



**HAL**  
open science

# Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN

Mohamed Reda Berrahmoune

► **To cite this version:**

Mohamed Reda Berrahmoune. Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2006. Français. NNT : 2006ENAM0041 . pastel-00002460

**HAL Id: pastel-00002460**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00002460>**

Submitted on 4 Jun 2007

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

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



*Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers*

Ecole Doctorale n° : 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## THÈSE

pour obtenir le grade de

**Docteur**

de

**l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité "Mécanique et Matériaux"

*présentée et soutenue publiquement  
par*

**Mohamed Reda BERRAHMOUNE**

le 06 décembre 2006

**TRANSFORMATION MARTENSITIQUE ET  
RUPTURE DIFFEREE DANS L'ACIER  
AUSTENITIQUE INSTABLE 301LN**

*Directeur de thèse : Karim INAL*

*Codirecteur(s) de thèse : Sophie BERVEILLER, Etienne PATOOR*

Jury :

**J-H. SCHMITT**, Directeur de la recherche, Ecole Centrale de Paris ..... Président  
**S. DENIS**, Professeur, LSG2M, Ecole des Mines de Nancy ..... Rapporteur  
**P. PILVIN**, Professeur, LG2M, Université de Bretagne Sud ..... Rapporteur  
**S. BERVEILLER**, Maître de conférences, LPMM, ENSAM, Metz ..... Examineur  
**K. INAL**, Maître de conférences HDR, MECASURF, ENSAM, Aix en Provence . Examineur  
**E. PATOOR**, Professeur, LPMM, ENSAM, Metz ..... Examineur  
**J-C. GLEZ**, Ingénieur de recherche, UGINE & ALZ, Isbergues ..... Invité

**Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux**  
*ENSAM, CER de Metz*

*L'ENSAM est un Grand Etablissement dépendant du Ministère de l'Education Nationale, composé de huit centres :  
AIX-EN-PROVENCE ANGERS BORDEAUX CHÂLONS-EN-CHAMPAGNE CLUNY LILLE METZ PARIS*



Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM-UMR CNRS 7554) basé en partie à l'ENSAM de Metz.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à Karim Inal, Sophie Berveiller et Etienne Patoor, mes directeurs de thèse, pour la confiance qu'ils m'ont témoignée en m'acceptant comme doctorant dans leur équipe, leur aide précieuse dans le domaine scientifique et leur disponibilité durant ces quatre années.

Je suis très reconnaissant aussi envers Sabine Denis et Philippe Pilvin pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour cette étude en acceptant d'en être rapporteurs. Je voudrais également remercier Jean Hubert Schmitt pour avoir accepté la présidence du jury.

Je voudrais remercier aussi Jean Christophe Glez pour sa disponibilité, son apport scientifique, ainsi que d'avoir accepté de participer au jury. Je remercie également Christian Simon ainsi que tous les membres du Centre de Recherche d'Ugine & Alz à Isbergues.

Je remercie également Marc Wary pour son aide et ses conseils en microscopie électronique, Denis Bouscaud pour la diffraction des rayons X, et Raphael Pesci pour les nombreuses discussions scientifiques.

J'exprime enfin toute ma reconnaissance à l'ensemble du personnel du LPMM et de l'ENSAM, pour leur gentillesse et leur accueil, à tous les thésards du LPMM avec qui j'ai passé de bons moments, ainsi qu'à toutes celles et ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ma thèse.

Enfin rien de tout cela n'aurait été possible sans le soutien de mes parents, de ma femme et de ma famille, auxquels j'adresse aujourd'hui une tendre pensée.

A ma mère.

# Introduction Générale

9

## Chapitre I : Etude bibliographique : Aciers Austénitiques

### Instables

<b>I-1 Introduction</b>	<b>16</b>
<b>I-2 Rupture différée</b>	<b>16</b>
I-2-1 Les aciers inoxydables	16
I-2-1-1 Aciers inoxydables ferritiques	18
I-2-1-2 Aciers inoxydables martensitiques	19
I-2-1-3 Aciers inoxydables austénitiques	19
I-2-2 Rupture différée dans les aciers austénitiques instables	22
I-2-2-1 Observation de la rupture après emboutissage profond	22
I-2-2-2 Mode de déformation et état de contraintes après emboutissage d'un godet cylindrique à fond plat	24
I-2-2-3 Influence des éléments d'alliages	26
I-2-2-4 Influence de l'hydrogène sur l'apparition de la rupture différée	28
<b>I-3 La transformation martensitique</b>	<b>29</b>
I-3-1 Cristallographie de la transformation martensitique dans les aciers	29
I-3-1-1 Structures cristallographiques des différentes phases	29
I-3-1-2 Déformation de transformation	31
I-3-1-3 Relations d'orientations	33
I-3-2 Thermodynamique de la transformation martensitique dans les aciers	34
I-3-2-1 Energie de faute d'empilement et ordre d'apparition de phase	36
I-3-2-2 Effet d'une contrainte	38
I-3-2-3 Effet d'une déformation plastique	39
<b>I-4 Conséquences mécaniques de la transformation martensitique</b>	<b>41</b>
I-4-1 Plasticité de transformation	41
I-4-1-1 Effet Greenwood-Johnson	41
I-4-1-2 Effet Magee	42
I-4-1-3 Etudes sur la plasticité de transformation	43
I-4-2 Comportement mécanique des aciers austénitiques instables	46

I-4-3	Cinétique de la transformation et influence de la température	47
I-4-3-1	Influence de la vitesse de déformation	48
I-4-3-2	Influence du mode de chargement	49
<b>I-5</b>	<b>La fragilisation par l'hydrogène</b>	<b>52</b>
I-5-1	Interaction hydrogène-métal	52
I-5-1-1	Solubilité de l'hydrogène dans les aciers	53
I-5-1-2	Diffusion de l'hydrogène dans les aciers	54
I-5-2	Mécanismes de fragilisation par l'hydrogène	55
I-5-2-1	Fragilisation induite par la formation d'une nouvelle phase	55
I-5-2-2	Fragilisation par décohésion du réseau cristallin induite par l'hydrogène	56
I-5-2-3	Fragilisation associée à une interaction hydrogène-dislocations	57
<b>I-6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>58</b>
	Références	59

## **Chapitre II : La diffraction des rayons X appliquée à la caractérisation de la transformation martensitique dans l'acier austénitique 301LN**

<b>II-1</b>	<b>Introduction</b>	<b>67</b>
<b>II-2</b>	<b>Matériau de l'étude</b>	<b>68</b>
II-2-1	Composition chimique	68
II-2-2	Elaboration de l'alliage étudié	69
<b>II-3</b>	<b>Caractérisation mécanique</b>	<b>69</b>
II-3-1	Essais de traction monotone	69
II-3-2	Essais d'emboutissage	71
II-3-2-1	Description des essais	71
II-3-2-2	Mesure des déformations dans les emboutis	74
II-3-2-3	Contraintes tangentielles dans les emboutis	75
<b>II-4</b>	<b>Analyse microstructurale</b>	<b>76</b>
II-4-1	Préparation des échantillons	76
II-4-2	Procédure d'attaque pour métallographie optique	76
II-4-3	Microscopie optique et Microscopie électronique à balayage	77
<b>II-5</b>	<b>Analyse intraphase par diffraction des rayons X</b>	<b>78</b>
II-5-1	Principe de la méthode	78

II-5-2 Dosage de phase	79
II-5-3 Analyse de contraintes dans les phases par diffraction des rayons X	80
II-5-3-1 Définitions et origines des contraintes résiduelles	81
II-5-3-2 Classification et ordres de contraintes	83
II-5-3-3 Loi des $\sin^2\psi$	84
II-5-3-4 Méthodologie d'analyse de contrainte dans un biphasé	88
II-5-3-5 Conditions expérimentales et appareillages utilisés	89
II-5-3-6 Analyse in-situ	90
<b>II-6 Conclusion</b>	91
<b>Références</b>	93

## **Chapitre III : Transformation martensitique et comportement mécanique de l'acier 301LN**

<b>III-1 Introduction</b>	96
<b>III-2 Analyse de la transformation martensitique</b>	96
<b>III-2-1 Comportement en traction uniaxiale</b>	96
III-2-1-1 Traction simple à température ambiante	96
III-2-1-2 Effet de la température	99
III-2-1-3 Effet de la vitesse de déformation	99
<b>III-2-2 Analyse de la microstructure</b>	<b>101</b>
<b>III-2-3 Textures cristallographiques de transformation</b>	103
<b>III-2-4 Cinétique de transformation</b>	107
III-2-4-1 Cinétique de transformation à température ambiante	107
III-2-4-2 Influence de la vitesse de déformation	109
III-2-4-3 Influence de la température	110
III-2-4-4 Evolution de la dureté	112
<b>III-3 Analyse de contraintes intraphase sous traction uniaxiale</b>	113

