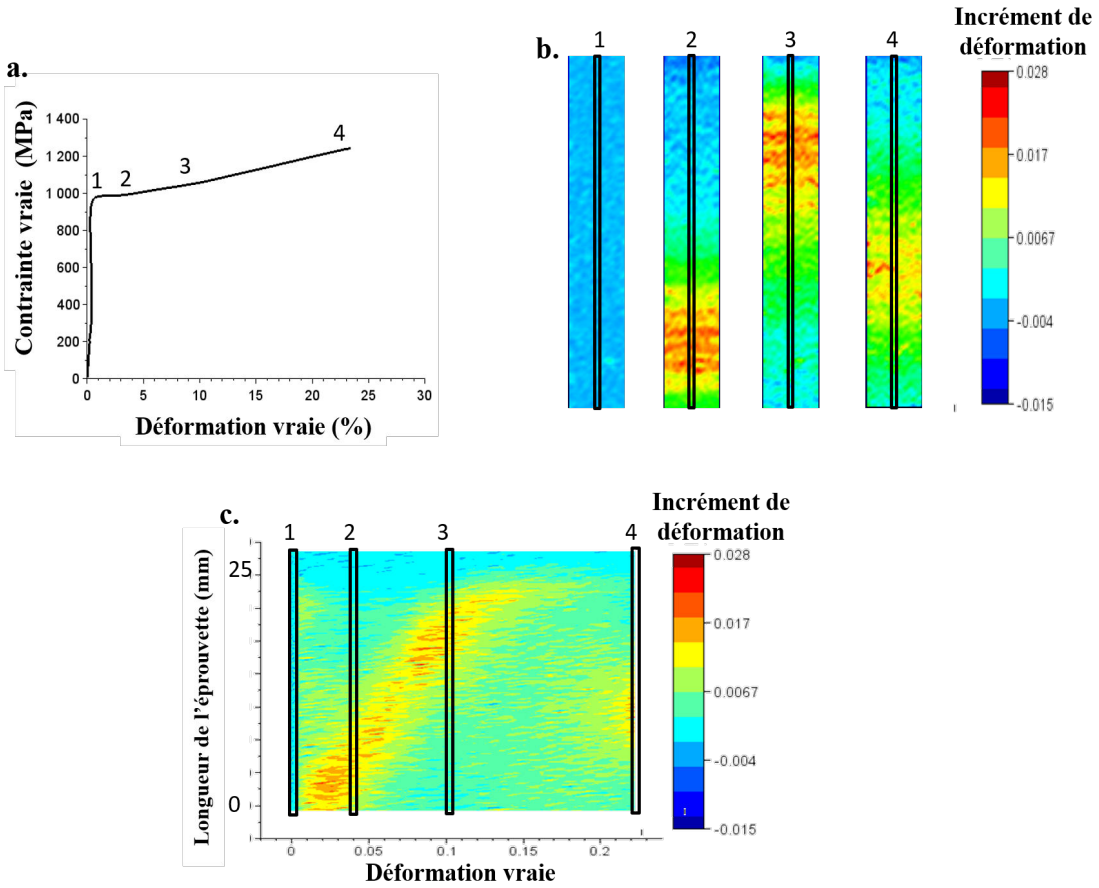


FIGURE 3.13 – **a.** Courbe de traction de l'alliage B, **b.** distribution spatiale des déformations pour 4 niveaux de déformation et **c.** évolution de l'incrément de déformation pour une colonne.

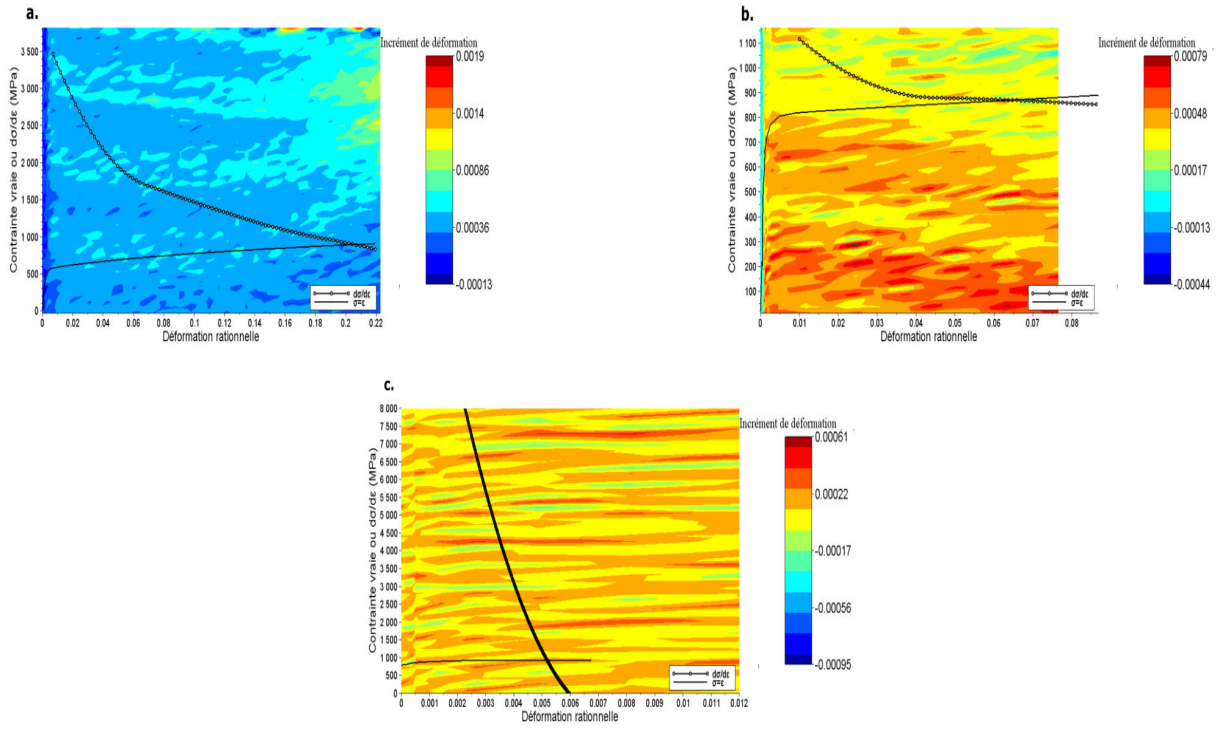


FIGURE 3.14 – Évolution de l'incrément de déformation et du taux d'écrouissage en fonction de la déformation pour l'alliage A **a.** non pré-déformé, **b.** après 10 % de pré-déformation et **c.** après 20 % de pré-déformation.

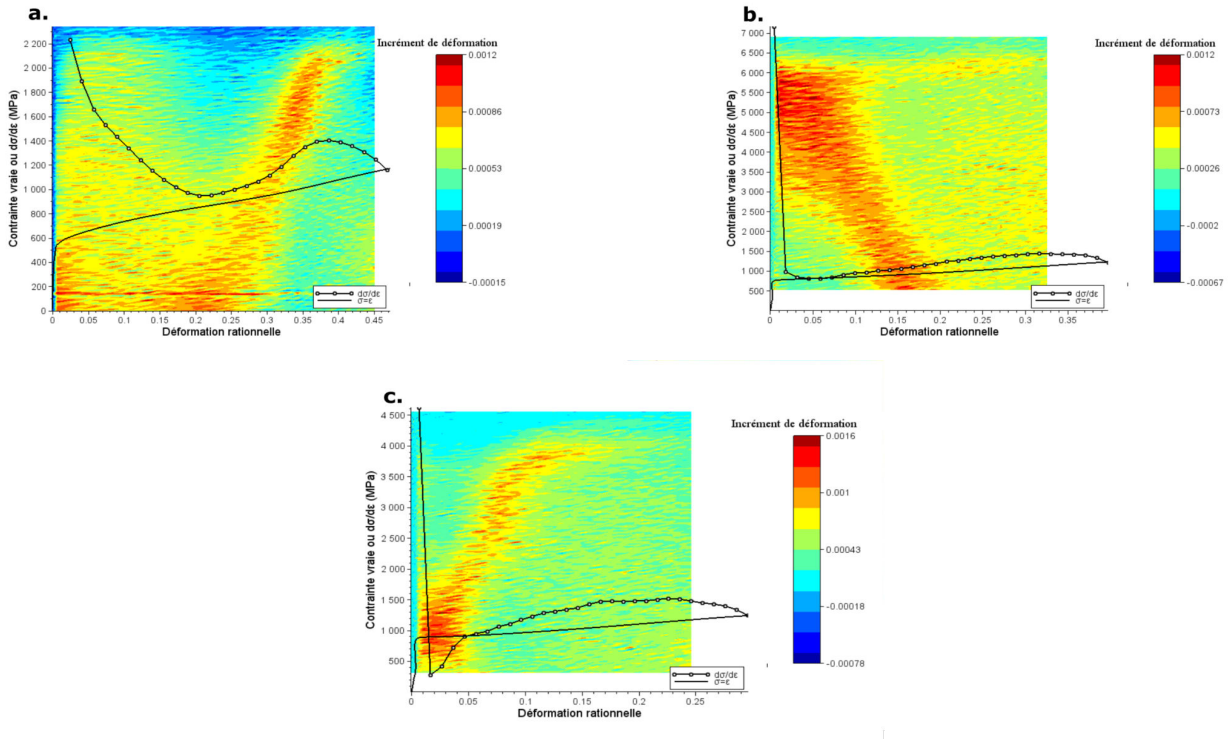


FIGURE 3.15 – Évolution de l'incrément de déformation et du taux d'écrouissage en fonction de la déformation pour l'alliage B **a.** non pré-déformé, **b.** après 10 % de pré-déformation et **c.** après 20 % de pré-déformation.

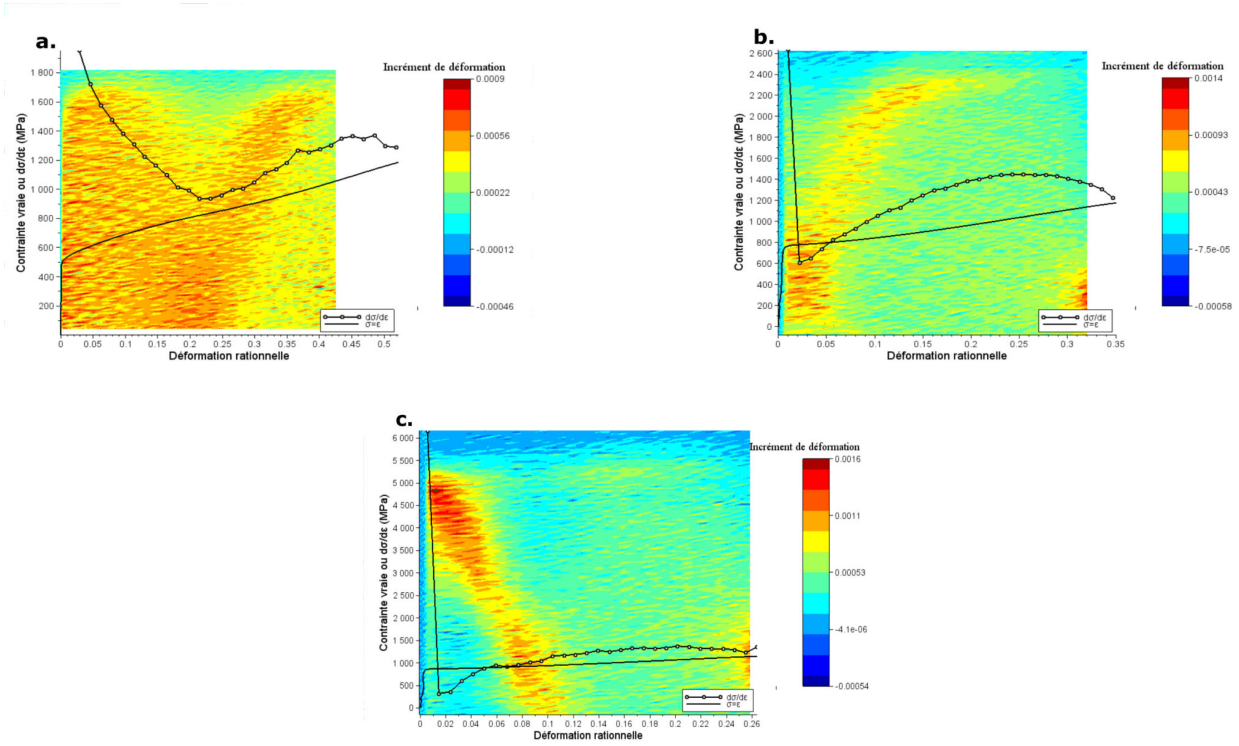


FIGURE 3.16 – Évolution de l'incrément de déformation et du taux d'écrouissage en fonction de la déformation pour l'alliage C **a.** non pré-déformé, b**.** après 10 % de pré-déformation et **c.** après 20 % de pré-déformation.

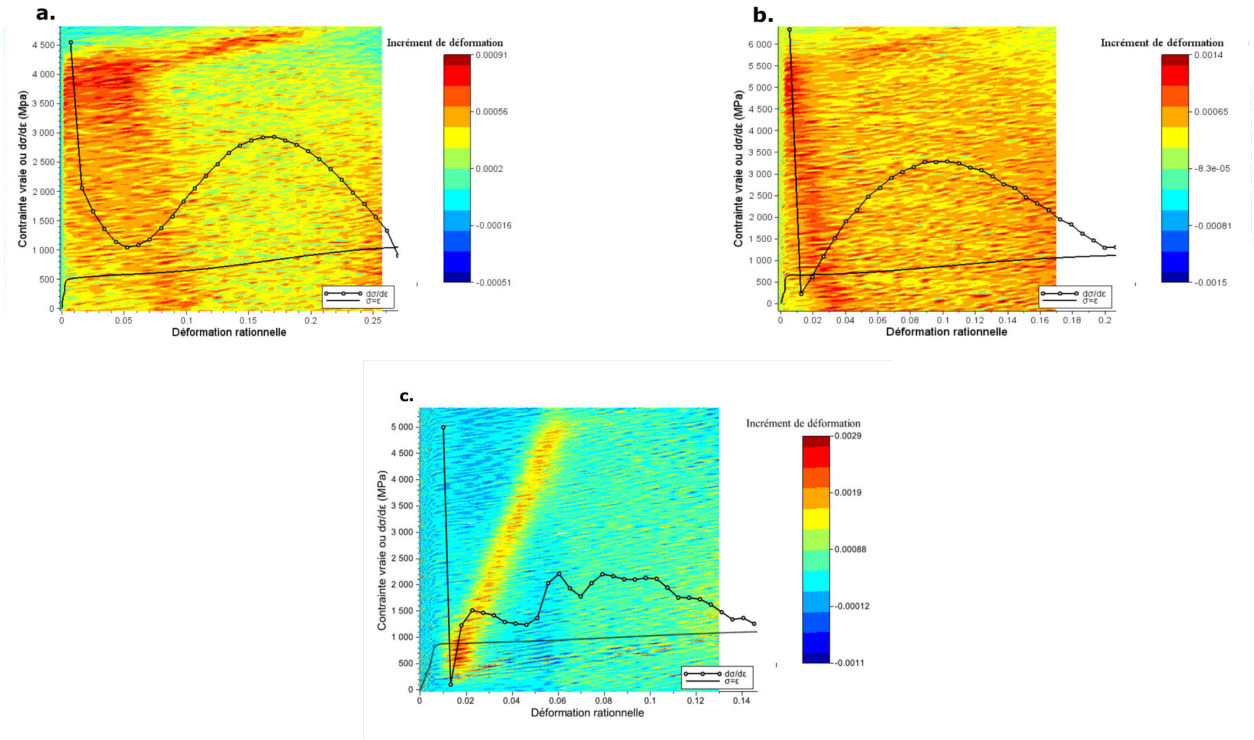


FIGURE 3.17 – Évolution de l'incrément de déformation et du taux d'écrouissage en fonction de la déformation pour l'alliage D **a.** non pré-déformé, **b.** après 10 % de pré-déformation et **c.** après 20 % de pré-déformation.

Les figures 3.14, 3.15, 3.16 et 3.17 présentent l'incrément de déformation ainsi que l'écrouissage $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$. Pour un alliage stable (Alliage A), on observe une déformation homogène sur toute la longueur de l'éprouvette au cours de l'essai de traction, excepté lors de la striction finale précédant la rupture. En revanche, dans les aciers instables, on remarque une première localisation de la déformation rendant compte d'une striction, correspondant au régime de déformation pour lequel le taux d'écrouissage s'approche, voire passe en-dessous, de la valeur de la contrainte vraie. A la suite on observe une hétérogénéité de la déformation le long de l'éprouvette lié au faible taux d'écrouissage macroscopique. L'acier retrouve ensuite une déformation homogène lorsque le taux d'écrouissage augmente suffisamment grâce à la transformation martensitique. Une nouvelle striction est visible, lors de la deuxième baisse du taux d'écrouissage, avant la rupture finale. Eskanderi et al. [EZHM+14] ont montré que l'hétérogénéité de la distribution des déformations engendrée par la transformation martensitique entraînait un durcissement local qui permettait d'arrêter le processus de striction et de favoriser la propagation des bandes de déformations.

3.4 Influence de la transformation martensitique sur la distribution des déformations dans chacune des phases

L'étude de la distribution spatiale des déformations a montré une distribution des déformations à l'échelle de l'éprouvette fortement dépendante de la transformation martensitique. Cette transformation étant un point clé de l'évolution des déformations dans le matériau il est important de caractériser son influence sur la répartition des déformations dans chacune des phases. Dans cette partie la technique de corrélation d'images est utilisée pour mesurer les champs de déformation à l'échelle des phases. Pour cela, des tests de traction sont réalisés dans l'enceinte d'un microscope électronique à balayage. Deux alliages de stabilité bien distincte ont été étudiés dans cette partie, l'alliage A le plus stable et l'alliage D le plus instable.

3.4.1 Alliage A, sans transformation martensitique

La préparation des éprouvettes est réalisée suivant le protocole décrit dans le chapitre 2. Lors de l'acquisition des images la déformation est stoppée. La machine de traction garde l'éprouvette en tension, cependant il y a une légère relaxation de contrainte qui est visible sur la figure 3.18 montrant la courbe de traction réalisée durant l'essai. Pour cet essai les images ont été prises à différents pourcentages de déformation. Après le traitement des images avec le logiciel CorrelManuV (CMV) les cartographies des déformations sont présentées sur la figure 3.19.

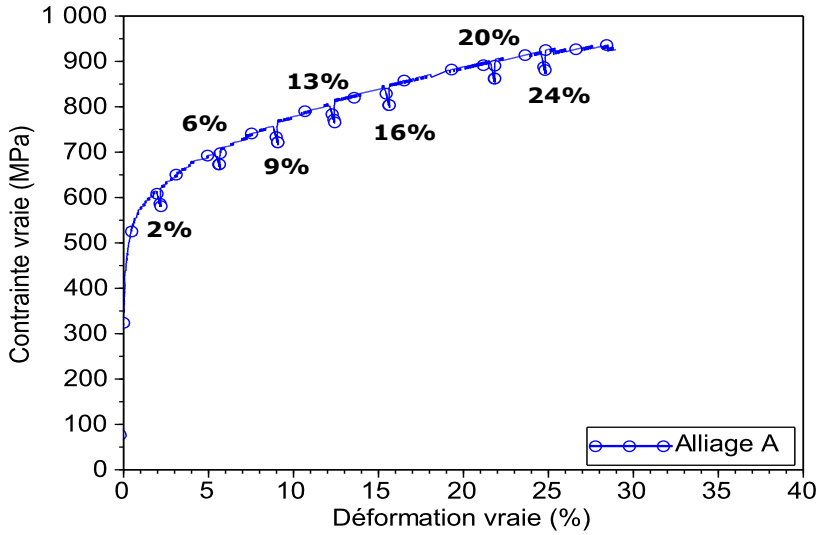


FIGURE 3.18 – Essais de traction réalisé dans le MEB. Courbe contrainte en fonction de la déformation vraie pour l'alliage A

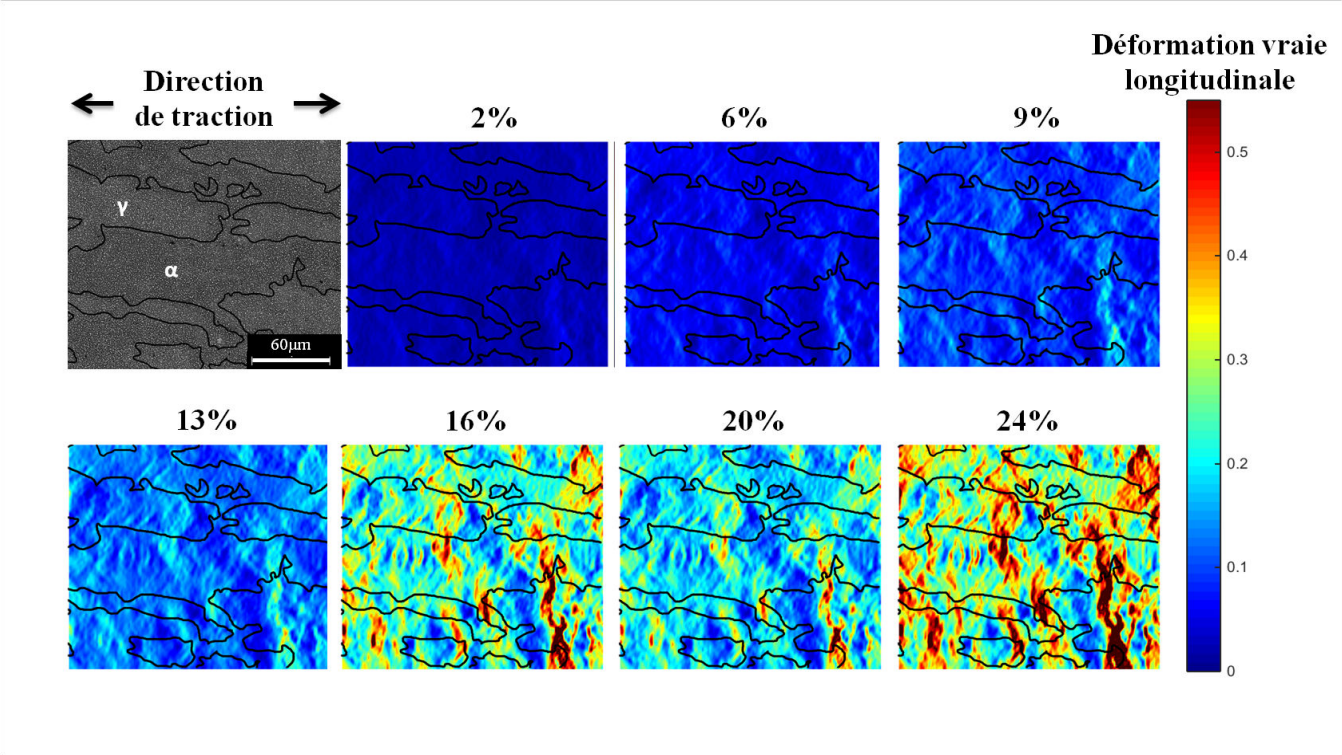


FIGURE 3.19 – Cartographies des déformations vraies locales pour l'alliage A au cours d'un essai de traction

A l'échelle microscopique les cartographies montrent une hétérogénéité des déformations, avec l'existence de zones fortement déformées. Des bandes de déformation plus ou moins larges se propageant sur les deux phases sont visibles. Ces bandes de forte déformation orientées de manière normale au sens de traction alternent avec des zones de plus faible déformation. A ce stade il n'est pas possible de voir si une phase est plus déformée que l'autre.

Afin d'obtenir cette information, le logiciel CMV permet de fixer chaque zone d'intérêt comme faisant partie de la phase austénitique ou ferritique. L'identification des deux phases est possible grâce à une différence de composition chimique. La phase austénitique possédant légèrement plus de nickel apparaît plus claire que la phase ferritique. Les résultats présentés sur la figure 3.20 montrent qu'il n'y a pas de différence de déformation moyenne entre les deux phases. Leurs déformations restent identiques tout au long de l'essai de traction. Les histogrammes de déformation locale pour le premier et le dernier état de déformation (figure 3.21) sont identiques. Il n'y pas d'évolution de la distribution des déformations au cours de l'essai mécanique, les deux phases se répartissent de manière homogène la

déformation totale.

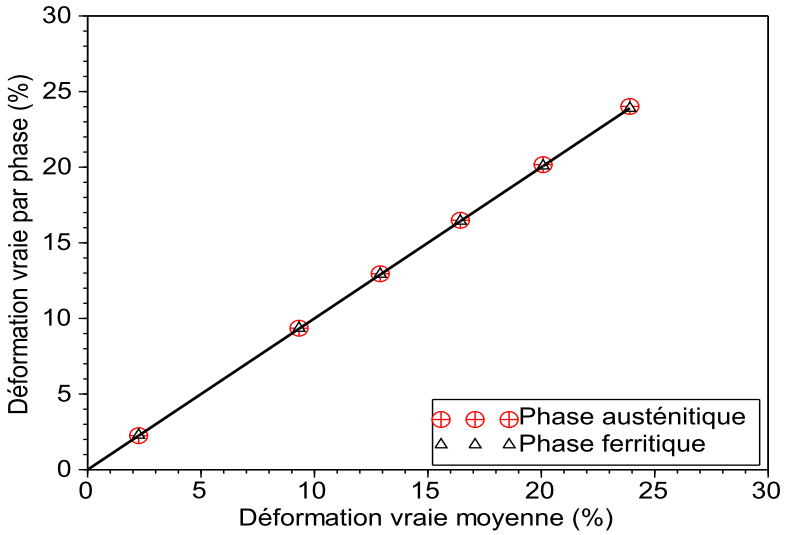


FIGURE 3.20 – Déformation moyenne dans la phase austénitique et ferritique en fonction de la déformation totale pour l'alliage A

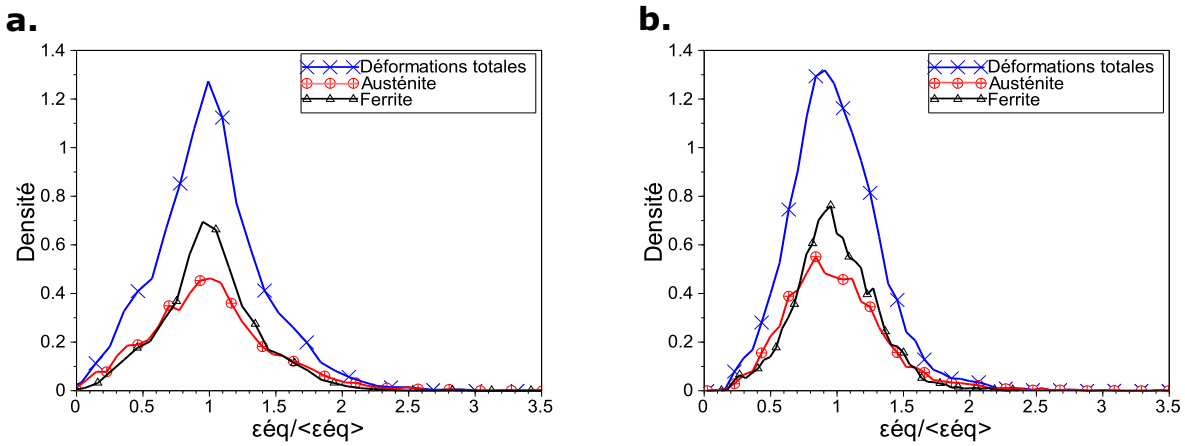


FIGURE 3.21 – Fonction de distribution des déformations locales pour l'alliage A **a.** après une déformation totale de 2 % et **b.** après une déformation totale de 24 %.

3.4.2 Alliage D, avec une transformation martensitique au cours de la déformation plastique

Les résultats obtenus à partir de l'alliage stable montrent que les deux phases en présence se déforment de manière équivalente. L'essai réalisé sur l'alliage instable permettra de caractériser l'influence de la transformation martensitique sur la distribution des déformations dans le matériau. La technique utilisée, basée sur le contraste de composition

chimique au MEB ne permet pas de différencier l'austénite de la martensite qui se forme au cours de l'essai. Ainsi, lorsque les déformations par phase seront présentées, il s'agira d'une part de la déformation de la ferrite, et d'autre part de l'ensemble [austénite + martensite]. 6 à 38 % ont été sélectionnés, comme indiqué sur la courbe de traction dans la figure 3.22.

Comme pour l'alliage stable, la déformation est hétérogène dans l'échantillon, des bandes fortement déformées se propagent d'une phase à l'autre. Cependant leurs taux de déformation varient suivant la phase traversée. Par exemple, sur la figure 3.23 une bande de déformation est entourée en blanc sur deux cartographies (18 et 35 %). Sur la première cartographie (18 %) le taux de déformation apparaît plus important dans le mélange [austénite / martensite] alors que sur la deuxième (35 %) l'effet inverse est observé. Après 38 % de déformation, les zones bleues, faiblement déformées sont situées exclusivement dans le mélange [austénite / martensite] alors que les zones rouges sont essentiellement situées dans la phase ferritique.

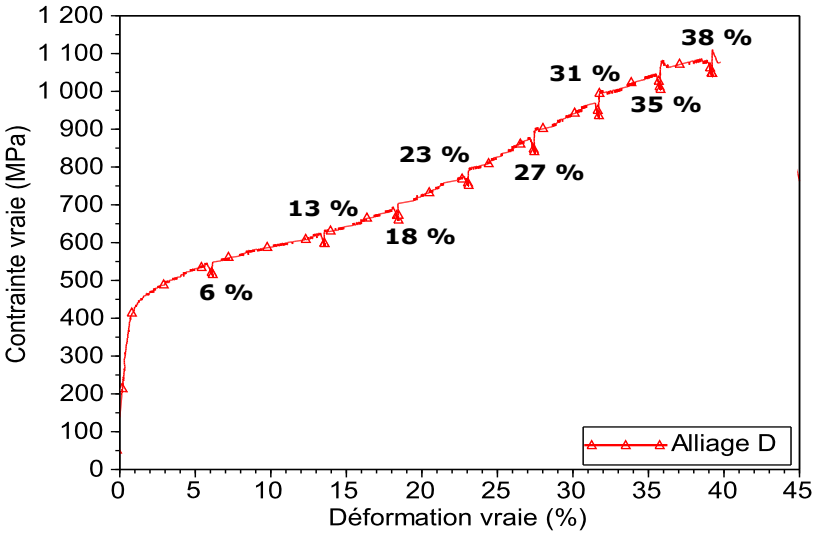


FIGURE 3.22 – Courbe de traction contrainte en fonction de la déformation vraie pour l'alliage D

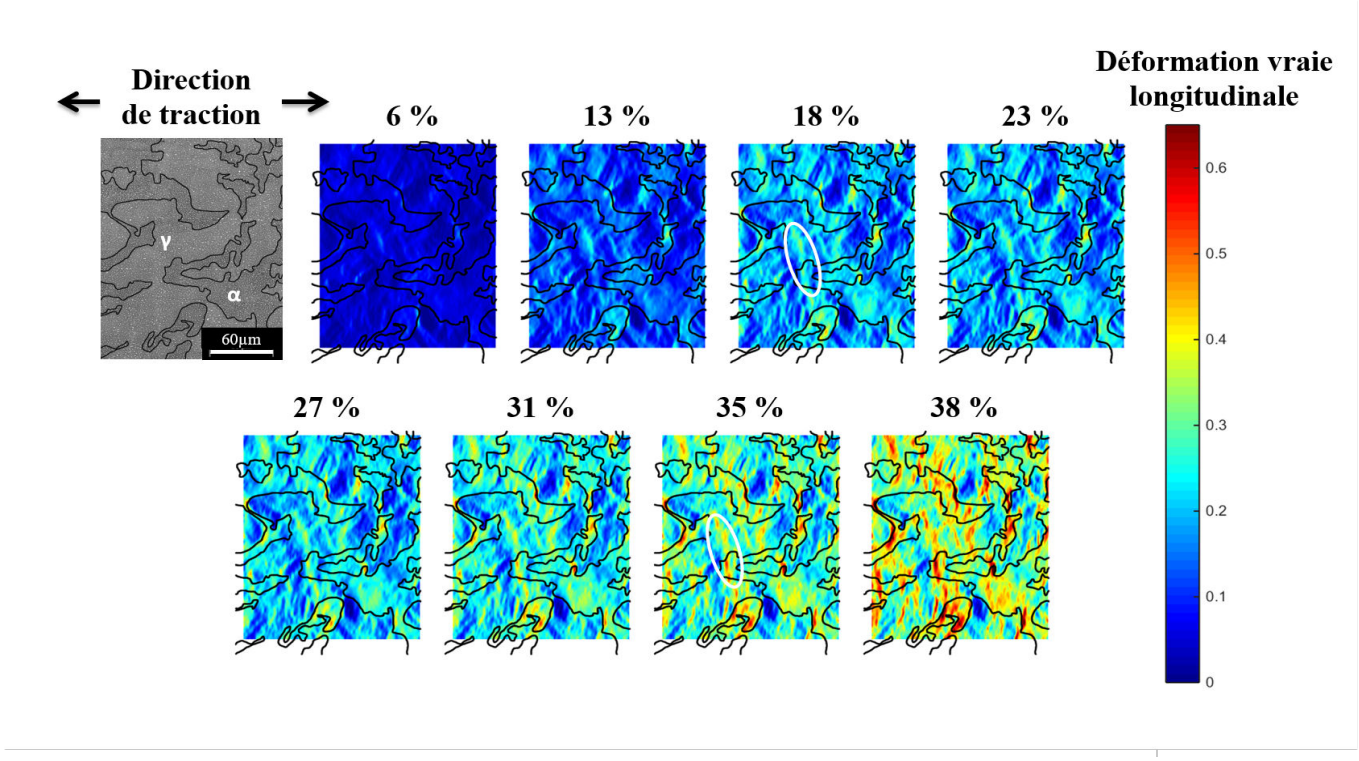


FIGURE 3.23 – Cartographies des déformations rationnelles locales pour l'alliage A au cours d'un essai de traction

Afin de vérifier ces observations la moyenne des déformations dans chacune des phases est réalisée, figure 3.24. La phase ferritique possède un taux de déformation plus important que le mélange [austénite / martensite] et cette différence croit de manière continue au cours de l'essai de traction. La différence de déformation entre les deux phases peut être attribuée à la transformation martensitique. Lorsque l'austénite se transforme au cours de l'essai de traction, elle engendre un durcissement du mélange [austénite / martensite] entraînant une déformation plus importante de la phase ferritique. Les histogrammes de la première et de la dernière cartographie présentés sur la figure 3.25 montrent que la distribution des déformations n'est pas équivalente entre les deux phases. Le mélange [austénite / martensite] concentre les faibles déformations alors que la phase ferritique concentre plutôt les fortes. La différence d'intensité et d'élargissement entre les deux histogrammes met en avant une diminution de l'hétérogénéité de la déformation au cours de l'essai de traction.

