



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

Institut National Polytechnique de Lorraine
Ecole Doctorale n° 409 : Energie Mécanique Matériaux

THESE

Présentée par :

Alexis DUMAY

pour obtenir le grade de

DOCTEUR en Sciences et Ingénierie des Matériaux

**Amélioration des propriétés physiques et mécaniques
d'aciers TWIP FeMnXC : influence de la solution solide,
durcissement par précipitation et effet composite.**

Soutenue le 21 mars 2008

Devant le Jury composé de :

M. Gérard MICHOT	Professeur, ENSMN/LPM	Président
M. Jean-Hubert SCHMITT	Professeur, Ecole Centrale Paris	Rapporteur
M. Joël DOUIN	Chargé de recherche, CEMES/CNRS	Rapporteur
M. Pascal J. JACQUES	Professeur/Chercheur, Université Catholique de Louvain	Examineur
M. Alain JACQUES	Directeur de Recherches, LPM	Directeur de Thèse
M. Jean-Philippe CHATEAU	Maitre de conférences, ENSMN/LPM	Co-encadrant
M. Sébastien ALLAIN	Docteur-Ingénieur, ArcelorMittal	Invité

Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR CNRS 7556
Ecole des mines de Nancy, CS 14234, Parc de Saurupt, 54042 NANCY Cedex

Remerciements

Les locaux du Laboratoire de Physique des Matériaux, basé à l'Ecole des Mines de Nancy m'ont accueilli pour cette thèse, financée par une Bourse de Docteur Ingénieur ArcelorMittal/Région Lorraine/CNRS.

Je tiens à remercier Jean-Philippe Chateau ainsi qu'Alain Jacques, mes directeurs de thèse. Ils ont su m'accompagner jusqu'à l'aboutissement de ce travail durant lequel j'ai beaucoup appris. Je place Sébastien Allain, mon correspondant à ArcelorMittal Maizières Research SA, au même niveau de gratitude. En effet, ces personnes, instigatrices de l'étude, ont pu m'aiguiller vers une approche scientifique cohérente.

Je suis reconnaissant envers M. Jean-Hubert Schmitt et M. Joël Douin pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en ayant accepté d'en être rapporteurs.

Je dois dire un grand merci à tous les membres du laboratoire pour avoir plus ou moins contribué à ce travail, en particulier : Sylvie Migot pour la formation au MET ainsi que sa disponibilité, Pascal Martin pour ses conseils techniques avisés, Daniel Perrin, Christine Bellouard, Jean-Marie Hiver.

Je remercie le centre de recherche d'ArcelorMittal à Maizières-Lès-Metz pour m'avoir accueilli à plusieurs reprises afin de réaliser des expériences ainsi que des réunions scientifiques. Olivier Bouaziz, Nicolas Guelton et Colin Scott furent des participants précieux de ces réunions. Christine Colin, Daniel Bouleau, Gérard Petitgand et Blandine Rémy ont apporté leur grande expérience technique. Dans le même registre, je remercie Elisabeth Gautier (LSG2M) pour m'avoir permis d'effectuer des essais de dilatométrie et David Bonina (LSG2M) pour l'accès dans la bonne humeur à la salle de métallographie du laboratoire voisin.

Merci à Marc, Audrey, Halima et Olivier G pour l'amitié quotidienne au laboratoire, que j'ai pu entretenir avec eux durant ces deux dernières années. Merci à Jacky, Olivier F et les autres joueurs de babyfoot pour les bons moments de détente qu'on a eu ensemble. Merci à Nounou pour son oreille attentive ainsi que sa bonne humeur contagieuse.

Finalement, ce sont mes proches que je voudrais mettre en avant. Mes parents et mes frères et sœurs ont été présents pendant ces trois ans et m'ont encouragé, je les remercie grandement. Et surtout merci à Fanny pour sa patience et son soutien sans faille.

SOMMAIRE

Introduction	7
1 Propriétés mécaniques et physiques des FeMnC	13
1.1 Introduction	13
1.2 Phases et modes de déformation	14
1.3 Caractéristiques mécaniques en traction	16
1.3.1 Limite d'élasticité	17
1.3.2 Coefficient d'érouissage	19
1.3.3 Allongement homogène et résistance mécanique.....	21
1.4 Energie de faute d'empilement.....	22
1.5 Déformation à haute température (>200°C) : glissement de dislocations parfaites et dissociées	23
1.6 Déformation à température ambiante : glissement et maclage mécanique..	24
1.6.1 Cristallographie du maclage dans les structures CFC	25
1.6.2 Genèse des macles.....	25
1.6.3 Activation séquentielle des macles et taux d'érouissage	27
1.7 Déformation aux basses températures.....	30
1.7.1 Martensite ϵ	30
1.7.2 Martensite α'	32
1.8 Transition magnétique de Néel	33
1.8.1 Influence sur les modules d'élasticité.....	33
1.8.2 Modèle de prévision de la température de Néel pour l'austénite	34
1.9 Modèle thermochimique de prévision de l'EFE.....	36
1.10 Conclusion	42
1.11 Bibliographie	45
2 Influence de l'ajout de cuivre sur les propriétés physiques du FeMnC	53
2.1 Introduction.....	53
2.2 Choix des compositions.....	54
2.2.1 Compositions visées	54
2.2.2 Analyses chimiques	56
2.2.3 Caractérisation de la microstructure avant déformation	58
2.3 Influence du cuivre sur la Température de Néel	62
2.3.1 Mesure de susceptibilité magnétique	62
2.4 Mesures du module d'élasticité	64
2.5 Mesures des températures de transformation martensitique et austénitique par dilatométrie	68
2.6 Comportement mécanique en traction	71
2.6.1 Série X-0,6-2.....	72
2.6.2 Série X-0,4-2.....	79
2.7 Méthode d'estimation de l'EFE à partir de l'essai de traction : cas de la nuance 22-0,6-X.....	83

2.8	Étude de la précipitation du cuivre dans l'austénite	86
2.9	Conclusion	91
2.10	Bibliographie	94
3	Durcissement structural par précipitation intragranulaire de carbures de vanadium	97
3.1	Introduction	99
3.2	Précipitation de carbure de vanadium dans l'austénite.....	100
3.2.1	Structure du carbure de vanadium	100
3.2.2	Contrainte induite par des précipités cohérents	101
3.2.3	Taille critique de perte de cohérence	103
3.3	Composition, élaboration et microstructure de l'alliage	107
3.4	Caractérisation au MET de la relation précipités/matrice	111
3.4.1	Contrastes de déformation	111
3.4.2	Relation d'orientation précipités / matrice	116
3.4.3	Macles de recuit et précipitation	119
3.4.4	Discussion	120
3.5	Etude de l'alliage déformé	121
3.5.1	Essai de traction	121
3.5.2	Microscopie électronique à transmission.....	125
3.6	Problématique du piégeage de l'hydrogène	129
3.6.1	Principe du modèle	129
3.6.2	Comparaison des modèles numérique et analytique	131
3.6.3	Influence de la forme des précipités sur le stockage de l'hydrogène	132
3.7	Conclusion	133
3.8	Bibliographie	135
4	Comportement mécanique d'un acier composite FeMnC/TiC.....	139
4.1	Introduction	139
4.2	Elaboration et caractérisation microstructurale de l'état non déformé	140
4.2.1	Introduction à l'élaboration d'un acier biphasé : similitude avec Ni/TiC.....	140
4.2.2	Expérience préliminaire : FeMnC + TiC	143
4.2.3	Compositions choisies	145
4.2.4	Caractérisation de la microstructure à l'état brut de coulée	146
4.2.5	Caractérisation de la microstructure à l'état laminé à chaud	149
4.2.6	Observation de la microstructure intragranulaire au MET	154
4.2.7	Discussion	163
4.2.8	Particules TiC intragranulaires.....	164
4.3	Comportement mécanique en traction	166
4.3.1	Limite d'élasticité.....	168
4.3.2	Coefficient d'érouissage	169
4.3.3	Allongement à rupture	176
4.4	Conclusion	176
4.5	Bibliographie	179
	Conclusion	181
	ANNEXE : Expérience de co-diffusion	191

Introduction

Introduction

Les grands enjeux actuels de l'industrie automobile sont de satisfaire plusieurs contraintes contradictoires que sont la préservation de la qualité de l'air (diminuer l'émission de CO₂), l'augmentation de la sécurité à bord (atteindre 5 étoiles au test Euro NCAP), la mondialisation des ventes et l'amélioration de la recyclabilité des véhicules (atteindre 85% de taux de recyclage). Selon l'Agence Européenne pour l'Environnement, les automobiles représentaient en 2004 14% des émissions de CO₂ de l'Union Européenne. L'Union Européenne a ainsi émis une nouvelle directive en 2007 préconisant une réduction significative de ces émissions. Un des leviers permettant de réduire la consommation des véhicules est la réduction du poids total de ce véhicule. L'industrie automobile souhaite donc utiliser des aciers permettant de réduire l'épaisseur des pièces mais sans réduire leurs performances en termes de résistance et de formabilité. C'est pourquoi Arcelormittal, leader mondial de la sidérurgie, développe et soutient de nombreuses thématiques de recherche visant à obtenir des aciers à très haute résistance pour répondre à ces défis.

Les aciers TWIP, pour TWinning Induced Plasticity, font partie de ces actions de recherche pour le développement d'aciers à hautes performances. Cette famille de produit est en cours d'industrialisation sous le nom commercial X-IP 1000TM. Le développement de ces aciers fait l'objet d'un accord de collaboration avec TKS depuis février 2005 et les développeurs de ce produit sont Scott C., Cugy P., Roscini M., Dez A.E. et Cornette D. En parallèle, des travaux de compréhension plus fondamentaux sont entrepris en collaboration avec le LPM, depuis la thèse de S. Allain, présentée en 2004. Ces aciers atteignent une résistance supérieure à 1000 MPa pour des allongements supérieurs à 50%. Les éléments les constituants sont fer-manganèse-carbone plus des éléments micro-alliés, à haute teneur en manganèse ; ils ont la particularité d'être austénitiques à température ambiante. Ces aciers austénitiques se caractérisent par une très faible énergie de faute d'empilement (EFE). Elle contrôle les mécanismes de déformation et la nuance Fe 22%Mn 0,6%C (massique), ayant une EFE proche de 20 mJ/m², est optimale en terme de compromis allongement/résistance mécanique. Les mécanismes de la plasticité de cet acier sont particuliers. En effet, en plus du glissement des dislocations, la faible EFE implique la présence de dislocations dissociées et la formation de macles mécaniques de façon dynamique au cours de la déformation.

Les propriétés mécaniques optimales d'un matériau pour l'industrie automobile sont :

- une résistance mécanique élevée, afin de réduire l'épaisseur des pièces à tenue mécanique égale,
- un fort module d'Young, qui limite le retour élastique lors de la mise en forme et augmente la rigidité spécifique,
- de forts allongements à rupture et taux d'écrouissage, qui améliorent l'emboutissabilité et l'absorption d'énergie de pièces de renfort en cas de choc,
- une limite d'élasticité élevée après mise en forme, pour les parties destinées à l'anti-intrusion.

Ce sont non seulement les propriétés mécaniques mais aussi la densité, le recyclage et la tenue dans le temps qui doivent être pris en compte dans l'« alloy-design ». Les développeurs produit se sont portés vers l'ajout d'éléments d'alliage afin d'améliorer les propriétés de ces aciers. L'objectif du présent travail est d'étudier l'influence de l'ajout d'éléments d'alliage sur ces propriétés et d'identifier les phénomènes physiques expliquant celle-ci. Trois pistes différentes ont été étudiées (figure 0-1) : du cuivre en solution solide, du vanadium précipité sous forme de carbures intragranulaires et un composite carbure de titane à matrice FeMnC.

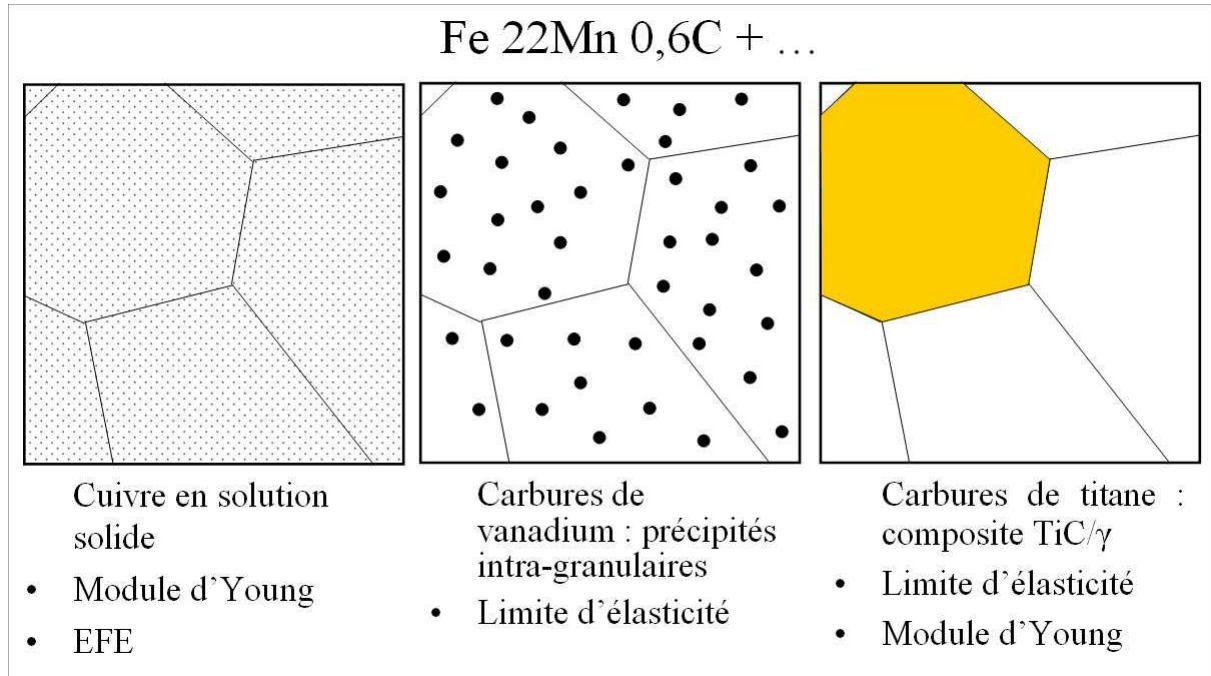


Figure 0-1 Schéma de présentation des trois matériaux quaternaires étudiés et des propriétés qu'on souhaite améliorer pour chacun des trois.

Le chapitre 1 présente l'état actuel des connaissances sur le ternaire FeMnC dont nous avons besoin pour l'étude des quaternaires au cuivre, vanadium et titane. Les propriétés

mécaniques de la nuance de référence Fe22Mn0,6C en traction sont présentées et discutées en fonction de l'EFE et des modes de déformation activés : glissement, maclage mécanique et transformation martensitique ϵ . Nous rappelons ensuite l'influence des propriétés magnétiques sur les modules élastiques. Enfin, deux modèles de prévision de la température de transition de Néel et de l'EFE en fonction de la composition sont présentés pour plusieurs éléments d'alliage.

Nous étudions le cuivre comme élément modèle pour modifier la solution solide dans le système FeMnC. Le chapitre 2 présente les nombreuses expériences réalisées dans l'objectif de mesurer l'influence de cet élément d'alliage sur les propriétés physiques : caractérisation des phases en présence avant et après déformation, mesure des propriétés mécaniques et mesure des propriétés magnétiques. Les résultats de ces mesures sont par la suite interprétés en partie à l'aide du modèle d'EFE présenté au chapitre 1. L'étude de l'éventuelle précipitation du cuivre conclut ce chapitre.

L'ajout de vanadium permet, après un traitement thermique approprié, la précipitation intragranulaire de carbures de vanadium (VC). Nous verrons dans le chapitre 3 tout d'abord la description théorique de la notion de cohérence des précipités. Nous présenterons ensuite l'élaboration puis la caractérisation de la microstructure de ces aciers contenant des précipités intragranulaires. L'impact de la précipitation sur les aciers austénitiques et sur le maclage sera étudié au regard de l'essai de traction. Enfin, nous apporterons un élément de réflexion à l'étude du piégeage de l'hydrogène autour de précipités par le calcul de champs de contrainte autour de particules par éléments finis.

Dans le chapitre 4, nous étudierons la microstructure de l'acier composite austénite/TiC au cours de l'élaboration puis de l'essai de traction. L'étude du matériau aux états brut de coulée et brut de laminage à chaud consiste en une caractérisation de la microstructure par métallographie et microscopie électronique à transmission. L'étude du matériau déformé permet de déterminer l'influence de la seconde phase sur les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques de ce composite à matrice métallique.

Cette étude a été menée au LPM en collaboration avec le laboratoire ArcelorMittal Maizières Research SA.

Chapitre 1

Propriétés mécaniques et physiques des
FeMnC

1 Propriétés mécaniques et physiques des FeMnC

1.1 Introduction

Les aciers à effet TWIP -pour TWinning Induced Plasticity- ont des performances en rupture avec le compromis classique allongement/résistance maximale en traction pour les aciers (figure 1-1). Ces aciers sont de bons candidats pour réaliser des pièces de structure embouties dans l'industrie automobile. Ces aciers sont connus depuis Sir Robert Hadfield (1859 - 1940) et ont fait l'objet de nombreuses études, en particulier pour la réalisation de pièces de forge. L'adaptation de ce principe aux produits plats est plus récente et anime la communauté scientifique depuis les travaux de L. Rémy [1-1 Rémy 75] principalement. On notera comme autres documents de référence sur le sujet les thèses de S. Allain [1-2 Allain 04] et L. Bracke [1-3 Bracke 07], ainsi que les publications de Karaman [1-4 Karaman 00-01], Vercammen [1-5 Vercammen et al. 02] et Schumann [1-6 Schumann 72]. Nous proposons ici une simple revue des concepts de base utiles dans la suite de l'étude.

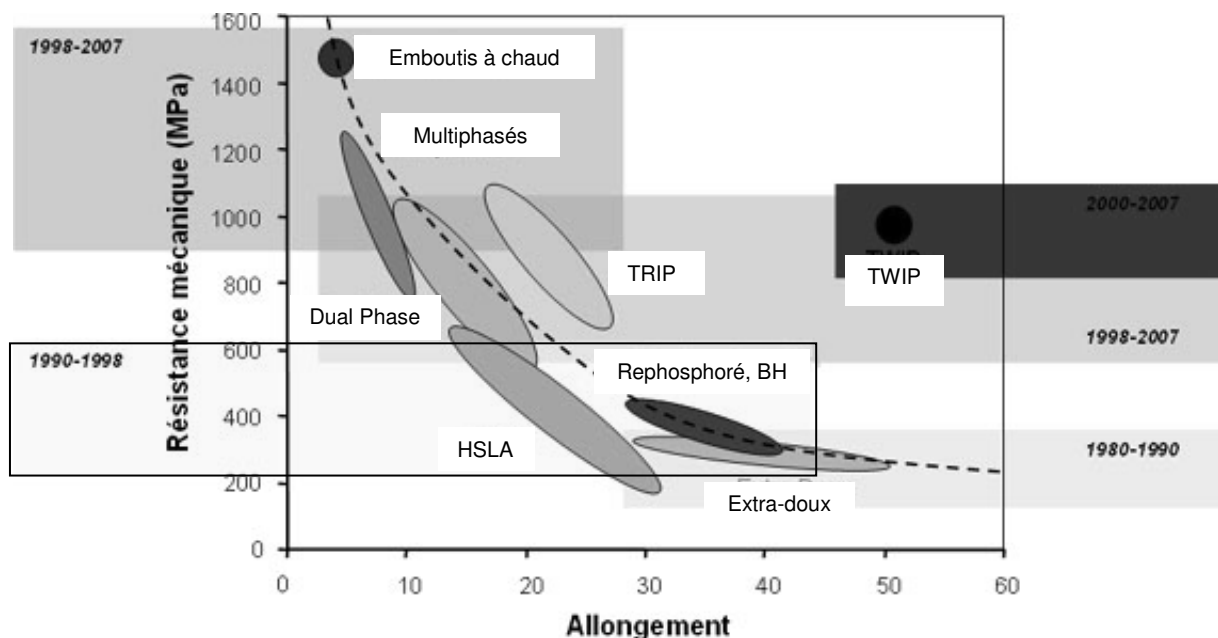


Figure 1-1 Diagramme allongement/résistance en traction pour les différentes gammes d'aciers. Les aciers TWIP ont un comportement en rupture avec le comportement classique.

La nuance à 22% Mn et 0,6%C (massique) présente, pour une taille de grain de 3 μ m, une résistance mécanique supérieure à 1000 MPa pour un allongement à rupture supérieur à

50%. Cette nuance a été longuement étudiée et s'avère être un optimum en terme de performances mécaniques à température ambiante. Elle servira de référence pour évaluer les autres compositions étudiées dans cette étude. La connaissance des paramètres et propriétés importantes sera un support à l'analyse des résultats observés pour les aciers FeMnCX.

Nous présentons dans un premier temps les différentes phases et modes de déformation observés dans ces aciers. Puis les caractéristiques mécaniques de la nuance Fe22Mn0,6C en traction seront présentées, en lien avec les paramètres microstructuraux. Pour ces aciers, le paramètre qui détermine au premier ordre les mécanismes de déformation est l'énergie de faute d'empilement (EFE) qui dépend de la température. Nous reviendrons sur la définition de l'EFE avant d'étudier les mécanismes de déformation à différentes températures. Ce sont ces mécanismes qui sont susceptibles d'être modifiés par l'ajout d'éléments d'alliage.

Les propriétés magnétiques et notamment la transition de Néel, proche de la température ambiante pour ces aciers, sont présentées et nous verrons leur influence sur l'EFE et sur les propriétés élastiques du matériau. Enfin, des modèles de prévision de la température de Néel et de l'EFE, paramétrés à partir de données disponibles dans la littérature, sont présentés. Ils permettent d'estimer l'EFE en fonction de la température pour différents éléments d'addition et sont utilisés dans la suite de cette étude.

1.2 Phases et modes de déformation

Le diagramme de Schumann (figure 1-2, [1-6 Schumann 72]) représente les phases en présence dans le système FeMnC après trempe à température ambiante en fonction de la composition. Les droites délimitant les différents domaines ont été déterminées par Schumann à partir de ses résultats expérimentaux de résultats issus de la littérature. Le manganèse en substitution et le carbone en insertion sont gammagènes, c'est à dire qu'ils stabilisent la phase austénitique γ (de structure cubique à faces centrées CFC). A plus faible teneur en manganèse ou en carbone apparaissent des phases de trempe martensitiques ϵ (de structure hexagonale compacte HC) puis α' (de structure quadratique centrée QC, proche de la structure de la ferrite α cubique centrée CC). Ces phases apparaissent durant la trempe lorsque la température devient inférieure à une température caractéristique notée M_s (martensite start) pour la

martensite α' et E_s (ϵ -martensite start) pour la phase ϵ . Dans le domaine de stabilité de l'austénite, M_s et E_s sont en dessous de la température ambiante.

La nuance à Fe 22Mn 0,6C a été choisie pour être entièrement austénitique tout en évitant la précipitation de carbures $(Fe,Mn)_3C$ (cémentite) à haute température au cours de l'élaboration.

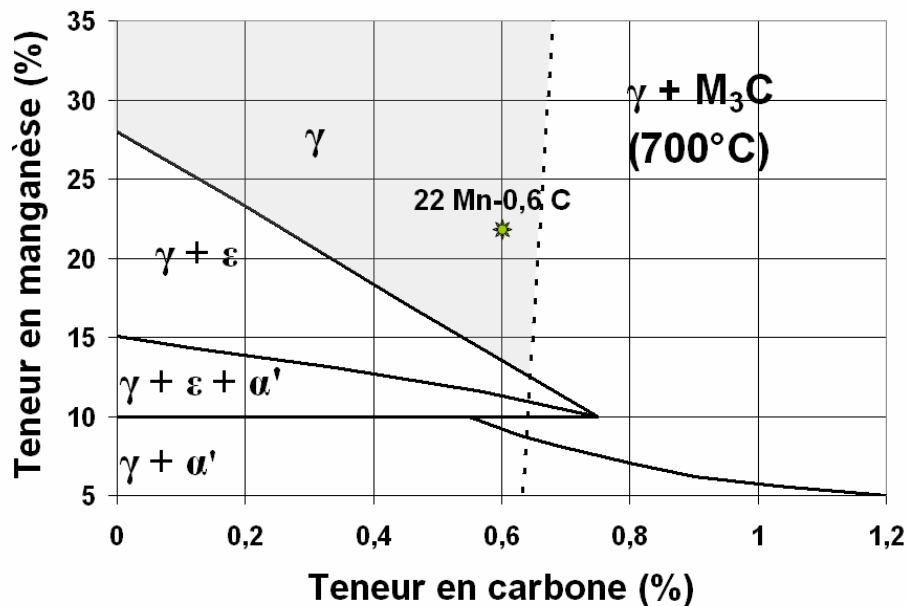


Figure 1-2 Diagramme des phases présentes après trempe à température ambiante en fonction des teneurs en Mn et C (teneurs en % massique), déterminé par Schumann [1-6 Schumann 72]. Le domaine de précipitation de la cémentite à 700°C est également indiqué.

Les transformations martensitiques sont des transformations displacives, sans diffusion. Les températures de transformation M_s et E_s augmentent lorsqu'on déforme le matériau, la déformation plastique modifiant l'enthalpie libre de transformation (strain induced nucleation). La figure 1-3 montre le diagramme des phases en présence après trempe puis déformation à température ambiante, également déterminé par Schumann. Des transformations martensitiques athermiques peuvent se produire dans l'austénite ou dans l'austénite résiduelle qui participent à la déformation totale, en plus de la contribution du glissement de dislocations. Dans le domaine de stabilité de l'austénite après traction apparaît un domaine dans lequel du maillage mécanique se produit.

La nuance Fe 22Mn 0,6C a été optimisée vis-à-vis de l'effet TWIP tout en évitant la formation de martensite ϵ au cours de la déformation en traction. La compétition entre le

glissement et le maclage ou les transformations martensitiques donne à ces aciers leurs excellentes caractéristiques mécaniques.

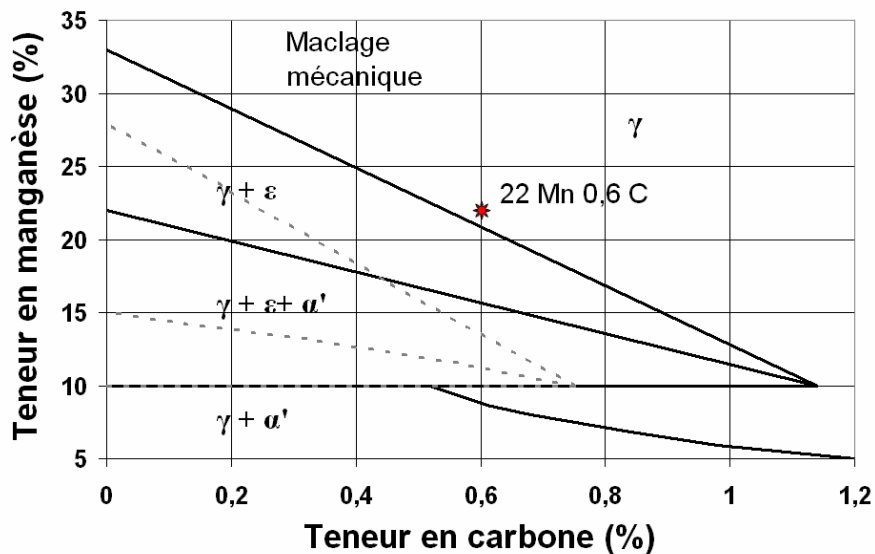


Figure 1-3 Diagramme des phases présentes après trempe puis mise en forme à température ambiante dans le système FeMnC (teneurs en % massique), déterminé par Schumann [1-6 Schumann 72]. Le domaine où se produit le maclage est indiqué. Les domaines de la figure 1-2 sont rappelés en pointillés.

1.3 Caractéristiques mécaniques en traction

La figure 1-4 présente les courbes conventionnelles et rationnelles de traction de l'acier Fe22Mn0,6C de taille de grains $3 \mu\text{m}$ en fonction de la température [1-2 Allain 04]. Cet acier se caractérise par :

- une relativement faible limite d'élasticité qui augmente fortement en dessous de 273 K (0°C),
- une résistance mécanique qui augmente lorsque la température diminue, pour dépasser 1000 MPa à partir de la température ambiante,
- un allongement homogène qui passe par un maximum de 50% à température ambiante,
- une absence de striction des éprouvettes, excepté à haute température,
- des instabilités de déformation plastique aux températures intermédiaires.

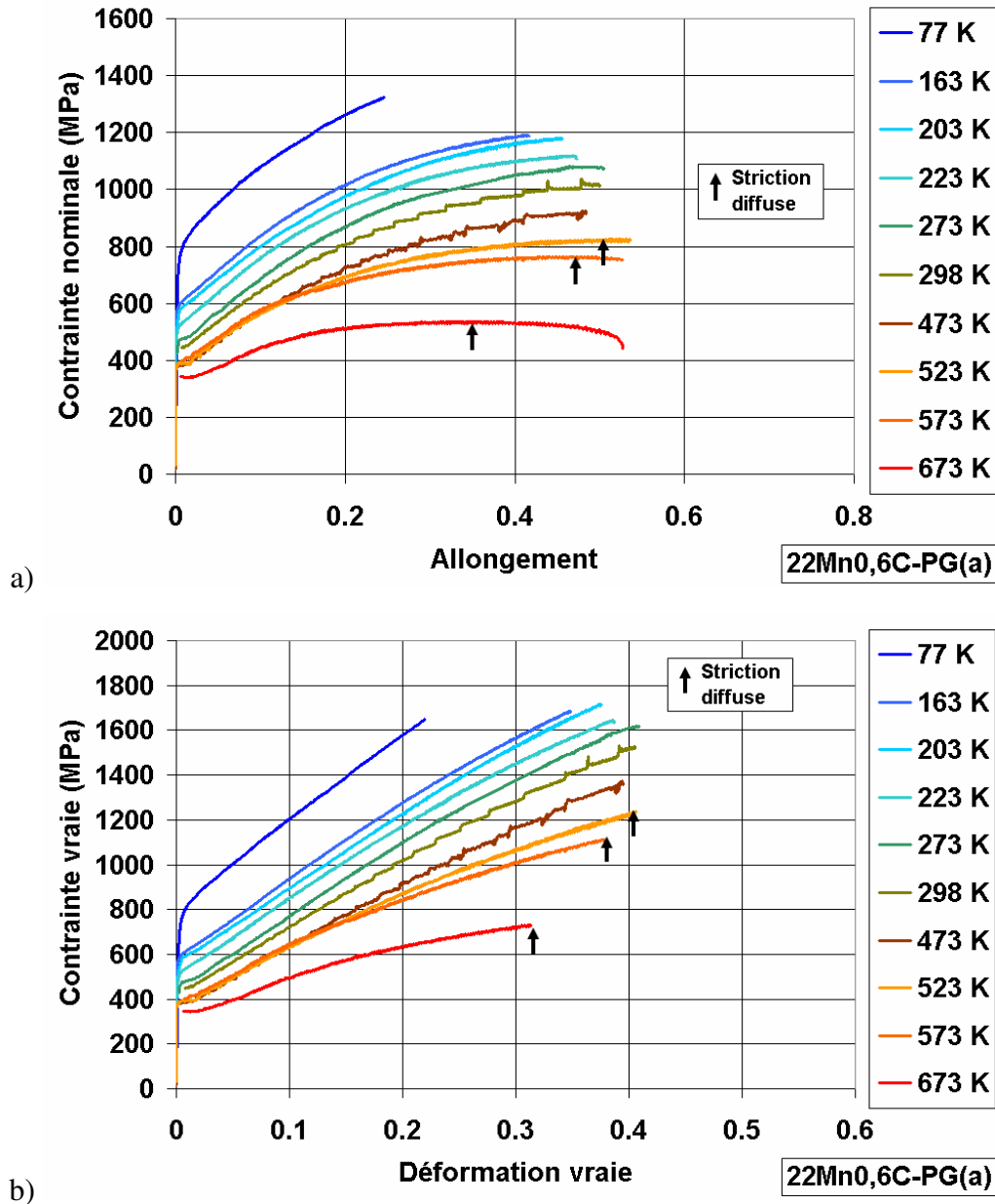


Figure 1-4 Courbes a) conventionnelles et b) rationnelles de traction pour un échantillon Fe₂₂Mn_{0,6}C de taille de grains 3 μm (d'après [1-2 Allain 04]).

1.3.1 Limite d'élasticité

La limite d'élasticité (R_e) est généralement mesurée à 0,2% de déformation plastique. Dans le système FeMnC, elle a principalement deux contributions :

i) le durcissement de solution solide et le frottement de réseau (faible). Cette contribution est estimée à $\sigma_0 = 240$ MPa dans la nuance Fe₂₂Mn_{0,6}C [1-2 Allain 04]. La principale contribution est celle du carbone en insertion. La figure 1-5 montre la variation de la limite d'élasticité avec la température pour différentes compositions, d'après des données

synthétisées par Allain [1-2 Allain 04]. Quels que soient les modes de déformation activés, le maclage et les transformations martensitiques ne se déclenchent qu'après une certaine déformation, de sorte que la limite d'élasticité relative est caractéristique du glissement seul. Au-dessus de 300K, l'activation thermique du glissement est faible et ne dépend pas de la teneur en carbone. En dessous de 300K, le glissement est fortement activé thermiquement avec une pente qui augmente avec la teneur en carbone [1-2 Allain 04][1-7 Tomota et al. 87].

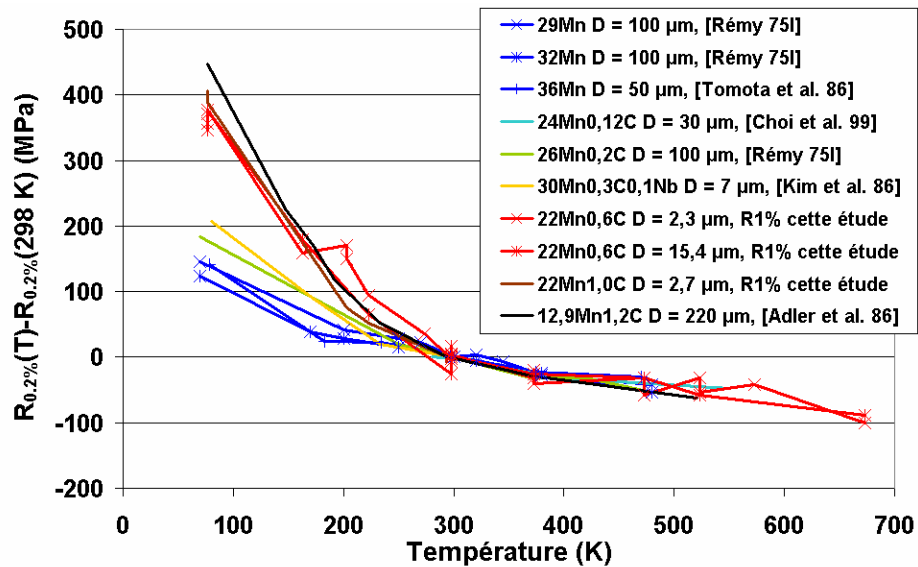


Figure 1-5 Evolution de la limite d'élasticité de différentes nuances FeMnC en fonction de la température (d'après une synthèse de [1-2 Allain 04]). Les courbes ont été normalisées en soustrayant la valeur à température ambiante afin d'éliminer les différences de microstructure initiale.

ii) la taille de grain. La loi de Hall et Petch traduit le fait qu'un polycristal a une limite d'élasticité macroscopique σ_e plus élevée qu'un monocristal du fait de la présence des joints de grains qui bloquent le glissement des dislocations :

$$\sigma_e = \sigma_0 + \frac{a}{\sqrt{d}} \quad 1.3-1$$

où σ_0 est la contrainte de traction moyenne pour déformer plastiquement un monocristal d'orientation quelconque donnée au i), d la taille de grains et a une constante. Pour les aciers FeMnC, la constante a vaut $\alpha\mu\sqrt{b}$, où $\alpha = 0,4$ est le paramètre de résistance athermique moyenne de la forêt de dislocations, $\mu = 62$ GPa le module de cisaillement, $b = 2,55 \text{ \AA}$ la norme du vecteur de Burgers des dislocations parfaites, ce qui conduit à $a = 3,96 \cdot 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{m}^{1/2}$.

Les joints de macles de recuit sont comptés par convention comme des joints de grains dans la mesure de la taille de grains.

1.3.2 Coefficient d'écroissage

L'évolution du coefficient d'écroissage instantané en fonction de la déformation aux différentes températures pour l'acier Fe22Mn0,6C de taille de grains 3 μm est présenté figure 1-6. Il est défini par :

$$n = \frac{d \ln(\sigma)}{d \ln(\epsilon)} \quad 1.3-2$$

Compte tenu des instabilités de déformation, ce coefficient ne peut être calculé numériquement à partir des courbes de traction brutes [1-3 Bracke 07]. Les courbes de tractions rationnelles de la figure 4b sont donc approchées par un polynôme de degré 6 avant le calcul de n. Il est ajusté sur la toute la partie plastique des courbes, en prenant soin d'éliminer les chutes de contrainte à la rupture des éprouvettes. Il est maximal à la température ambiante, plus faible à haute température et minimal à 77K.

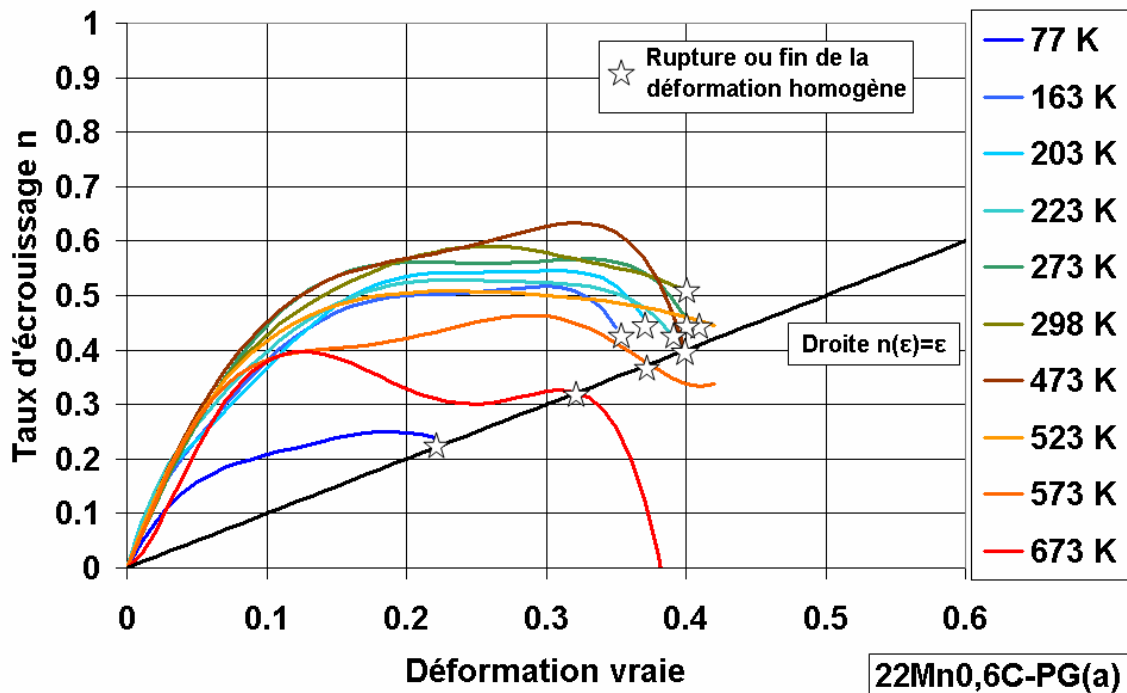


Figure 1-6 Coefficient d'écroissage instantané en fonction de la déformation pour l'acier Fe22Mn0,6C de taille de grains 3μm aux différentes températures (d'après [1-2 Allain 04]).

Il caractérise en particulier la capacité d'un matériau à durcir suffisamment pour retarder l'apparition d'une striction en traction. Selon le critère de Considère, l'apparition de la striction correspond au sommet de la courbe conventionnelle de traction et s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{\varepsilon}{\sigma} \frac{d\sigma}{d\varepsilon} = n(\varepsilon). \quad 1.3-3$$

La droite $n = \varepsilon$ a été reportée sur la figure 1-6. Pour toutes les températures, la rupture ou l'apparition d'une striction est en bon accord avec le critère de Considère. A haute température ($> 200^\circ\text{C}$), il y a une striction diffuse, accompagnée d'une réduction locale de la section des éprouvettes. A basse et moyenne température, la rupture intervient par striction localisée sans réduction de section.

Allain S. a montré que cet acier avait une sensibilité à la vitesse de déformation légèrement négative à température ambiante, qui s'accompagne d'instabilités de déformation plastique visibles sur les courbes de la figure 1-4. Cette sensibilité négative explique que la rupture ductile intervienne dès le critère de Considère à cette température. L'origine de ces instabilités et leur rôle dans les mécanismes de durcissement est encore controversé dans la littérature. Allain et al. proposent les conclusions suivantes grâce à des expériences originales [1-8 Allain et al. 08]. Les instabilités observées présentent les principales caractéristiques d'un processus de vieillissement dynamique (dynamical strain ageing) :

- elles augmentent avec la teneur en atomes de carbone interstitiels,
- à faible vitesse de déformation, on observe à température ambiante des instabilités de type A (grands décrochements associés à la propagation quasi-continue de bandes de localisation de la déformation) et une transition vers des instabilités de type B (décrochements réguliers associés à la formation de bandes de localisation statiques corrélées) à haute température ($>473\text{K}$),
- la déformation critique d'apparition des instabilités de type A augmente avec la vitesse de déformation et lorsque la température diminue,
- il y a corrélation entre l'existence de ces instabilités et la propagation de bandes de déformation localisées le long de l'éprouvette de traction pendant l'essai.

Cependant, une analyse thermique du phénomène révèle une très faible énergie d'activation en comparaison de l'énergie d'activation de la diffusion du carbone.

Les instabilités observées sur les courbes sont, d'après Dastur & Leslie pour des aciers Hadfield (Fe-Mn-C austénitiques à forte teneur en manganèse), causées par l'épinglage de dislocations aux dipôles Mn-C [1-9 Dastur & Lesli 81]. Les données thermodynamiques montrent que le manganèse réduit l'activité du carbone dans l'austénite sans former de carbures. La formation de dipôles Mn-C est donc favorable énergétiquement et Scott & al., par ses expériences en Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS) sur des aciers Fe-22Mn-0,7C montrent la co-ségrégation du manganèse et du carbone [1-10 Scott & al. 05]. La contribution de ce mécanisme au durcissement est limitée et reste très secondaire par rapport à la contribution du maclage. Ces instabilités plastiques n'induisent pas de défauts d'aspect de surface malgré les bandes de localisation observées en cours de déformation.

1.3.3 Allongement homogène et résistance mécanique

Selon le critère de Considère, le meilleur allongement homogène est obtenu à température ambiante, là où le coefficient d'érouissage reste élevé tout au long de la déformation. La résistance mécanique R_m est également élevée par combinaison du fort durcissement et du fort allongement. A basse température, R_m est maximale, bien que l'allongement soit plus faible en raison d'une limite d'élasticité plus élevée.

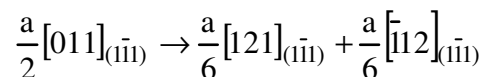
Le meilleur compromis allongement/résistance mécanique est donc obtenu à température ambiante, le paramètre important étant le taux de durcissement. Il varie en fonction des modes de déformation activés, sur lesquels l'énergie de faute d'empilement a une influence de premier ordre.

L'EFE augmente avec la température, à composition fixe [1-1 Rémy 75]. Cette augmentation influe sur les mécanismes de déformation et donc sur les propriétés mécaniques des aciers FeMnC. A température, et donc à EFE, décroissantes, ces mécanismes sont :

- le glissement de dislocations parfaites,
- le glissement de dislocations parfaites et dissociées (>200°C voir 1.5),
- le maclage mécanique et le glissement de dislocations (température ambiante voir 1.6),
- le maclage mécanique, la transformation martensitique et le glissement de dislocations (voir 1.7),
- la transformation martensitique et le glissement de dislocations (activé thermiquement dans Fe22Mn0,6C).

1.4 Energie de faute d'empilement

Dans une structure CFC soumise à une déformation plastique, les dislocations parfaites glissent dans les plans denses de type $\{111\}$ et ont un vecteur de Burgers de type $a/2\langle 110 \rangle$. Les dislocations parfaites peuvent se dissocier dans leur plan de glissement en partielles de Shockley glissiles afin de minimiser l'énergie de ligne totale, selon une réaction du type :



Il se crée entre les deux partielles un défaut plan appelé défaut d'empilement ou faute d'empilement. L'énergie par unité de surface associée à ce défaut est l'énergie de faute d'empilement (EFE). La création de ce défaut est énergétiquement défavorable et limite la dissociation des dislocations. Les partielles de tête et de queue sont donc soumises à deux forces opposées : la force élastique de répulsion entre elles et une force de rappel due à la création de la faute d'empilement. La distance de dissociation est définie par l'équilibre de ces deux forces [1-11 Friedel 64][1-12 Byun 03] :

$$\zeta \approx \frac{\mu \cdot b_{112}^2}{4\pi\Gamma} \quad 1.4-1$$

où Γ est l'EFE (J/m^2), μ le module isotrope de cisaillement (Pa) et $b_{112} = \frac{a}{\sqrt{6}}$ la norme du vecteur de Burgers d'une partielle de Shockley (m), avec a le paramètre de maille de l'austénite (m). Lorsque $\Gamma/\mu b$ est élevé, la distance (exprimée en b_{112}) est faible et les dislocations sont peu dissociées. Pour $\Gamma/\mu b$ faible, les fautes d'empilement sont étendues sur les plans $\{111\}$.

La structure CFC peut se schématiser comme un empilement de plans compacts (les plans $\{111\}$). Dans le modèle des sphères dures, les plans compacts peuvent prendre trois positions : A, B et C. La structure CFC est un empilement de plans compacts selon la séquence : ABCABC, la structure hexagonale compacte selon ABABAB. Faire passer une partielle traînant une faute d'empilement décale tous les atomes d'une moitié du cristal d'une

position à l'autre, par exemple A devient B ou C. Il en résulte qu'un défaut d'empilement dans un cristal parfait ABCABC correspond soit à un plan manquant localement (on parle alors de défaut intrinsèque figure 1-7a) soit à un plan supplémentaire (on parle de défaut extrinsèque figure 1-7b). Un défaut intrinsèque se déplace sur un seul plan tandis qu'un défaut extrinsèque se déplace sur deux plans [1-13 Olson et Cohen 76].

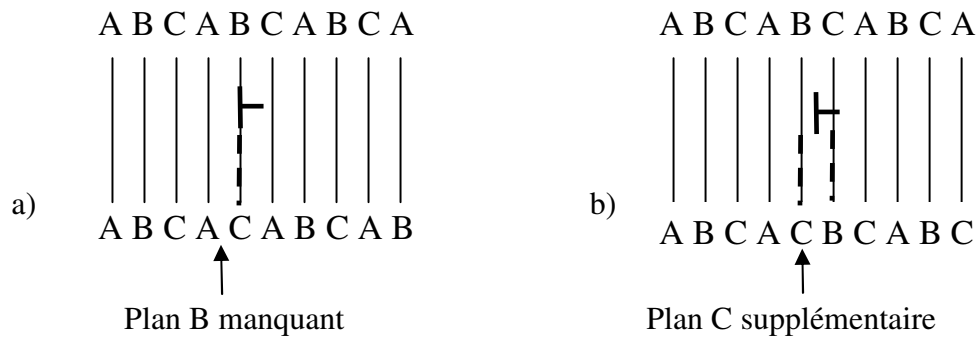


Figure 1-7 Représentation schématique du réarrangement des plans compacts après le passage de dislocations partielles traînant une faute d'empilement (a) intrinsèque et (b) extrinsèque. La faute d'empilement est représentée par les lignes en pointillés.

1.5 Déformation à haute température (>200°C) : glissement de dislocations parfaites et dissociées

Dans la nuance Fe₂₂Mn_{0,6}C à haute température, l'EFE est élevée et les dislocations sont parfaites ou faiblement dissociées. La déformation se fait uniquement par glissement dans les plans denses. Les systèmes de glissement dans la structure CFC sont de type {111} <110>. Il existe donc 24 systèmes de glissement possibles.

Le durcissement est principalement produit par la multiplication des dislocations dans les grains et la création de jonctions entre dislocations de systèmes de glissements sécants. Selon la loi de Taylor, la contribution à la contrainte d'écoulement augmente avec la densité de dislocations ρ (m/m³) :

$$\sigma_i = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad 1.5-1$$

où $M = 3,06$ est le facteur de Taylor qui prend en compte une orientation moyenne des grains et les autres paramètres sont les mêmes que ceux introduits dans la loi de Hall et Petch.

La microstructure résultant d'une déformation à haute température (673K) dans la nuance Fe22Mn0,6C est présentée figure 1-8 [1-2 Allain 04]. On observe d'une forte densité de dislocations et l'absence de macles mécaniques.

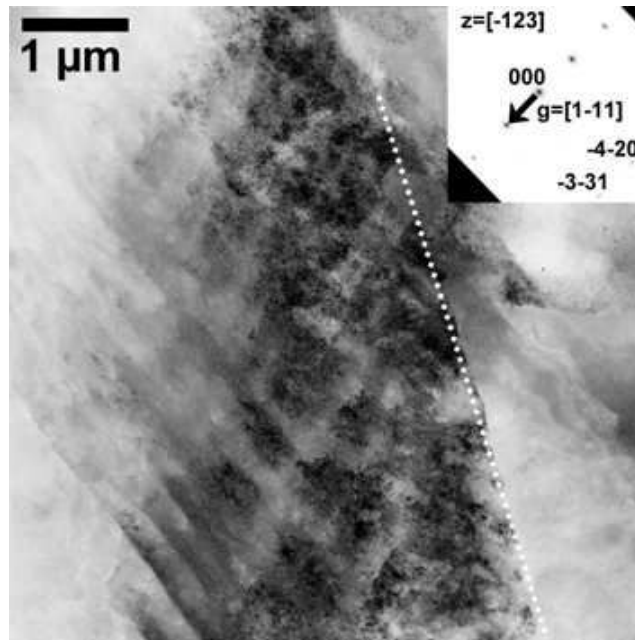


Figure 1-8 Micrographie en champ sombre obtenue sur un échantillon Fe22Mn0,6C déformé en traction à 673 K. Structure de dislocations parfaites en forte densité. D'après [1-2 Allain 04].

1.6 Déformation à température ambiante : glissement et maclage mécanique

A la température ambiante, l'énergie de faute d'empilement est plus faible (≈ 20 mJ/m²) et la distance de dissociation augmente. Pour les aciers CFC à faible EFE ($\Gamma < 30$ mJ/m²), la dissociation des dislocations dans les plans de glissement a des conséquences sur les modes de déformation, avec la formation de macles mécaniques [1-14 Fischer et al. 03]. A température ambiante, le Fe22Mn0,6C se déforme par compétition entre glissement et maclage mécanique, comme l'indique le diagramme de Schumann en déformation (figure 1-3).

1.6.1 Cristallographie du maclage dans les structures CFC

Une macle mécanique dans une structure CFC est créée par le passage de dislocations partielles de Shockley identiques traînant des fautes d'empilement intrinsèques tous les plans atomiques {111}. Une macle est une lamelle de structure CFC ayant une symétrie par rapport au plan de type {111} (A, B ou C) frontière entre la matrice et la macle (appelé plan de macle). Elle produit un glissement égal à $1/\sqrt{2}$. La figure 1-9 présente une coupe d'une macle selon un plan de type {110}, plan contenant le vecteur de Burgers des partielles.

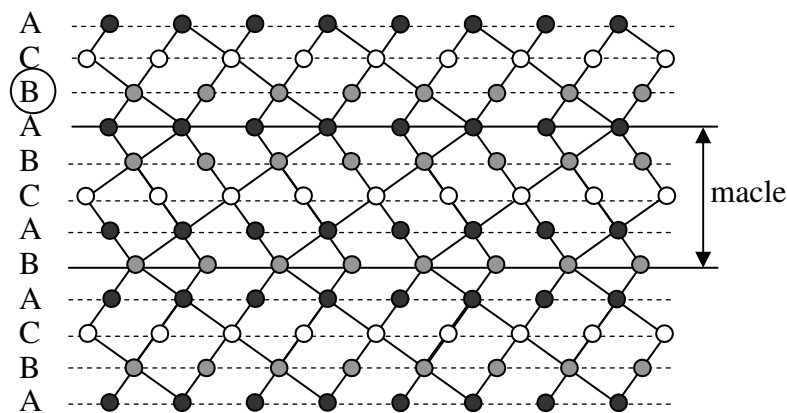


Figure 1-9 Représentation selon une coupe {110} de l'empilement ABC des plans denses {111} dans un cristal CFC et d'une macle produite par le passage de 4 partielles de Shockley identiques. Les fautes d'empilement successives reconstituent une structure CFC miroir.

1.6.2 Genèse des macles

De nombreux mécanismes à l'échelle des dislocations ont été proposés pour expliquer la germination et la croissance des macles mécaniques pour les matériaux CFC, mais les différences de matériaux et de conditions de sollicitation ne permettent pas de conclure de façon unanime. Deux grandes familles de mécanismes sont présentes dans la littérature :

- les mécanismes de pôle, dans lesquels une macle est produite par une seule et unique dislocation partielle tournant autour d'une dislocation vis de la forêt en émettant à chaque tour une partielle sur un plan différent grâce au caractère vis de la dislocation pôle (figure 1-10a) [1-16 Venables 74][1-15 Venables 64] [1-17 Song & Gray 95][1-18 Weertman & Weertman 70][1-19 Azzaz et al. 96]. Ce type de modèle n'explique pas la rapidité de développement d'une macle. Différents auteurs ont par

ailleurs critiqué une configuration trop particulière des dislocations et des dissociations énergétiquement défavorables pour ces modèles [1-20 Cohen & Weertman 63a][1-21 Cohen & Weertman 63b][1-22 Venables 63],

- les mécanismes basés sur la dissociation des dislocations dans un plan dévié en tête d'empilement sous l'action des fortes concentrations de contrainte (figure 1-10b). [1-20 Cohen & Weertman 63a][1-22 Venables 63][1-23 Mori & Fujita 80][1-24 Fujita & Ueda 72][1-25 Christian & Mahajan 95a].

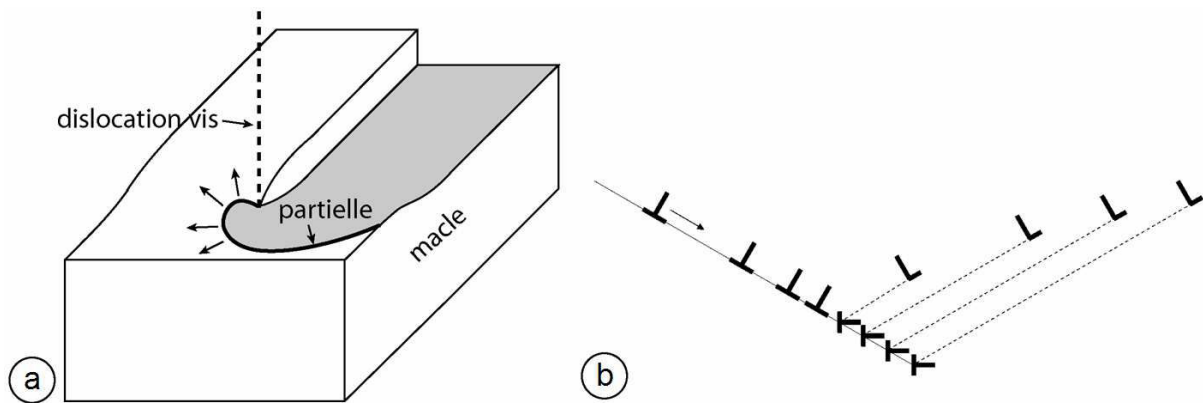


Figure 1-10 Formation d'une macle selon a) les mécanismes de pôle, b) les mécanismes de dissociation dans un plan dévié en tête d'empilement.

Les auteurs s'accordent cependant sur le fait que les macles mécaniques n'apparaissent qu'au dessus d'une certaine valeur critique de contrainte durant la déformation des matériaux CFC. Cette contrainte critique de maclage dépend des paramètres thermomécaniques tels que le type de chargement ou la température [1-26 Christian & Mahajan 95b][1-27 Meyers et al. 01][1-28 Bouaziz et al. 08]. Les expériences menées montrent qu'une faible EFE est une condition nécessaire mais non suffisante pour activer le maclage mécanique dans les alliages austénitiques.

Les mécanismes de germination proposés dans la littérature pour les macles mécaniques nécessitent la présence de nombreux défauts et donc des systèmes de glissement de dislocations fortement activés. Pour qu'une macle s'épaississe et quel que soit le mécanisme considéré, il faut que des partielles de Shockley glissent dans le plan de macle (par exemple sur la figure 1-9 le plan B entouré qui devient C). Ce processus étend la structure CFC miroir en déplaçant le plan d'interface et ne nécessite donc pas d'énergie supplémentaire. La cission critique locale τ^{C-int} nécessaire au développement de germes

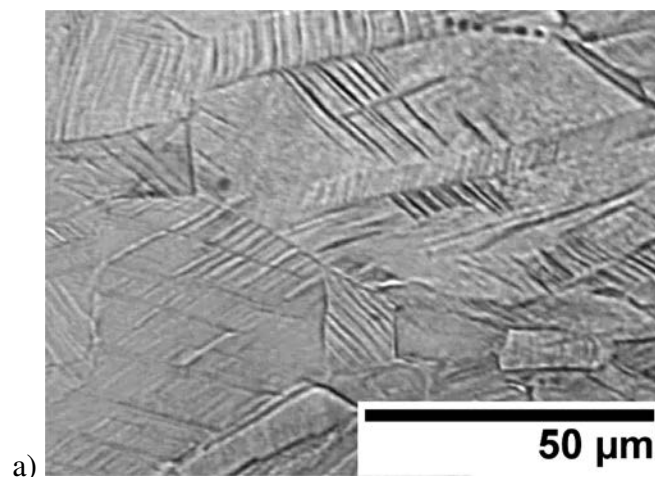
correspond donc à la formation de la première partielle, i.e. à la contrainte nécessaire au développement d'une boucle de dislocation de Shockley traînant une faute d'empilement [1-29 Franciosi et al. 93][1-30 Lubenets et al. 85][1-31 Christian 69]. Elle est d'autant plus faible que l'EFE est faible :

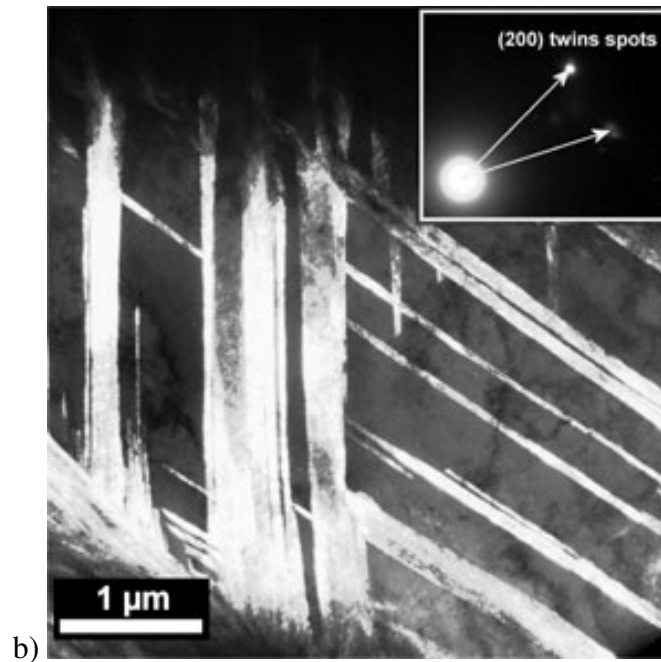
$$\tau^{C-int} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{R_C} \quad 1.6-1$$

où R_C est le rayon critique d'émission de la boucle, qui dépend du mécanisme considéré pour la création du germe.

1.6.3 Activation séquentielle des macles et taux d'écrouissage

L'étude de la microstructure par microscopie optique et à transmission (figure 1-11) à différents taux de déformation a permis de caractériser l'évolution de la microstructure de maclage au cours de la déformation [1-2 Allain 04]. Les macles mécaniques apparaissent sous forme fines plaquettes de quelques dizaines de nanomètres (observables au MET) organisées en faisceaux (observables au microscope optique après attaque chimique). La fraction volumique de phase maclée augmente avec la déformation et on observe l'activation de deux systèmes sécants dans la majorité des grains en fin d'essai. Or, les macles sont des obstacles forts au glissement des dislocations, au même titre que les joints de grains. En conséquence, le libre parcours moyen des dislocations diminue au cours de la déformation avec la distance moyenne entre faisceaux de micromacles, produisant un fort écrouissage par un effet Hall et Petch dynamique en plus de l'écrouissage latent.





b) **Figure 1-11 a) Micrographie optique après attaque électrolytique sur la nuance Fe22Mn0,6C de taille de grains 20 μm déformé de 26% en traction à température ambiante, d'après [1-2 Allain 04] b) Image MET en champ sombre $g=\langle 200 \rangle$ de la nuance FeMnVC étudiée au chapitre 3 après rupture, d'après cette étude ; sélection des deux systèmes de macles mécaniques sécants en condition de diffraction.**

La figure 1-12 présente l'évolution du libre parcours moyen, du coefficient d'écroutissage instantané correspondant et de la proportion des grains maclés en fonction de la déformation sur l'acier de la figure 1-11a (taille de grains 20 μm). On observe une forte décroissance du libre parcours moyen associé à un taux d'écroutissage élevé. Bien que le libre parcours moyen chute rapidement en début d'essai puis décroisse moins vite ensuite, on observe un fort durcissement sur toute la durée de l'essai, les macles les plus fines n'étant pas révélées à l'échelle de la microscopie optique.