<b>III-3-1 Détermination des contraintes résiduelles</b>	113
<b>III-3-2 Etat de contrainte interne en traction in-situ</b>	116
<b>III-4 Conclusion</b>	121
<b>Références</b>	122

## **Chapitre IV : Rupture différée après emboutissage**

<b>IV-1 Introduction</b>	128
<b>IV-2 Influence des conditions d'emboutissage</b>	129
IV-2-1 Emboutissage à température ambiante	129
IV-2-2 Influence de la température, d'une pré-déformation et de la composition chimique	130
<b>IV-3 Analyse des fissures dans les godets</b>	131
IV-3-1 Aspects macrofractographiques	132
IV-3-2 Aspects microfractographiques	133
IV-3-2-1 Rupture inter et transgranulaire	134
IV-3-2-2 Rupture mixte	135
IV-3-2-3 Rupture principalement ductile	135
IV-3-2-4 Discussion	136
<b>IV-4 Caractérisation multi-échelle des godets</b>	138
IV-4-1 Mesure des déformations	138
IV-4-2 Dosage de phase	139
IV-4-3 Analyse de contraintes résiduelles tangentielles	141
IV-4-3-1 Détermination des contraintes tangentielles macroscopiques	141
IV-4-3-2 Influence de la température	143
IV-4-4 Détermination des contraintes dans la martensite	144
IV-4-4-1 Contraintes tangentielles dans la martensite	144
IV-4-4-2 Hétérogénéités des contraintes tangentielles sur la circonférence	145
IV-4-4-3 contraintes axiales dans la martensite	146
IV-4-4-4 Distribution de contraintes tangentielles dans les deux phases	147
IV-4-4-5 Evolution de la contrainte à travers l'épaisseur	148



<b>IV-5 Conclusion</b>	151
<b>Références</b>	152

## **Chapitre V : Simulation de l'emboutissage**

<b>V-1 Introduction</b>	158
<b>V-2 Modèle de comportement phénoménologique</b>	158
V-2-1 Modèle de transformation martensitique	159
V-2-2 Loi de comportement mécanique	161
V-2-3 Loi de comportement thermique	162
V-2-4 Intégration du modèle dans le code de calcul Abaqus	162
V-2-4-1 Liens entre Abaqus et les sous-routines	163
V-2-4-2 Calcul de la fraction de martensite (sous-routine USDFLD)	164
V-2-4-3 Flux de chaleur de la transformation (sous-routine HETVAL)	165
<b>V-3 Modèle de comportement semi-phénomologique</b>	165
V-3-1 Description du problème	166
V-3-1-1 Déformation de Transformation Moyenne Instantanée (DTMI)	166
V-3-1-2 Modélisation à deux phases élastoplastiques avec transformation	166
V-3-1-3 Ecrouissage des phases	169
V-3-1-4 Evolution de la fraction volumique	170
V-3-2 Intégration du modèle dans le code de calcul Abaqus	171
V-3-3 Simulation d'un essai de traction de l'acier austénitique 301LN	172
<b>V-4 Simulation de l'emboutissage</b>	173
V-4-1 Descriptif de la simulation	173
V-4-2 Analyse et comparaison des résultats	174
V-4-2-1 Modèle phénoménologique	174
V-4-2-2 Modèle semi-phénomologique	177
V-4-2-3 Comparaison	178
<b>V-5 Conclusion</b>	180
<b>Références</b>	182
<b><u>Conclusion générale</u></b>	184

## Introduction Générale

Au cours de ces vingt dernières années, la masse des véhicules automobiles a augmenté de manière considérable (30%), et ce pour plusieurs raisons :

- La dépollution dont les éléments (catalyseur, filtres à particules) contribuent notamment à l'alourdissement de la ligne d'échappement.
- Les exigences de confort (climatisation, direction assistée, etc...). Les véhicules sont dotés de plus en plus d'équipements de confort qui augmentent sensiblement leur masse.
- L'évolution du marché : La tendance actuelle du marché est construire des véhicules dont le volume de l'habitacle et du coffre est plus important, ce qui contribue à l'augmentation de la taille des véhicules.
- La diminution du bruit (isolants acoustiques). Les véhicules sont de moins en moins bruyants aussi bien à l'extérieur qu'à l'intérieur. Cette amélioration de l'acoustique est réalisée le plus souvent en rajoutant des éléments insonorisant relativement lourds.
- Les exigences de sécurité. Les véhicules ont gagné en sécurité grâce à l'ajout d'équipements de type ABS, sacs gonflables mais aussi grâce à un renforcement général de la caisse (pare-chocs absorbants, renforts frontaux et latéraux ...).

On considère en général, qu'une réduction de 10% de la masse du véhicule entraîne une réduction de 5% de la consommation. Il est donc très important de contrebalancer cette augmentation de masse liée à de nouvelles fonctions par une recherche accrue d'allègement de la structure des véhicules.

Dans cette optique, les aciers inoxydables austénitiques instables sont de bons candidats pour la réalisation de pièces de structure dans l'automobile telles que les liaisons aux sols (roue, bras de suspension), le châssis voire dans la caisse en blanc, pour obtenir un tel allègement.

En effet, ils possèdent des propriétés mécaniques très bien adaptées à ce genre d'utilisation, notamment de par leur bonne absorption d'énergie lors d'un choc, leur résistance à la corrosion, et leurs excellentes propriétés en emboutissage. De plus, ces aciers présentent un très bon compromis résistance-ductilité, qui permet la réalisation de pièces de structure plus légères. En effet, suivant leur composition chimique et les traitements thermomécaniques préalables qu'ils subissent, la résistance mécanique ( $R_m$ ) de ces aciers varie entre 800MPa et plus de 1200 MPa. L'allongement à rupture ( $A\%$ ) varie entre 35 et 50%.

Cependant, et sous certaines conditions de mise en forme, ces aciers peuvent présenter des problèmes de rupture différée. Il se caractérise par l'apparition d'une ou plusieurs fissures tout au long de la jupe du godet et ce, après un certain temps d'incubation allant de quelques heures à quelques jours. Cela constitue un frein sérieux à leur utilisation comme pièce de structure.

Il est établi que l'apparition du phénomène de rupture différée dans une pièce après sa mise en forme est directement liée à la transformation martensitique induite par la déformation plastique de l'austénite, la présence de l'hydrogène dans le matériau qui est introduit soit au cours de l'élaboration ou lors de la mise en forme des tôles et qui a un effet fragilisant, et l'hétérogénéité de l'état des contraintes dans la pièce. Cet état des contraintes est complexe du fait de la diversité des origines : d'une part, les contraintes induites par le mode de déformation complexe de la pièce, d'autre part, les contraintes induites par la transformation martensitique.

L'objectif de cette thèse est donc de répondre à une problématique industrielle qui est l'étude et la compréhension du phénomène de rupture différée dans les aciers austénitiques instables, à travers l'identification des paramètres influençant l'apparition de ce phénomène. Ceci passe par :

- l'identification expérimentale du comportement mécanique des aciers austénitiques instables,
- la caractérisation de la transformation martensitique induite par déformation plastique dans ces aciers,
- L'analyse couplée de ces deux paramètres.

Pour remplir cet objectif, une caractérisation multi-échelles du comportement thermomécanique a été mise en place sur éprouvettes et structures. Les résultats obtenus sont comparés à des résultats issus de simulations numériques.

Le **chapitre I** propose une synthèse bibliographique des différents travaux ayant porté sur la rupture différée dans les aciers austénitiques instables. Sont également détaillés les facteurs responsables de ce phénomène.

Nous décrivons les phénomènes physiques associés à la transformation martensitique induite par déformation plastique de l'austénite. Nous présentons aussi un ensemble de données expérimentales (métallurgie, cristallographie) qui permettent de comprendre l'origine

et les conséquences de la transformation martensitique sur le comportement thermomécaniques des aciers inoxydables.

Les mécanismes de fragilisation de ces matériaux par l'hydrogène sont abordés dans la dernière partie de ce chapitre.

Le **chapitre II** est consacré aux différentes techniques utilisées pour la caractérisation de la transformation martensitique, en particulier la détermination des états de contraintes aux échelles de la structure allant du macroscopique au microscopique, la phase. Les états de contraintes par phase sont déterminés par Diffraction des Rayons X (DRX). En effet, la diffraction est la seule méthode permettant la détermination de l'état de contraintes intraphase.

Dans le **chapitre III**, nous décrivons le comportement mécanique de l'acier austénitique instable 301LN sous chargement uniaxial. Des essais de traction sous différentes conditions de température et de vitesse de déformation sont réalisés. Pour chaque déformation, les suivis de évolutions de la microstructure, de la texture cristallographique et de la cinétique de transformation martensitique ont été effectués. De plus, l'état de contrainte dans chaque phase, déterminé aux cours d'essais de traction in-situ, est relié au comportement mécanique global du matériau.