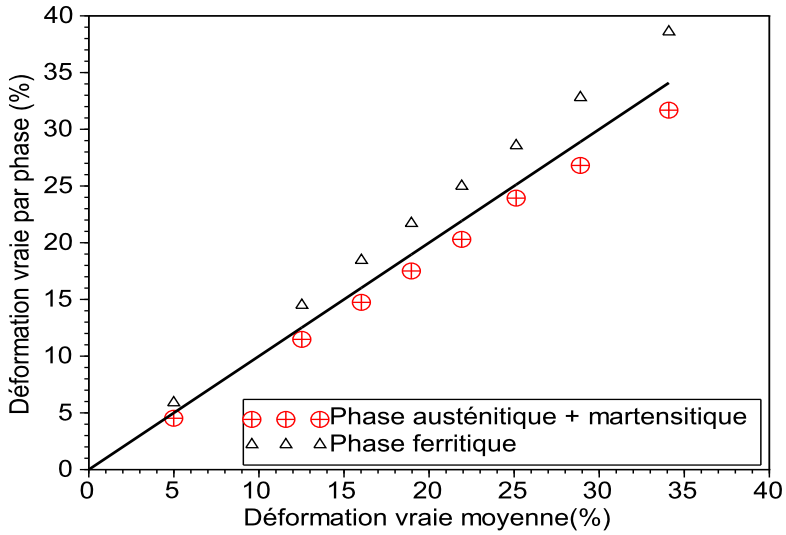


FIGURE 3.24 – Déformation moyenne dans la phase austénitique et ferritique en fonction de la déformation totale pour l'alliage D

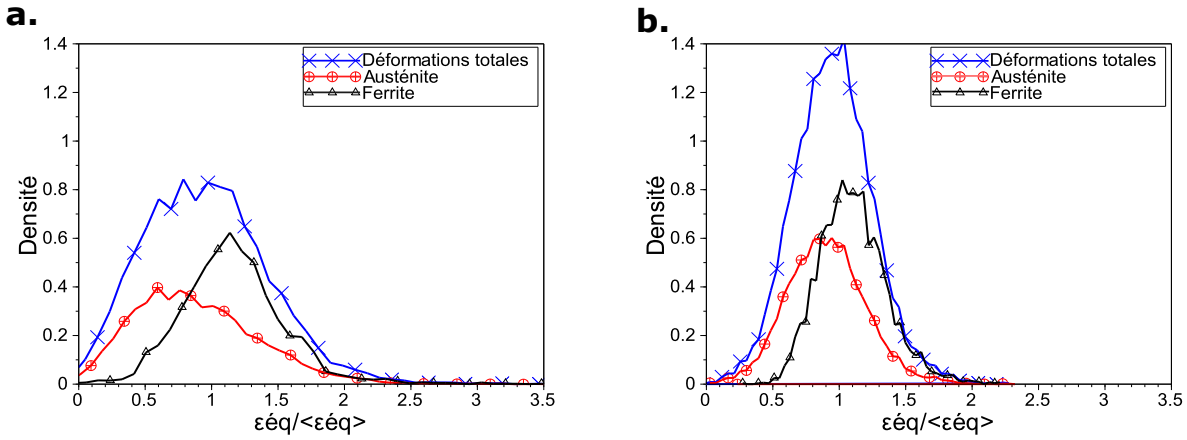


FIGURE 3.25 – Fonction de distribution des déformations locales pour l'alliage D **a.** après une déformation totale de 6 % et **b.** après une déformation totale de 38 %.

Afin de vérifier la relation entre cette hétérogénéité des déformations et la dureté des phases en présence, des mesures de nanoindentations ont été réalisées à l'issue de l'essai de traction dans la phase ferritique et dans le mélange [austénite / martensite]. A ce stade de déformation la phase austénitique est quasiment totalement transformée, on considérera donc que les mesures sont représentatives de la phase martensitique.

La figure 3.26 montre la courbe de dureté obtenue dans la phase martensitique et ferritique. On remarque une différence d'environ un facteur deux entre les deux phases. La martensite plus dure, confirme les résultats montrant une déformation plus importante

dans la phase ferritique au cours d'un essai de traction.

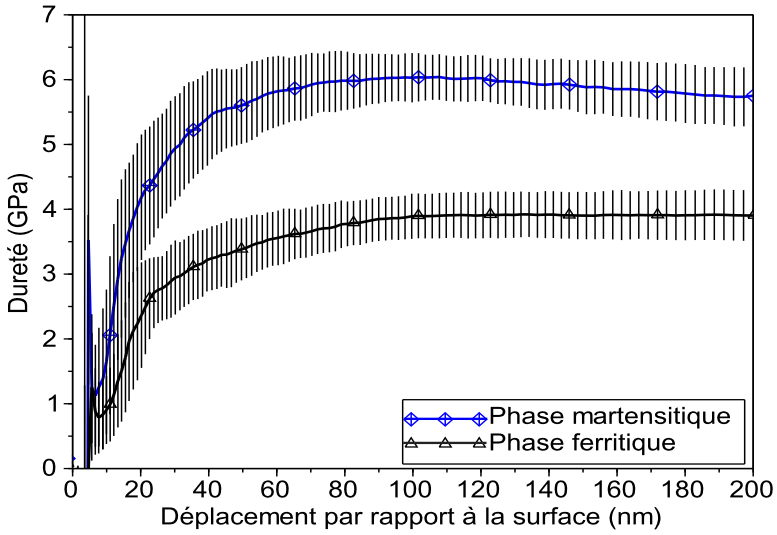


FIGURE 3.26 – Dureté de la phase ferritique et martensitique à l'issue d'un essai de traction sur l'alliage D

3.5 Microstructure et transformation martensitique, analyse EBSD

Dans les alliages lean duplex de nombreux auteurs [CJHP11], [CJHP12a], [HPR11] ont montré que la martensite ϵ intervenait comme intermédiaire dans le processus de transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$. Afin d'étudier ce mécanisme dans le cadre de notre étude un essai de traction réalisé dans un MEB et couplé à une analyse EBSD a été effectué au laboratoire Matéis à l'INSA de Lyon. L'alliage D a été choisi pour cet essai, car il permet par son instabilité d'obtenir une transformation de phase pour de faibles déformations. Lors de l'essai de traction quatre interruptions à 4, 8, 11 et 16 % de déformation vraie ont été effectuées afin de réaliser les cartographies EBSD.

La figure 3.27 présente l'évolution de l'austénite en rouge et de la [ferrite / martensite] (phases CC) en vert. On trouve une augmentation constante du pourcentage de phase CC du fait de la transformation de phase. Aux faibles déformations, des germes de martensite apparaissent aux interfaces austénite / ferrite ainsi qu'aux joints de macles de la phase austénitique, figure 3.27 b. Aux cours de la déformation ces germes croissent, figures 3.27 c

et d.

Afin de mieux observer les mécanismes de transformation une première zone représentée par un rectangle blanc dans la figure 3.27 est analysée à plus fort grossissement. La figure 3.28 montre l'évolution de la microstructure de cette zone en fonction de la déformation. Au début de l'essai des germes de martensite α' sont déjà visibles, probablement formés lors des étapes de préparation. Ces germes croissent tout au long de l'essai de traction en gardant la même orientation. Sur la figure 3.28 b, une légère désorientation de la phase austénitique est visible. Lorsque la déformation augmente (figure 3.28 c) la zone où l'austénite était désorientée s'est transformée en α'.

Aux plus grandes déformations la martensite α' apparaît au centre des grains austénitiques. L'analyse d'un grain austénitique entouré en blanc sur les figures 3.27 c et e, permet de visualiser la phase intermédiaire ϵ. D'après la figure 3.29 la phase ϵ se forme à partir d'un joint de grain et est corrélée avec la formation de la martensite α'. Après 16 % de déformation la martensite α' croit au détriment de ϵ qui finira par fortement diminuer avec l'augmentation de la déformation.

Les cartographies d'orientation et de désorientation (Kernel Average Misorientation) sont présentées dans l'annexe A.

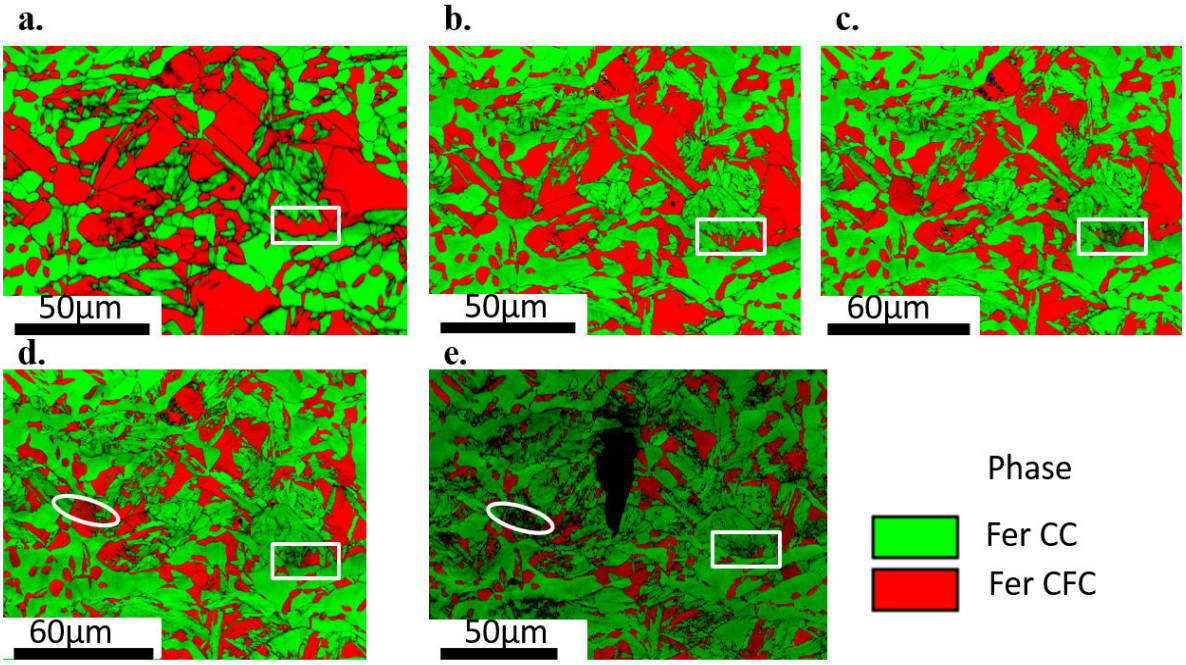


FIGURE 3.27 – Cartographies EBSD des phases pour **a.** état initial sans déformation **b.** 4 %, **c.** 8 %, **d.** 11 % et **e.** 16 % de déformation vraie.

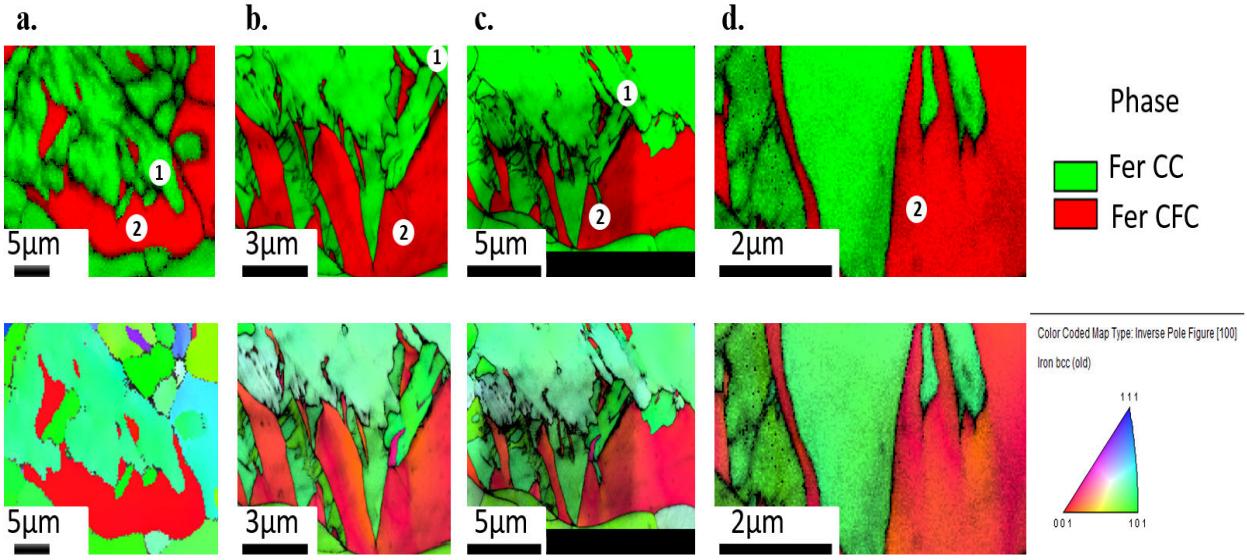


FIGURE 3.28 – Cartographies EBSD des phases et d'orientations pour **a.** état initial sans déformation **b.** 4 %, **c.** 8 %, **d.** 11 % de déformation vraie.

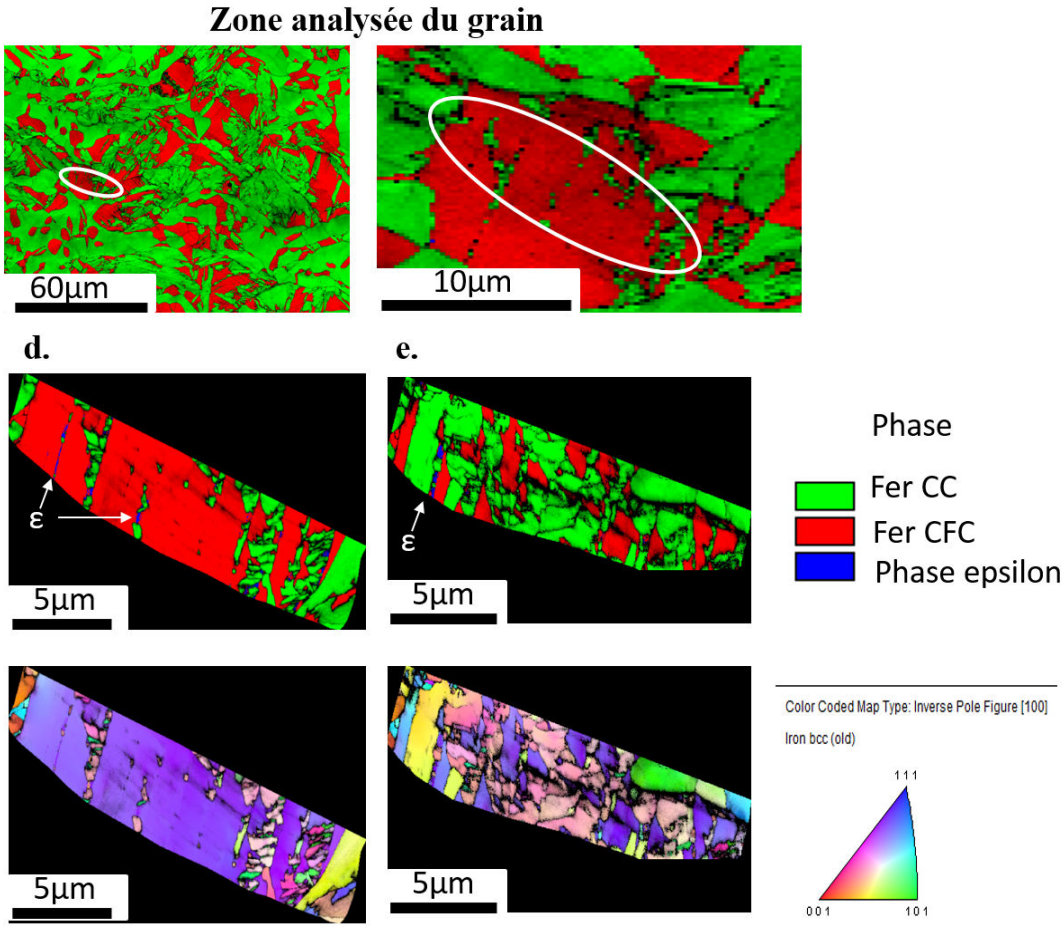


FIGURE 3.29 – Cartographies EBSD des phases et d'orientations pour d. 11 % et e. 16 % de déformation vraie.

3.6 Conclusion

L'utilisation de plusieurs techniques de caractérisation a permis d'évaluer l'influence de la transformation martensitique sur les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex.

Les essais de diffraction in situ des rayons X à haute énergie ont permis de suivre de manière quantitative l'évolution de la transformation de phase au cours d'un essai de traction. Ces résultats ont d'une part confirmé le lien entre le début de la transformation et les courbes d'écrouissage. Ils ont également permis de voir que les pré-déformations effectuées par laminage à froid ont une influence sur la cinétique de transformation. Lorsque que l'alliage est pré-déformé la transformation martensitique débute à un taux de déformation plus faible.

La corrélation d'images à mis en évidence une hétérogénéité des déformations dans

l'éprouvette au cours de l'essai de traction. Cette hétérogénéité est directement reliée à un taux d'écrouissage trop bas par rapport à la constante d'écoulement. L'activation de la transformation martensitique permet d'homogénéiser les déformations le long de l'éprouvette. A l'échelle microscopique on a montré que la transformation martensitique modifie la répartition des déformations entre les phases. La moyenne des déformations dans la phase ferritique est plus importante que dans le mélange [austénite / martensite] lorsque la nuance est instable.

Chapitre 4

Mise en oeuvre et caractérisation d'alliages modèles

Le comportement mécanique des aciers inoxydables duplex à transformation de phase est singulier. En plus du comportement intrinsèque des phases austénitiques et ferritiques dont l'assemblage fait office de matériau composite, s'ajoute la transformation de l'austénite en martensite ($\gamma \longrightarrow \alpha'$) au cours de la déformation plastique.

Pour mieux comprendre ce comportement mécanique complexe l'élaboration de trois nuances est proposée. Une nuance duplex de composition similaire à l'alliage C étudiée dans le chapitre 3, qui servira de référence. Une nuance austénitique et une ferritique, représentatives des compositions chimiques des phases de la nuance duplex. Ces aciers serviront à établir le comportement mécanique des phases α / γ du duplex et donc à mettre en évidence l'influence spécifique de la microstructure duplex sur le comportement mécanique.

Au cours de la déformation, la phase austénitique se transforme progressivement en martensite. La comparaison de la cinétique de transformation entre un acier monophasé et multiphasé a été caractérisée grâce à des essais in situ de diffraction des rayons X.

Dans la dernière partie du chapitre on s'intéresse au comportement du duplex. Les mécanismes de la transformation de phase ont été étudiés au MET par la technique ACOM, sur des échantillons déformés par traction. Des mesures réalisées par corrélation d'images, ont ensuite permis de caractériser l'impact de la transformation martensitique sur la déformation de chaque phase.

Tous ces résultats expérimentaux serviront de données d'entrée à un modèle d'homogénéisation suivant un schéma auto-cohérent qui sera présenté dans le chapitre 5.

Sommaire

4.1 Matériaux et microstructures 82

4.1.1 Composition des nuances 82

4.1.2 Traitements thermomécaniques 84

4.2 Comportement en traction des alliages élaborés 86

4.2.1 Caractéristiques mécaniques des alliages 86

4.2.2 Quantification de la transformation $\gamma \longrightarrow \alpha'$ 88

4.3 La transformation de phase dans la nuance duplex 90

4.3.1 Les mécanismes de la transformation martensitique 90

4.3.2 Répartition des déformations dans chacune des phases 96

4.4 Conclusion 98

4.1 Matériaux et microstructures

Certains auteurs ont établi que le comportement mécanique d'un acier inoxydable duplex ne répondait pas à une loi des mélanges [Nil96]. Ils montrent figure 4.1 que son comportement mécanique est bien supérieur aux nuances austénitiques et ferritiques. Cependant, l'absence de relation entre les compositions de ces trois alliages permet difficilement de conclure sur le rôle spécifique du mélange des deux phases par rapport à celui de la loi de comportement individuelle de chacune d'entre elles.

Une meilleure compréhension du comportement mécanique des aciers inoxydables duplex, passe donc par l'élaboration de deux nuances représentatives des compositions chimiques de la phase austénitique et ferritique de l'alliage duplex.

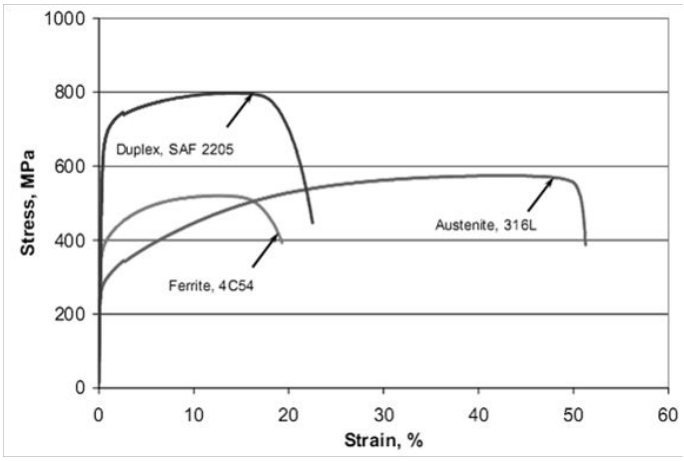


FIGURE 4.1 – Comparaison du comportement mécanique d'aciers inoxydables duplex (SAF 2205), austénitique (316L) et ferritique (4C54) [Nil96].

4.1.1 Composition des nuances

Pour cette étude un alliage inoxydable duplex instable de composition chimique proche du duplex 1.4362 industriel a été choisi. Des calculs d'équilibre réalisés avec le logiciel Thermo-Calc® ainsi que des mesures effectuées à la microsonde ont permis de déterminer la composition chimique des phases austénitiques et ferritiques de l'alliage duplex. Ainsi, la composition chimique du duplex est la moyenne des compositions des alliages austénitiques et ferritiques pondérées par la fraction des phases α et γ du duplex après une mise en solution à 1050 °C. Le tableau 4.1 présente les compositions des trois nuances déterminées par fluorescence X et analyseur de gaz après une élaboration suivant le procédé décrit dans

le chapitre 2.

TABLE 4.1 – Composition chimique déterminée par fluorescence X et analyseur de gaz (% en masse) d. Composition chimique du duplex déterminée à partir de la moyenne des phases austénitique et ferritique.

Nuance	C	Mn	Ni	Cr	Mo	N
Duplex	0,021	1,15	4,24	22,12	0,28	0,12
Austénitique	0,031	1,18	5,20	20,04	0,22	0,19
Ferritique	0,005	0,90	3,13	24,69	0,34	0,028
Duplex théorique	0,019	1,05	4,23	22,22	0,28	0,11

La figure 4.2 compare les microstructures des alliages duplex, ferritiques et austénitiques après le laminage à chaud. L'alliage duplex possède des grains de forme allongée d'une taille d'environ 20 μm. L'alliage ferritique possède quant à lui de très gros grains pouvant atteindre plusieurs millimètres et la nuance austénitique comporte de la ferrite résiduelle provenant de la solidification. Ainsi à l'issue de l'élaboration et du laminage à chaud, les aciers ferritiques et austénitiques présentent un état microstructural qui n'est pas représentatif des phases de la nuance duplex. Ces différences sont susceptibles de changer le comportement mécanique ainsi que la cinétique de transformation. Une optimisation de la microstructure est alors proposée afin de se rapprocher le plus possible de la coulée duplex de référence.

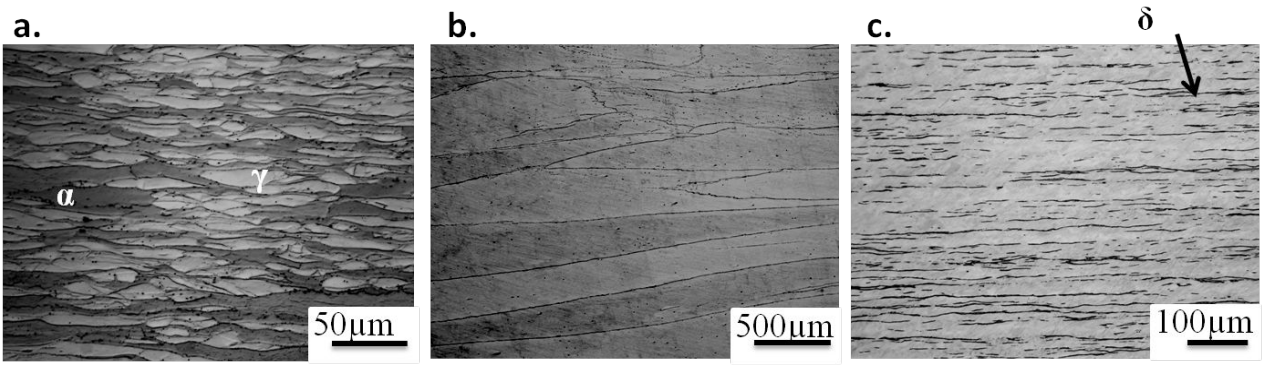


FIGURE 4.2 – Microstructures des trois alliages étudiés après le laminage à chaud **a.** duplex, **b.** ferritique et **c.** austénitique. Sur ces trois micrographies l'austénite est représentée en clair et la ferrite en sombre.

4.1.2 Traitements thermomécaniques

Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables dépendent principalement de la taille de grains, de la composition chimique et de l'écrouissage initial. Afin de se rapprocher au maximum de l'état microstructural de la nuance duplex, différents traitements thermomécaniques sont proposés.

4.1.2.1 Nuance ferritique

L'alliage ferritique possède de très gros grains diminuant ses propriétés mécaniques par rapport à l'alliage duplex. En effet, une petite taille de grains d'après la loi de Hall Petch engendre une augmentation de la limite élastique.

Pour diminuer la taille de grains, une réduction de 50 % de l'épaisseur a été effectuée à froid suivie d'un traitement thermique de recristallisation. L'alliage élaboré possède une forte teneur en éléments gammagènes, entraînant l'apparition à 1050 ° C de la phase austénitique lorsque la température de recuit est trop basse, figure 4.3 a. D'après ce graphique, on a choisi une température de 1090 ° C permettant à l'alliage de rester ferritique sans former de nitrure de chrome (Cr_2N), ces précipités ont une structure hexagonale compacte (HC).

La durée du traitement thermique va conditionner la taille de grains via les phénomènes de recristallisation et de croissance. Après plusieurs tests concernant la durée du traitement thermique, nous avons retenu le traitement de 5 minutes avec une montée en température d'environ 2 minutes, figure 4.3 b. Celui de 2 minutes présente une taille de grains moyenne plus petite mais la recristallisation n'étant pas totale (mélange de grains recristallisés et restaurés) cette durée n'a pas été retenue. De cette manière, la taille de grains passe de plus de 1 mm à environ 80 μm, en comparaison la taille de grains du duplex est d'environ 20 μm, figure 4.3 c.

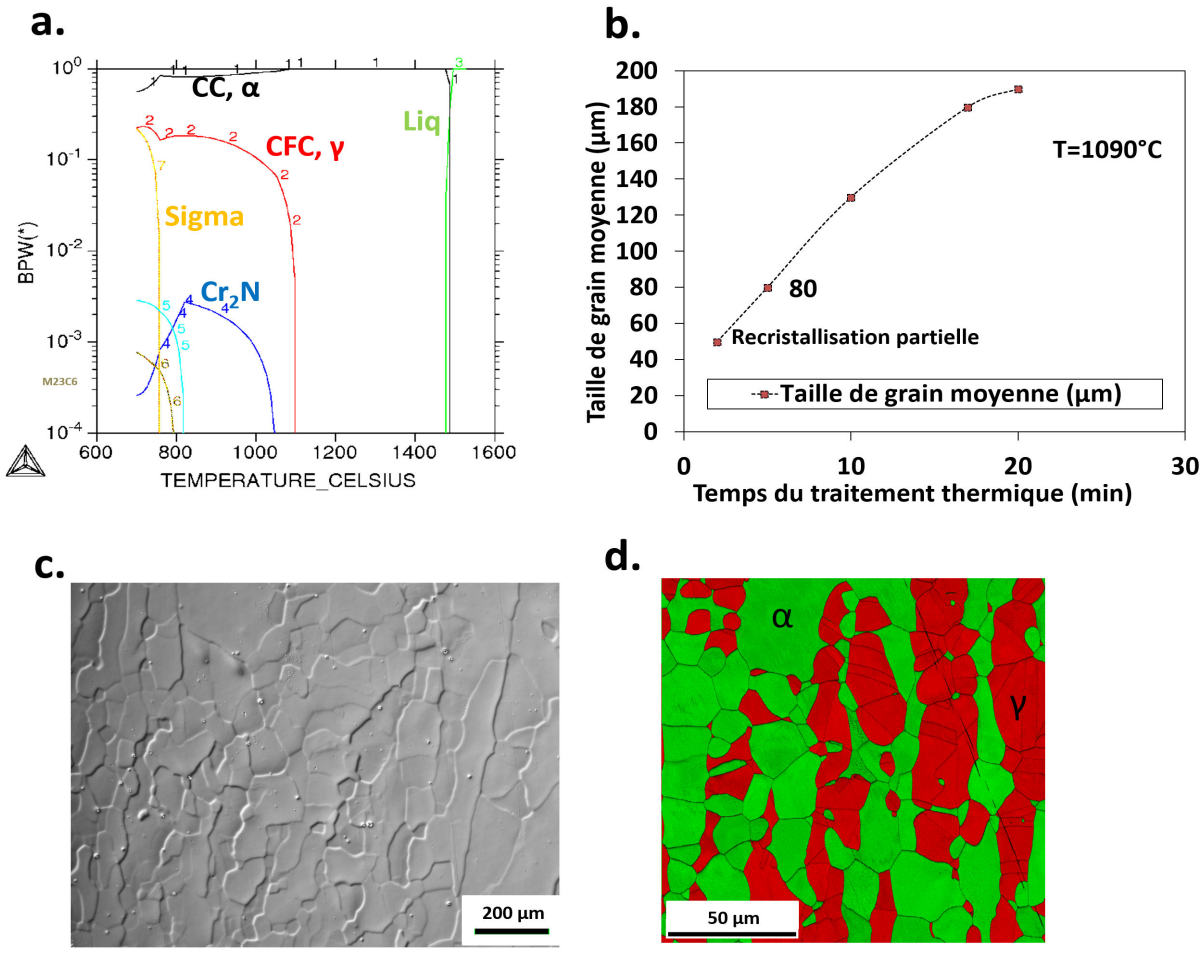


FIGURE 4.3 – Optimisation de la microstructure de la nuance ferritique **a.** fraction massique des phases en fonction de la température de recuit, calculs d'équilibre effectué avec Thermo-Calc® **b.** taille de grains en fonction de la durée du traitement thermique **c.** micrographie optique suivant la direction normale de la nuance ferritique à l'issue du traitement de recristallisation. **d.** cartographie EBSD des phases suivant le sens normal pour la nuance duplex.