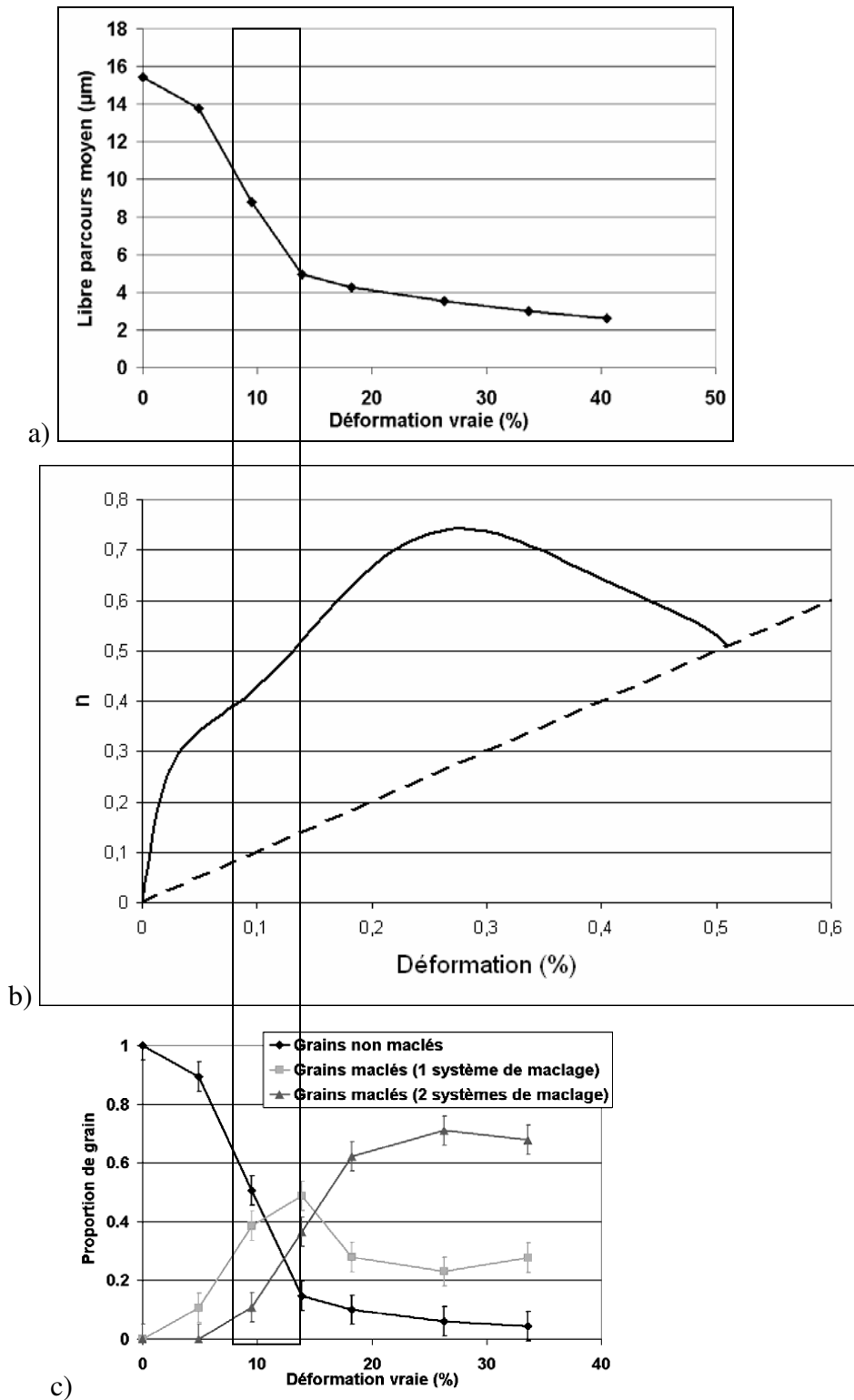


Figure 1-12 a) Évolution du libre parcours moyen des dislocations en fonction de la déformation vraie. Mesure réalisée en microscopie optique après attaque électrolytique, selon la méthode des interceptes, en prenant en compte les joints de grains et les macles. b) Evolution du coefficient d'écrouissage instantané en fonction de la déformation vraie pour la même nuance. c) Évolution de la proportion de grains non maclés, ou maclés avec 1 ou 2 systèmes de maclage activés. D'après [1-2 Allain 04].

Par une étude statistique en EBSD, Allain et Bracke [1-2 Allain 04][1-3 Bracke 07] ont montré que les systèmes de maclage suivaient également une loi de Schmid. Le facteur de Schmid est calculé à partir des vecteurs de Burgers des dislocations partielles. Pour tout système de maclage, il existe un système de glissement dans un plan parallèle ayant un facteur de Schmid proche (les directions de glissement ne différant alors que de 30°), de sorte que dans la majorité des cas, le premier système de maclage activé est parallèle au système de glissement primaire. A l'activation du premier système de maclage, le libre parcours moyen des dislocations produisant la majorité de la déformation plastique diminue donc peu en moyenne sur tous les grains [1-2 Allain 04]. Le système de maclage primaire se développe et est bloqué aux joints de grains, ce qui crée un champ de contrainte interne en retour. Ce champ de contrainte relaxe les contraintes appliquées de sorte qu'on peut parvenir à une saturation du premier système de maclage.

La contrainte appliquée continuant à augmenter par ailleurs, un deuxième système de maclage est activé. Ce second système est sécant au premier, ce qui forme une microstructure « en échelle » (figure 1-11a), les macles du second système étant bloquées par les macles du premier (figure 1-11b). C'est à l'activation d'un second système de maclage sécant au premier que le libre parcours moyen des dislocations chute car cette fois, les macles sont sur un plan sécant au plan de glissement le plus intense. Ce phénomène provoque un regain d'écrouissage instantané (zone encadrée sur la figure 1-12) qui se traduit par un point d'inflexion sur la courbe du taux d'écrouissage situé à 12% de déformation vraie, selon Allain [1-2 Allain 04].

1.7 Déformation aux basses températures

1.7.1 Martensite ϵ

Dans Fe₂₂Mn_{0,6}C à basse température, la formation de martensite ϵ se substitue au maclage. Elle apparaît sous forme de plaquettes ayant les plans {111} de l'austénite comme plans d'habitat avec une morphologie similaire à celle des macles (figure 1-13). Cette transformation martensitique, displacive, est définie comme une transformation dominée par une composante de cisaillement, obtenue par distorsion de réseau, sans diffusion [1-32 Cohen et al. 79]. La formation de cette phase est donc favorisée par l'application de contraintes et

participe à la déformation. Allain a montré qu'elle apparaissait pour une valeur de l'EFE inférieure à 18mJ/m^2 dans FeMnC.

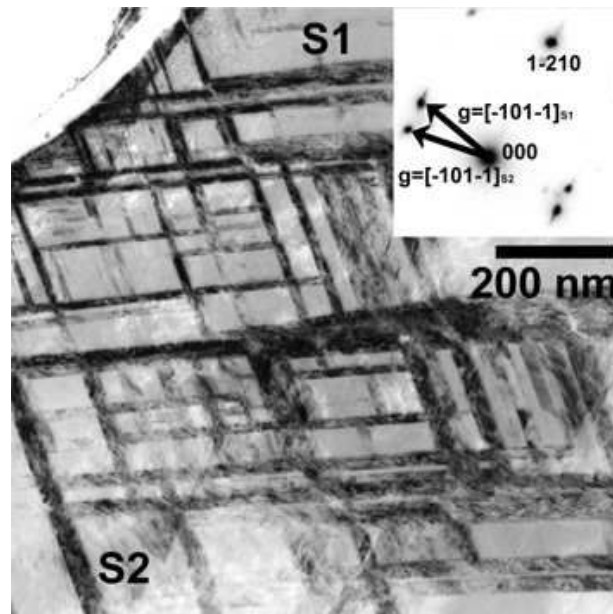


Figure 1-13 Micrographie en champ sombre d'une éprouvette déformée à rupture à 77 K. les deux variants de martensite ϵ (S1 et S2) sont en conditions de diffraction. D'après [1-2 Allain 04].

La transformation de l'austénite en martensite ϵ est équivalente au passage de dislocations partielles de Shockley traînant des fautes d'empilement intrinsèque tous les deux plans denses (figure 1-14) [1-33 Lecroisey & Pineau 72][1-34 Blanc 90][1-13 Olson et Cohen 76]. L'empilement ABAB des plans basaux de la martensite est parallèle à l'empilement ABC des plans $\{111\}$ de l'austénite. Elle est de structure hexagonale compacte dont les paramètres de maille à température ambiante sont : $a = 0,2538\text{ nm}$ et $c = 0,4080$ [1-35 Sipos et al. 75]. La relation d'orientation avec la matrice est : $(111)_\gamma // (0001)_\epsilon$ et $[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}2\bar{1}0]_\epsilon$. La martensite ϵ est une phase compacte au même titre que la structure CFC. La transformation de phase $\gamma \rightarrow \epsilon$ n'implique donc pas une forte variation de volume. La transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ a été étudiée par Cotes et al [1-36 Cotes 95] sur des aciers FeMn. Selon cette étude, cette transformation s'accompagne d'une contraction surprenante perpendiculairement aux plans denses de 2%. A épaisseur égale, une plaquette de martensite ϵ produit un glissement deux fois plus faible qu'une macle.

Contrairement aux macles, dans le cas de la martensite ϵ , il existe une composante volumique dans la variation d'enthalpie libre. Il est alors plus favorable énergétiquement de

faire passer une partielle tous les plans plutôt que tout les deux plans. C'est pourquoi la martensite ϵ se forme à EFE et donc à température inférieure [1-34 Blanc 90][1-37 Allain et al. 04b].

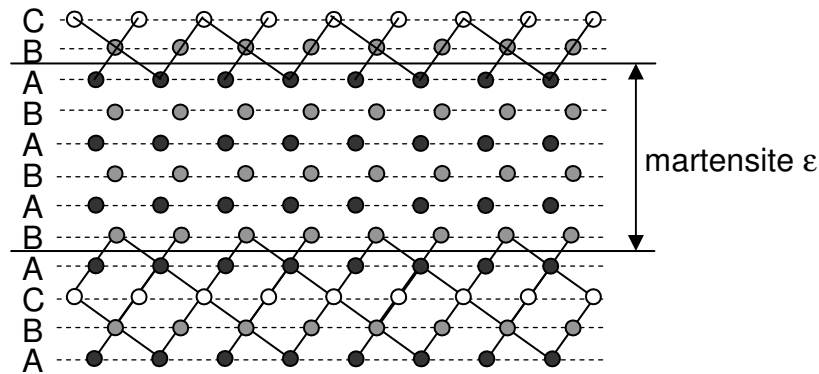


Figure 1-14 Représentation selon une coupe {110} de l'austénite des plans denses {111} et d'une lamelle de martensite ϵ produite par le passage de trois partiels de Shockley identiques dans un cristal CFC.

Les plaquettes de martensite ϵ peuvent jouer le même rôle de réduction progressive du libre parcours moyen des dislocations que les macles. Cependant, la phase ϵ est susceptible d'être une phase dure fragilisante. C'est pourquoi la nuance Fe22Mn0,6C avait été initialement choisie afin de rester dans le domaine du maillage. A basse température, le glissement des dislocations est rendu difficile en raison de sa forte activation thermique due au carbone, ce qui peut également expliquer la perte de l'érouissabilité de l'acier. La nuance Fe22Mn0,6C ne permet pas de distinguer les rôles respectifs de la substitution du maillage par la martensite ϵ et de l'activation du glissement dans la diminution de l'allongement à rupture, les deux phénomènes se produisant dans le même domaine de température.

1.7.2 Martensite α'

La formation de martensite α' athermique est favorisée aux intersections de bandes de cisaillement intense, de maillage ou de martensite ϵ [1-38 Venables 62][1-39 Olson et Cohen 75][1-40 Stringfellow et al. 92][1-34 Blanc 90][1-41 Tomita & Iwamoto 95]. Elle apparaît soit directement à partir de l'austénite, soit à partir de la martensite ϵ . Elle est de structure tétragonale centrée (I4/mmm), très proche d'une structure cubique centrée. Le paramètre de maille varie avec la teneur en carbone ; à température ambiante il varie entre 0,287 nm et 0,300 nm pour respectivement 0% (par extrapolation) et 5,2% atomique [1-42 Cadeville et al.

77]. Dans les aciers inoxydables austénitiques, la relation d'orientation observée est [1-34 Blanc 90] :

$$\left(\bar{1}\bar{1}\bar{1}\right)_{\gamma} // \left(0\bar{1}\bar{1}\right)_{\alpha'} \text{ et } [011]_{\gamma} // [111]_{\alpha'}.$$

La martensite α' est une phase très dure qui provoque des concentrations de contraintes importantes autour des îlots de martensite. Cette localisation de la contrainte est susceptible de favoriser la rupture par localisation de l'endommagement. La martensite α' est donc une phase fragilisante pour le matériau. Elle est ferromagnétique à température ambiante, contrairement à l'austénite γ et à la martensite ε (qui sont paramagnétiques ou antiferromagnétiques). Il est donc possible de la détecter à l'aide d'un simple test d'aimantation. Cette martensite n'a pas été observée dans la nuance Fe22Mn0,6C.

1.8 Transition magnétique de Néel

L'austénite et la martensite ε sont antiferromagnétiques à basse température et paramagnétiques à haute température. La température de Néel (T_N) est la température qui marque la transition entre ces deux états. Cette transition pour l'austénite se trouve à des températures proches de la température ambiante pour les matériaux étudiés ($T_N^{\gamma} \approx 50^{\circ}\text{C}$ pour Fe22Mn0,6C).

1.8.1 Influence sur les modules d'élasticité

L'ordre des spins atomiques à l'échelle locale n'a pas seulement une influence sur les propriétés magnétiques mais aussi sur les propriétés élastiques des matériaux. L'évolution du module de cisaillement autour de la température de Néel pour la nuance Fe22Mn0,6C est présentée figure 1-15. Ces mesures ont été réalisées grâce à une analyse DMTA (Differential Mechanical Thermal Analysis) dont le principe est de soumettre un échantillon sous forme de lamelle à une oscillation constante et de mesurer la réponse élastique à température variable. On observe une anomalie de modules élastiques à la transition magnétique, le maximum étant atteint environ 50°C au-dessus de T_N . Il en résulte un faible module d'Young pour un acier à température ambiante, d'environ 160 GPa.

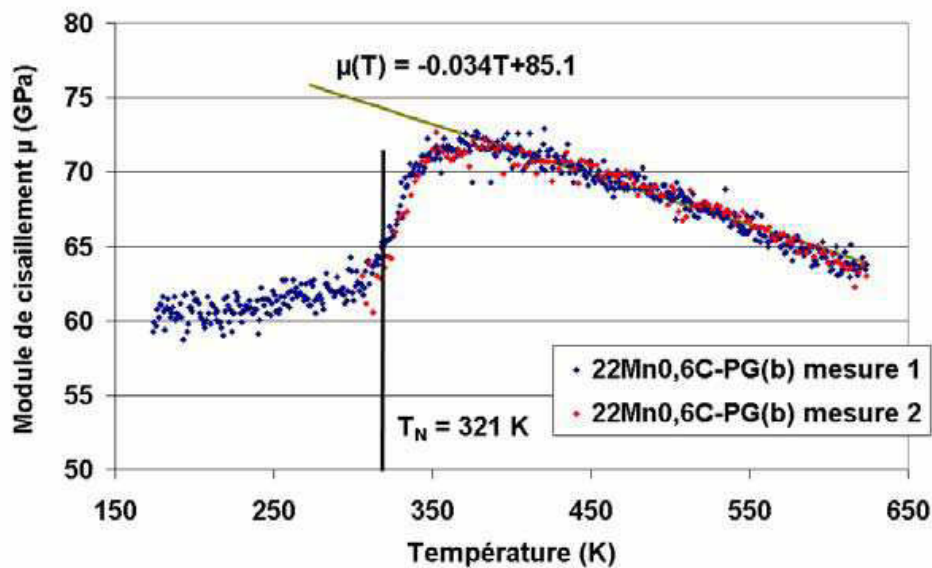


Figure 1-15 Évolution du module de cisaillement de la nuance Fe22Mn0,6C en fonction de la température. D'après [1-2 Allain 04].

La martensite ϵ est également antiferromagnétique à basse température. Dans le système FeMnC, sa température de Néel dépend principalement de la teneur en manganèse [1-43 Huang 89] :

$$T_N^\epsilon = 580 \cdot x_{Mn} \quad 1.8-1$$

où x_{Mn} est la fraction atomique de manganèse et T_N^ϵ en K. Ce qui donne $T_N^\epsilon = 128$ K pour Fe22Mn0,6C. Cette transition est donc difficile à observer.

1.8.2 Modèle de prévision de la température de Néel pour l'austénite

Nous avons élaboré un modèle de prévision phénoménologique de T_N en fonction des compositions, sur la base du modèle empirique proposé par Allain [1-2 Allain 04]. La bibliographie nous permet d'avoir accès à 74 mesures des températures de Néel pour des systèmes FeMnXC (X = Cr, Al, Si) ([1-44 Zhang et al. 2002][1-1 Rémy 75][1-45 Ishikawa & Endoh 68][1-46 Wu & Hsu 00][1-47 Chen et al. 99]). Nous avons de plus mesuré T_N pour 10 nuances FeMnCuC à teneur en Mn, C et Cu variables, qui sont présentées au chapitre 2. L'influence du manganèse est représentée par une loi logarithmique permettant un meilleur accord pour les faibles teneurs en manganèse que le modèle de S. Allain. L'étude des données

révèle une forte interaction carbone-manganèse. Nous avons donc remplacé le terme simple du carbone par un terme croisé Mn/C. Cette nouvelle formulation permet d'étendre le domaine de validité à un intervalle de 10 à 45% atomiques de manganèse. Les éléments supplémentaires sont insérés simplement par des effets linéaires en solution solide. L'ajustement des paramètres a été réalisé par la méthode des moindres carrés.

$$T_N^{\gamma} = 250 \ln(x_{Mn}) - 4750 \cdot x_C \cdot x_{Mn} - 222 \cdot x_{Cu} - 2.6 \cdot x_{Cr} - 6.2 \cdot x_{Al} - 13 \cdot x_{Si} + 720 \quad 1.8-2$$

avec x_{Mn} , x_C , x_{Cu} , x_{Cr} , x_{Al} , x_{Si} , les fractions atomiques des éléments concernés et T_N en K.

La figure 1-16 présente les écarts entre le modèle et les données expérimentales. La prévision est particulièrement performante pour les basses températures de Néel, inférieures à 350K.

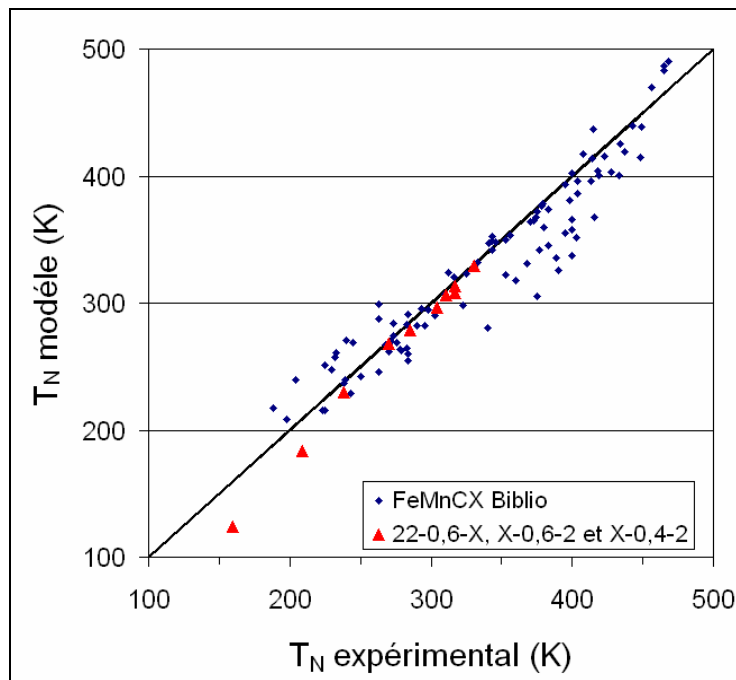


Figure 1-16 Comparaison des prévisions du modèle et de la mesure des températures de Néel pour les aciers FeMnXC (X = Cr, Al, Si) et les aciers FeMnCuC (22-0,6-X, X-0,6-2 et X-0,4-2 du chapitre 2). La droite représente $T_N^{\text{modèle}} = T_N^{\text{expérimental}}$.

La figure 1-17 montre la forte influence du cuivre sur la température de Néel, en comparaison avec les autres éléments, ce qui est susceptible d'influencer les propriétés élastiques des nuances au cuivre comme nous l'avons décrit précédemment. Le manque de

données expérimentales concernant des quaternaires FeMnTiC ne nous a pas permis de prédire l'influence du titane sur la température de Néel.

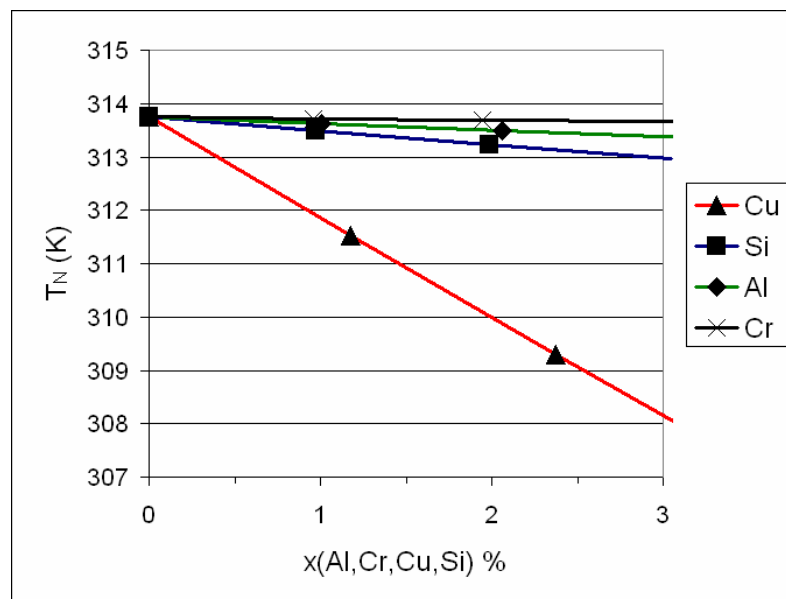


Figure 1-17 Variation de la température de Néel par ajout des éléments Cu, Si, Al et Cr (% massique) en faible quantité dans un acier Fe22Mn0,6C.

Les états magnétiques de la phase γ et de la phase ϵ à une température donnée contribuent à l'enthalpie libre de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ à cette température dont dépend l'EFE.

1.9 *Modèle thermochimique de prévision de l'EFE*

Nous avons montré que l'EFE avait une influence sur la contrainte critique d'apparition du maillage. Or les matériaux FeMnC étudiés tirent leurs propriétés mécaniques de l'érouissage provoqué par la cinétique de maillage. Dans une démarche d'« alloy-design » il est essentiel de pouvoir estimer l'EFE pour anticiper l'effet d'un élément d'alliage sur le comportement mécanique. Nous avons élaboré un modèle thermochimique de prévision de l'EFE. La gamme de compositions pour laquelle ce modèle thermochimique a été réalisé est : Mn entre 10 et 40%, C entre 0 et 1% et Cr, Si, Al, Cu et Ti entre 0 et 5% (massique).

Olson et Cohen [1-48 Hirth 1970] proposent un concept fondamental pour le calcul de l'EFE. Une faute d'empilement peut être vue comme deux plans de martensite ϵ hexagonale

compacte dans la matrice austénitique CFC. L'EFE qui en résulte est la somme de l'énergie nécessaire à la formation de ces deux plans et de l'énergie de l'interface créée :

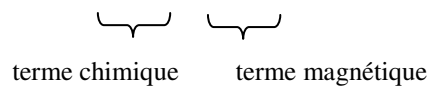
$$\Gamma = 2\rho\Delta G_m^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + 2\sigma^{\gamma/\varepsilon} \quad 1.9-1$$

où ρ est la densité surfacique molaire d'atomes dans les plans {111}, $\Delta G_m^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ l'enthalpie libre molaire de la transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$, et $\sigma^{\gamma/\varepsilon}$ l'énergie par unité de surface de l'interface {111} γ / ε .

Selon le modèle élaboré pour le système FeMnC [1-2 Allain 04] l'enthalpie libre d'une phase φ (ε ou γ) prend en compte deux termes :

- un terme chimique,
- un terme magnétique dans lequel intervient la température de Néel.

$$G^\varphi = G_{\text{chim}}^\varphi + G_{\text{mag}}^\varphi \quad 1.9-2$$



L'enthalpie libre molaire de transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$ s'écrit comme la différence entre celles des deux phases à la température T et comprend trois termes :

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \Delta G_{\text{FeMnX}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + x_c \Delta G_{\text{FeMnX/C}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \Delta G_{\text{mag}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \quad 1.9-3$$

$\Delta G_{\text{FeMnX}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ est la contribution des éléments en substitution sur le réseau CFC. Elle est estimée selon le modèle des solutions régulières. Le modèle est appliqué à une solution solide FeMn comportant les éléments X = Cu, Cr, Al, Si et Ti.

$\Delta G_{\text{FeMnX/C}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ exprime le fait que l'effet du carbone en insertion est simplement introduit comme une perturbation du terme précédent, proportionnelle à la teneur en carbone.

$\Delta G_{\text{mag}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ est la contribution magnétique, qui dépend de l'état paramagnétique ou antiferromagnétique des deux phases à la température T.

Le premier terme $\Delta G_{\text{FeMnX}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ du modèle correspond à la variation des enthalpies libres molaires des éléments dans chaque phase ainsi que des interactions entre éléments pendant la transformation :

$$\Delta G_{\text{FeMnX}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \sum_i x_i \Delta G_i^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \sum_{n,m} x_n x_m \Delta G_{nm}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \quad 1.9-4$$

$i, n, m = \text{Fe, Mn, Cu, Cr, Al, Si et Ti}$.

Pour réduire le nombre de paramètres, les termes d'interactions étant proportionnels aux concentrations des éléments considérés, nous nous sommes limités aux interactions entre le fer et le manganèse. Les interactions entre les autres éléments d'alliage sont négligées, du fait de leur faible concentration, excepté pour le silicium pour lequel les résultats expérimentaux montrent un couplage fort avec le fer

Selon le modèle des solutions sous-régulières de Redlich-Kister [1-43 Huang 89][1-49 Baruj et al. 96][1-50 Li & Hsu 97][1-51 Miettinen 01], les termes d'interaction peuvent se mettre sous la forme :

$$\Delta G_{\text{FeMn}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = (L^\varepsilon - L^\gamma) + (M^\varepsilon - M^\gamma)(x_{\text{Fe}} - x_{\text{Mn}}) \quad 1.9-5$$

où L et M sont des paramètres d'ajustement. L'expression générale du terme chimique des éléments en substitution s'écrit donc :

$$\Delta G_{\text{FeMnX}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \sum_i x_i \Delta G_i^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + x_{\text{Fe}} x_{\text{Mn}} [C + D(x_{\text{Fe}} - x_{\text{Mn}})] + x_{\text{Fe}} x_{\text{Si}} [E + F(x_{\text{Fe}} - x_{\text{Si}})] \quad 1.9-6$$

avec $\Delta G_i^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = A_i + B_i T$ pour $i = \text{Fe, Mn, Cu, Cr, Al, Si et Ti}$ et x_i la fraction molaire de l'élément i et T la température.

Le carbone en insertion est simplement introduit comme une perturbation de la solution solide CFC [1-50 Li & Hsu 97]. Une loi empirique reprise de [1-2 Allain 04] est utilisée pour modéliser l'effet croissant du carbone lorsque la quantité de manganèse augmente :

$$\Delta G_{\text{FeMnX/C}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \frac{a}{X_C} (1 - e^{-bx_C}) + cX_{\text{Mn}} \quad 1.9-7$$

Le terme magnétique est de la forme :

$$\Delta G_{\text{mag}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = G_m^\varepsilon - G_m^\gamma \quad 1.9-8$$

$$\text{avec } G_m^\varphi = RT \cdot \ln(1 + \beta^\varphi) \cdot f^\varphi \left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right) \quad \varphi = \gamma, \varepsilon \quad 1.9-9$$

où R est la constante de des gaz parfaits, β^φ le moment magnétique de la phase φ calculé par une loi de mélange (exprimé en μ_B , le magnéton de Bohr), T_N^φ la température de Néel de la phase φ , et f^φ une fonction polynomiale reprise par exemple par [1-50 Li & Hsu 97].

Cotes et al. [1-36 Cotes 95][1-52 Cotes et al. 98] ont proposé d'écrire β^γ de manière empirique :

$$\begin{aligned} \beta^\gamma &= \beta_{\text{Fe}}^\gamma X_{\text{Fe}} + \beta_{\text{Mn}}^\gamma X_{\text{Mn}} - \beta_{\text{FeMn}}^\gamma X_{\text{Fe}} X_{\text{Mn}} - \beta_{\text{FeMnX/C}}^\gamma X_C \\ \beta^\varepsilon &= \beta_{\text{Mn}}^\varepsilon X_{\text{Mn}} - \beta_{\text{FeMnX/C}}^\varepsilon X_C \end{aligned} \quad 1.9-10$$

avec β_{Fe} et β_{Mn} les termes valables pour les corps purs proposés par Huang [1-43 Huang 89] et β_{FeMn} le terme d'interaction, ajustable. Il a été pris égal à 0,64, valeur choisie par Allain dans son travail précédent. La fonction f^φ est définie par :

Si $\frac{T}{T_N^\varphi} \leq 1$ alors :

$$f^\varphi \left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right) = 1 - \frac{1}{D_{\text{mag}}} \left\{ \frac{79 \left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right)^{-1}}{140 p_{\text{mag}}} + \frac{474}{497} \left[\frac{1}{p_{\text{mag}}} - 1 \right] \left[\frac{\left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right)^3}{6} + \frac{\left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right)^9}{135} + \frac{\left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right)^{15}}{600} \right] \right\} \quad 1.9-11$$

$$\text{Si } \frac{T}{T_N^\phi} > 1 \text{ alors : } f^\phi \left(\frac{T}{T_N^\phi} \right) = -\frac{1}{D_{\text{mag}}} \left[\frac{\left(\frac{T}{T_N^\phi} \right)^{-5}}{10} + \frac{\left(\frac{T}{T_N^\phi} \right)^{-15}}{315} + \frac{\left(\frac{T}{T_N^\phi} \right)^{-25}}{1500} \right]$$

avec $p_{\text{mag}} = 0,28$ et $D_{\text{mag}} = 2,34$ pour les deux phases compactes γ et ε .

L'enthalpie libre de transformation augmente quand la température augmente. L'austénite est stable à haute température et la martensite ε est stable à basse température. Entre ces deux états, la transformation martensitique décrit une hystérèse due à une barrière enthalpique d'environ 100 J/mol [1-52 Cotes et al. 98] due à la création d'interfaces γ/ε . Allain a paramétré ces barrières et nous avons gardé ses paramètres : la transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$ se produit à la température E_s (ε -martensite start) quand $\Delta G_m^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = -100$ J/mol et la transformation $\varepsilon \rightarrow \gamma$ à la température A_s (austénite start) quand $\Delta G_m^{\varepsilon \rightarrow \gamma} = 80$ J/mol.

Les paramètres du modèle peuvent alors être ajustés sur les mesures de ces deux températures E_s et A_s pour différentes compositions de sorte à obtenir des enthalpies de transformation proches de ces valeurs théoriques (A_s : $\Delta G_m^{\varepsilon \rightarrow \gamma} = 80$ J/mol et E_s : $\Delta G_m^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = -100$ J/mol). Une large base de données est donc nécessaire pour inclure les différents éléments d'alliage au modèle : [1-6 Schumann 72][1-1 Rémy 75][1-47 Chen et al. 99][1-53 Ishida & Nishizawa 74][1-54 Baik et al. 97][1-55 Jun et al. 99][1-56 Jun & Choi 98][1-57 Lee et al. 97][1-58 Tomota et al. 98][1-59 Dai et al. 04][1-60 Jiang et al. 95]. Le tableau 1-1 indique les paramètres du modèle, ajustés sur ces données expérimentales par une méthode des moindres carrés.

Densité surfacique dans les plans {111}	$\rho = \frac{4}{a_\gamma^2 N\sqrt{3}}$	$2,94.10^{-5} \text{ m}^{-2}$		
Energie de l'interface γ/ϵ	$\sigma^{\gamma/\epsilon}$	8 mJ/m ²		
Paramètres liés à l'influence des éléments sur l'enthalpie libre de transformation	A _{Fe}	-2243	B _{Fe}	4,3
	A _{Mn}	-1000	B _{Mn}	1,123
	A _{Cu}	2273	B _{Cu}	0
	A _{Cr}	1370	B _{Cr}	-10
	A _{Al}	2800	B _{Al}	5
	A _{Si}	-560	B _{Si}	-8
	A _{Ti}	67904	B _{Ti}	-150
	C (FeMn)	2873		
	D (FeMn)	-717		
	E (FeSi)	2850		
F (FeSi)	3520			
Paramètres lié au carbone en insertion	a	1246		
	b	-24,29		
	c	-17175		
Paramètres magnétiques	β_{Fe}^γ	0,7	$\beta_{\text{FeMn}}^\gamma$	0,64
	β_{Mn}^γ	0,62	$\beta_{\text{FeMnX/C}}^\gamma$	4
	$\beta_{\text{Mn}}^\epsilon$	0,62	$\beta_{\text{FeMnX/C}}^\epsilon$	4

Tableau 1-1 Paramètres du modèle thermochimique de prévision de l'énergie de faute d'empilement ajusté sur les données expérimentales.

Le calcul de l'EFE donne une valeur de 22 mJ/m² pour la nuance Fe22Mn0,6C ce qui correspond à la valeur calculée par S. Allain. Sur la figure 1-18 est représentée l'influence de quelques pourcents d'éléments d'alliage (en %massique) sur une base Fe22Mn0,6C. Petrov [1-61 Petrov 03] a mesuré l'EFE par spectrométrie de perte d'énergie des électrons (EELS) et en a déduit l'influence du chrome sur l'EFE d'aciers FeMnCrC. On constate que ses mesures sont en bon accord avec les prédictions du modèle thermochimique d'EFE.

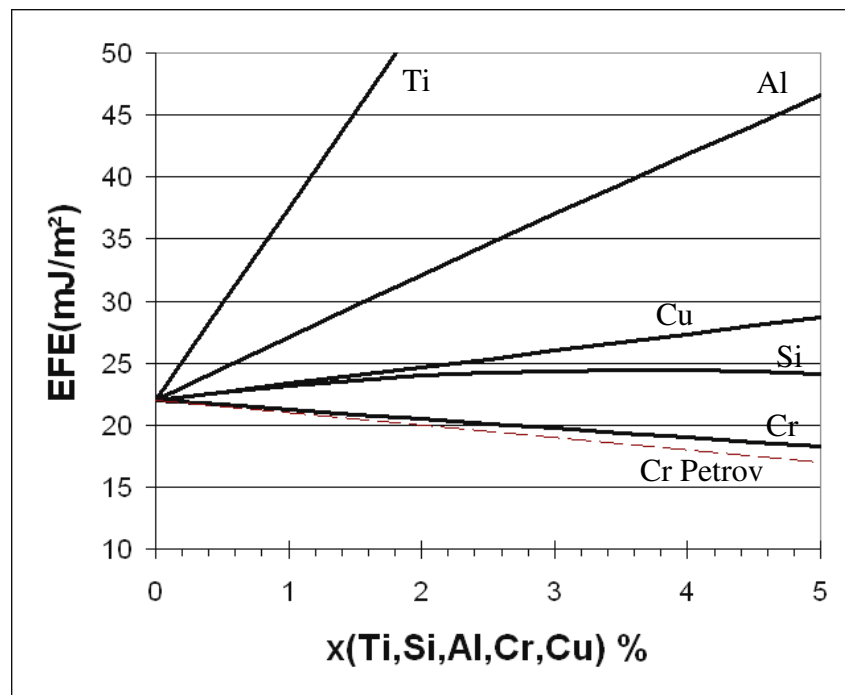


Figure 1-18 Influence de la teneur (massique) en éléments d'alliage sur l'EFE d'un acier quaternaire contenant 22%Mn et 0,6%C calculée par le modèle thermochimique.

1.10 Conclusion

Les aciers austénitiques FeMnC ont une faible EFE et sont métastables. Ils peuvent être le siège de transformations martensitiques thermiques au cours d'un refroidissement ou athermiques en cours de déformation. La nuance Fe22Mn0,6C est optimisée pour être 100% austénitique sans carbures et présentant une forte activité du maillage à température ambiante. La figure 1-19 présente une synthèse des propriétés mécaniques qui dépendent fortement de la température :

- les modes de déformation activés dépendent de l'EFE qui augmente avec la température,
- le glissement est fortement activé thermiquement en dessous de 0°C à cause du carbone, comme le montre l'évolution de limite d'élasticité.

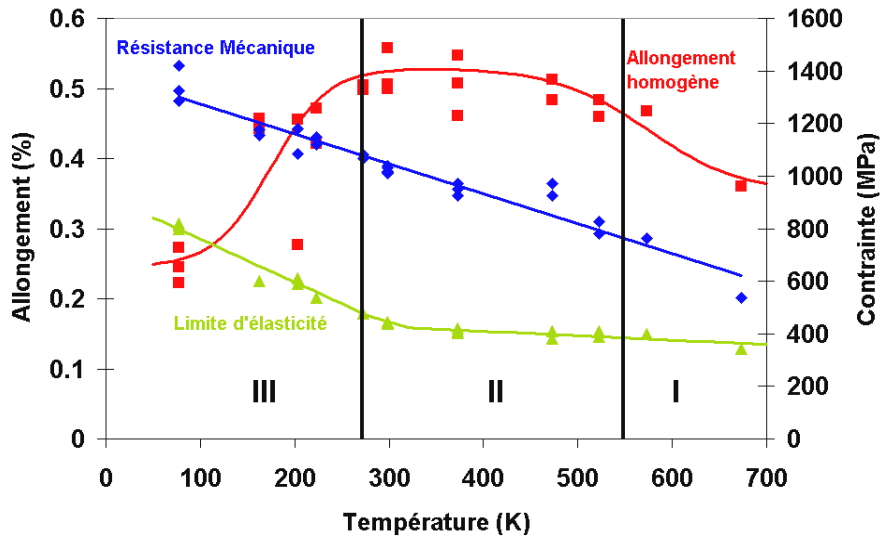


Figure 1-19 Evolution des caractéristiques mécaniques de l'acier Fe22Mn0,6C (taille de grains 3 µm). D'après [1-2 Allain 04]. Existence de 3 domaines distincts de température selon les mécanismes de déformation activés.

A haute température (domaine I), l'EFE est élevée et la déformation se produit par glissement seul. Le durcissement résulte des interactions entre dislocations parfaites. Le taux d'écroissage est relativement faible. A température ambiante (domaine II), l'EFE est proche de 20 mJ/m². L'activation séquentielle de deux systèmes de maclage selon une loi de Schmid réduit progressivement le libre parcours moyen des dislocations. Le durcissement qui en résulte par effet Hall et Petch dynamique s'ajoute à l'écroissage latent. Le taux d'écroissage est optimal, l'allongement maximal et la résistance mécanique élevée. L'EFE contrôle la cinétique de maclage, via la contrainte critique de formation des macles, et donc l'écroissage. A basse température (domaine III), lorsque l'EFE est environ inférieure à 18 mJ/m², la formation de martensite ϵ athermique se substitue au maclage et le glissement est difficile. Le coefficient d'écroissage est plus faible, l'allongement diminue et la résistance mécanique est maximale en raison de l'augmentation de la limite d'élasticité. La martensite ϵ est potentiellement fragilisante, mais cet effet ne peut être dissocié de la plus faible mobilité des dislocations pour expliquer la diminution d'allongement.

Ces aciers présentent une transformation antiferromagnétique/paramagnétique à la température de Néel qui induit une anomalie de modules élastiques. Pour la nuance Fe22Mn0,6C, $T_N \approx 50^\circ\text{C}$. En conséquence, son module d'Young vaut 160 GPa à température ambiante alors qu'un maximum de 185 GPa est atteint vers 100°C. A partir des données bibliographiques et de mesures réalisées sur des nuance au cuivre, nous avons proposé une

régression de T_N pour différentes compositions dans les systèmes quaternaires FeMnXC (X = Cu, Cr, Al et Si). Le modèle de prévision de l'EFE en fonction de la température et de la composition, développé précédemment pour FeMnC, a été étendu aux mêmes systèmes quaternaires (plus Ti) et paramétré grâce aux données sur les températures de transition E_s et A_s disponibles dans la littérature. Ces deux outils supplémentaires d'alloy design permettent d'anticiper l'influence qu'aura l'ajout de ces éléments d'alliages sur les propriétés mécaniques.

L'acier Fe22Mn0,6C propose le meilleur compromis allongement/résistance à température ambiante. Cependant, certaines propriétés mécaniques peuvent donc encore être améliorées, telles que la limite d'élasticité et le module d'Young. L'ajout d'éléments d'alliage offre un degré de liberté supplémentaire pour améliorer ces propriétés sans détériorer les propriétés plastiques, soit en solution solide, soit sous forme de précipités, soit par effet composite. Le chapitre suivant présente le travail réalisé dans le cas de l'ajout de cuivre en solution solide. Les deux modèles présentés ici sont utilisés pour relier les propriétés mécaniques aux propriétés physiques et aux microstructures observées.

1.11 Bibliographie

[1-1 Rémy 75]

Rémy L., *Thèse*, Université de Paris-Sud centre d'Orsay (1975)

[1-2 Allain 04]

Allain S., *Thèse*, Institut national polytechnique de Lorraine (2004)

[1-3 Bracke 07]

Bracke L., *Thèse*, Universiteit Gent (2007)

[1-4 Karaman 00-01]

Karaman I., Sehitoglu H., Gall K., Chumlyakov Y.I. & Maier H.J., *Acta Materialia*, **48** (2000) p1345-1359

Karaman I., Sehitoglu H., Beaudoin A.J., Chumlyakov Y.I., Maier H.J. & Tomé C.N., *Acta Materialia*, **48** (2000) p2031-2047

Karaman I., Sehitoglu H., Chumlyakov Y.I., Maier H.J. & Kireeva I.V., *Scripta Materialia*, **44** (2001) p337-343

[1-5 Vercammen et al. 02]

Vercammen S., De Cooman B.C., Akdut N., Blanpain B. & Wollants P., dans Proceedings of the 13th International Conference on Strength of Materials, Budapest, Hongrie (2002) p55-60

[1-6 Schumann 72]

Schumann V.H., *Neue Hütte*, **17** (1972) p 605-609

[1-7 Tomota et al. 87]

Tomota Y., Strum M. & Morris Jr J.W., *Metallurgical Transactions A*, **19** (1987) p1073-1081

[1-8 Allain et al. 08]

Allain S., Cugy P., Scott C., Chateau J.P., Rusinek A. & Deschamps A., *International Journal of Materials Research*, en cours de publication

[1-9 Dastur & Lesli 81]

Dastur Y.N. & Lesli W.C., *Metallurgical Transactions A*, **12** (1981) p749

[1-10 Scott & al. 05]

Scott C., Guelton N., Allain S. & Faral M., *Proceedings of MA&T '05, Pittsburgh (USA)* (2005)

[1-11 Friedel 64]

Friedel J., *Dislocations*, publié par Pergamon Press Ltd., Oxford, Angleterre, (1964)

[1-12 Byun 03]

Byun T.S., *Acta Materialia*, **51** (2003) p3063-3071

[1-13 Olson et Cohen 76]

Olson G. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **7** (1976) p1897-1904

[1-14 Fischer et al. 03]

Fisher F.D., Schaden T., Appel F. & Clemens H., *European Journal in Mechanics*, **22** (2003) p709-726

[1-15 Venables 64]

Venables J.A., Deformation Twinning in fcc Metals (1964) p77-116 dans l'ouvrage de reference: Déformation Twinning, Proceedings of a Metallurgical Society Conference, Gainesville, Floride, E.-U.A. (mars 1963), publié par Gordon and Breach Science, New-York, E.-U.A. (1964)

[1-16 Venables 74]

Venables J.A., *Philosophical Magazine A*, **30** (1974) p1165-1169

[1-17 Song & Gray 95]

Song S.G. & Gray III G.T., *Philosophical Magazine A*, **71** (1995) p661-670

[1-18 Weertman & Weertman 70]

Weertman J. & Weertman J.R., *Théorie Élémentaire des Dislocations*, publié par Masson & Cie, Paris, France (1970)

[1-19 Azzaz et al. 96]

Azzaz M., Michel J.P. & George A., *Philosophical Magazine A*, **73** (1996) p601-624

[1-20 Cohen & Weertman 63a]

Cohen J.B. & Weertman J., *Acta Metallurgica*, **11** (1963) p996-998

[1-21 Cohen & Weertman 63b]

Cohen J.B. & Weertman J., *Acta Metallurgica*, **11** (1963) p1368-1369

[1-22 Venables 63]

Venables J.A., *Acta Metallurgica*, **11** (1963) p1368

[1-23 Mori & Fujita 80]

Mori T. & Fujita H., *Acta Metallurgica*, **28** (1980) p771-776

[1-24 Fujita & Ueda 72]

Fujita H. & Ueda S., *Acta Metallurgica*, **20** (1972) p 759-767

[1-25 Christian & Mahajan 95a]

Christian J.W. & Mahajan S., *Progress in Materials Science*, **39** (1995) p63

[1-26 Christian & Mahajan 95b]

Christian J.W. & Mahajan S., *Progress in Materials Science*, **39** (1995) p78

[1-27 Meyers et al. 01]

Meyers M.A., Vöhringer O. & Lubarda V.A., *Acta Materialia*, **49** (2001) p4025-4039

[1-28 Bouaziz et al. 08]

Bouaziz O., Allain S. and Scott C., *Scripta Materialia*, **58**, Issue 6, (March 2008) p484-487

[1-29 Franciosi et al. 93]

Franciosi P., Tranchant F. & Vergnol J., *Acta Metallurgica et Materialia*, **41** (1993) p1543-1550

[1-30 Lubenets et al. 85]

Lubenets S.V., Starsev V.I. & Fomenko L.S., *Physic State solidii*, **95** (1985) p11-55

[1-31 Christian 69]

Christian J.W., The nucleation of mechanical twins and of martensite, *dans Physics of Strength an Plasticity*, Argon S. (Ed.), publié par the MIT Press, London, England, (1969) p85-95

[1-32 Cohen et al. 79]

Cohen M., Olson G.B. & Clapp P.C., *International Conference on Martensitic Transformation*, Cambridge Massachussets (1979) p1

[1-33 Lecroisey & Pineau 72]

Lecroisey F. & Pineau A., *Metallurgical Transactions A*, **3** (1972) p387-396

[1-34 Blanc 90]

Blanc G., Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques, dans : Les aciers inoxydables, Lacombe P., Barroux B. & Beranger G. (Eds.) publié par les Editions de Physique, Les Ulis, France (1990) p611-630

[1-35 Sipos et al. 75]

Sipos K., Rémy L. & Pineau A., *Scripta Metallurgica*, **9** (1975) p927-930

[1-36 Cotes 95]

Cotes S., Sade M. & Fernandez Guillermet A., *Metallurgical Transactions A*, **26** (1995) p1957-1969

[1-37 Allain et al. 04b]

Allain S., Chateau J.P., Bouaziz O., Migot S. & Guelton N., *Materials Science and Engineering A*, **15** (2004) p158-162

[1-38 Venables 62]

Venables J.A., *Philosophical Magazine A*, **7** (1962) p35-44

[1-39 Olson et Cohen 75]

Olson G. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **6** (1975) p791-795

[1-40 Stringfellow et al. 92]

Stringfellow R.G., Parks D.M. & Olson G.B., *Acta Metallurgica et Materialia*, **40** (1992) p1703-1716

[1-41 Tomita & Iwamoto 95]

Tomita Y. & Iwamoto T., *International Journal of Mechanical Sciences*, **37** (1995) p1295-1305

[1-42 Cadeville et al. 77]

Cadeville M.C., Friedt J.M. & Lerner C., *J. Phys. F: Metal Phys.* **7** (1977) p123–137
[1-43 Huang 89]
Huang W., *Calphad*, **3** (1989) p243-252
[1-44 Zhang et al. 2002]
Zhang Y.S., Lu X., Tian X., Qin Z., *Materials Science and Engineering A*, **334** (2002) p19-27
[1-45 Ishikawa & Endoh 68]
Ishikawa Y., Endoh Y., *Journal of Applied Physics*, **39** Issue 2 (1968) p1318-1319
[1-46 Wu & Hsu 00]
Wu X., Hsu T.Y., *Materials Characterization*, **45** (2000) p137-142
[1-47 Chen et al. 99]
Chen S., Chung C.Y., Yan C., Hsu T.Y., *Materials Science and Engineering A*, **264** (1999) p262-268
[1-48 Hirth 1970]
Hirth J.P., *Metallurgical Transactions A*, **1** (1970) 2367-2374
[1-49 Baruj et al. 96]
Baruj A., Cotes S., Sade M. & Fernandez Guillermet A., *Zeitschrift für Metalkunde*, **87** (1996) p756-772
[1-50 Li & Hsu 97]
Li L. & Hsu T.Y., *Calphad*, **21** (1997) 443-448
[1-51 Miettinen 01]
Miettinen M.A., *Calphad*, **25** (2001) p43-58
[1-52 Cotes et al. 98]
Cotes S., Fernandez Guillermet A. & Sade M., *Journal of alloys and compounds*, **278** (1998) p231-238
[1-53 Ishida & Nishizawa 74]
Ishida K. & Nishizawa T., *Materials Transactions JIM*, **15** (1974) p225-231
[1-54 Baik et al. 97]
Baik S.H., Kim J.C., Jee K.K., Shin M.S., Choi C.S., *ISIJ international*, **37** (1997) p519-522
[1-55 Jun et al. 99]
Jun J.H., Lee S.H., Lee Y.K., Choi C.S., *Materials Science and Engineering A*, **267** (1999) p145-150
[1-56 Jun & Choi 98]
Jun J.H & Choi C.S., *Materials Science and Engineering A*, **257** (1998) p353-356
[1-57 Lee et al. 97]
Lee Y.K., Jun J.H., Choi C.S., *ISIJ international*, **37** (1997) p1023-1030

[1-58 Tomota et al. 98]

Tomota Y., Morioka Y., Nakagawara W., *Acta Materialia*, **46** (1998) p1419-1426

[1-59 Dai et al. 04]

Dai Q.X., Cheng X.N., Zhao Y.T., Luo X.M., Yuan Z.Z., *Materials Characterization*, **52** (2004) p349–354

[1-60 Jiang et al. 95]

Jiang (Jiang Bohong) B.H., Limin Sun, Ruchun Li and. Hsu (Xu Zuyao) T.Y, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **33**, (1995) p63-68

[1-61 Petrov 03]

Petrov Y.N., *Z. Metallkd.*, **94** (2003) p1012

Chapitre 2

Influence de l'ajout de cuivre sur les propriétés physiques du FeMnC

2 Influence de l'ajout de cuivre sur les propriétés physiques du FeMnC

2.1 Introduction

Nous avons vu au chapitre 1 que les excellentes propriétés mécaniques des aciers FeMnC en traction étaient dues à un fort taux d'écrouissage provoqué par l'activation séquentielle de deux systèmes de maclage. L'EFE est le paramètre qui influence au premier ordre la cinétique de maclage. D'autre part, les modules élastiques chutent en dessous de la température de Néel. A température ambiante, la nuance Fe22Mn0,6C a un comportement plastique optimal, contrairement à son module d'Young qui est faible par rapport celui des aciers ferritiques. Il est possible de modifier les propriétés mécaniques de ces aciers en ajoutant certains éléments en solution solide, susceptibles de jouer sur ces deux paramètres. Dans une démarche d'alloy design, il est nécessaire de prévoir l'influence de ces éléments d'addition. Des modèles de prévision de l'EFE et de T_N développés pour différents éléments d'addition (Cu, Cr, Al, Si et Ti) ont été présentés.

Nous étudions ici l'influence de l'ajout de cuivre sur les propriétés mécaniques, en relation avec ces modèles. Le cuivre a été choisi parce qu'il est actuellement un polluant dans les aciers recyclés par l'industrie automobile. Il est responsable d'un phénomène fragilisant aux joints de grains, appelé faïençage, qui apparaît au laminage à chaud, notamment dans les aciers ferritiques. Disposer de nouvelles nuances d'acier dans lesquelles le cuivre est un élément d'alliage, dont on maîtrise les apports, serait un atout important en terme de maîtrise des cycles de vie et de recyclage.

Ce chapitre présente le travail réalisé sur 10 nuances à teneurs en manganèse, carbone et cuivre variable. Le choix des compositions étudiées et les microstructures obtenues avant déformation sont présentées dans un premier temps. L'EFE et T_N sont estimées ou mesurées pour chaque nuance. Les propriétés mécaniques sont ensuite caractérisées en traction et par des mesures du module d'Young. Les résultats sont discutés en s'appuyant sur le modèle de prévision de l'EFE, de l'identification des phases en présence et des propriétés magnétiques. Enfin, nous présentons différents traitements thermiques réalisés dans le but de faire précipiter le cuivre dans l'austénite, afin d'augmenter la limite d'élasticité par durcissement structural si

possible. Cette étude a été menée en collaboration avec les personnes responsables de l'étude sur les aciers FeMnCuC à Arcelormittal : Olivier Bouaziz et Mohamed Gouné.

2.2 Choix des compositions

Les compositions visées ont été choisies dans l'objectif premier de paramétrer le modèle d'énergie de faute d'empilement qui a été présenté au chapitre précédent. La littérature ne fournissant que très peu de données sur le quaternaire FeMnCuC, les teneurs en manganèse, cuivre et carbone sont variables pour notre étude. Comme nous le verrons, les nuances ont été choisies en prenant en compte l'effet gammagène du cuivre, permettant de réduire la teneur en manganèse ou la teneur en carbone. L'objectif est de garder un alliage complètement austénitique après laminage à chaud. La notation utilisée dans la suite du chapitre est la suivante : %Mn-%C-%Cu (massique), par exemple 22-0,6-3 désigne la nuance contenant 22% de manganèse, 0,6% de carbone et 3% de cuivre et le complément en fer. La nuance de référence à Fe22Mn0,6C sera notée 22-0,6.

2.2.1 Compositions visées

Les différentes compositions visées contenant du cuivre sont reportées sur le diagramme de Schumann (figure 2-1). Les points ont été reportés à titre indicatif sans tenir compte de la teneur en cuivre, sachant que son effet gammagène devrait avoir pour effet de déplacer vers le bas les droites définissant les différents domaines de stabilité (effet analogue à une augmentation de manganèse en substitution).

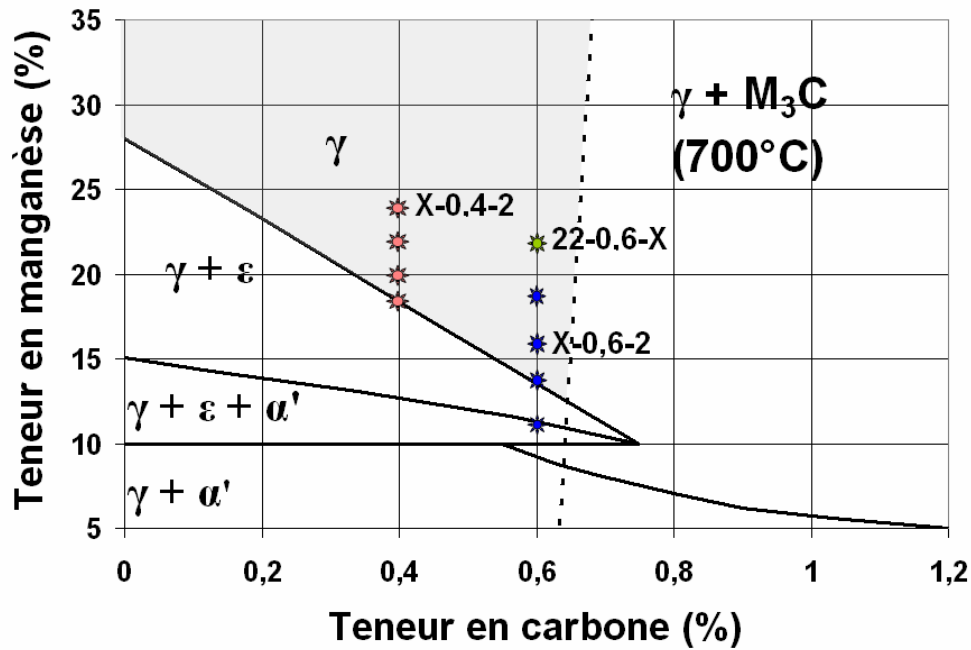


Figure 2-1 Diagramme des phases présentes après trempe, en fonction des teneurs en Mn et C (d'après [2-1 Schumann 72]). Les teneurs en manganèse et carbone visées dans les nuances contenant du cuivre sont indiquées.

- La série 22-0,6-X est la première série de nuances élaborées par simple ajout de 0, 1,5 et 2,8% de cuivre dans la nuance de référence 22-0,6. Cette nuance est assez éloignée du domaine de mélange des phases austénite γ et martensite ε , le cuivre gammagène accentuant cet écart. Une étude préliminaire en dilatométrie n'a pas permis de déterminer les températures de début de transformation de l'austénite en martensite ε (E_s) ni de la transformation inverse (A_s) [2-2 Meyer 04]. Cet échec a été attribué à une trop grande stabilité de l'austénite pour cette nuance. C'est pourquoi des nuances à teneurs plus faibles en éléments gammagènes (Mn et C) ont été réalisées afin de faire remonter E_s dans la plage de température étudiée en dilatométrie : jusqu'à -196°C , la température d'ébullition de l'azote liquide.
- La série X-0,6-2 est une série de nuances de compositions visées 12, 14, 16 et 18% de manganèse, 0,6% de carbone et 2% de cuivre. Les deux nuances à plus faibles teneurs en manganèse sont dans le domaine de stabilité de la martensite, ceci afin d'anticiper l'effet gammagène du cuivre.
- La série X-0,4-2 est une série de nuances de compositions visées 18, 20, 22 et 24% de manganèse, 0,4% de carbone et 2% de cuivre. Cette série de nuances plus pauvres en

carbone a été élaborée d'une part pour pouvoir paramétrer l'effet du carbone dans le modèle de prévision de l'EFE et d'autre part afin d'éviter la formation de carbures durant les recuits de précipitation envisagés, les nuances X-0,6-2 étant proches du domaine de précipitation de la cémentite à 700°C. Les teneurs en manganèse sont plus élevées pour rester dans le domaine austénitique du diagramme de Schumann.

Les échantillons des séries X-0,6-2 et X-0,4-2 étudiés sont bruts de laminage à chaud (LAC) avec une température de fin de laminage supérieure à 930°C. L'un des points délicats fréquemment rencontré dans les aciers contenant du cuivre en solution est le faïençage. Il s'agit d'un mécanisme d'oxydation préférentiel du fer et du manganèse du fait que le cuivre est un métal plus noble. A la surface de la tôle, pendant le laminage à chaud, le cuivre ne s'oxyde pas, se liquéfie et pénètre aux joints de grain, induisant ainsi une grande fragilité intergranulaire après refroidissement. Aucun faïençage n'a toutefois été observé pour les compositions étudiées car le manganèse augmente la solubilité du cuivre dans l'austénite.

2.2.2 Analyses chimiques

L'analyse chimique a été réalisée par spectroscopie d'émission optique (S.E.O.) sur les deux séries X-0,6-2 et X-0,4-2 afin de valider les compositions des coulées synthétiques de l'étude, réalisées sur four VIM (Vaccum Induction Melting) sous flux d'argon. Le résultat est présenté tableau 2-1. La teneur en cuivre est bien de 2% massique environ pour tous les échantillons. Les teneurs en manganèse sont en revanche plus faibles que celles visées. Pour la série à 0,6% de carbone visé, les teneurs sont plus faibles de 0,57 à 0,5% C. Pour les nuances X-0,4-2, les 0,4% de carbone visés sont atteints.

	Mn (%)	C (%)	Cu (%)
10-0,6-2	9,80	0,57	1,93
13-0,6-2	12,7	0,55	1,90
16-0,6-2	15,6	0,53	1,89
18-0,6-2	18,2	0,51	1,82
18-0,4-2	18,0	0,40	1,98
20-0,4-2	19,8	0,40	1,94
21-0,4-2	21,3	0,38	1,91
23-0,4-2	22,8	0,37	1,85

Tableau 2-1 Analyse chimique S.E.O. des nuances X-0,6-2 et X-0,4-2 (% massique).

Sur la figure 2-2, les compositions réelles ont été reportées dans le diagramme de Schumann des mécanismes de déformation activés en fonction des teneurs en manganèse et en carbone. En l'absence de cuivre, toutes les nuances seraient dans le domaine de transformation en martensite ϵ athermique au cours de la déformation. Les nuances 10-0,6-2 et 13-0,6-2 sont susceptibles de contenir de la martensite α' . A moins d'un effet gammagène très fort du cuivre, les échantillons risquent de ne pas être dans le domaine où se produit le maillage.

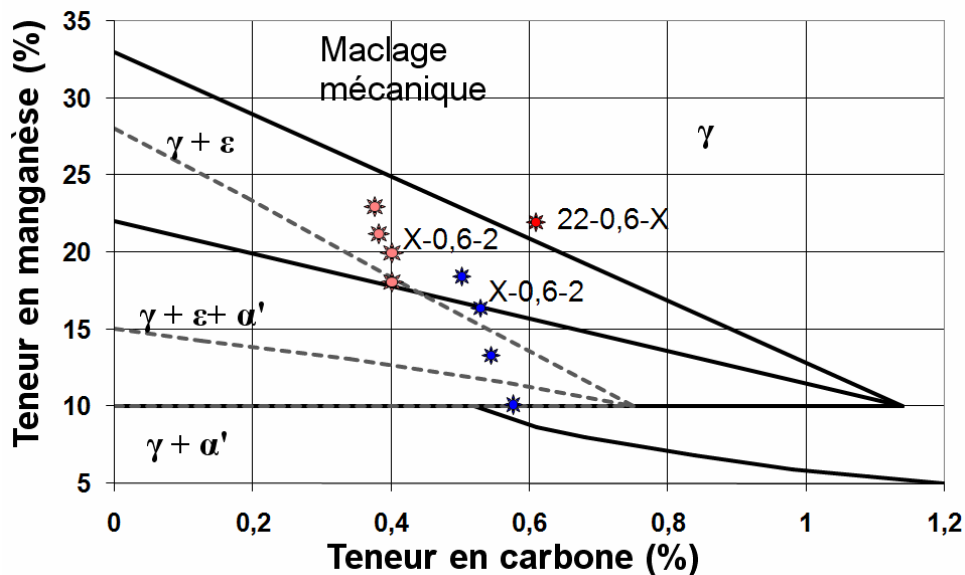


Figure 2-2 Situation des nuances dans le diagramme d'existence des phases et du maillage après trempe puis déformation dans le système FeMnC (d'après [2-1 Schumann 72]). Les domaines des phases présentes après trempe de la figure 2-1 sont rappelés en pointillés.