Le **chapitre IV** concerne l'étude du phénomène de rupture différée dans l'acier de l'étude. Les godets cylindriques à fond plat obtenus après des essais d'emboutissage (essai swift avec avalement complet du métal) sous différentes conditions, sont caractérisés à différentes échelles. Des relations entre les fractions de martensite formée, l'état de contraintes dans les phases, et l'apparition de fissures dans les godets sont établies.

Le **chapitre V** est consacré à la modélisation de la transformation martensitique dans les aciers austénitiques instables. L'objectif, dans ce cas, est la simulation d'une opération d'emboutissage profond par l'implémentation, dans le code de calcul éléments finis Abaqus©, de deux modèles de comportement des aciers austénitiques instables et d'en comparer les résultats avec les données expérimentales présentées dans le chapitre IV. Le premier modèle est un modèle phénoménologique développé par le centre de recherche d'Ugine & Alz. Le deuxième modèle de comportement est un modèle semi-phénomologique des aciers à effet TRIP développé par R. Kubler dans le cadre de sa thèse de doctorat réalisée au LPMM.

Nous terminerons ce document par un bilan du travail effectué au cours de la thèse, et proposons des perspectives pour la suite de l'étude.

# **Chapitre I**

## **« Etude bibliographique : Aciers Austénitiques Instables »**



<b>I-1 Introduction</b>	<b>16</b>
<b>I-2 Rupture différée</b>	<b>16</b>
I-2-1 Les aciers inoxydables	16
I-2-1-1 Aciers inoxydables ferritiques	18
I-2-1-2 Aciers inoxydables martensitiques	19
I-2-1-3 Aciers inoxydables austénitiques	19
I-2-2 Rupture différée dans les aciers austénitiques instables	22
I-2-2-1 Observation de la rupture après emboutissage profond	22
I-2-2-2 Mode de déformation et état de contraintes après emboutissage d'un godet cylindrique à fond plat	24
I-2-2-3 Influence des éléments d'alliages	26
I-2-2-4 Influence de l'hydrogène sur l'apparition de la rupture différée	28
<b>I-3 La transformation martensitique</b>	<b>29</b>
I-3-1 Cristallographie de la transformation martensitique dans les aciers	29
I-3-1-1 Structures cristallographiques des différentes phases	29
I-3-1-2 Déformation de transformation	31
I-3-1-3 Relations d'orientations	33
I-3-2 Thermodynamique de la transformation martensitique dans les aciers	34
I-3-2-1 Energie de faute d'empilement et ordre d'apparition de phase	36
I-3-2-2 Effet d'une contrainte	38
I-3-2-3 Effet d'une déformation plastique	39
<b>I-4 Conséquences mécaniques de la transformation martensitique</b>	<b>41</b>
I-4-1 Plasticité de transformation	41
I-4-1-1 Effet Greenwood-Johnson	41
I-4-1-2 Effet Magee	42
I-4-1-3 Etudes sur la plasticité de transformation	43
I-4-2 Comportement mécanique des aciers austénitiques instables	46
I-4-3 Cinétique de la transformation et influence de la température	47
I-4-3-1 Influence de la vitesse de déformation	48
I-4-3-2 Influence du mode de chargement	49
<b>I-5 La fragilisation par l'hydrogène</b>	<b>52</b>
I-5-1 Interaction hydrogène-métal	52
I-5-1-1 Solubilité de l'hydrogène dans les aciers	53
I-5-1-2 Diffusion de l'hydrogène dans les aciers	54

I-5-2 Mécanismes de fragilisation par l'hydrogène	55
I-5-2-1 Fragilisation induite par la formation d'une nouvelle phase	55
I-5-2-2 Fragilisation par décohésion du réseau cristallin induite par l'hydrogène	56
I-5-2-3 Fragilisation associée à une interaction hydrogène-dislocations	57
<b>I-6 Conclusion</b>	58
<b>Références</b>	59



## I-1 Introduction

Dans ce chapitre à caractère bibliographique, nous présentons une synthèse des travaux sur la rupture différée dans les aciers austénitiques instables. Sont également détaillés les facteurs responsables de ce phénomène et qui sont la transformation martensitique induite par déformation plastique de l'austénite, l'état de contraintes et la présence d'hydrogène dans le matériau.

La transformation martensitique étant un facteur direct influençant l'apparition de la rupture différée, nous décrivons alors les phénomènes physiques qui lui sont associés. Nous présentons ensuite l'influence de cette transformation sur le comportement thermomécanique des aciers austénitiques.

De plus, les mécanismes de fragilisation de ces matériaux par l'hydrogène seront abordés dans la dernière partie.

## I-2 Rupture différée dans les aciers austénitiques instables

### I-2-1 Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer (alliage : fer-carbone) qui doivent contenir au moins 10,5 % de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel (ou son substitut, le manganèse) et dans une moindre mesure, le molybdène.

Ces aciers peuvent se trouver dans différents états structuraux liés aux transformations allotropiques du fer. Selon les teneurs respectives en éléments  $\alpha$ -gènes ou  $\gamma$ -gènes, un effet de stabilisation vers la phase  $\alpha$  Cubique Centrée (CC) ou  $\gamma$  Cubique à Faces Centrées (CFC), est observé. Ces éléments modifient largement l'amplitude des domaines d'existence des deux phases.

L'idée de distinguer entre éléments  $\alpha$ -gènes ou  $\gamma$ -gènes a conduit Schaeffler [I-1] à proposer un diagramme pour prédire la structure de l'acier en fonction du pourcentage en chrome (Cr) et nickel (Ni) équivalent (figure I-1). Le chrome et le nickel équivalents sont définis par [I-1] :

$$\text{Cr}_{\text{eq}} (\% \text{ massique}) = \% \text{ Cr} + 1,5\% \text{ Mo} + 0,48 \% \text{ Si} + 2,3 \% \text{ V} + 1,75 \% \text{ Nb} + 2,5 \% \text{ Al} \quad (\text{I-1})$$

$$\text{Ni}_{\text{eq}} (\% \text{ massique}) = \% \text{ Ni} + \% \text{ Co} + 0,1 \% \text{ Mn} - 0,01 \% \text{ Mn}^2 + 18\% \text{ N} + 3 \quad (\text{I-2})$$

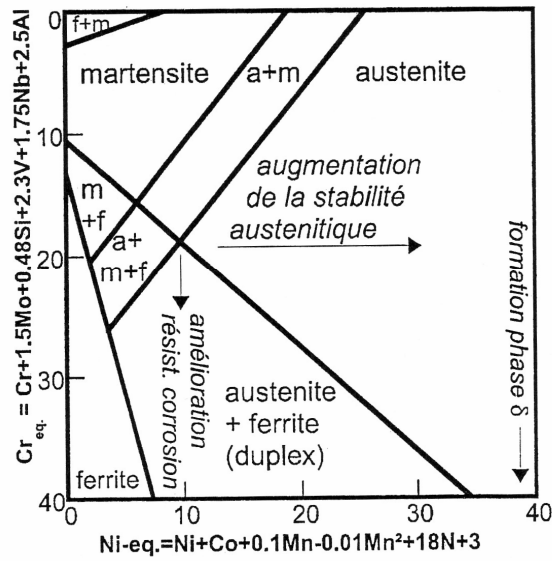


Figure I-1 : Diagramme de Schaffler [I-1]

Spiedel et al. [I-2] ont conclu expérimentalement que ce diagramme n'est pas valable pour des alliages riches en Cr, Mn, Mo et Ni à cause de l'effet  $\alpha$ -gène du manganèse à hautes teneurs en chrome et manganèse. La figure I-2 résume les observations effectuées concernant la limite de la phase austénitique : le manganèse est un élément  $\alpha$ -gène qui stabilise la ferrite, mais en même temps, il favorise la solubilité de l'azote qui augmente le Ni équivalent. Ainsi, l'utilisation combinée du manganèse et/ou du nickel avec des fortes teneurs en azote semble la plus indiquée pour stabiliser la phase austénitique.