4.1.2.2 Nuance austénitique

Après solidification lors du refroidissement lent du lingot, l'alliage austénitique possède environ 13 % de ferrite résiduelle. Cette phase a notamment une influence sur la composition chimique de l'austénite en changeant la répartition des éléments. Pour diminuer ce pourcentage il est nécessaire d'effectuer des traitements thermiques de régression. La figure 4.4 a. obtenue grâce au logiciel Thermo-Calc® montre l'intervalle de température où l'alliage est totalement austénitique entre 1050 °C et 1090 °C. Ce domaine est limité à basse température par le solvus de la phase Cr_2N (structure HC) et à haute température par la limite A_4 au dessus de laquelle la ferrite est thermodynamiquement stable. La température

retenue est alors de 1090 ° C, afin de minimiser le temps de recuit. Après plusieurs tests la durée du traitement thermique retenu est de 8H à 1090 ° C, figure 4.4 b. A l'issue de ce traitement la taille de grains e3,6 %, ce qui apparaît comme un bon compromis, figure 4.4 c.

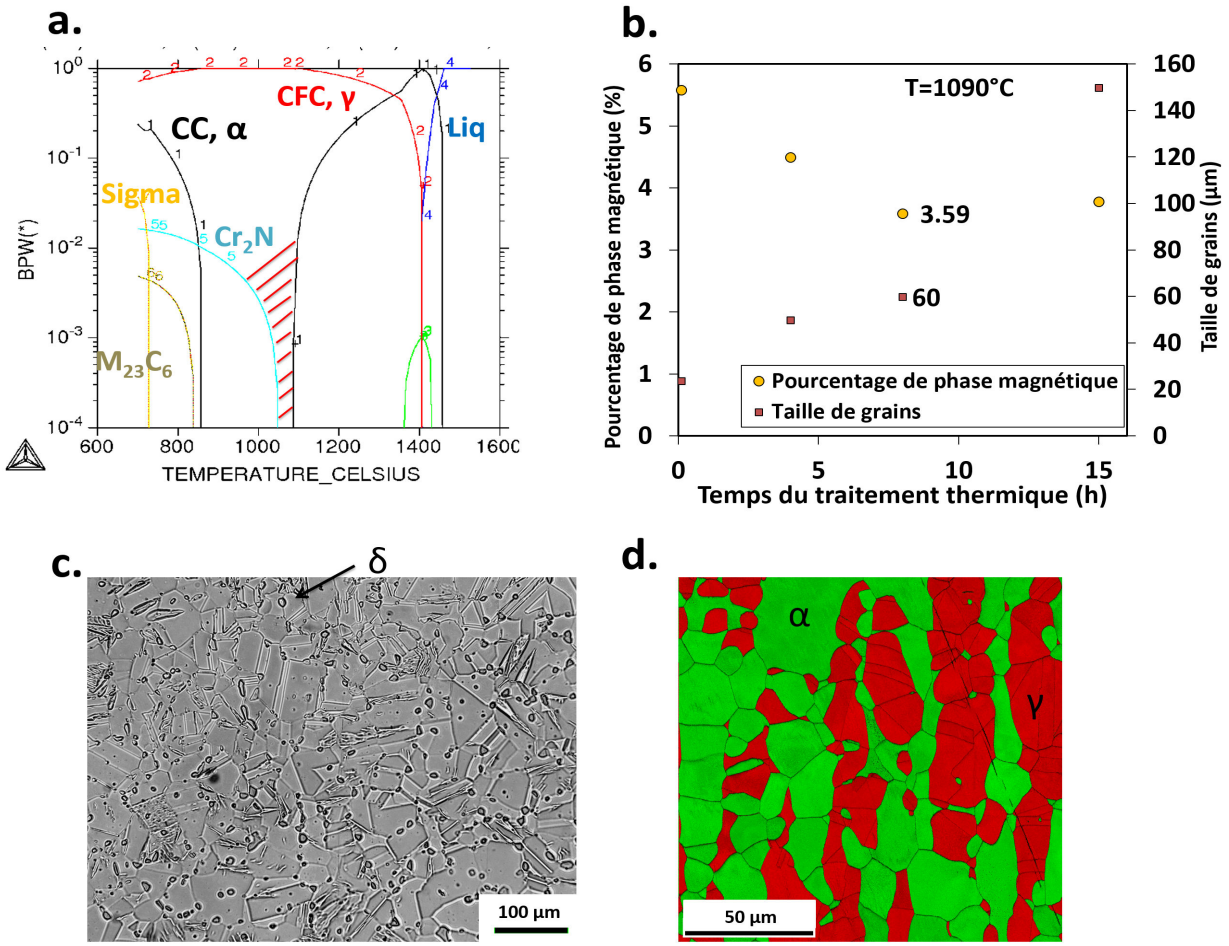


FIGURE 4.4 – Optimisation de la microstructure de la nuance austénitique **a.** fraction massique des phases en fonction de la température de recuit, calcul d'équilibre effectués avec Thermo-Calc® **b.** pourcentage de phase ferrite résiduelle et taille de grains en fonction de la durée du traitement thermique **c.** micrographie optique suivant la direction DL de la nuance austénitique à l'issue du traitement de régression. **d.** cartographie EBSD des phases suivant le sens normal pour la nuance duplex.

4.2 Comportement en traction des alliages élaborés

4.2.1 Caractéristiques mécaniques des alliages

Les nuances duplex, ferritique et austénitique ont été élaborées et des traitements thermomécaniques spécifiques ont permis d'améliorer leur état microstructural. Les

propriétés mécaniques de ces matériaux ont ensuite été étudiées en traction, suivant le protocole décrit dans le chapitre 2, les résultats sont présentés sur la figure 4.5.

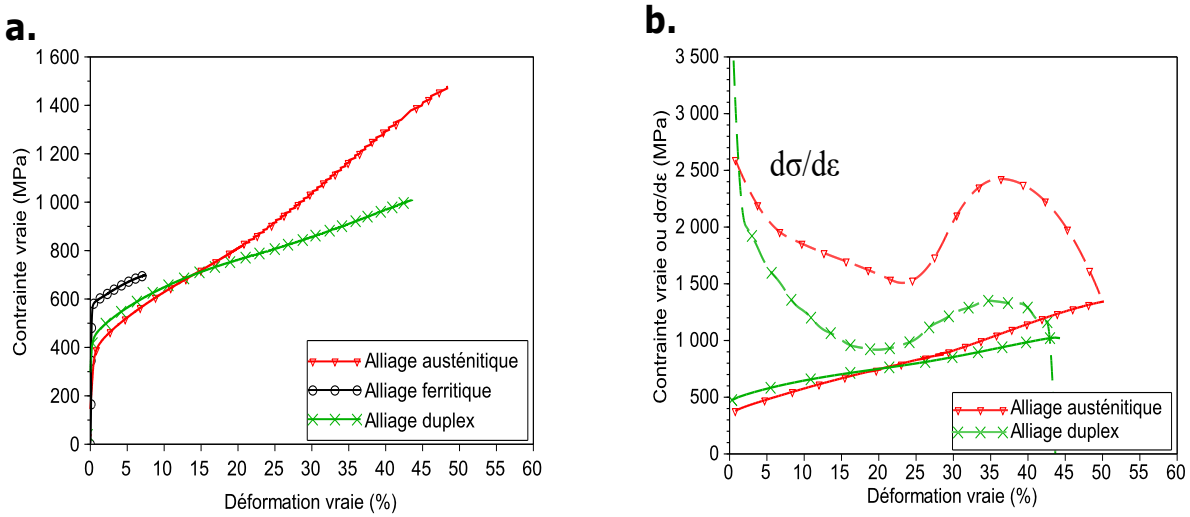


FIGURE 4.5 – **a.** Courbe de traction rationnelle pour les nuances austénitique, ferritique et duplex après traitement thermomécanique. **b.** Courbe de traction rationnelle et évolution du taux d'écrouissage pour les nuances austénitique et duplex.

Ces courbes montrent des résultats sensiblement différents de ceux présentés par [Nil96], figure 4.1.

La limite élastique, la résistance et l'allongement à la rupture entre les alliages austénitique et ferritique sont significativement différents, tableau 4.2.

TABLE 4.2 – Caractéristiques mécaniques des alliages duplex, austénitique et ferritique

Nuance	Limite $Rp_{0,2}$	Résistance à la traction (Rm)	Allongement à la rupture (A%)
Duplex	400 MPa	650 MPa	58 %
Austénitique	275 MPa	910 MPa	62 %
Ferritique	520 MPa	650 MPa	9 %

Les différences observées entre ces deux alliages sont accentuées par la transformation martensitique. En effet, la consolidation engendrée par celle ci permet à la nuance austénitique d'accroître de manière considérable sa résistance mécanique et son allongement.

Le comportement mécanique de la nuance duplex peut être divisé en deux parties. Au début de l'essai, la limite d'élasticité de 400 MPa a une valeur intermédiaire à celle des deux alliages la constituant. Ensuite, lorsque la déformation augmente, la transformation

martensitique influence le comportement de l'alliage. L'allongement est proche de la nuance austénitique (55 %) mais la résistance mécanique nettement plus faible. On peut alors supposer que les cinétiques de transformation entre un alliage monophasé et un alliage multiphasé ne sont pas identiques.

4.2.2 Quantification de la transformation $\gamma \longrightarrow \alpha'$

On a vu dans le chapitre 3 que la transformation martensitique avait une influence importante sur le comportement mécanique. Les alliages modèles austénitique et duplex possèdent des résistances mécaniques significativement différentes. Afin de mieux comprendre ces différences des mesures quantitatives de diffraction in situ des rayons X à haute énergie ont été effectuées pour quantifier l'évolution de la transformation martensitique au cours de la déformation plastique.

La figure 4.7 montre la cinétique de transformation en fonction de la déformation vraie pour les nuances duplex et austénitique. Malgré une composition chimique de la phase austénitique identique pour ces deux nuances, l'évolution du taux de phase martensitique diffère de manière importante. En effet, la transformation martensitique ne débute pas à la même déformation pour les deux nuances, environ 18 % de déformation totale pour l'alliage duplex et 8 % pour l'alliage austénitique. L'évolution du pourcentage de phase martensitique lorsque la transformation a débuté varie également, l'alliage austénitique se transforme plus rapidement. La figure 4.6 montre la cinétique de transformation et l'évolution de l'écrouissage en fonction de la déformation vraie. Le taux d'écrouissage entre les deux alliages est différent, la consolidation de l'alliage austénitique est nettement plus importante. L'effet de multiphasage associe à une taille de grains plus petite du duplex peut en partie expliquer cette différence [KMTK13], [SMP15], chapitre 6.

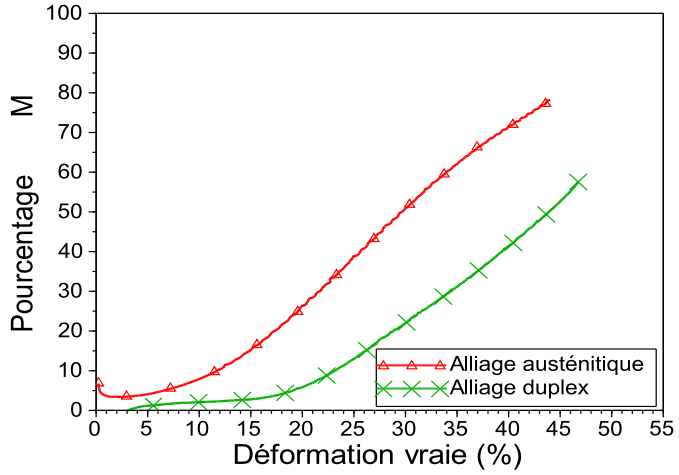


FIGURE 4.6 – Évolution du taux de phase martensitique en fonction de la déformation vraie pour la nuance austénitique et duplex. Pour effectuer la comparaison l'évolution du taux de transformation de la nuance duplex est ramenée sur 100 %.

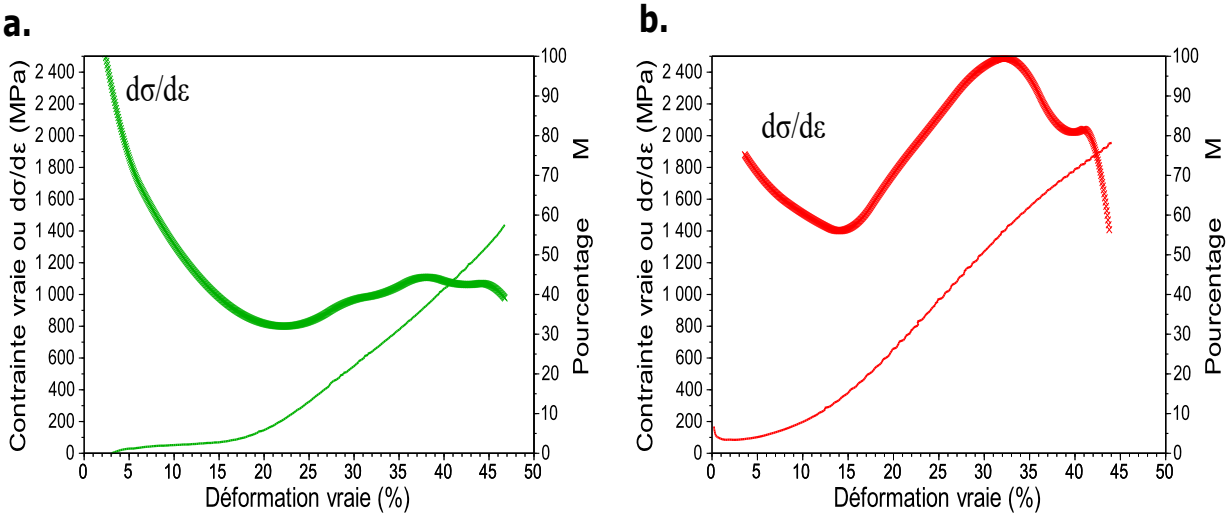


FIGURE 4.7 – Évolution du taux d'écrouissage et du taux de phase martensitique en fonction de la déformation pour l'alliage **a.** duplex et **b.** austénitique.

On a montré dans cette partie que le multiphasage influençait la cinétique de transformation, il retarde la transformation de phase et modifie son l'évolution. On peut alors conclure que les propriétés mécaniques de la structure duplex dépendent à la fois des propriétés intrinsèques de la phase austénitique et ferritique mais aussi d'une cinétique de transformation qui lui est propre. Ces informations permettront d'établir les lois constitutives de chaque phase et de choisir une cinétique de transformation appropriée. Une étude plus approfondie de la nuance duplex doit être effectuée pour comprendre les mécanismes de la

transformation de phase ainsi que son influence sur la répartition spatiale des déformations dans chacune des phases. Ces résultats faciliteront le choix du modèle de cinétique et renseigneront sur le comportement mécanique des phases dans le matériau duplex.

4.3 La transformation de phase dans la nuance duplex

4.3.1 Les mécanismes de la transformation martensitique

L'objectif dans cette partie est de caractériser les mécanismes de transformation propre à la nuance duplex. Plusieurs auteurs ont montré que pour des aciers inoxydables duplex faiblement alliés, la phase martensitique ϵ intervenait comme intermédiaire dans le processus de transformation de phase [Ols75], [ZOB04], [CJHP11]. Cette observation a déjà été effectuée sur l'alliage D (chapitre 3) grâce à l'essai de traction in-situ dans le MEB.

Dans ce chapitre l'expertise est réalisée au microscope électronique à transmission (MET) à l'aide de la technique de cartographie de phases et d'orientations cristallographiques (ACOM). Cela permet de décrire plus finement l'évolution de la microstructure, d'étudier les relations d'orientations entre les phases et également d'accéder à un taux de déformation plus important qu'avec l'EBSD. Cependant cette expertise est réalisée de manière 'post mortem' après seulement trois états de déformations (10, 20 et 50 %).

Ces résultats serviront notamment au choix d'un modèle de cinétique de transformation qui sera présenté dans le prochain chapitre.

4.3.1.1 Après 10 % de déformation plastique

Après 10 % de déformation la cinétique de transformation mesurée dans la partie 4.2.2 pour l'alliage duplex, figure 4.6, indique que la transformation de phase $\gamma \longrightarrow \alpha'$ n'a pas commencé. La figure 4.8 représentant une partie d'un grain austénitique après 10 % de déformation par traction montre un résultat cohérent avec cette observation. La zone étudiée ne possède pas de martensite α' mais de la martensite ϵ, qui germe aux interfaces. Le paramètre de maille de la phase hexagonale ϵ est identifié avec un paramètre identique à celui pris par Li et al. a=0,2516 et c=0,4064 [LWL$^+$14]. Cette phase se forme par la superposition de faute d'empilements et est caractérisée par une morphologie en bandes [IRV$^+$09]. Elle

possède une relation d'orientation avec la phase austénitique suivant une relation proche de Shoji-Nishiyama (S-N) [Nis78] $(111)_\gamma||(0001)_\epsilon$ et $[101]_\gamma||[11\bar{2}0]_\epsilon$ [OC72], figure 4.9.

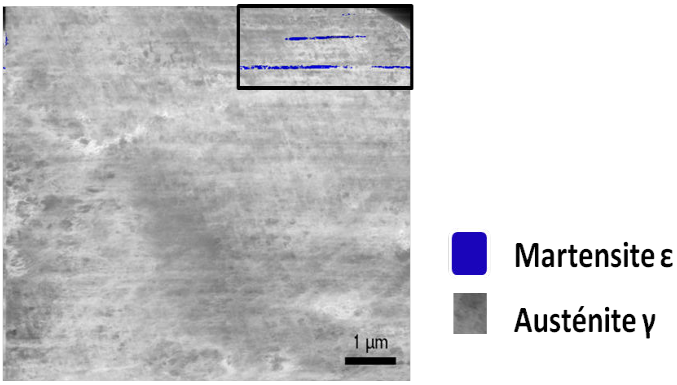


FIGURE 4.8 – Cartographie ACOM de phases de la zone analysée après une déformation de 10 %.

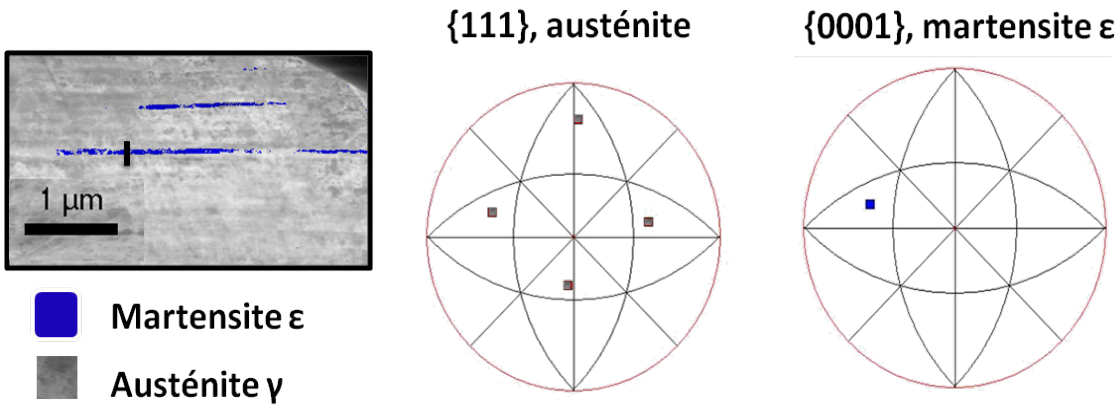


FIGURE 4.9 – Figures de pôles correspondant au changement de phase représenté par une ligne noire. Ces figures de pôles illustrent une relation d'orientation entre les plans denses de l'austénite et de la martensite.

4.3.1.2 Après 20 % de déformation plastique

Après 20 % de déformation, la zone expertisée figure 4.10 montre à la foi de la martensite ϵ en bleu et α' en vert. Dans la zone centrale de l'image α' germe aux intersections des bandes de martensite ϵ. Alors que ϵ est uniquement sous forme de bandes, α' possède préférentiellement une morphologie en îlots. Par ailleurs on remarque que la transformation martensitique n'a pas lieu de manière uniforme dans tout l'échantillon. Il existe des zones où la martensite α' n'a quasiment pas germé.

La figure 4.11 présente les orientations cristallographiques suivant l'axe z. Suivant

l'orientation des grains d'austénite, le taux de martensite α' formé diffère. Au centre de l'image, un grain d'austénite c'est nettement plus transformé en martensite α' que les grains situés en périphérie. On constate également que la martensite α' possède peu de variant qui sont essentiellement orienté suivant 100. De plus, il existe une relation d'orientation entre l'austénite et la martensite α' suivant la relation de Kurdjumov-Sachs (K-S) [KS30] $(111)_\gamma||(110)_{\alpha'}$, $[0\bar{1}1]_\gamma||[1\bar{1}1]_{\alpha'}$ et Nishiyama-Wassermann (N-W) [Nis34] $(111)_\gamma||(011)_{\alpha'}$, $[112]_\gamma||[011]_{\alpha'}$ [ZOB04] (figure 4.12).

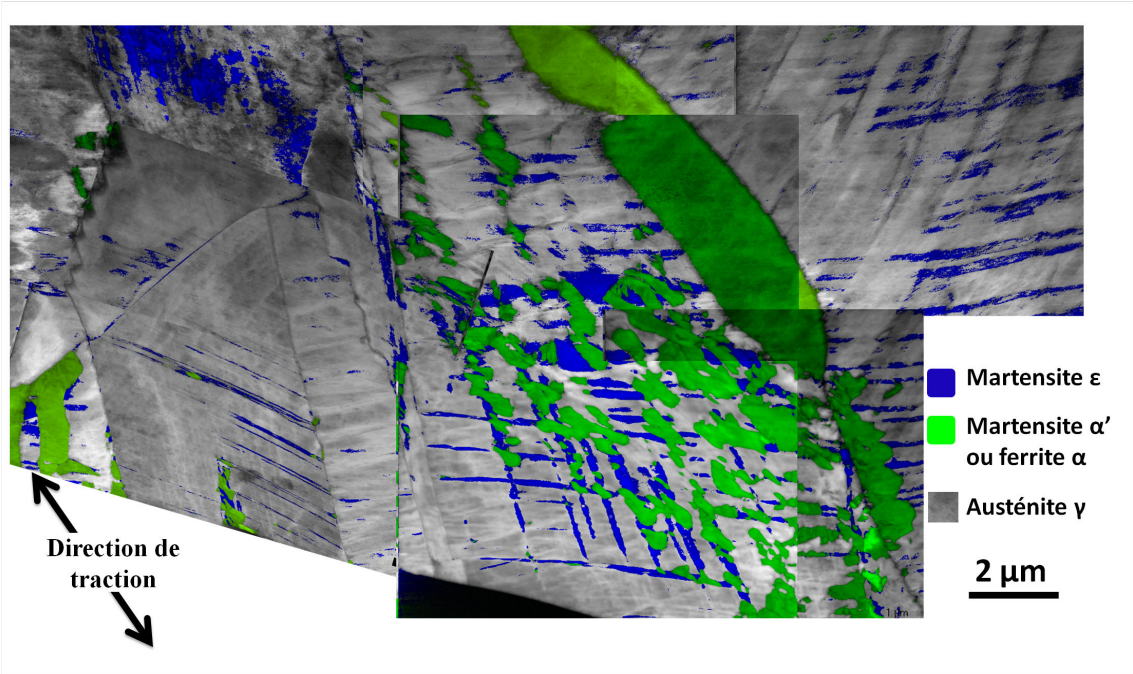


FIGURE 4.10 – Cartographie ACOM de phases de la zone analysée après une déformation de 20 %.

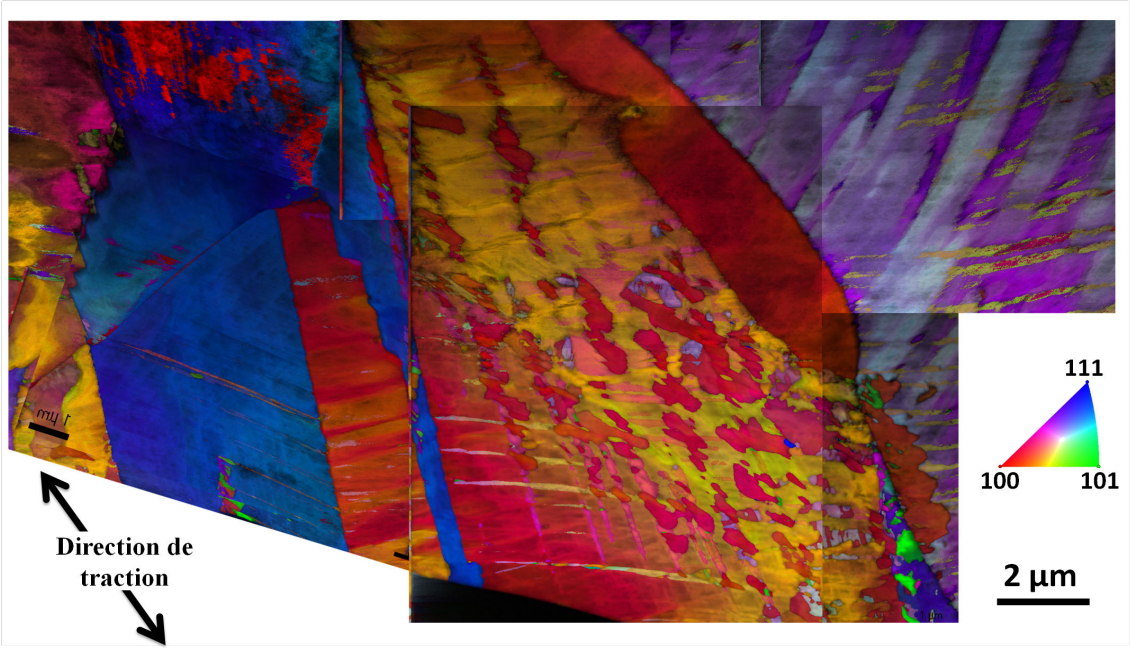
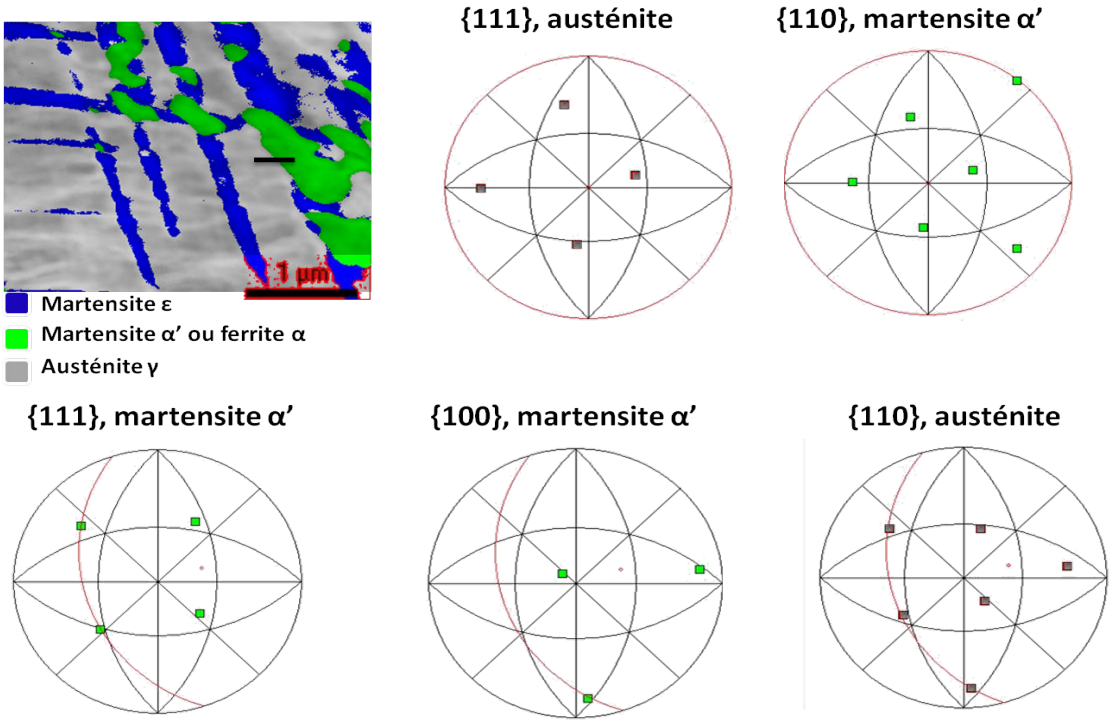


FIGURE 4.11 – Cartographie ACOM d'orientations cristallographiques de la zone analysée après une déformation de 20 %.



Kurdjumow-Sachs (111) γ ∥ (110) α' et [011] γ ∥ [111] α'

Nishiyama-Wassermann (111) γ ∥ (011) α' et [112] γ ∥ [011] α'

FIGURE 4.12 – Figures de pôles correspondant au changement de phase représenté par une ligne noire. Ces figures de pôles illustrent une relation d'orientation entre l'austénite et la martensite α'.

4.3.1.3 Déformations accumulées après un essai de traction

A l'issue du test de traction, la déformation plastique est d'environ 50 %. A ce stade, la phase austénitique apparaît comme minoritaire par rapport à la phase martensitique (figure 4.13). La phase ϵ est toujours présente mais en quantité moindre. La phase martensitique nouvellement formée possède une taille de grains hétérogène. On remarque que certains grains croissent de manière importante, le plus souvent cette croissance semble s'effectuer par rapport à la direction de traction. La morphologie en plaquette ou en latte généralement observée pour la phase martensitique n'apparaît pas clairement dans notre cas. Nous pouvons conclure que les zones fortement déformées n'ont pas de caractéristiques morphologiques spécifiques contrairement à la martensitique obtenue par trempe par exemple.