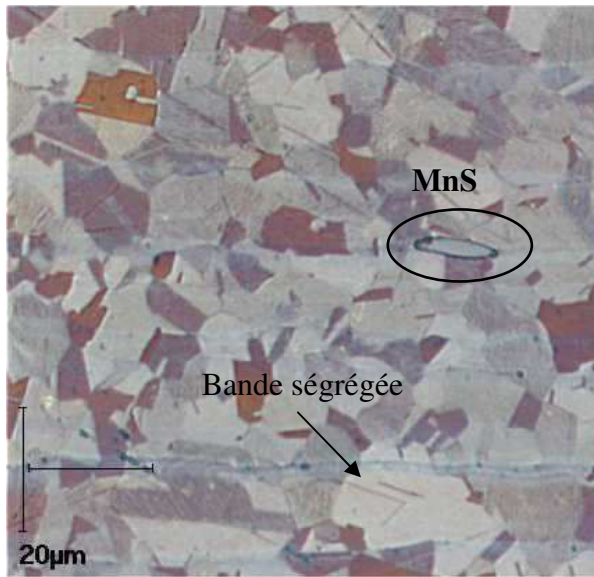
Les compositions couvrent un large domaine, ce qui implique des variations de microstructures, d'EFE et donc de modes de déformation, qui ont un impact direct sur les

propriétés mécaniques. L'estimation de l'influence de l'ajout de 2% de cuivre sur la stabilité des phases avant et après déformation (donc sur les diagrammes de Schumann) sera alors possible.

2.2.3 Caractérisation de la microstructure avant déformation

2.2.3.1 Métallographie

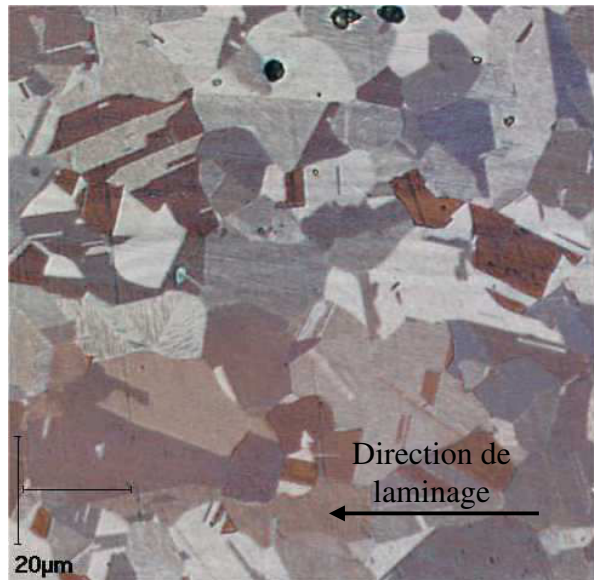
La figure 2-3 présente les micrographies optiques réalisées sur la série X-0,6-2 après préparation de la surface en 3 étapes : polissage mécanique jusqu'au grain 1200 (SiC), polissage diamant 6, 3 puis 1 μm et attaque chimique au Nital 2% pendant 5 à 10 secondes. La direction de laminage est horizontale sur ces micrographies. En sortie de laminage à chaud, les échantillons semblent recristallisés. La taille de grains recristallisés a été mesurée par procédure planimétrique [2-3 ASTM], procédure adaptée pour des morphologies équiaxes telles que celles observées. La méthode consiste à compter le nombre de grains placés dans un cercle de rayon donné puis d'en déduire la taille de grain. Les macles de recuit sont comptabilisées conventionnellement comme des grains. La mesure a été effectuée pour plus de 50 grains par cercle mesuré, ce que préconise la méthode. La taille de grains est d'environ 6 μm pour les nuances à 10, 13 et 18%Mn et de 8 μm pour la nuance à 16%Mn. On remarque sur la figure 2-3a la présence de gros précipités MnS allongés dans la direction de laminage à chaud. Ces précipités sont présents en faible quantité sur chacune des nuances observées. Le problème de rupture prématurée provoqué par la présence de précipités de MnS est récurrent dans les alliages Fe-Mn et a déjà été observé par Tomota et al. [2-4 Tomota et al. 87].



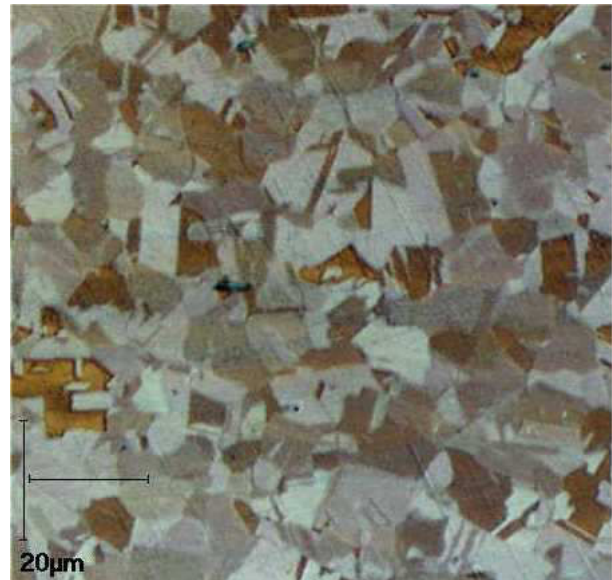
(a) 10-0,6-2 (6,1µm)



(b) 13-0,6-2 (6,6 µm)



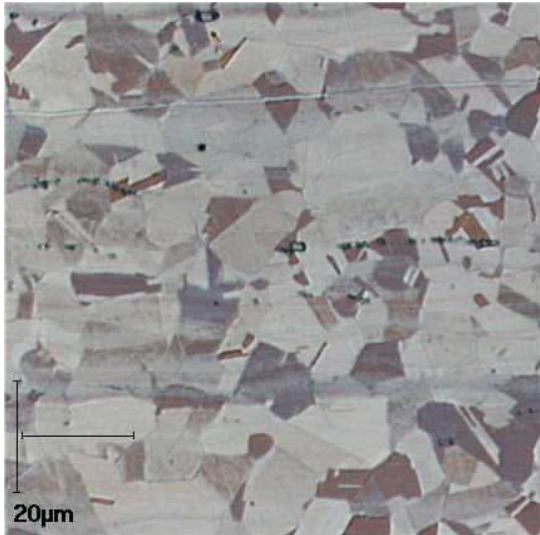
(c) 16-0,6-2 (7,8µm)



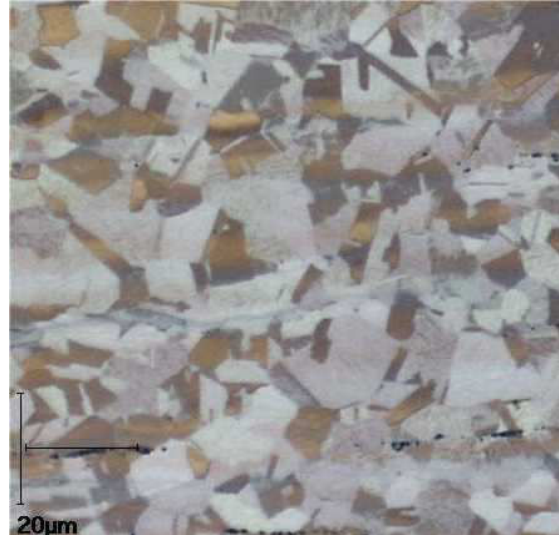
(d) 18-0,6-2 (6 µm)

Figure 2-3 Microscopie optique en mode Nomarsky après polissage et attaque au Nital des échantillons X-0,6-2. Les tailles de grains recristallisés suite au LAC mesurées sont indiquées entre parenthèses.

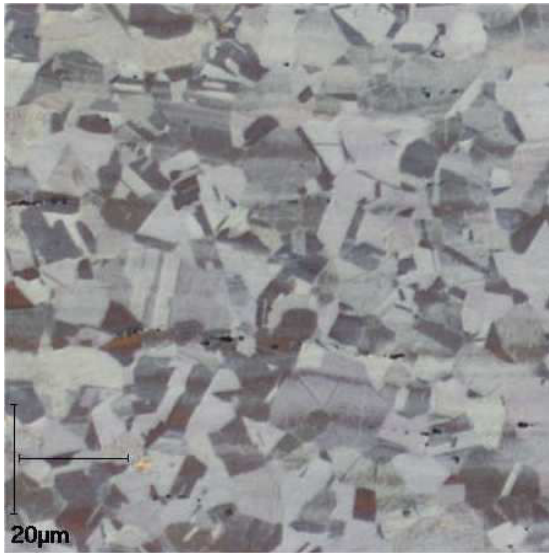
Comme pour la nuance X-0,6-2, les échantillons de la série X-0,4-2 à 0,4% de carbone semblent entièrement recristallisés (figure 2-4). La taille de grains est d'environ 6 µm pour toutes les nuances. La nuance 23-0,4-2, à plus forte teneur en manganèse, présente une forte ségrégation, visible sur la micrographie sous forme de lignes noires horizontales.



(a) 18-0,4-2 (5,9 μm)



(b) 20-0,4-2 (5,9 μm)



(c) 21-0,4-2 (6,2 μm)



(d) 23-0,4-2 (6,3 μm)

Figure 2-4 Microscopie optique en mode Nomarsky après polissage et attaque au Nital des échantillons X-0,4-2. Les tailles de grains recristallisés suite au LAC mesurées sont indiquées entre parenthèses.

2.2.3.2 Spectrométrie RX

Nous avons mené une étude détaillée des phases en présence sur les échantillons de la série X-0,6-2 par spectrométrie RX afin de détecter si possible les deux types de martensite susceptibles d'être présents sur ces nuances.

La caractérisation des phases présentes dans les échantillons de la série X-0,6-2 non déformés a été réalisée grâce à un diffractomètre (θ , 2θ), 2θ variant de 14 à 125°. Le rayon

incident provient d'une électrode de cobalt caractérisée par un rayonnement $K_{\alpha 1} = 1.78919 \text{ \AA}$. Les échantillons de taille $10 \times 10 \text{ mm}^2$ sont polis mécaniquement jusqu'au grain 1000.

Le tableau 2-2 présente les distances inter-réticulaires diffractantes de plus bas indices pour les structures des phases susceptibles d'apparaître : austénite γ (CFC), martensite ϵ (HC), martensite α' (quadratique centré proche de la structure cubique centré CC). La martensite α' ayant un paramètre de maille variant entre 0,286 et 0,3 nm en fonction de la teneur en carbone, les distances inter-réticulaires sont données pour ces deux valeurs du paramètre de maille.

Structure cfc avec $a = 0,3605 \text{ nm}$		Structure hc avec $a = 0,2538 \text{ nm}$ et $c = 0,4080 \text{ nm}$		Structure cc		
Plans (hkl)	Distance inter- réticulaire (nm)	Plans (hkil)	Distance inter- réticulaire (nm)	Plans (hkl)	$a = 0,286 \text{ nm}$ Distance inter- réticulaire (nm)	$a = 0,3 \text{ nm}$ Distance inter- réticulaire (nm)
(111)	0,208	(10-10)	0,220	(110)	0,202	0,212
(200)	0,180	(0002)	0,204	(200)	0,143	0,150
(220)	0,127	(10-11)	0,193	(211)	0,117	0,122
(311)	0,108	(10-12)	0,150	(220)	0,101	0,106
(222)	0,104	(11-20)	0,127	(222)	0,082	0,086
(400)	0,090	(11-21)	0,121	(310)	0,090	0,095

Tableau 2-2 Tableau récapitulatif des plus grandes distances inter-réticulaires diffractantes pour les structures cristallographiques cfc, hc, et cc. Les paramètres de maille sont donnés en en-tête. Les distances spécifiques des structures cfc et hc sont surlignées en gris.

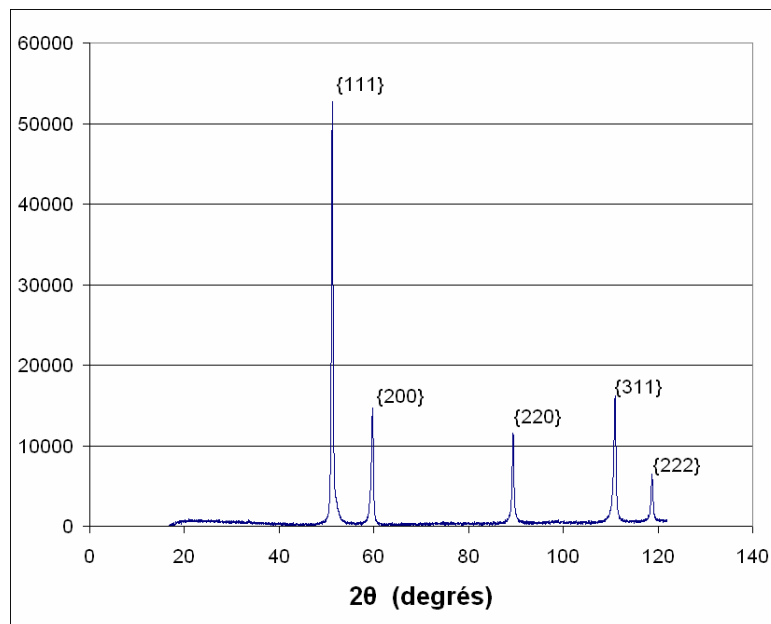


Figure 2-5 Spectre de diffraction (θ , 2θ) de l'échantillon 10-0,6-2 brut de laminage à chaud.

Les spectres obtenus pour les quatre nuances sont équivalents à celui présenté figure 2-5 pour la nuance 10-0,6-2 ; l'indexation des pics de diffraction montre que l'échantillon est uniquement composé d'austénite et ne présente pas de pics secondaires. Les résultats confirment le travail de métallographie qui montrait une structure parfaitement recristallisée. La présence du cuivre stabilise donc bien l'austénite en décalant les domaines du diagramme de Schumann de la figure 2-1 vers le bas. L'influence du cuivre sur l'état physique du matériau sera étudiée dans la suite.

2.3 Influence du cuivre sur la Température de Néel

Comme expliqué dans le chapitre bibliographique, la température de Néel (T_N) est la température de transition entre l'état antiferromagnétique à basse température et l'état paramagnétique à haute température. L'état magnétique de chaque phase à une température donnée a une influence sur les énergies de transformation de phase. Ceci est particulièrement visible pour les aciers étudiés car la température de Néel de l'austénite est proche de la température ambiante. Des expériences réalisées sur les échantillons FeMnCuC nous ont permis de paramétrer le modèle de prévision de la température de Néel pour l'austénite.

2.3.1 Mesure de susceptibilité magnétique

Des essais de susceptibilité magnétique ont été réalisés pour déterminer T_N . Un susceptomètre de type SQUID a été utilisé. Les échantillons polis grossièrement ont une dimension de 10 x 5 x 2,5 mm et sont insérés dans une paille au centre du champ magnétique. Le susceptomètre soumet l'échantillon à un champ magnétique et détecte les variations de ce champ causées par le matériau, à différentes températures. En partant de 350 K (77°C), le matériau est refroidi jusqu'à la température de l'hélium liquide, 4 K (-269°C). La mesure est faite à intervalles de 2 °C et après stabilisation en température.

La figure 2-6 présente l'aspect caractéristique des courbes obtenues pour chacune des nuances (moment magnétique en fonction de la température). Au dessus de la température de Néel, le matériau est paramagnétique (l'état magnétique le plus désordonné) et le moment magnétique varie lentement avec la température. En dessous de T_N , dans l'état anti-

ferromagnétique, le moment magnétique augmente avec la température. La température de Néel correspond à un maximum du moment magnétique [1-44 Zhang et al. 2002].

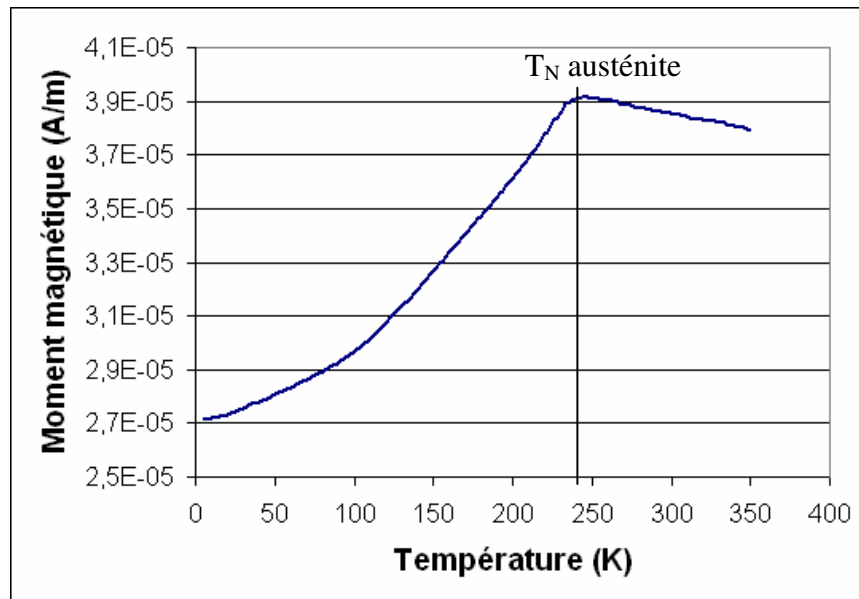


Figure 2-6 Mesure de susceptibilité magnétique en fonction de la température sur la nuance 16-0,6-2. Le maximum de moment magnétique est obtenu à T_N .

Les résultats obtenus sont présentés tableau 2-3 et figure 2-7. Ce sont ces résultats qui ont servi à l'ajustement des paramètres liés au cuivre dans la loi de prédiction de T_N présentée au chapitre 1 et qui ont été reportés sur la figure 1-16. Le cuivre et le manganèse ont des effets opposés sur la température de Néel : l'ajout de cuivre diminue T_N tandis que le manganèse l'augmente.

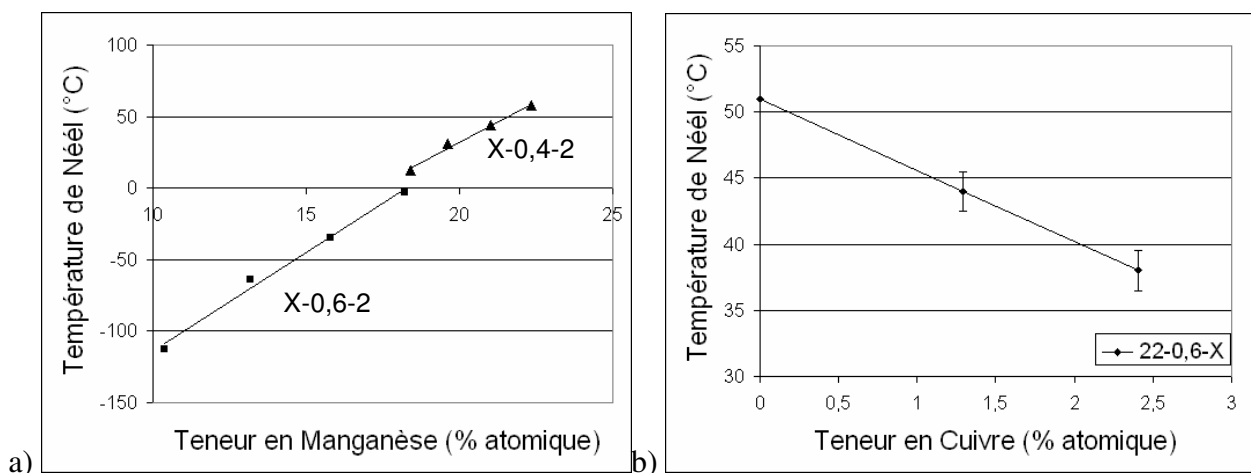


Figure 2-7 Influence sur la température de Néel de a) la teneur en manganèse des séries X-0,6-2 et X-0,4-2 et b) la teneur en cuivre de la série 22-0,6-X.

	Composition (% atomique)				T _N Exp (K)
	Fe	Mn	C	Cu	
10-0,6-2	85,1	10,4	2,8	1,7	160
13-0,6-2	82,4	13,2	2,7	1,7	209
16-0,6-2	79,9	15,8	2,6	1,7	238
18-0,6-2	77,6	18,2	2,4	1,7	270
18-0,4-2	77,9	18,4	2,0	1,7	285
20-0,4-2	76,8	19,6	1,8	1,7	304
21-0,4-2	75,5	21,0	1,8	1,7	317
23-0,4-2	74,2	22,3	1,7	1,7	331
22-0,6	75,5	21,8	2,7	0	324
22-0,6-1,6	74,1	21,8	2,7	1,3	317
22-0,6-2,8	72,7	22,2	2,7	2,4	311

Tableau 2-3 Température de Néel mesurée par susceptométrie magnétique pour les nuances X-0,6-2 et X-0,4-2 et par DMTA pour 22-0,6-X [2-2 Meyer 04] (les compositions en % atomiques sont rappelées).

2.4 Mesures du module d'élasticité

On observe la présence d'un pic de modules élastiques environ 50°C au dessus de la température de Néel. En conséquence la nuance de référence 22-0,6 a un module d'Young relativement faible à température ambiante : 160 GPa. La température de Néel de nos nuances au cuivre variant de -113°C à 58°C selon la composition, il est donc envisageable que ce pic de module soit situé à la température ambiante pour certaines d'entre elles.

Des mesures de module d'élasticité ont été effectuées sur un appareil de DMTA (Differential Mechanical Thermal Analysis) de type Netzsch 242C. L'appareil sollicite en flexion une lamelle du matériau étudié encastrée à une extrémité. Il enregistre pour différentes fréquences de sollicitation les parties réelles et imaginaires de la réponse élastique en fonction de la température. Les échantillons sont découpés puis polis pour atteindre une forme de lamelle à faces parallèles de taille 1x5x28 mm³. La procédure est la même que celle utilisée par S. Allain dont le travail sur le sujet a été présenté en bibliographie. Les fréquences utilisées sont de 0,5, 1 et 10 Hz. La vitesse de refroidissement et de chauffage est de 2 K/mn. Toutes les nuances présentées sont à l'état brut de laminage à chaud. Le cycle thermique choisi est le suivant :

- chauffage depuis la température ambiante jusqu'à 400°C,
- refroidissement lent par azote liquide jusqu'à -150°C,

- chauffage jusqu'à 100°C,
- refroidissement jusqu'à -150°C,
- chauffage jusqu'à la température ambiante.

Le résultat de la mesure des parties réelles est donné sur la figure 2-8. Les variations de module s'avérant être les mêmes quelle que soit la fréquence utilisée, nous avons choisi arbitrairement la fréquence 1 Hz pour représenter nos résultats. Le fait que la variation de module ne soit pas sensible à la fréquence signifie que la réponse est purement élastique : le matériau ne présente pas de relaxations internes (comme les polymères par exemple). On observe bien une chute de module d'Young à la transition magnétique quelles que soient les nuances étudiées.

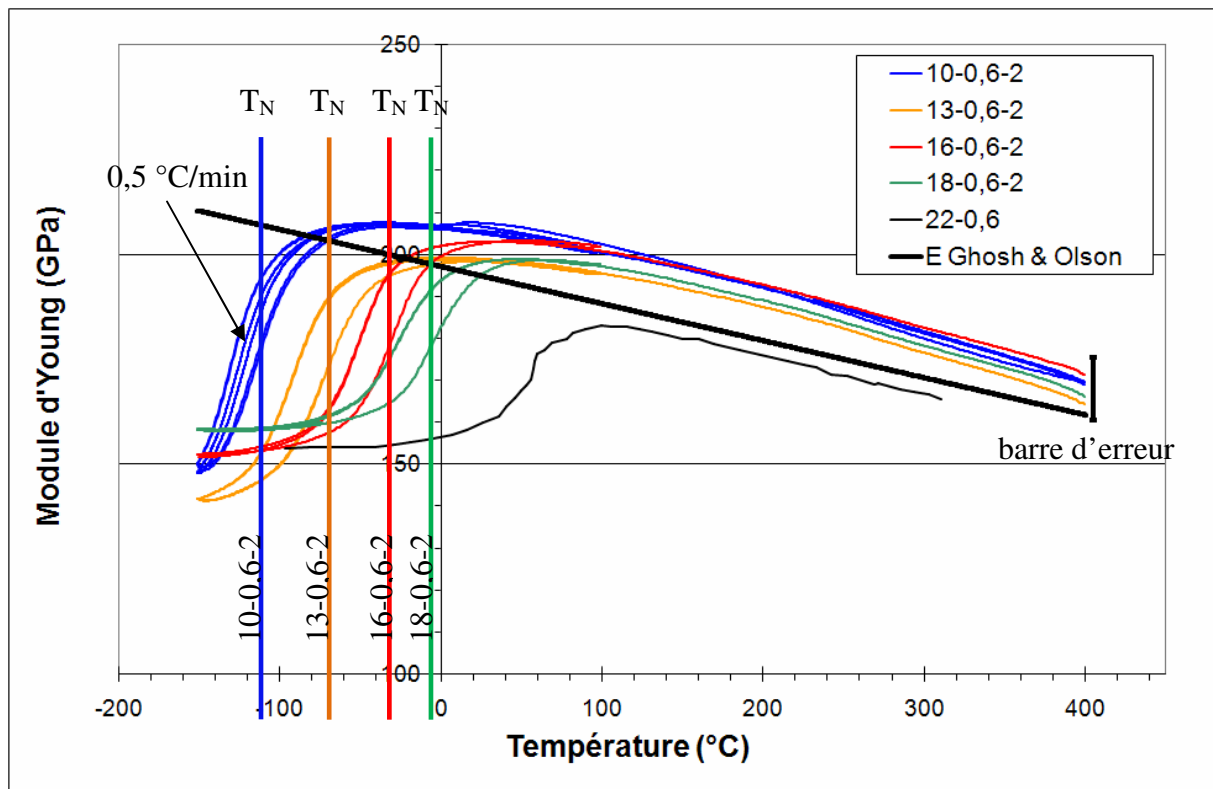


Figure 2-8 Variation relative du module d'Young des nuances X-0,6-2 et 22-0,6 en fonction de la température, mesurée par DMTA et ajustés en valeur absolue sur la mesure effectuée par ultrasons à température ambiante. Le modèle empirique de Ghosh & Olson pour la nuance 22-0,6 paramagnétique est reporté, ainsi que les températures de Néel de chaque nuance mesurées précédemment. La barre d'erreur de la mesure par ultrasons est de 15 GPa.

Les mesures de DMTA présentent une hystérèse reproductible du module d'Young entre le chauffage et le refroidissement de l'échantillon. Afin de montrer que cette hystérèse

est due à la cinétique du cycle thermique, la mesure a été effectuée une deuxième fois sur l'échantillon 10-0,6-2 à une vitesse de 0,5 K/mn plus lente. On constate que l'hystérèse associée est moins large, ce qui prouve que celle-ci est liée au temps nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique. Cette hystérèse est donc la conséquence de l'écart entre le lieu de la mesure en température et l'échantillon. En effectuant un essai quasi-statique à plus faible vitesse de refroidissement et de chauffage, l'hystérèse disparaîtrait.

La mesure par DMTA ne donne pas des valeurs absolues suffisamment précises du fait de sa trop grande sensibilité à la mesure de l'épaisseur de l'échantillon, mais la méthode est bonne pour décrire les variations relatives du module en fonction de la température. Afin de comparer les différentes nuances, des mesures complémentaires par ultrasons à température ambiante ont été effectuées avec l'aide de S. Testu au laboratoire de l'EEIGM (INPL). La mesure utilise un transducteur piézo-électrique émettant des ondes ultrasoniques de composante longitudinale ou transversale. On applique cet émetteur/récepteur sur une face de l'échantillon en établissant un contact à l'aide d'un fluide visqueux.

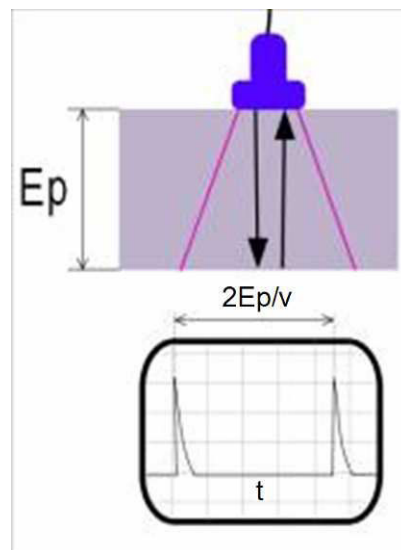


Figure 2-9 Schéma d'une expérience de mesure des vitesses de propagation des ondes sonores dans un matériau d'épaisseur E_p . L'émetteur/récepteur piézo-électrique mesure le temps entre l'émission de l'onde et sa réception après réflexion sur la face opposée.

La mesure de la vitesse de propagation des ondes dans le matériau se fait en connaissant l'épaisseur et en mesurant l'intervalle de temps entre deux échos créés par la réflexion de l'onde sur la face opposée à l'émetteur (figure 2-9). Les modules élastiques

peuvent alors se déduire des vitesses de propagation des ondes longitudinales V_l (m/s) et transversales V_t (m/s) et de la densité ρ_γ :

$$E = \frac{\rho_\gamma V_t^2 (3V_l^2 - 4V_t^2)}{(V_l^2 - V_t^2)} \text{ le module d'Young,}$$

$$\mu = \rho_\gamma V_t^2 \text{ le module de cisaillement,}$$

$$\text{et } \nu = \frac{0,5(V_l^2 - 2V_t^2)}{(V_l^2 - V_t^2)} \text{ le coefficient de poisson.}$$

La densité est calculée à partir du paramètre de maille de l'austénite FeMnC (qui dépend peu de la composition [2-6 Ono et al. 98][1-2 Allain 04]) et du poids atomique d'une solution solide 22-0,6 ce qui correspond à 22% atomiques de manganèse, 2,7% atomiques de carbone et le complément en fer : $\rho_\gamma = 7,91 \text{ kg/m}^3$.

Cette méthode est moins sensible à la mesure de l'épaisseur de l'échantillon : les modules sont ici proportionnels à l'épaisseur alors que la mesure par DMTA dépend du cube de l'épaisseur. Le tableau 2-4 présente le résultat des mesures par ultrasons pour les nuances des séries X-0,6-2 et X-0,4-2 ainsi que pour la nuance 22-0,6 brut de laminage à chaud. Ces valeurs mesurées à la température ambiante ont été utilisées pour ajuster grâce à un facteur multiplicatif les mesures par DMTA de la figure 2-8.

	E (GPa)	μ (GPa)	ν
10-0,6-2	205	80	0,27
13-0,6-2	199	78	0,28
16-0,6-2	203	80	0,27
18-0,6-2	198	79	0,26
18-0,4-2	198	78	0,27
20-0,4-2	179	70	0,28
21-0,4-2	170	66	0,29
23-0,4-2	171	66	0,29
22-0,6	160	59	0,35

Tableau 2-4 Mesures des constantes élastiques par méthode ultrasons. E : module d'Young, μ : module de cisaillement et ν : coefficient de Poisson.

Nous observons une dispersion des valeurs du module d'Young des échantillons dans le domaine paramagnétiques à haute température sur la figure 2-8. Les tôles utilisées pour la mesure par ultrasons sont de faible épaisseur ($\approx 2,5 \text{ mm}$) et la précision du palmer utilisé étant de $0,01 \text{ mm}$, le calcul de marge d'erreur donne 15 GPa . La dispersion peut donc provenir de l'erreur sur la mesure mais aussi de l'influence de la composition sur le module élastique, qui

peut également expliquer la plus faible valeur du module d'Young pour la nuance 22-0,6. Les aciers austénitiques paramagnétiques suivent, d'après Ghosh & Olson [2-8 Ghosh & Olson 02] une loi linéaire du module élastique en température dépendant de la composition qui est reportée sur la figure 2-8 pour la nuance 22-0,6. Au dessus de 100°C, les mesures par DMTA présentent bien la même dépendance en température que le modèle de Ghosh et Olson.

Le décalage de T_N vers les températures négatives a un effet bénéfique sur le module d'Young est bénéfique : les nuances de la série X-0,6-2 ont un module d'Young d'environ 200 GPa à température ambiante, au lieu de 160 GPa pour la nuance 22-0,6, soit un gain d'environ 20%.

2.5 Mesures des températures de transformation martensitique et austénitique par dilatométrie

On a vu dans le chapitre I que les températures de transformation martensitique ε (E_s) et austénitique (A_s) dépendent de $\Delta G^{\gamma/\varepsilon}$ et donc, de la composition. Afin de compléter la base de données thermochimique sur le quaternaire FeMnCuC et d'affiner ainsi la modélisation de l'EFE pour ces aciers, des expériences de dilatométrie ont été menées pour déterminer les températures de transition martensitique. La transformation martensitique s'accompagne le plus souvent d'une variation de volume qui devrait permettre sa détection par dilatométrie. Dans le cas de la transformation γ CFC \rightarrow α' QC, elle s'accompagne d'une dilatation. Dans notre cas, la transformation γ CFC \rightarrow ε HC s'accompagne d'une contraction à E_s . Cette méthode de détection de E_s et A_s a été utilisée avec succès par Cotes et al. [2-9 Cotes et al. 95] dans le cas d'alliages binaires FeMn et ternaires FeMnSi.

L'appareil utilisé est le dilatomètre à chauffage rapide (DCR) développé au LSG2M (Ecole des Mines de Nancy). Pour des raisons de commodité et pour occasionner un minimum de découpe, la forme adoptée pour les éprouvettes de dilatométrie n'est pas cylindrique mais parallélépipédique (figure 2-10a). L'usinage a été réalisé par électroérosion dans la partie centrale des tôles LAC. Cette méthode d'usinage est utilisée pour ces aciers en raison du fort écrouissage du matériau qui entraîne des difficultés de découpe mécanique importantes. L'échantillon est maintenu par des tiges d'alumine au centre du four qui le relie au capteur

de déplacement. L'instrumentation se fait par un thermocouple de type K soudé au centre de l'échantillon (figure 2-10b).

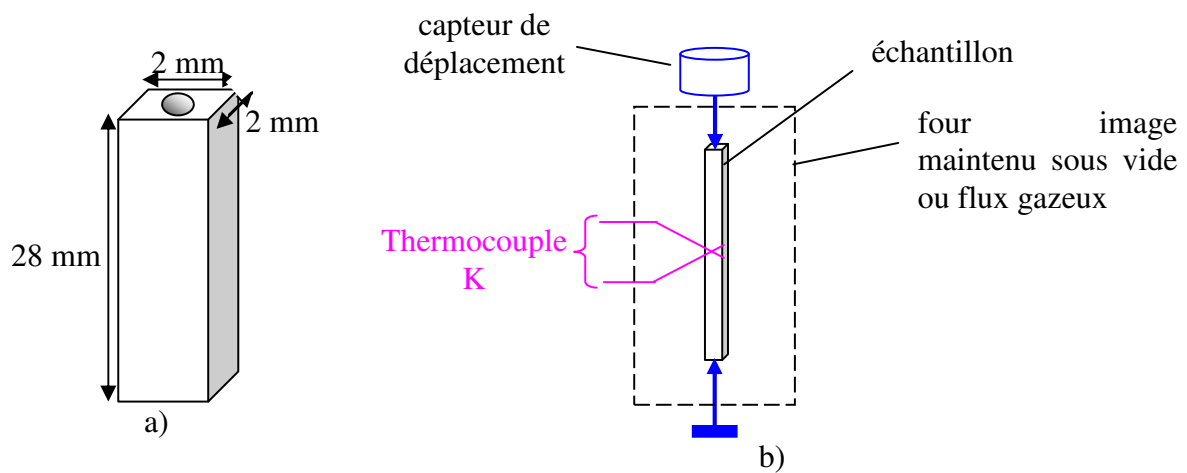


Figure 2-10 a) Dimensions des échantillons de dilatométrie, b) schéma simplifié du DCR.

Le cycle thermique programmé sur le DCR pour tenter de repérer la transformation martensitique, comprend les quatre segments suivants (figure 2-11) :

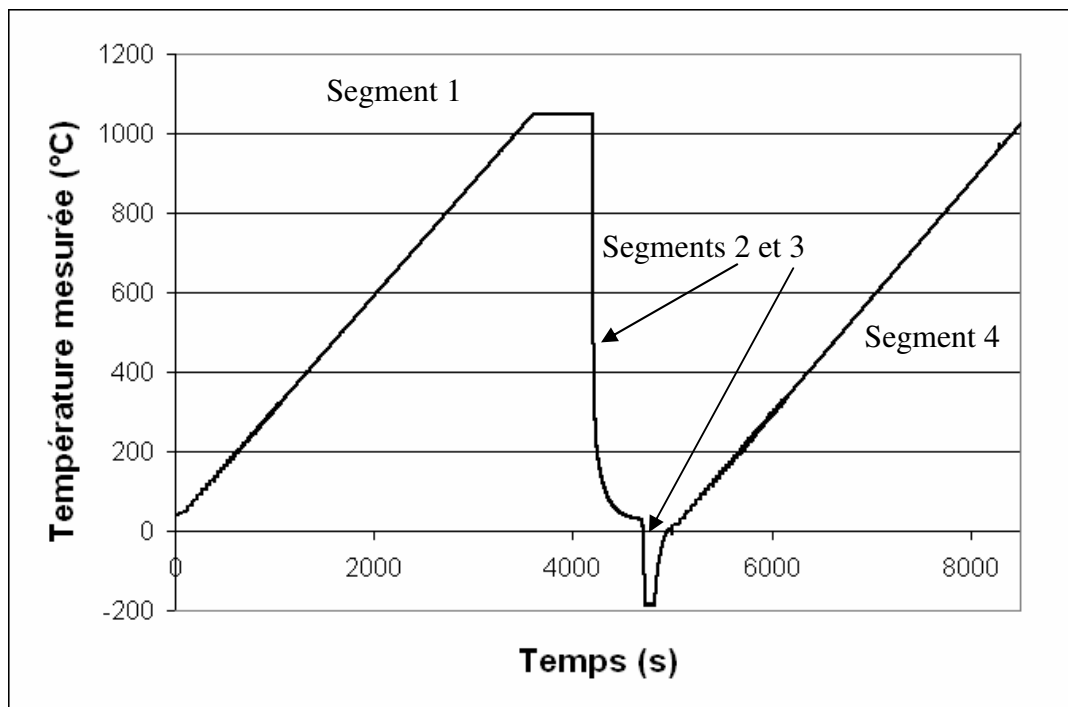


Figure 2-11 Traitement thermique d'un essai de dilatométrie.

- Austénitisation** **Segment 1** : montée à 1050°C en 1h puis palier de 10 min à 1050°C. A cette température, l'acier est 100% austénitique.
- Détection de Es** **Segment 2** : trempe sous flux d'hélium jusqu'à 400°C et ensuite sous flux d'air comprimé jusqu'à la température ambiante.
- Détection de As** **Segment 3** : refroidissement à -196°C sans régulation par immersion de l'échantillon dans un béccher d'azote liquide.
- Détection de As** **Segment 4** : réchauffement jusqu'à l'ambiante sans régulation (après retrait du béccher d'azote liquide) puis remontée à 1050°C sous vide en suivant la même rampe que pour le segment 1.

Les résultats pour tous les alliages sont similaires à celui obtenu pour l'échantillon 10-0,6-2 (contenant le moins d'éléments gammagènes) présenté en figure 2-12 et ne présentent aucun changement de volume caractéristique d'une transformation de phase. D'après une étude métallographique réalisée après l'essai sur l'échantillon 10-0,6-2 (figure 2-13a), des réseaux de fines plaquettes parallèles sont pourtant observables dans les grains. Ce sont certainement des plaquettes de martensite ϵ , puisqu'il ne peut s'agir de macles mécaniques (les échantillons n'ont pas été déformés) ni de macles thermiques qui n'ont pas cette morphologie. Sur l'échantillon 16-0,6-2, de rares zones contiennent même de la martensite α' reconnaissable à sa forme en aiguilles disposées en chevrons (figure 2-13b) et sont confirmées par l'aimantation de l'échantillon. Il est possible que ces zones dans lesquelles la martensite α' est plus stable soient des zones appauvries en carbone/manganèse suivant les microségrégations. Il semble donc que les faibles variations de volume induites par la transformation et/ou que les faibles fractions volumiques de phase transformée soient en deçà de la précision de mesure de l'appareil. Ces essais n'ont donc pas permis d'obtenir de résultats exploitables pour paramétrer le modèle thermochimique. Nous nous sommes donc basés uniquement sur les données de la littérature pour le paramétrage présenté précédemment au chapitre 1.

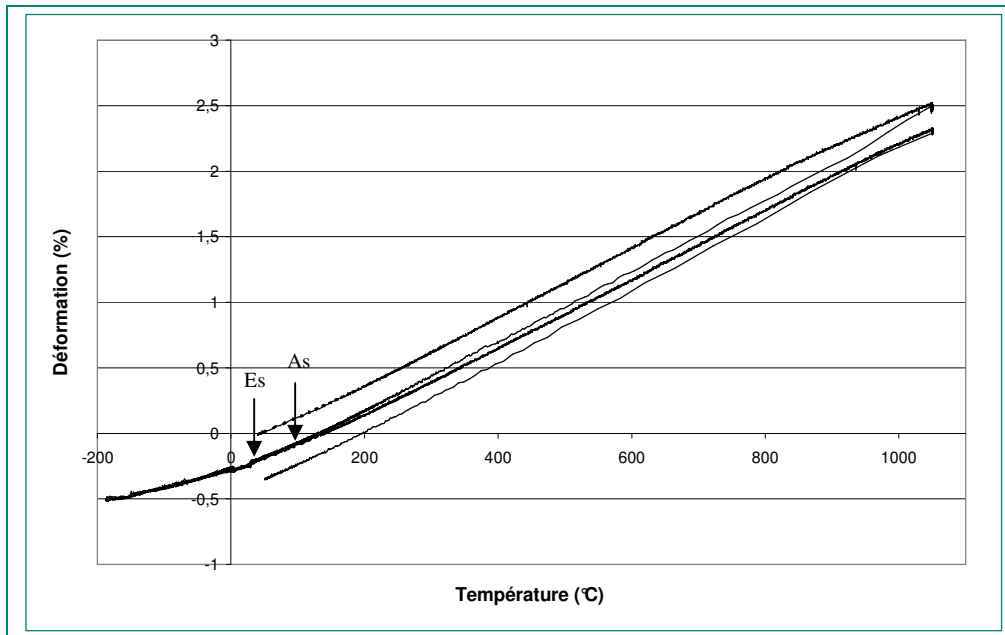


Figure 2-12 Essai de dilatométrie de l'échantillon 10-0,6-2. Dilatation longitudinale relative en fonction de la température. Aucune transformation de phase n'est observable. Les températures de transformation calculées par le modèle thermochimique sont indiquées par des flèches.

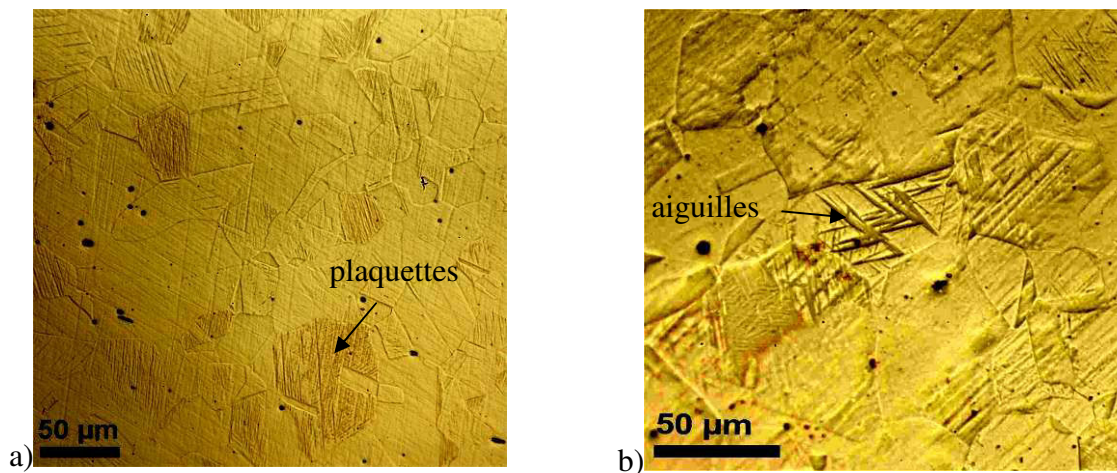


Figure 2-13 Métallographie après attaque au Nital sur les échantillons après dilatométrie a) nuance 10-0,6-2 : présence de plaquettes ressemblant à de la martensite ϵ et b) nuance 16-0,6-2 : présence d'aiguilles de martensite α' dans un grain.

2.6 Comportement mécanique en traction

Des essais de traction quasi-statiques ont été réalisés à vitesse de traverse constante, imposant une vitesse de déformation nominale de $8,3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Trois éprouvettes de type ISO 12,5x50mm² (figure 2-14) de 2,5 mm d'épaisseur ont été déformées par nuance, sur une

machine Zwick 3R. Les éprouvettes ont été découpées dans le sens transverse du sens de laminage. La découpe à été réalisée par usinage à ultra-haute vitesse par une entreprise extérieure.

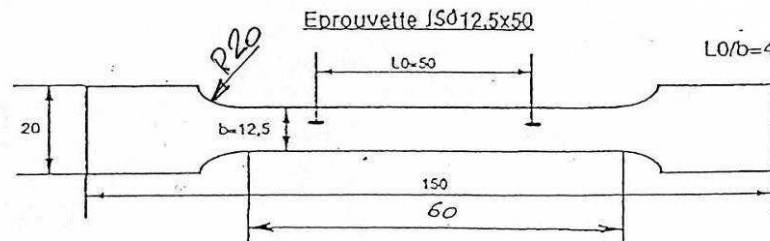


Figure 2-14 Eprouvettes de traction de type ISO 12,5x50 (distances en mm).

2.6.1 Série X-0,6-2

La figure 2-15 présente les courbes conventionnelles et la figure 2-16 présente les courbes rationnelles de traction pour les nuances X-0,6-2. Pour chaque courbe, l'éprouvette ayant atteint la plus grande déformation parmi les trois a été prise en compte. Cette sélection permet d'éliminer les problèmes éventuels de dispersion des résultats due à la présence de MnS qui peut provoquer une rupture prématurée. En pointillé est représenté sur la figure 2-16 l'essai de traction de la nuance 22-0,6 sans cuivre et ayant une taille de grain de $20\mu\text{m}$ (laminage à froid puis recuit 10 min à 1100°C), à vitesse de déformation de 7.10^{-3} s^{-1} [1-2 Allain 04].

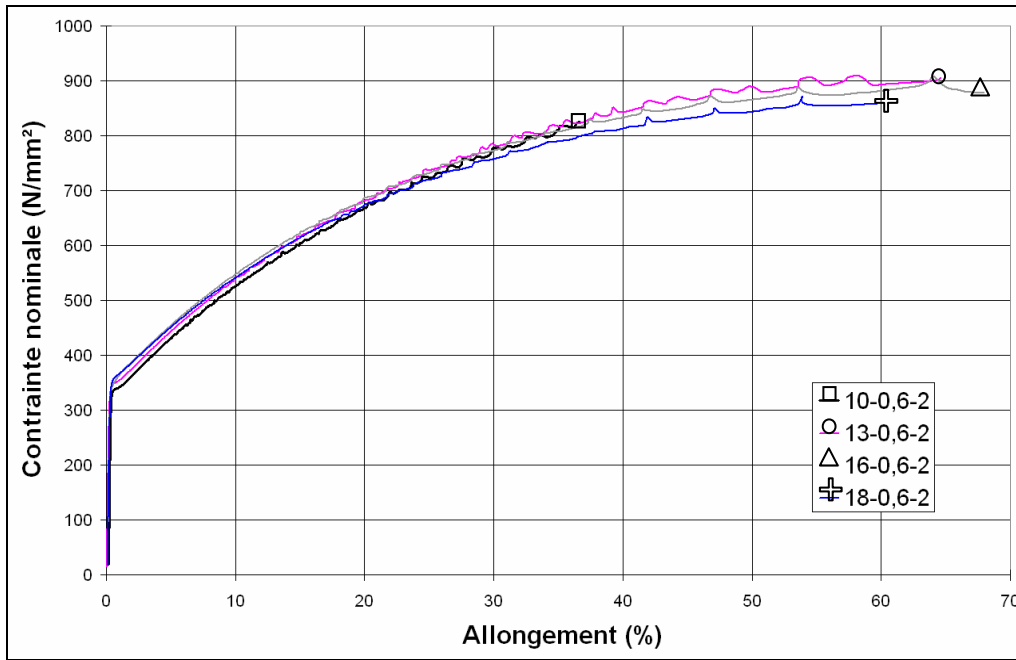


Figure 2-15 Courbes conventionnelles de traction à température ambiante de la série X-0,6-2. Les symboles indiquent la rupture des échantillons.

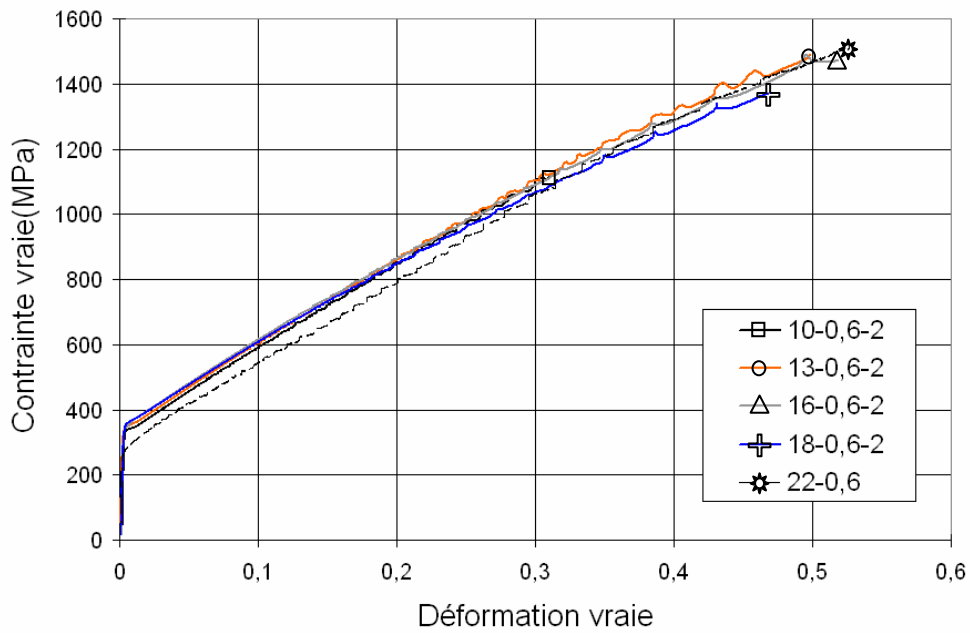


Figure 2-16 Courbes rationnelles de traction à température ambiante de la série X-0,6-2 et comparaison avec la nuance 22-0,6. Les symboles indiquent la rupture des échantillons.

Le tableau 2-5 ci-dessous donne les caractéristiques mécaniques des aciers étudiés et l'EFE calculée par le modèle du chapitre 1. Les résistances maximales atteintes sont intéressantes, de l'ordre de 900 MPa pour 65% d'allongement.

	d (μm)	Re (MPa)	Rm (MPa)	Allongement homogène (%)	EFE (mJ/m^2)
10-0,6-2	6	337	825	37,7	10
13-0,6-2	7	343	914	64,4	12
16-0,6-2	8	345	908	62,7	15
18-0,6-2	6	351	883	68	17
22-0,6	20	300	900	69	22

Tableau 2-5 Tailles de grains, caractéristiques mécaniques et énergie de faute d'empilement calculée par le modèle thermochimique pour les nuances de la série X-0,6-2.

On remarque que le cuivre a peu d'influence sur la courbe de traction. L'augmentation de la limite d'élasticité résulte principalement de la différence de taille de grains. Le durcissement est cependant légèrement plus faible, les courbes rejoignant celle de la nuance 22-0,6 en fin d'essai. La résistance en traction et l'allongement à rupture sont inchangés à l'exception de la nuance 10-0,6-2 à plus faible teneur en manganèse. La rupture des trois éprouvettes 10-0,6-2 est intervenue à 34, 35 et 36%. Il se produit donc un phénomène fragilisant reproductible dans cette nuance. Des instabilités de déformation sont observées sur les courbes de traction. Elles sont similaires aux instabilités observées par ailleurs dans les aciers FeMnC de teneur proche en carbone et en particulier dans la nuance de référence 22-0,6.

Le taux d'écrouissage a été calculé en ajustant un polynôme de degré six sur la partie plastique des courbes de traction puis en calculant le coefficient d'écrouissage instantané :

$$n = \frac{d \ln(\sigma)}{d \ln(\epsilon)}. \text{ Son évolution est donnée figure 2-17 pour les 5 nuances précédentes.}$$

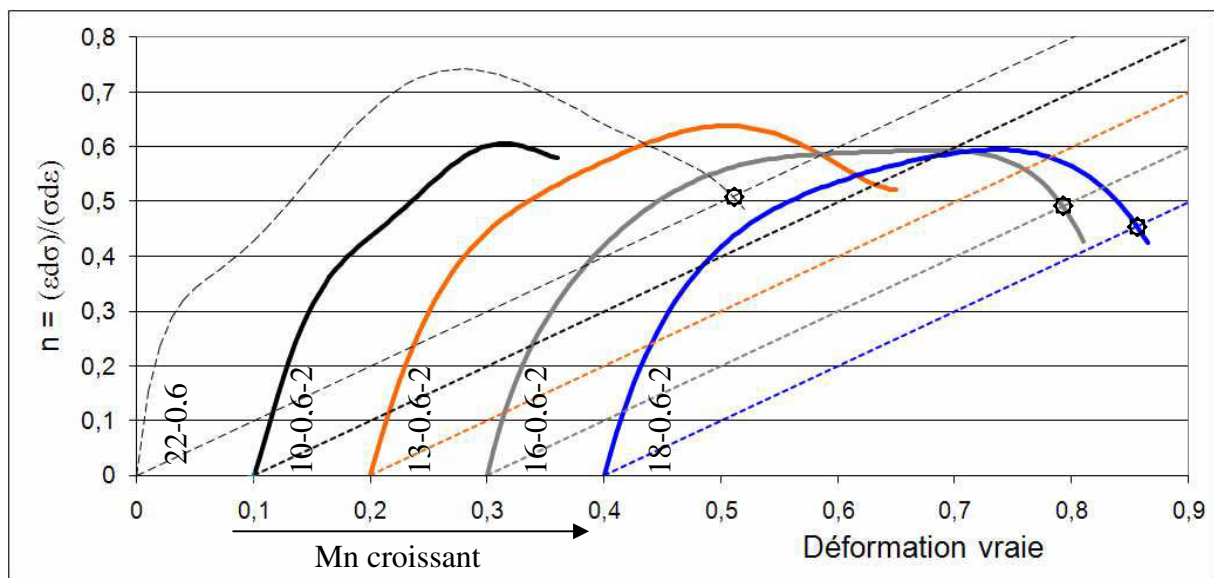


Figure 2-17 Coefficients d'écroissage instantané au cours de l'essai de traction des nuances X-0,6-2 et EFE calculée par le modèle thermo-chimique. Les courbes sont décalées en déformation pour une meilleure lisibilité. Les droites $n = \epsilon$ sont indiquées en pointillé et une étoile repère le critère de Considère.

On retrouve des courbes de coefficient d'écroissage similaires à celles de l'acier 22-0,6 : un maximum supérieur à 0,6 et un changement de concavité sauf pour la nuance 18-0,6-2. Ce phénomène a été interprété comme étant le résultat d'une activation séquentielle de deux variants de modes de déformation (deux systèmes de maillage selon une loi de Schmid pour la nuance 22-0,6 [1-2 Allain 04]). L'activation d'un deuxième variant coupant le plan de glissement des dislocations conduit à une augmentation rapide du taux d'écroissage. On constate que plus la teneur en manganèse et donc l'EFE augmente, plus le maximum de taux d'écroissage est décalé vers les grandes déformations. Ceci en accord avec une augmentation de la cission critique de maillage ou de transformation martensitique ϵ qui retarde l'activation du second variant.

La rupture intervient au critère de Considère $n = \epsilon$, excepté pour la nuance 10-0,6-2, ce qui explique son faible allongement à la rupture et légèrement avant pour la nuance 13-0,6-2. Comme pour la nuance de référence 22-0,6 le fort taux d'écroissage est responsable des excellents allongements à rupture observés.

2.6.1.1 Phases en présence après déformation

Toutes les nuances étaient 100% austénitiques avant déformation. L'analyse aux rayons X a été réalisée à nouveau sur les échantillons après traction afin de déterminer les phases en présence dans le matériau (figure 2-18). L'interprétation du spectre n'a pu être faite qu'à partir des positions des pics et non de leurs intensités relatives. Elle montre la présence de pics supplémentaires correspondant à de la martensite ϵ (identifiée avec certitude par le pic $\{10-10\} \epsilon$) sur tous les échantillons après traction. L'intensité de ces pics reste faible, ce qui indique qu'une faible fraction volumique de martensite ϵ s'est formée.

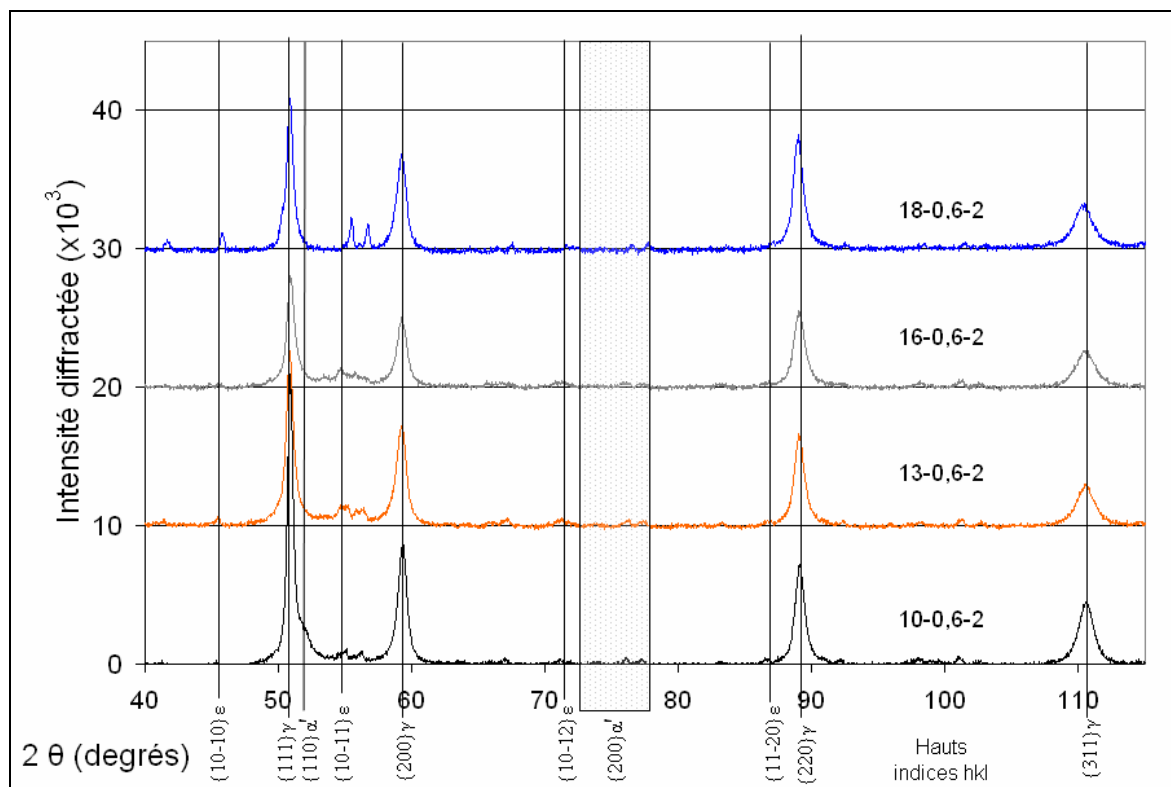


Figure 2-18 Spectres de diffraction (θ , 2θ) des échantillons de la série X-0,6-2 après essai de traction.

En utilisant les fiches théoriques d'intensité des pics de chacune des phases nous pouvons estimer la fraction de phase ϵ de façon indicative. Ce résultat présenté tableau 2-6 n'est qu'une indication car le matériau déformé est hautement texturé. En effet, l'objectif premier de la mesure était d'établir la présence ou non des phases et aucune précaution n'avait été prise pour palier l'effet de texture. Or, la face diffractante est parallèle à l'axe de traction et l'échantillon est statique ce qui implique un nombre réduit de grains en position de diffraction. La proportion de martensite ϵ est inférieure ou égale à 10% après déformation.

	Fraction de phase ε
10-0,6-2	5 %
13-0,6-2	8,5 %
16-0,6-2	10,5 %
18-0,6-2	6 %

Tableau 2-6 Fractions de phase ε calculées à partir des intensités des pics de diffraction.

Pour la nuance 10-0,6-2, on constate la présence d'un épaulement à la droite du pic $\{111\} \gamma$ qui n'apparaît pas pour les autres nuances. Il correspond à une distance inter-réticulaire de 2,03 nm identifiable comme celle des plans $\{0002\} \varepsilon$ mais aussi $\{110\} \alpha'$. Or il se trouve que pour les autres nuances, contenant de la martensite ε , cet épaulement n'existe pas. Elle indique donc la présence probable de martensite α' dans l'échantillon 10-0,6-2 déformé. La martensite α' étant ferromagnétique, un simple test d'aimantation nous a permis de confirmer qualitativement cette observation : la nuance 10-0,6-2 est aimantable après traction. La nuance 13-0,6-2 l'est également dans une moindre mesure et les deux autres ne le sont pas.

2.6.1.2 Discussion

Des allongements à rupture faibles et ayant une forte dispersion ont été observés à basse température (77 K) sur la nuance 22-0,6 durant le travail de S. Allain [1-2 Allain 04] et ont été interprétés par la présence de précipités de sulfure de manganèse MnS initiant une localisation anormale de la déformation. Deux explications sont données.