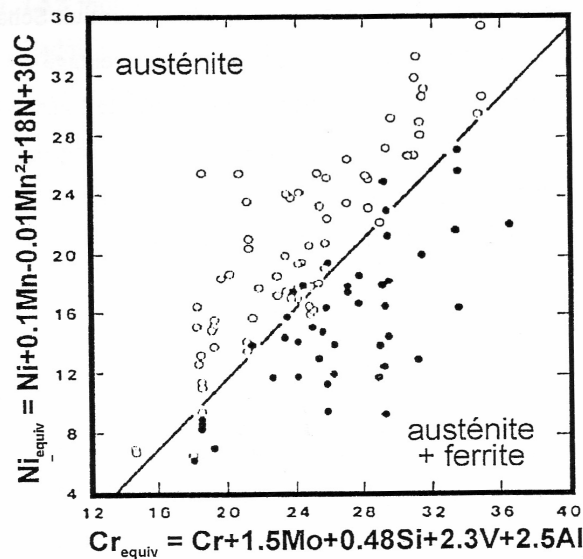


Figure I-2 : Limite de la phase austénitique dans des aciers riches en Mn, Cr, Mo et N [I-2]

Suutala [I-3] a déterminé d'autres relations entre la structure finale des aciers et les taux de Ni et Cr équivalents donnés par :

$$Ni_{eq} (\% \text{masse}) = \%Ni + 0,11 \%Mn - 0,0086 \%Mn^2 + 24,5 \%C + 18,4 \%N + 0,44 \%Cu + 0,41 \%Co \quad (I-3)$$

$$Cr_{eq} (\% \text{masse}) = \%Cr + 1,21 \%Mo + 0,48 \%Si + 0,14 \%Nb + 2,2 \%Ti + 0,72 \%Ta + 2,27 \%V + 2,48 \%Al \quad (I-4)$$

A partir de ces concepts, Feithiger [I-4] a déterminé le minimum de nickel équivalent nécessaire pour obtenir une structure austénitique pour une certaine teneur en Cr, ce qui permettra de déterminer le pourcentage nécessaire des autres éléments. La relation (I-5) montre cette équivalence :

$$Ni_{eq-min} (\% \text{massique}) = 1,1813 \%Cr + 1,5 \%Mo + 0,48 \%Si - 11,85 \quad (I-5)$$

Ainsi, les aciers inoxydables peuvent comporter une ou plusieurs phases à température ambiante, et ce en fonction des éléments d'alliages ainsi que de leur teneur. Il existe cependant, plusieurs familles d'aciers inoxydables [I-4]. Les plus utilisées sont citées ci-dessous.

### **I-2-1-1 Aciers inoxydables ferritiques**

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par le fait que leur structure cristalline est ferritique, c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation  $\alpha \leftrightarrow \gamma$ . Le principal élément d'alliage est le chrome dont la teneur varie entre 11% et 30% massique.

Aux faibles pourcentages de chrome, ces aciers présentent une bonne résistance à la corrosion pour un coût de fabrication faible, ce qui les rend intéressants comme matériaux de structure dans le transport. Ils sont aussi utilisés pour la fabrication de pots d'échappements pour automobiles, ainsi que de cuves d'appareils électroménagers. Autour de 16 à 17% de chrome, leur usage est limité par des problèmes de soudabilité. Les alliages à haute teneur en chrome (18-29%) sont répandus pour des applications où le matériau requiert une très bonne résistance à l'oxydation. A des teneurs supérieures à 30%, une phase de structure quadratique complexe (30 atomes par maille), nommée sigma ( $\sigma$ ), peut précipiter aux joints de grains et fragiliser ainsi l'alliage.

Les propriétés mécaniques de ces aciers sont moyennes avec une limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  de l'ordre de 300 MPa, et une résistance à la rupture par traction assez faible ( $R_m \approx 500$  MPa). Pour améliorer la résistance mécanique, l'addition de nickel dans l'alliage est privilégiée à l'addition de carbone quand les précipités de carbone sont à éviter. Le nickel, de structure CFC, favorise la formation d'une solution solide austénitique CFC ( $\gamma$ ) aux dépens de la structure CC ( $\alpha$ ). Le nickel est dit élément  $\gamma$ -gène. Ainsi, les alliages base nickel et les aciers austénitiques ont été développés.

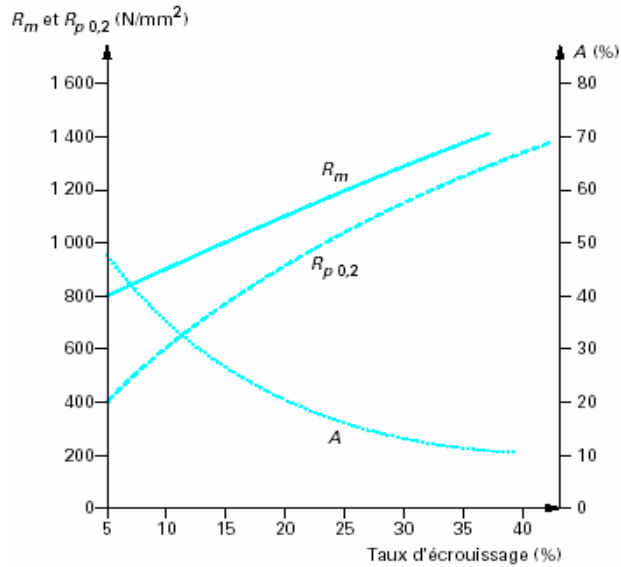
### **I-2-1-2 Aciers inoxydables martensitiques**

Les structures entièrement martensitiques sont obtenues par trempe ; les atomes de carbone n'ont pas le temps de diffuser et restent piégés dans la nouvelle structure CC déformée (structure Quadratique Centrée). La martensite confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées. Comme pour tous les aciers non ou faiblement alliés, le carbone joue un rôle essentiel. Pour les aciers inoxydables, la teneur maximale en carbone est de 1,2 %. La teneur en chrome est comprise entre 11,5 et 18 %, ils peuvent contenir jusqu'à 6 % de nickel et jusqu'à 1,5 % de molybdène.

Ces aciers sont toujours utilisés à l'état trempé et revenu. Ils présentent de très bonnes caractéristiques mécaniques avec une limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  qui dépasse 1000 MPa et une résistance à la rupture  $R_m$  supérieure à 1200 MPa à température ambiante, mais leur allongement à rupture dépasse rarement 10%. Ces aciers sont principalement utilisés pour la fabrication des couteaux et d'instruments chirurgicaux.

### **I-2-1-3 Aciers inoxydables austénitiques**

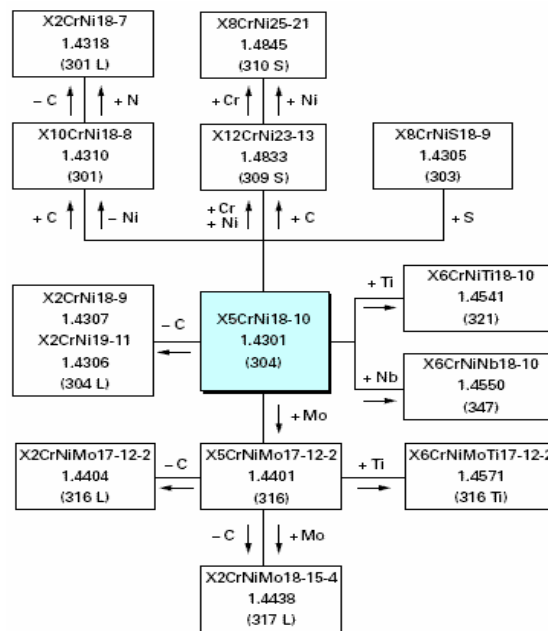
Les aciers inoxydables austénitiques du type Fe-Cr-Ni représentent 80% du marché mondial des aciers inoxydables. Ceci est dû au fait que leur structure cristallographique de type CFC leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles sur un très large domaine de température. A température ambiante, ces aciers présentent un bon compromis entre résistance mécanique et allongement. La limite d'élasticité est comprise entre 350 et 400 MPa, la résistance à la rupture dépasse 800 MPa et l'allongement à rupture (A%) peut atteindre 50%. Un écrouissage du matériau permet d'augmenter la limite d'élasticité et la résistance à la rupture tandis que l'allongement à rupture diminue, comme montré sur la figure I-3. A ces propriétés, il faut ajouter une excellente soudabilité qui facilite la mise en œuvre.



**Figure I-3 : Influence de l'écroutissage sur les propriétés mécaniques de l'acier AISI 304 [I-5]**

Ces excellentes propriétés font que ces aciers sont utilisés dans divers domaines, à titre d'exemple : pour les équipements de restauration collective, les hôpitaux, l'industrie alimentaire, l'industrie laitière, les ustensiles ménagers, les éviers. Ils sont entre autres utilisés dans les équipements pour les industries chimiques et papetières.

La nuance de base X5CrNi18-10/1.4301 (AISI304), (figure I-4) contient 18 % de chrome, 9,5 % de nickel et 0,05 % de carbone. Grâce à ses remarquables propriétés d'emploi, elle couvre environ 80 % des applications des nuances austénitiques.



**Figure I-4 : Principaux aciers inoxydables austénitiques au chrome-nickel (molybdène) dérivés de la nuance X5CrNi18-10 (304) [I-5]**

Suivant le type d'application visée (c'est-à-dire les conditions de service) ainsi que les conditions de mise en œuvre, de nombreux alliages répondant à des utilisations plus spécifiques ont été développés (figure I-4). Ces développements sont basés sur l'influence isolée ou combinée des éléments d'alliage sur les propriétés de l'acier. Nous passerons successivement en revue, le rôle des principaux éléments d'addition.

Le **chrome**, élément de base de tous les aciers inoxydables, augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud.

Le **nickel**, grâce à son rôle gammagène, stabilise l'austénite aussi bien à température ambiante qu'aux températures très basses. Il favorise ainsi la mise en œuvre par déformation plastique.