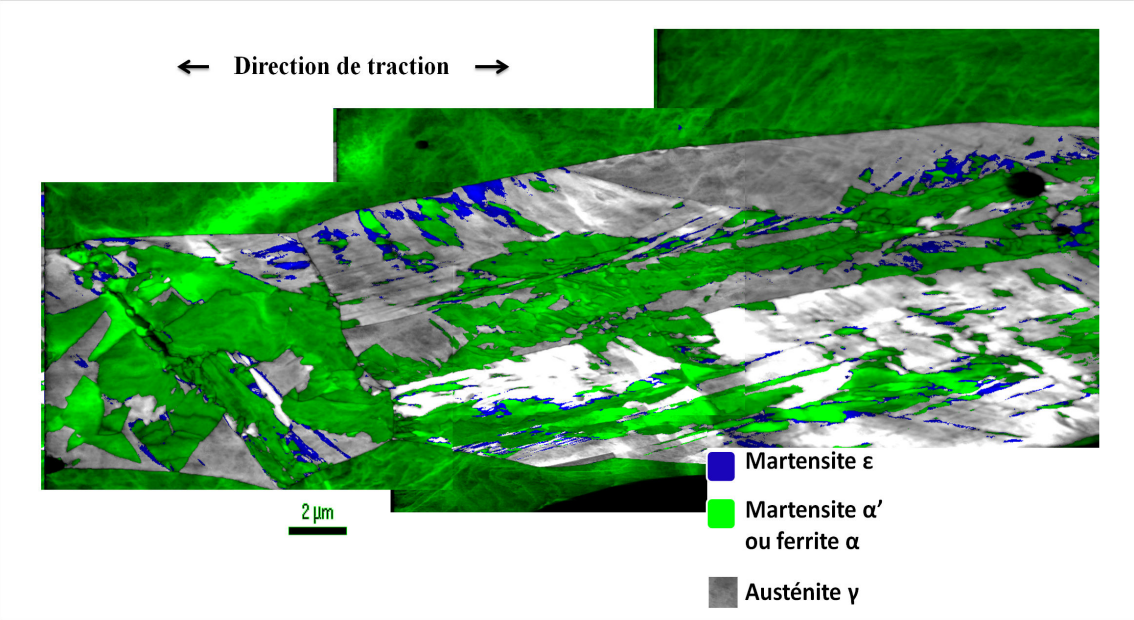


FIGURE 4.13 – Cartographie de phases de la zone analysée après rupture de l'éprouvette.

Après de fortes déformations les phases ferritiques et austénitiques sont fortement désorientées, figure 4.13. Dans les grains étudiés, la désorientation peut aller jusqu'à 25 ° pour la phase ferritique (ligne verte dans la figure 4.13 a. et c.) et 15 ° pour l'austénite résiduelle, (ligne rouge sur la figure 4.13 b. et e.) Malgré une dureté plus importante la phase martensitique peut également présenter des désorientations. Si l'on s'intéresse au grain analysé, ligne bleue sur la figure 4.13 a. on peut voir qu'il possède une désorientation croissante allant jusqu'à 25 ° , figure 4.13 d.

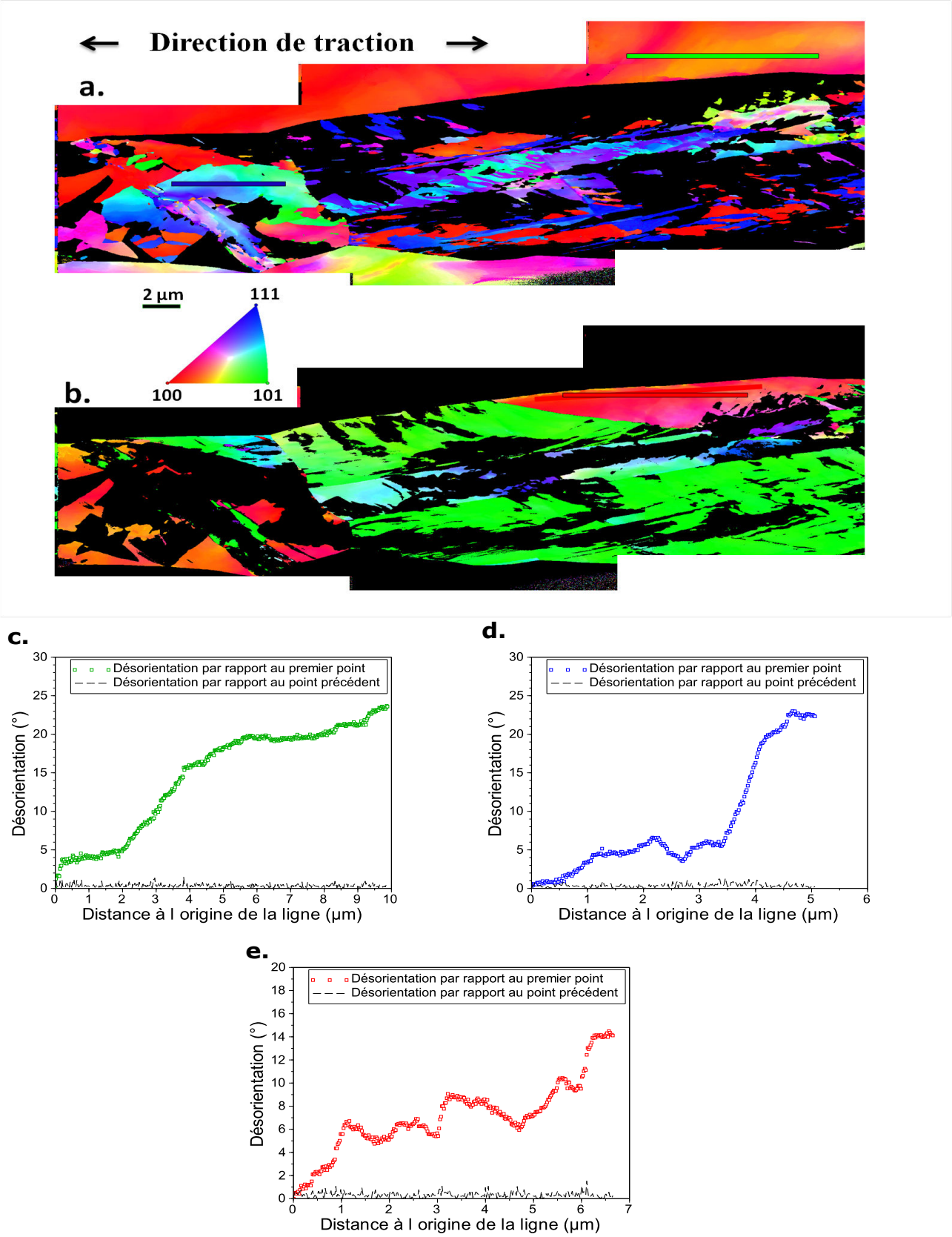


FIGURE 4.14 – Cartographies d'orientations cristallographiques de la zone analysée après rupture de l'éprouvette de traction **a.** Pour les phases CC **b.** pour la phase CFC. Désorientation d'un même grain **c.** pour la phase ferritique **d.** pour la phase martensitique et **d.** pour la phase austénitique. Les lignes suivants lesquelles les désorientations sont mesurées sont représentées en couleur.

4.3.2 Répartition des déformations dans chacune des phases

L'influence de la transformation martensitique sur les propriétés mécaniques est un point clé pour mieux comprendre le comportement mécanique des aciers inoxydables duplex métastables. Afin d'étudier son influence sur la répartition des déformations dans chacune des phases des mesures effectuées grâce à la corrélation d'images dans le MEB ont été réalisées.

Les essais sont réalisés de la même manière que ceux effectués dans le chapitre 3. L'étude étant réalisée sur une nuance instable on ne pourra pas différencier la phase austénitique de la phase martensitique, on parlera donc d'un mélange [austénite / martensite].

Huit niveaux de déformations allant de 12 à 47 % ont été sélectionnés. Les images sont traitées avec le logiciel CMV afin d'obtenir des cartographies de déformations suivant l'axe de traction, figure 4.15. La déformation plastique apparaît comme hétérogène sans relation évidente avec les phases. On remarque la présence de bandes de déformations préférentielles se propageant d'une phase à l'autre avec une orientation d'environ 60 ° par rapport à la direction de traction. Des observations MET ont également mis en évidence ces bandes qui montrent une déformation simultanée des deux phases, figure 4.16. D'autres auteurs ont également montré sur une nuance austénitique instable la propagation de bandes de déformations entre la phase austénitique et martensitique [SEC+04].

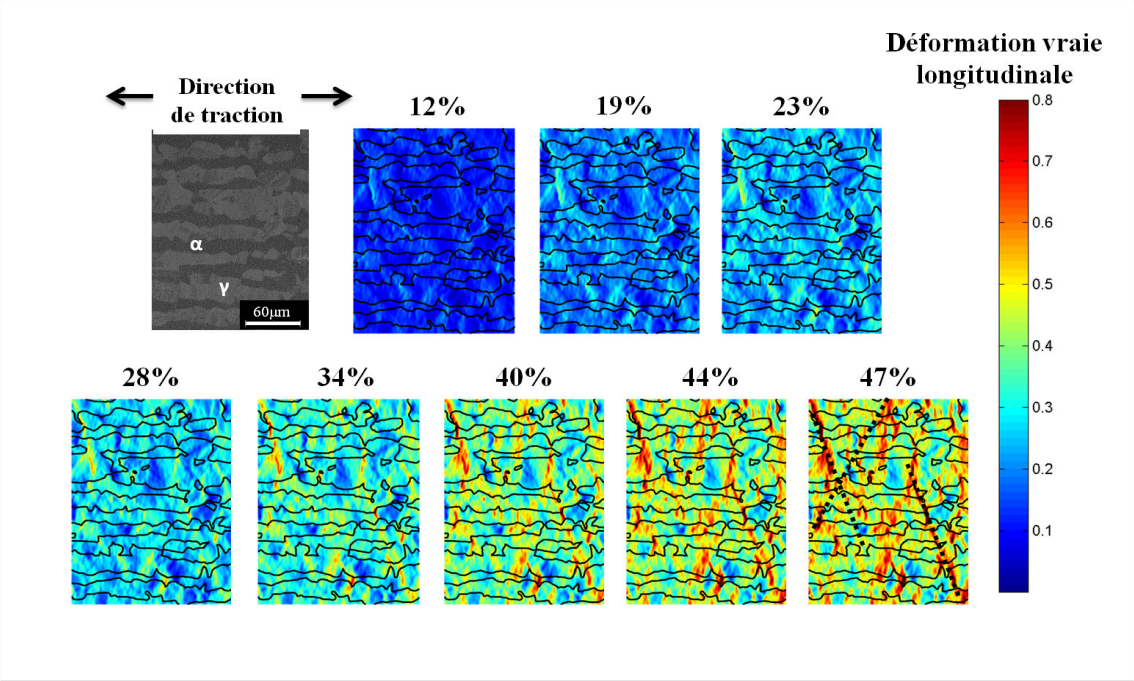


FIGURE 4.15 – Cartographies des déformations vraies locales pour l'alliage duplex au cours d'un essai de traction.

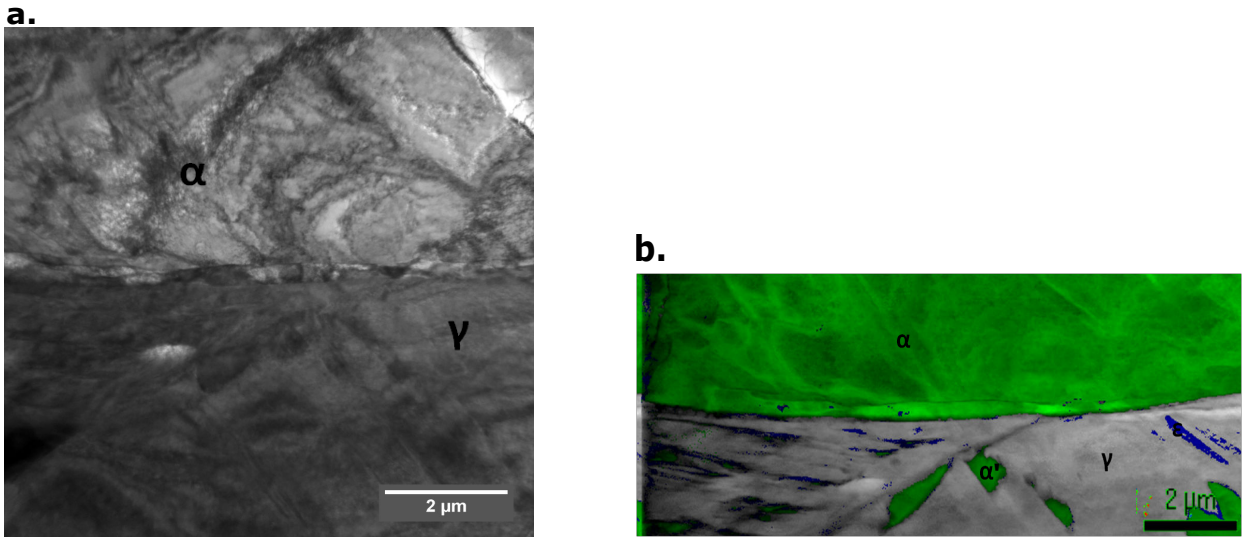


FIGURE 4.16 – **a.** Micrographie MET en champ clair d'une bande de déformation se propageant d'une phase à l'autre. **b.** Cartographie de phase de la même zone d'étude obtenue grâce à ACOM.

Pour savoir quelle influence a la transformation martensitique sur la répartition spatiale des déformations dans le duplex, la moyenne des déformations dans chacune des phases a été effectuée, figure 4.17. Au début de l'essai, lorsque la transformation de phase n'a pas encore débuté, c'est la phase austénitique qui se déforme davantage. Au regard du comportement mécanique des matériaux massifs étudiés dans la partie 4.2, cette observation est cohérente. En effet, aux faibles déformations la contrainte d'écoulement de la phase austénitique est inférieure à celle de la phase ferritique. Lorsque la déformation augmente on observe une inversion, la phase ferritique se déforme plus que le mélange [austénite / martensite]. Deux explications permettant l'interprétation de ce résultat peuvent être avancées. La première est en lien direct avec la rhéologie des phases. Lorsque la consolidation de la phase austénitique est suffisante pour que la contrainte d'écoulement devienne supérieure à celle de la phase ferritique, la déformation dans la phase ferritique est plus importante. La deuxième explication fait intervenir la transformation martensitique. En effet, comme les résultats obtenus pour l'alliage D au chapitre 3, le durcissement engendré par la phase martensitique peut entraîner une déformation plus importante de la phase ferritique. Cependant la différence de déformation entre les deux phases est nettement moins importante que celle observées dans l'alliage D. Ceci peut s'expliquer par la part non négligeable d'austénite restante après l'essai de traction ainsi que la taille de la zone d'analyse. En effet, une zone

d'étude plus grande permettrait de compenser l'hétérogénéité de la transformation de phase observée dans la partie précédente.

Finalement ces deux contributions peuvent être complémentaires, le modèle essaiera de les départager.

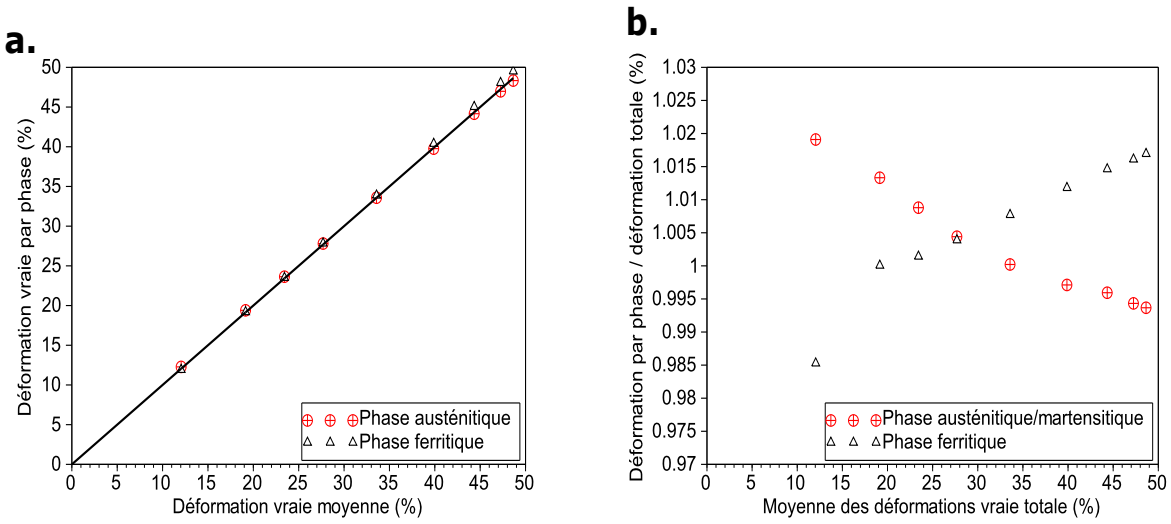


FIGURE 4.17 – **a.** Déformation moyenne dans la phase austénitique et ferritique en fonction de la déformation totale pour l'alliage duplex. **b.** Déformation moyenne dans la phase austénitique et ferritique divisée par la déformation moyenne totale en fonction de la déformation totale pour l'alliage duplex.

4.4 Conclusion

L'élaboration des phases austénitiques et ferritiques de l'alliage duplex ont permis d'obtenir les propriétés mécaniques intrinsèques de chaque phase. Le duplex possède un comportement mécanique intermédiaire aux deux autres nuances lorsque la transformation n'a pas débuté. En revanche, lorsque la déformation augmente la cinétique de transformation est influencée par le caractère multiphasé du duplex. On note notamment une différence importante de l'écoulement mécanique avec une consolidation nettement plus importante pour la nuance austénitique.

Les mécanismes de transformation de l'acier duplex ont été caractérisés au MET grâce à la technique ACOM. Aux faibles déformations (10 %) seule la martensite ϵ est présente, ce qui est cohérent avec les cinétiques de transformation mesurées en diffraction à haute énergie des rayons X. Lorsque la déformation augmente la martensite germe aux interfaces

ainsi qu'aux croisements des bandes de martesnite ϵ. Le processus de transformation passe alors en partie par la phase intermédiaire ϵ.

La répartition des déformations a été étudiée dans l'alliage duplex grâce à la corrélation d'images. Les bandes de déformations ne se limitent pas à une seule phase elles se propagent au sein du matériau. De plus, la distribution spatiale des déformations dans chacune des phases montre que la transformation martensitique modifie le comportement mécanique de l'alliage en augmentant la déformation de la phase ferritique.

Chapitre 5

Modélisation du comportement mécanique en traction

Les mécanismes de déformation et de transformation ont été étudiés dans le chapitre précédent. On cherche maintenant à rendre compte du comportement mécanique de l'acier inoxydable duplex 1.4362. L'objectif de ce chapitre est de présenter un modèle mécanique pouvant prédire le comportement global de l'alliage duplex instable.

On présentera d'abord la démarche que l'on a suivi pour élaborer le modèle mécanique qui permet de décrire le comportement d'aciers à transformation de phase. Ensuite, on cherchera à identifier les paramètres de chaque phase présente dans l'alliage duplex en utilisant l'étude réalisée dans le chapitre 4.

Pour finir les prédictions du modèle seront comparées aux résultats expérimentaux. L'exploitation du modèle mécanique permettra d'interpréter entre autres l'influence de la transformation martensitique sur la répartition des déformations et l'impact de la fraction des phases austénitiques et ferritiques sur les propriétés mécaniques.

Sommaire

5.1 Démarche adoptée 103

5.2 Détermination des lois de comportement élasto-plastiques . . . 104

5.2.1 L'acier inoxydable duplex 104

5.2.2 Lois de comportement des phases 105

5.3 Modèle d'homogénéisation suivant le schéma auto-cohérent . . 108

5.3.1 Modèle d'homogénéisation 108

5.3.2 Schéma d'homogénéisation appliqué à notre étude 113

5.4 La transformation martensitique 113

5.4.1 Cinétique de transformation 113

5.4.2 Lois de comportement de la martensite 115

5.5 Comparaison des résultats expérimentaux et du modèle 117

5.5.1 Détermination du comportement effectif macroscopique de l'alliage duplex 117

5.5.2 Influence de la transformation martensitique sur la répartition des déformations dans chaque phase 118

5.5.3 Influence de la proportion des phases austénitiques et ferritiques . 120

5.6 Conclusion 122

5.1 Démarche adoptée

L'objectif de ce chapitre est de prédire le comportement effectif macroscopique du duplex présenté dans le chapitre 4. Pour cela il sera nécessaire d'identifier les lois de comportement mécanique des phases austénitiques, ferritiques et de tenir compte de la transformation de l'austénite en martensite au cours de la déformation plastique.

Pour répondre à ce problème nous avons choisi de mettre en oeuvre une méthode d'homogénéisation. Elle permettra de prendre en compte la constitution de l'alliage (le nombre de phase, leurs lois de comportement mécanique ainsi que leurs morphologies) et d'obtenir à partir d'opérations de moyennes, le comportement effectif. Au cours de cette étude nous considérons uniquement des chargements monotones.

Le schéma de la figure 5.1 présente les éléments nécessaires pour effectuer la modélisation. La suite du chapitre sera présenté suivant trois étapes. On déterminera d'abord les lois de comportement mécanique des phases austénitiques et ferritiques ainsi que leurs morphologies. Ensuite on présentera le modèle d'homogénéisation suivant le schéma auto-cohérent. Pour finir on prendra en compte la transformation de phase (austénite $\rightarrow$ martensite) en utilisant le modèle d'Olson et Cohen et nous proposerons une manière d'identifier le comportement mécanique de la phase martensitique.

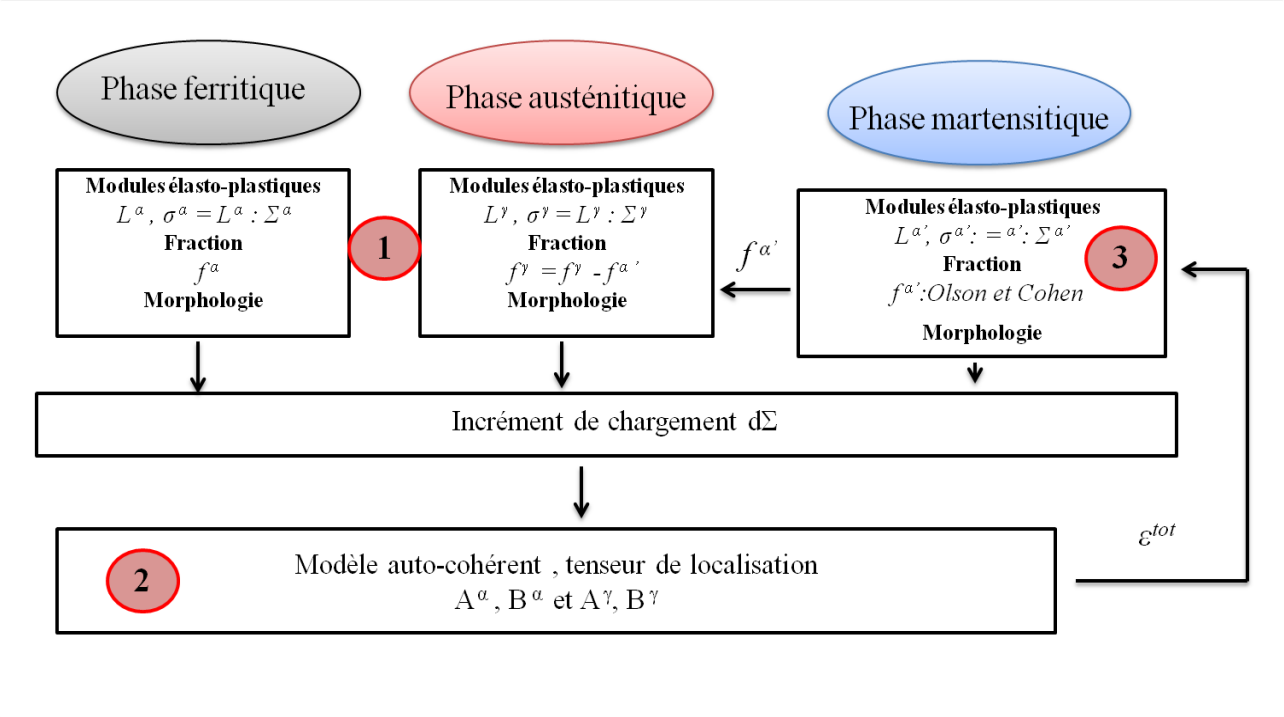


FIGURE 5.1 – Diagramme récapitulatif des étapes suivies par le modèle d'homogénéisation.

5.2 Détermination des lois de comportement élasto-plastiques

5.2.1 L'acier inoxydable duplex

Le matériau étudié est l'acier inoxydable duplex présenté dans le chapitre 4. La morphologie et la répartition de chacune des phases ont été observées au microscope optique après une attaque chimique.

La figure 5.2 montre la microstructure de l'alliage dans la direction de laminage (DL), la direction normale (DN) et dans la direction transverse (DT). La phase austénitique est représentée en blanc et le phase ferritique en noir. La morphologie des phases dans le plan perpendiculaire à DL apparaît comme isotrope. Dans le sens longitudinal et le sens normal la phase austénitique se présente sous forme d'îlots discontinus orientés dans la direction de laminage. D'après ces observations, on prendra en compte dans le modèle des phases austénitiques et ferritiques anisotropes de forme ellipsoïdale et de dimension : $x = 20(DL)$; $y = 1(DN)$; $z = 2(DT)$. Des mesures d'aimantation ont permis de déterminer la fraction

d'austénite et de ferrite qui est d'environ 50 %.

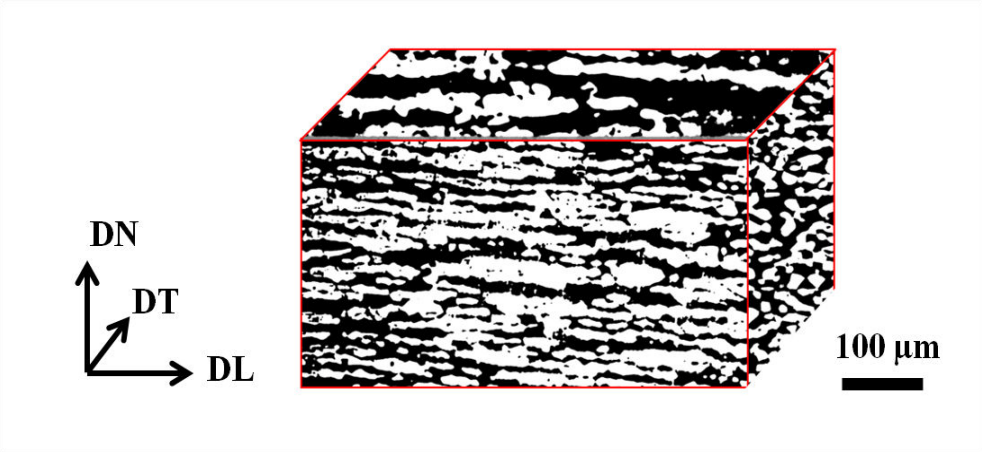


FIGURE 5.2 – Microstructure de l'acier inoxydable duplex obtenue au microscope otique dans les trois directions. Phase ferritique en noir et phase austénitique en blanc.

5.2.2 Lois de comportement des phases

Le modèle d'homogénéisation doit prendre en compte le comportement mécanique des phases présentes dans l'acier inoxydable duplex. Les essais de traction réalisés sur les nuances austénitique et ferritique élaborées au chapitre 4 ont permis d'identifier les lois de comportement mécanique propres à chaque phase. Ensuite le modèle phénoménologique de Ludwik est utilisé afin d'effectuer un ajustement de leur écoulement plastique.

$$\sigma = \sigma_e + K\epsilon^m \tag{5.1}$$

σ_e = limite élastique du matériau

K et m sont déterminés à partir de la courbe $ln(\sigma - \sigma_e)$ en fonction de $ln(\epsilon)$.

Paramètres d'élasticité

Les paramètres d'élasticité des phases austénitiques et ferritiques ont été déterminés à partir des courbes expérimentales de traction uniaxiale des nuances élaborées dans le chapitre 4. En utilisant les formules classiques de l'élasticité on peut calculer les coefficients de Lamé : λ et μ en faisant l'hypothèse que le coefficient de Poisson $\nu = 0{,}3$. Pour la

phase martensitique on a pris les valeurs définies par Perdahcioğlu et al. [PG12] pour un acier inoxydable austénitique instable. Le tableau 5.1 regroupe l'ensemble des paramètres d'élasticité pour les trois phases du matériau étudié.

Table 5.1 – Paramètres d'élasticité pour les lois de comportement des phases austénitiques, ferritiques et martensitiques.

Phase	E	λ	μ	ν
Austénitique	200 MPa	115 400 MPa	76 900 MPa	0,3
Ferritique	220 MPa	126 900 MPa	84 600 MPa	0,3
Martensitique	210 MPa	121 100 MPa	80 700 MPa	0,3

Paramètres du modèle de Ludwik

La loi de Ludwik fait intervenir trois param ces paramètres sont déterminés à partir des courbes expérimentales. Les figures 5.3 a. et b. superposent les courbes de traction expérimentales et celles obtenues avec le modèle de Ludwik. Le tableau 5.2 regroupe l'ensemble des paramètres des lois de comportement.

Le comportement mécanique de la nuance austénitique est influencé par la transformation martensitique. Pour s'affranchir de ce changement de comportement, on a choisi d'appliquer le modèle de Ludwik uniquement aux faibles déformations, lorsque la transformation de phase n'a pas encore débuté. Dans le chapitre 4 on a estimé le début de la transformation à environ 8 % de déformation vraie. Pour la nuance ferritique on peut appliquer le modèle sur l'ensemble de la courbe expérimentale.

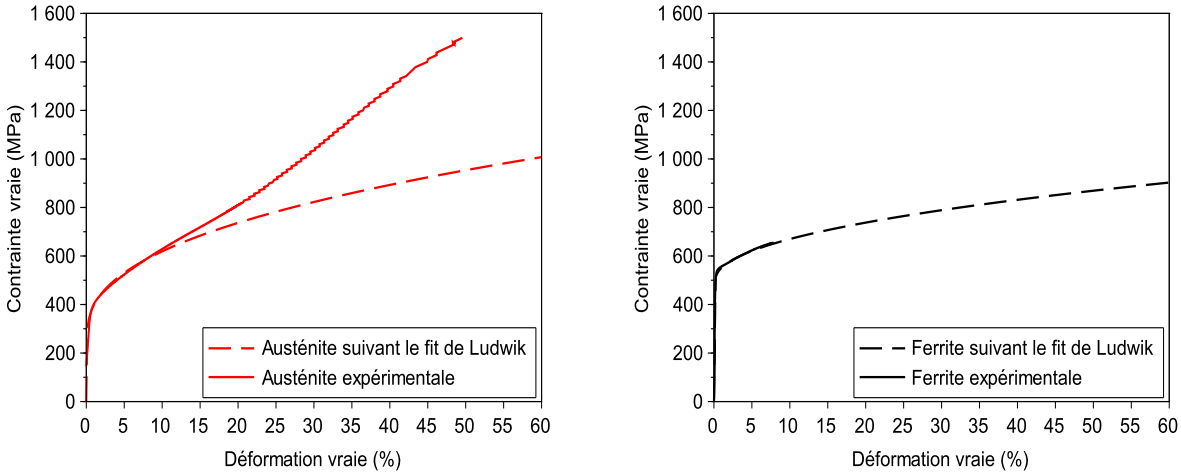


FIGURE 5.3 – Courbes de traction uniaxiales, comparaison entre courbes expérimentales et simulations par la loi de Ludwik pour **a.** la nuance austénitique et **b**. la nuance ferritique.

TABLE 5.2 – Paramètres des lois de comportement identifiés par le modèle de Ludwik

Nuance	σ_e	K	m
Austénitique	275 MPa	908 MPa	0,41
Ferritique	500 MPa	514 MPa	0,47

Nous avons choisi pour cette étude d'utiliser une loi de Ludwik phénoménologique qui permet de décrire de manière simple le comportement du matériau pour un essai monotone. Des lois plus complexes à base physique auraient également pu être utilisées pour cette étude. Par exemple, le travail d'Evrard [Evr08], [EAP+08] a permis de déterminer le comportement des phases austénitiques et ferritiques d'un alliage inoxydable duplex en utilisant une version simplifiée du modèle de Tabourot et al. [TFR97] faisant intervenir la densité de dislocations comme variable interne. Les courbes obtenues dans cette étude sont en accord avec nos résultats. La limite d'élasticité est plus élevée pour la ferrite que pour l'austénite et le taux d'écrouissage est plus élevé pour l'austénite que pour la ferrite (figure 5.4).