- une plus grande difficulté pour accommoder la déformation plastique autour des précipités MnS, l'activation thermique du glissement des dislocations en dessous de la température ambiante à cause du carbone rendant le glissement plus difficile à basse température,
- la formation de martensite ε se substituant au maclage du fait de la basse EFE à cette température, qui serait une phase dure fragilisante.

Dans les aciers FeMnCuC à température ambiante la transformation martensitique ε athermique se substitue également au maclage mécanique en raison de la faible EFE, mais nous sommes dans le palier athermique du glissement des dislocations. Nous observons un comportement similaire à la nuance 22-0,6 à température ambiante et en particulier de forts

allongements à rupture. Il semble donc que les plaquettes de martensite ε jouent le même rôle que les macles et produisent un fort durcissement par effet Hall & Petch dynamique sans effet fragilisant et que la réduction d'allongement à basse température dans la nuance 22-0,6 soit due à l'activation thermique du glissement.

D'après le diagramme de Schumann en déformation, il était raisonnable de penser que certaines de ces nuances pouvaient se situer dans le domaine $\gamma + \varepsilon + \alpha'$ après déformation, et ce même avec l'ajout de cuivre (figure 2-2). La martensite α' peut se former aux intersections de bandes de cisaillement intense (macles ou martensite ε) [2-10 Venables 62][2-11 Stringfellow et al. 92][2-12 Blanc 90]. On observe effectivement sa présence dans la nuance 10-0,6-2 et en plus faible fraction volumique dans la nuance 13-0,6-2 après déformation. L'écart au critère de Considère augmente avec la fraction volumique de martensite α' formée et conduit en particulier à forte réduction d'allongement pour la nuance 10-0,6-2. La martensite α' est donc une phase fragilisante, contrairement à la martensite ε .

La courbe du taux d'érouissage en fonction de la déformation pour les nuances X-0,6-2 présente un point d'inflexion qui se décale vers les plus grandes déformations lorsque l'EFE augmente. En considérant ce point d'inflexion comme la trace de l'activation d'un second système d'obstacles au glissement des dislocations et au regard de la présence des phases avant et après déformation, il semble que la martensite ε agisse de la même façon que les macles. Ce type de comportement pour la martensite ε a été observé par Kirindi et Dikici [2-13 Kirindi & Dikici 06]. Dans la nuance 10-0,6-2, la cinétique de transformation martensitique ε est élevée. De la martensite α' se forme rapidement aux intersections des lattes de martensite ε , réduisant fortement l'allongement. L'optimum d'allongement est obtenu dans la nuance 16-0,6-2 qui présente le meilleur compromis entre une cinétique de transformation martensitique ε élevée et l'absence de martensite α' .

Les mécanismes de déformation seraient donc les suivants, à EFE croissante et pour des nuances austénitiques à l'état LAC :

- EFE inférieure à 12 mJ/m² : activation d'un premier puis d'un second variant de martensite ε (entre 10 et 20% de déformation). Formation de martensite α' aux intersections entre les deux variants de martensite ε , réduisant d'autant plus l'allongement que l'EFE est faible,

- EFE entre 12 et 17 mJ/m² : activation d'un premier puis d'un second variant de martensite ϵ (au-delà de 20% de déformation). Pas de martensite α' détectée,
- EFE supérieure à 18 mJ/m² : activation séquentielle de deux systèmes de maillage (vers 12% de déformation, échantillon 22-0,6, EFE = 22 mJ/m²).

La figure 2-19 résume l'interprétation des mécanismes régissant la déformation en fonction de l'EFE.

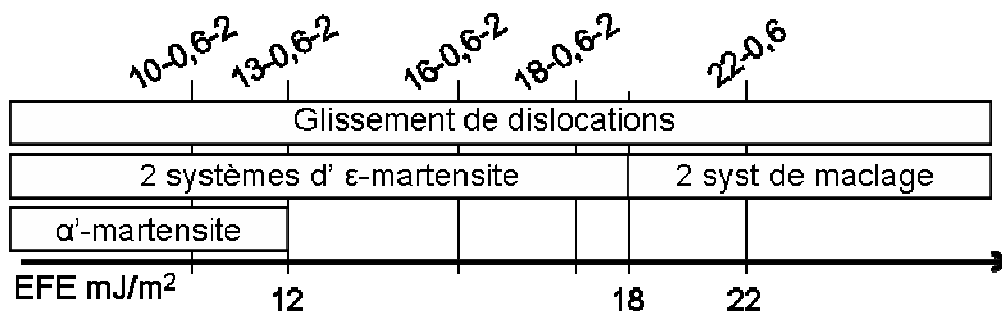


Figure 2-19 Schéma représentant les mécanismes de déformation prépondérants en fonction de l'EFE.

2.6.2 Série X-0,4-2

La même méthode de mesure que pour la série de nuances X-0,6-2 a été mise en place. Les résultats des essais de traction sont présentés figure 2-20 et figure 2-21.

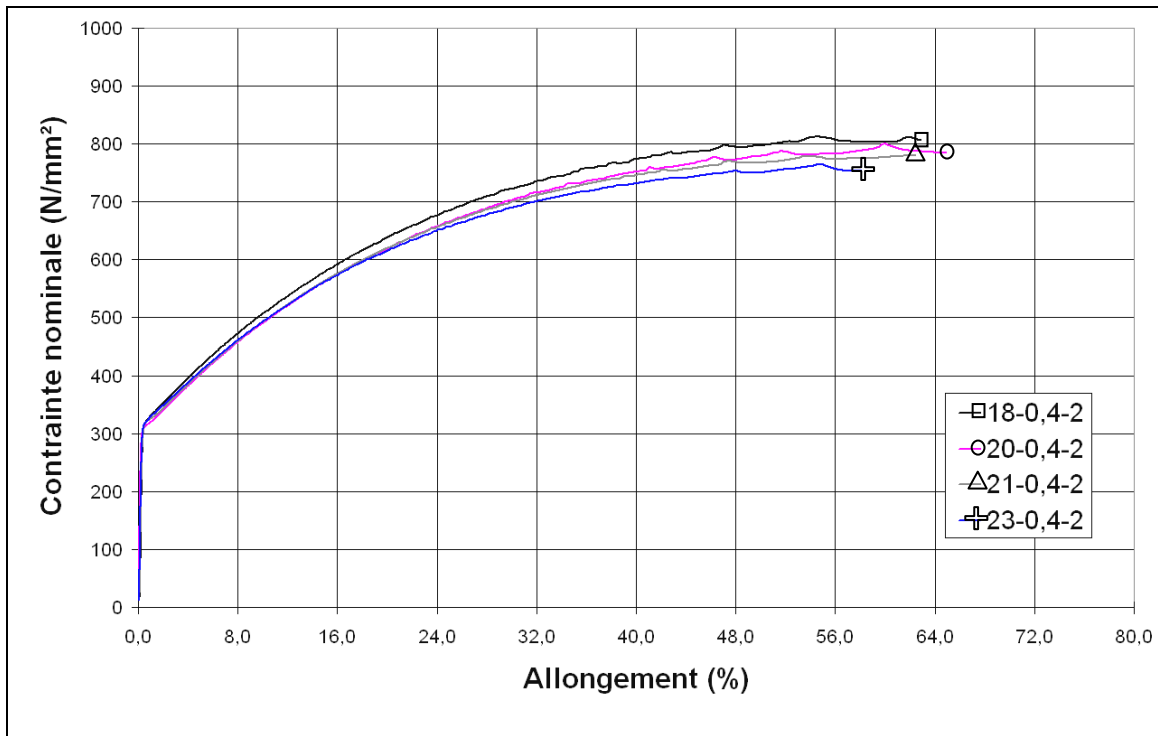


Figure 2-20 Courbes conventionnelles de traction à température ambiante de la série X-0,4-2. Les symboles indiquent la rupture des échantillons.

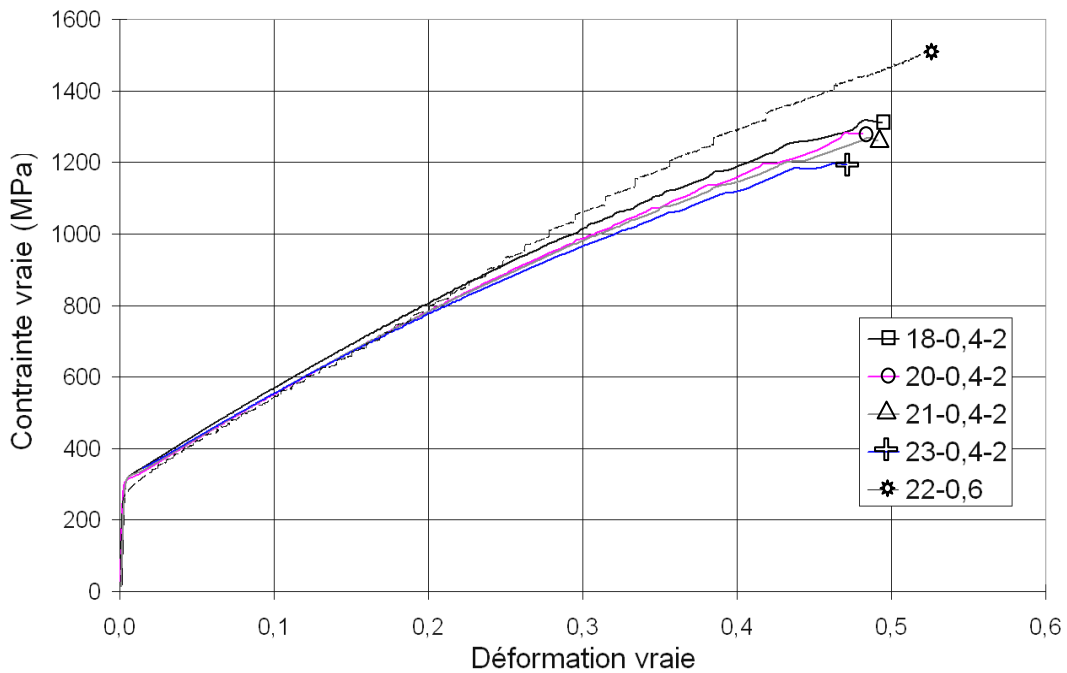


Figure 2-21 Courbes rationnelles de traction à température ambiante de la série X-0,4-2 et comparaison avec la nuance 22-0,6. Les symboles indiquent la rupture des échantillons.

Le tableau 2-7 présente les caractéristiques mécaniques des aciers étudiés et l'EFE calculée par le modèle thermochimique. On remarque que la limite d'élasticité est plus faible que pour les nuances X-0,6-2, en accord avec un moins fort durcissement de solution solide,

compte tenu d'une plus faible teneur en carbone. Les nuances à 0,4%C ont une contrainte d'écoulement plus faible que la nuance 22-0,6 à partir d'environ 20% de déformation. Aucune nuance ne présente d'allongement réduit. Les résistances maximales atteintes sont moins intéressantes, de l'ordre de 800 MPa pour 65% d'allongement et diminuent avec la teneur en manganèse (augmentation de l'EFE). Ceci est dû à un taux d'écroissage plus faible (figure 2-22).

	d (µm)	Re (MPa)	Rm (MPa)	A% (%)	EFE (mJ/m ²)
18-0,4-2	6	313	813	65,2	11
20-0,4-2	6	307	800	66,9	14
21-0,4-2	6	309	780	64,1	15
23-0,4-2	6	312	764	60	17
22-0,6	20	300	900	69	22

Tableau 2-7 Tailles de grains, caractéristiques mécaniques et EFE calculée par le modèle thermochimique pour les nuances de la série X-0,4-2.

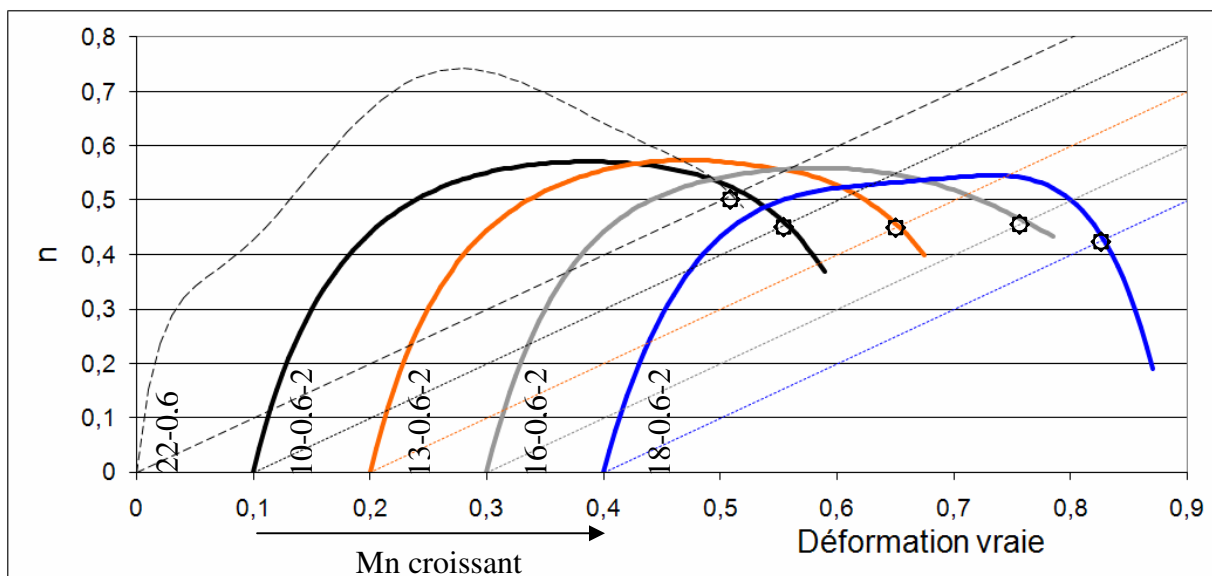


Figure 2-22 Coefficients d'écroissage instantané au cours de l'essai de traction des nuances X-0,4-2 et EFE calculée par le modèle thermochimique. Les courbes sont décalées en déformation pour une meilleure lisibilité. Les droites $n = \epsilon$ sont indiquées en pointillé et une étoile repère le critère de Considère.

Cette fois, la forme même de la courbe d'écroissage est différente : il n'y a pas de point d'inflexion. Les nuances de la série X-0,4-2 et la nuance 22-0,6 ont le même comportement en début d'essai puis les courbes de taux d'écroissage se séparent entre 10 et 15% de déformation, domaine d'activation du second système de maillage pour l'acier 22-0,6.

Seul l'échantillon 18-0,4-2 s'aimante faiblement en fin d'essai, il contient une faible fraction volumique de phase α' . Selon cette étude et en accord avec les diagrammes de Schumann, la série de nuances X-0,4-2 se situe dans le domaine γ avant déformation et $\gamma + \varepsilon$ après déformation. La nuance 18-0,4-2 se situe, elle, à la frontière du domaine $\gamma + \varepsilon + \alpha'$ après déformation (figure 2-2). Aucune rupture n'intervient avant le critère de Considère, ce qui correspond bien à l'absence (ou la très faible présence) de phase α' .

Malgré des énergies de faute d'empilement proches de celles calculées pour la série X-0,6-2, la série X-0,4-2 a des propriétés mécaniques sensiblement inférieures. C'est pourquoi l'étude de cette série de nuances a été moins poussée que celle de la série X-0,6-2. La différence entre les deux séries est la concentration en carbone. Le carbone semble donc avoir un effet plus complexe sur le taux d'écrouissage qu'une simple modification de l'EFE.

Les instabilités de déformation plastique observées sur les nuances précédentes sont moins visibles sur les nuances à 0,4% de carbone. Bien que la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite soit trop faible à température ambiante pour expliquer ces instabilités par un mécanisme de type Portevin-Le Chatelier, leur diminution avec la teneur en carbone confirme que celui-ci joue cependant un rôle. Certains auteurs ([2-14 Dastur & Lesli 81][2-15 Zuidema et al. 87][2-16 Shun & al. 92]) font l'hypothèse que pour les alliages Fe-Mn-C à forte teneur en manganèse, les forts taux d'écrouissage sont dus au vieillissement dynamique (épinglage des dislocations par des dipôles Mn-C). Les expériences de cette étude confirment que les atomes de carbone en insertion influencent le durcissement des aciers Fe-Mn-C. Une autre hypothèse est que le carbone en insertion diminue la restauration dynamique.

Les tests d'aimantation montrent que seules les nuances 10-0,6-2, 13-0,6-2 et 18-0,4-2 contiennent de la martensite α' après traction. Nous pouvons donc reporter sur le diagramme de Schumann le domaine de formation de martensite α' après déformation dans le système FeMnC + 2% Cu (figure 2-23). L'effet du cuivre en substitution est plus complexe qu'une simple translation de la limite de formation de martensite α' , comme le ferait une augmentation de manganèse.

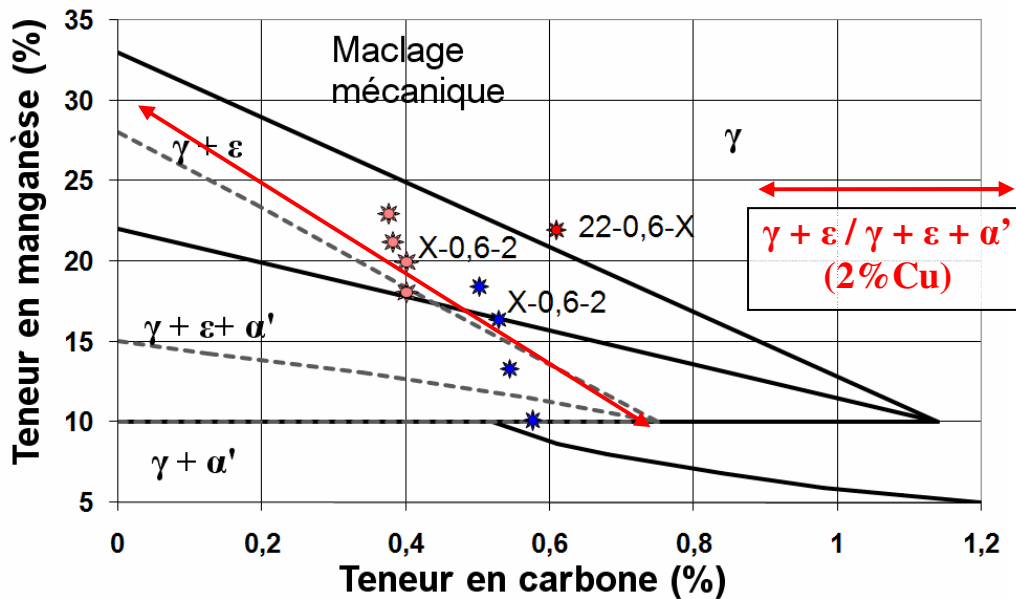


Figure 2-23 Modification de la frontière du domaine d'apparition de la martensite α' sur le diagramme de Schumann des phases présentes après déformation, par ajout de 2% de cuivre dans le système FeMnC (d'après cette étude).

2.7 Méthode d'estimation de l'EFE à partir de l'essai de traction : cas de la nuance 22-0,6-X

Nous présentons ici une méthode assez simple à mettre en œuvre pour estimer des variations de l'EFE dans des nuances de compositions proches à partir de l'essai de traction dans le cas où le mode de déformation activé est le maillage. Elle est fondée sur l'activation séquentielle de deux systèmes de maillage selon une loi de Schmid et sur l'estimation de la contrainte critique d'activation du maillage. La méthode est présentée pour les trois nuances de composition 22-0,6, 22-0,6-1,6, 22-0,6-2,8. L'EFE augmentant avec la teneur en cuivre, le maillage mécanique est activé dans les trois. Le protocole d'élaboration (LAC, LAF, recuit de recristallisation) est le même pour chaque composition, de sorte que les paramètres microstructuraux (taille de grains...) sont identiques.

Nous avons vu au chapitre 1 que la cission critique de maillage est la cission nécessaire à l'émission d'une boucle de partielle de Shockley traînant une faute d'empilement :

$$\tau_c = \tau_c^0 + \frac{\Gamma}{b} \quad 2.7-1$$

avec $b = a/6\langle 112 \rangle$ le vecteur de Burgers des dislocations de Shockley ($b = 0,147 \text{ nm}$), Γ l'énergie de faute d'empilement et τ_c^0 la cission critique d'émission d'une boucle.

τ_c^0 dépend du mécanisme de germination des macles proprement dit qui dépend des paramètres du glissement. Les compositions étant proches, nous supposons que ce terme est identique dans les trois nuances. Nous faisons donc l'hypothèse que pour estimer la variation d'EFE avec la teneur en cuivre, il suffit d'estimer la variation de cission critique de maillage :

$$\Delta\Gamma = \Delta\tau_c \times b \quad 2.7-2$$

Allain a montré que l'activation du maillage était séquentielle dans la nuance 22-0,6, selon une loi de Schmid. A l'activation du second système (vers 10% de déformation), la courbe du coefficient d'érouissage présente un point d'inflexion (cf figure 1-12 p. 25). La figure 2-24 présente les courbes $n = f(\varepsilon)$ pour les trois nuances, après lissage de la partie plastique de la courbe rationnelle de traction par un polynôme de degré six. En déterminant le point d'inflexion on obtient la déformation moyenne ε_{2nd} à laquelle le second système est activé, puis la contrainte d'écoulement σ_{2nd} correspondante lue sur la courbe rationnelle de traction (Figure 2-25).

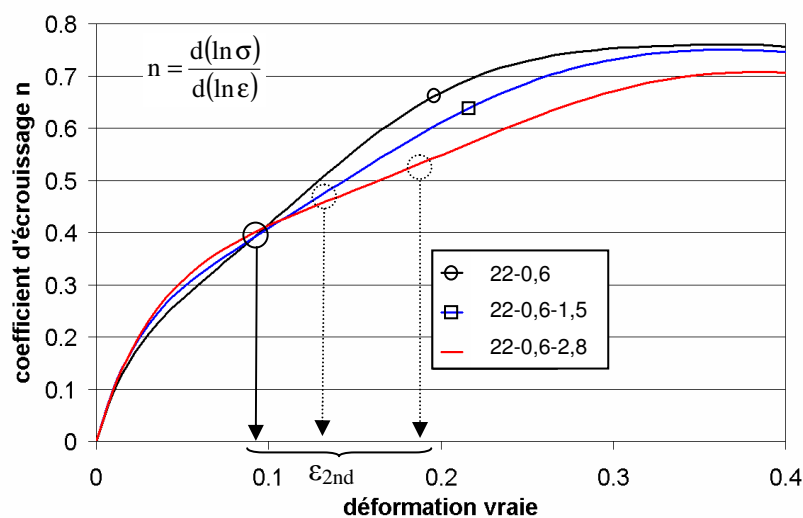


Figure 2-24 Coefficient d'érouissage en fonction de la déformation pour la série 22-0,6-X. Le point d'inflexion permet de déterminer la déformation à laquelle le second système de maillage est activé en moyenne dans tous les grains.

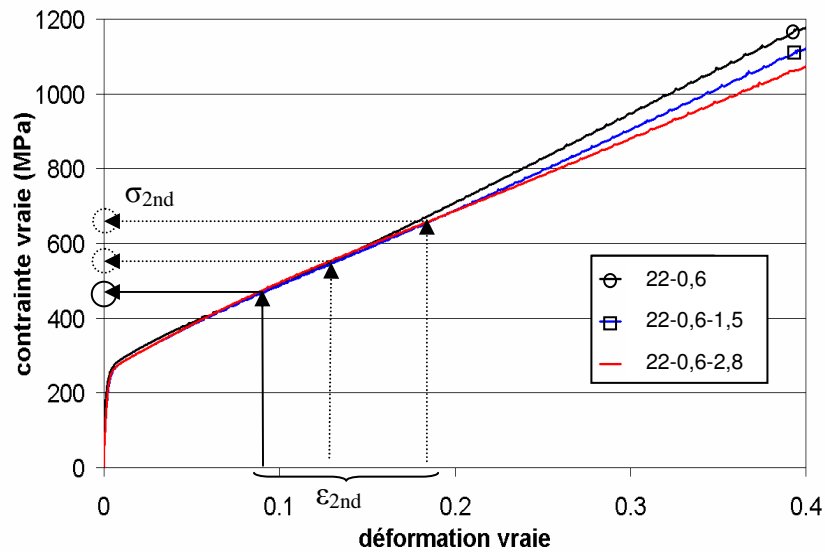


Figure 2-25 Courbe rationnelle de traction pour la série 22-0,6-X. Le report de la déformation d'apparition du second système permet de lire la contrainte de traction correspondante.

Les trois nuances sont polycristallines non texturées. Connaissant les 12 systèmes de maillage intrinsèques $\{111\}\langle 112\rangle$ possibles, on peut calculer le deuxième plus fort facteur de Schmid pour une direction cristallographique de traction donnée. Sur 100 directions de traction prises au hasard, nous avons calculé numériquement la valeur moyenne du facteur de Schmid pour le second système de maillage, qui vaut $mt_{2nd} = 0,325$. mt_{2nd} est l'équivalent pour le second système de maillage de l'inverse du facteur de Sachs pour le système de glissement primaire dans les CFC (égal à 2,24). La cission critique est alors reliée à la contrainte macroscopique de traction par la relation : $\tau_c = mt_{2nd} \times \sigma_{2nd}$.

Le tableau 2-8 présente les valeurs lues aux différentes étapes de la méthode.

	ϵ_{2nd} ($d^2n/d\epsilon^2 = 0$)	σ_{2nd} (MPa)	τ (= $0,325 \sigma$) (MPa)	$\Delta\tau_c$ (MPa)	$\Delta\Gamma$ (= $\Delta\tau_c b$) (mJ/m ²)	Γ (mJ/m ²)
22-0,6	0,09	470	150			21,7*
22-0,6-1,5	0,13	550	180	30	4,4	26,1
22-0,6-2,8	0,19	670	220	70	10,3	32

Tableau 2-8 Méthode d'estimation de l'EFE appliquée à la série 22-0,6-X. * valeur de l'EFE calculée par le modèle thermochimique.

La valeur à 0% de cuivre est celle donnée par le modèle thermochimique. Le modèle thermochimique est comparé aux résultats obtenus par cette méthode d'estimation de l'EFE (figure 2-26). L'estimation simplifiée est assez proche des résultats du modèle thermochimique plus complet.

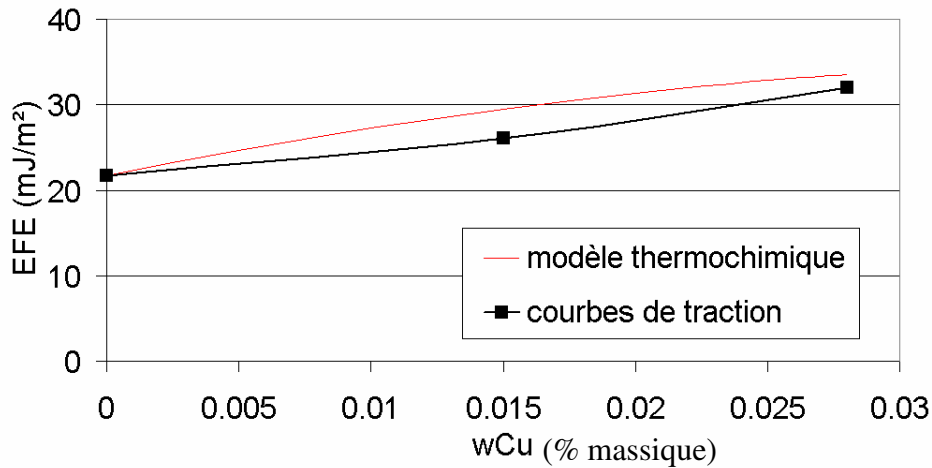


Figure 2-26 Variation de l'EFE en fonction de la teneur en cuivre (série 22-0,6-X) estimée selon le modèle thermochimique et à partir de l'essai de traction.

Cette méthode peut être utilisée pour estimer les variations d'EFE lorsqu'on introduit de faibles écarts de composition dans une nuance de référence d'EFE connue, dans le cas où le maillage mécanique est activé.

2.8 Étude de la précipitation du cuivre dans l'austénite

De nombreuses expériences ont été réalisées afin d'obtenir des précipités intragranulaires de cuivre dans l'austénite puis d'étudier les interactions entre ces précipités et les macles au cours de la déformation. Or les conditions de précipitation du cuivre dans l'austénite sont inconnues. L'échantillon étudié pour la précipitation appartient à la nuance contenant la plus grande teneur en cuivre du paragraphe précédent : 22-0,6-2,8. Les traitements thermiques ont été effectués dans un four tubulaire en quartz et sous flux d'argon. Le traitement thermique choisi est un refroidissement très lent à 10°C/h depuis 1100°C jusqu'à 400°C ayant pour objectif de favoriser la précipitation.

Une lame mince a dans un premier temps été préparée par amincissement électrolytique à Arcelormittal par D.Bouleau.

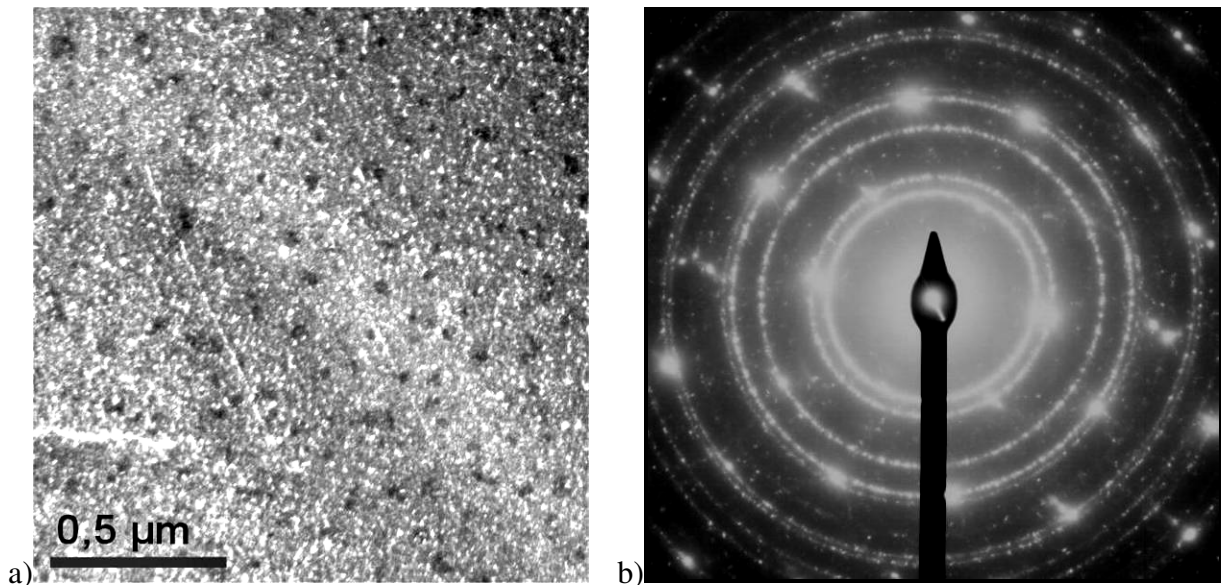


Figure 2-27 a) Cliché MET et b) diagramme de diffraction de la nuance 22-0,6-2,8 après traitement de précipitation. La lame mince a été préparée par amincissement électrolytique.

Le cliché MET de la figure 2-27a ainsi que le diagramme de diffractions en anneaux de la figure 2-27b semble indiquer la présence de précipités intragranulaires. L'indexation de ce cliché en anneaux montre qu'il s'agit bien de particules de cuivre pur CFC d'orientation aléatoire. Cependant, ces amas peuvent être dus à la redéposition du cuivre sur la lame mince lors de l'amincissement électrolytique. Ce phénomène est dû à la dissolution du cuivre dans le bain d'attaque puis à sa redéposition à la surface de la lame mince.

Pour vérifier ce résultat, une lame mince du même matériau a été préparée par bombardement ionique (PIPS) au LPM. Cette lame mince a été prélevée dans une tête d'éprouvette après traction, c'est pourquoi on remarque la présence de nombreuses dislocations et de faisceaux de macles (figure 2-28).

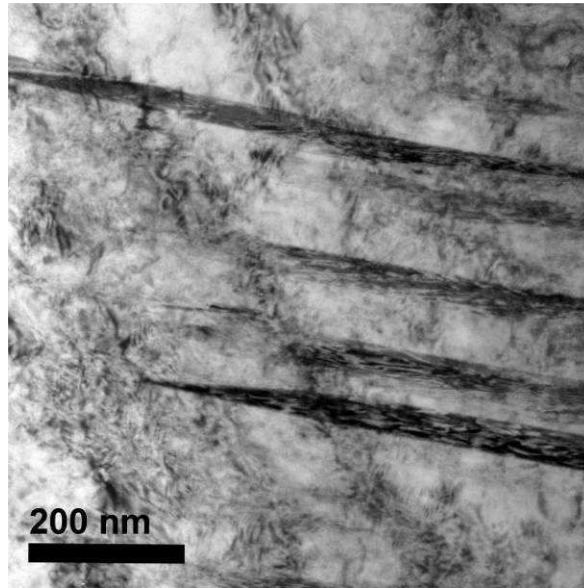


Figure 2-28 Cliché MET de la nuance 22-0,6-2,8 après traitement de précipitation. La lame mince a été préparée par amincissement ionique

La figure 2-28 est caractéristique de l'ensemble de la lame mince : aucune preuve de l'existence de précipités de cuivre n'est observée. On peut donc en conclure que les « précipités » observés lors de la première étude ne sont que des amas de cuivre en surface de l'échantillon provoqués par sa redéposition au cours de l'amincissement électrolytique. Il convient donc d'être vigilant dans l'interprétation des résultats lors de l'observation de lames minces préparées de cette façon. Le traitement thermique réalisé n'a pas permis de faire précipiter le cuivre.

Une deuxième expérience similaire a donc été réalisée dans un four AET à lampes infra-rouges fonctionnant sous atmosphère d'argon. Le traitement réalisé est un maintien d'homogénéisation à 1200°C pendant 15 min puis un refroidissement à 2°C/min jusqu'à 450°C.

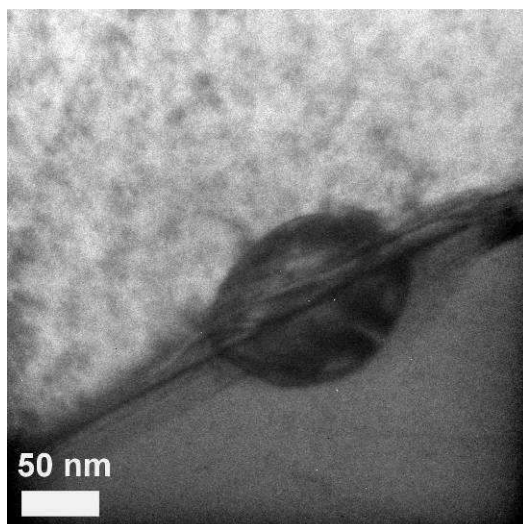


Figure 2-29 Cliché MET en champ clair de l'échantillon 22-0,6-2,8 après maintien court à 1200°C puis refroidissement de 2°C/min jusqu'à 450°C.

Une fois de plus, aucun précipité intragranulaire n'a pu être observé au MET. La figure 2-29 montre cependant la présence de gros précipités de cuivre aux joints de grains.

Un troisième traitement thermique a donc été réalisé avec le four AET et dans les mêmes conditions. Le refroidissement a été réalisé jusqu'à 500°C, puis l'échantillon a été maintenu à cette température. L'objectif de ce recuit était de favoriser la précipitation homogène par un maintien prolongé à basse température. Les clichés MET en champ clair après traitement sont présentés figure 2-30. On constate encore une fois la présence de précipités aux joints de grains, ceux-ci se formant en îlots (a) ou en amas (b). Là encore on n'observe pas de précipités intragranulaires.

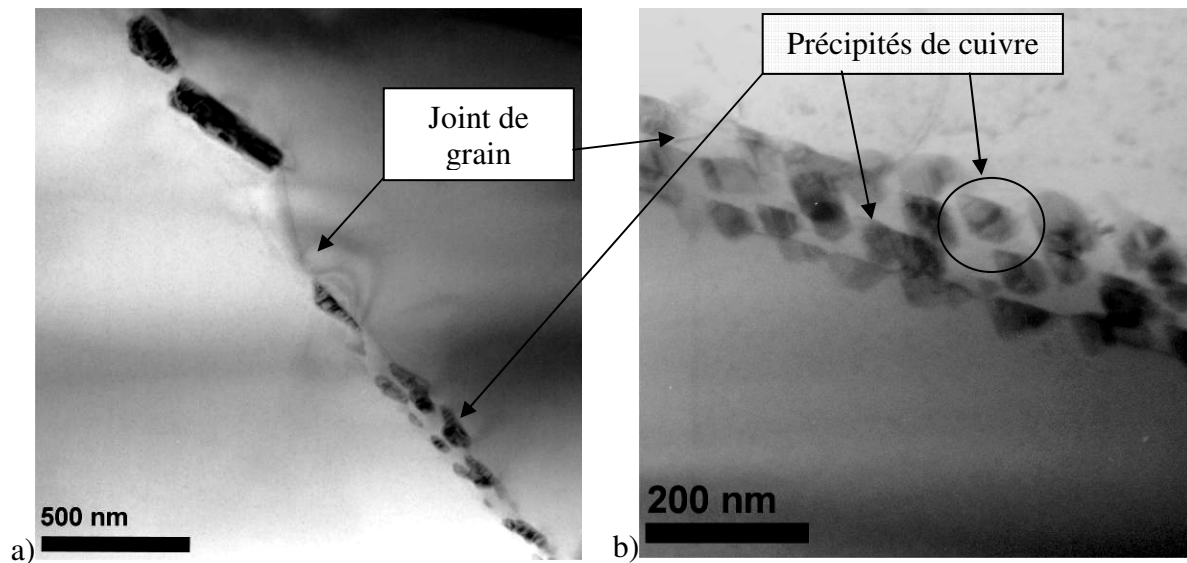


Figure 2-30 Clichés MET en champ clair de l'échantillon 22-0,6-2,8 après traitement d'homogénéisation à 1200°C, refroidissement à 2°C/min et recuit à 500°C pendant 3h.

Aucun des échantillons étudié ne comporte de précipités intragranulaires avec les différents traitements thermiques effectués. Même à 500°C la sursaturation de la matrice austénitique en cuivre n'est pas suffisante pour initier une précipitation homogène : le cuivre précipite de façon hétérogène aux joints de grains. Il semble donc difficile de descendre encore la température de traitement, à même concentration en cuivre, pour des raisons de cinétique de diffusion. Ces résultats semblent confirmés par les calculs réalisés avec Thermocalc par P. Maugis et M. Gouné (Arcelormittal). Le calcul de la limite de solubilité du cuivre dans l'austénite à température donnée est présenté pour un acier à 22%Mn et 0,2%C, le carbone ayant tendance à augmenter cette limite de solubilité, donc à décaler la courbe vers la droite. On constate qu'il faudrait une très faible température pour faire précipiter le cuivre de façon homogène, ce qui entraînerait des durées de traitement rédhibitoires.

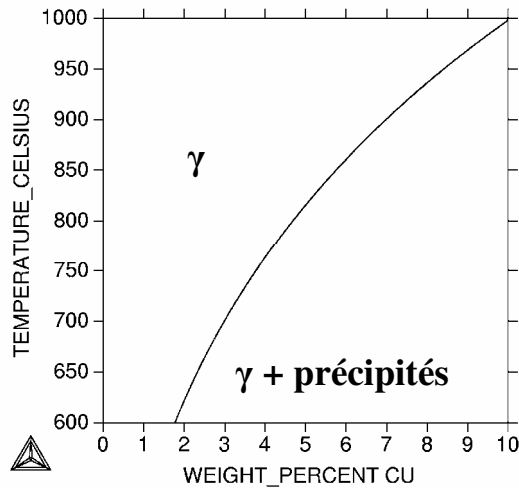


Figure 2-31 Calcul Thermocalc de la solubilité du cuivre en fonction de la température pour une nuance 22-0,2.

Par un essai de co-diffusion présenté en annexe, nous avons pu observer une concentration maximale de cuivre en solution solide de 7,5% massique dans l'austénite. Au cours de l'essai, il se forme une phase riche en cuivre aux joints de grains et on n'observe pas de précipitation intragranulaire.

2.9 Conclusion

A partir de la nuance de référence 22-0,6, de propriétés connues et optimales dans le système FeMnC, nous avons fait varier la composition de la solution solide lorsque 2% de cuivre sont ajoutés, et étudié son influence sur les propriétés physiques. Les huit nuances principalement étudiées ont des énergies de faute d'empilement variant de 10 à 17 mJ/m² pour des compositions de 0,4 à 0,6% C et 10 à 22%Mn. Toutes les nuances sont austénitiques à l'état brut de laminage à chaud.

Les mesures de la température de Néel nous ont permis de compléter le paramétrage de son modèle de prévision pour le cuivre. T_N diminue quand la teneur en manganèse diminue ou quand la teneur en cuivre augmente. Les nuances de la série X-0,6-2 à faibles teneurs en manganèse ont une transition magnétique en dessous de 0°C. Une anomalie de modules élastiques étant observée autour de T_N , nous avons mesuré la variation du module d'Young avec la température par DMTA et sa valeur absolue à température ambiante par ultrasons. Toutes les nuances présentent un maximum au-dessus de T_N . Les nuances X-0,6-2 ont un

module d'Young d'environ 200 GPa à température ambiante, soit un gain de 20% par rapport à la nuance 22-0,6.

Les essais de traction montrent que ces nuances présentent un fort allongement à rupture (> 60%) et une résistance mécanique élevée (≈ 900 MPa), excepté pour la nuance 10-0,6-2 dont l'allongement est faible. Même si leur EFE et leur allongement sont comparables à ceux des nuances X-0,6-2, les nuances X-0,4-2 ont une résistance mécanique plus faible de 100 MPa à taille de grain équivalente, due à un taux d'écrouissage plus faible. Ceci montre que le rôle du carbone dans les mécanismes de durcissement est plus complexe qu'un simple effet thermochimique. Les instabilités de déformation plastique sont moins marquées lorsque la teneur en carbone diminue. Un plus faible vieillissement dynamique ou une augmentation de la restauration dynamique peuvent expliquer le moins bon durcissement.

Le comportement mécanique de ces nuances à faible EFE ($< 18\text{mJ/m}^2$) a été interprété grâce aux résultats de l'analyse aux rayons X, à la détection de martensite α' par aimantation, aux calculs d'EFE et aux courbes d'écrouissage. Le rôle de la martensite ε qui est présente dans toutes les nuances après traction, s'avère être le même que celui des macles en terme de durcissement par diminution progressive du libre parcours moyen des dislocations. Cette phase ne s'avère pas fragilisante : la rupture intervient au critère de Considère pour toutes les nuances où seule la martensite ε est présente. La diminution de l'allongement à rupture de la nuance de référence 22-0,6 à basse température est donc due à la forte activation thermique du glissement due au carbone en dessous de la température ambiante. On peut donc obtenir le comportement optimum en traction avec de la martensite ε à la place des macles, ce qui a déjà été observé par Rémy [2-17 Rémy 75], mais pour une raison inconnue, le laminage à froid est impossible à réaliser en présence de martensite ε .

Lorsque l'EFE est inférieure à 12mJ/m^2 , de la martensite α' se forme aux intersections des plaquettes de martensite ε . La martensite α' est fragilisante et conduit à de faibles allongements : elle est responsable de la rupture avant le critère de Considère dans la nuance 10-0,6-2.

Le manganèse et le cuivre augmentent l'EFE mais leurs effets sur T_N sont opposés. En substituant une partie du manganèse par du cuivre, il est alors possible de faire varier ces deux paramètres séparément, ce qui n'était pas le cas dans le ternaire FeMnC. La nuance 16-0,6-2

($T_N = -35^\circ\text{C}$, $E_{FE} = 15 \text{ mJ/m}^2$) possède des caractéristiques mécaniques optimales parmi les nuances étudiées : $E \approx 200 \text{ GPa}$, $R_e = 345 \text{ MPa}$, $R_m = 900 \text{ MPa}$ et $A\% = 63\%$. Elle est la nuance à plus forte teneur en carbone dont le pic de modules élastiques est à température ambiante, et ayant une cinétique de transformation martensitique ε maximale sans formation de martensite α' .

En parallèle à cette étude et afin d'étudier la possibilité de durcissement structural dans les aciers FeMnC, nous avons essayé de faire précipiter le cuivre. Le cuivre en solution est très stable dans FeMnC (jusqu'à 7,5%) et nous n'avons pas pu le faire précipiter de façon homogène. On n'observe aucune précipitation après un refroidissement lent à 10°C/h et une précipitation aux joints de grains après maintien prolongé à 500°C . Ces essais avaient pour but d'étudier la possibilité de durcissement structural dans les aciers FeMnC ainsi que les interactions précipités-macles. D'autres nuances contenant des carbures de vanadium intragranulaires ont pu être élaborées et font l'objet du chapitre suivant.

2.10 Bibliographie

[2-1 Schumann 72]

Schumann V.H., *Neue Hütte*, **17** (1972) p 605-609

[2-2 Meyer 04]

Meyer N., Mémoire de DEA, Institut national polytechnique de Lorraine (2004)

[2-3 ASTM]

Annual book of ASTM standards S.3 vol 03.01, (1988) E112-85

[2-4 Tomota et al. 87]

Tomota Y., Strum M. & Morris Jr J.W., *Metallurgical Transactions A*, **18** (1987) p1563-1568

[2-5 Zhang et al. 02]

Zhang Y.S., Lu X., Tian X., Qin Z., *Materials Science and Engineering A*, **334** (2002) p19-27

[2-6 Ono et al. 98]

Ono Y., Tsuchiyama T. & Takaki S., *Tetsu-To-Hagané*, **84** (1998) p309

[2-7 Allain 04]

Allain S., *Thèse*, Institut national polytechnique de Lorraine (2004)

[2-8 Ghosh & Olson 02]

Ghosh G. & Olson G.B., *Acta Materialia*, **50** (2002) p2655-2675

[2-9 Cotes et al. 95]

Cotes S., Sade M. & Fernandez Guilermet A., *Metallurgical Transactions A*, **26** (1995)

[2-10 Venables 62]

Venables J.A., *Philosophical Magazine A*, **7** (1962) p35-44

[2-11 Stringfellow et al. 92]

Stringfellow R.G., Parks D.M. & Olson G.B., *Acta metallurgica et Materialia*, **40** (1992) p1703-1716

[2-12 Blanc 90]

Blanc G., Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques, dans : Les aciers inoxydables, Lacombe P., Barroux B. & Beranger G. (Eds.) publié par les Editions de Physique, Les Ulis, France (1990) p611-630

[2-13 Kirindi & Dikici 06]

Kirindi T. & Dikici M., *Journal of alloys and compounds*, Volume **407** Issue 1-2 (2006) p157-162

[2-14 Dastur & Lesli 81]

Dastur Y.N. & Lesli W.C., *Metallurgical Transactions A*, **12** (1981) p749

[2-15 Zuidema et al. 87]

Zuidema B.K., Subramanyam D.K. & Leslie W.C., *Metallurgical Transactions A*, **18** (1987)
p1629-1639

[2-16 Shun & al. 92]

Shun T., Wan C.M. & Byrne J.G., *Acta Metallurgica et Materialia*, **40** (1992) p3407-3412

[2-17 Rémy 75]

Rémy L., *Thèse*, Université de paris-Sud centre d'Orsay (1975)

Chapitre 3

Durcissement structural par précipitation
intragranulaire de carbures de vanadium

3 Durcissement structural par précipitation intragranulaire de carbures de vanadium

3.1 Introduction

Le chapitre précédent a montré comment, en substituant une partie du manganèse par du cuivre, il était possible d'augmenter le module d'Young tout en conservant l'excellent compromis allongement à rupture/résistance mécanique. Dans ce chapitre, nous étudions la possibilité d'augmenter un autre paramètre important : la limite d'élasticité, qui est également relativement faible par rapport à d'autres aciers à très haute résistance utilisés dans le domaine de la construction automobile (300 à 350 MPa dans les nuances précédentes).

Un levier métallurgique couramment utilisé est le durcissement structural par précipitation. Des précipités endogènes formés au cours d'un recuit à haute température à l'intérieur des grains constituent des obstacles au glissement des dislocations. L'augmentation de la limite d'élasticité dépend de la taille, de la densité volumique de précipités et du mécanisme de franchissement par les dislocations ; par cisaillement dans le cas de petits précipités cohérents ou par contournement dans le cas de précipités incohérents (mécanisme d'Orowan) [3-1 Friedel 64]. Le plus fort durcissement est généralement obtenu pour une dispersion de précipités la plus fine possible pour une fraction donnée.

Les excellentes propriétés mécaniques de ces aciers à température ambiante sont dues au maillage mécanique. Il est essentiel de ne pas perturber la cinétique de maillage (i.e. l'évolution de la distance moyenne entre faisceaux de micromacles au cours de la déformation) pour conserver un fort coefficient d'écroûissage tout au long de la déformation. Or des précipités peuvent bloquer les macles ou à l'inverse constituer des sites de germination et il n'y a pas eu d'étude systématique des interactions entre macles et précipités dans la littérature.

N'ayant pas réussi à obtenir une précipitation homogène de cuivre dans FeMnC, nous disposons d'une nuance contenant des carbures de vanadium, la nuance X-IP industrielle élaborée par Arcelormittal dont les développeurs produits sont Colin Scott et Philippe Cugy.

Il s'avère que la précipitation obtenue réunit les besoins de notre étude : une matrice austénitique proche de la nuance de référence 22-0,6 et des précipités intragranulaires observables au MET. Dans un premier temps nous présenterons la structure des carbures de vanadium au sein d'une matrice austénitique. Puis, nous présenterons la nuance étudiée et caractériserons sa microstructure. L'observation au MET permettra de déterminer la cohérence ou non des précipités ainsi que leur relation d'orientation avec la matrice. Les propriétés en traction seront ensuite comparées à la nuance de référence 22-0,6 et discutées en fonction des observations microstructurales. Enfin, la présence de carbures de vanadium s'accompagnant d'une plus faible sensibilité à la casse différée due à l'hydrogène, nous étudierons la possibilité de stockage de l'hydrogène dans le champ de contrainte autour des précipités.

3.2 Précipitation de carbure de vanadium dans l'austénite

3.2.1 Structure du carbure de vanadium

Le carbure de vanadium est une phase stœchiométrique de structure ordonnée B1 (type NaCl, figure 3-1). Le carbone et le vanadium forment deux sous-réseaux CFC décalés de $\langle a_{vc}/2, 0, 0 \rangle$ où a_{vc} est le paramètre de maille de la structure à 300K qui vaut 0,4165 nm [3-2 Lipatnikov et al. 97]. La similitude des deux structures induit des relations d'orientation privilégiées entre les carbures de vanadium et la matrice austénitique. Les précédents auteurs ayant travaillé sur le carbure de vanadium ont observé la sphéricité des précipités VC et une relation d'orientation cube-cube avec une matrice austénitique : $(001)_\gamma // (001)_{VC}$, $[100]_\gamma // [100]_{VC}$ [3-3 Yazawa et al. 04][3-4 Itani et al. 65][3-5 Silcock 66][3-6 Furuhashi et al. 03].

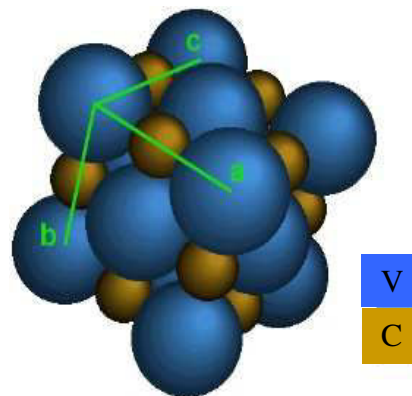


Figure 3-1 Structure B1 du carbure de vanadium. Les atomes de carbone occupent tous les sites octaédriques du réseau CFC de vanadium.

Avant de décrire les expériences, nous allons introduire les notions de cohérence des précipités et calculer la taille critique de perte de cohérence pour le carbure de vanadium dans l'austénite.

3.2.2 Contrainte induite par des précipités cohérents

Le paramètre de maille des nuances proches de la nuance référence 22-0,6 (qui dépend peu des teneurs en manganèse et en carbone) est $a_\gamma = 0,361$ nm. Il y a donc un fort désaccord paramétrique δ entre les précipités et la matrice dans laquelle on souhaite les introduire : $\delta = \Delta a/a_\gamma = 15,4\%$, ce qui correspond environ à 6 plans de carbure de vanadium pour 7 plans d'austénite. S'ils sont cohérents, ces précipités induisent donc de fortes contraintes internes.

En tenant compte de la déformation élastique du carbure, la résolution du problème de l'inclusion d'Eshelby permet de calculer les contraintes pour un précipité de forme ellipsoïdale [3-7 Eshelby 57][3-8 Mura 87]. Dans le cas de précipités sphériques et en supposant les matériaux isotropes, le calcul est simple et se ramène au cas d'une inclusion de rayon initial $R(1+\delta)$, introduite dans un trou sphérique de rayon R (figure 3-2), avec $\delta = 15,4\%$ considéré comme faible devant 1. L'équilibre mécanique est obtenu pour un rayon du précipité et du trou $R(1+\delta')$, avec $\delta' < \delta$.

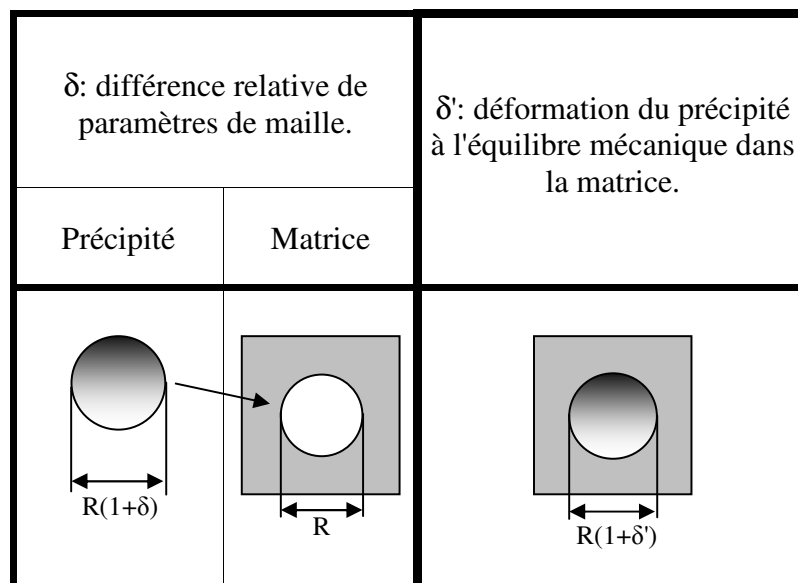


Figure 3-2 Introduction d'un précipité non contraint de rayon $R(1+\delta)$ dans un trou de rayon R dans la matrice. A l'équilibre mécanique le précipité et le trou ont un rayon $R(1+\delta')$ ($\delta' < \delta$).

Dans le repère des coordonnées sphériques dont l'origine est prise au centre de l'inclusion, le champ de déplacement de la transformation est purement radial. Les équations d'équilibre conduisent dans ce cas à une solution générale de la forme :

$$u_r = Ar + \frac{B}{r^2} \quad 3.2-1$$

où u_r est le déplacement radial, A et B sont des constantes et r est la distance au centre du précipité.

Les conditions aux limites en déplacement $u_r(0) = 0$ et $u_r(R) = \delta' - \delta$ pour l'inclusion et $u_r(R) = \delta'$ et $u_r(\infty) = 0$ pour la matrice conduisent à :

$$u_r = (\delta' - \delta)r \quad \text{dans le précipité} \quad 3.2-2$$

$$u_r = \delta' \frac{R^3}{r^2} \quad \text{dans la matrice} \quad 3.2-3$$

Les déformations dérivant de ces déplacements sont principales dans le repère de coordonnées sphériques :

$$\varepsilon_r = \varepsilon_\theta = \varepsilon_\varphi = \delta' - \delta \quad \text{dans le précipité} \quad 3.2-4$$

$$\varepsilon_r = -2\varepsilon_\theta = -2\varepsilon_\varphi = -2\delta' \frac{R^3}{r^3} \quad \text{dans la matrice} \quad 3.2-5$$

Et les contraintes associées valent :

$$\sigma_r = \sigma_\theta = \sigma_\varphi = (3\lambda_{vc} + 2\mu_{vc})(\delta' - \delta) \quad \text{dans le précipité} \quad 3.2-6$$

$$-\frac{\sigma_r}{2} = \sigma_\theta = \sigma_\varphi = 2\mu_\gamma \delta' \frac{R^3}{r^3} \quad \text{dans la matrice} \quad 3.2-7$$

$$\text{avec} \quad \lambda_i = \frac{E_i \nu_i}{(1 + \nu_i)(1 - 2\nu_i)} \quad \text{et} \quad \mu_i = \frac{E_i}{2(1 + \nu_i)} \quad 3.2-8$$

λ_i et μ_i sont les paramètres de Lamé du matériau i, E_i et ν_i étant respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson ($i = VC$ pour le carbure de vanadium et $i = \gamma$ pour l'austénite).

La continuité de la contrainte radiale en $r = R$ donne :

$$\delta' = \delta \left(1 + \frac{4\mu_\gamma}{3\lambda_{vc} + 2\mu_{vc}} \right)^{-1} \quad 3.2-9$$

Dans le cas d'une inclusion ayant les mêmes constantes élastiques que la matrice, on retrouve le résultat obtenu par Mura [3-8 Mura 87] :

$$u_r = \frac{1+\nu}{3(1-\nu)} \delta \frac{R^3}{r^2} \quad \text{dans la matrice} \quad 3.2-10$$

Zhang *et al* ont mesuré les constantes élastiques de VC_x pour x variant de 0,75 à 0,88 [3-9 Zhang et al. 98]. En négligeant l'anisotropie de VC et par extrapolation à x = 1, nous obtenons $3\lambda_{vc} + 2\mu_{vc} = C_{11} + 2C_{12} = 750$ GPa. $\mu_\gamma = 60$ GPa conduit à $\delta' = 0,75 \times \delta = 11,5\%$ (la déformation de la matrice est la même que celle que produirait une inclusion infiniment rigide ayant un désaccord paramétrique de 11,5%). Alors les contraintes internes à la surface du précipité ne dépendent pas de R et valent $-0,5 \cdot \sigma_r = \sigma_\theta = \sigma_\phi = 14$ GPa.

3.2.3 Taille critique de perte de cohérence

Compte tenu des contraintes internes élevées autour de précipités cohérents, des dislocations d'interface vont se créer au cours de la croissance des précipités pour relaxer ces contraintes. Ce processus de nucléation de dislocations à l'interface est appelé perte de cohérence : à partir d'une certaine taille, les distorsions de la matrice autour du précipité deviennent trop grande pour que celui-ci garde sa cohérence. La taille critique de perte de cohérence peut être estimée en considérant que l'énergie totale est réduite par la formation d'une boucle de dislocations, selon le critère de Brooks [3-10 Kelly & Nicholson 63].

Kelly [3-11 Kelly 66] a estimé la cission nécessaire à la nucléation d'une boucle de dislocation dans un cristal parfait à $\mu/20 = 3,1$ GPa. Le calcul précédent montre que la contrainte de cisaillement maximale autour d'un précipité cohérent vaut $(\sigma_\theta - \sigma_r)/2 = 21$ GPa. Comme la contrainte critique de nucléation d'une boucle est largement dépassée, on peut s'attendre à voir de nombreuses dislocations à l'interface des précipités. Cependant la contrainte ne dépend pas de la taille du précipité. Un bilan énergétique permet de déterminer le rayon à partir duquel le précipité perd sa cohérence. Une méthode de ce type, basée sur le

travail de Jesser [3-12 Jesser 68], a été utilisée pour déterminer le rayon de perte de cohérence R_{crit} .

L'énergie élastique stockée par unité de volume vaut :

$$w = \frac{1}{2} \sum_{i,j} \sigma_{ij} \epsilon_{ij} \quad 3.2-11$$

soit, avec les résultats précédents :

$$w_{vc} = \frac{3}{2} (3\lambda_{vc} + 2\mu_{vc}) (\delta - \delta')^2 \quad \text{dans le précipité} \quad 3.2-12$$

$$w_{\gamma} = 6\mu_{\gamma} \delta'^2 \frac{R^3}{r^3} \quad \text{dans la matrice} \quad 3.2-13$$

et par intégration dans les volumes concernés, l'énergie élastique totale stockée vaut :

$$W_{vc} = 2\pi (3\lambda_{vc} + 2\mu_{vc}) (\delta - \delta')^2 R^3 \quad \text{dans le précipité.} \quad 3.2-14$$

$$W_{\gamma} = 8\pi\mu_{\gamma} \delta'^2 R^3 \quad \text{dans la matrice} \quad 3.2-15$$

L'énergie élastique stockée autour d'un précipité cohérent est donc proportionnelle au volume du précipité alors que l'énergie élastique d'un précipité semi-cohérent est sensiblement proportionnelle à la surface de l'interface. En effet, les dislocations d'interface sont associées à un champ de contrainte qui est proche de celui d'un joint de grain de faible désorientation [3-13 Brooks 62]. Il en découle qu'il existe une taille critique au dessus de laquelle l'état semi-cohérent aura une plus faible énergie. Lorsqu'un précipité a une taille supérieure à cette taille critique, il aura tendance à perdre sa cohérence, mais il faut une contrainte suffisamment forte pour que la première dislocation soit nucléée.

Une analyse de la transition entre particules cohérentes et incohérentes a été réalisée par Jesser [3-12 Jesser 68]. Cette étude est basée sur l'évaluation de l'augmentation de l'énergie d'interface particule/matrice due aux dislocations et de la relaxation d'énergie élastique due à ces mêmes dislocations. Ce modèle suppose un précipité sphérique, des structures et des constantes élastiques identiques pour le précipité et la matrice. L'énergie des

dislocations d'interface sera estimée avec ces hypothèses. L'énergie élastique stockée sera estimée avec les relations présentées précédemment.