Le **manganèse**, bien que classé comme élément gammagène, devient alphagène aux teneurs supérieures à 7 %, renforçant ainsi la résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides (telles que celles rencontrées dans des opérations de soudage).

Le **carbone**, élément fortement gammagène, contribue à stabiliser l'austénite lors de déformations à froid. Par contre, il peut provoquer la formation de carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  intergranulaires qui diminuent la résistance à la corrosion intergranulaire.

L'**azote**, puissant élément gammagène, contribue également à stabiliser l'austénite. Associé à une basse teneur en carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.

Le **silicium**, autre élément alphagène, améliore les propriétés d'emploi à haute température mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

Les aciers inoxydables austénitiques contiennent généralement entre 0,02 et 0,10 % de carbone, 17 à 20 % de chrome, 7 à 25 % de nickel et 2 à 5 % de molybdène.

Cependant, les alliages avec une teneur en nickel faible sont, à la température ambiante et après hypertrempe, dans un état dit *métastable* : l'austénite n'est pas dans son état d'équilibre. Par déformation plastique (écrouissage), l'austénite métastable peut se transformer partiellement en une structure martensitique Quadratique Centrée, appelée *martensite  $\alpha'$* .

La stabilité de l'austénite est directement liée à la composition chimique de l'acier. Celle-ci peut être caractérisée par des indices de stabilité tels que  $\Delta$ ,  $Md_{30}$ , et  $I$  qui sont fonction des éléments d'additions [1-6]:

$$\Delta = \%Ni + 0,5 \%Mn + 35 \%C - 0,083 (\%Cr + 1,5 \%Mo - 20)^2 - 15 \quad (I-6)$$

$$Md_{30} = 413 - 462 (\%C + \%N) - 9,2 \%Si - 8,1 \%Mn - 13,7\%Cr - 9,5\%Ni - 18,5\%Mo \quad (I-7)$$

$$I = 37,19 - 51,2 \%C - 1,02 \%Mn - 2,59 \%Ni - 0,467 \%Cr - 34,4 \%N \quad (I-8)$$

Ces indices ont été établis à partir de données expérimentales qui rendent compte de l'influence des éléments d'alliages sur la stabilité de l'austénite. Ces données ont été obtenues par des essais de magnétisation sur divers échantillons d'aciers austénitiques. L'indice  $\Delta$  par exemple établi par Post et Eberly [1-6], représente la différence entre la teneur en nickel réel que contient l'acier et la teneur en nickel théorique qui permet d'avoir une austénite stable (le nickel étant l'élément le plus influant sur la stabilité de l'austénite). Celui-ci doit être positif pour que l'austénite soit stable. L'indice  $Md_{30}$  représente la température à laquelle se forme 50% de martensite pour une déformation de 30%. Cette température est d'autant plus basse que la teneur en éléments d'addition est élevée.

## **I-2-2 Rupture différée dans les aciers austénitiques instables**

### **I-2-2-1 Observation de la rupture après emboutissage profond**

Le phénomène de rupture différée apparaît essentiellement dans les aciers austénitiques instables. Bien que celui-ci soit d'une grande importance, il existe cependant peu de travaux ayant porté sur ce phénomène [I-7 à I-10]. La rupture différée peut être mise en évidence par l'emboutissage profond d'un godet cylindrique (avec avalement complet du métal) et se caractérise par l'apparition d'une ou plusieurs fissures tout au long de la jupe du godet et ce après un certain temps d'incubation allant de quelques heures à quelques jours (figure I-5).



***Figure I-5 : Rupture différée dans l'acier austénitique 301LN après emboutissage profond d'un godet à fond plat***

La figure I-5 montre l'apparition de fissures importantes en nombre et en tailles (plusieurs mm), dans un godet cylindrique à fond plat de l'acier austénitique instable 301LN embouti à l'ambiante. Après une opération d'emboutissage réussie, les fissures sont apparues au bout de quelques heures. L'initiation de ces fissures s'est faite en haut du godet et sur la face externe. Elles ont ensuite propagé de haut en bas et de l'extérieur vers la face intérieure. Ces observations sont retrouvées dans les travaux de Sumitomo [I-7] ainsi que ceux de Schaller [I-8]. Ces auteurs notent que l'apparition de fissures se fait de manière complètement aléatoire (pas de direction privilégiée par rapport à la direction de laminage des tôles avant emboutissage). Ils ont noté aussi qu'à l'œil nu, la propagation des fissures se fait de manière rectiligne le long de la jupe du godet, et que celle-ci se fait par à-coups (séquence de propagation suivie d'un arrêt et ensuite une nouvelle propagation). Schaller [I-8] a aussi noté que les fissures apparaissent seulement à partir d'un certain rapport d'emboutissage (le rapport d'emboutissage est le rapport entre le diamètre du flan avant emboutissage et le diamètre du poinçon). Ce rapport est appelé « rapport limite d'emboutissage » et noté LDR (Limit Drawing Ratio). De plus, la taille et le nombre des fissures augmentent avec l'augmentation du rapport d'emboutissage.

D'autre part, Sumitomo [I-7] a montré l'importance du mode de déformation et de l'état de contrainte résiduelle dans la pièce mise en forme sur l'apparition de la rupture différée. En effet, pour le même acier, des fissures peuvent apparaître après emboutissage et pour un certain rapport d'emboutissage DR, mais le même acier ne présente pas de rupture



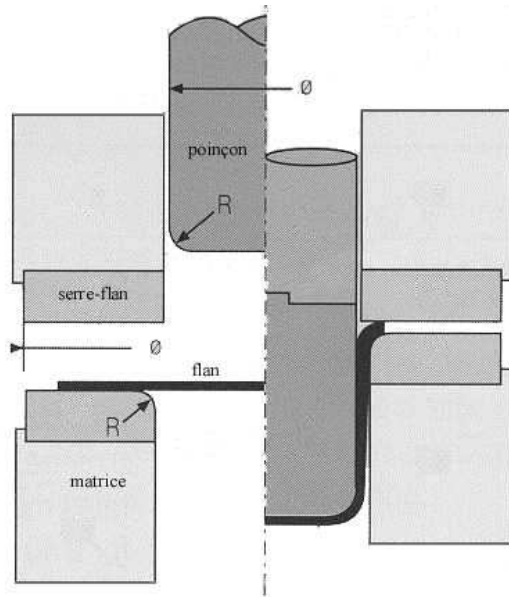
différée pour un autre mode de déformation comme lors d'un maintien de la charge au cours d'un essai de traction simple ou un emboutissage sans avalement complet du métal (godet avec collerette).

### **I-2-2-2 Mode de déformation et état de contraintes après emboutissage d'un godet cylindrique à fond plat**

#### ***a) Emboutissage d'un godet cylindrique à fond plat (essai swift)***

L'emboutissage consiste à mettre en forme une tôle par l'action d'un poinçon qui s'enfonce dans une matrice. La tôle est maintenue contre la matrice par un serre-flan (figure I-6). On distingue deux méthodes de formage différentes selon que le serre-flan empêche ou non le glissement de la tôle. Si cette dernière est bloquée entre la matrice et le serre-flan, l'emboutissage est dit par *expansion*, car il faut en effet que la tôle s'allonge et s'amincisse pour suivre le poinçon. Au contraire, si le serre-flan n'empêche pas l'écoulement du métal pour alimenter le développement de la pièce, l'emboutissage est dit en *rétreint*. Dans ce cas, un flan circulaire est maintenu entre une matrice et un serre-flan mais sans serrage excessif. Un poinçon vient emboutir le flan jusqu'à l'obtention d'un godet. Au cours de l'opération d'emboutissage, on peut distinguer plusieurs types de déformation :

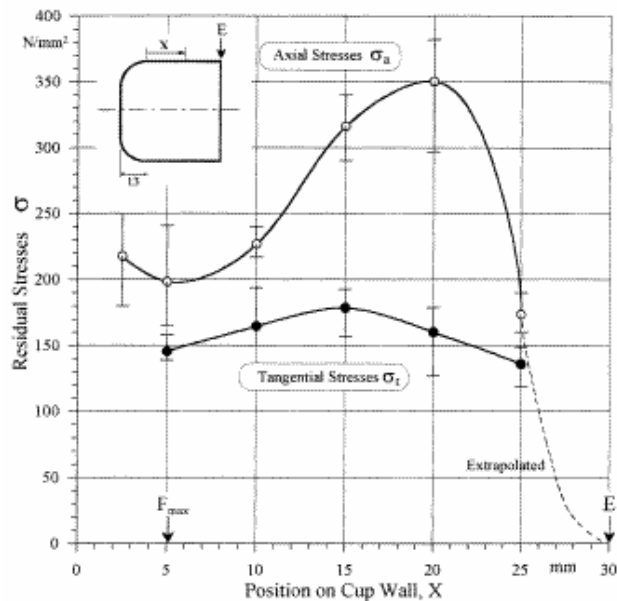
- entre le serre-flan et la matrice, il y a allongement dans la direction axiale et rétrécissement dans la direction tangentielle; c'est la zone de *rétreint* proprement dit ;
- au bord de la matrice, il y a *pliage* sous tension ;
- dans la partie verticale, la déformation tangentielle est nulle alors que le flan s'allonge dans la direction axiale, c'est un état de *déformation plane* ;
- enfin, le fond du godet subit une légère expansion equibiaxée.