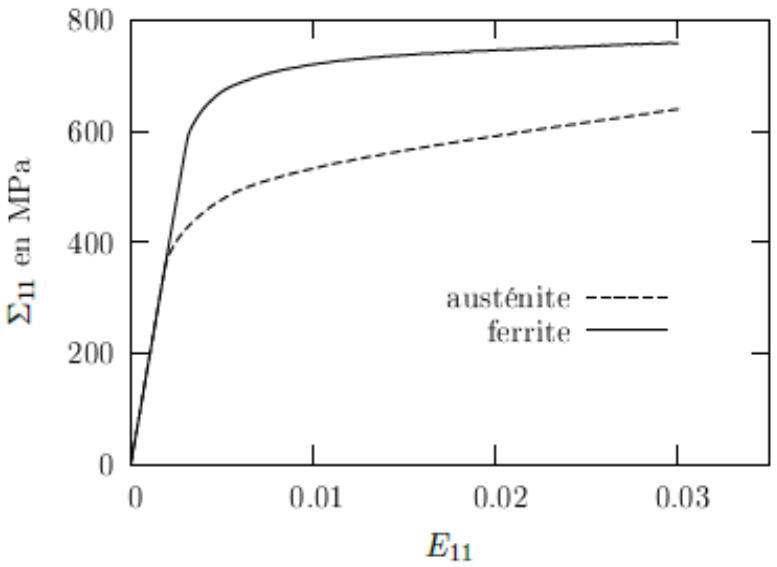


FIGURE 5.4 – Simulation d'un essai de traction monotone ($\dot{E}_{11} = 6,6.10^{-4}\ s^{-1}$) pour un agrégat purement austénitique et purement ferritique [Evr08].

5.3 Modèle d'homogénéisation suivant le schéma auto-cohérent

5.3.1 Modèle d'homogénéisation

La modélisation pour cette étude a été réalisée grâce à un modèle d'homogénéisation qui prend en compte plusieurs caractéristiques physiques de l'alliage duplex. A savoir l'hétérogénéité de la microstructure, la fraction volumique ainsi que le comportement spécifique des phases le constituant. Le comportement macroscopique est finalement obtenu dans le cadre de l'estimation auto-cohérente. Nous présenterons une description générale du problème d'Eshelby ainsi que du schéma auto-cohérent. Une description plus fine du modèle utilisé est exposée par Estevez et al. [EMFW99], [Est95].

5.3.1.1 Problème général de l'inclusion d'Eshelby en élasticité

Le problème d'Eshelby [Esh57] considère une inclusion de forme ellipsoïdale de module d'élasticité C^I entourée par une matrice homogène infinie de module d'élasticité C^m. L'ensemble matrice / inclusion est soumis à une sollicitation macroscopique à l'infini

représentée par les champs de contrainte Σ et de déformation élastique E. Ce problème peut ensuite être remplacé par un problème équivalent, regroupant deux sous problèmes (figure 5.5).

— On peut d'une part considérer un problème équivalent où l'inclusion a le même comportement élastique que la matrice ($C^I = C^m$) mais est soumise à une déformation libre, équivalente et uniforme ϵ^L.

— D'autre part on peut considérer un problème équivalent inhomogène ($C^I \neq C^m$) où l'inclusion possède des propriétés mécaniques différentes dans un milieu infini soumis à un chargement non nul.

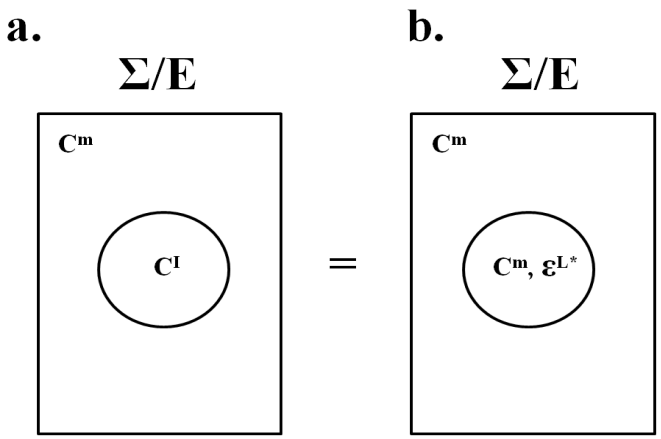


FIGURE 5.5 – Description du problème général d'Eshelby, **a.** situation posée et **b.** problème équivalent.

Le tenseur d'Eshelby S^{Esh} permet de relier la déformation dans l'inclusion notée ϵ^I, résultant de l'accommodation de la déformation entre la matrice et l'inclusion, à la déformation libre ϵ^{L^*} par la relation :

$$\epsilon^I = S^{Esh} : \epsilon^{L^*} \tag{5.2}$$

Le tenseur d'Eshelby dépend du module d'élasticité, de la matrice, de la forme de l'inclusion et de son orientation.

La résolution du problème d'Eshelby en élasticité donne une relation reliant les champs mécaniques macroscopiques, Σ, E et microscopiques, σ^I, ϵ^I.

$$\sigma^I = \Sigma + C^* : (E - \epsilon^I) \tag{5.3}$$

C^* est le tenseur 'd'influence' qui dépend seulement des constantes d'élasticité de la matrice ainsi que de la forme et de l'orientation de l'inclusion mais pas des modules d'élasticité de celle-ci.

$$C^* = C^m : (S^{Esh} - I) \tag{5.4}$$

I est le tenseur d'identité du quatrième ordre.

5.3.1.2 Schéma d'homogénéisation auto-cohérent

Cette approche initialement développée pour les polycristaux consiste à établir une loi de localisation en considérant chaque phase du matériau comme une inclusion ellipsoïdale en interaction avec un milieu homogène équivalent (MHE) et infini recherché, caractérisé par C^{eff}. Ce schéma permet d'estimer le comportement homogénéisé du matériau en élasticité linéaire en considérant l'intersection d'une phase avec toutes les autres représentées par le MHE.

L'expression 5.3 exprime la solution de ce problème et nous permet de déduire l'état de contrainte et de déformation dans chaque phase.

$$\sigma = \Sigma + C^* : (E - \epsilon) \tag{5.5}$$

Avec $\Sigma = C^{eff} : E$ et $E = \langle \epsilon \rangle$, ces lois permettent de décrire la transition d'échelle des lois de comportement locales et des relations de moyenne en déformation et en contrainte.

A partir des relations de localisation :

$$\epsilon = A : E \quad et \quad \sigma = B : \Sigma \tag{5.6}$$

On peut démontrer que le tenseur d'élasticité macroscopique est donné par :

$$C^{eff} = \langle c : A \rangle \tag{5.7}$$

soit :

$$C^{eff} = \left\langle c : (c + C^*)^{-1} : (C^{eff} + C^*) \right\rangle \tag{5.8}$$

Cette équation est résolue de manière itérative.

5.3.1.3 Extension non linéaire du schéma auto-cohérent

Plusieurs auteurs ont élargi le modèle auto-cohérent à des problèmes non linéaires, comme par exemple Lebensohn et Tomé [LT93], ou Ponté-Castañeda [Cas91], [Cas96].

Modèle auto-cohérent de Hill

La première linéarisation élasto-plastique est décrite par Hill en 1965 [Hil65], qui propose une formulation incrémentale qui définit chaque phase par la relation suivante :

$$\dot{\sigma} = l : \dot{\epsilon} \tag{5.9}$$

Le comportement du milieu homogène équivalent (MHE) par le tenseur L^{eff} :

$$\dot{\Sigma} = L^{eff} : \dot{E} \tag{5.10}$$

La résolution du schéma auto-cohérent pour un comportement non linéaire s'écrit en terme de vitesse de déformation :

$$\dot{\sigma} = \dot{\Sigma} + L^* : (\dot{E} - \dot{\epsilon}) \tag{5.11}$$

Dans cette expression on retrouve le tenseur d'influence de Hill sous la forme $L^* = L^{eff} : ((S^{esh})^{-1} - I)$.

D'après l'expression 5.8 on obtient :

$$L^{eff} = \left\langle l : (l + L^*)^{-1} : (L^{eff} + L^*) \right\rangle \tag{5.12}$$

Plus récemment Girlormini [Gil95] a montré que le modèle de Hill viole les bornes (pour des modules) et constitue de ce fait une formulation trop raide.

Modèle de Berveiller-Zaoui

L'idée de Berveiller et Zaoui [BZ78] est de supposer que le milieu homogène équivalent est un comportement élasto-plastique isotrope tel que :

$$\widetilde{L}^{eff} = 3k'\widetilde{K} + 2\mu'\widetilde{J} \tag{5.13}$$

Où k' et μ' sont respectivement les modules tangents approchés de compressibilité et de cisaillement. Le tenseur d'Eshelby peut alors s'écrire :

$$\widetilde{S} = \alpha'\widetilde{K} + \beta'\widetilde{J} \tag{5.14}$$

$$\text{Avec } \alpha' = \tfrac{3k'}{3k'+2\mu'} \text{ et } \beta' = \tfrac{6(k'+2\mu')}{5(3k'+4\mu'}$$

En utilisant une linéarisation sécante du comportement effectif L^{eff} et en considérant les comportements plastiques du MHE et du grain incompressible ($\underline{E}^p$ et $\underline{\epsilon}^{pg}$ ont une trace nulle) on déduit la loi suivante :

$$\underline{\sigma}^g = \underline{\Sigma} + \mu\xi(\underline{E}^p - \underline{\epsilon}^{pg}) \tag{5.15}$$

Avec ξ une fonction scalaire d'accommodation plastique isotrope :

$$\frac{1}{\xi} = 1 + \frac{3}{2}\mu\frac{\|\underline{E}^p\|}{J_2(\Sigma)} \qquad o\text{ù} \qquad \|\bullet\| = \sqrt{\frac{2}{3}\bullet : \bullet} \tag{5.16}$$

Nous pouvons citer d'autres linéarisations pour les comportements non linéaires tels que la thermoélasticité [MBSZ00], la viscoplasticité [MCA87] ou encore l'élastoplastoviscocité. Les deux exemples détaillés montrent des formulations incrémentales et sécantes mais nous

pouvons également citer des formulations tangentes ou affines [MZ99].

Pour notre étude nous nous intéressons à des chargements monotones, nous avons donc considéré la linéarisation sécante de Berveiller-Zaoui [BZ78].

5.3.2 Schéma d'homogénéisation appliqué à notre étude

Le comportement macroscopique de l'acier inoxydable duplex a été évalué grâce à un schéma d'homogénéisation auto-cohérent.

Pour rendre compte de l'instabilité de l'alliage, trois phases doivent intervenir dans ce modèle. Chaque phase est supposée plongée dans un milieu homogène équivalent représentant le comportement homogénéisé du milieu hétérogène. La figure 5.6 présente le schéma auto-cohérent appliqué à l'acier inoxydable duplex étudié. Le comportement du milieu homogène équivalent est l'inconnu du problème.

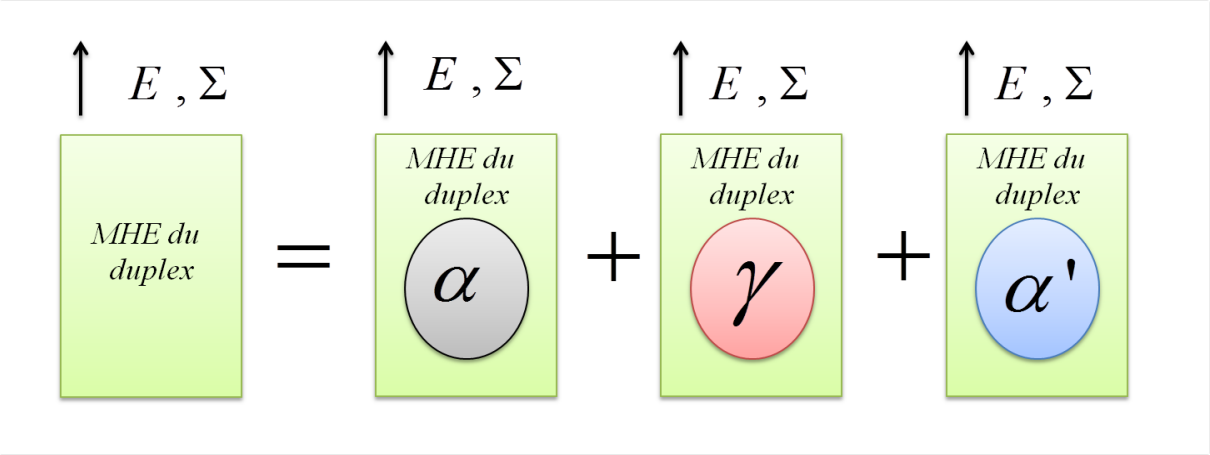


FIGURE 5.6 – Schéma auto-cohérent appliqué à l'acier inoxydable duplex étudié.

5.4 La transformation martensitique

5.4.1 Cinétique de transformation

Le modèle que nous proposons doit tenir compte de la transformation martensitique au cours de la déformation plastique. Les mécanismes de transformation de l'acier duplex ont été caractérisés au chapitre 4. Ils montrent que la martensite α' germe aux intersections des bandes de martensite ϵ. Plusieurs modèles de transformation martensitique reposent sur ce

mécanisme (cf chapitre 1). Pour ce travail nous avons retenu celui d'Olson et Cohen qui est largement utilisé pour les aciers inoxydables et facile à mettre en oeuvre.

Dans ce modèle l'évolution de la fraction volumique de martensite en fonction de la déformation plastique s'écrit :

$$fm = 1 - exp\left\{-B\left[1 - exp(-A\epsilon)\right]^n\right\} \tag{5.17}$$

Avec :

A = le taux de formation des bandes de cisaillement,

B = la fréquence d'apparition des sites de germination de α'

n = l'exposant reliant le nombre total de bandes et le nombre d'intersections. Olson et Cohen ont retenu la valeur de 4,5.

Grâce aux essais de diffraction à haute énergie des rayons X l'évolution du taux de martensite en fonction de la déformation vraie totale est connu. On peut donc identifier les paramètres de la loi d'Olson et Cohen pour la nuance austénitique et duplex. La figure 5.7 présente les données expérimentales et de la simulation réalisée suivant la loi d'Olson et Cohen pour les deux nuances, les valeurs des coefficients sont reportées dans le tableau 5.3.

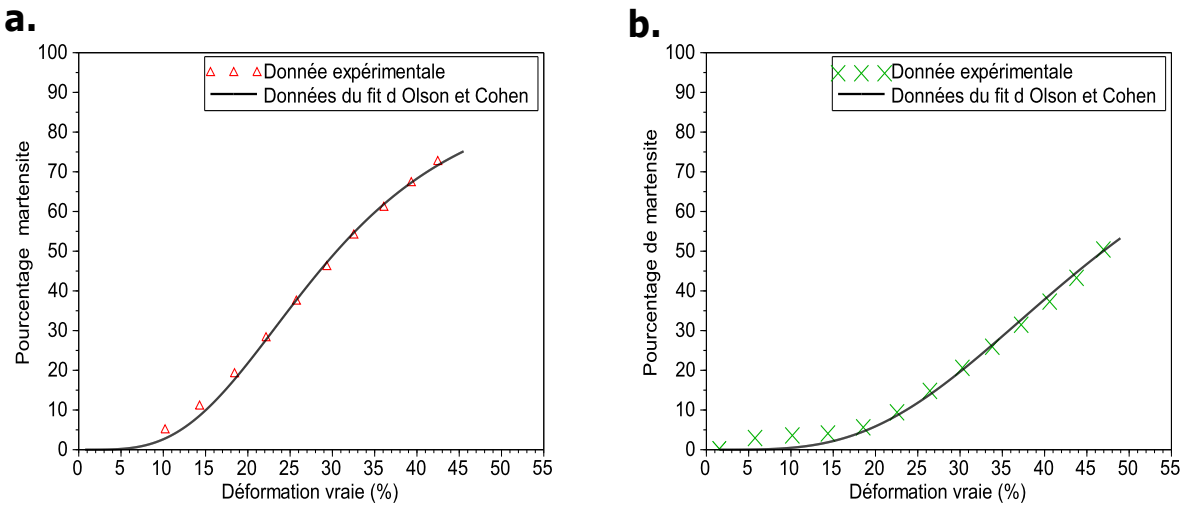


FIGURE 5.7 – Évolution du pourcentage de martensite, comparaison entre courbe expérimentale et simulation suivant la loi d'Olson et Cohen **a.** la nuance austénitique et **b.** la nuance duplex.

TABLE 5.3 – Paramètres de la loi d'Olson et Cohen pour les nuances austénitiques et duplex

Nuance	A	B	n
Austénitique	4,48	2,61	4,5
Duplex	2,72	3,02	4,5

5.4.2 Lois de comportement de la martensite

Dans les paragraphes précédents 5.2.2 et 5.4.1, le comportement mécanique des phases austénitiques et ferritiques ainsi que les cinétiques de transformation des nuances austénitiques et duplex ont été déterminés à partir des données expérimentales. Pour réussir à déterminer le comportement effectif macroscopique du duplex instable nous avons besoin du comportement mécanique de la phase martensitique. Expérimentalement il est difficile de déterminer cette loi, on a donc choisi d'identifier les paramètres en utilisant la méthode inverse.

Les résultats du chapitre 4, déterminés grâce au MET et à la technique ACOM, ont mis en évidence que la martensite formée au cours de la déformation présente des désorientations. Cette observation nous amène à considérer une loi de comportement élasto-plastique pour la phase martensitique. Nous avons choisi comme pour les phases austénitiques et ferritiques d'adopter une loi de comportement simple de type Ludwick. Ainsi nous avons identifié $\sigma_{\alpha'}$, $K_{\alpha'}$ et $m_{\alpha'}$ pour que le matériau homogénéisé rende compte du comportement expérimental de la nuance austénitique. Pour cette étude on choisit la cinétique de transformation liée à la nuance austénitique.

La figure 5.8 compare le comportement mécanique en traction de la nuance austénitique simulé par le modèle d'homogénéisation et la courbe de traction expérimentale. On remarque qu'il y a un bon accord entre les résultats expérimentaux et la simulation numérique. Les paramètres de la loi martensitique sont reportés dans le tableau 5.4 et la courbe de traction est présentée sur la figure 5.9.

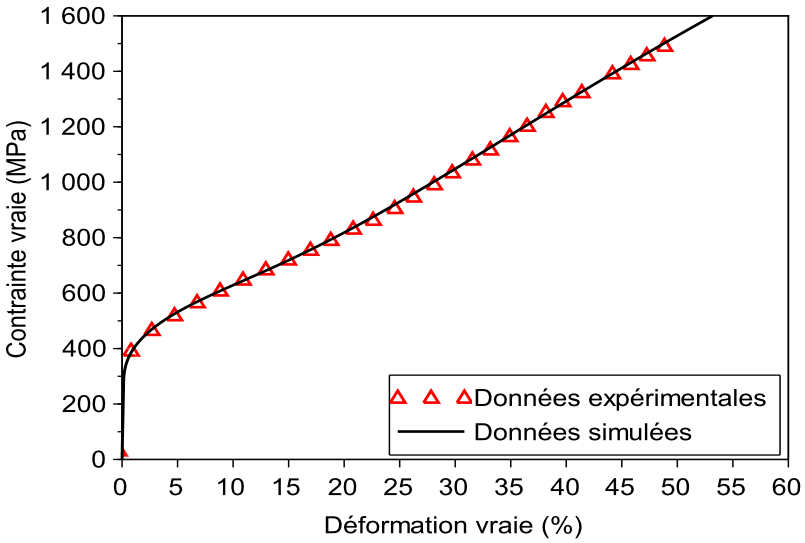


FIGURE 5.8 – Courbe de traction monotone de la nuance austénitique. Comparaison entre les résultats simulés par le modèle d'homogénéisation et les résultats expérimentaux

Nuance	σ_e	K	m
Martensitique	700 MPa	3100 MPa	0,5

TABLE 5.4 – Paramètres de la loi d'Olson et Cohen pour la nuance martensitique.

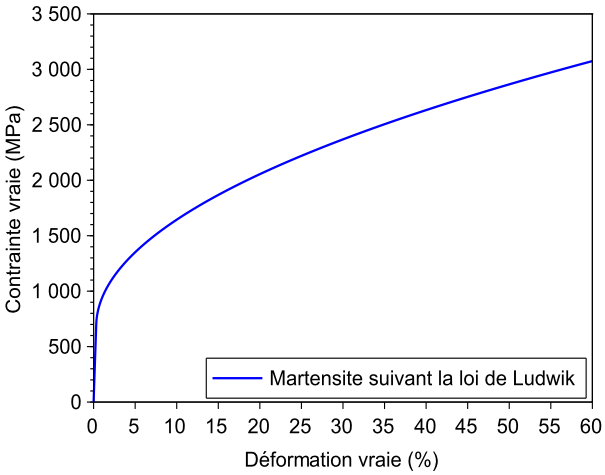


FIGURE 5.9 – Courbe de traction monotone pour la phase martensitique simulé par la loi de Ludwik.

Finalement, après identification inverse on constate que la loi de la phase martensitique possède un écrouissage important éloigné du comportement mécanique des aciers inoxydables martensitique. Cet écart pourrait s'expliquer par un effet de Hall Petch dynamique engendré par la transformation de phase. En effet, lorsque la martensite germe sa taille de grains est nettement plus petite que celle de la matrice [ferrite/austénite]. De plus lorsque le taux de martensite croit, il engendre une diminution continue de la taille de grains de la

phase austénitique. Nous avons fait cette observation dans le chapitre 4 et d'autres auteurs [WHB14] ont également montré l'influence de ce paramètre.

A ce stade tous les paramètres du modèle sont identifiés et reporter dans le diagramme de la figure 5.10.

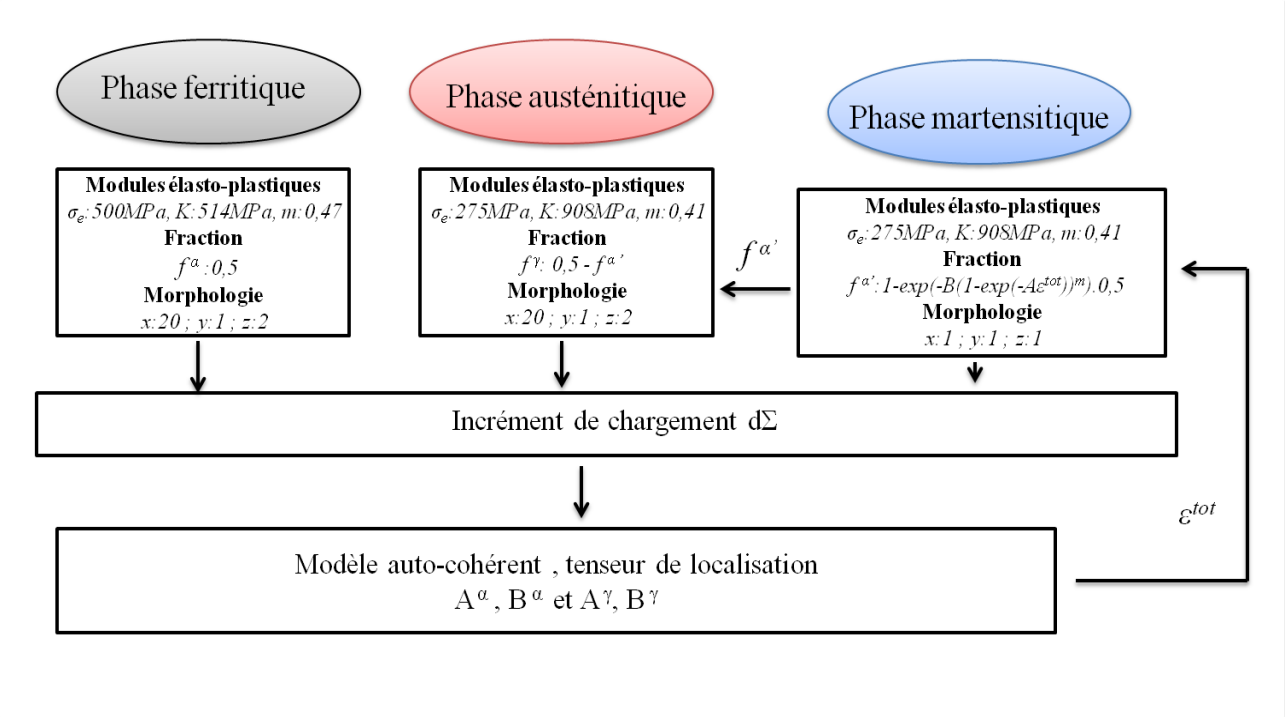


FIGURE 5.10 – Diagramme récapitulatif des étapes suivies par le modèle d'homogénéisation. Valeurs des différents paramètres employés dans le modèle.

5.5 Comparaison des résultats expérimentaux et du modèle

5.5.1 Détermination du comportement effectif macroscopique de l'alliage duplex

Toutes les données d'entrée du modèle étant déterminées il est nécessaire de tester le modèle en simulant le comportement en traction de la nuance duplex. La cinétique de transformation étant différente entre les deux alliages il est nécessaire de prendre ici la cinétique de transformation identifiée pour la nuance duplex.

La figure 5.11 compare le comportement mécanique en traction de la nuance duplex issu du modèle d'homogénéisation et ceux obtenus expérimentalement. La simulation numérique permet de reproduire le comportement mécanique de la nuance duplex. En revanche, la limite du domaine d'écoulement plastique stable, évaluée par le critère de Considère diffère de manière notable. Cela montre que la simulation a tendance à surestimer légèrement la contrainte. Le taux d'écrouissage étant très sensible à ce paramètre il est difficile de rendre compte de la striction. Des auteurs [HOKK09] ont proposé de prendre en compte une loi d'endommagement afin d'évaluer de manière plus précise la striction.

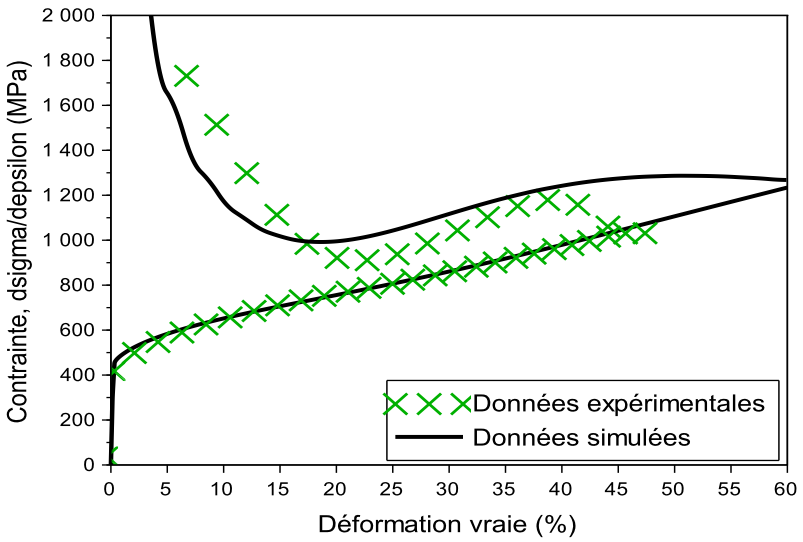


FIGURE 5.11 – Courbe de traction monotone et taux d'écrouissage de la nuance duplex. Comparaison entre les résultats simulés par le modèle d'homogénéisation et les résultats expérimentaux.

5.5.2 Influence de la transformation martensitique sur la répartition des déformations dans chaque phase

Dans les chapitres précédents on a mis en évidence l'influence de la transformation martensitique sur la distribution des déformations dans la phase ferritique et le mélange [austénite / martensite]. Pour un alliage stable, les deux phases se répartissent de manière équitable la déformation totale. En revanche, lorsque l'alliage est instable le mélange [austénite / martensite] possède un taux de déformation plus faible que la phase ferritique. Cette différence est attribuée à la transformation martensitique qui engendre un durcissement

du mélange [austénite / martensite].

Ces résultats peuvent être confrontés aux données extraites du modèle. Pour cela, on compare les résultats de deux simulations. Celle du duplex présentant une transformation de phase décrite dans la partie précédente 5.5 et une simulation où ce même alliage est stable. Les courbes de traction monotones simulées sont présentées sur la figure 5.12.

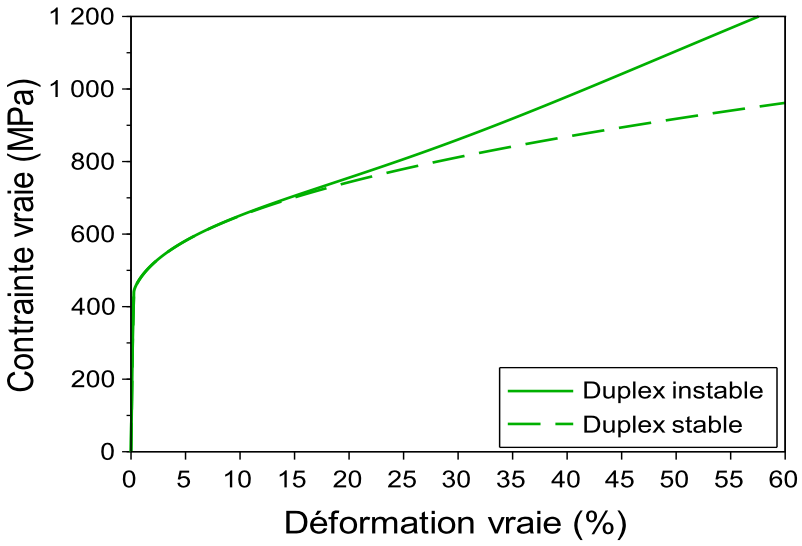


FIGURE 5.12 – Courbes simulées de traction monotone pour l'alliage duplex instable et stable.

Le modèle nous permettant d'identifier le comportement mécanique de chaque phase dans le milieu homogène équivalent, nous pouvons comparer les résultats théoriques et expérimentaux. La figure 5.13 a. présente la déformation de la phase ferritique et austénitique en fonction de la déformation du duplex lorsque l'alliage est stable. Ces résultats confirment que la répartition des déformations entre les deux phases est homogène. La rhéologie des phases austénitiques et ferritiques n'influence alors pas de manière notable le taux de déformation de chaque phase. En revanche, lorsque l'alliage est instable, figure 5.13 b., le mélange [austénite / martensite] se déforme nettement moins que la phase ferritique à partir du moment où la transformation martensitique débute. Ces résultats vont dans le même sens que ceux obtenus expérimentalement mais la différence de déformation entre les phases prédite par le modèle est clairement plus importante. Cette différence pourrait être causée par une prise en compte imparfaite du comportement de la martensite.

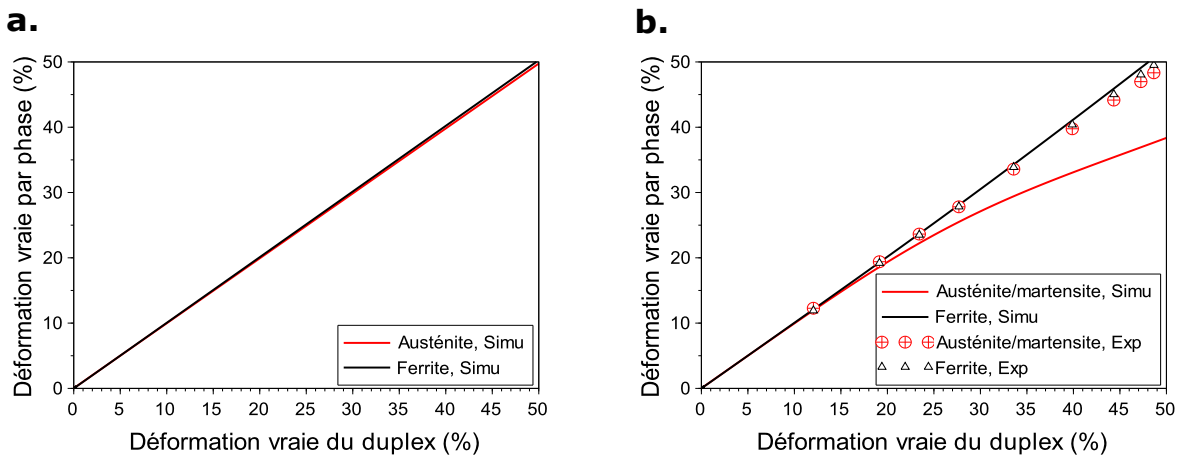


FIGURE 5.13 – Déformation dans la phase austénitique et ferritique en fonction de la déformation vraie de la nuance duplex pour **a.** l'alliage stable et **b.** l'alliage instable.