L'énergie d'un précipité cohérent de rayon R s'écrit :

$$E_{\text{coherent}} = E_{\text{interface}} + E_{\text{élastique}} = 4\pi R^2 \sigma_0 + W_{\text{vc}}(\delta) + W_{\gamma}(\delta) \quad 3.2-16$$

$\sigma_0 = 8 \text{ mJ/m}^2$ (d'après Jesser) est l'énergie des liaisons entre les deux mailles cristallines par unité de surface lorsqu'il y a cohérence ; elle est considérée comme constante et indépendante de la contrainte élastique. R est le rayon du précipité, $W_{\text{vc}}(\delta)$ et $W_{\gamma}(\delta)$ sont les énergies stockées dans le précipité calculées précédemment pour le désaccord paramétrique δ . Lorsque des dislocations d'interface apparaissent, elles relaxent une partie des déformations dues au désaccord paramétrique. Notons $\delta^* < \delta$ le désaccord paramétrique relaxé par les dislocations : du point de vue des contraintes nous supposons que le précipité semi-cohérent se comporte comme un précipité cohérent dont la structure aurait un désaccord paramétrique δ^* avec la matrice (voir figure 3-3). Avec les mêmes notations que précédemment le rayon du précipité relaxé par des dislocations d'interface, à l'équilibre mécanique avec la matrice vaut $R(1 + \delta^{*\prime})$ où $\delta^{*\prime} = 0,75 \times \delta^*$.

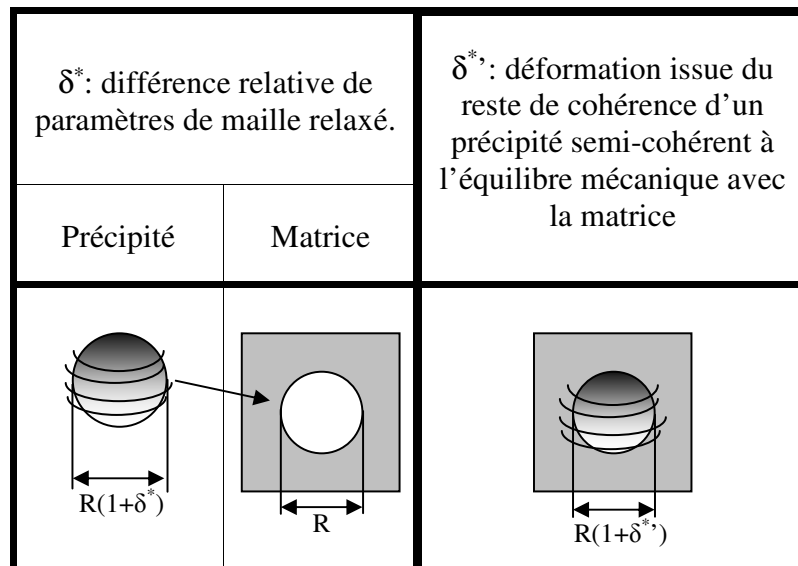


Figure 3-3 Introduction d'un précipité non contraint de rayon $R(1 + \delta^*)$ relaxé par des dislocations d'interface, dans un trou de rayon R dans la matrice. A l'équilibre mécanique le précipité et le trou ont un rayon $R(1 + \delta^{*\prime})$ ($\delta^{*\prime} = 0,75 \times \delta^*$).

L'énergie d'un précipité semi-cohérent s'écrit alors :

$$E_{\text{semi-cohérent}} = 4\pi R^2(\sigma_0 + \sigma_{\text{dis}}) + W_{\text{vc}}(\delta^*) + W_{\gamma}(\delta^*) \quad 3.2-17$$

Les expressions de $W_{\text{vc}}(\delta^*)$ et $W_{\gamma}(\delta^*)$ sont les mêmes que précédemment, en remplaçant δ par δ^* . On suppose que σ_0 n'est pas modifié par la présence des dislocations. σ_{dis} est l'énergie du réseau de dislocations d'interface, qui s'exprime par [3-12 Jesser 68] :

$$\sigma_{\text{dis}} = \frac{\mu_{\gamma} b}{2\pi^2} \left[1 + \beta - (1 + \beta^2)^{1/2} - \beta \ln(2\beta(1 + \beta^2)^{1/2} - 2\beta^2) \right] \quad 3.2-18$$

avec $\beta = \frac{\pi(\delta - \delta^*)}{1 - \nu}$

σ_{dis} est une fonction décroissante de δ^* ; plus il y a de dislocations qui relaxent le précipité, plus l'énergie d'interface augmente.

Le rayon critique de perte de cohérence est défini comme celui pour lequel $E_{\text{cohérent}} = E_{\text{semi-cohérent}}$. Comme le montre la figure 3-4, en dessous l'état cohérent est plus stable, au-dessus c'est l'état semi-cohérent.

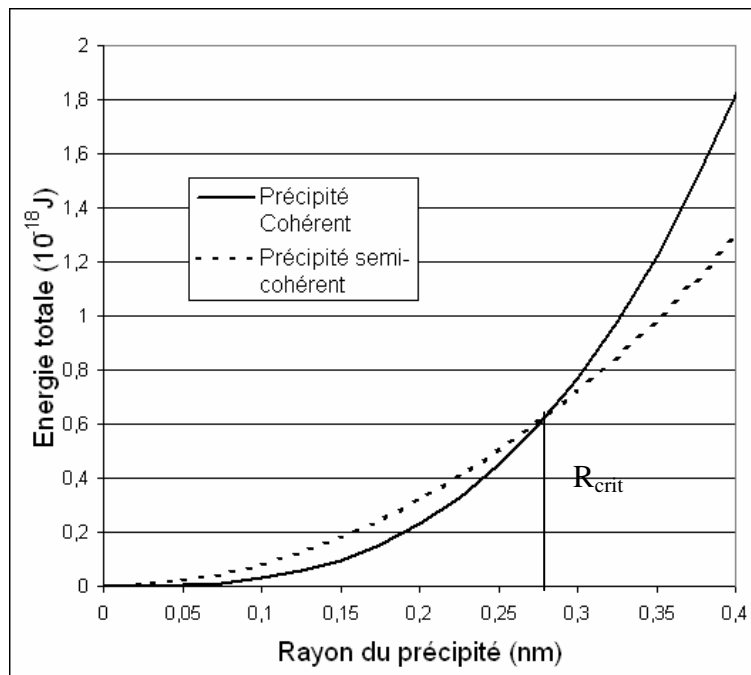


Figure 3-4 Energies comparées de précipités cohérents et semi-cohérents en fonction du rayon pour $\delta^* = 2,9\%$. Au-dessus de R_{crit} , l'état semi-cohérent est le plus stable.

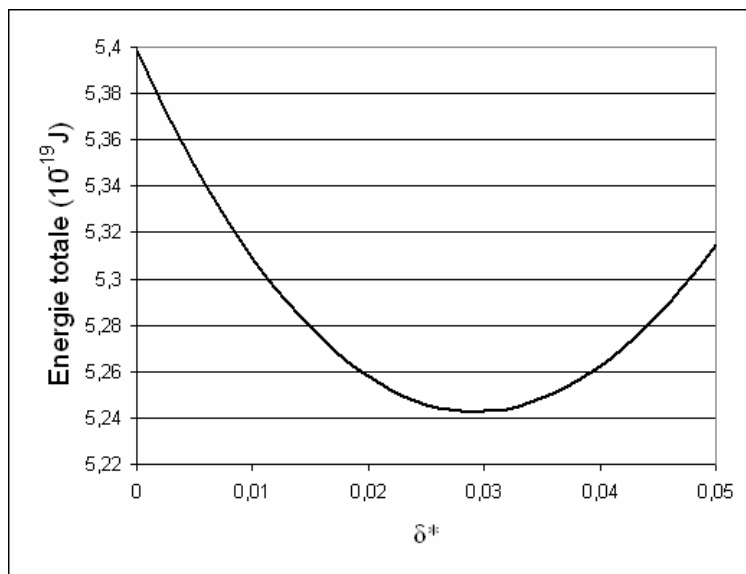


Figure 3-5 Energie d'un précipité semi-cohérent en fonction de δ^* pour $R = 0,275$ nm.

Le calcul de R_{crit} dépend de la valeur de δ^* choisie qu'on ne connaît pas. La figure 3-5 montre qu'il existe une valeur de δ^* qui minimise l'énergie d'un précipité semi-cohérent de rayon R donné. La méthode de calcul de R_{crit} consiste donc à déterminer cette valeur de δ^* pour une valeur initiale arbitraire de R et à injecter le résultat dans le calcul de R_{crit} . Par itérations successives, le calcul converge vers $\delta^* = 0,029$ et $R_{crit} = 0,275$ nm. La déformation tangentielle de la matrice à l'interface avec le précipité vaut $\delta^{**} = 2,18\%$. Cette valeur faible de R_{crit} est due au fort désaccord paramétrique initial δ et signifie que :

- le résultat est en dehors de l'application du modèle dans notre cas précis (R_{crit} est de l'ordre du vecteur de Burgers des dislocations dans l'austénite, on ne peut donc pas assimiler "la" dislocation d'interface à un joint de faible désorientation),
- quoi qu'il en soit, on ne doit pas pouvoir obtenir de carbures VC parfaitement cohérents avec la matrice.

3.3 Composition, élaboration et microstructure de l'alliage

La composition visée correspond à la nuance de référence 22-0,6, auquel on ajoute 0,2% atomique de carbone et de vanadium. La nuance de cette étude sera nommée 22-0,6+VC. La composition a été mesurée par analyse chimique en spectroscopie d'émission optique (S.E.O.). La teneur en vanadium est de 0,21 % atomique.

La coulée a subi un laminage à chaud avec une température de fin de laminage de 900°C suivie d'un refroidissement à l'air à une vitesse de 20°C/s. Les calculs de précipitation ont été effectués par Arcelormittal grâce au modèle de précipitation des particules tri-atomiques V(C,N) proposé par [3-14 Maugis & Gouné 05]. Ce modèle prédit l'état de précipitation en fonction des paramètres des procédés thermomécaniques subis par le matériau. D'après ce modèle, la quantité de vanadium précipité après laminage à chaud est très faible, de l'ordre de 50 ppm à comparer aux 2100 ppm présents en solution. La recristallisation a été vérifiée par métallographie et s'avère complète à ce stade.

La tôle a ensuite subi un laminage à froid l'amenant à une épaisseur de 1,2 mm puis un recuit optimisé afin d'obtenir une recristallisation complète ainsi qu'une précipitation intragranulaire homogène dans les grains. Le vanadium, de par sa présence en solution à haute température, diminue la vitesse des joints de recristallisation. Le recuit est donc réalisé à plus haute température que pour d'autres aciers FeMnC dont la température de recuit est proche de 700°C. Concernant les précipités VC, le nez de précipitation sur le diagramme de la proportion de précipité en fonction du temps et de la température de recuit se trouve à 800°C d'après le modèle de précipitation et les résultats expérimentaux réalisés par Arcelormittal. Le recuit optimal permettant une recristallisation complète et une précipitation intragranulaire est de 800°C pendant 180 s avec refroidissement de 2,5°C/s.

La figure 3-6 présente une observation de la surface des échantillons au MEB en contraste cristallin après polissage final en solution de silice colloïdale (Struers OPS). Elle montre que la structure est entièrement recristallisée. La taille de grains moyenne mesurée par la méthode des intersections (mesure des distances moyenne entre les intersections d'une ligne avec les joints de grains) est de 1,7 µm.

La figure 3-7 montre l'intérieur des grains observée au MET en champ clair. Les lames minces sont préparées par polissage mécanique parallèle au Tripod jusqu'au diamant 1 µm puis amincissement ionique (PIPS). De nombreuses macles de recuit sont visibles (figure 3-7b), comme pour les aciers FeMnCuC étudiés dans le chapitre précédent. Nous constatons la présence de nombreux précipités sphériques de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres de diamètre à l'intérieur des grains. On peut remarquer l'épinglage d'une dislocation sur ces précipités sur la figure 3-7a.

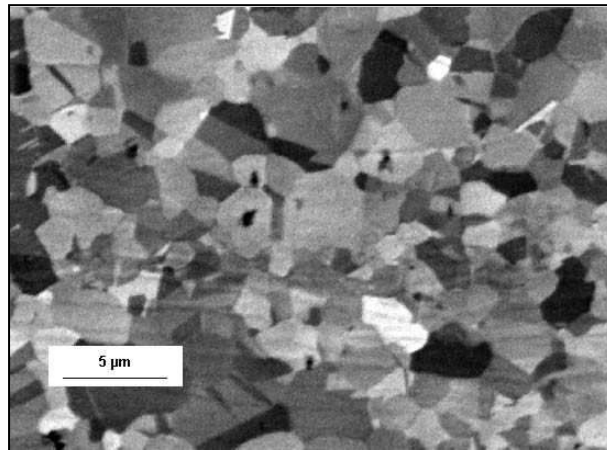


Figure 3-6 Métallographie au MEB en contraste cristallin de l'acier 22-0,6+VC après laminage à froid suivi d'un recuit à 800°C durant 180 s. La structure est entièrement recristallisée.

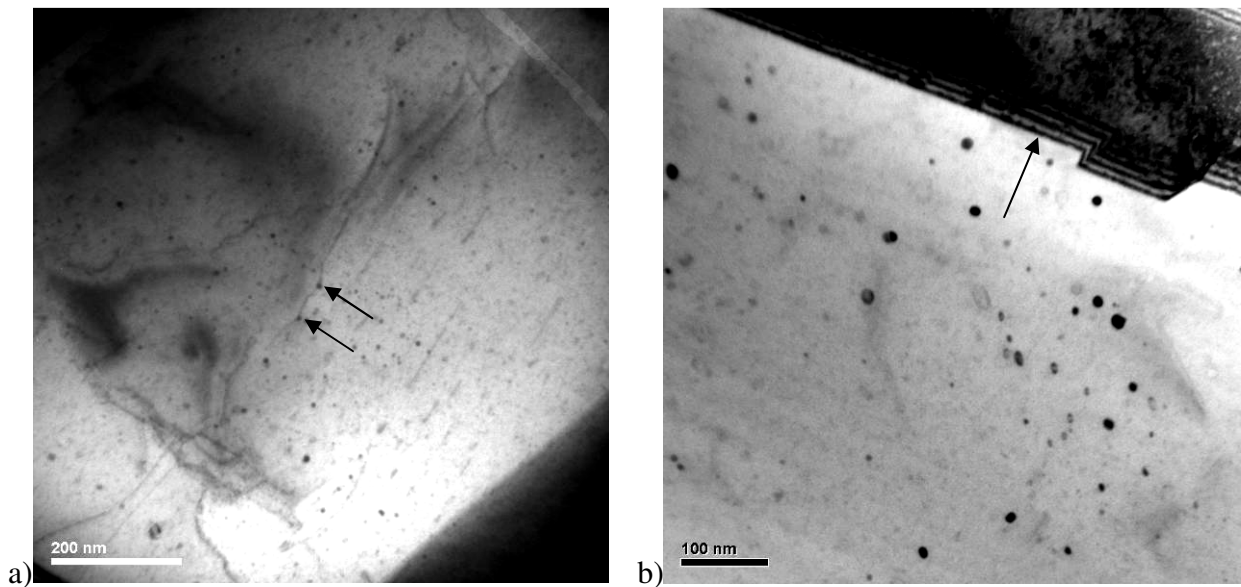


Figure 3-7 Clichés MET en champ clair montrant la présence de précipités intragranulaires dans la matrice austénitique. a) épinglage d'une dislocation par deux précipités (flèches), b) plus fort grossissement d'une autre zone montrant la présence d'un joint de macle de recuit (flèche).

La distribution de taille des précipités a été mesurée à Arcelormittal par D. Bouleau par extraction de réplique. Cette méthode consiste en une attaque chimique sélective de la matrice. Un film de carbone est ensuite déposé puis retiré avec les précipités. Le film de carbone est ensuite dissout de façon à ne laisser que les précipités sur une grille de cuivre. La figure 3-8 montre les principales étapes de l'extraction par réplique de carbone.

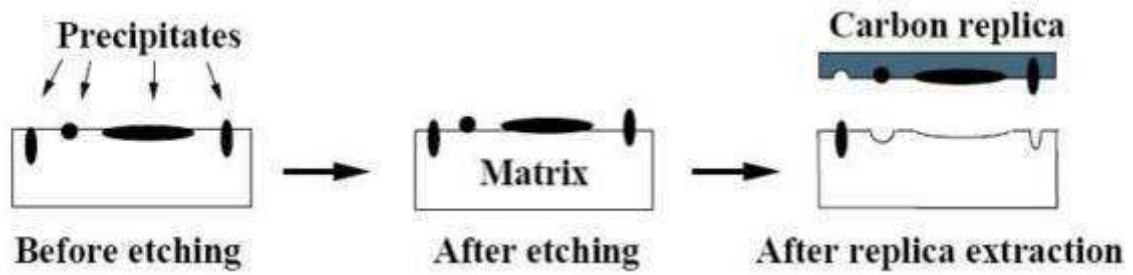


Figure 3-8 Schéma des principales étapes d'une extraction par réplique de carbone.

Le résultat de l'analyse de distribution de taille est présenté figure 3-9. La plupart des précipités ont un rayon allant de 1 à 10 nm, la fréquence maximale est obtenue pour un rayon de 2,5 à 3 nm. Environ 3% des précipités ont un rayon supérieur à 10 nm, pouvant aller jusqu'à 50 nanomètres (figure 3-10). Le rayon moyen calculé est de 3,4 nm.

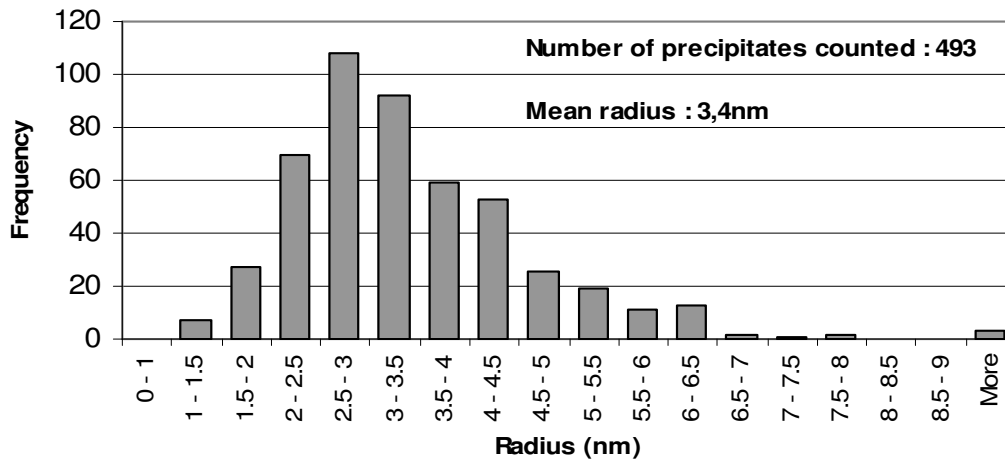


Figure 3-9 Distribution de taille des précipités dans l'acier 22-0,6+VC mesurée au MET par la méthode d'extraction de réplique.

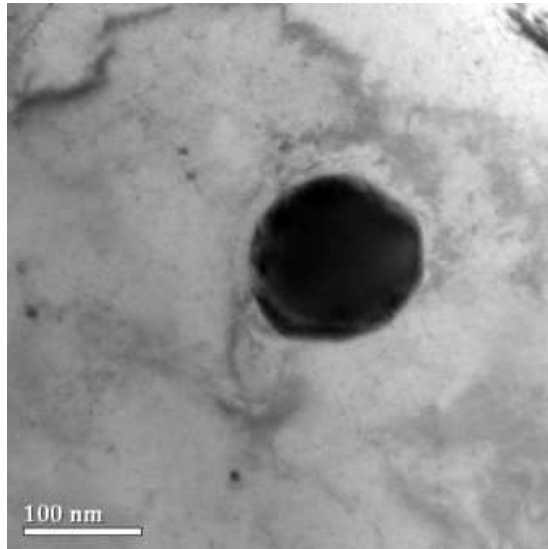


Figure 3-10 Précipité de grande taille observé au MET en champ clair multi-onde.

3.4 Caractérisation au MET de la relation précipités/matrice

3.4.1 Contrastes de déformation

La figure 3-11a montre des précipités de taille nanométrique observés au MET en champ clair deux ondes et présentant un contraste de déformation en forme de lobes ou de grains de café, caractéristiques de précipités présentant une certaine cohérence avec la matrice [3-15 Fujii et al. 00][3-16 Edington 75][3-17 Ashby & Brown 63]. Ces contrastes sont dus au champ de déformation autour des précipités qui varie en $1/r^3$ (équation 3.2-5). Le contraste apparaît près des précipités, là où la déformation élastique du réseau est importante. La forme en grain de café du contraste est due au champ de déplacement autour des précipités qui est radial (équation 3.2-10) : dans le plan perpendiculaire au vecteur diffraction, $\vec{g} \cdot \vec{u} = 0$ et le contraste disparaît. La figure 3-12a montre une carte de contraste calculée autour d'un précipité en prenant en compte les conditions de diffraction et le champ de déplacement [3-17 Ashby & Brown 63].

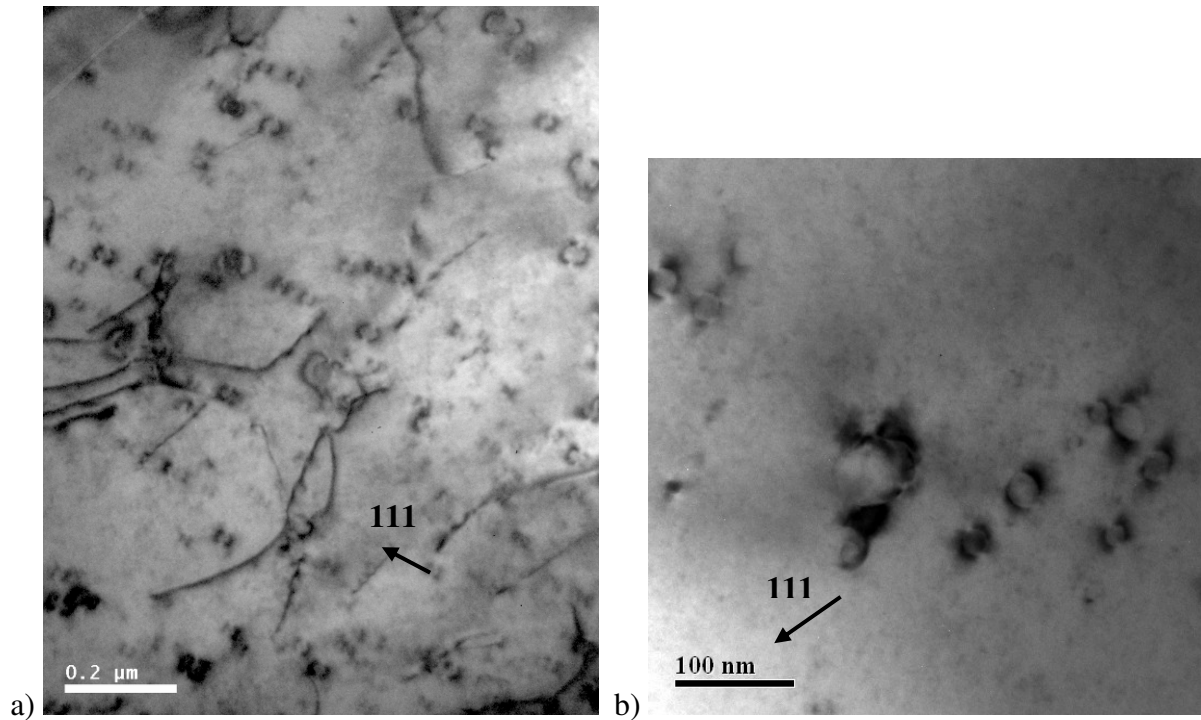


Figure 3-11 a et b : Contrastes de déformation autour de précipités cohérents observés au microscope électronique à transmission en champ clair, $g = \langle 111 \rangle$.

La figure 3-11b montre des précipités de différentes tailles. On remarque que pour les plus gros précipités, il n'y a plus de contrastes ayant ces caractéristiques. Ceci est dû au fait que plus le diamètre des précipités augmente, plus leur degré de cohérence diminue. Au-delà de 25 nm toute cohérence disparaît progressivement (absence de lobes).

Le contraste disparaît, à une certaine distance d'un précipité, lorsque le champ de déplacement devient trop faible pour affecter la propagation des électrons. Il est donc possible de relier la taille des lobes à la déformation induite par les précipités. Ashby & Brown [3-17 Ashby & Brown 63] ont utilisé la théorie du contraste de diffraction dynamique développée par Howie & Whelan [3-18 Howie & Whelan 1961] pour établir un lien entre la déformation autour d'une particule sphérique présentant un désaccord paramétrique avec la matrice et les contrastes de cohérence observés au MET. Cette relation n'est valable que si :

- l'image a été réalisée en champ clair, en conditions de deux-ondes, avec un écart s à la position de Bragg faible,
- la taille de l'inclusion est petite comparée à l'épaisseur de la lame mince,
- on a sélectionné des images symétriques autour de la ligne de non-contraste (seules les inclusions proches du centre de la lame sont mesurables).

Il est possible de mesurer la taille des lobes à 2, 20 ou 50% du contraste entre le fond et le précipité. Les figure 3-12 b et c montrent la méthode de mesure de la taille des lobes à 20% de contraste utilisée.

Afin de normaliser la distance entre lobes, il faut prendre en compte l'orientation du cristal via une distance caractéristique de cette orientation : la distance d'extinction entre deux franges d'égale épaisseur de lame ξ_g dont on peut calculer la valeur :

$$\xi_g = \frac{\pi a_\gamma^3 \cos\theta}{\lambda F_{hkl}} \quad 3.4-1$$

avec a_γ le paramètre de maille de l'austénite en Å, θ l'angle de Bragg obtenu par la loi de Bragg, F_{hkl} le facteur de structure en Å, λ est la longueur d'onde des électrons en Å, calculée en connaissant U la tension d'accélération : $\lambda \approx \frac{11,5}{\sqrt{U}} = 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ Å}$ pour U = 200 kV.

Pour l'austénite CFC le facteur de structure vaut : $F_{hkl} = 4 \cdot f(\theta)_\gamma \cdot m/m_0$ avec $f(\theta)_\gamma$ l'amplitude de dispersion atomique (atomic scattering amplitude) calculée par une loi de mélange des éléments constituant l'austénite : $f(\theta)_\gamma = 0,753 f(\theta)_{Fe} + 0,22 \cdot f(\theta)_{Mn} + 0,027 \cdot f(\theta)_C$. Les valeurs $f(\theta)_{Fe}$, $f(\theta)_{Mn}$ et $f(\theta)_C$ se trouvent dans les tables [3-16 Edington 75]. Le facteur de correction relativiste $\frac{m}{m_0} = (1 - (v/c)^2)^{-1/2} = \frac{Ue}{m_0 c^2} + 1$ est le rapport entre la masse m de l'électron accéléré par la tension U et sa masse au repos m_0 , avec c la vitesse de la lumière et e la charge élémentaire. On obtient $m/m_0 = 1,39$ pour U = 200 kV et $\xi_g = 374 \text{ Å}$ pour $g = \langle 111 \rangle$.

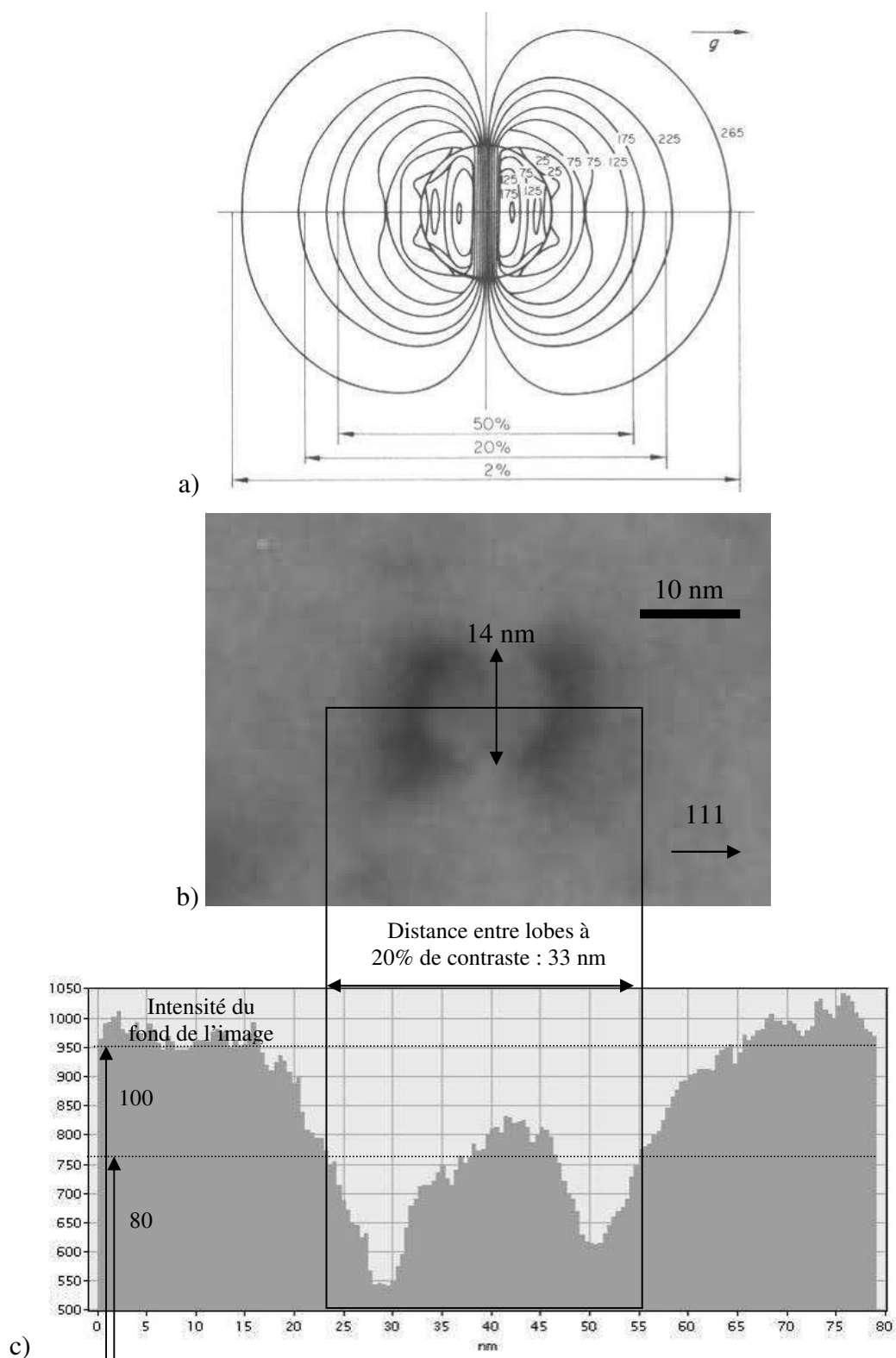


Figure 3-12 Mesure de la taille des lobes à 20% de contraste par rapport au fond de l'image. a) Carte de contraste calculée autour d'un précipité formant des lobes en grain de café, ajustée à la taille du précipité observé [3-17 Ashby & Brown 63], b) Détail des lobes de contraste de déformation autour d'un précipité ($R = 7$ nm) en champ clair deux ondes $g = \langle 111 \rangle$ et c) intensité de l'image le long du diamètre perpendiculaire à la ligne de non-contraste.

Pour le précipité observé figure 3-12, de taille $R = 7$ nm, la largeur des lobes à 20% de contraste est de 33 nm donc $(\text{taille des lobes à } 20\%)/\xi_g = 0,88$. En extrapolant la courbe calculée par Ashby et Brown donnant la relation entre la taille des lobes et la déformation de la matrice δ^* (figure 3-13), le logarithme vaut -1,5 et on obtient $\delta^* = 0,6\%$. La barre d'erreur est de $\pm 0,1\%$ pour une erreur de ± 2 nm dans la mesure de la taille des lobes.

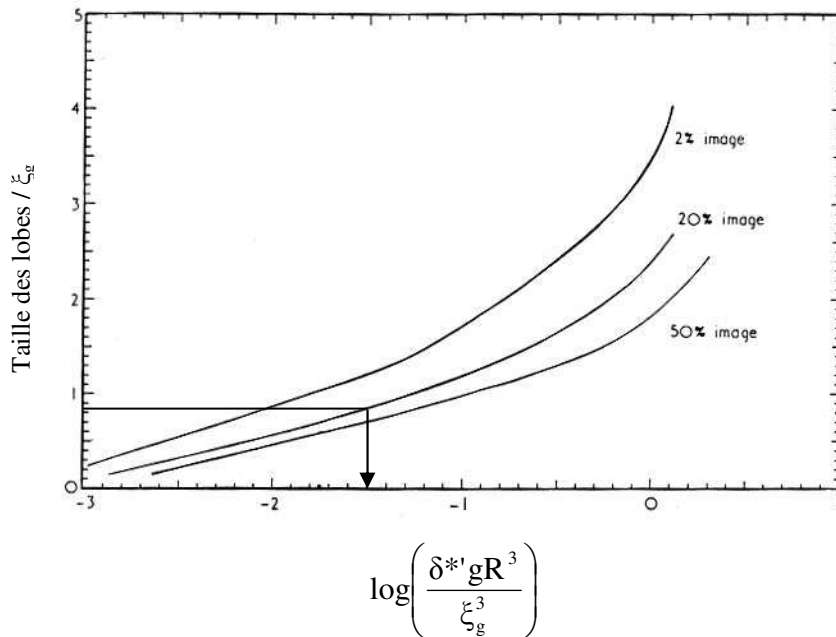


Figure 3-13 Variations estimées de la largeur des lobes à 2, 20 et 50% de contraste en fonction de ξ_g (Å), δ^* , g la norme du vecteur diffracté de coordonnées hkl en Å^{-1} et R le rayon du précipité en Å mesuré le long de la ligne de non-contraste. D'après Ashby & Brown [3-17 Ashby & Brown 63].

La déformation mesurée est très inférieure au désaccord paramétrique entre les deux phases. Comme attendu, les précipités sont donc semi-cohérents : $\delta^* = 0,6/0,75 = 0,83\%$. C'est-à-dire que la grande majorité du désaccord initial $\delta = 15,4\%$ est relaxé et on peut estimer les contraintes maximales près de ce précipité (équation 3.2-7) à $-\sigma_r = 2\sigma_\theta = 2\sigma_\phi = 720$ MPa et décroissant rapidement (ces contraintes valent 80 MPa à une distance d'un précipité égale à son diamètre, 1,6 MPa à une distance de 10 fois son diamètre).

La figure 3-14 montre la mesure de δ^* pour plusieurs précipités de tailles différentes (mesures effectuées sur la même micrographie MET) ainsi que le calcul de cette valeur à la taille critique de perte de cohérence. On observe une diminution de δ^* avec la taille des précipités. Une régression linéaire donne $\delta^* = 0,0124 - 8,03 \cdot 10^{-4} R$ avec R en nm, qui prévoit une perte totale de cohérence à partir d'un diamètre d'environ 30 nm, en accord avec nos

observations. La cohérence résiduelle calculée pour le rayon critique de début de perte de cohérence est du même ordre de grandeur que ce que donne les mesures, mais surestimée par rapport à la loi linéaire.

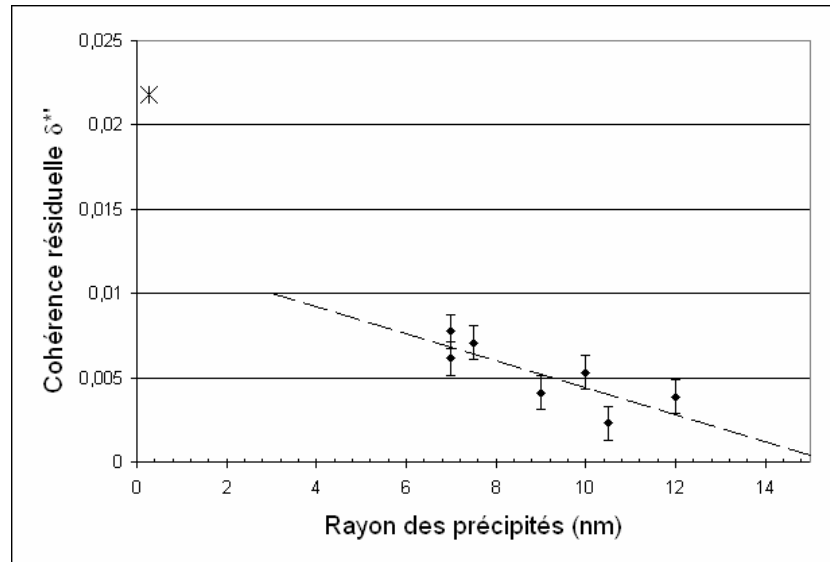


Figure 3-14 Mesure de la cohérence résiduelle δ^* pour plusieurs tailles de précipités. L'étoile indique la cohérence résiduelle calculée pour un précipité à la taille critique de perte de cohérence.

3.4.2 Relation d'orientation précipités / matrice

La figure 3-15 présente des micrographies en MET deux ondes sur lesquelles des franges de moiré sont observables dans les précipités, qui sont caractéristique d'une relation d'orientation privilégiée entre les précipités et la matrice. Ces moirés sont la conséquence d'interactions entre les électrons et les deux réseaux cristallins superposés. Les conditions pour obtenir ces moirés sont :

- des conditions de structure et/ou d'orientation entre précipités et matrice,
- des condition de diffraction comportant un vecteur diffraction de forte intensité,
- un écart à la loi de Bragg caractérisé par un vecteur \vec{s} (i.e. une position de la ligne de Kikushi soulignant le vecteur diffracté choisi), à ajuster pour chaque image (les franges apparaissent ou disparaissent en fonction de \vec{s}). Les taches de diffraction étant issues d'une transformée de Fourier de l'échantillon sous forme de lame mince, ces taches ne sont pas ponctuelles mais forment des volumes en batonnets représentés figure 3-16 qui permettent de définir le vecteur \vec{s} .

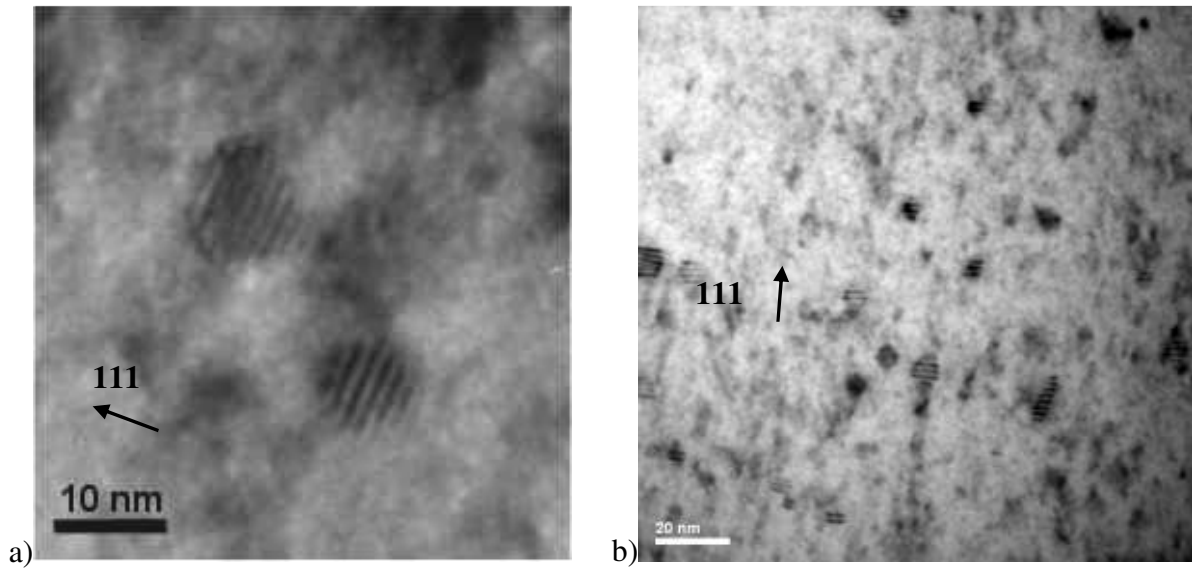


Figure 3-15 Moirés obtenus au MET en deux ondes $g = \langle 111 \rangle$.

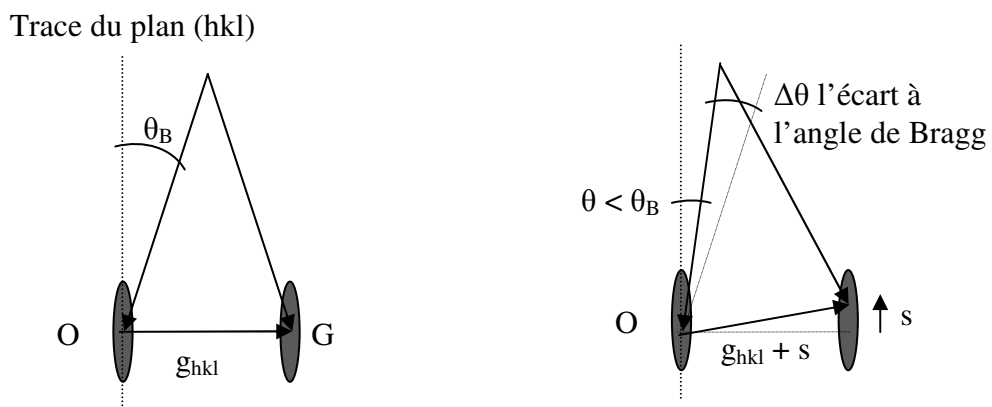


Figure 3-16 Définition du vecteur \vec{s} , provoqué par un écart à l'angle de Bragg. O est la trace du faisceau incident, G est la trace du faisceau diffracté. La forme ovale correspond aux diffractions rendues possible par l'incertitude d'Heisenberg.

Il existe deux types de moirés: les moirés parallèles et les moirés de rotation qui sont schématisés figure 3-17.



Figure 3-17 Schéma représentant les 2 types de moirés : a) moiré parallèle, b) moiré de rotation.

La largeur des franges dépend des distances inter-réticulaires des plans concernés et/ou de la relation d'orientation précipité-matrice [3-16 Edington 75] :

- moirés parallèles : les plans diffractants des deux cristaux sont parallèles mais ont des distances inter-réticulaires d_1 et d_2 légèrement différentes. Les franges produites par ce type de moirés sont espacées de $D = \frac{d_1 d_2}{|d_1 - d_2|}$ et sont parallèles aux plans concernés (figure 3-17a).

- moiré de rotation: les plans diffractants des deux cristaux ont des distances inter-réticulaires identiques mais présentent un léger angle de désorientation β . Les franges du moiré font un angle $\frac{\pi}{2} \pm \frac{\beta}{2}$ avec les plans des deux cristaux (Figure 3-17b) et sont espacées de

$$D = \frac{d}{2 \sin(\beta/2)}.$$

Les moirés que nous observons sont toujours perpendiculaires au vecteur diffraction, donc il s'agit de moirés de type parallèle. Ils sont observés sur les micrographies MET pour $g = \langle 111 \rangle_\gamma$. La distance entre franges mesurée sur ces images (figure 3-15 a et b) ainsi que sur toutes les images réalisées dans les mêmes conditions d'orientation $\langle 111 \rangle_\gamma$ (plus de 20 moirés) est de 1,6 nm. En considérant les plans $\{111\}_\gamma$ ($d_{111}^\gamma = 0,209$ nm) la seule famille de plans de la structure VC pouvant produire des interférences avec cette distance interfranges sont les plans $\{111\}_{VC}$ ($d_{111}^{VC} = 0,240$ nm pour VC non contraint). La distance interfranges théorique correspondante vaut $D = 1,55$ nm, très proche de la valeur mesurée, en raison des faibles déformations de cohérence résiduelle δ^* mesurées par la méthode d'Ashby. Une correction du paramètre de maille de VC compte tenu de cette déformation augmente faiblement la distance interfranges théorique ($D = 1,64$ nm pour $\delta^* = 0,6\%$).

On en déduit donc qu'il s'agit bien de précipités ayant une relation d'orientation cube-cube : $\{111\}_\gamma // \{111\}_{VC}$. Cette relation d'orientation n'a pas pu être confirmée par un cliché de diffraction, la petite taille des précipités concernés impliquant un faible volume diffractant insuffisant pour être observable.

3.4.3 Macles de recuit et précipitation

La figure 3-18 montre une macle de recuit contenant des précipités VC. Comme nous l'avons vu dans la littérature, les plans qui définissent l'interface macle-matrice sont des plans de type $\{111\}$. Le vecteur diffraction $g = \langle 111 \rangle$ utilisé est commun à la macle et à la matrice et est perpendiculaire aux plans d'interface. Il en résulte un angle très faible entre le faisceau diffracté et le plan d'interface (figure 3-19). L'angle de Bragg vaut $\theta = 0,006^\circ$ pour $\langle 111 \rangle$ d'après les calculs effectués pour la méthode d'Ashby. La macle est donc vue "debout". Il est alors possible de mesurer précisément son épaisseur qui est de 67 nm. En considérant que la macle traverse la lame mince en épaisseur, il est donc possible de distinguer ce qui est dans la macle de recuit et ce qui est en dehors. On peut observer que les précipités dans la macle de recuit présentent le même contraste de déformation que ceux en dehors. Etant semi-cohérents, ils se sont donc formés après la macle de recuit au cours du traitement de précipitation/recristallisation.

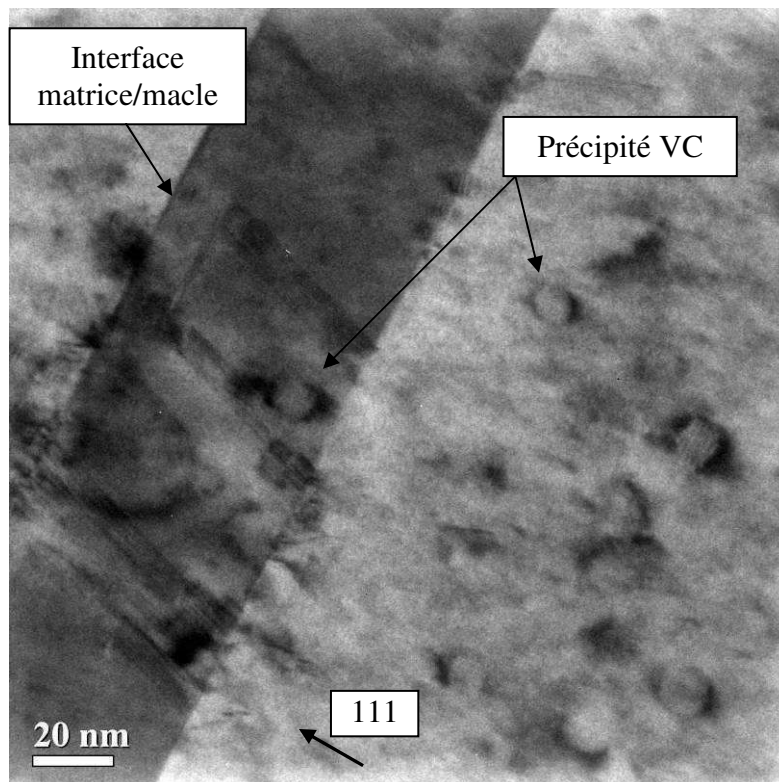


Figure 3-18 Cliché MET champ clair deux ondes $g = \langle 111 \rangle$ sur l'échantillon 22-0,6+VC déformé de 10%, macle de recuit et précipités VC.

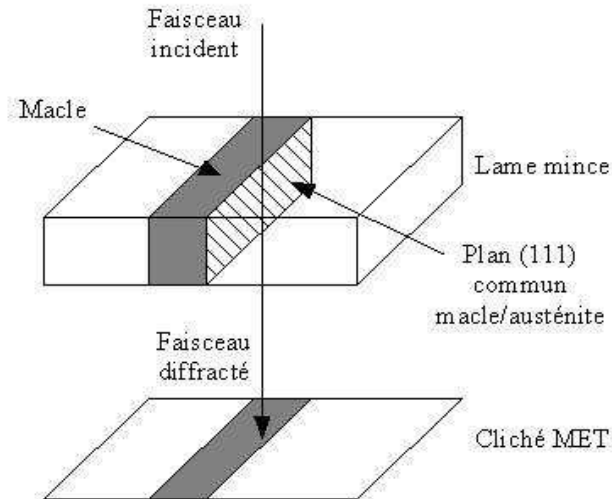


Figure 3-19 Schéma de représentation de l'orientation particulière : plan {111} commun à la macle et à la matrice parallèle au faisceau transmis.

3.4.4 Discussion

Nous observons deux populations de carbures de vanadium : des précipités de grande taille, incohérents et de petits précipités semi-cohérents d'orientation cube-cube avec la matrice. La précipitation a lieu au cours du même traitement que la recristallisation. Si les carbures se formaient avant que la recristallisation ne s'opère, ils devraient perdre leur cohérence, le grain dans lequel ils ont germé ayant été absorbé par le passage d'un joint de grain de recristallisation. Inversement, si la précipitation avait lieu après la recristallisation, même les précipités de grande taille devraient garder la relation d'orientation avec la matrice acquise au moment de la germination. Selon [3-3 Yazawa et al. 04], les plus petits carbures sont dissous à haute température lors du passage d'un joint de recristallisation car l'énergie de l'interface VC/ γ augmente, ce qui les déstabilise. Le vanadium remis en solution peut alors précipiter à nouveau dans les grains recristallisés (voir figure 3-20). L'observation de précipités semi-cohérents à l'intérieur d'une macle de recuit, formée au cours de la recristallisation, semble confirmer cette hypothèse. On aurait donc 3 familles de précipités ayant des relations différentes avec la matrice :

- de petits précipités (< 30 nm) d'orientation cube-cube et semi-cohérents, issus de la remise en solution du vanadium après recristallisation,
- de plus gros précipités (> 30 nm) d'orientation cube-cube, ayant perdu leur cohérence,

- de gros précipités incohérents et n'ayant aucune relation d'orientation issus de la précipitation initiale.

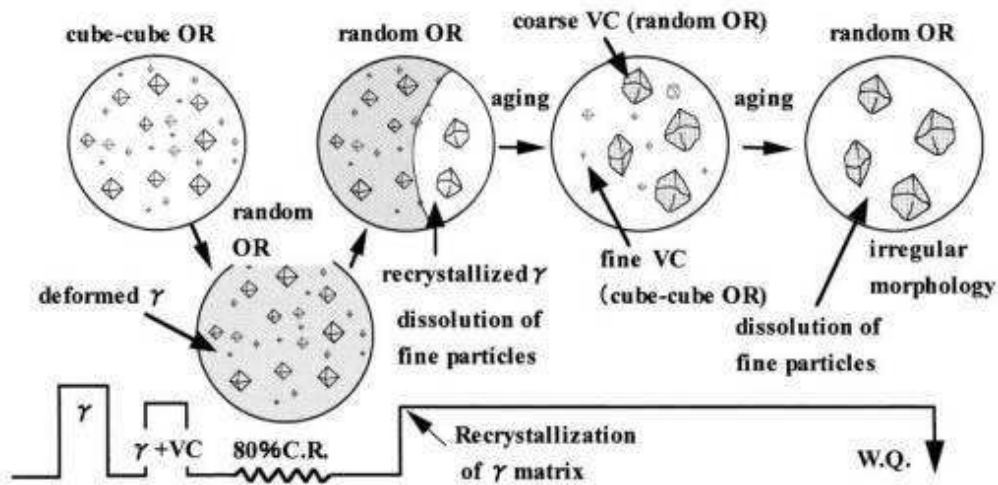


Figure 3-20 Description de l'état de précipitation aux différentes étapes de l'élaboration d'un acier FeMnC+VC. D'après [3-3 Yazawa et al. 04]. OR = orientation, C.R. = laminage à froid, W.Q. = trempe à l'eau.

3.5 Etude de l'alliage déformé

3.5.1 Essai de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur la nuance 22-0,6+VC, selon la même procédure que pour les nuances au cuivre. La figure 3-22a présente la courbe de traction conventionnelle, la figure 3-22b la courbe rationnelle comparée à celle de la nuance de référence 22-0,6 de petite taille de grains. On observe une augmentation de la contrainte d'écoulement de 220 MPa que l'on retrouve sur toute la courbe. La déformation à rupture est identique à celle de la nuance 22-0,6.

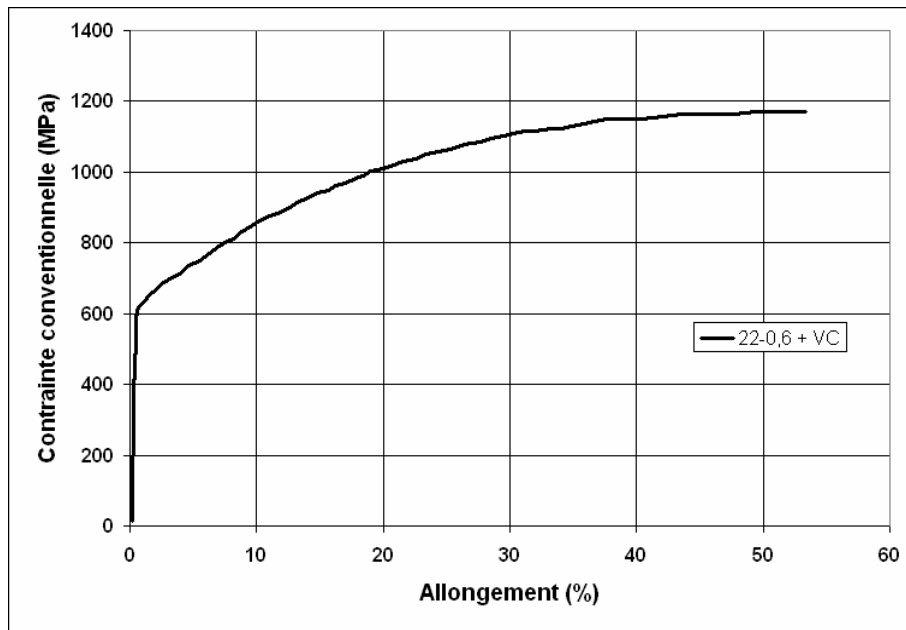


Figure 3-21 Courbe de traction conventionnelle uniaxiales de la nuance 22-0,6+VC de taille de grains 1,7 μm .

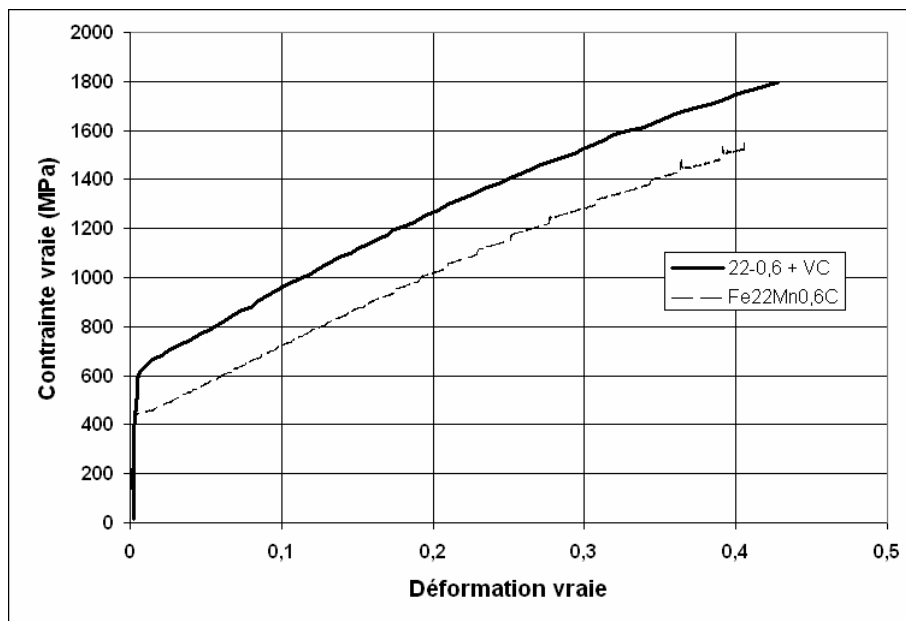


Figure 3-22 Courbes de traction rationnelles comparées des nuances 22-0,6+VC et 22-0,6 de tailles de grains respectives 1,7 et 3 μm .

Il y a un fort durcissement structural qui augmente la limite d'élasticité du matériau. La limite d'élasticité peut se décomposer en un terme de solution solide, σ_0 dû au carbone, un terme d'effet de taille de grain σ_{HP} (loi de Hall et Petch) et un terme de durcissement structural σ_{VC} .

La cission résolue nécessaire au franchissement d'un précipité incohérent par formation d'une boucle autour du précipité a été d'abord établie par Orowan [3-19 Brown & Ham 71]:

$$\tau_c = \frac{\mu b}{L} \quad 3.5-1$$

avec L la distance moyenne entre deux précipités voisins le long de la ligne de dislocation, lorsque la taille des précipités est négligeable devant L.

Définissant L_s comme la distance moyenne entre deux précipités voisins répartis au hasard dans le plan de glissement ($L_s = n_s^{-1/2}$, où n_s est le nombre de précipités par unité de surface), Foreman et Makin ont montré par des simulations numériques que la cission de franchissement valait dans le cas d'obstacles forts [3-20 Foreman & Makin 66][3-21 Ardell 85] :

$$\tau_{VC} = 0,81 \frac{\mu b}{L_s} \quad (\text{i.e. } L \approx 1,25.L_s) \quad 3.5-2$$

Connaissant le rayon moyen $\langle r \rangle$ des précipités, il est possible de relier L_s à la fraction volumique f_v . La fraction volumique est également la fraction surfacique dans le plan de glissement :

$$f_v = \frac{\pi \langle r_s^2 \rangle}{L_s^2} \quad 3.5-3$$

où $\pi \langle r_s^2 \rangle$ est la surface moyenne des intersections entre les précipités sphériques et le plan de glissement. $\langle r_s^2 \rangle$ est relié au rayon moyen des précipités par la relation :

$$\langle r_s^2 \rangle = \frac{2}{3} \langle r \rangle^2 \quad 3.5-4$$

d'où, en combinant les trois équations :

$$\tau_{VC} = 0,81 \left(\frac{3f_v}{2\pi} \right)^{1/2} \frac{\mu b}{\langle r \rangle} \quad 3.5-5$$

Le durcissement dû aux carbures vaut donc :

$$\Delta\sigma_{VC} = M\tau_{VC} \quad 3.5-6$$

où $M = 3,06$ est le facteur de Taylor.

La fraction volumique se déduit de la fraction atomique :

$$f_v = f \frac{a_{VC}^3}{a_\gamma^3} \quad 3.5-7$$

Si on suppose que tout le vanadium a précipité, une teneur de 0,21% conduit à $f_v = 3,2 \text{ ‰}$, soit pour $\mu = 60 \text{ GPa}$, $b = 0,255 \text{ nm}$ et $\langle r \rangle = 3,4 \text{ nm}$ (figure 3-9), $\Delta\sigma_{VC} = 430 \text{ MPa}$.

D'après l'expérience, $Re = 610 \text{ MPa}$ et en utilisant la loi de Hall et Petch (chapitre 1) pour une taille de grain de $1,7 \text{ }\mu\text{m}$ on obtient une contribution de la solution solide et des joints de grains de 530 MPa , ce qui permet d'estimer la contribution réelle des précipités pour le durcissement structural $\Delta\sigma_{VC} = 80 \text{ MPa}$. Elle est donc fortement surévaluée par le modèle. Deux effets combinés peuvent en être à l'origine :

- une partie du vanadium reste en solution solide et dans ce cas il a une influence sur l'EFE qu'il serait intéressant d'étudier,
- la présence de précipités de grande taille (exemple figure 3-10), même en faible nombre implique un volume important peu efficace en terme de durcissement. Une approximation du volume des 486 particules de rayon de moins de 9 nm de la figure 3-9 donne 1.10^{-22} m^3 . Ce volume correspond à celui d'un unique précipité de 29 nm de rayon.

La figure 3-23 présente les coefficients d'érouissage instantanés des deux nuances. L'érouissage de la nuance 22-0,6+VC est fort mais plus faible que celui de la nuance 22-0,6. Ce faible taux d'érouissage peut s'expliquer du fait que la limite d'élasticité est plus élevée. En pré-érouissant la nuance 22-0,6 à un niveau de contrainte égal à la limite d'élasticité de la nuance 22-0,6+VC, on constate que les taux d'érouissage sont très proches, ce qui montre qu'à contrainte d'écoulement égale, les carbures de vanadium ne modifient l'érouissage.

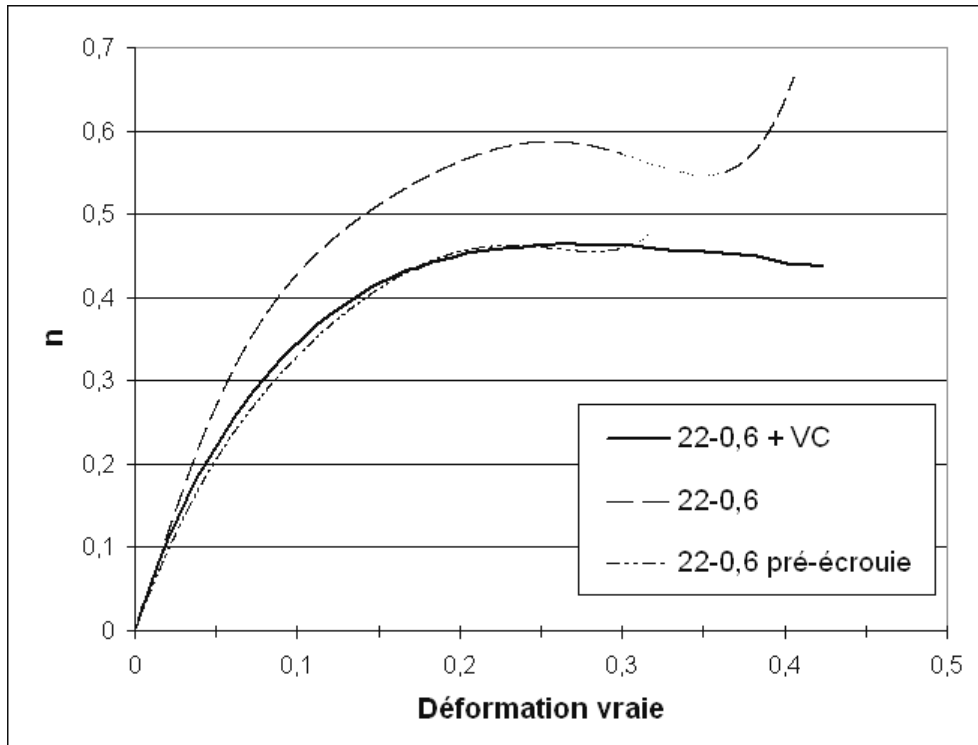


Figure 3-23 Coefficient d'écroutissage instantané des nuances 22-0,6, 22-0,6 pré-écrouie et 22-0,6+VC.