**Figure I-6 : Schéma de principe de l'emboutissage**

**b) Etat de contraintes après emboutissage profond**

L'état de contraintes dans une pièce emboutie est très hétérogène du fait de la complexité des modes de déformation. Ragab [I-11] ont étudié l'état de contraintes macroscopiques par la technique de séparation [I-12] dans un embouti d'acier ferritique St1403 à bas carbone. La figure I-7 montre les résultats obtenus.



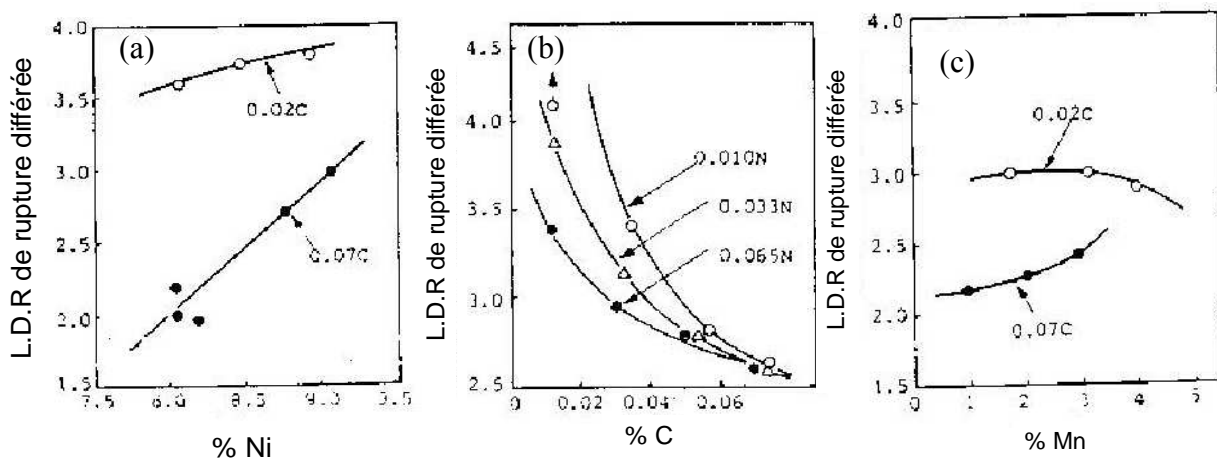
**Figure I-7 : Evolution des contraintes résiduelles axiales et tangentielles en fonction de la position (x) sur la jupe dans l'acier bas carbone St1403 [I-11]**

Les contraintes résiduelles axiales et tangentielles sur la face extérieure de la jupe sont positives. L'état de contraintes en fonction de la position  $x$  sur la jupe est hétérogène. Les contraintes tangentielles augmentent et passent par un maximum qui correspond à la mi-hauteur du godet. L'évolution des contraintes axiales dans ce cas est similaire sauf que le maximum est observé à 80% en hauteur de la surface.

### I-2-2-3 Influence des éléments d'alliage

Sumitomo [I-7] a étudié l'influence des éléments d'alliages et de l'hydrogène sur l'apparition de la rupture différée. Pour cela, des essais d'emboutissage à différents rapports d'emboutissage ont été réalisés sur diverses nuances d'aciers austénitiques instables.

Les résultats sont présentés sur la figure I-8.

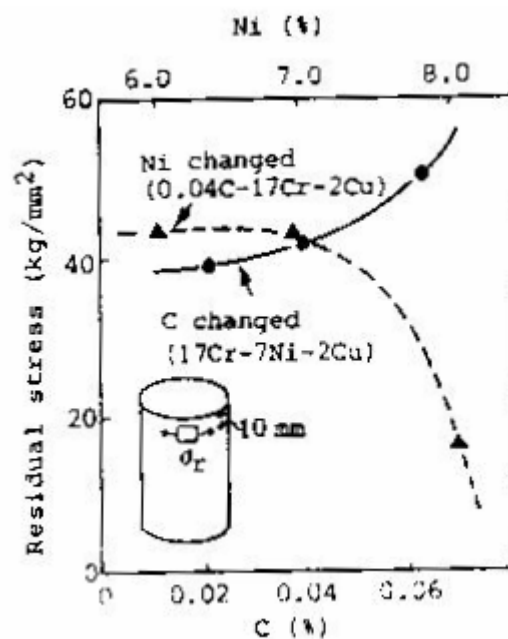


**Figure I-8 : Influence des éléments d'alliages sur l'apparition de la rupture différée dans un acier austénitique instable 304 [I-7] : (a) C + Ni, (b) C + N, (c) : C + Mn [I-7]**

La figure I-8-(a) représente la variation du rapport limite d'emboutissage (rapport à partir duquel apparaît la rupture différée noté L.D.R) en fonction de la teneur en nickel et en carbone dans un acier AISI 304. Le L.D.R augmente avec la teneur de nickel dans l'acier. Ceci s'explique par le fait que le nickel est l'élément gammagène le plus important. Quand la teneur en nickel augmente, l'austénite devient plus stable, la formation de la martensite est plus difficile et le matériau est moins sensible à la rupture. A l'inverse, le carbone et l'azote ont un rôle différent (figure I-8 (b)). L'augmentation de leur teneur favorise l'apparition de la rupture différée. Ces deux éléments, comme le nickel, sont gammagènes, mais leur effet est inverse. Ceci est probablement dû au fait que le carbone et l'azote sont des éléments

d'insertion qui vont distordre la maille austénitique et ainsi créer des contraintes internes dans le matériau. L'effet du manganèse est présenté sur la figure I-8 (c). L'influence du manganèse sur le rapport limite d'emboutissage est fonction de la teneur en carbone. L'ajout de manganèse favorise l'apparition de la rupture différée pour des faibles teneurs en carbone ( $\%C \leq 0,02\%$ ) alors que pour les fortes teneurs ( $\% C \geq 0,07\%$ ) le rapport limite d'emboutissage augmente avec la teneur en manganèse.

D'autre part, Sumitomo [I-7] a montré que la variation de la composition chimique a également une grande influence sur l'état de contraintes dans une pièce emboutie. La figure I-9 représente l'évolution de l'état de contraintes tangentielles dans deux aciers austénitiques en fonction de la teneur en carbone et en nickel. On note qu'une augmentation de 2% dans la teneur en nickel provoque une forte diminution de la valeur de la contrainte tangentielle qui passe de 400MPa à 150 MPa. A l'inverse, une augmentation de la teneur de carbone de 0,04% provoque une augmentation de la valeur de la contrainte de plus de 100 MPa.



**Figure I-9 : Influence des éléments d'alliage sur l'état de contraintes tangentielles dans un embouti de l'acier austénitique 304 [I-7]**

Ceci montre qu'une petite variation dans la composition chimique de l'acier, et surtout dans les éléments  $\gamma$ -gènes, a une grande influence sur le comportement de l'acier vis-à-vis de la rupture différée.

#### I-2-2-4 Influence de l'hydrogène sur l'apparition de la rupture différée

De même que pour le rôle des éléments d'alliages, Sumitomo [I-7] a étudié la sensibilité de l'acier AISI304 à la rupture différée en fonction de la teneur en l'hydrogène présente dans l'acier. La figure I-10 présente le nombre de fissures apparentes en fonction du rapport d'emboutissage et ce, pour deux teneurs d'hydrogène différentes. Il est à noter que dans le même acier, en faisant varier la teneur en hydrogène de 1,8 ppm à 6,2 ppm, la sensibilité à la rupture différée est complètement différente. En effet, pour une teneur en hydrogène de 1,8 ppm, il n'est observé aucune fissure sur les godets même pour le plus grand rapport d'emboutissage (DR=2,2) alors qu'avec une teneur en hydrogène de 6,2 ppm, la première fissure apparaît pour un rapport d'emboutissage DR=2,05 et le nombre de celles-ci augmente rapidement avec le rapport d'emboutissage.