5.5.3 Influence de la proportion des phases austénitiques et ferritiques

Dans le chapitre 3 partie 3.2.2 on a montré que la modification de la température de mise en solution engendrait un changement du comportement mécanique. D'un point de vue de la microstructure ce changement peut être attribué à une répartition différente des éléments d'alliages dans chacune des phases et une modification de la proportion des phases γ / α. Lorsque la phase austénitique régresse avec l'élévation de la température, sa concentration en éléments gammagènes (Ni et N) augmente alors que sa concentration en éléments alphagènes diminue (Cr). A partir de ces conclusions, on a clairement mis en évidence l'impact de ce changement de composition chimique locale sur la stabilité de l'alliage. En revanche, distinguer l'influence de la composition chimique des phases et celle de la proportion des phases γ / α n'étaient pas possible.

La figure 5.14 présente les résultats expérimentaux obtenus pour l'alliage C (chapitre 3) après deux températures d'hyper trempe. Cet alliage est choisi car il possède une composition chimique proche de l'alliage duplex étudié. On s'intéresse au début de la courbe de traction (inférieur à 10 % de déformation) pour ne pas prendre en compte l'effet de la transformation de phase sur le comportement mécanique. Lorsque la fraction est de [30γ-70α] la limite d'élasticité est nettement plus élevée. On constate que la contrainte d'écoulement après 10 % de déformation reste supérieure à celle obtenue pour une fraction de [50γ-50α].

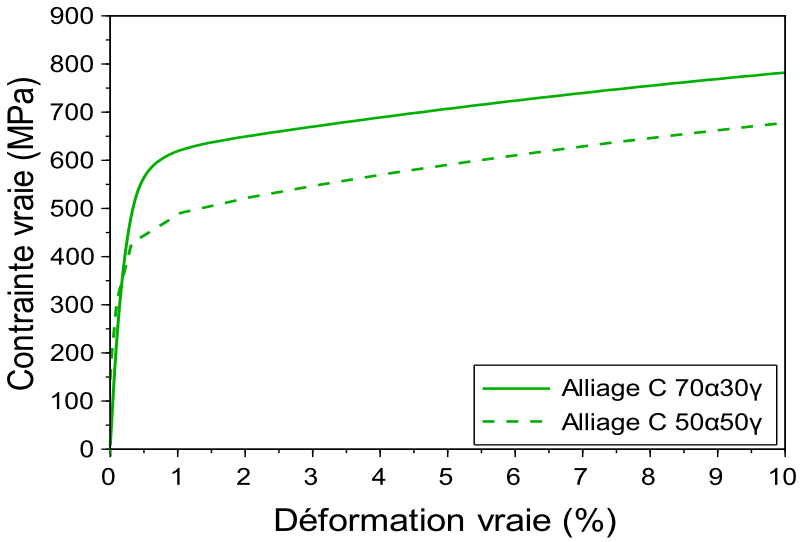


FIGURE 5.14 – Courbe de traction monotone de l'alliage C. Comparaison entre un alliage avec une fraction de phase de [70γ-30α] (TTH 1180 $^\circ$C) et avec une fraction de phase de [50γ-50α] (TTH 1000 $^\circ$C).

L'utilisation du modèle va nous permettre d'identifier l'effet de la fraction volumique sans prendre en compte un changement de composition chimique. On pourra alors déduire l'impact de la composition chimique locale.

La figure 5.15 présente des courbes de traction simulées pour différentes fractions volumiques d'austénite et de ferrite. Ces résultats montrent le faible impact de ce paramètre sur la limite élastique. La différence entre une fraction de [50γ-50α] et de [30γ-70α] étant minime par rapport à celle observée sur la figure 5.14, on peut conclure sur l'importance de la composition chimique de chaque phase. Ce paramètre apparaît comme prépondérant sur le comportement mécanique macroscopique.

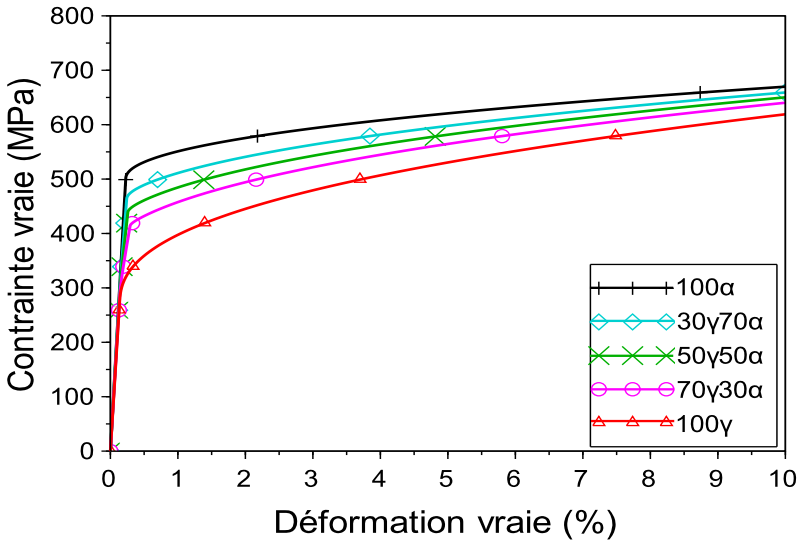


FIGURE 5.15 – Courbe de traction monotone de l'alliage duplex. Simulation pour différentes fractions volumiques d'austénite et de ferrite.

5.6 Conclusion

Le modèle utilisé nous a permis de reproduire le comportement mécanique de l'alliage duplex en traction monotone. Les paramètres introduits dans ce modèle ont été identifiés à partir des données expérimentales déterminées dans le chapitre 4. Plusieurs caractéristiques physiques de l'alliage duplex ont été prises en compte :

— la morphologie allongée des phases ferritiques et austénitiques,

— la proportion de chaque phase,

— les lois d'écoulement mécanique propre à chaque phase,

— la cinétique de transformation.

Le modèle nous a permis de confirmer l'influence de la transformation martensitique sur la répartition des déformations dans chacune des phases. Il a également montré le faible impact de la proportion des phases austénitiques et ferritiques sur la limite élastique prouvant ainsi la forte influence de la composition chimique de chaque phase sur les propriétés mécaniques des alliages duplex.

Cependant le modèle utilisé est encore incomplet et plusieurs pistes peuvent être proposées afin de l'améliorer. On pourrait optimiser la loi de la phase martensitique en prenant en compte l'évolution de la taille de grains, suivant la loi de Hall Petch en fonction de

l'avancé de la transformation martensitique. Il serait également envisageable d'implémenter une loi d'endommagement afin de mieux estimer la striction du matériau.

Chapitre 6

Discussion

Dans ce chapitre on reviendra sur les mécanismes et la cinétique de transformation. On abordera également l'influence de la transformation martensitique sur la distribution des déformations dans les aciers inoxydables duplex.

Les résultats obtenus au cours de ce travail seront utilisés pour répondre à différentes problématiques industrielles. Dans un premier temps on essaiera d'améliorer le compromis résistance mécanique / allongement à la rupture en proposant l'élaboration d'une nouvelle nuance d'acier inoxydable duplex en modifiant certains paramètres de mise en oeuvre à froid. Pour finir on comparera la répartition des déformations suivant une pré-défromation par laminage à froid, utilisée dans cette thèse et par étirage utilisée industriellement.

Sommaire

6.1 Les mécanismes de transformation 127

6.2 Cinétique de transformation 129

6.3 Influence de la transformation de martensitique sur la distribution des déformations 131

6.4 Retour sur la problématique industrielle 133

6.4.1 Nouvelle coulée laboratoire 133

6.4.2 Autre piste d'amélioration du compromis entre résistance à la traction et allongement 137

6.4.3 Influence du chemin de déformation 138

6.1 Les mécanismes de transformation

Les mécanismes associés à la transformation induite par la plasticité dépendent de plusieurs paramètres comme par exemple la composition chimique, l'énergie de faute d'empilement (EFE) ou encore la taille de grains. Pour les aciers inoxydables étudiés au cours de ce travail la martensite ϵ intervient comme phase intermédiaire dans le processus de transformation. Ce mécanisme a été mis en évidence dans les chapitres 3 et 4 à l'aide des techniques de cartographie en microscopie électronique à balayage et à transmission.

L'ajout d'azote dans les aciers inoxydables permet à la fois de réduire considérablement les coûts en substituant une partie du Ni et un durcissement de l'alliage par solution solide. Fort de son intérêt, Kermapur et al. [KBH$^+$15] ont étudié son impact sur les mécanismes de transformation pour un acier inoxydable austénitique. En comparant trois alliages possédant des teneurs différentes en azote (0 ; 0,25 et 0,44 %) ils ont montré que son ajout n'influençait pas le mécanisme de transformation, $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$.

Lee et al. [LSO$^+$10] ont élargi ces recherches en reliant l'énergie de faute d'empilement aux mécanismes de transformation d'aciers austénitiques, Fe-18Cr-10Mn-xN avec différentes teneurs en azote. L'énergie de faute d'empilement a été obtenue à la suite d'essai de diffraction des neutrons. La méthode consiste à effectuer un fit sur l'ensemble du diagramme de diffraction avec la méthode de Rietveld et une analyse "double-Voigt size-strain", une description détaillée des étapes est précisée dans l'article. A partir de ces travaux trois processus de déformation ont été déterminés en fonction de l'énergie de faute d'empilement, figure 6.1.

- EFE $< 15\ mJ.m^{-2}$: transformation martensitique induite par la plasticité ($\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$),
- EFE $> 20\ mJ.m^{-2}$: déformation par maclage,
- $15\ mJ.m^{-2} <$ EFE $< 20\ mJ.m^{-2}$: coexistence des deux mécanismes.

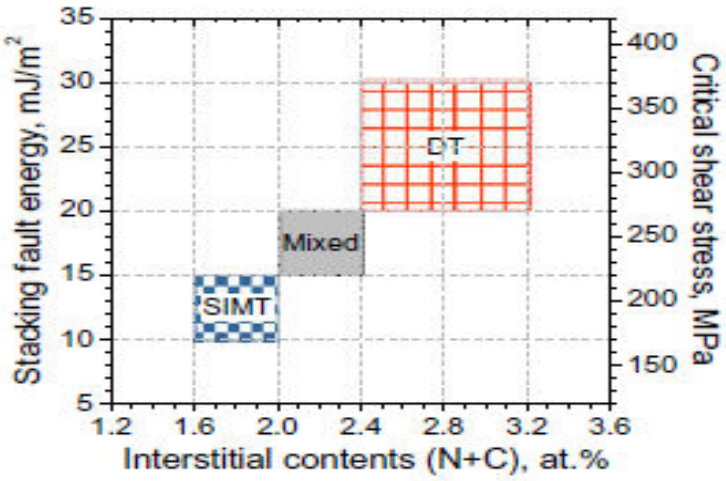


FIGURE 6.1 – Mécanisme de déformation en fonction de l'énergie de faute d'empilement pour l'alliage Fe-18Cr-10Mn-xN.

Lee et al. [LWL+14] ont rédigé un nouvel article reprenant notamment les mêmes techniques expérimentales que leur article de 2010 [LSO+10]. Ils ont élargi leur étude à un acier inoxydable duplex possédant une forte teneur en azote. Pour cet alliage possédant une énergie de faute d'empilement de 36 $mJ.m^{-2}$, ils ont observé une déformation par maclage, résultat en adéquation avec leur étude effectuée sur les aciers austénitiques [LSO+10].

Pour les alliages étudiés au cours de ce travail l'énergie de faute d'empilement est probablement relativement basse (< 15 $mJ.m^{-2}$) en raison d'une faible teneur en élément d'alliage. Le mécanisme de transformation déterminé pour nos alliages concorde avec les résultats exposés par ces études.

Cependant l'énergie de faute d'empilement n'est pas le seul paramètre intervenant dans le mécanisme de déformation. D'autres auteurs [SCK+14] ont étudié trois alliages possédant la même EFE mais des tailles de grains différentes, 0,93 μm ; 1,56 μm et 2,82 μm. Leurs résultats montrent que pour des grains inférieurs à 1,6 μm le seul mécanisme de déformation est le maclage. En revanche lorsque les grains sont supérieurs à 2,82 μm le mécanisme $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ observé. Sur ce point, nos résultats semblent être en accord avec la bibliographie.

6.2 Cinétique de transformation

La compréhension des phénomènes influençant la cinétique de transformation est un point important pour estimer le comportement mécanique d'un alliage. Pour notre étude nous avons choisi de modifier la composition chimique de nos alliages duplex pour changer la cinétique de transformation. Les résultats du chapitre 3 montrent que l'ajout d'éléments d'alliages comme le Ni, N ou encore le Cr augmentent la stabilité de la nuance. Choi et al. [CJHP12a] ont étudié plusieurs nuances d'aciers inoxydables duplex possédant différentes compositions chimiques et aboutissent aux mêmes conclusions.

Dans le chapitre 4 nous avons choisi d'élaborer une nuance austénitique de composition chimique identique à la phase austénitique de la nuance duplex. Le tableau 6.1 présente la composition chimique de la phase austénitique, de la nuance duplex mesurée à la microsonde et de la nuance austénitique modèle. Leurs teneurs en chrome sont légèrement différentes, ceci peut s'expliquer par la ferrite résiduelle encore présente à environ 4 % dans la nuance austénitique. Les Md_{30} calculés à partir de la formule de Nohara restent cependant très proches, on pouvait donc s'attendre à des cinétiques de transformation quasiment identiques comme celles obtenues pour les alliages B et C étudiées dans le chapitre 3. Néanmoins, les essais de diffraction des rayons X ont mis en évidence une cinétique de transformation très différente entre les deux nuances. La cinétique de transformation impactant de manière importante le comportement mécanique de l'alliage, on a utilisé le modèle présenté dans le chapitre 5 pour déterminer cette influence. La figure 6.2 présente le comportement mécanique en traction monotone prédit par le modèle pour la nuance duplex suivant deux hypothèses. Une où la cinétique de transformation est celle mesurée dans la nuance duplex et l'autre où la cinétique est mesurée dans la nuance 100 % austénitique. Ces deux courbes possèdent un comportement mécanique bien distinct engendré par un changement de cinétique de transformation.

TABLE 6.1 – Composition chimique (% en masse) mesurée à la microsonde et Md_{30} (en $^{\circ}$C) de la phase austénitique des nuances duplex et austénitique.

Nom de la nuance	C	Ni	Cr	N	Md_{30}
Nuance duplex, phase austénitique	0,02	5,0	21,1	0,2	-14
Nuance austénitique	0,02	5,0	19,9	0,2	-4

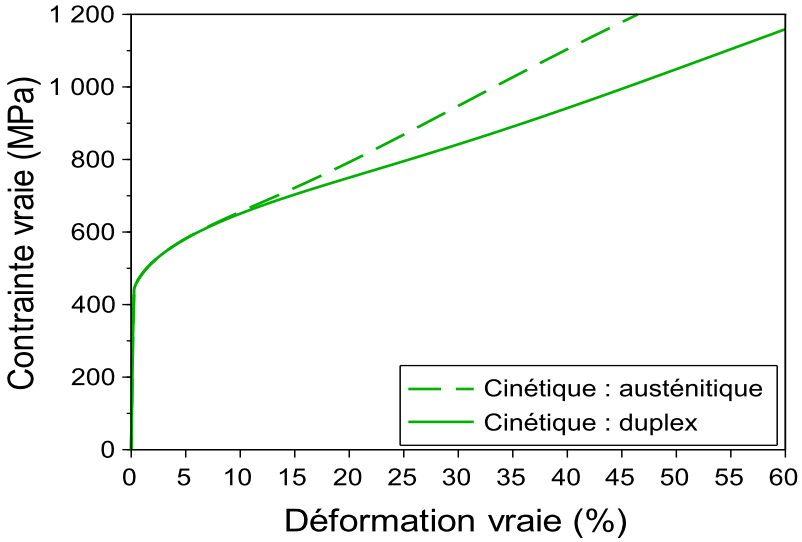


FIGURE 6.2 – Courbe de traction monotone obtenues par modélisation. Comparaison entre un alliage duplex où la simulation utilise la cinétique de transformation mesurée dans la nuance austénitique et un alliage duplex où la simulation utilise la cinétique mesurée dans la nuance duplex.

Pour expliquer cette différence on peut évoquer l'effet de la taille de grains qui est plus petite pour la nuance duplex, 20 μm contre 60 μm pour la nuance austénitique. Maréchal [Mar11] a étudié un alliage inoxydable austénitique possédant cinq tailles de grains différentes, 0,50 μm ; 0,9 μm ; 2,2 μm ; 14 μm et 28 μm. Il montre que la taille de grains à une influence notable sur la cinétique de transformation, figure 6.3. Son augmentation accentue l'instabilité de l'alliage, ces résultats sont en adéquation avec nos mesures.

On pourrait également envisager d'attribuer une part de cette différence au biphasage de la nuance duplex. En effet, les variations de comportement étant importantes, une telle différence peut difficilement être attribuée uniquement à la taille de grains. De nouveaux essais pourraient être envisagés afin de déterminer l'influence de la taille de grains ainsi que l'effet du multiphasage sur la cinétique de transformation.

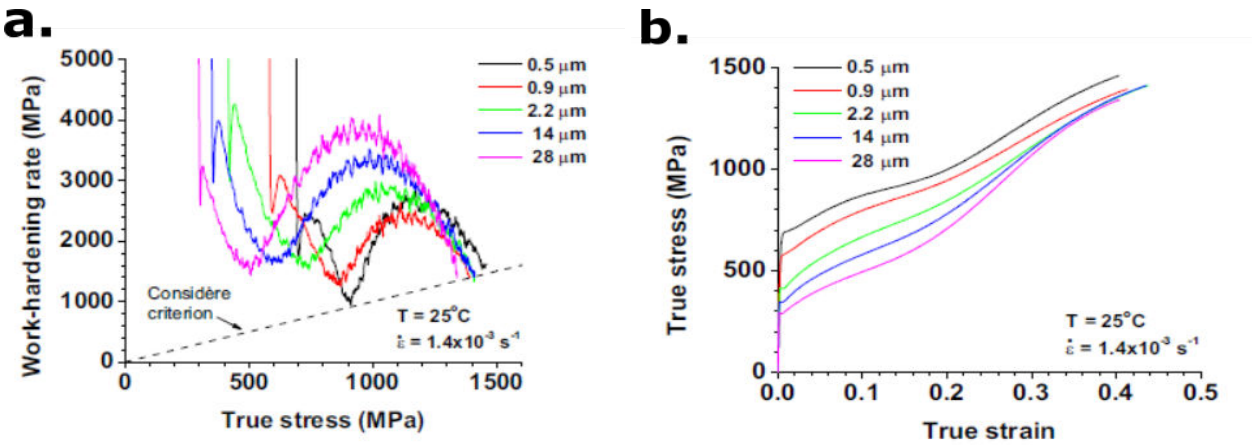


FIGURE 6.3 – Influence de la taille de grains sur le comportement mécanique en traction unixale pour un alliage inoxydable austénitique instable. **a.** courbe de traction monotone et **b.** courbes d'écrouissage [Mar11].

6.3 Influence de la transformation de martensitique sur la distribution des déformations

Dans le chapitre 3 et 4 on a mis en évidence l'hétérogénéité des déformations dans les aciers inoxydables duplex. En étudiant la moyenne des déformations dans chacune des phases, deux comportements ont été identifiés suivant la stabilité de l'alliage.

En premier lieu lorsque l'alliage est stable les phases austénitiques et ferritiques se répartissent de manière identique la déformation totale. Ce résultat a pu être confirmé par le modèle présenté au chapitre 5. De plus des mesures de nanoindentation ont été réalisées sur l'alliage D non déformé pour vérifier la dureté de chaque phase. La figure 6.4 montre la courbe de dureté obtenue dans la phase austénitique et ferritique. La dureté des deux phases est très proche, 3,8 GPa pour la phase ferritique et 3,7 GPa pour la phase austénitique. Ce résultat est en adéquation avec celui d'Asgari et Al. [AJB13] qui ont mis en évidence à partir d'un acier inoxydable super duplex que la dureté de la phase austénitique et ferritique était identique, environ 4,5 GPa.

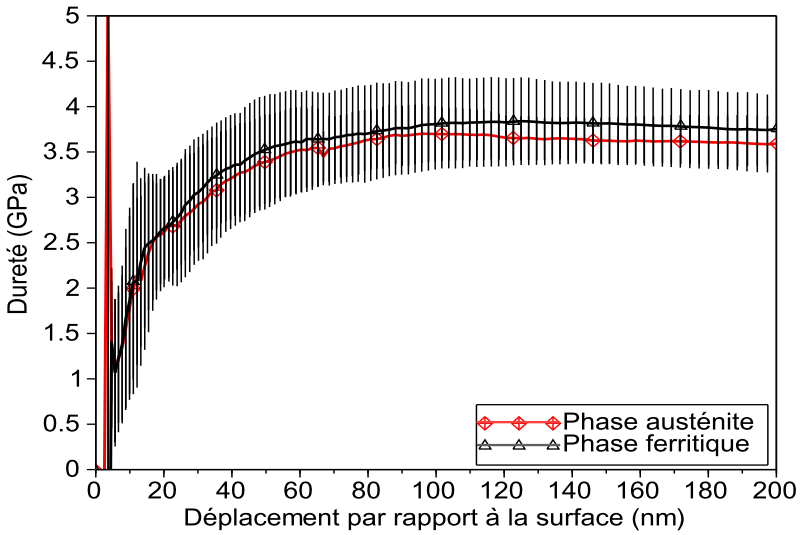


FIGURE 6.4 – Dureté de la phase austénitique et ferritique de l'alliage inoxydable duplex D non déformé.

En revanche, lorsque l'alliage est fortement instable les déformations sont en moyenne différentes dans les deux phases. Les faibles déformations sont plutôt concentrées dans le mélange [austénite / martensite] alors que la phase ferritique se répartit les fortes. Ce résultat a déjà été mis en évidence par Joo et al. [JLK+13] pour des aciers dual phases. Pour ce type d'alliage possédant généralement une teneur élevée en carbone, la martensite se déforme très peu, figure 6.5. De plus la dureté de la phase martensitique est relativement élevée, elle a été mesurée à environ 7 GPa par Delincé et al [DJP06].

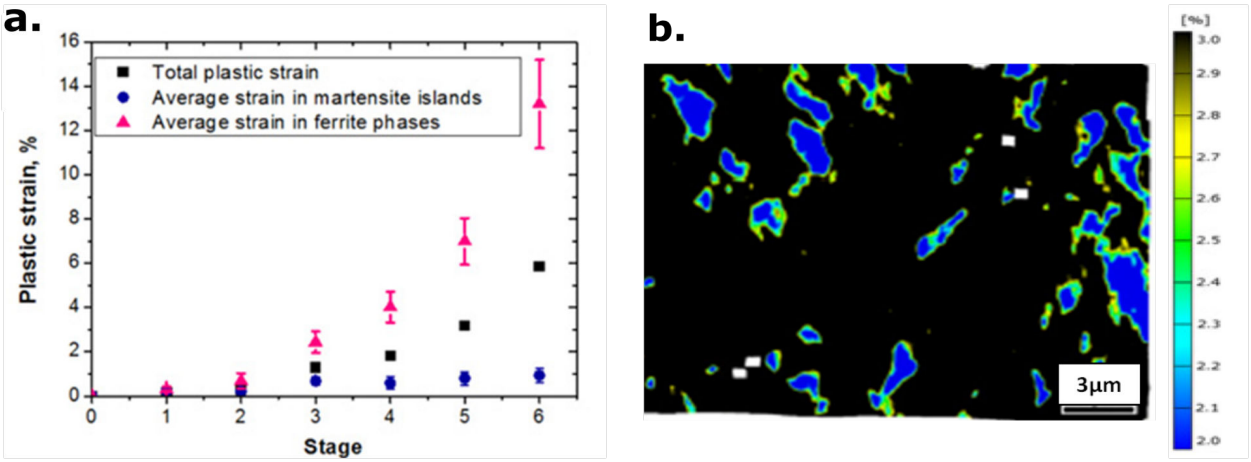


FIGURE 6.5 – **a.** Déformation moyenne dans la phase ferritique et martensitique en fonction de la déformation totale. **b.** Distribution des déformations dans la phase martensitique après une déformation totale de 5,9 % [JLK+13].

Pour les aciers inoxydables possédant une teneur en carbone plus faible la martensite est moins dure. La différence de dureté entre les deux phases est alors nettement moins importante. Weidner et al. [WHB14] ont évalué cette différence sur un acier inoxydable austénitique. La dureté de la phase austénitique est de 6,1 GPa et celle de la phase martensitique de 7,6 GPa. Ces résultats concordent avec ceux obtenus sur l'alliage D, pour lequel nous trouvons 3,9 GPa pour la phase ferritique et 6 GPa pour la martensite. La différence de dureté plus importante observée dans notre cas peut être attribuée à une teneur en azote légèrement plus élevée et une taille de grains plus petite.

6.4 Retour sur la problématique industrielle

6.4.1 Nouvelle coulée laboratoire

L'étude menée au cours de ce travail et plus particulièrement dans le chapitre 3 nous a permis de réfléchir à l'élaboration d'un nouvel alliage duplex possédant des propriétés mécaniques en traction optimisées. L'application requière notamment une limite apparente d'élasticité de $Rp_{0.2} > 800$ MPa, ce qui impose de réaliser un écrouissage suffisant lors de la mise en oeuvre à froid, une résistance mécanique avec un Rm > 950 MPa et un allongement à rupture d'au moins 15 %. Les résultats obtenus sur les quatre coulées laboratoire de type 1.4362 montrent que de petites différences d'analyse chimique peuvent conduire à des propriétés mécaniques très contrastées. L'origine de ces différences de comportement mécanique est engendrée par un changement de la cinétique de transformation. L'alliage A, représentatif du cas où l'austénite est complètement stable (absence d'austénite induite par la pré-déformation puis par l'essai de traction) présente, après une pré-déformation de 20 %, un $Rp_{0.2}$ conforme à l'objectif lié à la forte teneur en N de cet alliage, mais la très faible consolidation plastique lors de l'essai de traction conduit à une résistance mécanique inférieure à l'objectif et surtout à un allongement à rupture très faible, rédhibitoire pour l'application. L'alliage D à l'opposé possède une austénite très instable, ce qui procure une forte consolidation dès le début de l'essai de traction. Après 10 à 15 % de déformation, quasiment toute l'austénite est consommée et la consolidation diminue fortement conduisant

à la striction puis à la rupture. D'autre part, la faible teneur en N de cette coulée, malgré la formation d'une quantité significative de martensite lors de la pré-déformation, ne permet pas de garantir un $Rp_{0.2}$ suffisant. Enfin les alliages B et C ont des teneurs en N, ainsi qu'un niveau de stabilité de l'austénite intermédiaires entre les alliages A et D. Ces deux alliages aux comportements mécaniques voisins présentent, moyennant un écrouissage préalable de 20 %, un $Rp_{0.2}$ suffisant pour l'application ainsi qu'un bon allongement (> 25 %) dû à une cinétique de transformation martensitique progressive au cours de l'essai de traction. Cependant, leur résistance mécanique est inférieure à la limite requise par l'application ; on rejoint le constat fait par Ugitech et qui est à l'origine de ce projet. Pour lever ce point bloquant, on pourrait proposer d'augmenter le niveau de pré-déformation, mais cette solution n'est pas toujours possible industriellement, puisque ce niveau est la conséquence subie du diamètre de laminage (réglable par plages) et du diamètre commandé par le client. L'unique solution est de proposer une nuance d'analyse optimale. Fort de notre expérience sur la première série de coulées, trois critères ont été retenus pour définir la composition chimique :

— une teneur en N > 0,12 % pour atteindre le niveau de $Rp_{0.2}$ imposé ;

— un Md_{30} intermédiaire entre les coulées C et D ;

— une fraction ferrite / austénite d'environ 50 / 50.

Des calculs en série ont été réalisés avec l'aide du logiciel Thermo-Calc® pour déterminer l'analyse chimique la plus appropriée selon les critères ci-dessus.

La composition chimique ainsi que l'indice ferritique et le Md_{30} sont présentés dans le tableau 6.2 pour le nouvel alliage. Ces mêmes paramètres sont également rappelés pour les alliages C et D.

Table 6.2 – Composition chimique (% en masse), Indice Ferritique (IF) et Md_{30} (en °C) des alliages C et D et du nouvel alliage.

Nom de l'alliage	C	Ni	Cr	N	IF	Md_{30}
Nouvel alliage	0,02	3,60	22,09	0,13	54	4
Alliage C	0,02	4,28	22,43	0,11	52	-8
Alliage D	0,02	4,58	22,15	0,07	53	31

Les figures 6.6 et 6.7 comparent le comportement mécanique en traction et le taux

d'écrouissage du nouvel alliage et des alliages C et D sans pré-déformation.

La limite d'élasticité du nouvel alliage est proche de celle de l'alliage C. Ceci peut s'expliquer par des teneurs en azote relativement proches. Concernant l'allongement à la rupture et la résistance à la traction, elles sont pour le nouvel alliage quasiment identiques à celles de l'alliage D. La cinétique de transformation évaluée via le taux d'écrouissage montre que ce nouvel alliage possède un début de transformation très proche de l'alliage D.

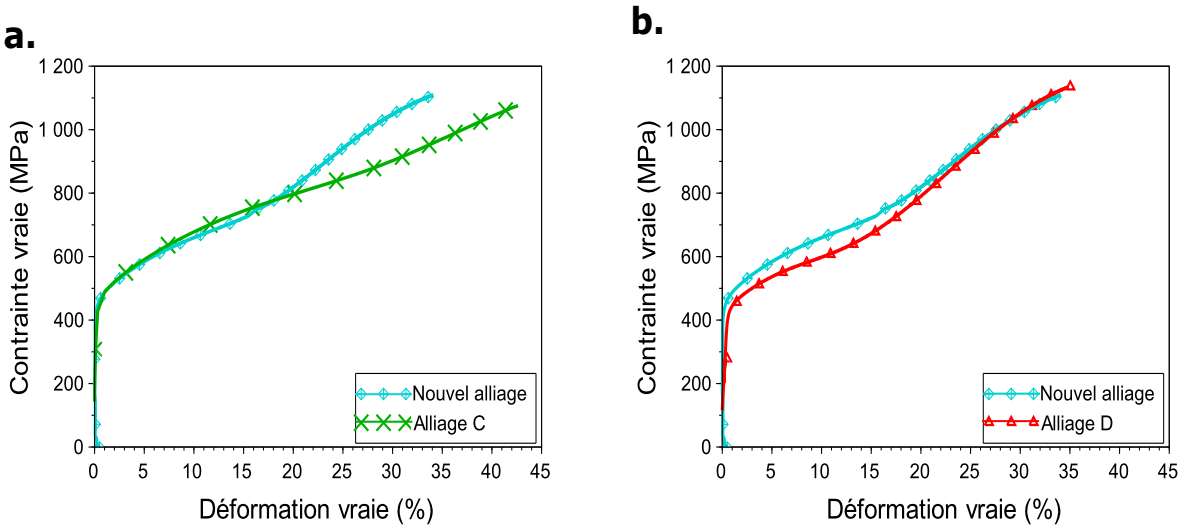


FIGURE 6.6 – Comparaison des courbes de traction entre le nouvel alliage et **a.** l'alliage C et **b.** l'alliage D.