3.5.2 Microscopie électronique à transmission

Une déformation d'environ 10% a été réalisée par pliage sur la nuance 22-0,6+VC. Le matériau a ensuite été observé au MET avec pour objectif l'étude des interactions précipités-macles.

3.5.2.1 Interaction macle de déformation/précipité de petite taille

Les figures 3-24 a et b ont été prises le long d'une macle de déformation. L'image a) nous permet de détecter la présence d'un précipité de 15 à 20 nm de diamètre sur le trajet de la macle de déformation. La figure 3-24b est prise dans les mêmes conditions que la figure 3-18, c'est-à-dire les plans de macle $\{111\}$ sont perpendiculaires au plan de l'image. Cette image permet :

- de constater, que la macle n'est pas bloquée par le précipité, mais a franchi celui-ci (en admettant qu'elle occupe toute l'épaisseur de la lame mince),
- de mesurer l'épaisseur de la macle : 2,7 nm. Cette épaisseur correspond à 13 plans $\{111\}$ de la matrice et environ 11 plans $\{111\}$ de carbure de vanadium non contraint,

- de constater la présence de dislocations autour du précipité.

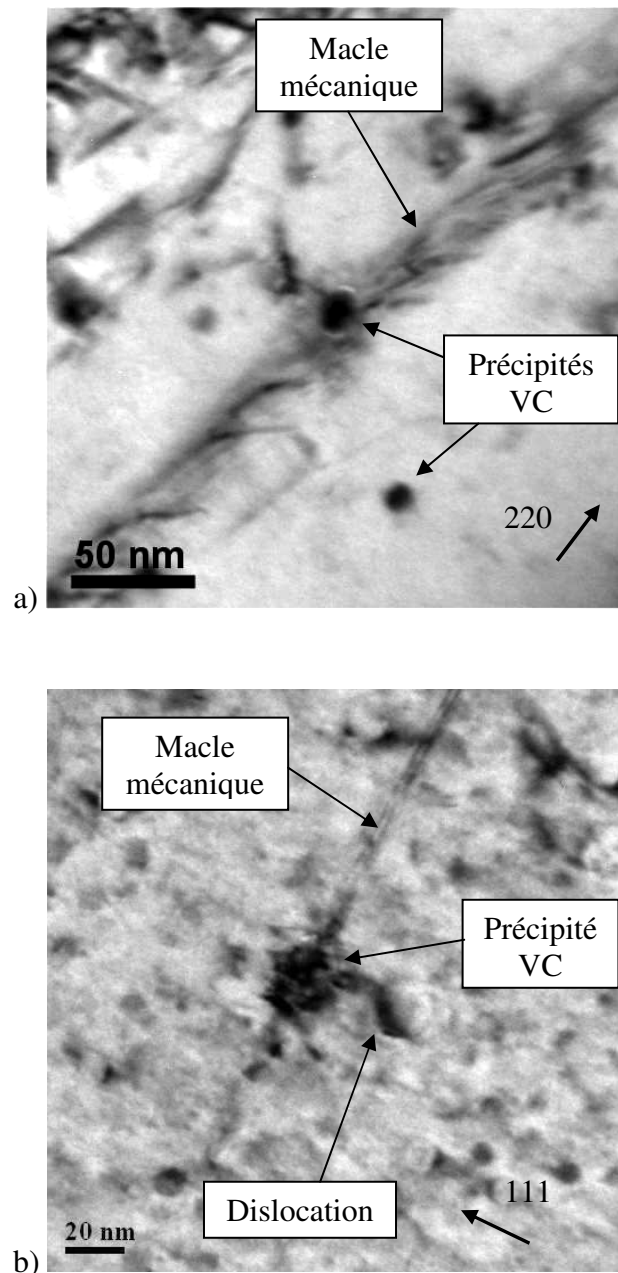


Figure 3-24 Clichés champ clair deux ondes sur un précipité en interaction avec une macle a) $g = \langle 220 \rangle$ b) $g = \langle 111 \rangle$ commun à la macle et à la matrice.

En prenant appui sur les interactions précipité/dislocation, on peut imaginer deux mécanismes de franchissement du précipité par la macle : le cisaillement et le contournement. Plusieurs indices laissent à penser qu'il s'agit d'un contournement :

- le précipité est un carbure ayant une friction de réseau très élevée à température ambiante,

- même s'il existe une relation d'orientation cube-cube entre le précipité et la matrice, il a été montré que les précipités étaient semi-cohérents avec une très faible cohérence. Ceci interdit le cisaillement du précipité par toutes les dislocations partielles du front de macles qui nécessiterait la continuité de 13 plans denses consécutifs entre le précipité et la matrice,
- la dislocation observable près du précipité peut être une dislocation secondaire émise pour relaxer les contraintes dues aux incompatibilités de déformation entre le précipité et la phase maclée.

3.5.2.2 Interaction macles de déformation/précipité de grande taille

Les clichés figure 3-25 ont été réalisés en choisissant une tache de diffraction commune aux macles (qui appartiennent au même système) et à la matrice, comme précédemment, ce qui nous permet de bien définir les zones maclées et non maclées. Sur la figure 3-25b on observe qu'une des macles est en contact avec un précipité incohérent de grande taille (80 nm de diamètre). Ce précipité est proche d'un joint de grains. La figure 3-25c est un cliché en champ sombre en sélectionnant simultanément deux faisceaux diffractés proches. L'un est un faisceau diffracté par le précipité, l'autre par la matrice du grain voisin de ce précipité. Comme attendu, le précipité n'a pas de relation d'orientation avec le grain dans lequel il se trouve. Les deux taches de diffraction sont proches par pur hasard des orientations du précipité et du grain voisin.

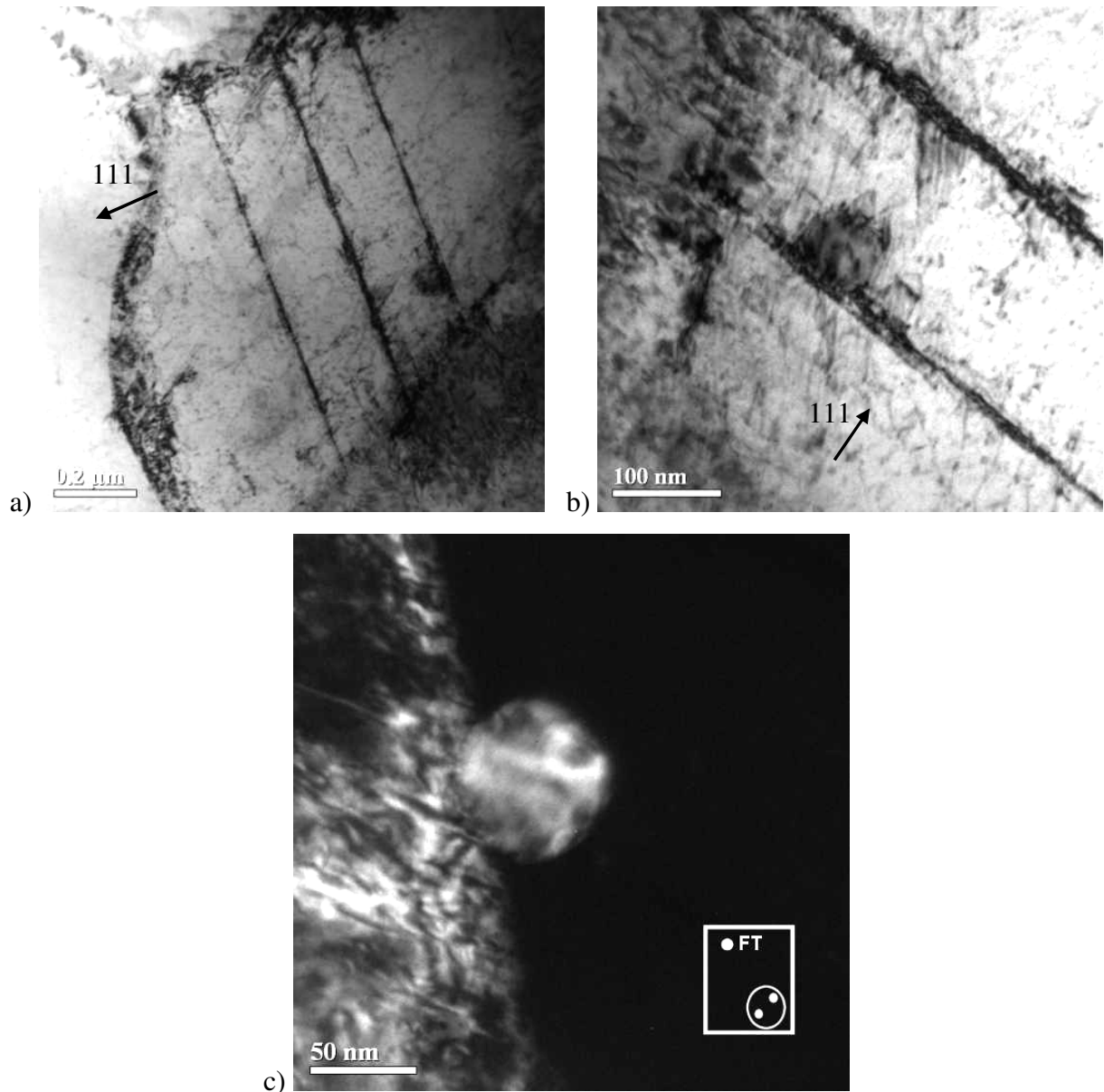


Figure 3-25 a) et b) : Clichés MET en champ clair deux ondes $g = \langle 111 \rangle$ commun à la matrice et à la macle après déformation de 10%. c) cliché MET champ sombre $g = \langle 111 \rangle$ en sélectionnant une tache diffractée par le précipité et une tache voisine, diffractée par le grain voisin.

De même que pour un précipité de petite taille, il n'y a pas de preuve d'interaction forte entre le précipité de grande taille et la macle. Trois macles mécaniques appartenant au même système de maillage sont visibles sur la figure 3-25a. On n'observe pas de différence de morphologie entre celle en contact avec le précipité et les deux autres. Le précipité n'apparaît pas comme un site privilégié de germination de la macle ni comme un obstacle fort à son développement. Une explication possible est son contournement par les parties du front de macle, mais qui devraient laisser des boucles de dislocations qu'il nous a été difficile d'observer. Il est à noter que chaque macle est d'épaisseur variable, en raison d'une activité

d'un second système sécant ou de la déviation de certaines parties du front (des fautes d'empilement sont observables entre les trois macles). Là encore, le précipité ne semble pas jouer de rôle majeur dans ce mécanisme.

De manière générale, aucune interaction forte entre précipités et macles mécaniques, susceptibles de modifier la cinétique de maillage n'a pu être observée. Ce résultat est en accord avec les observations sur les courbes de traction : la présence des précipités VC se traduit simplement par un gain en contrainte d'écoulement constant sur toute la courbe de traction. Les carbures augmentent la limite d'élasticité mais ne modifient pas le mécanisme de durcissement principal.

3.6 Problématique du piégeage de l'hydrogène

Un des problèmes industriels posés par le développement des aciers TWIP est une casse différée due à l'hydrogène, observée sur des pièces embouties en treint après vieillissement à température ambiante. Une solution à ce problème est de piéger l'hydrogène libre en solution par les précipités de carbure de vanadium [3-22 Brevet Arcelormittal 05]. Les études menées sur ce sujet ne permettent pour l'instant pas de déterminer la nature de l'origine du piégeage (chimique ou élastique) ni le lieu de stockage (dans ou autour des précipités). Une des analyses possibles à partir de ce qui a été présenté précédemment est l'étude du piégeage de l'hydrogène dans le champ de contrainte autour des précipités. Cette étude a été faite par éléments finis.

3.6.1 Principe du modèle

L'hydrogène diffuse dans l'austénite dans les sites octaédriques et distord le réseau. D'un point de vue des déformations produites dans la matrice, chaque atome d'hydrogène peut être considéré comme une source ponctuelle d'expansion. L'hydrogène est donc sensible aux gradients de contraintes hydrostatiques qui interviennent dans les lois de diffusion [3-23 Chateau et al. 02]. Il diffuse des zones en compression vers les zones en dépression. Dans un milieu infini contenant une concentration volumique initiale uniforme C_0 (mol/m³) en

hydrogène, un champ de contraintes hydrostatiques $\sigma_H(\vec{r})$ conduit au profil de concentration :

$$C(\vec{r}) = C_0 \exp \left\{ \frac{V^*}{RT} \left[\sigma_H(\vec{r}) - \frac{2E_\gamma V^*}{9(1-\nu_\gamma)} (C(\vec{r}) - C_0) \right] \right\} \quad 3.6-1$$

où \vec{r} est la position, E_γ et ν_γ sont le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'austénite, R la constante des gaz parfaits, T la température et V^* le volume molaire partiel de l'hydrogène, c'est-à-dire la dilatation d'un volume quelconque de matière due à une mole d'hydrogène. Dans les matériaux CFC, $V^* = 2 \text{ cm}^3/\text{mol}$ [3-24 Chêne & Brass 90]. Lorsque les concentrations sont faibles (quelques ppm d'hydrogène), le deuxième terme dans l'exponentielle est négligeable et :

$$\frac{C(\vec{r})}{C_0} \approx \exp \left(\frac{V^* \sigma_H(\vec{r})}{RT} \right) \quad 3.6-2$$

Le calcul des contraintes autour d'un précipité sphérique cohérent dans le cas de matériaux isotropes montre que la contrainte hydrostatique $\sigma_H = 1/3 (\sigma_r + \sigma_\theta + \sigma_\phi)$ est négative dans le précipité (expressions 3.2-6) et nulle en tout point dans la matrice (expressions 3.2-7). Même si les précipités que nous avons observés semblent sphériques au MET, des précipités en forme d'ellipsoïde aplati ont été observés à ArcelorMittal. Nous avons calculé le champ de contrainte autour de tels précipités, avec les désaccords paramétriques précédents, par éléments finis.

La figure 3-26 présente le maillage utilisé dans le cas général d'un précipité ellipsoïdal. Le problème est axi-symétrique autour de l'axe horizontal et la section du précipité est modélisée par un quart d'ellipse. La boîte de simulation est de 40 nm x 40 nm. Les surfaces externes sont laissées libres, le résultat dépendant peu des conditions aux limites tant que l'inclusion est relativement petite comparée à la boîte de simulation. Le chargement appliqué est une dilatation isotrope du précipité afin de simuler un désaccord paramétrique (relaxé ou non par des dislocations d'interfaces). Le résultat du calcul est celui de l'inclusion d'Eshelby. La méthode numérique offre simplement l'avantage d'être rapide à mettre en œuvre. Les constantes d'élasticité des deux matériaux sont celles données précédemment ($E_\gamma = 160 \text{ GPa}$,

$\nu_\gamma = 0,3$, $E_{VC} = 520$ GPa, $\nu_{VC} = 0,15$). Le calcul réalisé est un calcul de contraintes thermiques. La déformation non contrainte δ du précipité a été simulée en affectant artificiellement un coefficient de dilatation de 1 K^{-1} à l'inclusion, de 0 K^{-1} à la matrice et un élévation de température de $+\delta \text{ K}$.

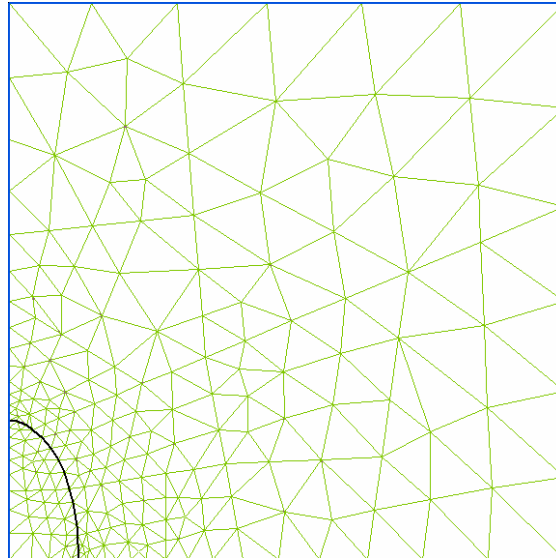


Figure 3-26 Maillage autour d'un précipité ellipsoïdal en axi-symétrique. Les conditions aux limites sont des frontières libres.

3.6.2 Comparaison des modèles numérique et analytique

La figure 3-27 présente la comparaison des résultats par éléments finis et ceux du calcul analytique (expressions 3.2-6 et 3.2-7) pour un précipité sphérique de rayon 10 nm cohérent ($\delta = 15,4\%$). Les résultats sont exprimés dans le repère de coordonnées polaires dans le plan de simulation et sont donc directement comparables aux résultats analytiques dans le repère de coordonnées sphériques. Les deux modèles sont en très bon accord. Le précipité subit une compression hydrostatique, la matrice une compression radiale et une traction tangentielle, mais une contrainte hydrostatique négligeable.

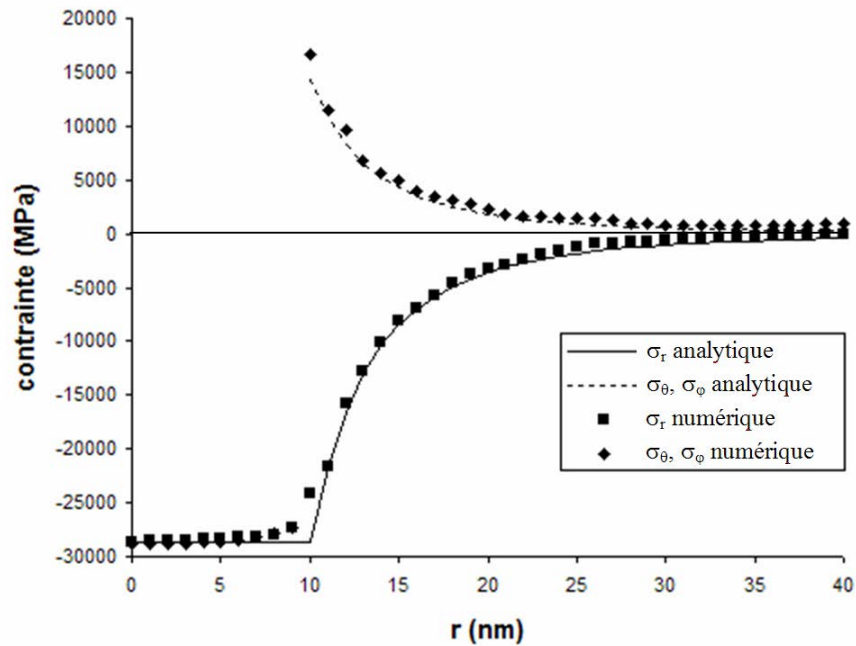


Figure 3-27 Evolution des contraintes en fonction de la distance au centre d'un précipité sphérique le long de l'axe de symétrie cylindrique du calcul par éléments finis ($\delta = 15,4\%$) ; comparaison avec le modèle analytique.

3.6.3 Influence de la forme des précipités sur le stockage de l'hydrogène

La figure 3-28a montre le champ de contrainte hydrostatique autour du précipité ellipsoïdal présenté figure 3-26 (20 nm x 10 nm). La dilatation appliquée est celle correspondant aux déformations mesurées par la méthode d'Ashby pour un précipité sphérique de même volume ($r \approx 8$ nm). La figure 3-14 donne $\delta^* = 0,6\%$, ce qui correspond à une dilatation non contrainte appliquée à l'inclusion $\delta^* = 0,83\%$. Près du précipité, la matrice est en compression sur le plan de symétrie ($\sigma_{\min} = -170$ MPa) et en dépression sur l'axe de symétrie ($\sigma_{\max} = 350$ MPa).

La figure 3-28b présente le profil de concentration correspondant avec la solution approchée pour 200 ppm atomiques d'hydrogène (≈ 4 ppm massiques). Le facteur de ségrégation maximal vaut $C_{\max}/C_0 = 2,32$ et la déplétion maximale $C_{\min}/C_0 = 0,67$. La diffusion d'hydrogène se fait principalement à courte distance, de la zone en déplétion vers la zone de ségrégation maximale sur la longueur du précipité. L'intégration sur l'image de la figure 3-28 (10 nm x 15 nm) montre une augmentation moyenne de la concentration de 13%,

celle sur la boîte de simulation entière (40 nm x 40 nm) une diminution moyenne de 0,18% non significative. La capacité de stockage d'hydrogène autour du précipité est donc limitée et localisée dans le proche voisinage du précipité.

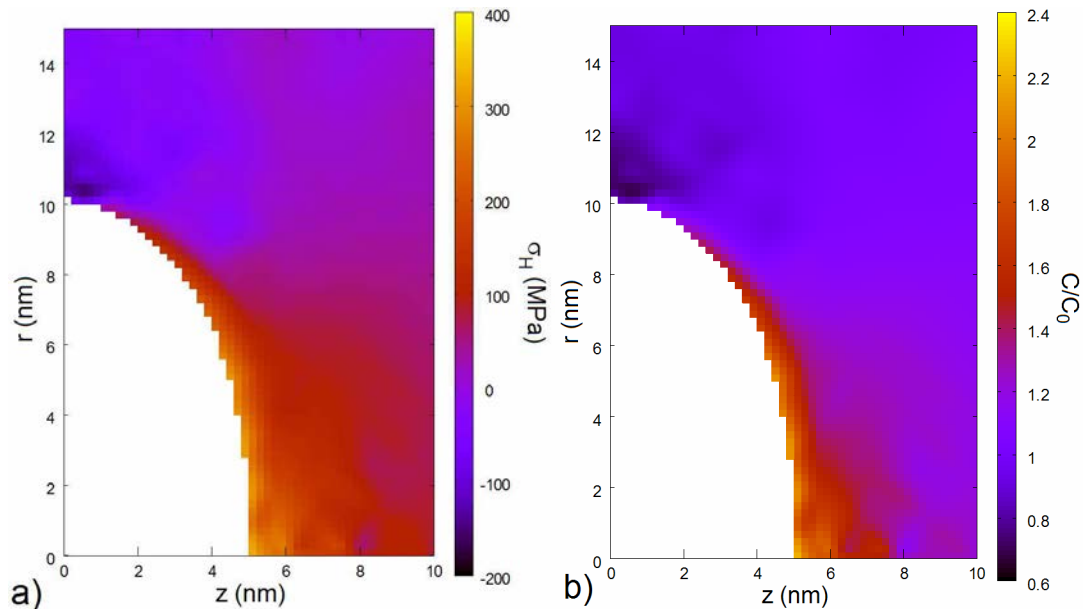


Figure 3-28 a) Cartographie des contraintes hydrostatiques autour d'un précipité ellipsoïdal, b) profil de ségrégation d'hydrogène correspondant.

Les contraintes hydrostatiques autour d'un précipité qui varient en $1/r^3$ sont peu efficaces pour piéger l'hydrogène à longue distance. Il apparaît donc que la diminution de la sensibilité à la casse différée soit due vraisemblablement à un piégeage de l'hydrogène de nature chimique par le carbure de vanadium.

3.7 Conclusion

La nuance industrielle X-IP 1000 contient des carbures de vanadium intragranulaires qui augmentent la limite d'élasticité de la nuance de référence 22-0,6 par durcissement structural et diminuent sa sensibilité à la casse différée.

Le carbure de vanadium est de structure B1 et présente un fort désaccord paramétrique avec l'austénite. Les calculs inspirés par Jesser pour estimer la taille critique de perte de cohérence, à partir du calcul des contraintes autour d'un précipité cohérent traité comme une inclusion d'Eshelby sphérique, montrent que les précipités de carbure de vanadium dépassent cette taille critique. Nous estimons à environ 2% la déformation résiduelle maximale de la

matrice autour d'un précipité semi-cohérent. Les précipités de petite taille présentent des contrastes de déformation au MET caractéristiques d'un certain degré de cohérence. La mesure de la déformation de la matrice à partir de ces lobes de contraste par la méthode d'Ashby & Brown sur des précipités de différentes tailles montre qu'elle est de quelques dixièmes de pourcents et qu'elle diminue lorsque la taille du précipité augmente. Une régression linéaire sur ces mesures prévoit une perte totale de cohérence à partir d'environ 30 nm de diamètre.

L'observation de franges de moirés en champ clair deux ondes, sous certaines conditions d'écart à la loi de Bragg, montre qu'ils ont une orientation cube-cube avec la matrice : la distance interfranges mesurée correspond bien à des plans {111} du carbure de vanadium peu déformé parallèles aux plans {111} de l'austénite. Quelques gros précipités incohérents et n'ayant aucune relation d'orientation avec la matrice sont observés. Leur présence indique une possible précipitation avant recristallisation durant le maintien à 800°C, suivie d'une remise en solution des plus petits précipités durant la recristallisation, qui précipitent à nouveau dans la matrice recristallisée.

Le durcissement structural est estimé à un gain de 80 MPa sur la limite d'élasticité, qu'il n'a pas été possible de relier à la distribution des précipités, en raison de la présence des précipités de grande taille et de vanadium résiduel en solution. Le vanadium en solution serait à prendre en compte dans l'estimation de l'EFE, ce que ne permet pas le modèle présenté au chapitre 1. Le résultat des essais de traction montre que l'augmentation de la limite d'élasticité ne s'accompagne pas d'une diminution du taux d'érouissage par effet TWIP : la courbe de traction est simplement translatée vers le haut. Les observations au MET montrent en effet qu'il ne semble pas y avoir d'interactions fortes entre les précipités et les macles, ni en tant qu'obstacles au développement des ces dernières, ni en tant que sites de germination privilégiés.

Nous avons étudié la ségrégation d'hydrogène dans le champ de contrainte hydrostatique autour d'un précipité ellipsoïdal par éléments finis. L'hydrogène diffuse à courte distance des zones en compression vers les zones en tension. Le précipité ne multiplie localement la concentration que d'un facteur 2 et son champ de contrainte qui décroît rapidement ne semble pas efficace pour piéger de grandes quantités d'hydrogène de manière élastique.

3.8 Bibliographie

[3-1 Friedel 64]

Friedel J., *Dislocations* (1964) publié par Pergamon Press

[3-2 Lipatnikov et al. 97]

Lipatnikov V. N., Lengauer W., Ettmayer P., Keil E., Groboth G., Kny E., *Journal of alloys and compound*, **261** (1997) p192-197

[3-3 Yazawa et al. 04]

Yazawa Y., Furuhashi T., Maki T., *Acta Materialia*, **52** (2004) p3727-3736

[3-4 Itani et al. 65]

Itani I. J., Turner R. T., *Journal of Iron Steel Institute*, **203** (1965) p913

[3-5 Silcock 66]

Silcock J., M., *Acta Materialia*, **14** (1966) p687

[3-6 Furuhashi et al. 03]

Furuhashi T., Shinyoshi T., Miyamoto G., Yamaguchi J., Sugita N., Kimura N., Takemura N., Maki T., *ISIJ int*, **43** (2003) p2028

[3-7 Eshelby 57]

Eshelby J.D., *Proc. Roy. Soc.*, **A241** (1957) p376-396

[3-8 Mura 87]

Mura T., *Micromechanism of defects in solids*, (1987) Martinus Nijhoff Publishers

[3-9 Zhang et al. 98]

Zhang X, Comins J.D., Every A.G. et Stoddart P.R., *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, **16** (1998) 303-308

[3-10 Kelly & Nicholson 63]

Kelly A. & Nicholson R. B., *Prog. in Mat. Sci.*, **10** (1963) p156

[3-11 Kelly 66]

Kelly A., *Strong Solids*, (1966) publié à Oxford par Clarendon Press

[3-12 Jesser 68]

Jesser W.A., *Phil.Mag.*, **19** (1968) p993

[3-13 Brooks 62]

Brooks H., *Metal Interfaces*, (1962) p20 – American Society for Metals

[3-14 Maugis & Gouné 05]

Maugis P. & Gouné M., *Acta Materialia*, **53** (2005) p3359-3367

[3-15 Fujii et al. 00]

Fujii T., Nakazawa H., Kato M., Dahmen U., *Acta mater*, **48** (2000) p1033-1045

[3-16 Edington 75]

Edington J. W., *Practical Electron Microscopy in Material Science*, (1975) T3 p81-84 publié par Philips Technical Library

[3-17 Ashby & Brown 63]

Ashby M.F. & Brown L.M., *Philosophical magazine*, **8** (1963) p1649

[3-18 Howie & Whelan 1961]

Howie A., Whelan M.J., *Proc. roy. Society A*, **263** (1961) p217

[3-19 Brown & Ham 71]

Brown L.M. & Ham K., *Strengthening by dislocations substructures in Strengthening Methods in Crystals* by Kelly and Nicholson **Chap. 6** (1971) p9-135, Elsevier Pub. Cie. LTD

[3-20 Foreman & Makin 66]

Foreman A.J.E. & Makin M.J., *Philosophical Magazine*, **14** (1966) p911-924

[3-21 Ardell 85]

Ardell A.J., *Metallurgical Transactions A*, **16A** (1985) p2131-2165

[3-22 Brevet Arcelormittal 05]

Scott C., Cugy P., Roscini M., Dez A.E. & Cornette D., brevet n° 2 881 144 (21/01/2005) déposé pour la France, l'Europe et le Monde

[3-23 Chateau et al. 02]

Château J.P., Delafosse D. & Magnin T., *Acta Materialia*, **50** (2002) p1507-1522

[3-24 Chêne & Brass 90]

Chêne J. & Brass A.M., *Corrosion Sous Contrainte, phénoménologie et mécanismes*, Desjardins D. et Oltra R. eds., les éditions de physique (1990)

Chapitre 4

Comportement mécanique d'un acier
composite FeMnC/TiC

4 Comportement mécanique d'un acier composite FeMnC/TiC

4.1 Introduction

Nous avons vu dans le chapitre précédent que la précipitation homogène de carbures de vanadium permettait d'augmenter la limite d'élasticité et la résistance mécanique de l'acier Fe₂₂Mn_{0,6}C à température ambiante, sans diminuer l'allongement à rupture. Les carbures de vanadium bloquent le mouvement des dislocations sans perturber la cinétique de maillage et donc le taux de durcissement. Nous étudions dans ce chapitre une autre possibilité de durcissement par effet composite avec des carbures de titane TiC. Le carbure de titane a une structure de type B1 identique à la structure du carbure de vanadium présentée au chapitre précédent et montre un écart à la stœchiométrie pouvant aller de TiC_{0,5} à TiC₁ sans que cela ait une influence sur sa structure [4-1 Lengauer 00][4-2 Chien et al. 93]. C'est une phase rigide, de module d'Young $E_{\text{TiC}} = 315\text{-}460$ GPa et dure, de friction de réseau $\tau_f = 1,5$ GPa pour les systèmes de glissement {111} et 655 MPa pour les systèmes {100} à 300°C [4-2 Chien et al. 93].

L'introduction d'une phase rigide et dure comme TiC dans une matrice plus molle permet d'augmenter sa tenue mécanique par transfert de charge et en produisant un fort durcissement en début de déformation plastique par incompatibilités de déformation autour des particules. En fonction de la fraction volumique de TiC, il est aussi possible d'augmenter le module d'Young selon une loi de mélange et, en fonction de la fraction volumique et de la taille des particules, d'augmenter la contrainte d'écoulement. D'autre part le carbure de titane a une densité de $4,93 \text{ g.cm}^{-3}$ (contre $7,91 \text{ g.cm}^{-3}$ pour l'austénite FeMnC). Il est donc également un bon candidat pour diminuer la densité de l'alliage. Contrairement aux carbures de vanadium du chapitre précédent, le but est ici de faire précipiter des particules de TiC ayant une taille proche de la taille des grains austénitiques. Nous étudions l'influence de particules dures sur la déformation plastique de la matrice FeMnC et en particulier la capacité d'accommodation des incompatibilités de déformation par effet TWIP.

Nous présentons dans un premier temps la solidification d'un alliage ternaire nickel-titane-carbone à titre de comparaison et l'élaboration d'une nuance FeMnC + TiC préliminaire à notre étude, permettant d'identifier quelques précautions à prendre au cours de l'élaboration. Nous présentons ensuite les compositions choisies et caractérisons la microstructure de l'acier composite aux différentes étapes de l'élaboration : matériau brut de coulée et brut de laminage à chaud. La microstructure intragranulaire est ensuite caractérisée au MET. Les résultats des essais de tractions sont enfin présentés et discutés en fonction des observations en microscopie optique et électronique avant et après déformation.

Frédéric Bonnet (Arcelormittal) est à l'origine de l'élaboration de ce matériau et pilote les activités qui lui sont liées.

4.2 *Elaboration et caractérisation microstructurale de l'état non déformé*

4.2.1 Introduction à l'élaboration d'un acier biphasé : similitude avec Ni/TiC

D. Strzëciwilk et al. [4-3 Strzëciwilk et al. 03] ont étudié la précipitation à haute température du TiC dans une matrice CFC dans le cas du nickel. L'objectif de leur étude était d'étudier de nouvelles possibilités de production de monocristaux TiC en utilisant le nickel comme solvant à haute température. Les auteurs ont donc étudié plusieurs compositions du ternaire Ni-Ti-C et caractérisé chacune d'elle après solidification quasi-statique par métallographie optique, MET et diffraction de rayons X. Le nickel est un matériau CFC de paramètre de maille 0,352 nm [4-4 Taylor 50], proche de celui de l'austénite FeMnC. Le diagramme de solidification TiC/Ni est présenté figure 4-1. Ce diagramme présente un point pseudo-eutectique, point où le liquide se transforme en TiC + Ni à température constante et de façon homogène dans le matériau.

Il existe trois cas de figure :

1. à $C = C_{EX}$ (composition eutectique), tout le liquide est transformé à la température T_{EX} , et de façon homogène dans le matériau en nickel + TiC. La figure 4-3B montre la

microstructure solidifiée correspondante. Lorsque le liquide eutectique se solidifie, il y a initialement germination de l'une des deux phases solides (figure 4-2). La formation de la première phase s'accompagne du rejet des éléments constituant la deuxième phase dans le liquide environnant. Lorsque la concentration de ces éléments est suffisamment importante il y a germination de la deuxième phase. On assiste alors à la formation de lamelles de phases alternées. En fonction des systèmes métallurgiques, ces lamelles s'organisent parfois avec des angles entre elles pour former une structure en « labyrinthe » telle qu'on l'observe figure 4-3B.

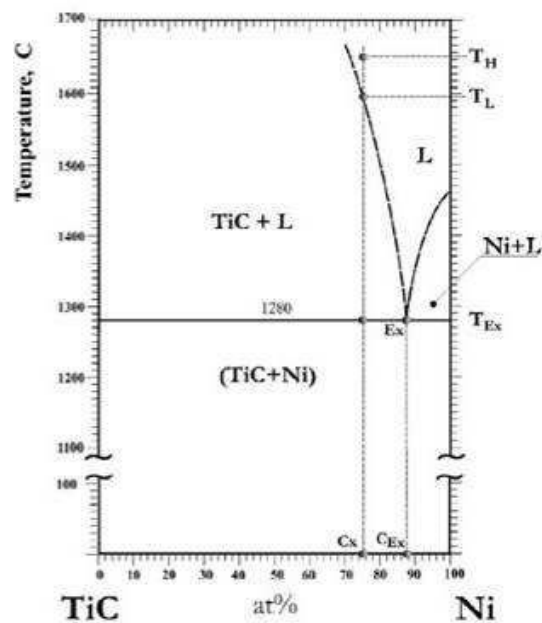


Figure 4-1 Diagramme de solidification pseudo-binaire TiC/Ni. D'après [4-3 Strzëciwilk et al. 03].

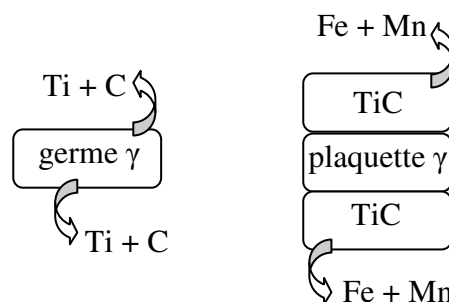


Figure 4-2 Schéma de solidification eutectique en plaquettes alternées, germination d'une plaquette d'austénite suivie de plaquettes TiC.

2. les compositions de teneur en nickel plus faibles que l'eutectique ($C < C_{Ex}$) sont représentées par la ligne de composition C_x sur la figure 4-1. Entre les températures T_L et T_{Ex} (eutectique), il y a formation de particules TiC pré-eutectiques selon la réaction

liquide \rightarrow liquide + TiC. On parle de TiC primaires. La structure finale est donc composée d'une part de particules TiC de grande taille pré-eutectiques, en haut de lingot, qui ont flotté dans le liquide de part leur faible densité et d'autre part de TiC transformés à la température eutectique, répartis de façon homogène. Il en résulte la microstructure de la figure 4-3A.

- pour les compositions plus riches en nickel que l'eutectique ($C > C_{EX}$), lors de la solidification, la première réaction qui se produit est : liquide \rightarrow liquide + Ni. Le nickel solide n'a pas une densité très différente du liquide et ne flotte pas. A la température eutectique, le liquide résiduel se transforme en Ni + TiC de façon homogène.

Une partie du travail de Strzëciwilk et al. a consisté à déterminer C_{EX} sur la base de ses observations microstructurales pour différentes compositions.



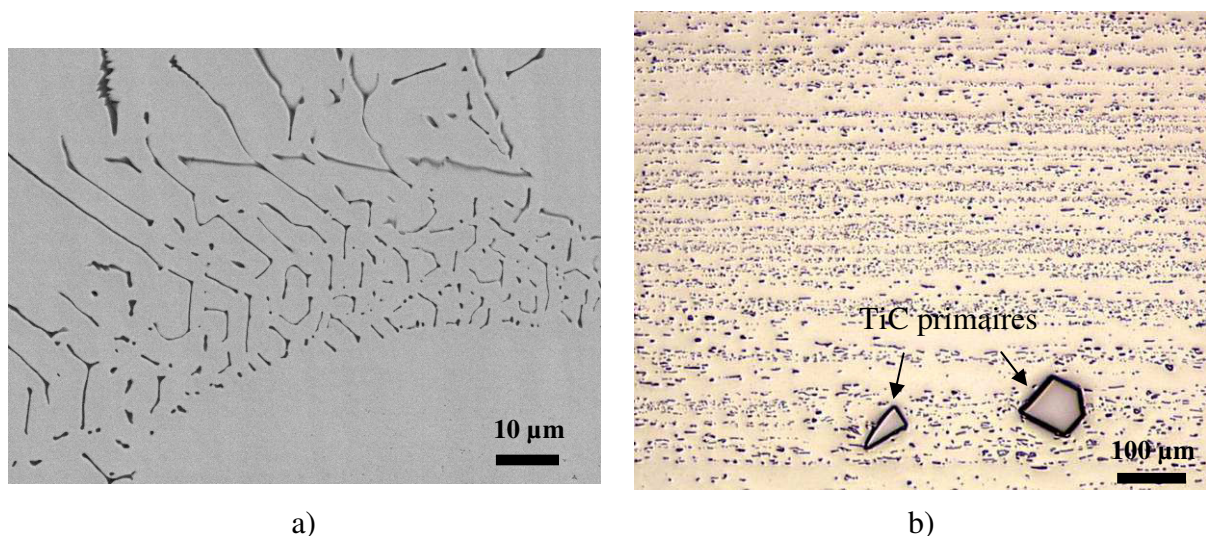
Figure 4-3 Microscopie optique. Microstructure de TiC/Ni solidifié, A : composition pré-eutectique ($C < C_{EX}$), B : composition eutectique ($C = C_{EX}$). D'après [4-3 Strzëciwilk et al. 03].

Cette étude du ternaire NiTiC est un cas plus simple que l'étude du quaternaire FeMnTiC. Il nous permet d'anticiper la problématique de l'élaboration de l'acier composite γ + TiC. Il faut noter que les diagrammes de solidification binaires sont habituellement présentés avec la phase majoritaire (pour nous l'austénite) à gauche alors que le diagramme de solidification de la figure 4-1, TiC est à gauche.

Dans notre cas, nous parlerons de compositions hypo-eutectiques pour les aciers formant de l'austénite avant la température eutectique (cas 3) et de composition hyper-eutectique pour les aciers formant des TiC primaires (cas 2). Il faut éviter les compositions hyper-eutectiques (cas de la figure 4-3A) puisqu'une telle hétérogénéité dans l'épaisseur du lingot se retrouvera dans la tôle après laminage à chaud et favoriser la formation d'austénite pré-eutectique pour éviter la flottaison des particules TiC dans le liquide.

4.2.2 Expérience préliminaire : FeMnC + TiC

Une expérience préliminaire a été réalisée (par Christine Colin à Arcelormittal) afin d'estimer la faisabilité des aciers FeMnC + TiC. L'objectif était d'avoir une base pour la conception des compositions de l'étude de ces aciers. La composition de la coulée (coulée expérimentale de 1 kg) est de 22%Mn, 1,35%C, 3%Ti (% massique) et le complément en fer. La figure 4-4a montre une organisation du TiC dans le lingot brut de coulée sous forme de plaquettes organisées, caractéristiques d'une transformation eutectique (figure 4-3B). La présence d'un grain d'austénite ne contenant pas de particule TiC indique que cette zone est de composition hypo-eutectique, ce grain ayant germé dans le liquide avant la température eutectique. La figure 4-4b montre une distribution de TiC qui serait homogène en l'absence des quelques particules de grande taille (>50 μm) observées. Ce sont des TiC primaires solidifiés à un endroit où le liquide était de composition hyper-eutectique.



a) b)
Figure 4-4 Métallographie de l'échantillon préliminaire FeMnC + TiC a) micrographie MEB sur l'échantillon brut de coulée, structure eutectique et grain hypo-eutectique. b) microscope optique sur l'échantillon brut de laminage à chaud ; présence de TiC primaires.

Cette hétérogénéité de composition dans le matériau brut de coulée est due à un mélange insuffisant lors de l'élaboration de cette faible quantité de matière (1 kg). On retrouve donc des particules de grande taille de TiC primaires à la surface de la tôle après laminage à chaud. Comme le montre l'étude de la surface de rupture des éprouvettes de traction figure 4-5, la rupture est amorcée par les TiC primaires qui provoquent une localisation de la déformation. Les propriétés en traction de cette nuance sont dégradées par cette hétérogénéité de taille des particules : $R_e = 447$ MPa, $R_m = 889$ MPa et $A\% = 20\%$. Si la limite d'élasticité est augmentée, l'allongement est nettement réduit.

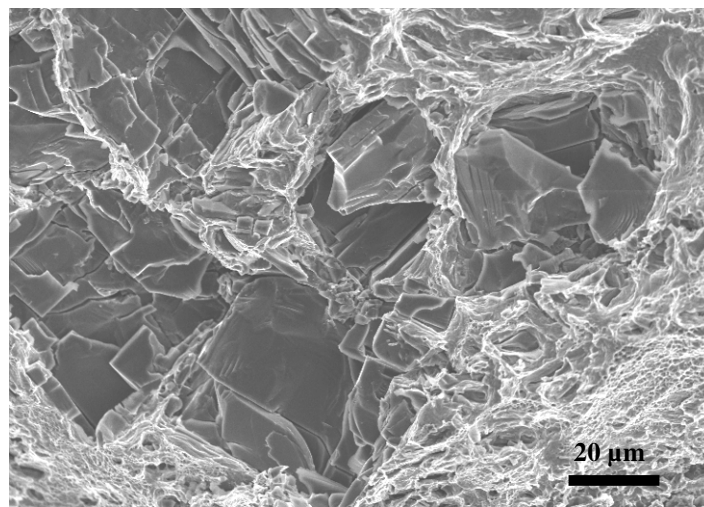


Figure 4-5 Fractographie effectuée au MEB d'une éprouvette de traction de l'échantillon FeMnC + TiC préliminaire. On distingue les facettes des particules de grande taille.

Suite au laminage à chaud, la stoechiométrie des particules TiC a été vérifiée par microsonde de Castaing. La moyenne des 4 mesures réalisées est de 80 % Ti en masse, ce qui correspond à 50,1 % Ti et 49,9 % C atomiques. Les TiC étudiés sont donc stoechiométriques : Ti_1C_1 . La même expérience a été effectuée sur la matrice austénitique de l'acier composite. Elle nous a permis d'avoir la teneur en titane résiduel en solution solide dans le matériau brut de laminage à chaud. La teneur en carbone n'est pas mesurable avec exactitude pour cause de contamination sous le faisceau électronique. La mesure donne 0,17% massique de titane en solution dans l'austénite (0,19% at). Le volume d'austénite dosé est de l'ordre du μm^3 et la présence éventuelles de précipités intragranulaires (comme observée au MET sur les autres nuances présentées dans la suite du chapitre) fausse ce résultat. On peut donc seulement considérer qu'il y a au maximum 0,17% massique de titane en solution solide.

4.2.3 Compositions choisies

Le titane est gammagène. Les résultats du modèle d'EFE présenté au chapitre 1 montrent qu'il augmente fortement l'EFE : un ajout de 0,17% massique augmente l'EFE de la nuance Fe22Mn0,6C de 3 mJ/m² (figure 17 du chapitre 1). Les compositions ont été choisies afin d'anticiper cet effet gammagène en visant des teneurs en manganèse et en carbone en solution inférieures ou égales respectivement à 22% et 0,6%, tout en évitant des compositions pouvant former des particules TiC primaires. Quatre compositions ont été visées, avec deux teneurs en manganèse différentes (18 et 21%), trois teneurs en carbone (0,8, 1 et 1,2%) et deux teneurs en titane (1,6 et 2,7%). Dans ce chapitre les nuances seront désignées par la composition visée : %Mn-%C-%Ti (massiques). Le tableau 4-1 présente les compositions mesurées par S.E.O. des nuances étudiées.

	Coulée (% massique)			EFE (mJ/m ²)
	Mn	C	Ti	
18-0,8-1,6	17,95	0,78	1,66	9,3 - 17,9
18-1-1,6	17,88	0,98	1,63	16,6 - 24,8
21-1-1,6	21,15	0,94	1,53	20,8 - 28,3
21-1,2-2,7	20,75	1,16	2,67	20,3 - 25,8

Tableau 4-1 Compositions des coulées en poids pourcents, mesurées par S.E.O. et plages d'EFE calculées.

La teneur en titane résiduel en solution mesurée pendant l'étude préliminaire est faible devant les quantités introduites. Les compositions en carbone ont été calculées de manière à obtenir une matrice austénitique avec des teneurs en carbone résiduel proche de 0,4% pour la nuance 18-0,8-1,6 et 0,6% pour les trois autres. Les matrices austénitiques ont donc des compositions proches de 18-0,4, 18-0,6 et 21-0,6, plus du titane en quantité non maîtrisée. Les nuances 18-0,8-1,6 et 18-1-1,6 ont des teneurs en manganèse et carbone plus faibles afin d'anticiper l'effet gammagène du titane restant en solution solide. En fraction atomique, le titane représente environ 3 % pour la nuance 21-1,2-2,7 et 2 % pour les trois autres. La nuance 21-1,2-2,7 contient plus de titane et de carbone pour obtenir une fraction volumique de TiC supérieure, à matrice austénitique visée proche de celle de la nuance 21-1-1,6.

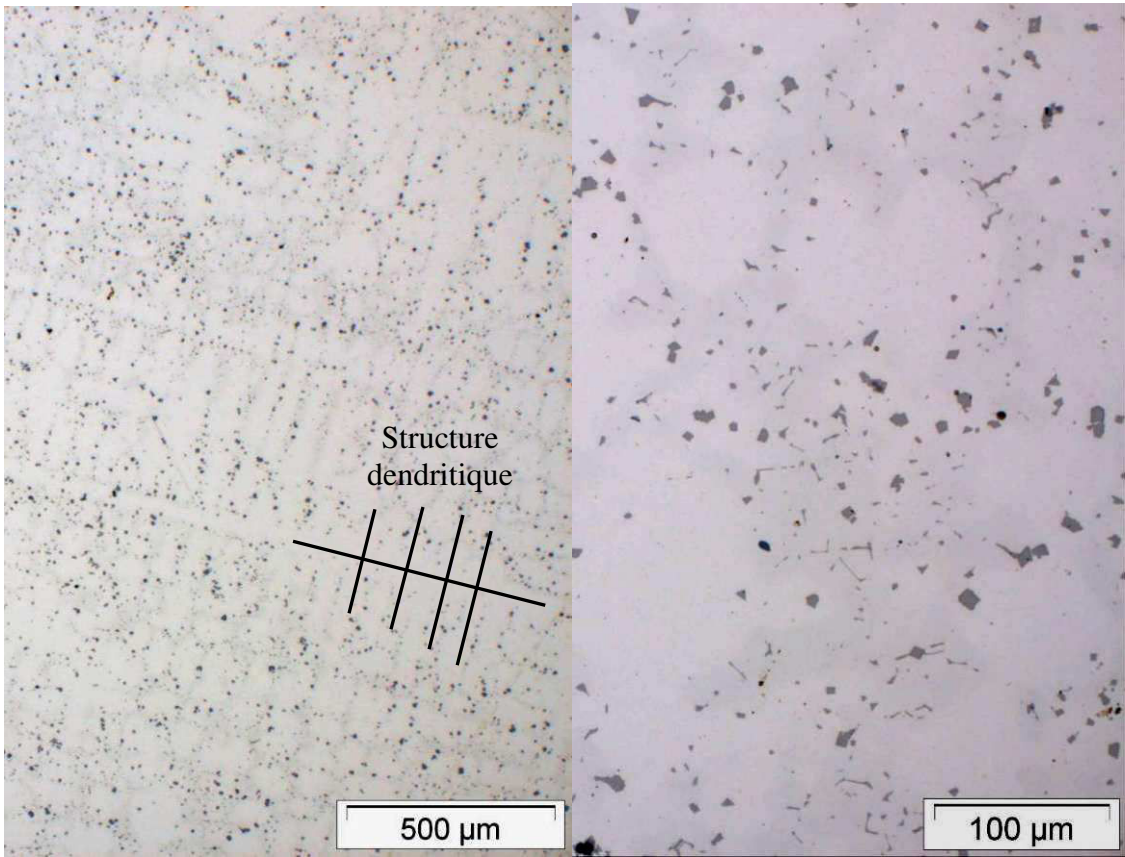
Une mesure de chimie locale par microsonde de Castaing sur la nuance 18-0,8-1,6 donne environ 0,4% Ti massique pour un volume contenant des précipités TiC

intragranulaires (voir figure 12 dans la suite). Les valeurs d'EFE données à titre indicatif dans le tableau 4-1 sont les bornes maximales (0,4%Ti en solution solide) et minimales (0%Ti en solution solide) calculées par le modèle thermochimique présenté au chapitre 1.

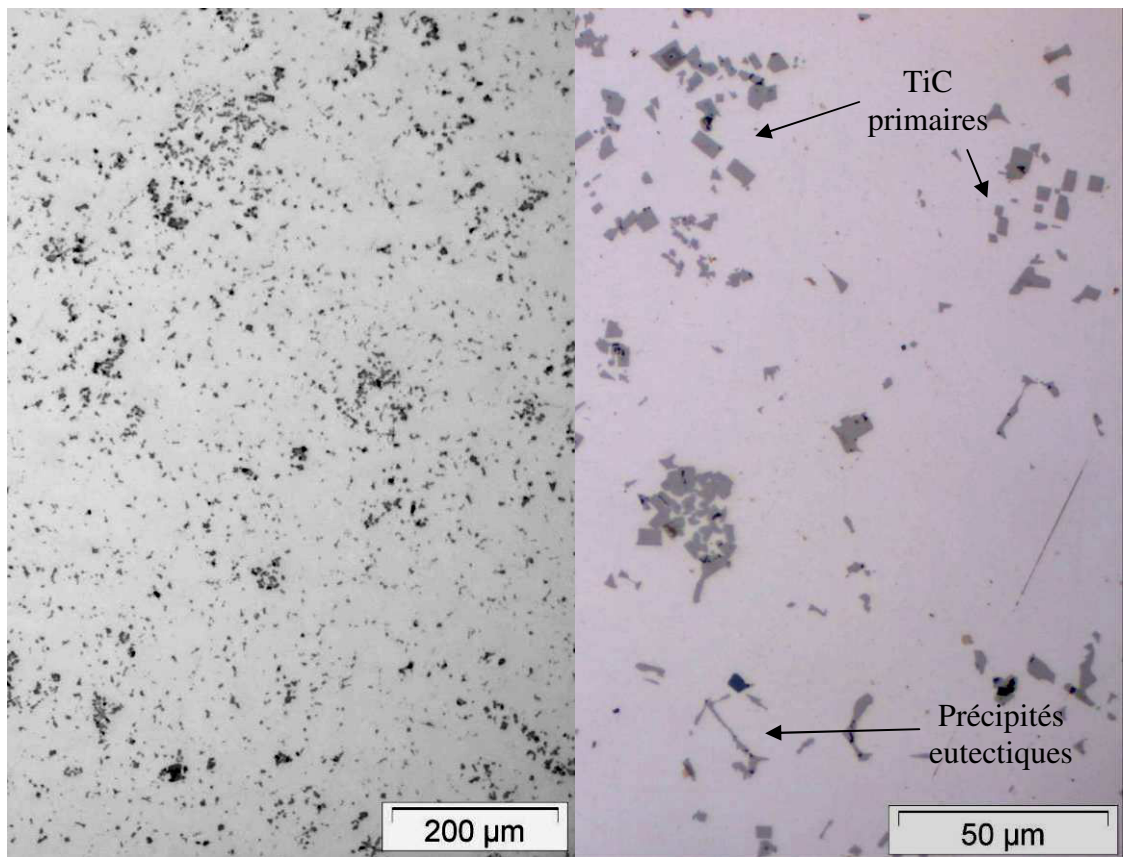
4.2.4 Caractérisation de la microstructure à l'état brut de coulée

La métallographie optique des échantillons aux différentes étapes a été effectuée en collaboration avec Christine COLIN (Arcelormittal). La méthode utilisée consiste en un polissage mécanique SiC 320/800/1200 puis un polissage diamant sur tapis alvéolaire 9 μm et polissage diamant sur tapis classique pour 3 et 1 μm . La dernière étape est un polissage par solution de silice colloïdale OP-S (Struers®). Le tapis alvéolaire permet d'égaliser la surface car les particules de TiC ne s'abrasent pas à la même vitesse que la matrice austénitique.

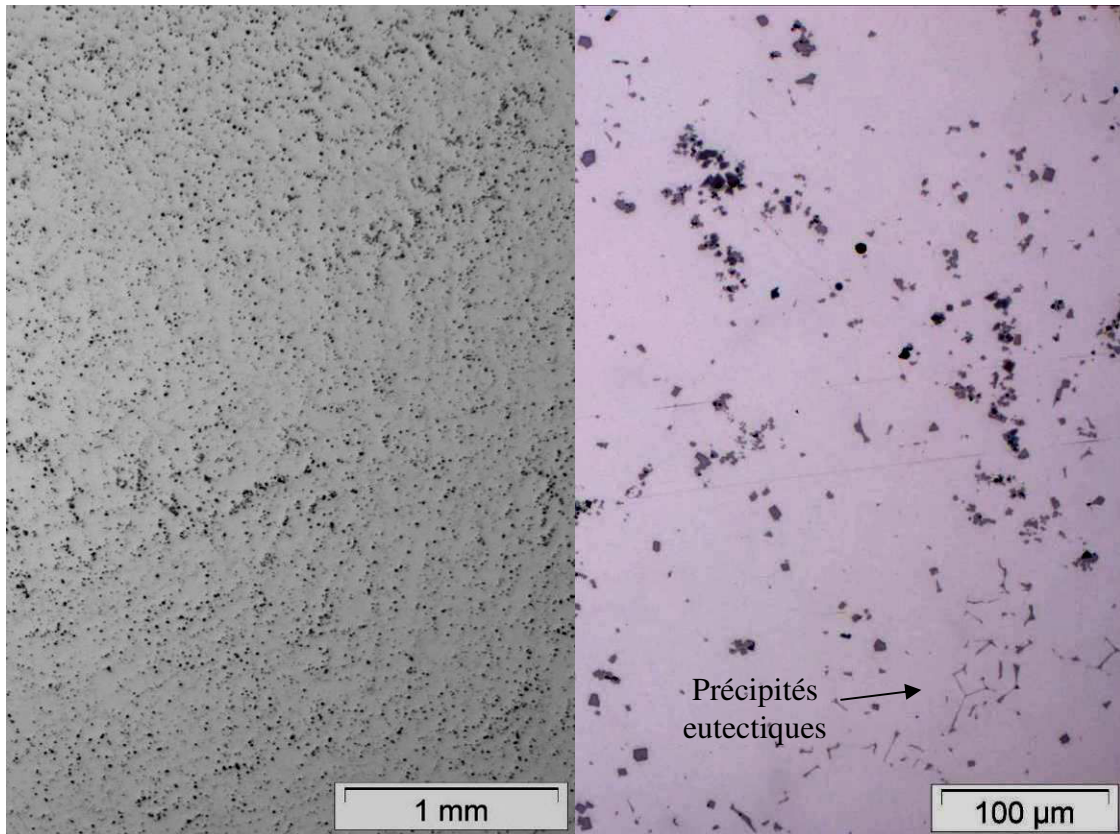
La distribution des TiC à l'état brut de coulée des quatre nuances est présentée figure 4-6. Les particules TiC sont réparties de façon homogène dans le volume du lingot. Quelques amas sont visibles, notamment sur les nuances 18-1-1,6 et 21-1,2-2,7 mais on ne constate pas de particules de taille supérieure à 50 μm comme on a pu le voir sur la nuance préliminaire à cette étude. Quelques micro-retassures sont observables. Deux populations de TiC sont observées : une population de particules cubiques et une population de particules de forme allongée. Lors de la solidification il y a croissance d'austénite sous forme de dendrites à cause de la vitesse de solidification élevée. Le coefficient de partage conduit à un enrichissement progressif du liquide interdendritique en titane et carbone. La précipitation a ensuite lieu dans le liquide interdendritique lorsque les concentrations de ces deux éléments sont suffisamment importantes. Cette précipitation prend alors deux formes : précipités TiC primaires cubiques ou précipités TiC eutectiques de forme allongée. La forme cubique des TiC primaires est due à une croissance latérale favorisée pour les plans de type $\{001\}$ d'après [4-3 Strzëciwilk et al. 03].



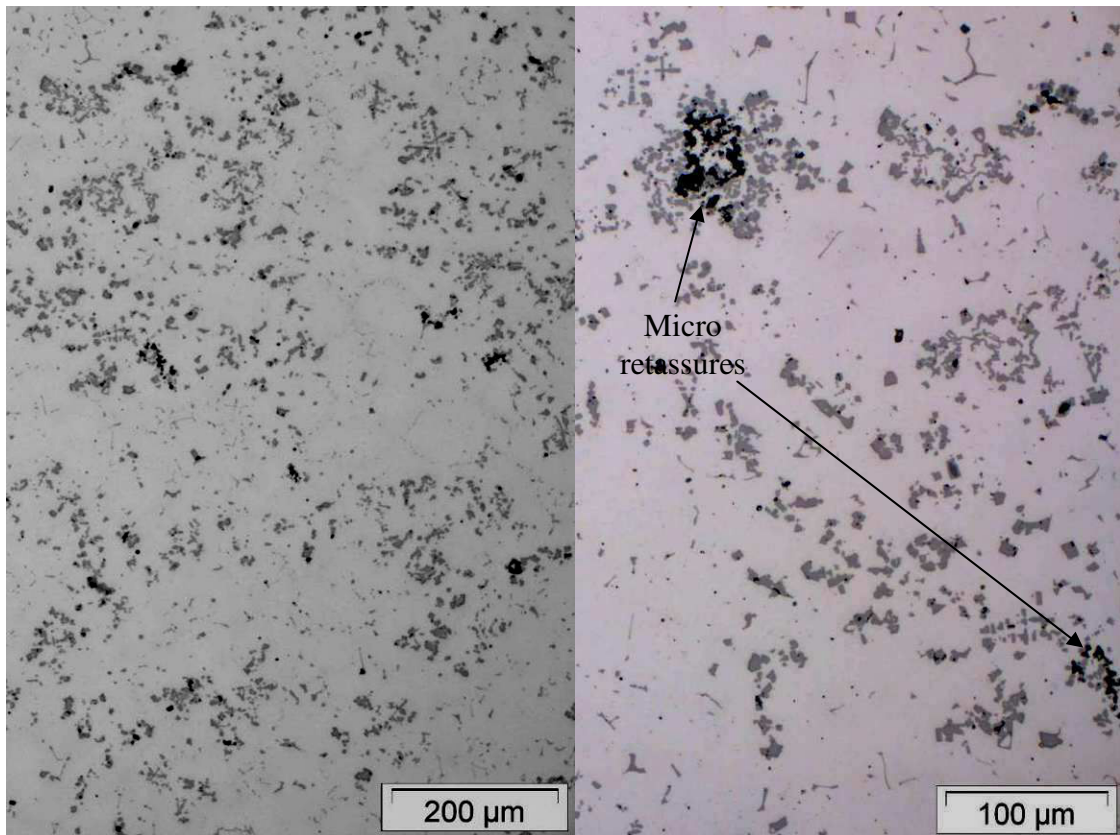
a) 18-0,8-1,6



b) 18-1-1,6



c) 21-1-1,6



d) 21-1,2-2,7

Figure 4-6 Micrographies optiques à deux échelles différentes pour chaque nuance brute de coulée ; TiC primaires et eutectiques. a) canaux dendritiques, d) microretassures.

4.2.5 Caractérisation de la microstructure à l'état laminé à chaud

Le laminage à chaud a été réalisé dans des conditions favorables à la recristallisation :

- température de début de laminage : 1180°C,
- laminage en 5 passes jusqu'à une épaisseur de 3 mm,
- température de fin de laminage (TFL) supérieure à 950°C,
- refroidissement à l'air pulsé 7 s après la dernière passe.

Le laminage est réalisé par allers-retours. Un thermocouple de type pyromètre placé d'un côté du laminoir permet de contrôler la température (figure 4-7). L'effort augmente lorsque la température diminue. On contrôle que la TFL est bien au-dessus de 950°C.