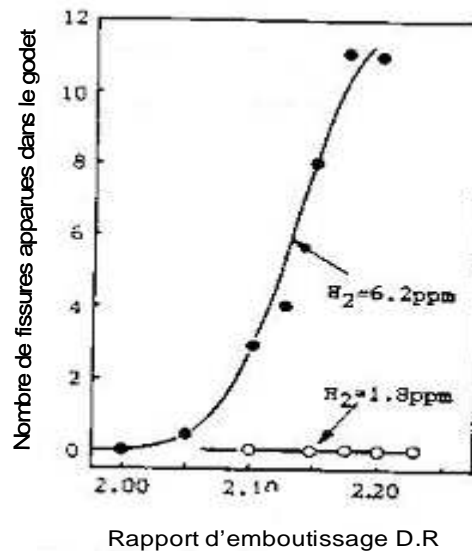


Figure I-10 : Influence de l'hydrogène sur la rupture différée dans un acier AISI 304 [I-7]

Ces différents travaux montrent de manière directe que l'apparition de la rupture différée est liée à la composition chimique du matériau donc de la transformation martensitique induite par déformation plastique, à la présence d'hydrogène dans le matériau et à l'état de contrainte de la pièce mise en forme.

## I-3 La transformation martensitique

### I-3-1 Cristallographie de la transformation martensitique dans les aciers

La martensite désigne le produit d'une transformation martensitique. C'est une transformation de phase du premier ordre : les deux phases coexistent et il existe une interface entre l'austénite et la martensite. Elle se manifeste par un changement de structure cristalline qui se produit par un déplacement coordonné des atomes sur quelques distances interatomiques. C'est pourquoi la transformation martensitique est sans diffusion. L'absence de diffusion implique non seulement que la phase austénitique (phase mère) et la martensite ont la même composition chimique, mais que de plus, la martensite hérite de l'ordre et des défauts de la phase mère.

#### I-3-1-1 Structures cristallographiques des différentes phases

La forme stable à haute température de l'acier est l'austénite. C'est une solution solide d'insertion de carbone dans le fer  $\gamma$  de structure CFC. Les atomes de carbone sont situés sur les sites interstitiels octaédriques du type  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$  (centre de la maille) et  $(0, 0, \frac{1}{2})$  (milieu de chaque arête) comme montré sur la figure I-11.

Plusieurs auteurs [I-13, I-17] proposent des expressions reliant le paramètre de maille de l'austénite  $a_\gamma$  (nm) aux teneurs en éléments (carbone (C), manganèse (Mn), aluminium (Al), et chrome (Cr)) et à la température absolue T pour des alliages Fe-C :

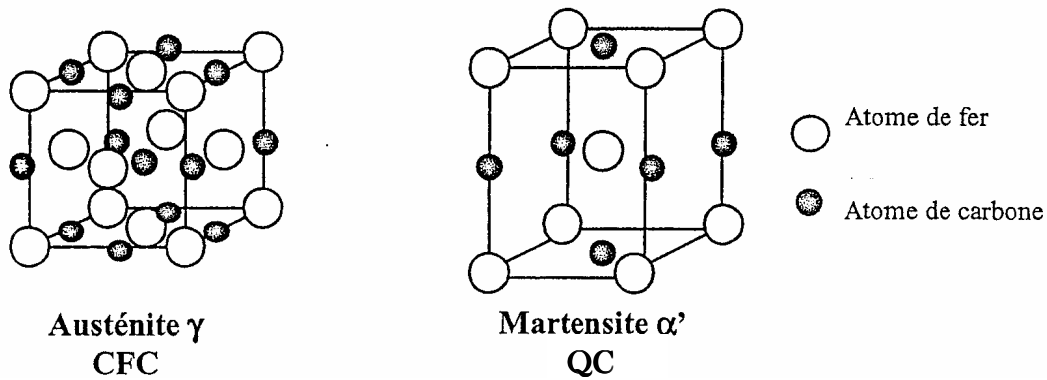
$$a_\gamma \text{ (nm)} = (0,36308 + 0,00075.\%C) \cdot \{1 + (24,9 - 0,6.\%C) \cdot 10^{-6} \cdot [T - 1000]\} \quad T > 773\text{K} \quad (\text{I-9})$$

$$a_\gamma \text{ (nm)} = 0,35895 + 0,000095.\%Mn + 0,00056.\%Al + 0,00330.\%C \quad T < 773\text{K} \quad (\text{I-10})$$

$$a_\gamma \text{ (nm)} = 0,3553 + 0,000095.\%Mn + 0,00056.\%Al + 0,00006.\%Cr + 0,000474.\%C \quad (\text{I-11})$$

$$a_\gamma \text{ (nm)} = 0,3555 + 0,00440.\%C \quad \text{à } T = 293\text{K} \quad (\text{I-12})$$

$$a_\gamma \text{ (nm)} = 0,3573 + 0,00330.\%C \quad (\text{I-13})$$



*Figure I-11 : Structures cristallines de l'austénite et de la martensite  $\alpha'$  dans les aciers*

Il existe trois types de structures cristallines de la martensite dans les aciers :

- une structure quadratique centrée (QC) caractéristique de la martensite  $\alpha'$ ,
- une structure hexagonale compacte (HC) caractéristique de la martensite  $\epsilon$ ,
- une structure quadratique à faces centrées (QFC), cette martensite n'a été observée que dans les alliages Fe-Pd et Fe-Pt [I- 17].

Dans les alliages binaires Fe-C, la martensite possède une structure quadratique centrée (figure I-11). Dans la martensite  $\alpha'$ , les atomes de carbone sont distribués sur les sites interstitiels octaédriques en position  $(0, 0, \frac{1}{2})$  (milieu des arêtes parallèles à l'axe c) et  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$  (base de la maille). Ainsi, la martensite est une solution solide sursaturée en carbone dans le réseau du fer  $\alpha$ . Cette sursaturation en carbone entraîne une distorsion du réseau de la maille qui devient quadratique, distorsion d'autant plus marquée que la teneur en carbone est élevée.

Les paramètres de maille de la martensite  $a_{\alpha'}$  et  $c_{\alpha'}$  sont fonction de la teneur en éléments d'insertion et plus particulièrement en carbone. Cette dépendance a été vérifiée dans plusieurs études [I-18 à I-20], (figure I-12). Kurdjumov [I-20] propose une relation linéaire entre les paramètres de mailles c et a (nm) et la teneur en carbone de la martensite :

$$c_{\alpha'} \text{ (nm)} = a_0 + 0,118.\%C \quad (\text{I-14}) \quad a_{\alpha'} \text{ (nm)} = a_0 - 0,115.\%C \quad (\text{I-15})$$

$a_0$  est le paramètre de la maille cubique centrée du fer  $\alpha$ .

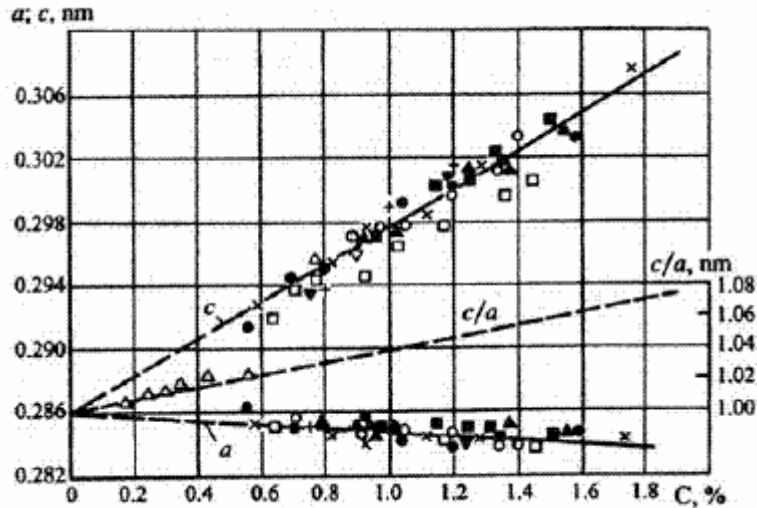


Figure I-12 : Dépendance du paramètre de maille de la teneur en carbone [I-20]

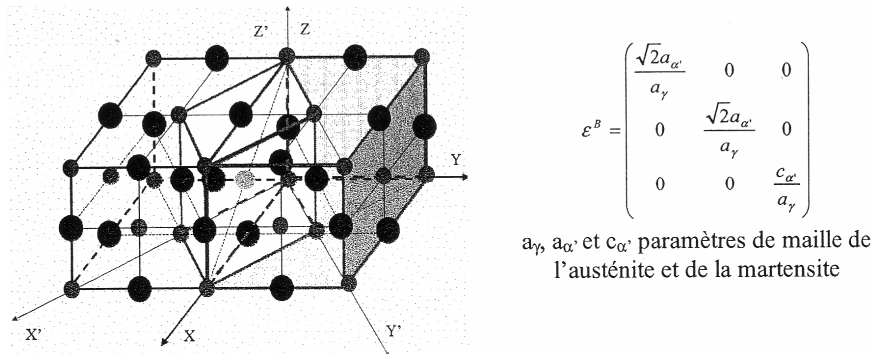
La dureté de la martensite augmente avec la teneur en carbone. Les aciers inoxydables à faible teneur en carbone possèdent des martensites moins dures que celles des aciers à forte teneur en carbone (>1%). De plus, la teneur en carbone dans l'austénite est un paramètre métallurgique gouvernant les mécanismes de transformation.