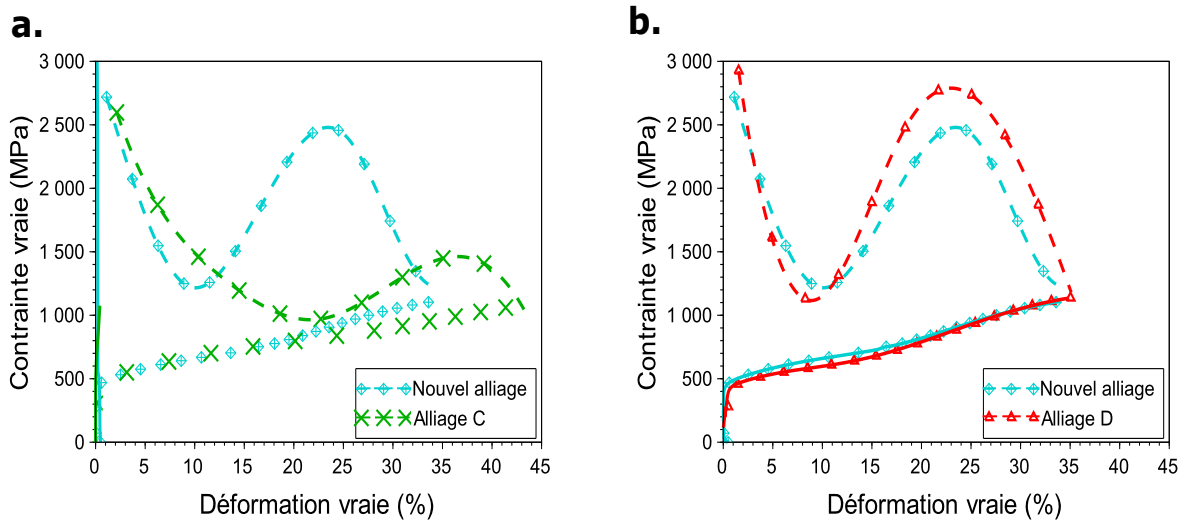


FIGURE 6.7 – Comparaison de l'évolution du taux d'écrouissage entre le nouvel alliage et **a.** l'alliage C et **b.** l'alliage D.

Finalement, l'ajout d'azote a effectivement augmenté la limite élastique comme souhaité.

Choi et al. [CJHP12a] ont montré le même effet sur des aciers inoxydables duplex possédant différentes teneurs en azote, figure 6.8.

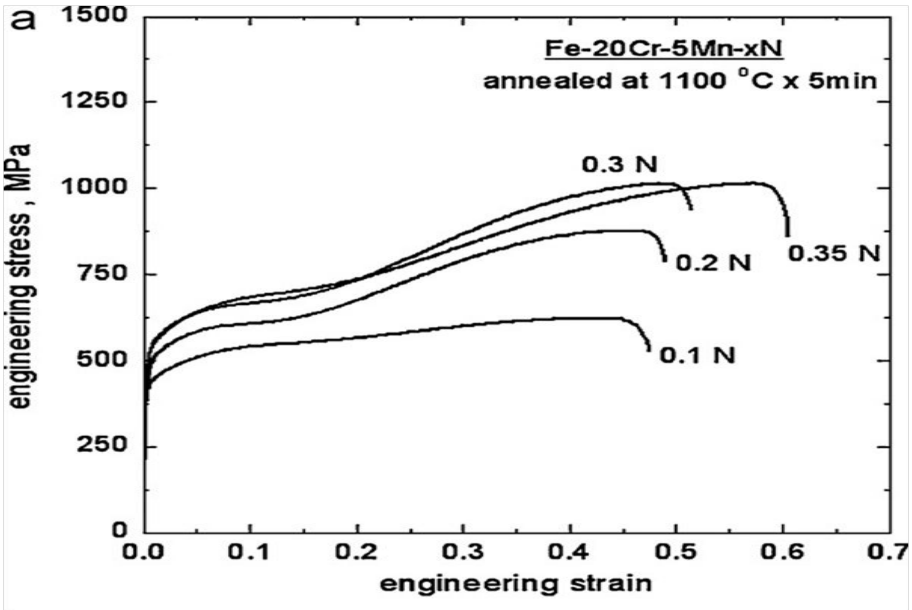


FIGURE 6.8 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation conventionnelle pour différentes teneurs en azote. Les essais ont été réalisés à température ambiante à une vitesse de 10^{-3} s^{-1} sur des aciers inoxydables duplex Fe-20Cr-5Mn-xN, [CJHP12a].

En revanche, la tentative d'obtenir un degré de stabilité intermédiaire entre les coulées C et D en s'appuyant sur le paramètre Md_{30} n'a pas été concluante. Ce paramètre empirique permet d'effectuer des comparaisons de cinétique de transformation qui se révèlent qualitativement valables lorsque les différences entre deux températures sont importantes. En revanche, lorsque l'on compare des nuances duplex avec des stabilités proches, l'indicateur Md_{30}, établi par Nohara sur des nuances austénitiques, se révèle inexact. Plusieurs raisons peuvent être avancées pour expliquer que la formule du Md_{30} n'est pas valable dans le cas des duplex.

Tout d'abord les lois généralement utilisées ne prennent pas en compte l'effet de la taille de grains et ont été déterminées à partir d'une nuance austénitique monophasée. Or, on a montré qu'à composition identique l'austénite possède une cinétique de transformation différente dans une nuance duplex ou austénitique. Ainsi la taille de grains et le multiphasage pourraient être des paramètres intéressants à prendre en compte.

D'autre part, la teneur en azote est beaucoup plus élevée dans les duplex que dans les nuances austénitiques de type 304 sur lesquelles ont été établies la plupart des formules

empiriques du Md_{30}. Ceci nous amène à reconsidérer son effet sur la stabilité de la phase austénitique lorsque sa teneur est plus élevée. Généralement cet élément est défini comme équivalent au carbone [Ang54], [NOO77]. Masumura et al. ont cherché à identifier l'influence de chacun de ces deux éléments sur la stabilité de l'alliage. Leurs résultats montrent que le carbone stabilise légèrement plus l'alliage que l'azote. Ces essais ont été menés sur un acier inoxydable austénitique et les déformations ont été réalisées par laminage à froid. On peut également citer la formule du Md_{30} proposée par Zhang [ZH13] qui identifie l'azote comme élément moins stabilisant que le carbone en lui conférant un coefficient de 300 contre 500 pour le carbone, voir équation ci dessous.

$Md_{30}(°C) = 580 - 520(\%C) - 2(\%Si) - 16(\%Mn) - 16(\%Cr) - 23(\%Ni) - 26(\%Cu) - 300(\%N) - 10(\%Mo)$

6.4.2 Autre piste d'amélioration du compromis entre résistance à la traction et allongement

L'utilisation des aciers inoxydables duplex dans le domaine du bâtiment comme rond à béton nécessite l'amélioration du compromis résistance mécanique / allongement à la rupture. Dans la partie précédente nous avons essayé d'optimiser ce compromis par le biais de l'analyse chimique, ceci nous a conduit à proposer des analyses chimiques dont l'austénite est plus instable que la nuance industrielle (alliage C). Au cours de l'étape de mise en oeuvre à froid, les nuances plus instables peuvent consommer une partie de l'effet TRIP qui ne sera alors plus disponible lors de l'essai de traction pour obtenir un allongement et une résistance suffisante. Pour éviter cela, nous avons eu l'idée de réaliser une pré-déformation à "*tiède*", afin que l'austénite ne se transforme pas durant cette opération.

L'étude est réalisée sur l'alliage D qui est l'alliage le plus instable que nous ayons étudié, chapitre 3. La pré-déformation est effectuée par laminage sur un larget préalablement maintenu à une température de 250 ° C pendant 30 minutes. A l'issue de la déformation de 20 %, la température du larget relevée par thermométrie infrarouge est de 190°C. La figure 6.9 compare le comportement mécanique en traction de l'alliage D pré-déformé à froid et à "*tiède*". En premier lieu on remarque que la limite élastique de l'alliage déformé à "*tiède*" est légèrement inférieure à celui déformé à froid. En effet, lors de la

déformation à tiède le matériau n'a pas subi de transformation martensitique contrairement au matériau pré-déformé à froid. Ensuite pour l'alliage pré-déformé à "*tiède*" on observe un palier engendré par une déformation hétérogène dans l'éprouvette. La déformation plastique est alors concentrée dans des bandes appelées bandes de Lüders. Lorsque ces bandes ont parcouru tout l'échantillon l'écrouissage commence. Finalement, la pré-déformation à "*tiède*" permet de garder une résistance mécanique convenable et d'accroître de manière importante l'allongement à rupture. À la vue des bons résultats obtenus ce nouveau mode de pré-déformation peut être une piste à suivre pour le développement de nouveaux alliages.

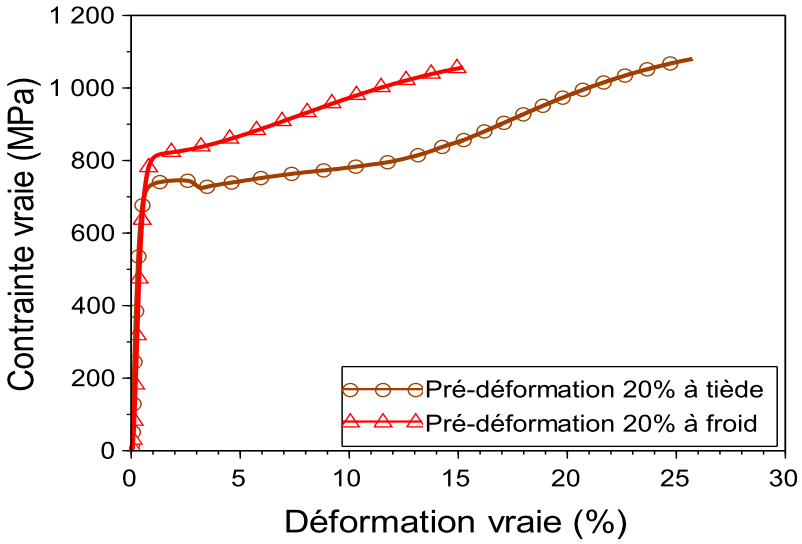


FIGURE 6.9 – Comparaison du comportement mécanique en traction de l'alliage D pré-déformé à froid et à *"tiède"*. Courbes contrainte en fonction de la déformation rationnelle.

6.4.3 Influence du chemin de déformation

Pour des raisons de commodité les pré-déformations ont été effectuées par laminage à froid dans cette étude alors que le procédé industriel est de l'étirage. Le chemin de pré-déformation est un paramètre important qui peut influencer les propriétés mécaniques en traction.

Pour comparer l'influence de ces deux procédés de fabrication, des essais de simulation numérique ont été réalisés avec le logiciel *Forge*. Pour ces essais on a choisi d'utiliser la loi de comportement mécanique de la nuance 1.4362 de type industrielle. Le modèle d'Hansel

Spittel est utilisé afin de réaliser le fit des données expérimentales obtenues en traction monotone. Cette loi de comportement peut prendre en compte plusieurs paramètres comme par exemple l'effet de la température, de la vitesse de déformation... Pour cette étude on active uniquement deux paramètres , m_1 qui représente la sensibilité du matériau à la température et m_2 qui représente la sensibilité du matériau à la déformation.

$$\sigma = A \times \epsilon^{m_2} exp(m_1 \times T) \tag{6.1}$$

Avec A = 1120,3

m_1 = -0,0013 ; Sensibilité du matériau à la température

et m_2 = 0,1717 ; Sensibilité du matériau à la déformation

La figure 6.10 compare le comportement mécanique en traction monotone obtenu par simulation et expérimentalement. Les deux courbes sont relativement proche ce qui valide l'utilisation de la loi de comportement dans les simulations.

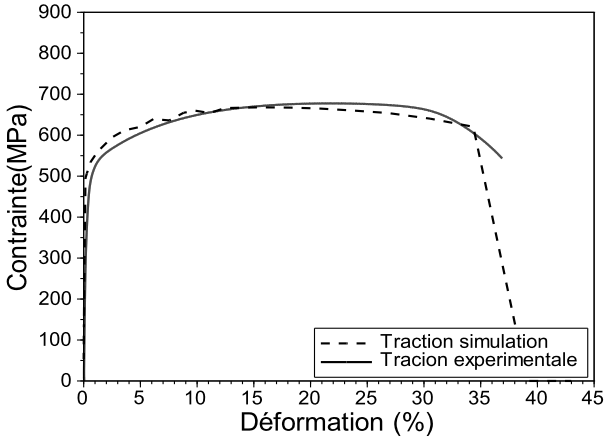


FIGURE 6.10 – Comparaison des propriétés mécaniques en traction monotone : courbe expérimentale et courbe approximée par le modèle Hansel Spittel après ajustement des paramètres.

La figure 6.11 compare les déformations équivalentes au sens de Von Mises après les opérations de mise en oeuvre à froid par étirage et par laminage à des taux de réduction de 5 et 10 %. On remarque qu'au cours d'un essai d'étirage les déformations sont réparties

de manière hétérogène. La surface de la barre apparaît comme deux fois plus déformée que le coeur. En revanche pour les essais de laminage à froid la déformation est homogène. Cette différence indique qu'à taux de réduction donné, la limite d'élasticité après étirage est vraisemblablement plus élevée que celle après laminage, ceci à cause de la couronne externe des barres étirées particulièrement écrouie. Il faudra tenir compte de cet aspect pour comparer, lors de futurs essais industriels, les caractéristiques en traction à l'issue d'un étirage avec les résultats de ce projet qui ont été obtenus après laminage.

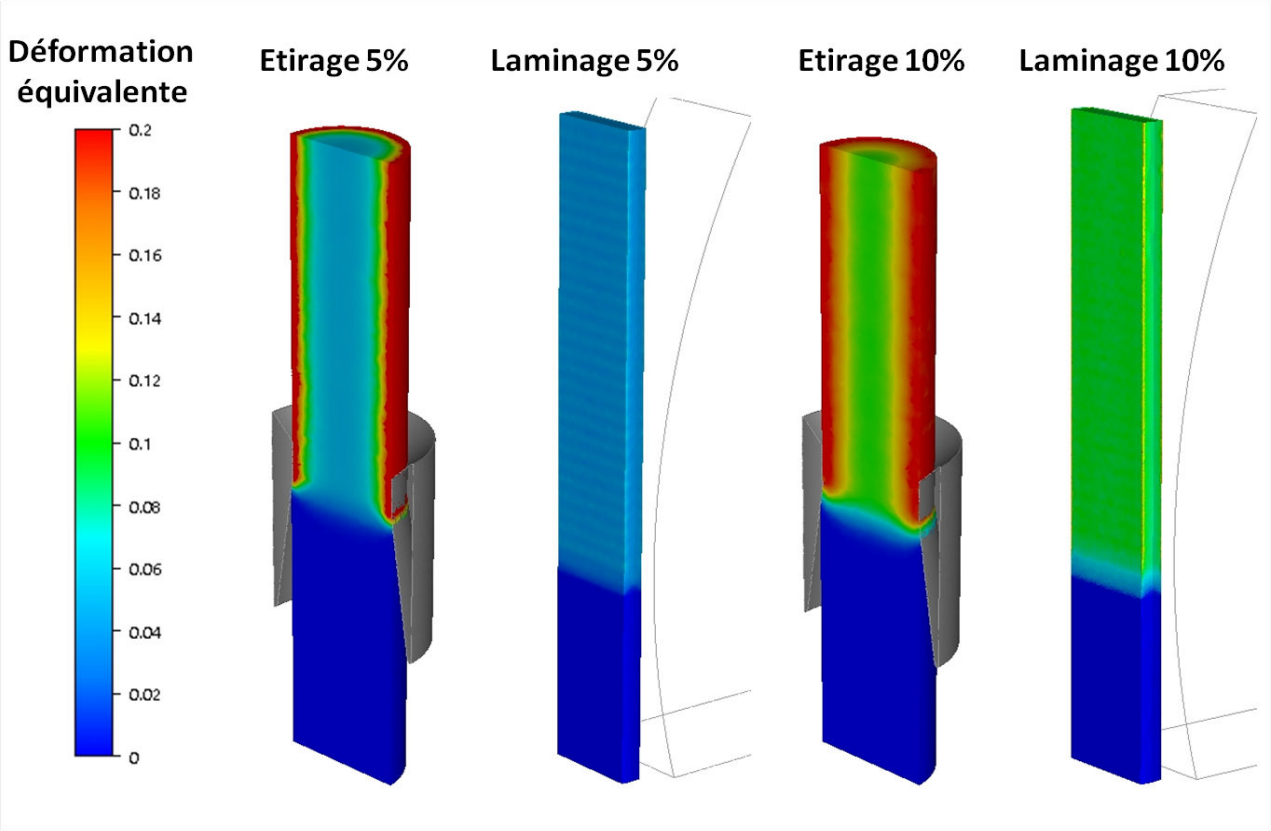


FIGURE 6.11 – Simulations réalisées avec le logiciel Forge. Comparaison des champs de déformation équivalents à l'issue des opérations d'étirage et de laminage à froid après 5 et 10 % de réduction.

Concernant l'effet du chemin de déformation sur la transformation de phase on peut s'intéresser à l'échauffement généré par les différents modes de pré-déformation. La figure 6.12 compare l'évolution des températures au cours des essais d'étirage et de laminage à froid. L'augmentation de la température est relativement homogène au cours des essais de pré-déformation par laminage à froid, 5 et 10 %. On passe d'une température de 20 °C à environ 33 °C, augmentation qui reste peu importante pour ce type d'essai. En revanche,

pour les essais d'étirage, effectués en laboratoire à basse vitesse, l'évolution de la température est nettement différente. Tout d'abord lors du passage dans la filière on remarque un gradient où la surface de la barre possède une température avoisinant les 60 ° C pour une déformation de 10 % ; au centre de la barre la température est de l'ordre de 40 ° C. A l'issue du passage dans la filière la température s'homogénéise dans la section autour de 50 ° C. Finalement ces résultats laissent paraître qu'au cours d'une opération d'étirage industriel, la température du métal au moment de la déformation sera nettement plus élevée que celle rencontrée lors de la mise en oeuvre à de nos coulées laboratoire par laminage à froid. En conséquence, on peut s'attendre à ce que la fraction de martensite induite par l'étirage industriel soit inférieure à celle générée par nos opérations de mise en oeuvre par laminage.

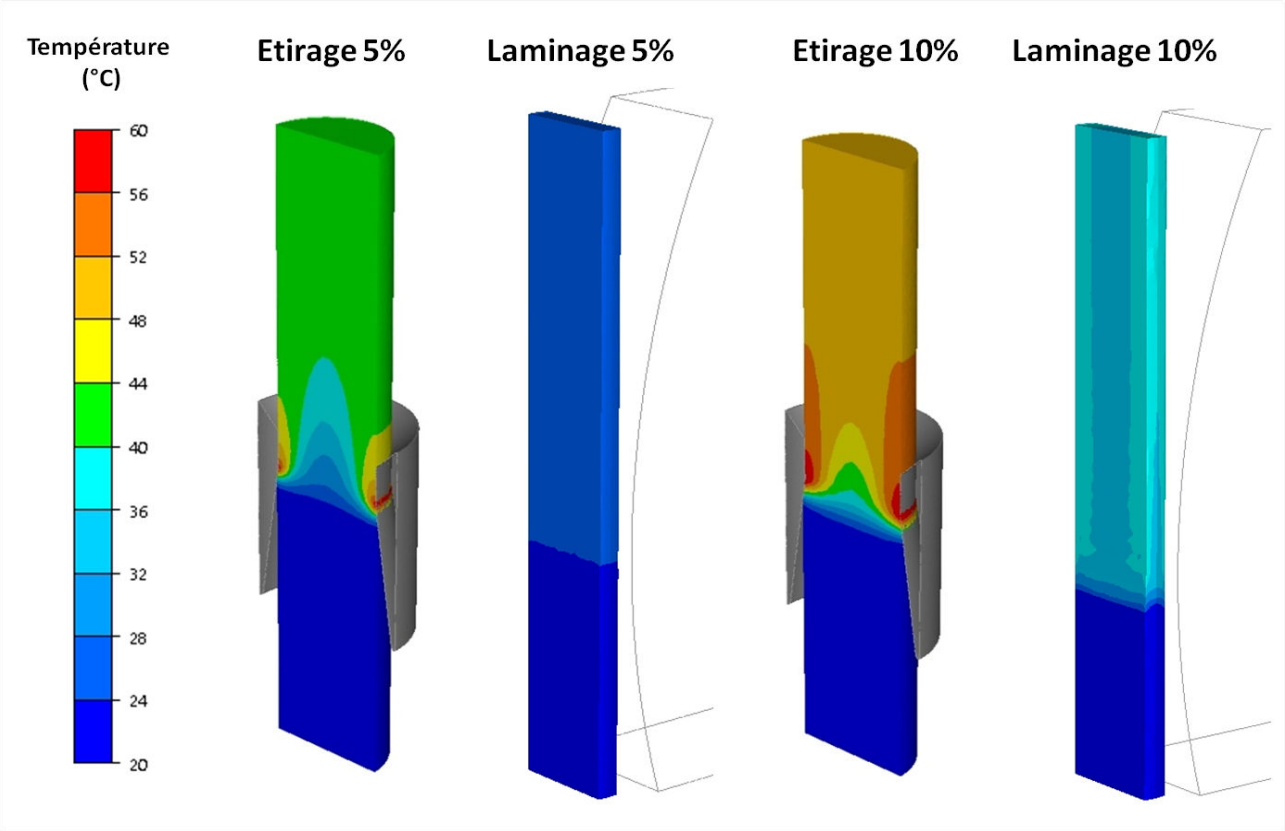


FIGURE 6.12 – Simulations réalisées avec le logiciel Forge. Comparaison de l'évolution de la température au cours des procédés d'étirage et de laminage à froid (5 et 10 % de déformation).

Conclusions et perspectives

Les aciers inoxydables "*lean*" duplex présentent des caractéristiques intéressantes vis à vis de la résistance à la corrosion, des propriétés mécaniques ou encore du coût. Pour ces raisons ils sont de plus en plus utilisés dans le domaine du bâtiment comme rond à béton, application qui requiert notamment une résistance mécanique élevée (Rm > 950 MPa) et une ductilité importante (A% > 15). Ce travail de thèse est consacré à l'étude du comportement mécanique de ces alliages. L'objectif était d'utiliser la transformation de l'austénite en martensite au cours de la déformation plastique pour accroître le compromis résistance / allongement. Pour cela il a été nécessaire d'accroître la compréhension des mécanismes de transformation et de déformation plastique associés à chaque phase : la ferrite (CC), l'austénite (CFC) et la martensite (CC). Plusieurs techniques expérimentales permettant de caractériser l'influence de la transformation martensitique sur la microstructure et le comportement mécanique ont été utilisées. Des essais de traction in situ ont permis d'étudier l'évolution de la transformation de phase par diffraction des rayons X à haute énergie ainsi que la distribution des déformations par corrélation d'images. Ces mesures ont été couplées à des analyses de microscopie électronique (MEB et MET).

La composition chimique et la pré-déformation sont deux paramètres influençant de manière importante l'évolution du taux de martensite formé au cours d'un essai de traction. L'effet de la composition chimique est évalué à travers le paramètre Md_{30}. Lorsque celui ci augmente, la transformation intervient pour un taux de déformation plus faible et la cinétique de transformation est plus élevée en fonction de la déformation. La pré-déformation change quant à elle uniquement le début de la transformation de phase, en le décalant à un taux de déformation plus faible. Le comportement mécanique et notamment le compromis

résistance / allongement varie en fonction de la cinétique de cette transformation. La consolidation de l'alliage augmente avec son instabilité, lui octroyant une bonne résistance mécanique mais un allongement plus faible.

La transformation de phase influence notablement la répartition des déformations à la fois à l'échelle macroscopique de l'éprouvette et l'échelle microscopique des phases. La transformation martensitique induite, tend à homogénéiser la déformation à l'échelle de l'éprouvette. Les courbes de traction des nuances instables présentent une allure typique avec trois stades délimités par un changement du sens de variation du taux d'écrouissage. Durant le premier stade, le taux de consolidation diminue pouvant aller jusqu'à l'apparition d'une localisation de la déformation. Dans un second stade, le taux de consolidation augmente suite à l'activation de la transformation martensitique. Le durcissement provoqué par cette transformation entraîne un arrêt de la localisation de la déformation et à une réhomogénéisation de cette dernière le long de l'éprouvette. Lorsque la cinétique de transformation martensitique devient saturante, le taux d'écrouissage diminue à nouveau (stade 3) jusqu'à la striction finale. L'étude réalisée à l'échelle des phases montre que la transformation martensitique influe également sur la distribution des déformations à cette échelle. En premier lieu, il faut noter que quel que soit le degré de la stabilité de l'alliage, la déformation est clairement hétérogène avec des bandes de forte déformation plus ou moins larges se propageant sur les deux phases. En revanche, la moyenne des déformations dans chacune des phases varie suivant la stabilité de l'alliage. Alors que pour un alliage stable la répartition des déformations est homogène entre les deux phases, pour un alliage instable la phase ferritique se répartit les fortes déformations et le mélange [austénite / martensite] les faibles. Ceci est expliqué par le durcissement du mélange [austénite /martensite] engendré par la transformation de phase. Cette étude pourrait être complétée par une analyse couplant la corrélation d'images et l'analyse EBSD. Ces deux techniques seraient un bon moyen de déterminer d'une part si les bandes préférentielles de déformation observées à travers les cartographies sont plus sujettes à la transformation de phase. D'autre part à un grossissement plus petit, il serait envisageable de quantifier la déformation engendrée par la transformation de phase.

La transformation de l'austénite (γ) en martensite (α') pour les alliages étudiés passe en partie par la phase intermédiaire ϵ. La germination de la martensite ϵ s'effectue exclusivement aux interfaces (austénite / ferrite ou austénite /austénite) alors que la martensite α' peut germer à partir de ces interfaces et également aux intersections des bandes de martensite ϵ. Ce processus de déformation est essentiellement dû à la faible énergie de faute d'empilement des alliages qui ont été étudiés. Les cartographies effectuées au MET en technique ACOM montrent que la martensite α' possède peu de variants. Lorsque la déformation augmente, la croissance de la martensite α' semble être influencée par la direction de traction.

Le multiphasage de la nuance duplex joue un rôle important sur son comportement mécanique. En effet, à composition identique la transformation de phase débute plus tôt et est plus rapide pour la nuance austénitique monophasée, par rapport à l'austénite dans une structure biphasée. Deux phénomènes peuvent être évoqués pour expliquer cette différence. D'une part la taille de grains plus importante dans l'alliage austénitique aura tendance à favoriser la transformation de phase. Cependant ce phénomène à lui seul ne peut pas expliquer une différence si importante. L'effet du biphasage est alors cité comme hypothèse pour expliquer en partie l'écart entre les deux cinétiques de transformation. Une étude approfondie concernant à la fois la nuance duplex et austénitique pourrait être effectuée afin de mieux comprendre ce phénomène. Il serait notamment intéressant de caractériser la répartition des déformations par corrélation d'images à l'échelle microscopique dans la nuance austénitique.

La modélisation du comportement mécanique en traction monotone de la nuance duplex a notamment permis de simuler la répartition des déformations dans chacune des phases. Le modèle montre d'une part que lorsque la nuance est stable la répartition des déformations dans les phases austénitiques et ferritiques est identique. Ces résultats sont en adéquation avec les données expérimentales déterminées par corrélation d'images. D'autre part lorsque la nuance présente une transformation de phase, la phase ferrique apparaît comme nettement plus déformée que le mélange [austénite / martensite]. Ce

résultat présente des tendances identiques aux résultats expérimentaux mais la différence de déformation mesurée est beaucoup moins importante que celle prévue par le modèle. L'ajout d'une troisième phase a donc un impact sur la répartition des déformations pouvant alors engendrer une modification de la cinétique de transformation. Pour affiner ces résultats il serait par exemple possible de prendre en compte dans le modèle l'effet dynamique de Hall Petch engendré par la transformation de phase.

Ces résultats ont finalement conduit à la proposition d'une nouvelle coulée laboratoire possédant une composition chimique optimisée. Le comportement mécanique de cet alliage n'a cependant pas répondu complètement aux attentes. La cinétique de transformation martensitique parait trop rapide, comportement similaire à l'alliage D, malgré un Md_{30} calculé pourtant inférieur. Cet écart entre le niveau de stabilité de l'austénite et l'indicateur Md_{30} calculé peut s'expliquer par une description imparfaite du paramètre empirique Md_{30}. Des paramètres essentiels comme la taille de grains et le biphasage ne sont actuellement pas pris en compte dans la loi classiquement utilisée. De plus les formules de Md_{30} sont optimisées sur des nuances austénitiques dont les teneurs en N et en Cr sont nettement plus basses que celles des duplex. Une étude pourrait être menée pour proposer une nouvelle formule empirique de Md_{30} adaptée au cas des nuances duplex : analyse chimique et taille de grains. Pour cela on pourrait envisager de déterminer expérimentalement Md_{30} à l'aide d'essais de traction isothermes interrompus à 30 % d'allongement effectués à différentes températures. Compte tenu du caractère plus instable des nuances proposées par rapport à la nuance industrielle actuelle, il pourrait être intéressant d'augmenter la température à laquelle l'alliage est pré-déformé, ceci dans le but de conserver un maximum d'effet TRIP au moment de l'essai de traction. La comparaison des deux trajets de pré-déformation (à froid et à tiède) sur l'alliage D instable montre un gain significatif en allongement après traction dans le cas où l'écrouissage est réalisé à tiède. Une étude plus détaillée permettant d'affiner les paramètres d'essais serait nécessaire pour optimiser complètement le comportement mécanique de l'alliage.

Annexe A

Essai de traction in situ et EBSD

Au cours de l'essai de traction couplé aux analyses EBSD, les cartographies d'orientation présentent l'orientation de chaque grain. On rappelle qu'au cours de l'essai de traction quatre interruptions à 4, 8, 11 et 16 % ont été effectuées afin de permettre l'acquisition des données. Les figures A.1 et A.2 montrent l'orientation des grains pour la phase (CFC) et (CC) respectivement.

L'interprétation de ces résultats n'est pas évidente, il est difficile de déterminer un variant préférentiel à la transformation martensitique.

Les cartographies présentées sur la figure A.3 s'intéressent aux désorientations locales ("*Kernel Average Misorientation*") dans chacune des phases pour des déformations comprises entre 4 et 11 %. On remarque une augmentation continue de la désorientation au cours de la déformation dans les deux phases. En revanche, la désorientation est nettement plus importante dans les phases de structure cubique centré. Cette observation est en accord avec les mesures réalisées grâce à la corrélation d'images qui montrent que la phase ferritique se déforme plus que le mélange [austénite/ferrite].