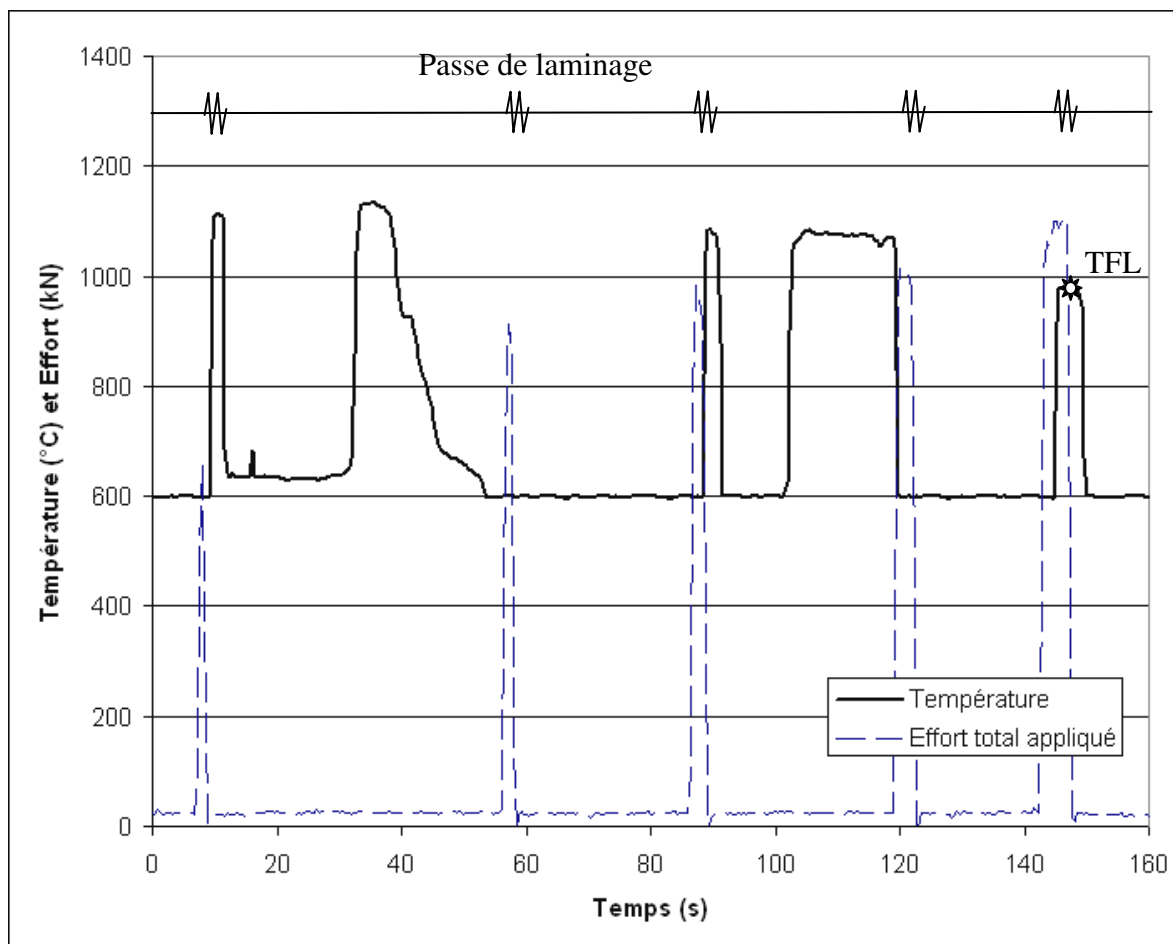


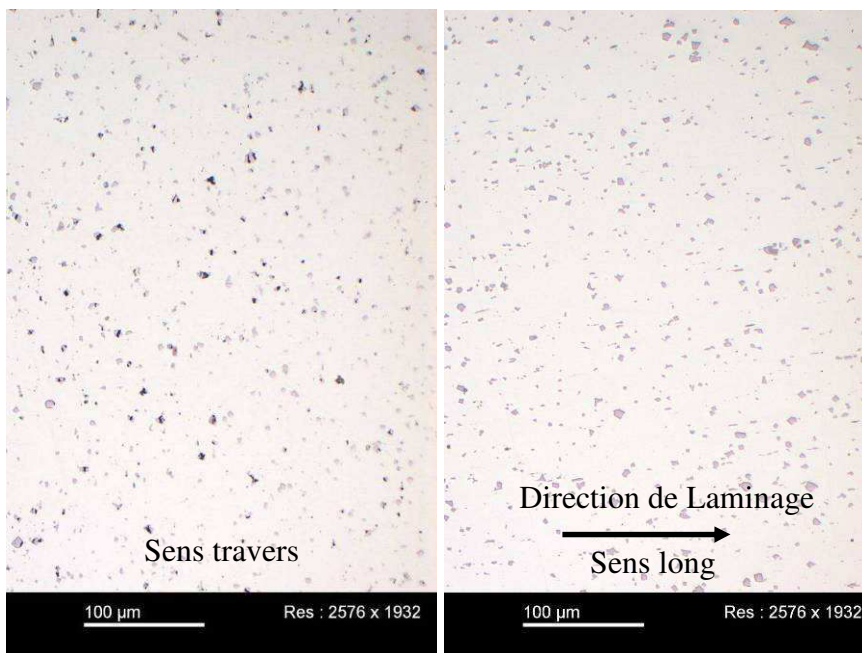
Figure 4-7 Température et effort de laminage mesurés au cours du laminage à chaud de la nuance 18-0,8-1,6. La mesure de température est effectuée avec un pyromètre d'un seul côté de la cage de laminage, raison pour laquelle la mesure est partielle.

4.2.5.1 Formes et tailles des particules TiC

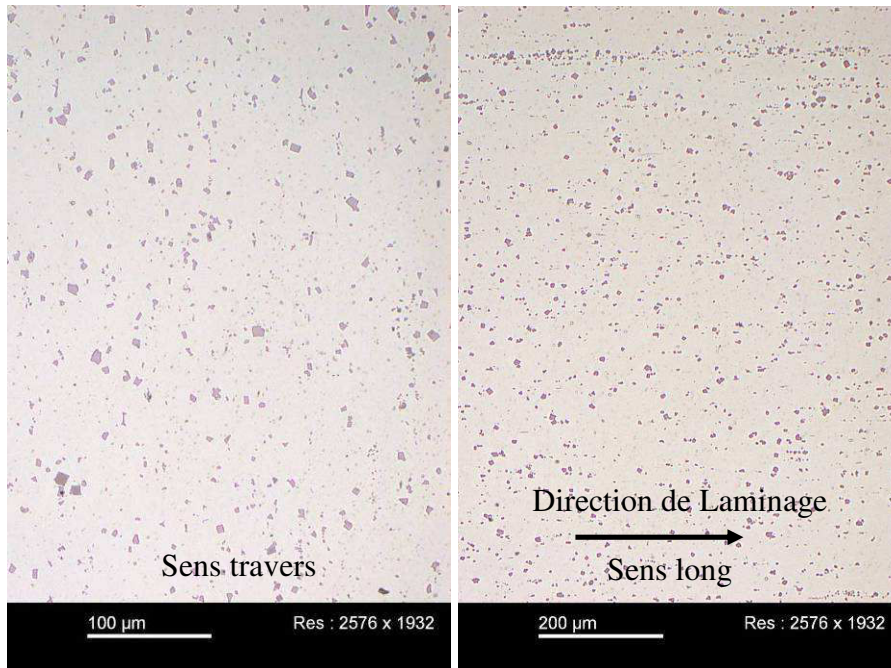
La microscopie optique après laminage à chaud indique que la répartition des particules est homogène dans l'épaisseur de la tôle (figure 4-8). Les définitions des sens long et travers sont représentées figure 4-9. On constate cette fois l'absence d'amas de particules. Leur morphologie est la même qu'à l'état brut de coulée : cubiques ou allongées. Sur l'échantillon 18-1-1,6, on observe de nombreuses particules TiC clivées durant le laminage à chaud (figure 4-8b).



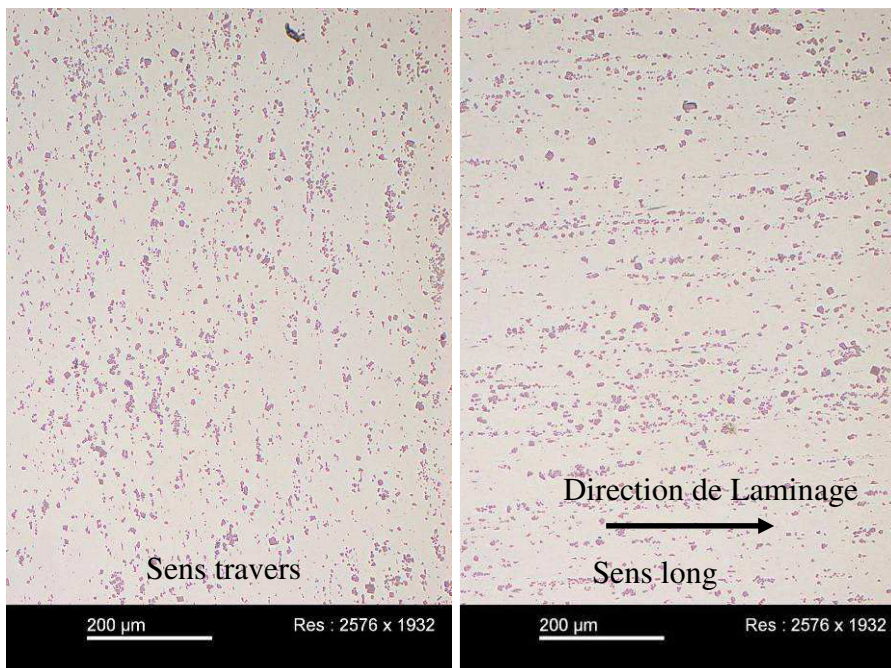
a) 18-0,8-1,6



b) 18-1-1,6



c) 21-1-1,6



d) 21-1,2-2,7

Figure 4-8 Micrographies optiques des échantillons FeMnTiC bruts de laminage à chaud. Le sens de la prise de vue est indiqué.

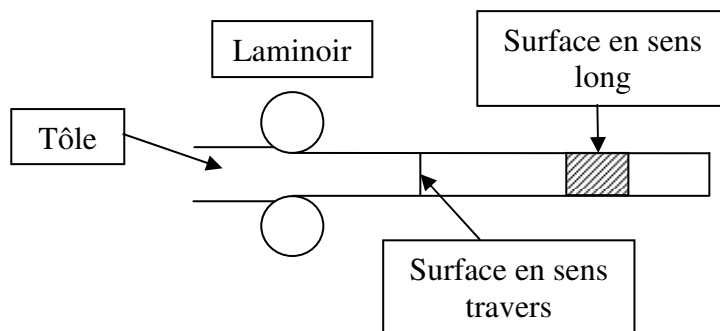


Figure 4-9 Schéma de la tôle en sortie de laminage, représentation des sens long et travers de laminage.

La figure 4-10 présente les distributions de tailles des particules pour chaque nuance, mesurée par analyse d'image sur les micrographies optiques. Les distributions d'aire sont centrées sur une valeur trop faible pour être détectée. La taille moyenne des particules (en aire) ainsi que leur fraction surfacique dans le plan d'observation a été mesurée par analyse d'image (tableau 4-2). La taille moyenne des particules est de 4 à 6 μm^2 , la nuance 21-1,2-2,7 présente bien une fraction surfacique de TiC plus importante.

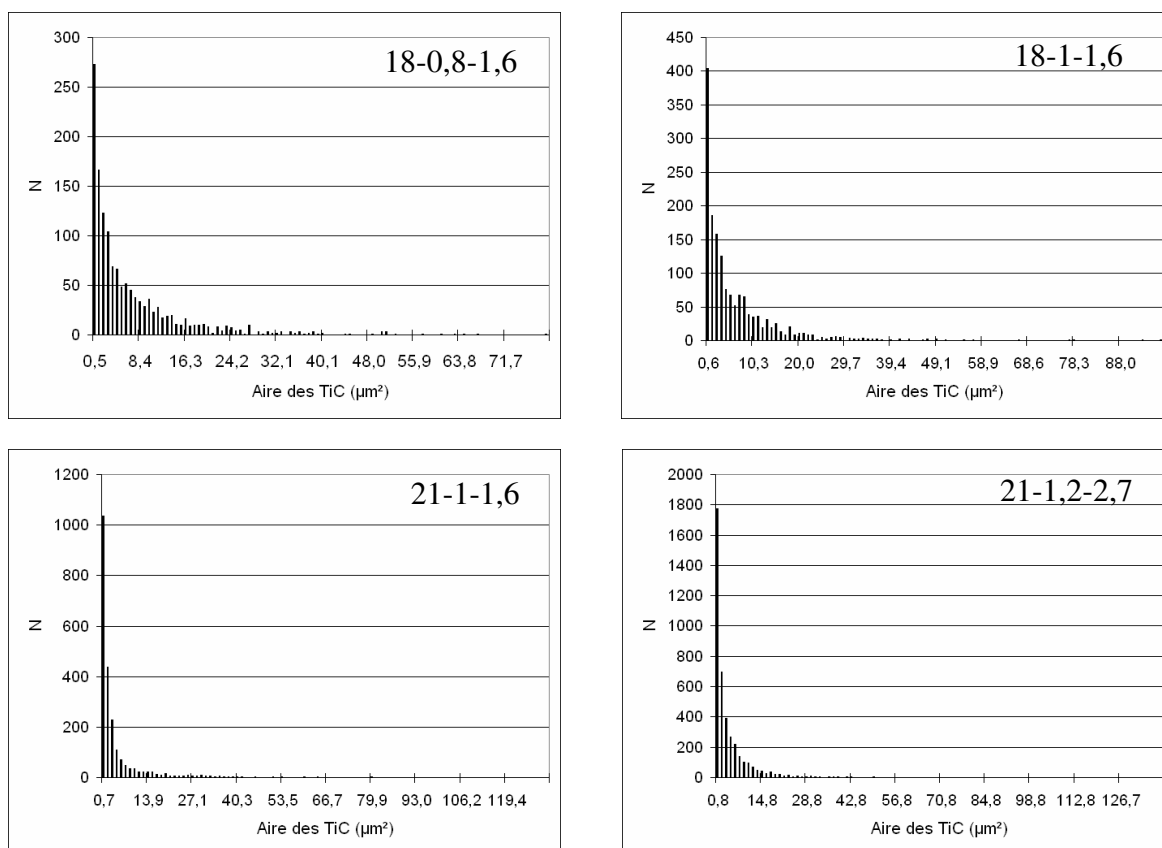


Figure 4-10 Distribution d'aires des précipités TiC des quatre nuances à l'état laminé à chaud sur des zones de taille supérieure à $20 \cdot 10^4 \mu\text{m}^2$. La population mesurée est supérieure à 1000 particules de TiC.

	Taille moyenne des particules TiC (μm^2)	Fraction surfacique de TiC (%)	Fraction volumique théorique (%)
18-0,8-1,6	6,46	3,7	4,3
18-1-1,6	6,21	3,6	4,2
21-1-1,6	4,7	4,7	3,9
21-1,2-2,7	4,26	9,6	6,7

Tableau 4-2 Taille moyenne des particules TiC et fractions surfaciques mesurées par analyse d'image et fraction volumique théorique maximale.

En faisant l'hypothèse que tout le titane précipite, on peut calculer la fraction volumique maximale de chaque phase. Les volumes atomiques de TiC et de l'austénite valent : $V_{\text{TiC}} = \frac{a_{\text{TiC}}^3}{4} = 2,669 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3/\text{at}$ et $V_{\gamma} = \frac{a_{\gamma}^3}{4} = 1,17 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3/\text{at}$ avec $a_{\text{TiC}} = 0,438 \text{ nm}$ [4-3 Strzëciwilk et al. 03] et $a_{\gamma} = 0,3605 \text{ nm}$. L'ordre de grandeur est satisfaisant mais on constate qu'on ne peut avoir une bonne précision par ce genre de mesure, d'autant plus qu'à l'échelle du microscope optique tous les précipités ne sont pas comptés.

4.2.5.2 Mesure de la taille de grains

La métallographie optique a été préparée par attaque chimique Bechet-Beaujart (acide nitrique 2%, éthanol et quelques gouttes de savon) sur les échantillons polis qui ont servi à l'étude des particules du paragraphe précédent. La présence d'une seconde phase complique l'attaque chimique (traces d'oxydation). Les résultats permettent néanmoins d'apprécier l'état de cristallisation de la matrice et d'estimer la taille des grains. La métallographie montre que la matrice austénitique a été majoritairement recristallisée et présente des grains de forme équiaxe. La taille de grains a été mesurée par la méthode ASTM (voir chapitre 2). Elle est d'environ $12 \mu\text{m}$ pour toutes les nuances.

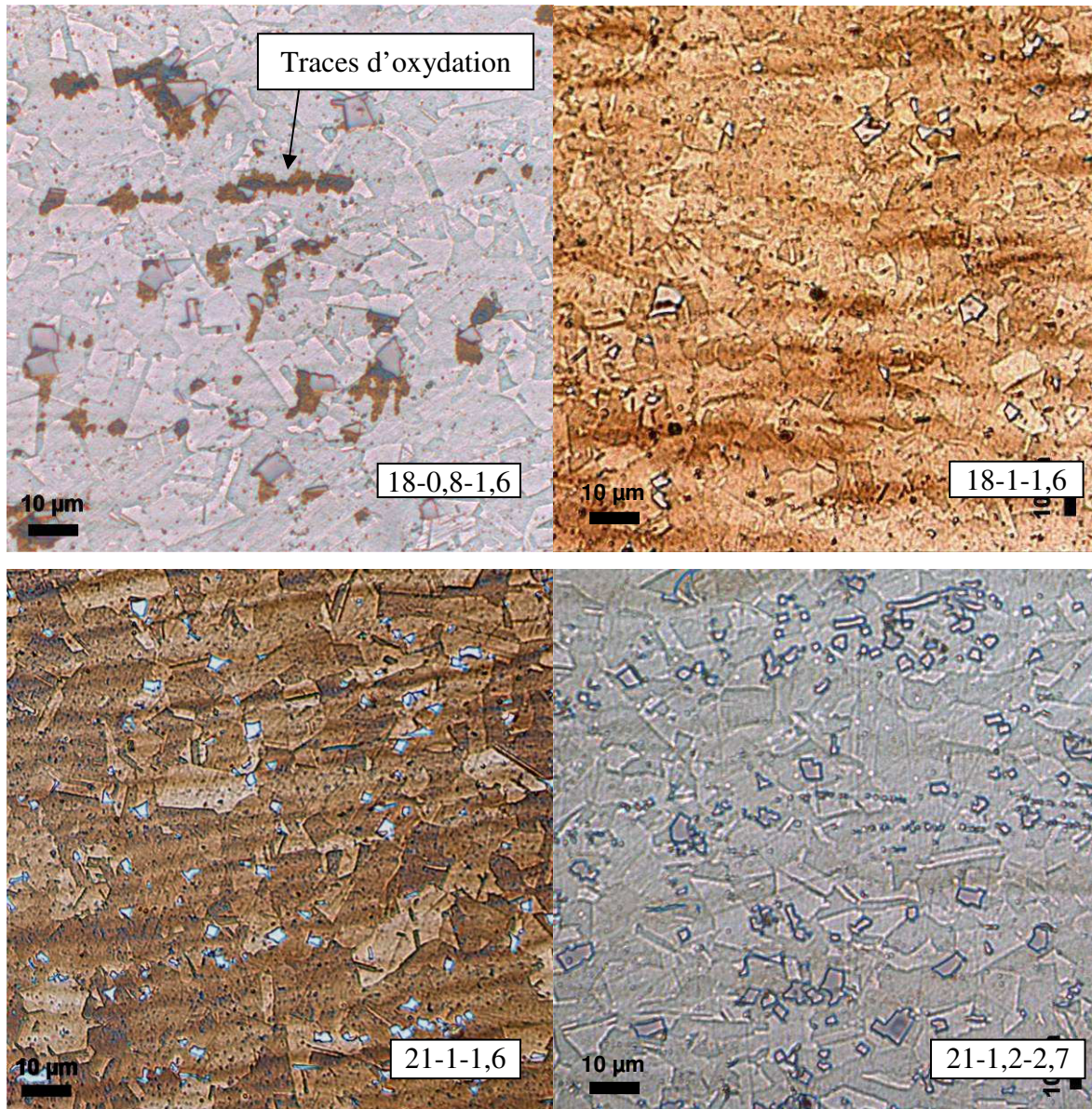


Figure 4-11 Métallographie optique après attaque Bechet-Beaujart des échantillons FeMnTiC laminés à chaud.

4.2.6 Observation de la microstructure intragranulaire au MET

L'intérieur des grains a été observée au MET afin de détecter la présence ou non de macles, de fautes d'empilement, de dislocations ou de précipités intragranulaires. Les lames minces ont été préparées par polissage mécanique parallèle au Tripod jusqu'au diamant 1 µm puis par amincissement ionique (PIPS).

4.2.6.1 Echantillon 18-0,8-1,6

La micrographie montre la présence de précipités intragranulaires TiC présentant un contraste en grain de café (figure 4-12). Leur provenance est due à une redissolution d'une partie du titane lors du laminage à chaud. Ces précipités sont semi-cohérents comme les précipités VC étudiés au chapitre précédent. On observe de nombreux précipités alignés. Ces alignements sont probablement dus à une germination préférentielle des précipités sur des dislocations ou des interfaces.

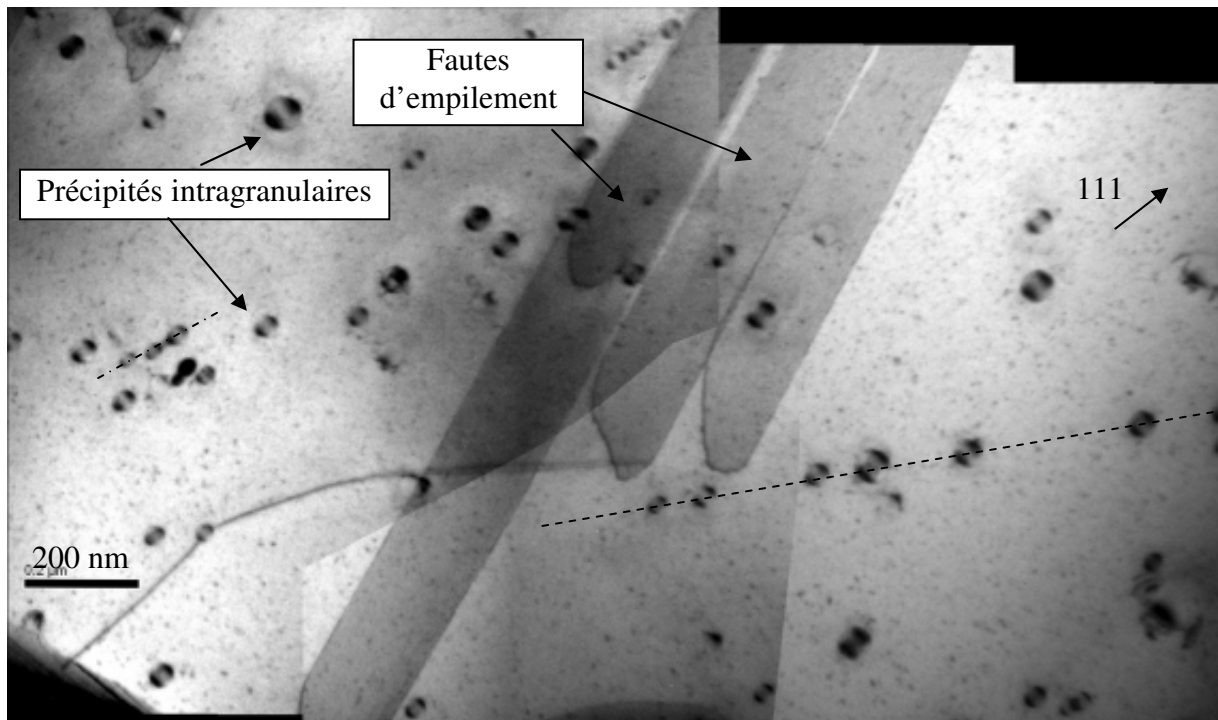


Figure 4-12 Micrographie MET en champ clair deux ondes $g=\langle 111 \rangle$ de l'échantillon 18-0,8-1,6 après laminage à chaud. Les précipités intragranulaires et les fautes d'empilement sont désignés par des flèches. Les lignes pointillées indiquent l'alignement de plusieurs précipités.

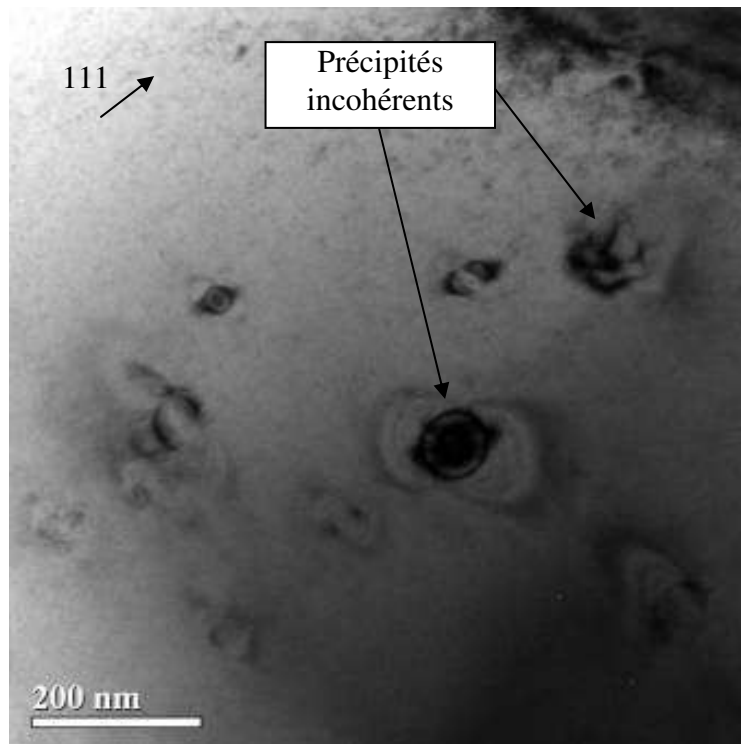


Figure 4-13 Micrographie MET en champ clair deux ondes $g=\langle 111 \rangle$ de l'échantillon 18-0,8-1,6 après laminage à chaud.

La taille des précipités intragranulaires est variable et de nombreux précipités incohérents de grande taille sont observés par ailleurs (figure 4-13). Comme nous l'avons discuté dans le chapitre précédent, la fraction atomique de nombreux précipités de petite taille est faible par rapport à la fraction atomique d'une faible quantité de précipités de grande taille. La présence de ces précipités n'a donc qu'un faible impact sur la fraction volumique des particules TiC mais peut avoir une influence sur la limite d'élasticité.

La présence de nombreuses fautes d'empilement est due à la dissociation à température ambiante des dislocations, du fait de la diminution de l'EFE au cours du refroidissement depuis la température de recristallisation. Une faute d'empilement de 10 μm a ainsi pu être observée dans un grain (figure 4-14). Une forte densité de dislocations est observable dans les grains à l'interface avec les particules TiC cubiques de grande taille (figure 4-15).

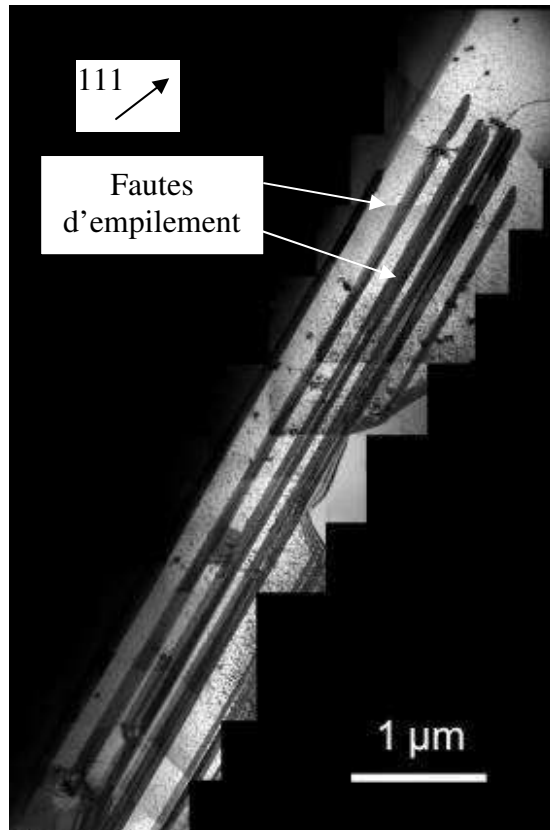


Figure 4-14 Micrographie MET en champ clair deux ondes $g=\langle 111 \rangle$ de l'échantillon FeMnTiC 18-0,8-1,6 après laminage à chaud.

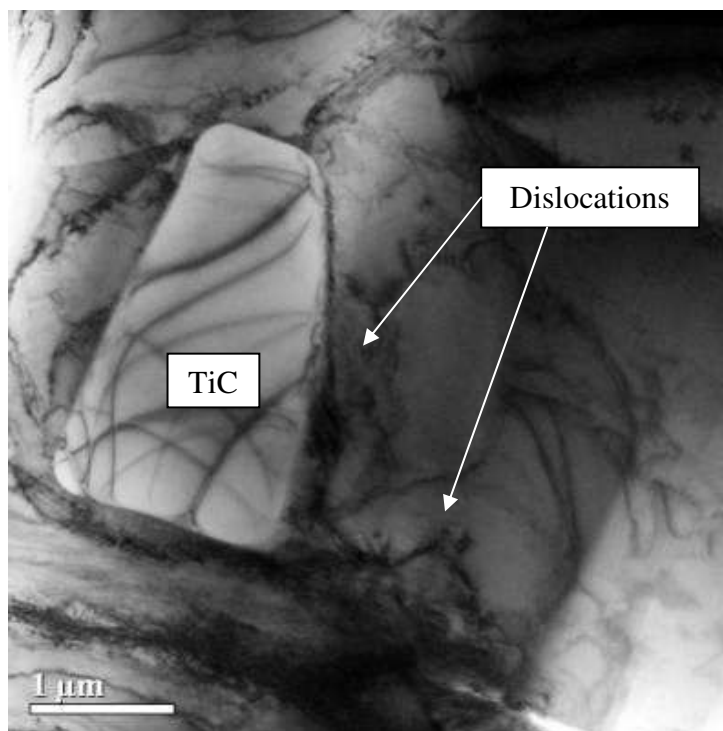


Figure 4-15 Micrographie MET en champ clair multi-ondes de l'échantillon 18-0,8-1,6 après laminage à chaud. Particule intergranulaire cubique de grande taille.

4.2.6.2 Echantillon 18-1-1,6

L'échantillon 18-1-1,6 à l'état brut de laminage à chaud présente de nombreux défauts : fautes d'empilement, dislocations et macles mécaniques (figure 4-16). Comme indiqué par les flèches sur les figures 16 et 17, des précipités intragranulaires de différentes tailles se retrouvent dans les grains austénitiques, comme pour l'échantillon 18-0,8-1,6. On retrouve la faible influence de ces précipités sur le développement des macles observée au chapitre 3. La figure 4-17 présente en effet plusieurs précipités franchis par des macles de déformation avec émission de dislocations secondaires. Malgré la présence de macles, la matrice austénitique ne contient pas une densité de dislocations aussi importante que celles qui ont pu être observées sur des éprouvettes de tractions déformées de 10% (voir chapitre 3).

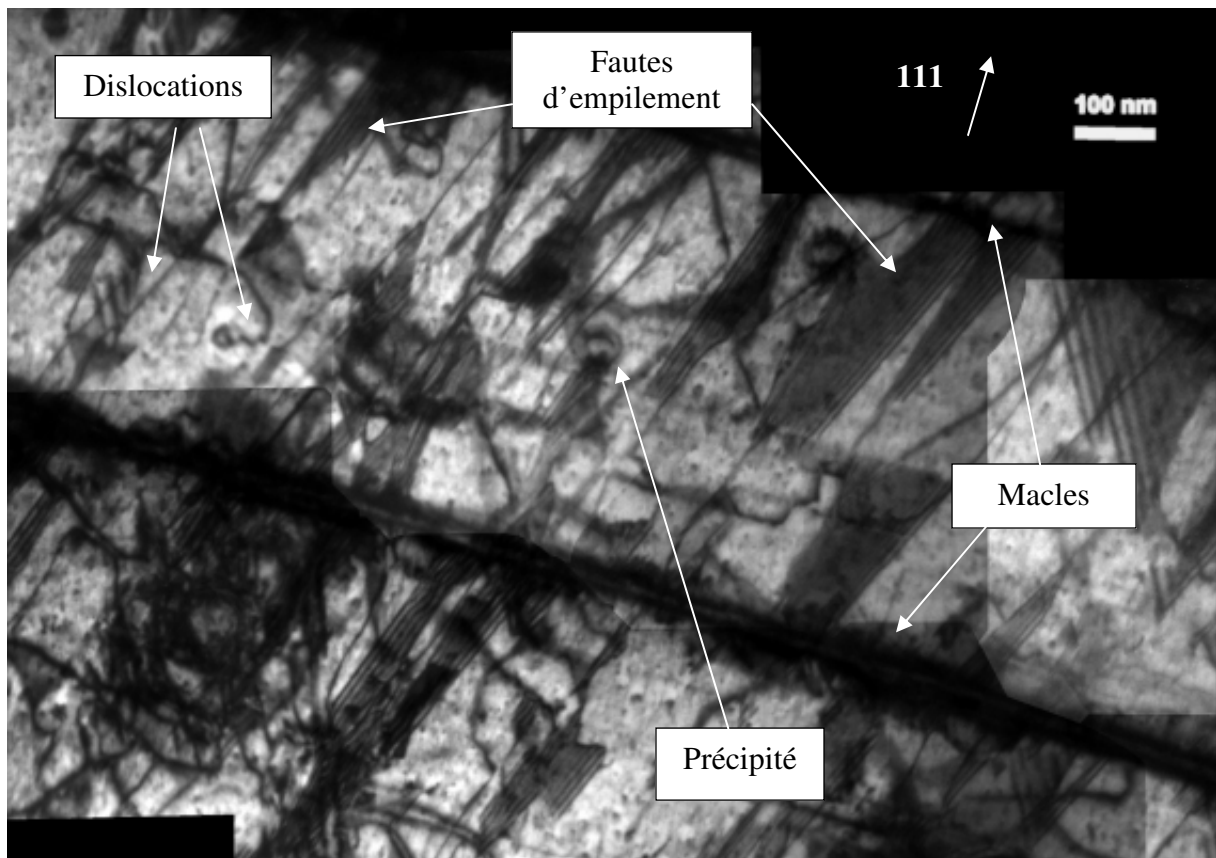


Figure 4-16 Micrographie MET champ clair deux ondes $g = \langle 111 \rangle$ de l'échantillon 18-1-1,6 après laminage à chaud. Les précipités, les macles, les dislocations et les fautes d'empilement sont indiqués.

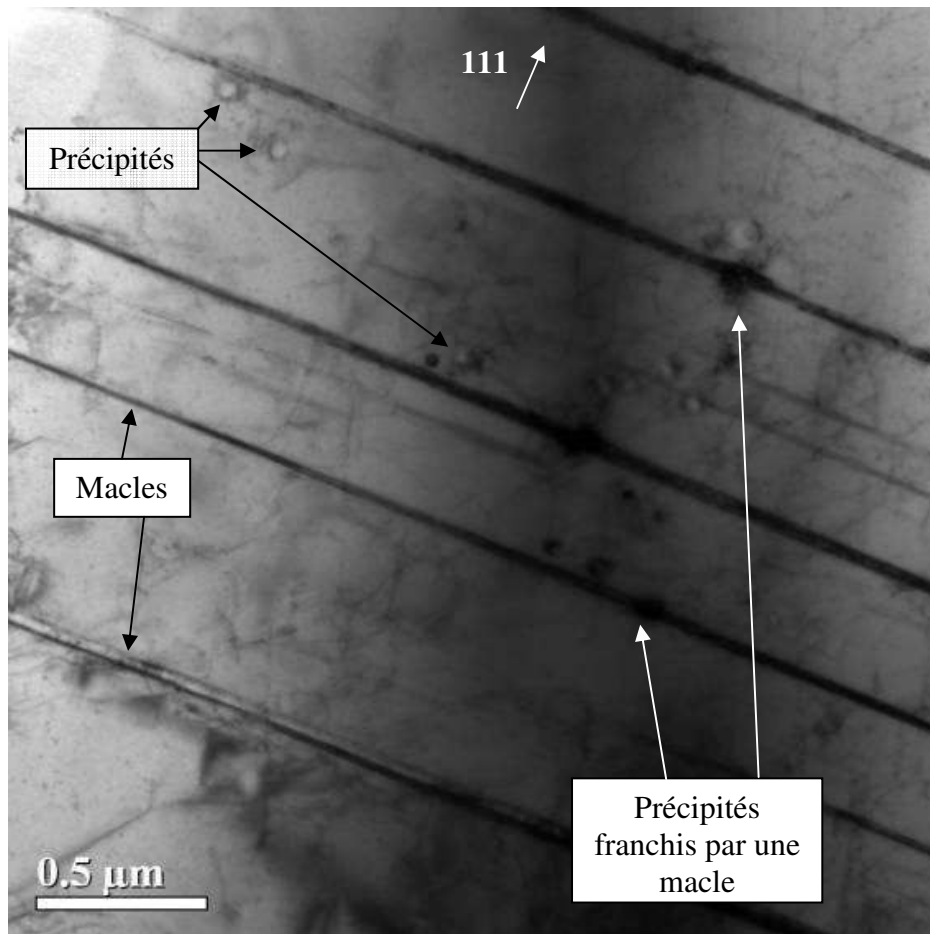


Figure 4-17 Micrographie MET champ clair deux ondes $g=\langle 111 \rangle$ de l'échantillon 18-1-1,6 après laminage à chaud. Macles mécaniques ayant franchi plusieurs précipités.

4.2.6.3 Echantillon 21-1-1,6

Aucune faute d'empilement ni aucune macle n'a été observée dans la lame mince de cette nuance (figure 4-18). En revanche, une forte densité de dislocations a pu être observée. Ces dislocations sont organisées en parois (figure 4-19). L'observation d'un de ces sous-joints en faisceau faible révèle le réseau des dislocations (figure 4-20). De nouveau, on constate la présence de précipités TiC intragranulaires.

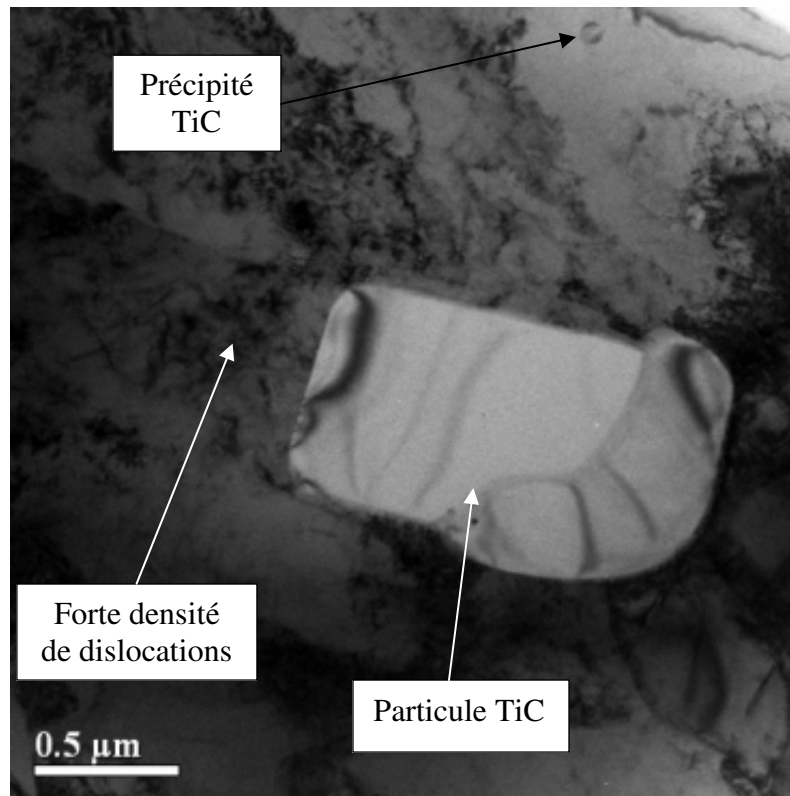


Figure 4-18 Micrographie MET en champ clair multi-ondes de l'échantillon 21-1-1,6 après laminage à chaud. Un précipité intragranulaires, une particule TiC et les dislocations sont indiqués.

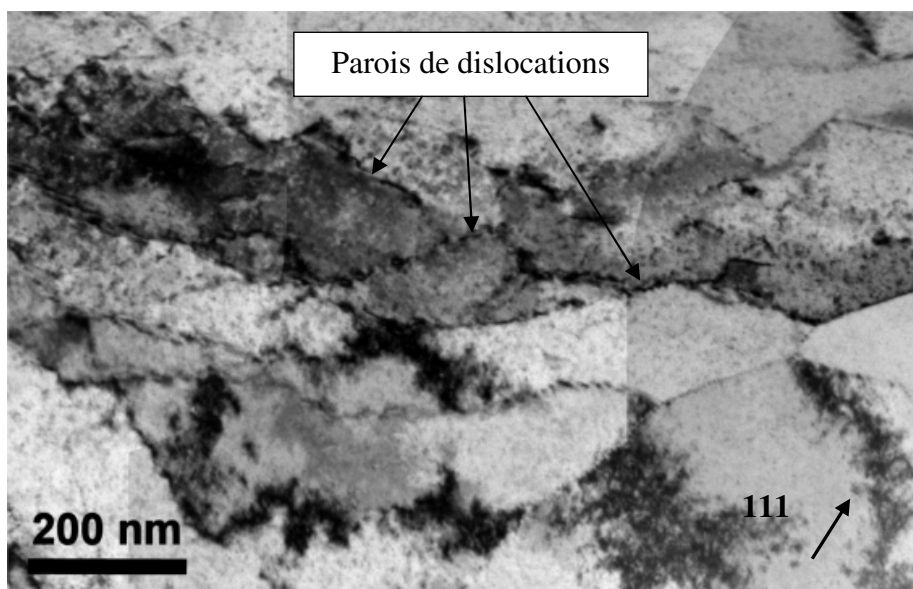


Figure 4-19 Micrographie MET en champ clair deux ondes $g=\langle 111 \rangle$ de l'échantillon 21-1-1,6 après laminage à chaud. Les parois de dislocations sont indiquées.

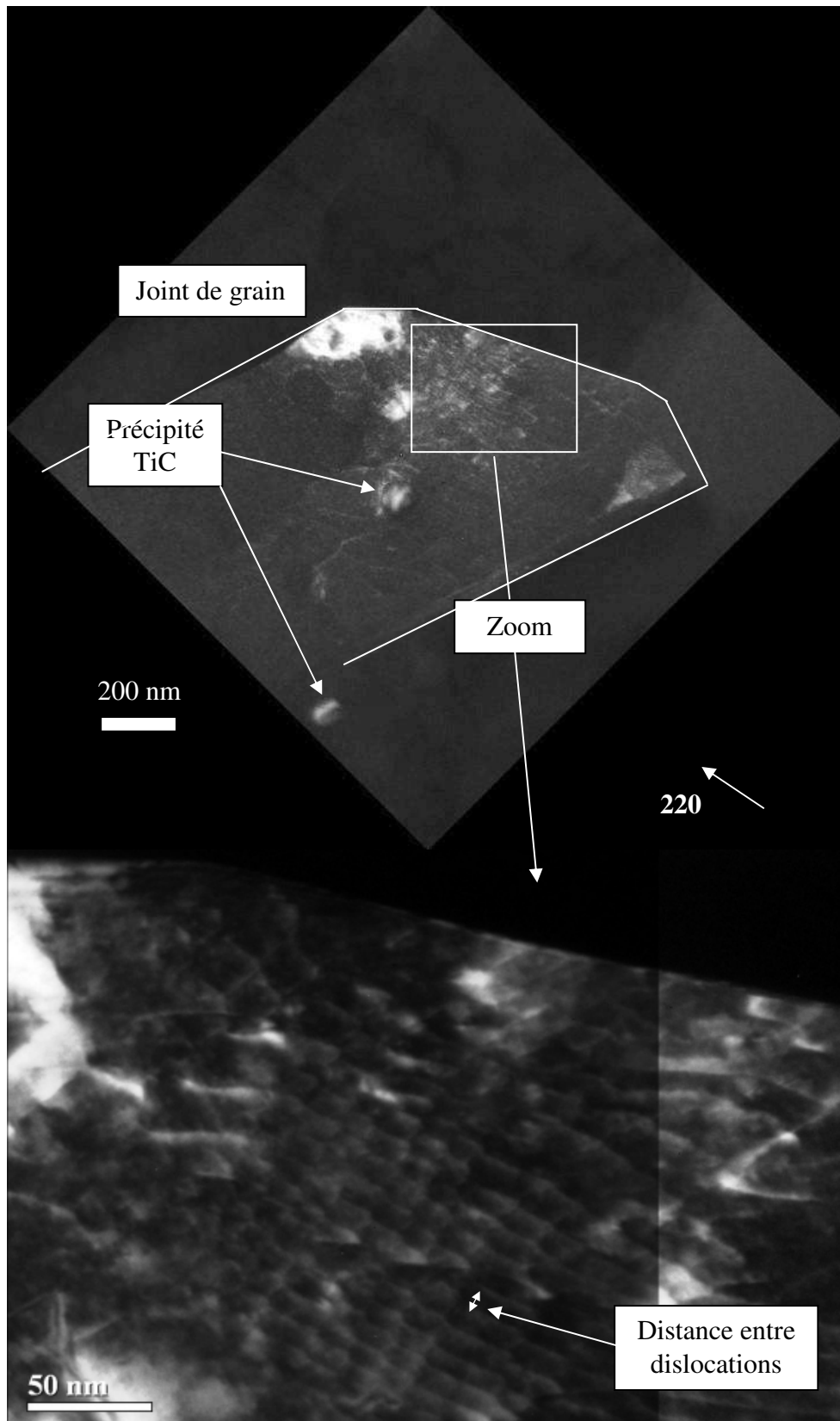
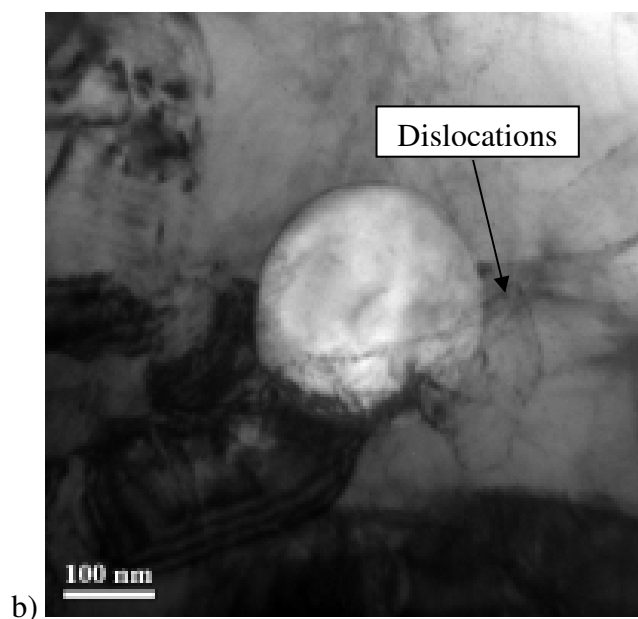
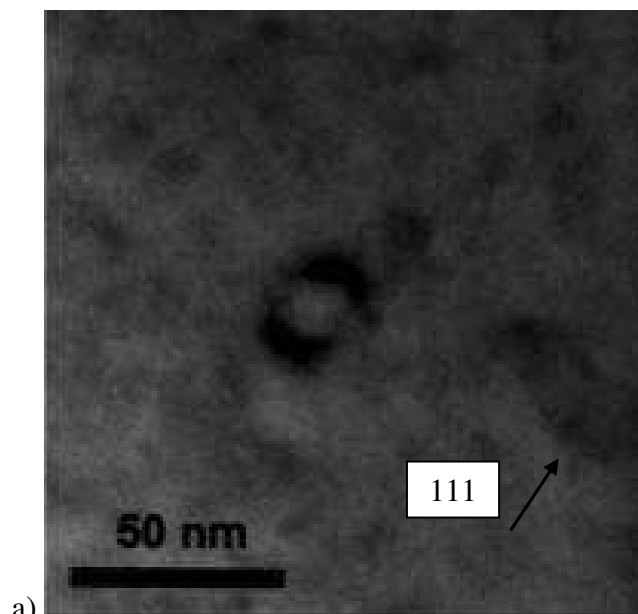


Figure 4-20 Micrographie MET en champ sombre, faisceau faible $g=\langle 220 \rangle$ de l'échantillon 21-1-1,6 après laminage à chaud. Réseau de dislocations organisées en sous-joint. L'observation permet de mesurer la distance entre dislocations dans le réseau.

4.2.6.4 Echantillon 21-1,2-2,7

L'échantillon 21-1,2-2,7 comporte les mêmes éléments de microstructure que l'échantillon 21-1-1,6. Cette matrice contient des précipités TiC intragranulaires semi-cohérents (figure 4-21a) ou incohérents (figure 4-21b) et des arrangements de dislocations sous forme de sous-joints (figure 4-21c). La figure 4-21b montre des dislocations géométriquement nécessaires apparues autour du précipité incohérent au cours du refroidissement.



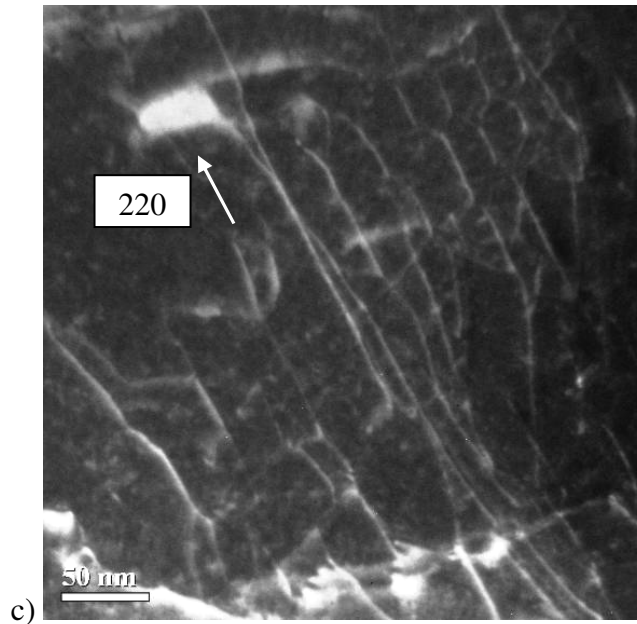


Figure 4-21 Micrographies MET de l'échantillon 21-1,2-2,7, a) champ clair deux ondes $g = \langle 111 \rangle$ sur un précipité intragranulaire de petite taille semi-cohérent, b) champ clair multi-ondes sur un précipité incohérent de grande taille et c) faisceau faible $g = \langle 220 \rangle$ montrant un réseau de dislocations.

4.2.7 Discussion

Le tableau 4-3 résume l'étude sur les échantillons non déformés qui a porté sur les éléments de microstructure (précipités, taille de grains) et les défauts cristallins (dislocations, fautes d'empilement, macles).

	Taille de grains (μm)	Dislocations	Fautes d'empilement	Macles mécaniques	Précipités intragranulaires
18-0,8-1,6	12	0	+	0	++
18-1-1,6	12	+	++	++	+
21-1-1,6	12	++	0	0	+
21-1,2-2,7	12	++	0	0	+

Tableau 4-3 Résumé de l'étude des aciers FeMnTiC brut de laminage à chaud. Taille de grains mesurée à partir de la métallographie optique et résultat de l'étude MET concernant les éléments de microstructure : dislocation, fautes d'empilement, macles et précipités intragranulaires.

La présence de parois de dislocations n'est pas observée habituellement pour ce type d'aciers. Elle laisse penser qu'il s'agit d'une structure restaurée, à cause d'une non recristallisation à la dernière passe de laminage à chaud. Ce phénomène peut s'expliquer par

l'effet du titane en solution solide qui augmente la température de non recristallisation et la présence de précipités intragranulaires qui freinent la migration des joints de recristallisation. Aucune évidence d'augmentation locale du taux de germination (PSN Particule Stimulated Nucleation) de nouveaux grains recristallisés autour des particules grâce à une déformation plastique plus grande n'a été observée.

Les particules TiC incohérentes ont un coefficient de dilatation linéaire $\alpha_{\text{TiC}} = 9,5 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ entre la température ambiante et 2700°C [4-5 Richardson J.H. 65] contre $\alpha_\gamma = 21 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ pour l'austénite (mesuré sur FeMnSiC [4-6 Bhadeshia 82][4-7 Denis et al. 87]). Cette différence de coefficient de dilatation crée, lors du refroidissement depuis 950°C , une différence de déformation entre la matrice et la particule de $\Delta T(\alpha_\gamma - \alpha_{\text{TiC}}) = 1,07 \%$, principalement absorbée par la matrice du fait de la rigidité et de la dureté du TiC.

Les dislocations (et plus généralement les autres défauts cristallins) observés sur toutes les nuances ont donc deux origines : l'absence de recristallisation en fin de laminage à chaud et une densité de dislocations nécessaires à l'accommodation de la différence de coefficient de dilatation entre carbure et matrice austénitique lors du refroidissement.

Lors du refroidissement on constate que pour les nuances à plus faible teneur en manganèse ou en carbone et plus faible énergie de faute d'empilement, l'accommodation des contraintes internes se fait par création de fautes d'empilement voir de macles mécaniques. Pour les nuances à plus forte EFE on observe une forte densité de dislocations non dissociées, organisées en parois.

4.2.8 Particules TiC intragranulaires

La figure 4-22 montre un cliché de diffraction réalisé sur une particule TiC faisant l'épaisseur de la lame. Il a été indexé comme étant du carbure de titane sans autre structure diffractée. Le paramètre de maille obtenu est de $4,38 \text{ \AA}$. D'après la littérature [4-3 Strzeczylk et al. 03], cette valeur correspond à un très faible écart à la stœchiométrie et confirme l'analyse chimique effectuée au début de ce chapitre.

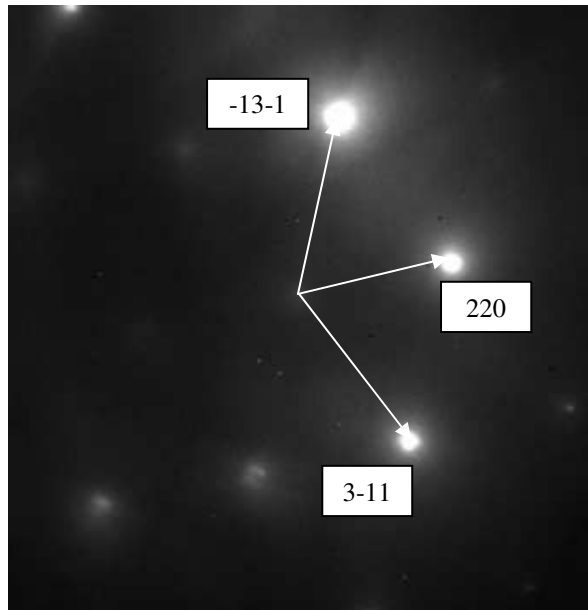


Figure 4-22 Cliché de diffraction obtenu au MET sur une particule TiC, axe de zone [-114].

La figure 4-23 présente des micrographies réalisées au MET sur des particules TiC cubiques. On observe la présence de dislocations à l'intérieur des TiC, due à leur déformation au cours du laminage à chaud. TiC étant une céramique ayant une forte friction de réseau à température ambiante, on vérifie que les particules ne se déforment pas au cours des essais de traction présentés dans la suite. La microstructure de dislocations est similaire avant et après traction.

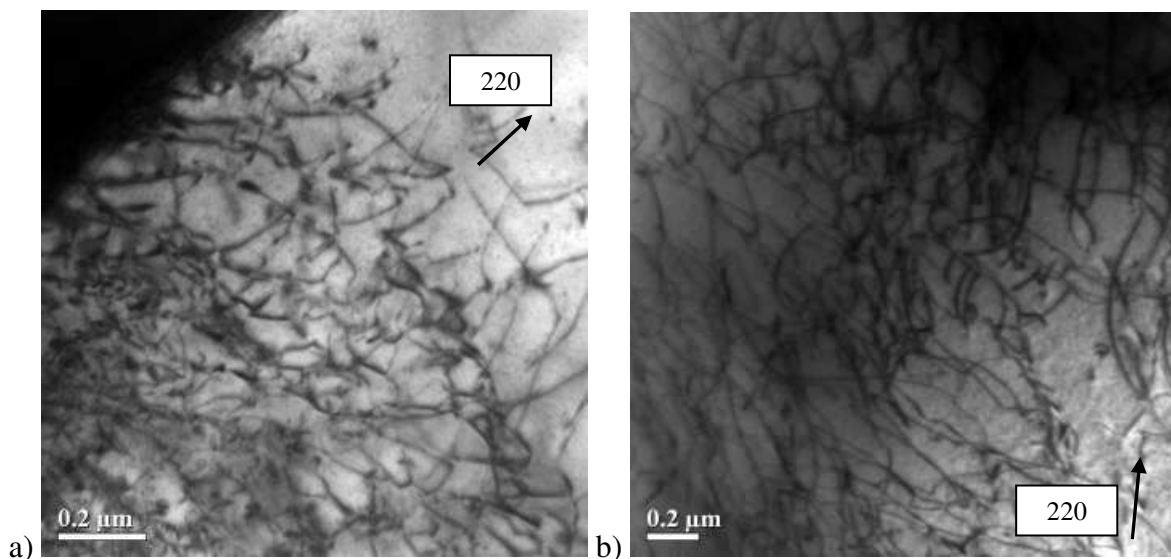


Figure 4-23 Micrographies MET deux-ondes $g = \langle 220 \rangle$ dans une particule TiC a) échantillon 18-1-1,6 avant traction et b) échantillon 21-1-1,6 après traction.

4.3 Comportement mécanique en traction

Les essais de traction quasi-statiques ont été effectués avec la même procédure que les essais effectués sur les nuances étudiées dans les chapitres précédents, à une vitesse de traverse constante imposant une vitesse de déformation nominale de $8,3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Trois éprouvettes de type ISO 12,5x50 d'épaisseur d'environ 2,5 mm ont été déformées par nuance. Les éprouvettes ont été usinées par usinage à ultra-haute vitesse dans la direction transverse à la direction de laminage (figure 4-24).

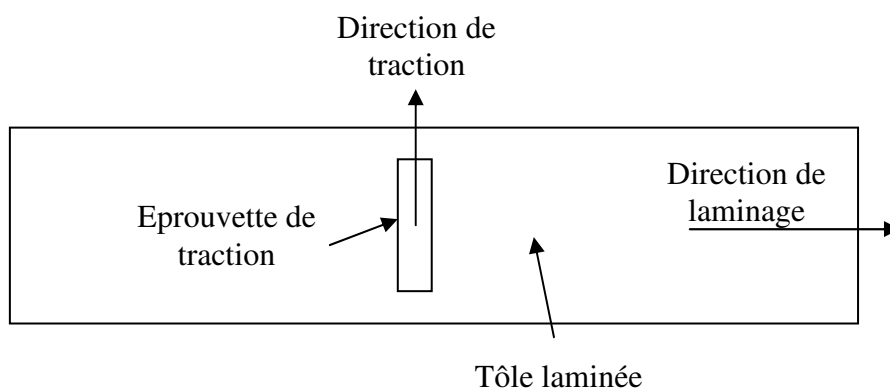


Figure 4-24 Découpe des éprouvettes de traction dans les tôles laminées à chaud. La direction de traction est perpendiculaire à la direction de laminage.

Les courbes conventionnelles et rationnelles de traction des aciers FeMnTiC + TiC sont présentées figures 25 et 26. Les caractéristiques mécaniques correspondantes sont présentées dans le tableau 4-4. La limite d'élasticité est supérieure à celle de la nuance sans titane de même taille de grains pour toutes les nuances. L'allongement à rupture est plus faible que celui de la nuance de référence 22-0,6 avec un maximum de 45% d'allongement pour la nuance 18-1-1,6. La résistance mécanique élevée ($\approx 1000 \text{ MPa}$) est comparable aux performances mesurées pour les nuances sans titane.

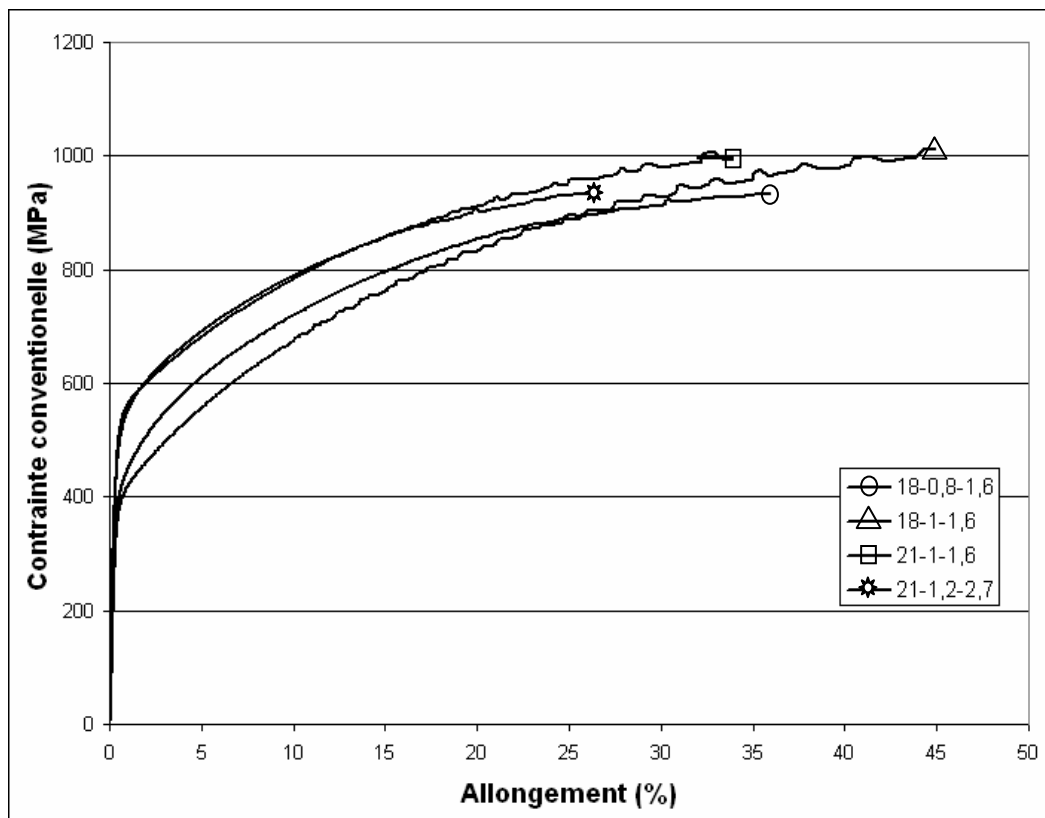


Figure 4-25 Courbes conventionnelles de traction pour les nuances FeMnTiC de taille de grains 12 μm .