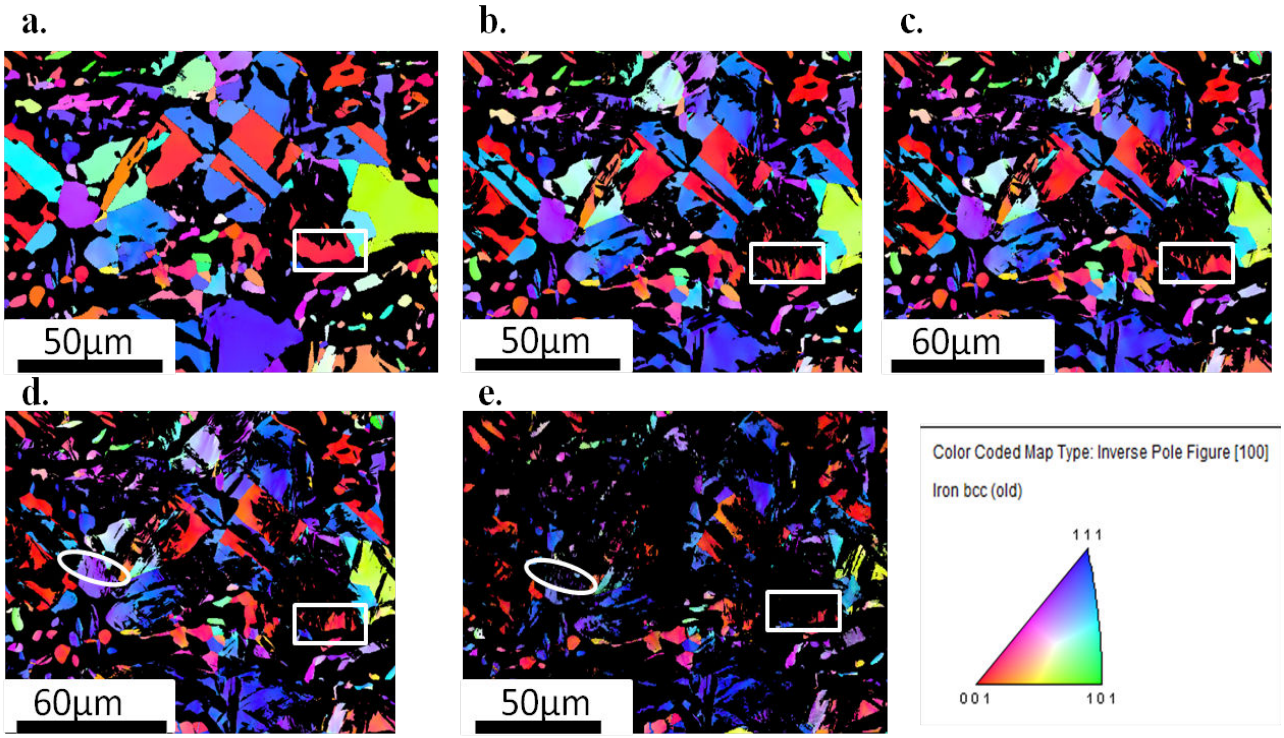


FIGURE A.1 – Cartographies EBSD d'orientations de la phase CFC pour **a.** état initial sans déformation **b.** 4 %, **c.** 8 %, **d.** 11 % et **e.** 16 % de déformation.

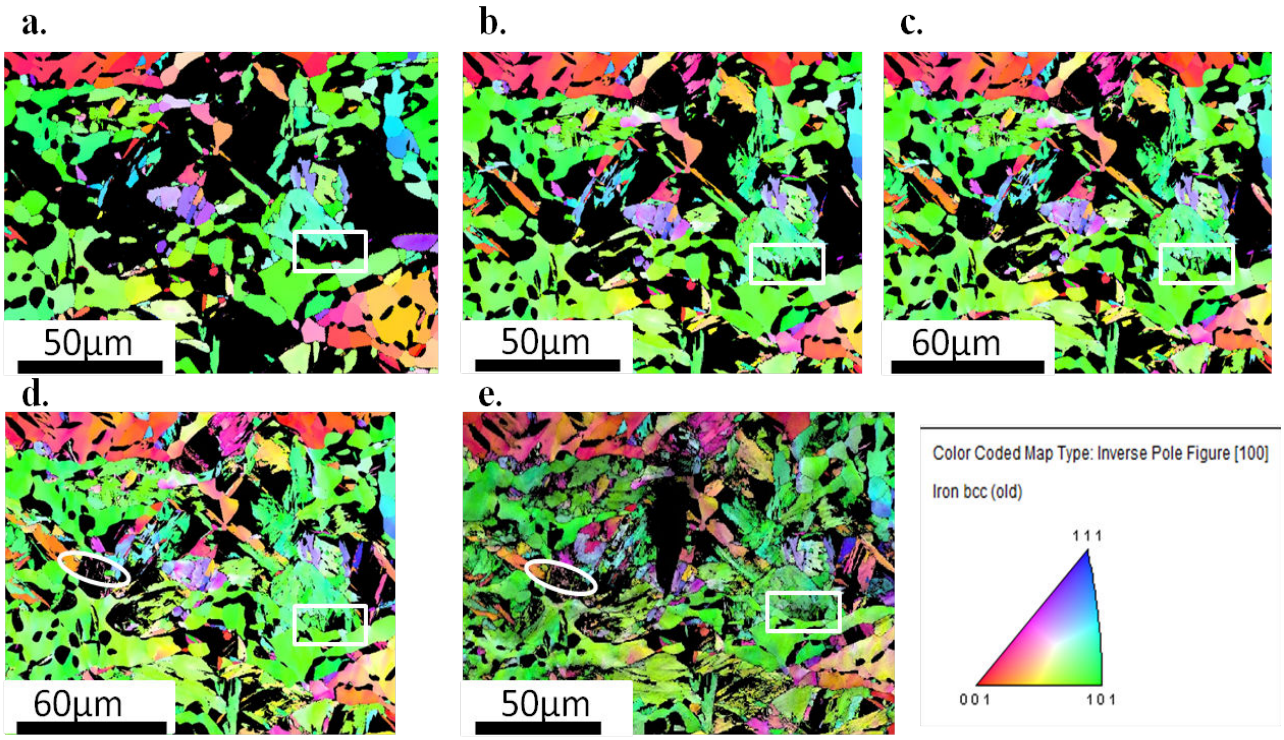


FIGURE A.2 – Cartographies EBSD d'orientations de la phase CC pour **a.** état initial sans déformation **b.** 4 %, **c.** 8 %, **d.** 11 % et **e.** 16 % de déformation.

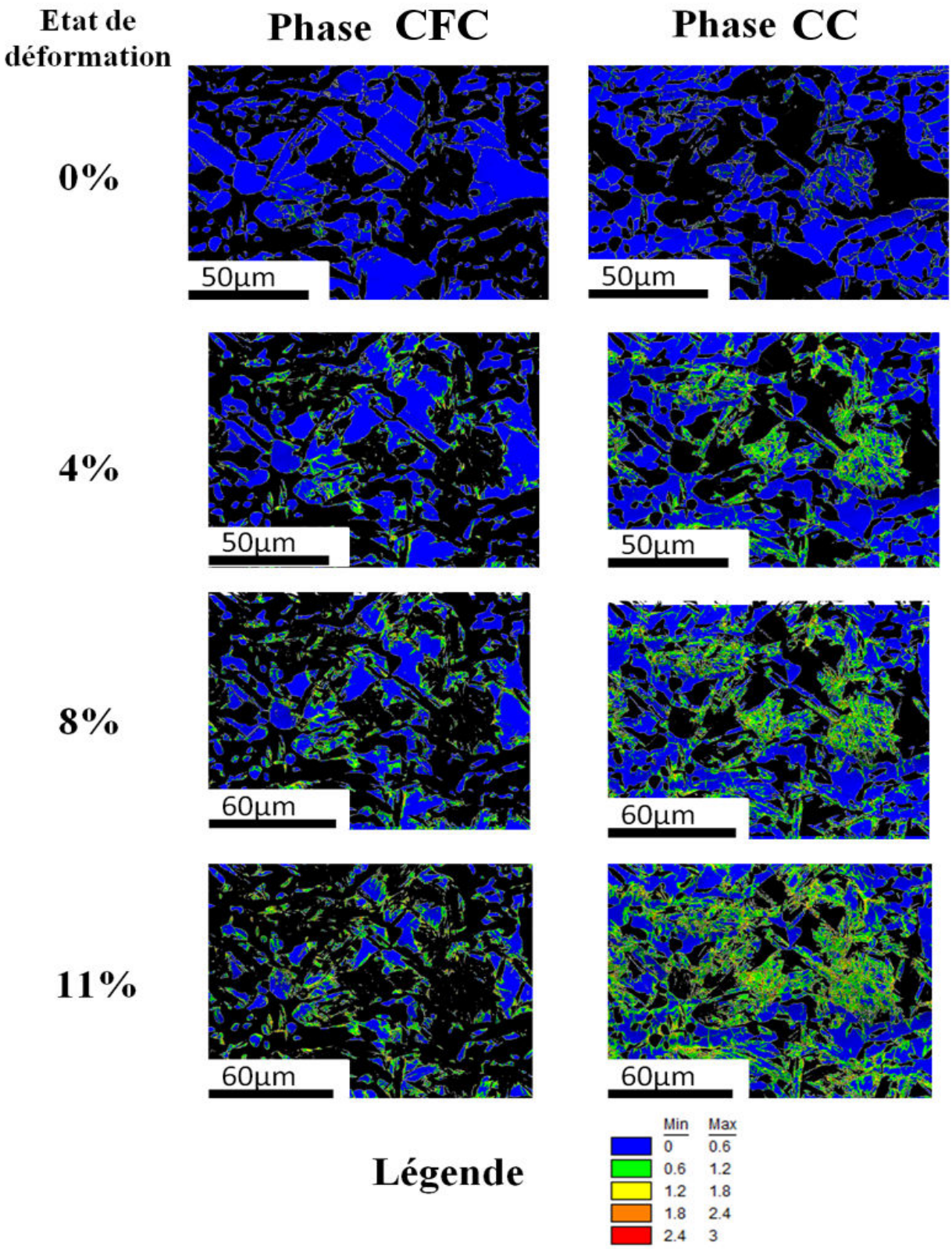


FIGURE A.3 – Cartographies EBSD de désorientations des phases de structure CFC et CC pour différents états de déformation : 0 %, 4 %, 8 %, et 11 %.

Bibliographie

[AJB13] Masoud Asgari, Roy Johnsen, and Afrooz Barnoush. Nanomechanical characterization of the hydrogen effect on pulsed plasma nitrided super duplex stainless steel. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(35) :15520 – 15531, 2013.

[Ang54] T. Angel. Formation of mertensite in austenitic stainless steels. *Journal of the Iron Steel Institute*, 177 :165–174, 1954.

[AOR12] Alfred Akisanya, Udoka Obi, and Neill C. Rentona. Effect of ageing on phase evolution and mechanical properties of a high tungsten super-duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 535(0) :281 – 289, 2012.

[BD24] E. Bain and N. Dunkirk. The nature of martensite. *Trans. AIME*, page 70 :25, 1924.

[Bor96] M. Bornert. *Morphologie microstructurale et comportement mecanique ; caracterisations experimentales, approche par bornes et estimations autocohérentes generalisées.* PhD thesis, Ecole Ploytechnique, 1996.

[BPK+06] S-C. Baik, S-H. Park, O. Kwon, D-I. Kim, and O-H Kyu Hwan. Effects of nitrogen on the mechanical properties of cold rolled trip-aided steel sheets. *ISIJ International*, 46 :599–605, 2006.

[BZ78] M. Berveiller and A. Zaoui. An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26(5-6) :325 – 344, 1978.

[Car93] Juan Rodriguez Carvajal. Suite de programmes fullprof suite disponible sur internet : http ://www.ill.fr/dif/soft/fp/. *Physica B*, 192 :55, 1993.

[Cas91] P Ponte Castañeda. The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39(1) :45 – 71, 1991.

[Cas96] P Ponte Castañeda. Exact second-order estimates for the effective mechanical properties of nonlinear composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(6) :827–862, 1996.

[Cay13] Cyril Cayron. One-step model of the face-centred-cubic to body-centred-cubic martensitic transformation. *Acta Crystallographica Section A*, 69(5) :498–509, Sep 2013.

[Cay15] Cyril Cayron. Continuous atomic displacements and lattice distortion during fcc-bcc martensitic transformation. *Acta Materialia*, 96(0) :189 – 202, 2015.

[CJHP11] Jeom Yong Choi, Jung Hoon Ji, Si Woo Hwang, and Kyung-Tae Park. Strain induced martensitic transformation of fe 20cr 5mn 0.2ni duplex stainless steel during cold rolling : Effects of nitrogen addition. *Materials Science and Engineering : A*, 528(18) :6012 – 6019, 2011.

[CJHP12a] Jeom Yong Choi, Jung Hoon Ji, Si Woo Hwang, and Kyung-Tae Park. Effects of nitrogen content on {TRIP} of fe 20cr 5mn xn duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 534(0) :673 – 680, 2012.

[CJHP12b] Jeom Yong Choi, Jung Hoon Ji, Si Woo Hwang, and Kyung-Tae Park. {TRIP} aided deformation of a near - ni-free, mn-n bearing duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 535(0) :32 – 39, 2012.

[CT12] V. Carl and Thompson. Solid-state dewetting of thin films. *Annu. Rev. Mater. Res.*, 42 :399–434, 2012.

[CUN10] Pierre-Jean CUNAT. Aciers inoxydables critères de choix et structure. *Techniques de l'ingénieur Aciers inoxydables, aciers réfractaires et aciers résistant au fluage*, base documentaire : TIB346DUO.(ref. article : m4540), 2010. fre.

[CYJW12] L. Chen, F.P. Yuan, P. Jiang, and X.L. Wu. Mechanical properties and nanostructures in a duplex stainless steel subjected to equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering : A*, 551(0) :154 – 159, 2012.

[DJP06] M. Délince, P.J. Jacques, and T. Pardoen. Separation of size-dependent strengthening contributions in fine-grained dual phase steels by nanoindentation. *Acta Materialia*, 54(12) :3395 – 3404, 2006.

[dLCG15] J.C. de Lacerda, L.C. Cândido, and L.B. Godefroid. Effect of volume fraction of phases and precipitates on the mechanical behavior of {UNS} {S31803} duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 74(0) :81 – 87, 2015.

[Dou00] P. Doumalin. *Microextensometrie locale par corrélation d'images numériques.* PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2000.

[EAP+08] P. Evrard, V. Aubin, Ph. Pilvin, S. Degallaix, and D. Kondo. Implementation and validation of a polycrystalline model for a bi-phased steel under non-proportional loading paths. *Mechanics Research Communications*, 35(5) :336 – 343, 2008.

[EMFW99] R. Estevez, E. Maire, P. Franciosi, and D.S. Wilkinson. Effect of particle clustering on the strengthening versus damage rivalry in particulate reinforced elastic plastic materials : A 3-d analysis from a self-consistent modelling. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 18(5) :785 – 804, 1999.

[Esh57] J.D. Eshelby. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 241(1226) :376–396, 1957.

[Est95] Rafaël Estevez. *Etude théorique et expérimentale de l'influence de la nuature biphasée des superalliages manocristallins base Nickel sur leur comportement élastoplastique, de la température ambiante à 650 ˚C.* PhD thesis, Université Paris XIII, 1995.

[Evr08] Pierre Evrard. *Modélisation polycristalline du comportement élastoplastique d'un acier inoxydable austéno-ferritique.* PhD thesis, Ecole centrale de Lille, 2008.

[EZHM+14] M. Eskandari, A. Zarei-Hanzaki, M. Yadegari M., N. Soltani, and A. Asghari. In situ identification of elastic-plastic strain distribution in a microalloyed transformation induced plasticity steel using digital image correlation. *Optics and Lasers in Engineering*, 54 :79–87, 2014.

[Gil95] Pierre Gilormini. Insuffisance de l'extension classique du modèle autocohérent au comportement non linéaire. *Mécanique des solides / Mechanics of solids*, 320 :115–122, 1995.

[HHR98] A. Hansel, P. Hora., and J. Reissner. Model for the kinetics of strain-induced martensitic phase transformation at non isothermal conditions for the simulation of sheet metal forming processes with metastable austenitic steels. *In Simulation of Materials Processing : Theory, Methods and Applications*, Huetink and Baaijens (eds), 1998.

[Hil65] R. Hill. Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of Mechanics Physics of Solids*, 13 :89–101, April 1965.

[HKMT13] A.S. Hamada, L.P. Karjalainen, R.D.K. Misra, and J. Talonen. Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two cr-mn grade austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 559(0) :336 – 344, 2013.

[hMjZsG+11] Zheng huan MA, Xiang juan ZHAO, Chang sheng GE, Tie suo DING, Jun LI, and Xue shan XIAO. A new resource-saving, high chromium and manganese super duplex stainless steels 29cr-12mn-2ni-1mo-xn. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 18(9) :41 – 46, 2011.

[HOKK09] Heung Nam Han, Chang-Seok Oh, Gyosung Kim, and Ohjoon Kwon. Design method for ztrip-aided multiphase steel based on a microstructure-based modelling for transformation-induced plasticity and mechanically induced martensitic transformation. *Materials Science and Engineering : A*, 499(1-2) :462 – 468, 2009. Fifth International Conference on Physical and Numerical Simulations of Material Processing (ICPNS 2007) held at Zhengzhou, China, October 23-27, 2007.

[HPR11] C. Herrera, D. Ponge, and D. Raabe. Design of a novel mn-based 1 gpa duplex stainless trip steel with 60ductility by a reduction of austenitic stability. *Acta Materiala*, 59 :4653–4664, 2011.

[IRV+09] H. Idrissi, L. Ryelandt, M. Veron, D. Schryvers, and P.J. Jacques. Is there a relationship between the stacking fault character and the activated mode of plasticity of fe-mn-based austenitic steels ? *Scripta Materialia*, 60(11) :941 – 944, 2009.

[ITT98] Takeshi Iwamoto, Toshio Tsuta, and Yoshihiro Tomita. Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in trip steels and modelling of transformation kinetics. *International Journal of Mechanical Sciences*, 40(2-3) :173 – 182, 1998.

[JGZJL12] Da-Wei Jiang, Chang-Sheng Ge, Xiang-Juan Zhao, and Jun Jun Li. 22cr high-mn-n low-ni economical duplex stainless steels. *journal of ira and steel research, international*, 19 :50–56, 2012.

[JLK+13] Soo-Hyun Joo, Jae Kon Lee, Jin-Mo Koo, Sunghak Lee, Dong-Woo Suh, and Hyoung Seop Kim. Method for measuring nanoscale local strain in a dual phase steel using digital image correlation with nanodot patterns. *Scripta Materialia*, 68(5) :245 – 248, 2013.

[KBH+15] A. Kermanpur, P. Behjati, J. Han, A. Najafizadeh, and Y.-K. Lee. A microstructural investigation on deformation mechanisms of fe-18cr-12mn-0.05c metastable austenitic steels containing different amounts of nitrogen. *Materials & Design*, 82 :273 – 280, 2015.

[KKK+13] Sun Mi Kim, Ji Soo Kim, Kwang Tae Kim, Kyung-Tae Park, and Chong Soo Lee. Effect of ce addition on secondary phase transformation and mechanical properties of 27cr-7ni hyper duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 573(0) :27 – 36, 2013.

[KMTK13] A. Kisko, R.D.K. Misra, J. Talonen, and L.P. Karjalainen. The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15cr-9mn-ni-cu stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 578(0) :408 – 416, 2013.

[KS30] G. Kurdjumov and G. Sachs. Uber den mechanismus der stahlhartung. *Z. Phys.*, 64 :S325–S343, 1930.

[LK00] A.A. Lebedev and V.V. Kosarchuk. Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels. *International Journal of Plasticity*, 16 :749 – 767, 2000.

[LP72] F. Lecroisey and A Pineau. Martensitic transformations induced by plastic deformation in the fe-ni-cr-c system. *Met. Trans.*, 3 :387–396, 1972.

[LP90] Beranger G. Lacombe P., Baroux B. *Les aciers inoxydables.* Les éditions de physique, 1990.

[LR71] R. Latanision and A. Ruff. The temperature dependance of stacking fault energy in fe-cr-ni alloys. *Met. Trans.*, 2 :505–509, 1971.

[LSO+10] Tae-Ho Lee, Eunjoo Shin, Chang-Seok Oh, Heon-Young Ha, and Sung-Joon Kim. Correlation between stacking fault energy and deformation microstructure in high-interstitial-alloyed austenitic steels. *Acta Materialia*, 58(8) :3173 – 3186, 2010.

[LT93] R.A. Lebensohn and C.N. Tomé. A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals : Application to zirconium alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(9) :2611 – 2624, 1993.

[LWL+14] N. Li, Y.D. Wang, W.J. Liu, Z.N. An, J.P. Liu, R. Su, J. Li, and P.K. Liaw. In situ x-ray microdiffraction study of deformation-induced phase transformation in 304 austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 64(0) :12 – 23, 2014.

[MACM+14] P. Maj, B. Adamczyk-Cieslak, J. Mizera, W. Pachla, and K.J. Kurzydlowski. Microstructure and mechanical properties of duplex stainless steel subjected to hydrostatic extrusion. *Materials Characterization*, 93(0) :110 – 118, 2014.

[Mar11] David Maréchal. *Linkage between mechanical properties and phase transformations in a 301LN austenitic stainless steel.* PhD thesis, THE UNIVERSITY OF BRITISH COLUMBIA, 2011.

[MBSZ00] R. Masson, M. Bornert, P. Suquet, and A. Zaoui. An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(6-7) :1203 – 1227, 2000.

[MCA87] A. Molinari, G.R. Canova, and S. Ahzi. A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta Metallurgica*, 35(12) :2983 – 2994, 1987.

[MSH82] L.E. Murr, K.P. Staudhammer, and S.S. Hecker. Effects of strain state and strain rate on deformation induced transformation in 304 stainless steel : part 2. microstructural study. *Metallurgical Transactions A*, 13A :627–635, 1982.

[MT70] PatL. Mangonon and Gareth Thomas. The martensite phases in 304 stainless steel. *Metallurgical Transactions*, 1(6) :1577–1586, 1970.

[MZ99] R. Masson and A. Zaoui. Self-consistent estimates for the rate-dependent elastoplastic behaviour of polycrystalline materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(7) :1543 – 1568, 1999.

[NFE05] NFEN10088-1. Norme aciers inoxydables partie 1liste des aciers inoxydables. 2005.

[Nil96] J-O. Nilsson. The physical metallurgy of duplex stainless steels. In *Duplex stainless steels*, 1996.

[Nis34] Z Nishiyama. X-ray investigation on the mechanism of the transformation from face-centred-cubic lattice to body-centred-cubic lattice. *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ.*, 23 :637–664, 1934.

[Nis78] Z. Nishiyama. Martensitic transformation. *Academic Press, New York*, 1978.

[NOO77] K. Nohara, Y. One, and N. Ohashi. Composition and grain size dependencies of strain-induced mertensitic transformation in metastable austenitic stainless steels. *Journal of Iron and Steel Institute of Japan*, 63 :212–222, 1977.

[OC72] GB. Olson and M. Cohen. A mechanism for the strain-induced nucleation of mertensitic transformations. *Journal of the Less-Common Metals*, 28 :107–117, 1972.

[Ols75] M. Olson, G.and Cohen. Kinetics of strain-induced martensitic nucleation. *Materials science and engineering*, 6 :791–795, 1975.

[PG12] E.S. Perdahcioğlu and H.J.M. Geijselaers. A macroscopic model to simulate the mechanically induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, 60(11) :4409 – 4419, 2012.

[Pic88] FB. Pickering. High nitrogen steels. in : Foct j, hendry a, editors. proceedings of the international conference organised by the institute of metals and the societe française de metallurgie and held. pages 10–30, 1988.

[PR02] A. F. Padilha and P. R. Rios. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 42(4) :325–327, 2002.

[RD05] E.F. Rauch and A. Duft. Orientation maps derived from tem diffraction patterns collected with an external ccd camera. *Materials Science Forum*, 495-497 :197–202, 2005.

[RP77] L. Remy and A. Pineau. Twinning and strain-induced f.c.c. h.c.p. transformation in the iron-manganese-chromium-carbon system. *Materials Science and engineering*, 28 :99–107, 1977.

[RPT78] L. Remy, A. Pineau, and B. Thomas. Temperature dependance of stacking fault energy in closed-packed metals and alloys. *Materials science and Engenering*, 36 :43–67, 1978.

[RRC00] T. Roisnel and J. Rodriguez-Carvajal. Winplotr : a windows tool for powder diffraction patterns analysis. In Barcelona (Spain) : Trans Tech Publications Inc., editor, *Materials Science Forum : Proceedings of the 7th European Powder Diffraction Conference (EPDIC 7)*, volume 378-381, pages 118–123, 2000.

[RV14] E.F. Rauch and M. Véron. Automated crystal orientation and phase mapping in {TEM}. *Materials Characterization*, 98(0) :1 – 9, 2014.

[RXL+14] Qingxuan Ran, Yulai Xu, Jun Li, Jianquan Wan, Xueshan Xiao, Haifeng Yu, and Laizhu Jiang. Effect of heat treatment on transformation-induced plasticity of economical cr19 duplex stainless steel. *Materials & Design*, 56(0) :959 – 965, 2014.

[SCK+14] Seok Su Sohn, Kayoung Choi, Jai-Hyun Kwak, Nack J. Kim, and Sunghak Lee. Novel ferrite-austenite duplex lightweight steel with 77% ductility by transformation induced plasticity and twinning induced plasticity mechanisms. *Acta Materialia*, 78(0) :181 – 189, 2014.

[SEC+04] K. Spencer, J.D. Embury, K.T. Conlon, M. Véron, and Y. Bréchet. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 387-389(0) :873 – 881, 2004. 13th International Conference on the Strength of Materials.

[Seg74] V.M. Segal. *Methods of Stress-Strain Analysis in Metalforming.* PhD thesis, Minsk (in Russian), 1974.

[Seg99] V.M. Segal. Equal channel angular extrusion : from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering A*, 271(1-2) :322–333, 1999.

[SJA85] B. Sundman, B. Jansson, and J-O. Andersson. The thermo-calc databank system. *Calphad*, 9 :153–190, 1985.

[SMP15] M. Shirdel, H. Mirzadeh, and M.H. Parsa. Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite : Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and {TRIP} effect. *Materials Characterization*, 103(0) :150 – 161, 2015.

[SPO92] R.G. Stringfellow, D.M. Parks, and G.B. Olson. A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformations in metastable austenitic steels. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(7) :1703 – 1716, 1992.

[SR75] R. E. Schramm and R. P. Reed. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 6 :1345–1351, 1975.

[TC93] T. Tsuta and J. Cortes. Flow stress and phase transformation analyses in austenitic stainless steel under cold working. *JSME International Journal. Series A*, 36 :63–72, 1993.

[TFR97] L. Tabourot, M. Fivel, and E. Rauch. Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals. *Materials Science and Engineering : A*, 234-236 :639 – 642, 1997.

[THNP05] Juho Talonen, Hannu HÃďnninen, Pertti Nenonen, and Gersom Pape. Effect of strain rate on the strain-induced martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(2) :421–432, 2005.

[VCR09] K. Verbeken, N. Van Caenegem, and D. Raabe. Identification of ϵ martensite in a fe-based shape memory alloy by means of {EBSD}. *Micron*, 40(1) :151 – 156, 2009. E-MRS Fall Meeting 2007 ; Symposium J : Microscopy and spectroscopy techniques in advanced materials charaterization.

[VDMMT99] P Vacher, S Dumoulin, F Morestin, and Mguil-Touchal. Bidimensional strain measurement using digital images. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C : Journal of Mechanical Engineering*, Volume 213 :811–817, 1999.

[VKMS94] S.K. Varma, J. Kalyanam, L.E. Murk, and V. Srinivas. Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing. *Journal of Materials Science Letters*, 13(2) :107–111, 1994.

[VN77] E.Z. Vintaikin and G.I. Nosova. On the 95 th birthday of g.v. kurjumov. *Metal science and Heat Treatment*, 39, N 1-2 :70–76, 1977.

[WHB14] Anja Weidner, Ude D. Hangen, and Horst Biermann. Nanoindentation measurements on deformation-induced α' martensite in a metastable austenitic high-alloy crmnni steel. *Philosophical Magazine Letters*, 94(8) :522–530, 2014.

[WRL+14] Jianquan Wan, Qingxuan Ran, Jun Li, Yulai Xu, Xueshan Xiao, Haifeng Yu, and Laizhu Jiang. A new resource-saving, low chromium and low nickel duplex stainless steel 15cr-xal-2ni-ymn. *Materials & Design*, 53(0) :43 – 50, 2014.

[YOE+15] Hung-Wei Yen, Steve Woei Ooi, Mehdi Eizadjou, Andrew Breen, Ching-Yuan Huang, H.K.D.H. Bhadeshia, and Simon P. Ringer. Role of stress-

assisted martensite in the design of strong ultrafine-grained duplex steels. *Acta Materialia*, 82(0) :100 – 114, 2015.

[ZH13] Wei Zhang and Jincheng Hu. Effect of annealing temperature on transformation induced plasticity effect of a lean duplex stainless steel. *Materials Characterization*, 79(0) :37 – 42, 2013.

[ZOB04] S. Zaefferer, J. Ohlert, and W. Bleck. A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed steel. *Acta Materialia*, 52(9) :2765 – 2778, 2004.

[ZRX+14] Zi-Xing ZHANG, Qing-Xuan RAN, Yu-Lai XU, Xiao-Jiang YU, Da-Wei JIANG, and Xue-Shan XIAO. A new series of mo-free 21. 5cr-3. 5ni-x w-0. 2n economical duplex stainless steels. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 21(1) :69 – 75, 2014.

Influence de la transformation martensitique induite par la déformation sur le comportement mécanique d'aciers inoxydables duplex

Résumé

Les aciers inoxydables duplex présentent une combinaison intéressante entre des propriétés mécaniques élevées, une faible conductivité thermique et un coût relativement faible. Ils sont couramment employés dans le domaine du bâtiment comme rond à béton, application qui requière notamment une résistance élevée (Rm > 950 MPa) et une ductilité importante (A% > 15 %). Cette thèse a pour objectif d'améliorer le compromis résistance / allongement, en développant de nouvelles nuances duplex présentant une transformation martensitique induite par la plasticité (effet TRIP) aux caractéristiques contrôlées. L'optimisation de ce compromis a nécessité en particulier une compréhension détaillée des mécanismes de transformation et de déformation plastique associés à chaque phase : la ferrite (BCC), l'austénite (FCC) et la martensite (BCC). L'influence de la transformation martensitique sur le comportement mécanique est étudiée pour quatre alliages duplex de stabilité variable de la phase austénitique en fonction de leur composition chimique. L'influence d'une microstructure multiphasée sur la cinétique de transformation est déterminée grâce à l'élaboration de trois nuances modèles représentant respectivement une nuance duplex et les deux compositions représentatives de ses constituants austénite et ferrite. L'utilisation de plusieurs techniques de caractérisation à différentes échelles a permis de décrire à la fois les mécanismes de transformation de phase et leur cinétique en fonction de la déformation, donnant ainsi accès à leur influence sur le comportement mécanique. L'étude des champs cinématiques a mis en évidence l'impact de la phase martensitique sur la répartition des déformations dans la microstructure multiphasée. Finalement l'utilisation d'un modèle mécanique prenant en compte explicitement la transformation martensitique a permis de reproduire le comportement mécanique d'un alliage duplex.

Mots clés : aciers inoxydables duplex, transformation induite par la plasticité, comportement mécanique, corrélation d'images, diffraction à haute énergie des rayons X, martensite.

Influence of strain induced martensitic transformation on the mechanical behavior of duplex stainless steels

Summary

Duplex stainless steels offer an attractive combination of high mechanical properties, low thermal conductivity and a relatively low cost. They are increasingly used as structural materials such as in the construction sector as concrete reinforcement bars, where both high strength (Rm > 900 MPa) and high elongation to failure (A% > 15 %) are required. This thesis aims at improving the strength / elongation compromise by developing new duplex stainless steel compositions experiencing a well-controlled martensitic transformation induced by plasticity (TRIP effect). The optimisation of this compromise has required a good understanding of the transformation mechanisms and of plastic deformation associated with each phase : ferrite (BCC), austenite (FCC) and martensite (BCC). The influence of martensitic transformation on mechanical behavior has been studied in four duplex grades of variable austenite stability as a function of their chemical composition. The influence of multiphase microstructure on martensitic transformation kinetics has been determined by making three alloys respectively representative of a duplex grade and its two constituents (austenite and ferrite). Using multiple characterization techniques at different scales has allowed determining both the transformation mechanisms and its kinetics as a function of strain, giving thus access to the influence of transformation on the mechanical behavior. The study of kinematic fields has highlighted the impact of the martensitic phase on the distribution of deformations. Finally, the use of a mechanical model taking explicitly into account the phase transformation has allowed the duplication of the mechanical behavior of a duplex stainless steel.

Keys words : duplex stainless steels, transformation induced by plasticity, TRIP effect, mechanical behavior, digital image correlation, X-ray diffraction, martensite.