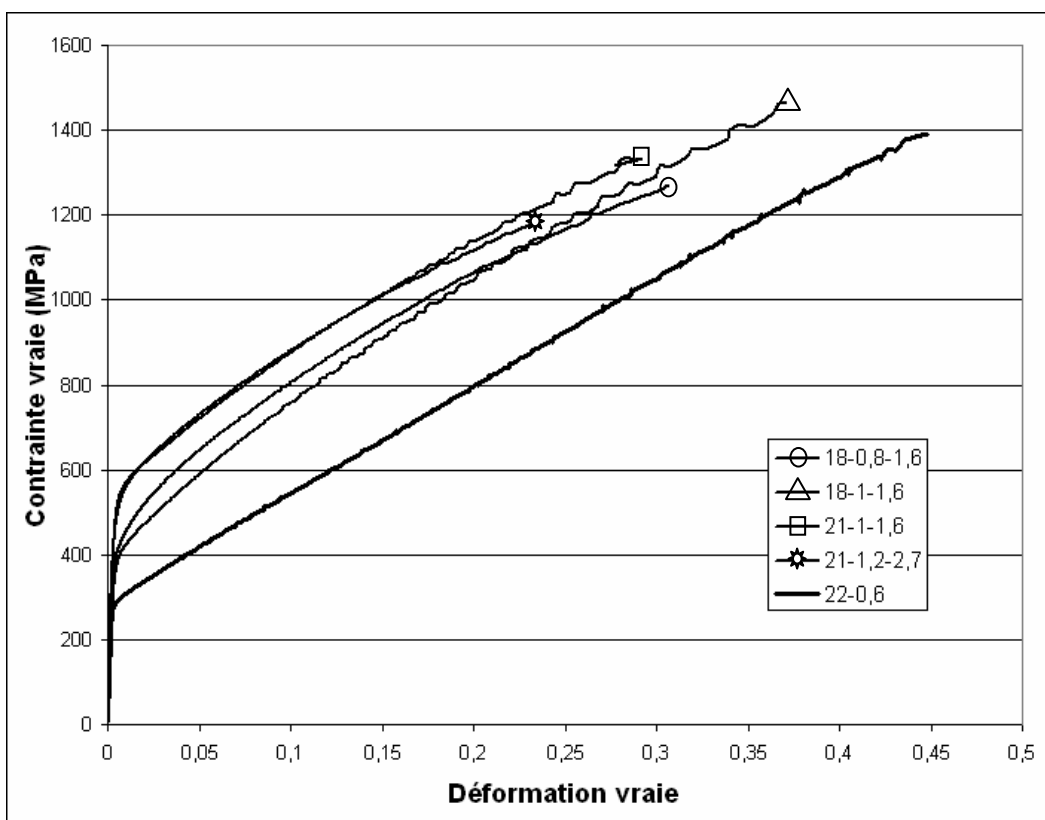


Figure 4-26 Courbes rationnelles de traction pour les nuances FeMnTiC de taille de grains 12 μm .
 Comparaison avec la nuance 22-0,6 de même taille de grains.

	Limite d'élasticité (MPa)	Résistance mécanique (MPa)	Allongement homogène (%)
18-0,8-1,6	372	935	35,9
18-1-1,6	378	1010	44,9
21-1-1,6	506	996	33,9
21-1,2-2,7	469	946	26,3
22-0,6	285	889	56,5

Tableau 4-4 Mesure des caractéristiques mécaniques en traction des nuances FeMnTiC et comparaison avec la nuance de référence.

4.3.1 Limite d'élasticité

Les nuances 21-1-1,6 et 21-1,2-2,7 contiennent à l'état brut de laminage à chaud des dislocations organisées en parois formant des obstacles supplémentaires à la plasticité. Cette organisation de dislocations explique la limite d'élastique plus élevée pour ces nuances, comparée aux deux autres. En effet, des murs de dislocations en configuration stable contrôlent la contrainte d'écoulement [4-8 Embury 71]. Il est possible d'estimer, à partir des densités de dislocations dans les sous-joints observés au MET, le gain en limite d'élasticité apporté par ces dislocations. En faisant l'hypothèse, validée par Hull [4-9 Hull et al. 63] ainsi que Keh et Weissman [4-10 Keh & Weissman 63] que la densité de dislocations dans les parois de dislocations ρ_{parois} est de l'ordre de 10 à 20 fois la densité moyenne de dislocations, Embury [4-8 Embury 71] propose d'écrire la limite d'élasticité σ_e comme suit :

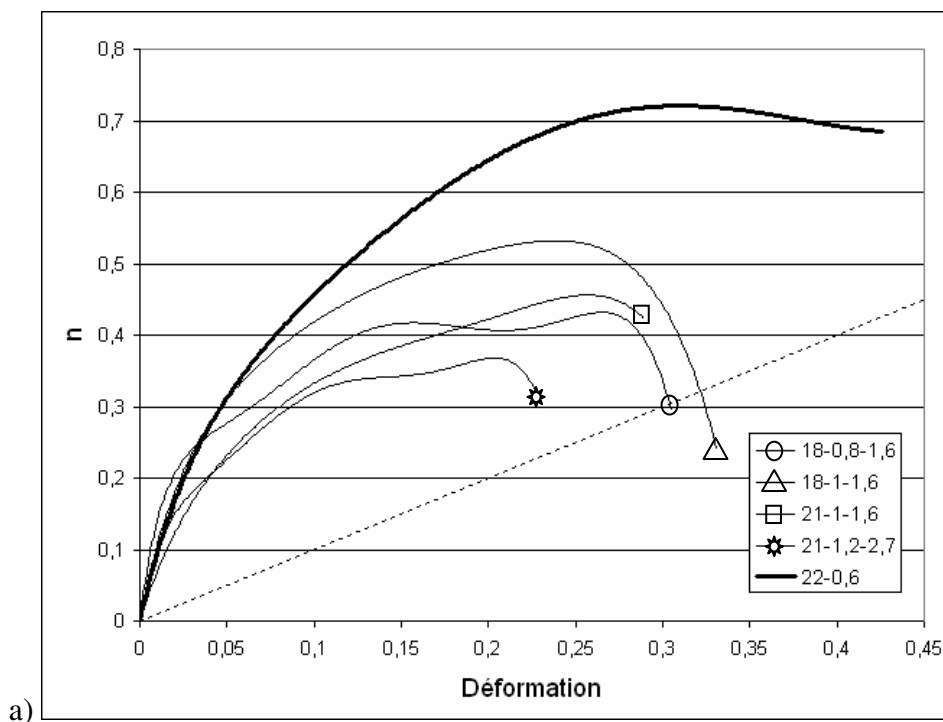
$$\sigma_e = \sigma_0 + 0,17\mu_\gamma b_{110} \sqrt{\rho_{\text{parois}}}$$

avec $\rho_{\text{parois}} \approx 1/d^2$, $\mu_\gamma = 60$ GPa le module de cisaillement, $b_{110} = 0,255$ nm la norme du vecteur de burgers des dislocations parfaites glissiles et $d = 10$ nm la distance entre dislocations estimée à partir des micrographies MET en faisceau faible sur la figure 4-20. Le terme de solution solide σ_0 est le même que celui présenté au chapitre 1. On obtient $\sigma_e = 240 + 268 = 508$ MPa, en très bon accord avec les limites d'élasticité mesurées (506 MPa pour la nuance 21-1-1,6 et 480 MPa pour la nuance 21-1,2-2,7), malgré une mesure de d peu précise.

L'échantillon 18-1-1,6 a une limite d'élasticité sensiblement égale à celle de l'échantillon 18-0,8-1,6 et plus faible que les deux précédentes. Cela signifie que l'organisation en sous-joints est un obstacle plus fort à la plasticité que la structure de macles et de fautes d'empilement observée sur ces échantillons de plus faibles teneurs en manganèse et en carbone et de plus faible EFE.

4.3.2 Coefficient d'érouissage

La figure 4-27a présente les courbes de coefficient d'érouissage pour les aciers FeMnTiC calculées de la même manière que dans les chapitres précédents, c'est-à-dire en ajustant un polynôme de degré 6 sur l'ensemble de la partie plastique de la courbe de traction. La figure 4-27b présente les courbes de coefficient d'érouissage en ajustant cette fois-ci un polynôme de degré 6 sur les 20 premiers pourcent de déformation afin de mieux prendre en compte les fortes pentes observées figure 4-25 et figure 4-26 en début d'essai. Les nuances au titane ont toutes des coefficients d'érouissage plus faibles que la nuance de référence 22-0,6, excepté en début d'essai.



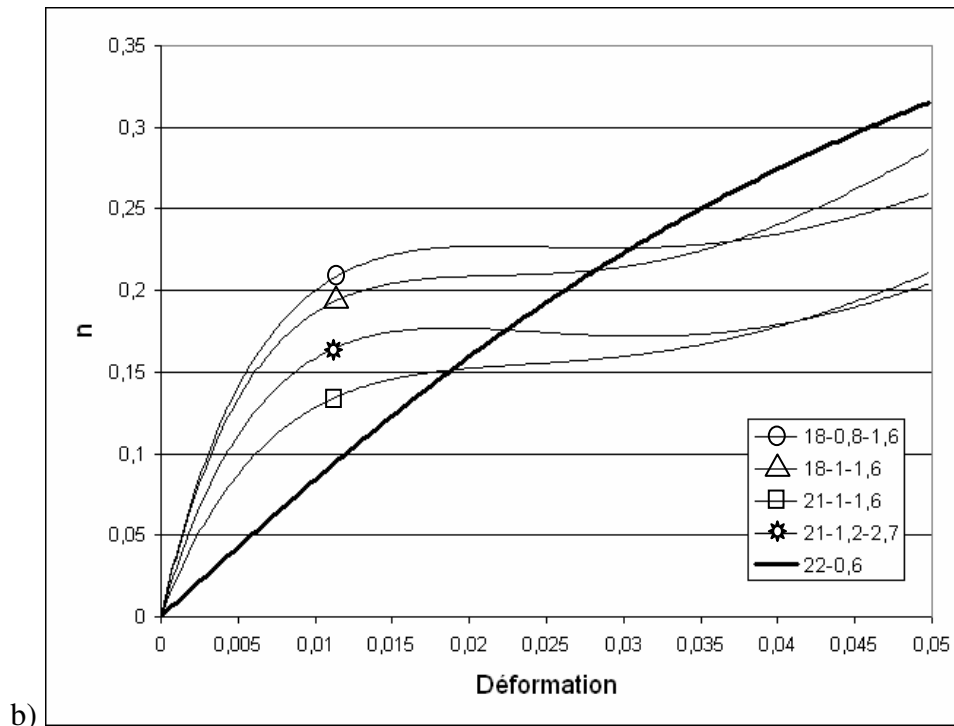


Figure 4-27 Courbes de coefficient d'écroutissage des nuances FeMnTiC et 22Mn0,6C : a) calculées à partir de polynômes ajustés sur toute la partie plastique des courbes de traction (la première bissectrice est représentée en pointillés afin de situer le critère de Considère) et b) calculées à partir de polynômes ajustés sur les 20 premiers pourcents.

Le coefficient d'écroutissage est plus fort pour les nuances au titane en début de déformation du fait de la forte pente de la courbe rationnelle et est caractéristique d'un effet composite. En effet, si le matériau composite est soumis à une déformation et que les particules TiC dures ne se déforment pas, il y a création d'un gradient de déformation dans la matrice dû aux incompatibilités avec les particules. Les dislocations introduites dans la matrice afin d'accommoder ce gradient de déformation entre particule et matrice induisent un fort écroutissage [4-11 Kelly 71]. La figure 4-28 montre que l'effet TWIP participe à ce durcissement par effet composite : près des particules, des macles privilégiant une orientation parallèle aux interfaces particule/matrice se développent. Ce durcissement dû aux particules sature lorsque la contrainte augmente, de sorte qu'il ne se manifeste sur l'écroutissage qu'en début de déformation.

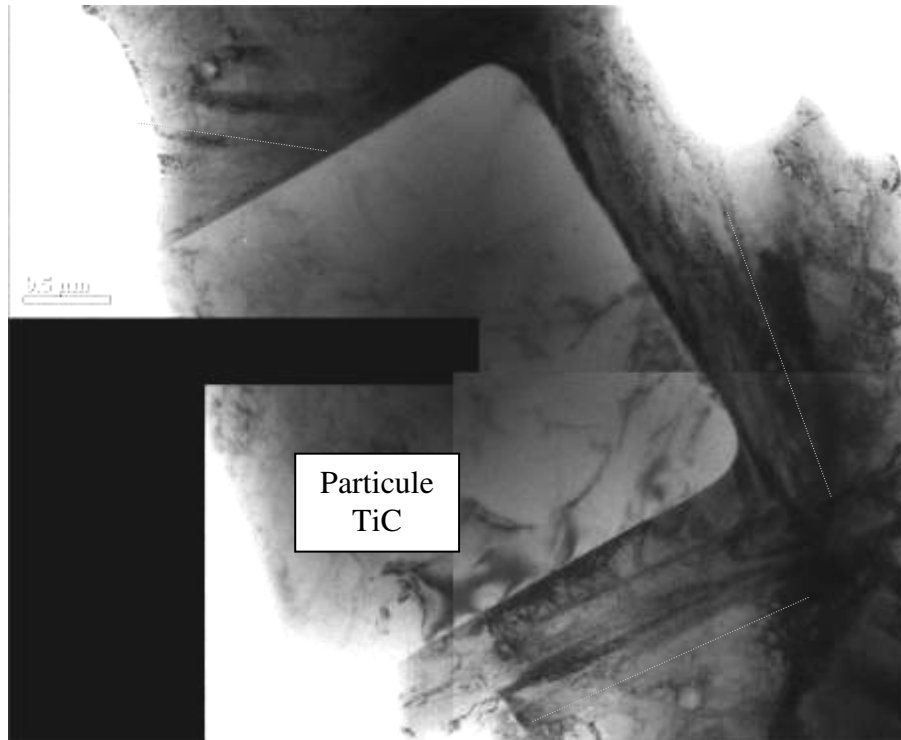


Figure 4-28 Micrographie MET en champ clair autour d'une particule TiC cubique dans la nuance 18-1-1,6 après rupture (les lignes pointillées indiquent la trace de macles mécaniques).

Comme cela a été fait pour l'acier contenant des carbures de vanadium au chapitre précédent, nous avons comparé l'écroissage de la matrice austénitique de la nuance 21-1-1,6 à celle de la nuance 22-0,6 pré-écrouie à un niveau de contrainte égal à la limite d'élasticité de la nuance 21-1-1,6 (506 MPa). Elle nous permet de comparer les taux d'écroissage au cours de la déformation, à contrainte d'écoulement égale (figure 4-29). Les coefficients d'écroissage résultants sont très proches. La présence des particules TiC ne semble donc pas modifier l'écroissage par effet TWIP de l'austénite après saturation du durcissement par effet composite. Les micrographies optiques (figure 4-30) et au MET (figure 4-31) après déformation montrent une structure de maillage similaire à celles observées dans la nuance 22-0,6 (activation dans les grains de 2 systèmes de maillage). L'angle entre les traces des macles et la direction de traction varie entre 20 et 45° sur la figure 4-30, ce qui est compatible avec une sélection de plusieurs systèmes de maillage dans chaque grain selon une loi de Schmid comme pour la nuance 22-0,6.

Toutes ces nuances se déforment par maillage en plus du glissement de dislocations, ce qui conduit à des taux d'écroissage similaires à ceux observés dans la nuance 22-0,6. Ceci

tend à montrer que leurs EFE se situeraient dans la partie haute des intervalles calculés au tableau 4-1 et donc qu'une proportion non négligeable du titane est présent en solution.

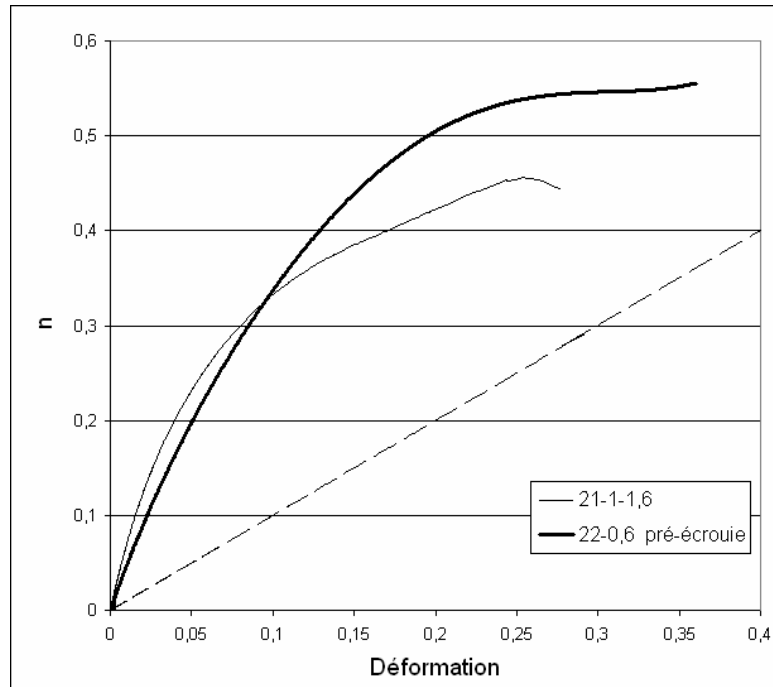
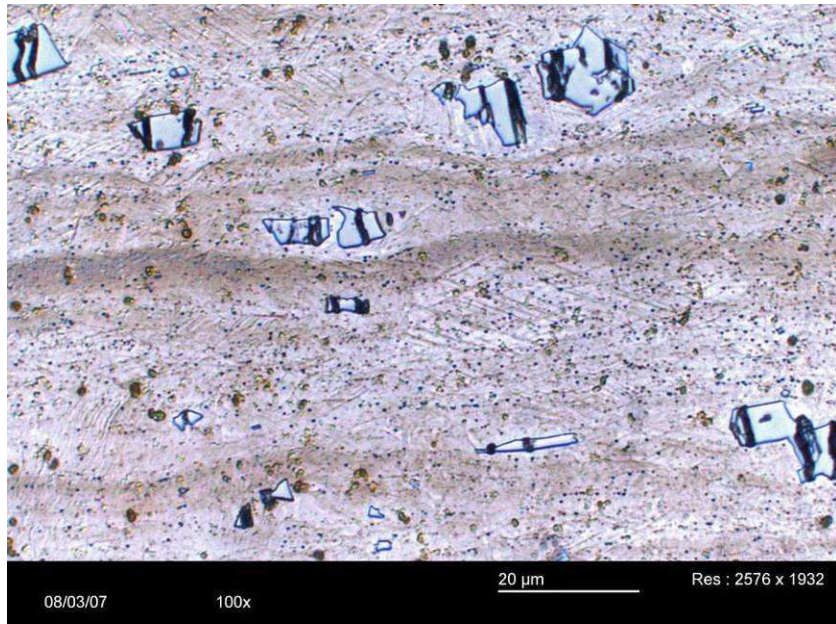
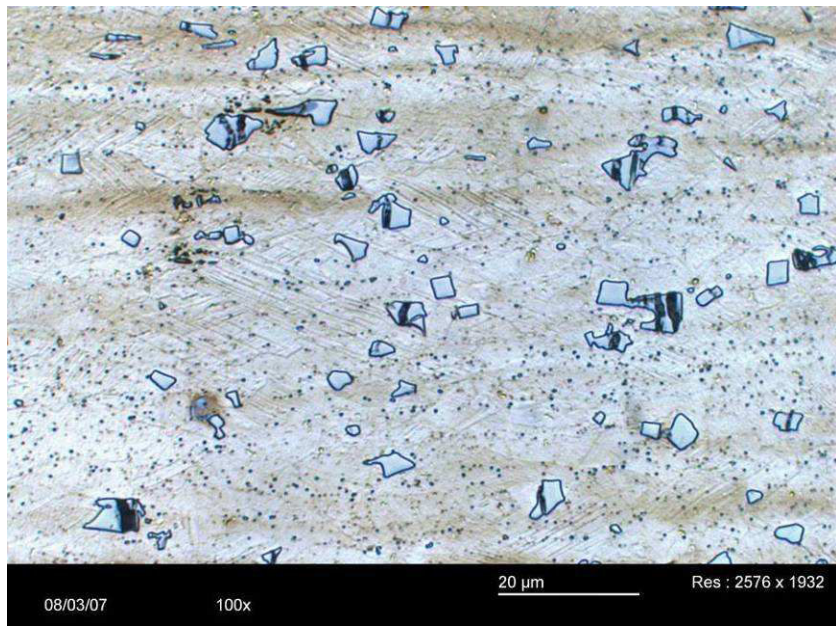


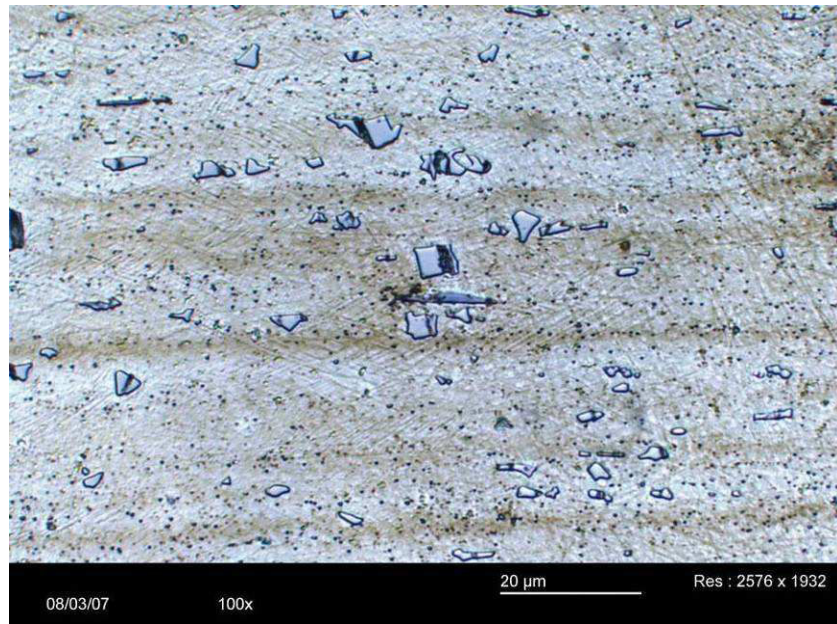
Figure 4-29 Courbes du coefficient d'érouissage de la nuances 21-1-1,6 et de l'acier 22-0,6 pré-écrouie de 8,5% de sorte à avoir la même contrainte d'écoulement à $\varepsilon = 0$.



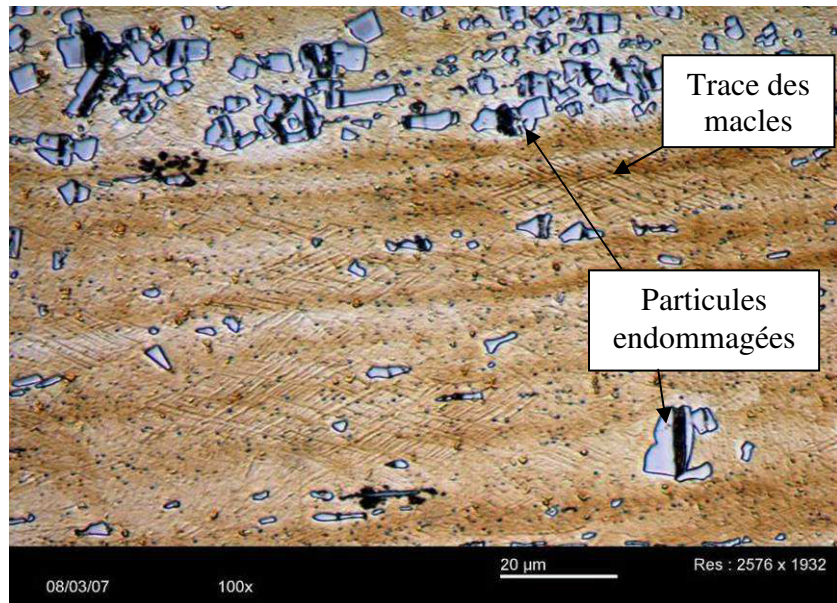
a) 18-0,8-1,6



b) 18-1-1,6



c) 21-1-1,6



d) 21-1,2-2,7

Figure 4-30 Métallographie optique après attaque Bechet-Beaujart des échantillons après rupture. La direction de traction est horizontale. La trace des macles et les particules TiC ayant subi un endommagement fragile sont indiquées.

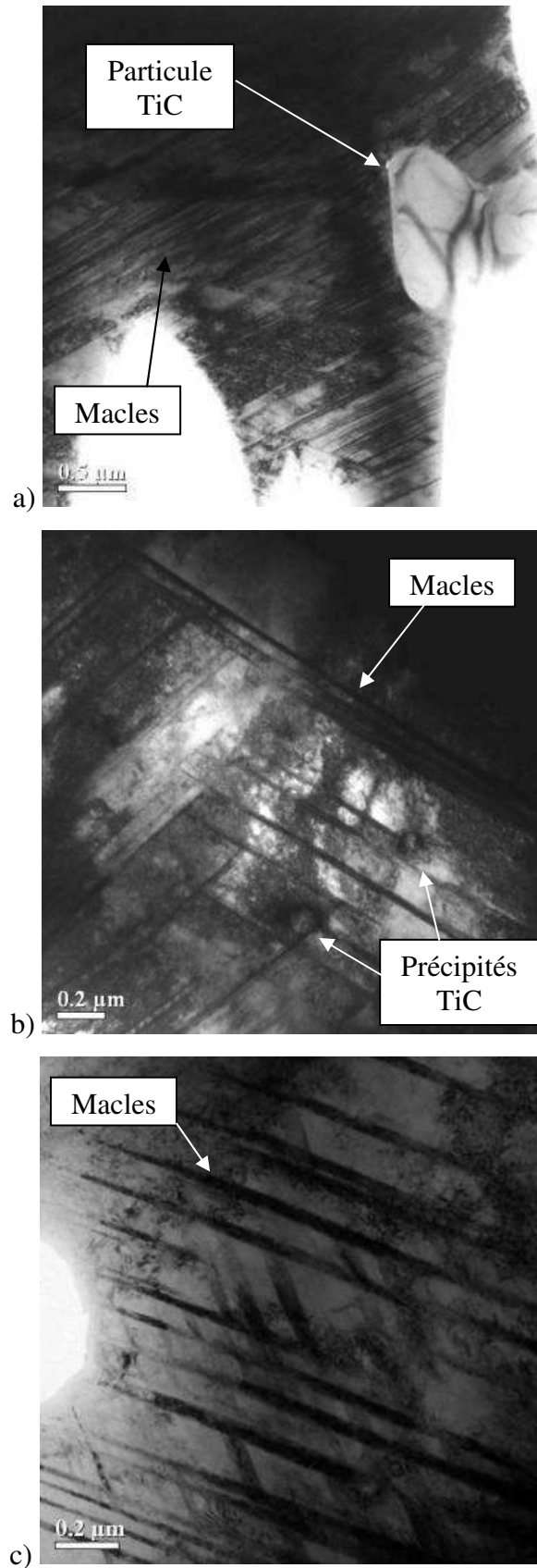


Figure 4-31 Micrographies MET en champ clair des échantillons après rupture : a) 18-0,8-1,6, b) 18-1-1,6 et c) 21-1-1,6. Les lames minces ont été découpées perpendiculairement à la direction de traction pour la figure a) et parallèlement pour les figures b) et c).

4.3.3 Allongement à rupture

Les nuances FeMnTiC présentent une diminution importante de l'allongement à rupture par rapport à la nuance 22-0,6. La métallographie de la figure 4-30 révèle un fort endommagement fragile des particules TiC pour toutes les nuances. Afin de vérifier que la formation de martensite α' ne participe pas à cette réduction de l'allongement à rupture, comme observé dans les nuances au cuivre du chapitre 2, nous avons réalisé un test d'aimantation sur chaque échantillon après traction : seule la nuance 18-0,8-1,6, dont l'EFE est la plus basse, est aimantable. Cependant, la rupture de cet échantillon intervient au critère de Considère, contrairement aux nuances 21-1-1,6 et 21-1,2-2,7 pour lesquels la rupture est anticipée, sans formation de martensite α' à l'intersection des bandes de cisaillement intense.

L'endommagement des particules TiC est donc responsable de la moins bonne déformabilité des nuances au titane en traction. On observe sur la figure 4-30 que l'endommagement est perpendiculaire à l'axe de traction et que seules les plus grosses particules présentent des surfaces de décohésion. Grâce aux nombreuses images obtenues par métallographie sans attaque sur les échantillons déformés à rupture, nous avons pu mesurer la taille critique à partir de laquelle il y avait endommagement, qui est d'environ 5 μm pour tous les échantillons. On observe d'ailleurs que les particules allongées dans la direction de traction présentent plusieurs surfaces de décohésion.

Il est à noter qu'aucune décohésion à l'interface particule TiC/matrice γ n'est observée. Il convient donc d'éviter la formation de particules primaires de grande taille au cours de l'élaboration, en diminuant la vitesse de solidification.

4.4 Conclusion

Nous avons étudié l'influence de particules de carbure de titane microniques sur les propriétés mécaniques du FeMnC par effet composite. Quatre nuances à teneur en manganèse, carbone et titane variable ont été élaborées, testées en traction et caractérisées en métallographie et au MET.

La métallographie après attaque chimique sur l'état laminé à chaud semble indiquer un bon état de recristallisation du matériau biphasé. La taille moyenne des particules TiC est d'environ 6 μm et la taille de grains de 12 μm . Les particules TiC sont réparties de façon homogène dans la tôle laminée à chaud et se divisent en deux populations :

- des particules primaires, de forme cubique due à une cinétique de solidification favorisant la croissance des plans {001},
- des particules allongées, sous forme de plaquettes suite à une précipitation de type eutectique.

La caractérisation au MET de l'état laminé à chaud montre une faible densité de dislocations dissociées et de fautes d'empilement dans les deux nuances à plus faible EFE et une forte densité de dislocations non dissociées organisées en parois dans les deux nuances à EFE élevée. Deux phénomènes expliquent ces fortes densités de dislocations : i) une accommodation des incompatibilités de déformation autour des particules au refroidissement dues à la différence de coefficients de dilatation thermique et ii) une non recristallisation lors de la dernière passe de laminage à chaud. Une précipitation intragranulaire de carbures de titane a été observée sur tous les échantillons. Ces précipités se forment au cours du laminage à chaud suite à une remise en solution du titane des particules, sa solubilité variant avec la température. La présence de ces précipités interdit la mesure de la teneur en titane résiduel en solution solide et donc d'estimer l'EFE avec le modèle thermochimique.

Les résultats des essais de traction en relation avec les observations au MET montrent que la limite d'élasticité est contrôlée par la présence de dislocations organisées en sous-joints. La contrainte d'écoulement est augmentée par effet composite qui se traduit par un plus fort coefficient d'écrouissage que sur la nuance 22-0,6 en début d'essai dû aux incompatibilités de déformations et auquel participe l'effet TWIP. Cet effet sature ensuite et le coefficient d'écrouissage est comparable à celui de la nuance 22-0,6. L'activité du maillage est similaire à ce qui est observé sur la nuance de référence. Comme pour le durcissement structural au chapitre 3, l'augmentation de la contrainte d'écoulement par effet composite ne détériore pas l'écrouissage par effet TWIP.

En revanche, les essais de traction révèlent de faibles allongements à rupture, notamment pour la nuance à plus forte fraction volumique de TiC. Ils sont dus à un fort endommagement fragile des particules TiC perpendiculairement à la direction de traction, tel

qu'observé en microscopie optique après rupture. Cet endommagement est rédhibitoire pour une utilisation industrielle. Néanmoins, il n'a pas été observé de décohésion aux interfaces TiC/austénite et seules les particules de taille supérieure à 5 μm sont endommagées. Il conviendrait donc d'éviter la formation de TiC primaires interdendritiques de grande taille en diminuant la vitesse de solidification lors de l'élaboration.

4.5 Bibliographie

[4-1 Lengauer 00]

W. Lengauer, *Transition metal carbides, nitrides and carbonitrides*, in: R. Riedel (Ed.), *Handbook of Ceramic Hard Materials Vol. 1* (2000) p202–252.

[4-2 Chien et al. 93]

F. Chien, S. Nutt, D. Cummings, *Phil. Mag. A* **68** (1993) p325

[4-3 Strzëciwilk et al. 03]

Strzëciwilk D., Wokulski Z., Tkacz P., *Journal of Alloys and Compounds* **350** (2003) p256-263

[4-4 Taylor 50]

Taylor A., *J. Inst. Metals* **77** (1950) p585

[4-5 Richardson J.H. 65]

Richardson J.H., *Journal of the American Ceramic Society* **48** (1965) p497–499

[4-6 Bhadeshia 82]

Bhadeshia H.K.D.H., *J. de Phys.* **43 C4** (1982) p443

[4-7 Denis et al. 87]

Denis S., Sjostrom S. and Simon A., *Metall. Trans. A* **18A** (1987) p1203

[4-8 Embury 71]

Embury J. D., *Strengthening by dislocations substructures in Strengthening Methods in Crystals* by Kelly and Nicholson **Chap. 6** (1971) p355, Elsevier Pub. Cie. LTD

[4-9 Hull et al. 63]

Hull D., McIvor I. D. & Owen W. S., *Relationship of structure and Mechanical Properties* (1963) p596, H.S.M.O., London

[4-10 Keh & Weissman 63]

Keh A. S. & Weissman S., *Electron Microscopy and the Strenght of Crystals* (1963) p231, Wiley/Interscience, New York

[4-11 Kelly 71]

Kelly A., *Particle and fibre reinforcement in Strengthening Methods in Crystals* by Kelly and Nicholson **Chap. 6** (1971) p436-437, Elsevier Pub. Cie. LTD

Conclusion

Conclusion

Les aciers austénitiques FeMnC durcis par effet TWIP présentent un compromis allongement / résistance mécanique exceptionnel qui en font de bons candidats pour l'allègement dans la construction des véhicules automobiles. Cette caractéristique résulte principalement d'un fort taux d'écrouissage. Par rapport à des aciers ferritiques dits à très haute résistance, ils souffrent toutefois de leurs faibles limites d'élasticité et faible module d'Young pour répondre pleinement aux cahiers des charges de plus en plus strictes et contradictoires des constructeurs automobiles. Le travail présenté dans ce mémoire consiste dans l'étude des différentes possibilités d'amélioration de ces aciers, sans que cette amélioration ne se fasse au détriment du compromis allongement / résistance initial obtenu grâce à l'effet TWIP.

Ce travail s'inscrit donc dans une démarche d'alloy design visant à fournir à ArcelorMittal des outils de compréhension et de prévision de l'influence d'un élément d'alliage donné sur les propriétés physiques et mécaniques des aciers TWIP. Nous avons d'abord étudié l'influence de la composition de la solution solide en développant des modèles de prévision de deux paramètres essentiels : la température de Néel T_N et l'Energie de Faute d'Empilement (EFE). Une application au cas du cuivre, qui est actuellement un élément nuisible pour le recyclage des aciers dans l'industrie automobile, a été présentée. La possibilité de durcissement structural par précipitation intragranulaire de carbures de vanadium a ensuite été étudiée dans une deuxième partie, ainsi que la possibilité d'élaborer un composite avec des particules endogènes de carbure de titane dans la troisième partie.

Au-delà des résultats spécifiques obtenus au cours de cette étude pour chacun des concepts, le tableau C offre une vue synthétique des différentes propriétés physiques et mécaniques clefs pour l'industrie automobile, sur lesquels ce travail propose des réponses en termes d'alloy design. Les colonnes reprennent successivement les mécanismes physiques dont elles découlent, les actionneurs métallurgiques et les références aux éléments de compréhension et modèles s'y rattachant. Les actionneurs métallurgiques doivent être compris comme l'ensemble des moyens dont disposent les développeurs produits (métallurgistes) pour contrôler les microstructures et agir sur les propriétés précitées. Les cases grisées permettent de mieux distinguer les thématiques abordées dans ce mémoire.

Propriétés physiques et mécaniques	Mécanismes	Actionneurs Métallurgiques	Elément de compréhension / Modélisation
Module d'Young E Module spécifique E/ρ	Nature des liaisons atomiques dans le domaine paramagnétique	Composition de la solution solide	[C-1 Ghosh & Olson 02]
	Transition magnétique de Néel	Composition de la solution solide	Chapitre 1
	Transfert de charge	Composite γ / céramique	Micromécanique [C-2 Bouaziz & Buessler 02]
	Diminution de la densité		Loi de mélange
EFE	Dissociation des dislocations	Composition de la solution solide	Chapitre 1
Limite d'élasticité	Friction de réseau	Composition de la solution solide	[C-3 Pickering]
	Activation thermique du glissement	%C en solution	[C-4 Allain 04]
	Effet Hall et Petch	Taille de grains recristallisée	Loi de Hall et Petch Chapitre 1
	Contournement de type Orowan	Précipitation intragranulaire	Loi d'Orowan Chapitre 3
	Structure initiale de dislocations	Prédéformation Restauration Non recristallisation	Chapitre 4
	Incompatibilités de déformation phase dure/phase molle	Composite γ / céramique	[C-5 Bouaziz et al. 00] [C-6 Ashby 70]
Coefficient d'érouissage	Activation thermique du glissement	%C en solution	[C-4 Allain 04]
	Effet Hall et Petch dynamique : - maclage - martensite ε	EFE et état de contrainte	De nombreuses publications dont : [C-7 Bouaziz et al. 08] (maclage) [C-8 Kirindi & Dikici 06] (martensite ε)
		Précipitation intragranulaire	Chapitre 3
		Composite γ / céramique	Chapitre 4
	Incompatibilités de déformation phase dure/phase molle	Composite γ / céramique	[C-5 Bouaziz et al. 00] [C-6 Ashby 70]
	Vieillessement dynamique ou Diminution de la restauration dynamique	%C en solution	∅
Endommagement	Localisation de la déformation	Eviter la cémentite	[C-9 Scott et al. 05]
		Eviter la martensite ε en traction	Chapitre 2
		Eviter la martensite α'	
	Eviter les TiC primaires	Chapitre 4	
Casse différée due à l'hydrogène	Précipitation de carbures	Chapitre 3 [C-10 Brevet Arcelormittal 05]	
Sensibilité à la vitesse de déformation	Activation thermique du glissement	%C en solution	[C-4 Allain 04]
	Vieillessement dynamique	%C en solution	∅

Tableau C Résumé des propriétés physiques et mécaniques des nuances FeMnXC, des mécanismes associés, des leviers métallurgiques permettant leur amélioration et des travaux s'y rattachant.

Les aciers FeMnC présentent une anomalie d'évolution des modules d'élasticité en fonction de la température en dessous de la transition magnétique de Néel, avec pour conséquence un faible module d'Young dans le domaine antiferromagnétique (à température ambiante par exemple pour la nuance de référence 22-0,6). Nous proposons un modèle permettant de prévoir T_N pour le système FeMnXC lorsque du cuivre, de l'aluminium, du silicium ou du chrome sont ajoutés en faible teneur en solution solide. L'influence du manganèse et du carbone a aussi été revisitée. Ce modèle a été paramétré sur les données bibliographiques disponibles et sur nos mesures de susceptibilité magnétique. Tous ces éléments ont un effet opposé à celui du manganèse en diminuant T_N , notamment le cuivre. Le modèle de prévision de l'EFE précédemment développé par S. Allain pour FeMnC a été étendu à ces mêmes éléments et au titane. Le point faible de ce modèle reste le calage, compte tenu du peu de données sur les températures de transformations martensitiques disponibles dans la littérature mise à part pour les effets du silicium. Nous en avons conclu que tous les éléments étudiés sauf le chrome augmentent l'EFE, notamment le titane. L'EFE contrôlant la cinétique de maillage ou de transformation martensitique ϵ et donc directement l'écrouissage, nous avons montré qu'en substituant une partie du manganèse par du cuivre dans une nuance de référence, il était possible de diminuer T_N sans détériorer l'écrouissabilité (iso-EFE). Les nuances de la série X-0,6-2 présentent en effet un gain de module d'Young de 20% par rapport à la nuance 22-0,6 pour des propriétés mécaniques équivalentes (à la taille de grains près).

La précipitation intragranulaire de carbures de vanadium permet d'augmenter la limite d'élasticité par durcissement structural dans ces aciers. Dans l'acier étudié, les carbures VC de taille nanométrique sont semi-cohérents et ont une relation d'orientation cube-cube avec l'austénite. Les mesures de cohérence résiduelle (< 1%), réalisées à partir des observations de contrastes de déformation autour des précipités au MET, montrent qu'elle diminue lorsque la taille des précipités augmente, avec une perte totale de cohérence à partir de 30 nm. Des précipités de grande taille n'ayant aucune relation d'orientation avec la matrice sont également observés. La présence de cette population bi-modale est due, selon notre analyse, à une probable précipitation grossière antérieure à la recristallisation au cours du traitement thermique, puis à une remise en solution partielle à haute température lors du recuit, suivi d'une nouvelle précipitation fine dans le matériau recristallisé. L'augmentation théorique de la limite d'élasticité estimée à partir de la fraction volumique maximale de carbures et de leur distribution de taille est fortement surévaluée par rapport à la mesure expérimentale. Nous en

avons conclu que les précipités de grande taille mobilisent une grande fraction du vanadium précipité mais participent peu au durcissement et qu'une partie du vanadium reste en solution solide (négligée toutefois dans le calcul d'EFE). A ce titre, une des perspectives de ce travail est de continuer le développement des deux modèles présentés (T_N et EFE) afin de les élargir aux autres éléments d'addition possibles.

Les aciers composites contenant des particules microniques de carbure de titane présentent également un gain en limite d'élasticité. Ces aciers ont été élaborés à partir de compositions hypoeutectiques dans un système pseudo binaire γ / TiC. De nombreux précipités primaires de forme cubique ont cependant été obtenus à cause des microségrégations de solidification dans les derniers liquides interdendritiques ainsi que de grandes fractions du composé eutectique (particules de TiC en plaquette). De petits précipités semi-cohérents, formés au laminage à chaud suite à une remise en solution du titane, sont également observés à l'intérieur des grains. Leur présence n'a pas permis de mesurer la quantité de titane présent en solution dans l'austénite et donc de déterminer avec précision l'EFE de la matrice. L'étude de la microstructure au MET avant déformation montre que de nombreuses dislocations et fautes d'empilement sont présentes après laminage à chaud. Nous observons en particulier des structures de dislocations organisées en parois qui montrent que certaines nuances n'ont probablement pas recristallisé complètement lors des dernières passes de laminage à chaud. L'estimation de la limite d'élasticité à partir de la distance entre dislocations dans ces parois mesurées au MET est en bon accord avec les résultats des essais de traction. C'est donc cette structure partiellement restaurée qui contrôle la limite d'élasticité.

Toutes les nuances étudiées présentent un taux d'écrouissage élevé, pour la plupart similaire à celui de la nuance 22-0,6 de référence. Les nuances au cuivre, à manganèse et carbone variable (séries X-0,6-2 et X-0,4-2), ont une EFE calculée par le modèle inférieure à 18 mJ/m^2 . Conformément aux résultats antérieurs de S. Allain, la transformation martensitique ϵ athermique se substitue au maclage mécanique dans ces nuances. Le comportement en traction montre que les plaquettes de martensite ϵ jouent le même rôle que les micromacles dans les mécanismes de durcissement, en réduisant progressivement le libre parcours moyen des dislocations. Nous confirmons ainsi les résultats de L. Rémy [C-11 Rémy 75] qui montrent qu'un comportement mécanique optimal peut être obtenu dans le domaine

TRIP ϵ (TRansformation Induced Plasticity) (et non TWIP) pour une nuance donnée à condition que le glissement soit non thermiquement activé à la température souhaitée.

Les résultats obtenus sur la nuance 22-0,6+VC montrent que la présence de précipités intragranulaires ne perturbe pas l'effet Hall et Petch dynamique produit par le maillage : la courbe de traction est simplement translatée vers les contraintes élevées. Les observations au MET montrent qu'en effet, les précipités n'agissent ni comme des obstacles forts au développement des macles, ni comme des sites privilégiés de germination. Il en est de même pour les particules TiC dans les aciers composites. Après un fort durcissement initial dû aux incompatibilités de déformation entre les particules dures et l'austénite et auquel participe l'effet TWIP, le durcissement et la microstructure de maillage observée en microscopie optique après essai de traction sont similaires à ceux de la nuance 22-0,6. Il convient cependant d'être prudent avec cette analyse, l'EFE n'ayant pu être estimée précisément dans ces nuances (Ti résiduel en solution solide).

Nous avons mis en évidence le rôle particulier joué par le carbone dans les mécanismes de durcissement de ces aciers en comparant le comportement des nuances au cuivre X-0,4-2 par rapport à la série X-0,6-2. Cette influence ne se limite pas à un simple effet sur l'EFE ou sur l'activation thermique du glissement. Deux mécanismes supplémentaires viendraient s'ajouter : le vieillissement dynamique, dont la contribution reste controversée dans la littérature, et une modification de la restauration dynamique (incluant un effet sur la planéité du glissement). La clarification de cette question est une des perspectives très motivantes de ce travail.

Certaines nuances étudiées présentent une rupture prématurée avant le critère de Considère. L'étude des faciès de rupture et des courbes de consolidation mettent alors en évidence un endommagement accéléré sur des phases ou particules dures. Dans les nuances au cuivre, la martensite ϵ s'avère ne pas être une phase fragilisante en traction uniaxiale. En revanche, la formation éventuelle de martensite α' à l'intersection des plaquettes de martensite ϵ accélère l'endommagement. Nous observons qu'une EFE supérieure à 12 mJ/m^2 dans le système FeMnCuC permet d'éviter ce problème. Il convient cependant d'être prudent concernant la martensite ϵ qui s'avère également fragilisante mais uniquement en laminage à

froid, pour de fortes réductions d'épaisseur. La compréhension de ce changement de comportement en fonction de la sollicitation est une autre perspective importante.

Les aciers composites γ / TiC ont également un faible allongement à rupture. Les observations au microscope optique après traction montrent qu'il est dû dans ce cas à un endommagement fragile (clivage) des particules TiC perpendiculairement à la direction de traction. Cet endommagement est observé dans les précipités primaires lorsque leur taille dépasse 5 μm . Ce critère nous offre donc des possibilités pour améliorer la résistance à l'endommagement de ces nuances en supprimant par exemple la précipitation des TiC primaires par un contrôle des modalités de solidification.

L'introduction des carbures de vanadium (ou de niobium et titane) permet, outre une augmentation des limites d'élasticité, de réduire significativement la sensibilité des nuances FeMnC à la casse différée après emboutissage, dans les zones des pièces déformées en rétreint. On attribue cette amélioration à leur capacité de piégeage fort de l'hydrogène diffusif, autrement fragilisant pour les joints de grains. Malgré les déformations induites par la cohérence résiduelle des carbures observée au MET, les calculs par éléments finis montrent que les contraintes hydrostatiques autour d'un précipité ellipsoïdal restent faibles. Elles ne semblent pas suffisantes pour stocker de l'hydrogène en grande quantité dans le voisinage des précipités, ni pour piéger l'hydrogène par interactions élastiques à longue distance. Cette étude a donc permis de conclure que c'est avant tout les affinités de nature chimique qui peuvent expliquer les améliorations observées expérimentalement. Des travaux complémentaires d'observations à la sonde atomique et de calculs *ab initio* sont nécessaires pour clarifier cette question.

[C-1 Ghosh & Olson 02]

Ghosh G. & Olson G.B., *Acta Materialia*, **50** (2002) p2655-2675

[C-2 Bouaziz & Buessler 02]

Bouaziz O. & Buessler P. *La Revue de Métallurgie CIT* (2002) p71-77

[C-3 Pickering]

Pickering F.B., *Physical metallurgy and the design of steels*. Applied Science Publishers Ltd, London.

[C-4 Allain 04]

Allain S., *Thèse*, Institut national polytechnique de Lorraine (2004)

[C-5 Bouaziz et al. 00]

Bouaziz O., Iung T., Kandel M., *Physical modelling of microstructure and mechanical properties of dual-phase steel, 4th Euromech, Metz, France, (June 26–30, 2000)*

[C-6 Ashby 70]

Ashby M.F., *Phil. Mag.* **21** (1970) p399.

[C-7 Bouaziz et al. 08]

Bouaziz O., Allain S. and Scott C., *Scripta Materialia* **58** (2008) p484–487

[C-8 Kirindi & Dikici 06]

Kirindi T. & Dikici M., *Journal of alloys and compounds*, Volume **407** Issue 1-2 (2006) p157-162

[C-9 Scott et al. 05]

Scott C., Guelton N., Allain S., Faral M., *Materials Science and Technology* (2005)

[C-10 Brevet Arcelormittal 05]

Scott C., Cugy P., Roscini M., Dez A.E. & Cornette D., brevet n° 2 881 144 (21/01/2005) déposé pour la France, l'Europe et le Monde

[C-11 Rémy 75]

Rémy L., *Thèse*, Université de Paris-Sud centre d'Orsay (1975)

ANNEXE

Expérience de co-diffusion

ANNEXE : Expérience de co-diffusion

L'objectif de cette expérience de co-diffusion du cuivre dans FeMnC était d'obtenir un profil de concentration de cuivre dans le fer-manganèse afin d'obtenir sa limite de solubilité dans l'austénite.

Le contact cuivre-FeMnC a été forcé par mouillage du FeMnC dans le cuivre fondu. Dans un creuset en alumine ont été disposés un échantillon de nuance 22-0,6 et des copeaux de cuivre (figure A-1). Le creuset est ensuite soumis à un traitement thermique de 1150°C pendant 15 min, supérieur à la température de fusion du cuivre (1080°C) puis à un maintien à 900°C pendant 10h sous atmosphère d'argon afin d'éviter toute oxydation.

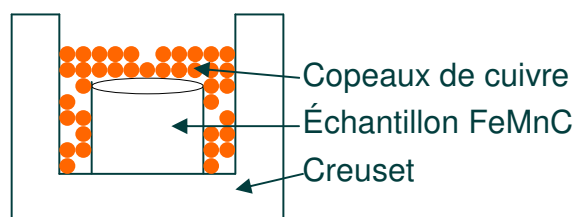


Figure A-1 Dispositif de co-diffusion.

Pour une analyse quantitative des compositions de chaque zone de cette microstructure, des profils quantitatifs à la microsonde de Castaing ont été réalisés à Arcelormittal (expérience menée par B. Remy et G. Petitgand) sur une coupe de l'échantillon, à l'interface cuivre/austénite. Cette analyse a été complétée par une attaque chimique colorante au Nital 3% durant quelques secondes (figure A-2) ; elle révèle un gradient de microstructure entre l'austénite et le cuivre.

Des essais de microdureté Vickers (1kg, 15s) ont été effectués à différents endroits de cette microstructure particulière. La dureté de l'austénite (un seul grain concerné) est de 174 HV, celle du cuivre est de 86 HV.

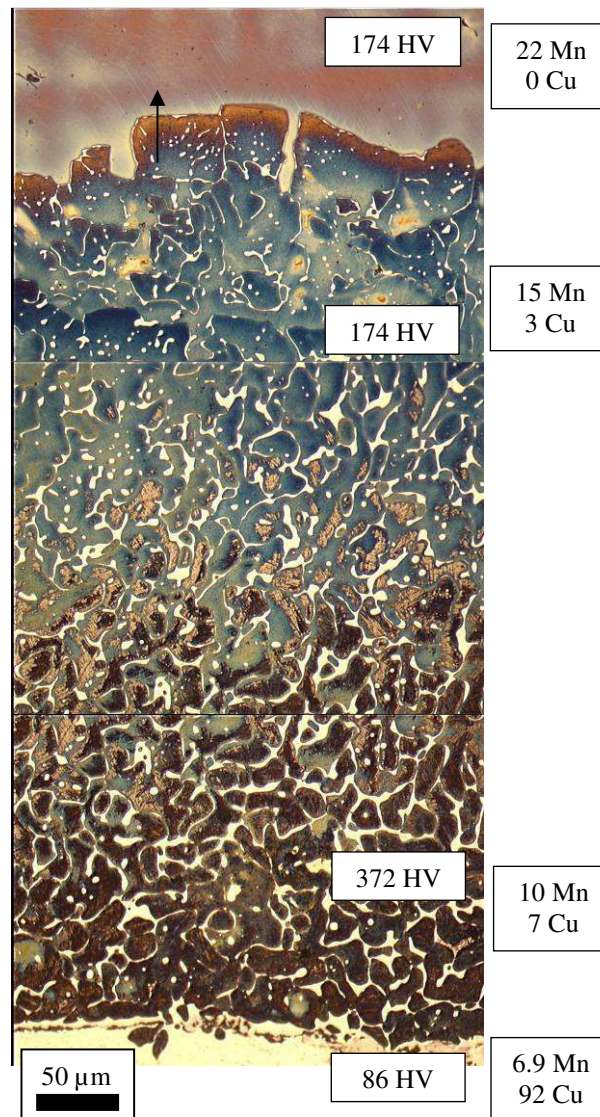


Figure A-2 Métallographie après attaque chimique colorante de la zone entre cuivre et austénite après traitement de co-diffusion. La flèche indique la coupe selon laquelle a été réalisé le profil de composition de la figure a-332. Les données de compositions en poids-pourcent sont tirées de l'analyse par microsonde de Castaing.

Au cœur de l'échantillon, la teneur en cuivre est nulle, les grains sont de grande taille du fait du long maintien en température. Les contrastes chimiques révélés par l'attaque colorante s'expliquent par la croissance dendritique des grains.

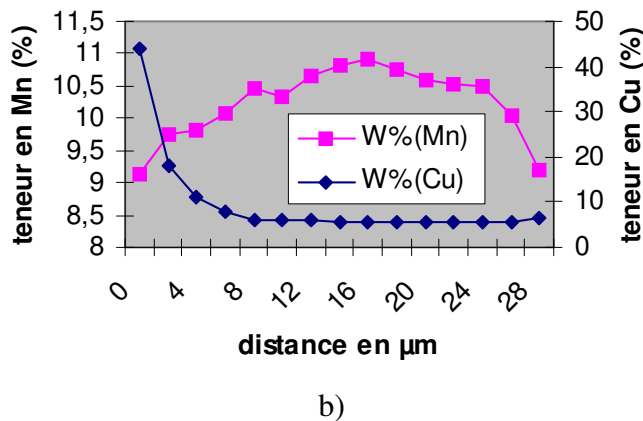
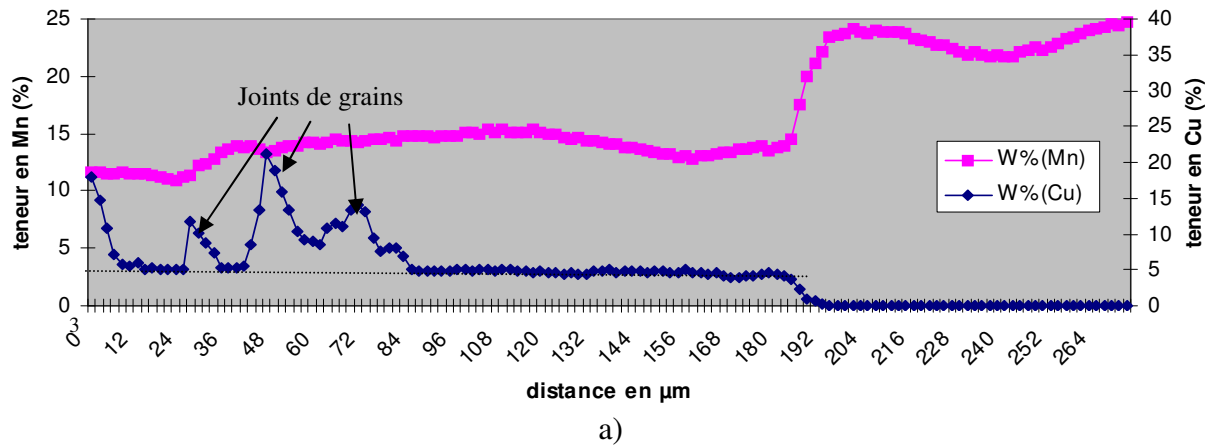


Figure A-332 Profils des concentrations en manganèse et en cuivre mesurés par microsonde de Castaing.
a) profil le long de la flèche figure A-2, b) profil à l'intérieur d'un grain austénitique à proximité du cuivre pur.

La zone de transition entre cuivre et austénite pure se compose de cuivre aux joints de grains et de grains d'austénite. Ces grains d'austénite ont une composition de 15 % Mn et 3 % Cu (figure A-3 a). L'énergie de faute d'empilement calculée par le modèle thermochimique à température ambiante pour cette composition (en considérant le carbone à 0,6 %) est de 18,7 mJ/m². La proportion maximale de cuivre en solution solide mesurée dans l'austénite est de 7,5 % (figure A-3 b). Les pics de concentration en cuivre constatés dans le profil sont dus à des joints de grains ou d'éventuels précipités de taille importante. Cette constatation prouve la très grande stabilité du cuivre dans l'austénite et explique la grande difficulté pour le faire précipiter dans cette phase. De plus, cette expérience corrobore l'absence de faïençage.

Dans la zone proche du cuivre, on constate la présence d'une phase foncée à l'intérieur des grains décorés de cuivre aux joints. La phase sombre formée dans l'austénite a une dureté de 372 HV, il s'agit donc d'une phase très dure, probablement de la martensite α' .

L'aimantation de l'échantillon confirme cette hypothèse, le cuivre n'étant pas ferromagnétique. Pour une composition de 10-0,6-7 le modèle thermochimique donne une $EFE = 16 \text{ mJ/m}^2$ ce qui n'est pas suffisamment faible pour expliquer l'apparition de martensite α' . Par contre, pour peu que l'on considère une déplétion en carbone, l'EFE chute et passe à 8 mJ/m^2 pour 0,4% C ce qui peut cette fois expliquer la présence de martensite α' .

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Monsieur Jean-Hubert SCHMITT, Professeur, ECP, Châtenay-Malabry

Monsieur Joël DOUIN, Chargé de Recherche, CEMES, Toulouse

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur DUMAY Alexis

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Amélioration des propriétés physiques et mécaniques d'aciers TWIP FeMnXC :
influence de la solution solide, durcissement par précipitation et effet composite"**

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANDŒUVRE CEDEX

en vue de l'obtention du titre de :


DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Science et ingénierie des matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 10 mars 2008

Le Président de l'I.N.P.L.,

F. LAURENT



Amélioration des propriétés physiques et mécaniques d'aciers TWIP FeMnXC : influence de la solution solide, durcissement par précipitation et effet composite.

Les aciers TWIP se déforment par maclage et par glissement de dislocations, avec pour conséquence de forts taux d'écrouissage. Les mécanismes de déformation sont contrôlés par l'énergie de faute d'empilement (EFE). Un modèle de prévision de l'EFE et une régression de $T_{Néel}$ (transition antiferro/paramagnétique) de l'austénite sont proposés pour les systèmes FeMnXC ($X = Cu, Cr, Al, Si$ et Ti).

Les nuances FeMnCuC étudiées ont une EFE plus faible que la nuance de référence Fe22Mn0,6C. La formation de martensite ϵ se substitue au maclage, sans dégradation des caractéristiques mécaniques en traction. La contrainte d'écoulement diminue avec la teneur en carbone et la formation de martensite α' aux plus basses EFE réduit l'allongement à rupture. La substitution d'une partie du manganèse par du cuivre permet un gain de 20% sur le module d'Young à température ambiante, en abaissant $T_{Néel}$ en dessous de 0°C.

La précipitation intragranulaire de carbures de vanadium augmente la limite d'élasticité mais n'influence pas le taux d'écrouissage. Aucune interaction entre précipités et macles n'a été observée en microscopie. Les calculs de cohérence et les mesures au MET montrent que les carbures ont une relation d'orientation avec l'austénite et sont semi-cohérents avec une faible cohérence résiduelle. Les contraintes induites ne semblent pas suffisantes pour piéger de grandes quantités d'hydrogène.

Les alliages FeMnC + TiC présentent un fort durcissement par effet composite en début de déformation, tandis que l'écrouissage par effet TWIP n'est pas modifié par la présence des particules TiC. Cependant, le clivage des précipités primaires de grande taille réduit l'allongement à rupture.

Mots clés : FeMnC, TWIP, maclage, martensite ϵ , énergie de faute d'empilement, température de Néel, précipités, semi-cohérence, effet composite

Improvement of the physical and mechanical properties of FeMnXC TWIP steels: influence of the solid solution, precipitation hardening and composite effect.

TWIP steels deformation occurs by twinning and by dislocations gliding which leads to high a strain hardening. The deformation mechanisms are controlled by the stacking fault energy (SFE). A model for the prediction of the SFE and a law for $T_{Néel}$ (antiferro to paramagnetic transition) for austenite are proposed in FeMnXC systems ($X = Cu, Cr, Al, Si$ et Ti).

The studied FeMnCuC grades have a lower SFE than the Fe22Mn0,6C reference. The formation of ϵ -martensite replaces twinning without any deterioration of the mechanical properties. The flow stress decreases with the carbon content and the formation of α' -martensite at the lowest SFEs reduces the elongation to fracture. Substituting a part of the manganese content by copper leads to a 20% increase of the Young's Modulus at room temperature by decreasing $T_{Néel}$ below 0°C.

The precipitation of intragranular vanadium carbide increases the yield stress but does not influence the strain hardening rate. No interaction between precipitates and twins has been observed by microscopy. The coherency calculations and the TEM observations show that the carbides have an orientation relation with the austenite and are semi-coherent with a low residual coherency. The resulting stresses do not seem to be high enough to trap large quantities of hydrogen.

The FeMnC + TiC alloys exhibit a strong hardening by composite effect at the beginning of deformation, while the strain hardening due to TWIP effect is not modified by the presence of the TiC particles. Meanwhile, cleavage occurs in the largest primary precipitates, which reduces the elongation to fracture.

Keywords: FeMnC, TWIP, twinning, ϵ -martensite, stacking fault energy, Néel's temperature, precipitates, semi-coherency, composite effect