### I-3-1-2 Déformation de transformation

Le changement local de la structure cristallographique lors de la transformation est accompagné d'une déformation homogène du réseau cristallin avec une composante déviatorique dominante. Pour minimiser l'énergie de déformation, la martensite se forme en plaquettes suivant des plans cristallographiques particuliers appelés *plans d'habitat*. La déformation homogène du réseau cristallin a été décrite géométriquement par la déformation de Bain  $\epsilon^B$  comme présentée sur la figure I-13 [I-21]. A la déformation de Bain, est associée une énergie élastique importante. Cette incompatibilité est la source de contraintes internes très importantes et qui doivent donc être partiellement relaxées par l'activation d'autres mécanismes inélastiques :

- adaptation de la morphologie de la phase créée (plaquettes, lattes, aiguilles,...)
- arrangement microstructural : formation de martensite en papillon, groupes de variantes auto-accommodantes,...
- déformation plastique par glissement ou maclage dans la martensite et dans l'austénite.





**Figure I-13 : Théorie de Bain : obtention de la maille de martensite à partir d'une maille d'austénite. Tenseur des déformations de Bain**

Ainsi, la déformation de transformation  $\epsilon^T$  se compose de la déformation de Bain  $\epsilon^B$  et d'une déformation à réseau invariant  $\epsilon^{RI}$  nécessaire pour accommoder les contraintes :

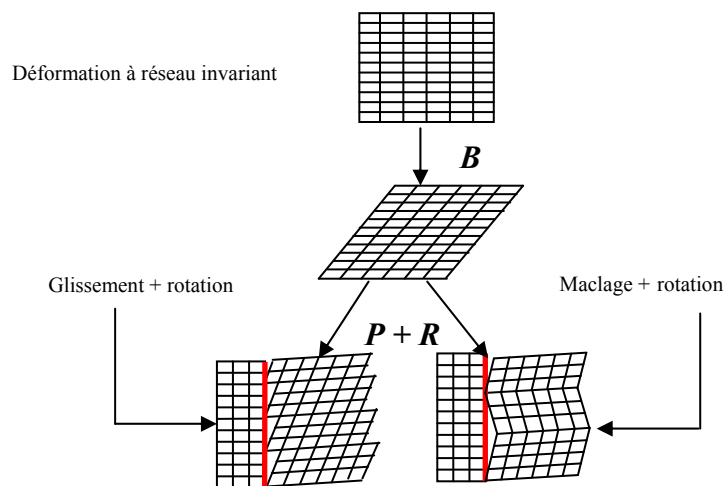
$$\epsilon^T = \epsilon^B + \epsilon^{RI} \quad (I-16)$$

Ces deux mécanismes sont indissociables de l'adaptation morphologique.

Sous forme matricielle, le gradient de la transformation  $T$  se décompose en trois parties :

$$T = RPB \quad (I-17)$$

où  $B$  est la transformation de Bain,  $P$  la transformation à réseau invariant et  $R$  la rotation nécessaire pour ramener le plan invariant (plan d'habitat) dans sa position initiale. La figure I-14 représente schématiquement les composantes de la transformation d'un volume d'austénite dont la déformation de Bain  $B$ , l'accommodation inélastique  $P$  (par glissement plastique ou maillage), et la rotation  $R$ .



**Figure I-14 : Décomposition schématique de la déformation de transformation en 3 mécanismes élémentaires [I-21]**

### I-3-1-3 Relations d'orientation

Une autre caractéristique de la transformation martensitique est l'existence de relations d'orientation entre le réseau cristallin de la martensite formée et le réseau de l'austénite dont elle est issue. Dans les cas des aciers, les relations dépendent de la composition chimique. Voici les différentes relations présentes dans la littérature :

- *Relations de Kurdjmov-Sachs* [I-20]

Pour les alliages Fe-C dont la teneur en carbone varie entre 0,55 et 1,4% (% massique), les relations suivantes ont été observées pour des structures en lattes de plan d'accrolement  $\{111\}_\gamma$  et des structures plus aciculaires ou en forme de papillons de plans d'habitat  $\{225\}$  :

$$(1\ 1\ 1)_\gamma // (1\ 1\ 0)_{\alpha'} \quad [1\ 0\ \bar{1}]_\gamma // [1\ \bar{1}\ 1]_{\alpha'} \quad (\text{I-18})$$

Ces relations impliquent une rotation de  $+90^\circ$  autour des 24 directions  $\langle 112 \rangle$  pour passer de l'austénite à la martensite.

- *Relations de Nishiyama* [I-22]

Pour les alliages Fe-Ni dont les teneurs en nickel varie entre 27 et 34% en masse, aux basses températures, des relations ont été établies pour des morphologies aciculaires dont le plan d'accrolement est  $\{2\ 5\ 9\}_\gamma$  :

$$(1\ 0\ 1)_\gamma // (1\ 1\ 1)_{\alpha'} \quad [1\ 2\ \bar{1}]_\gamma // [1\ 0\ \bar{1}]_{\alpha'} \quad (\text{I-19})$$

- *Relations de Greninger et Troiano* [I-23]

Relations observées pour les alliages Fe-Ni-C contenant 22% en masse de nickel et 0,8% en masse de carbone. Le plan d'accrolement est de type  $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$

$$(1\ 1\ 1)_\gamma // (0\ 1\ 1)_{\alpha'} \quad [\bar{5}\ \bar{1}2\ 17]_\gamma // [7\ \bar{1}7\ 17]_{\alpha'} \quad (\text{I-20})$$

En connaissant l'orientation du réseau cristallographique de l'austénite, on peut par une matrice de passage connaître l'orientation du réseau cristallographique des différentes variantes.

### I-3-2 Thermodynamique de la transformation martensitique

La transformation martensitique étant sans diffusion, il n'y a pas de changement de composition ; le système est donc constitué de deux phases solides de structure cristallographique différente. On appelle  $G_c^A(T)$  et  $G_c^M(T)$  les énergies libres chimiques à la température  $T$ , de l'austénite et de la martensite respectivement. La variation d'énergie libre chimique associée à la transformation est :

$$\Delta G_c^{a-m}(T) = G_c^m(T) - G_c^a(T) \quad (I-21)$$

Cette quantité est, par définition, positive quand l'austénite est la phase la plus stable et négative dans le cas inverse. On définit une température caractéristique  $T_0$  qui correspond à l'équilibre thermodynamique entre les deux phases :  $\Delta G_c^{a-m}(T_0) = 0$ .

La formation de la martensite créant une énergie interfaciale et une énergie de déformation, la variation d'énergie libre totale  $\Delta G_{tot}^{a-m}(T)$  associée à la transformation martensitique sans contrainte appliquée sera composée d'un terme chimique  $\Delta G_c^{a-m}(T)$  moteur et d'un terme non chimique  $\Delta G_{nc}^{a-m}(T)$  résistant (figure I-15):

$$\Delta G_{tot}^{a-m}(T) = \Delta G_c^{a-m}(T) + \Delta G_{nc}^{a-m}(T) \quad (I-22)$$

La température de début de transformation  $M_s$ , inférieure à  $T_0$ , correspond à la température à partir de laquelle la variation d'énergie libre totale devient nulle, soit :

$$|\Delta G_c^{a-m}(M_s)| = |\Delta G_{nc}^{a-m}(M_s)| \quad (I-23)$$

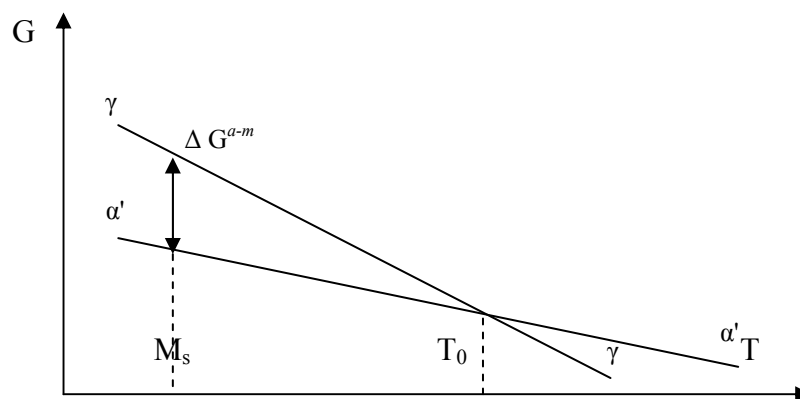


Figure I-15 : Energies libres de l'austénite et de la martensite,  $G_c^a$  et  $G_c^m$  en fonction de la température

De nombreux paramètres influencent la température  $M_s$  (taille de grain, limite d'élasticité,...). Le plus important est la composition chimique de l'austénite : l'ajout de la plupart des éléments d'alliages entraîne une chute de  $M_s$ , comme le montrent les formules empiriques reliant la température  $M_s$  à la composition chimique [I-24, I-25] :

$$M_s (\text{°C}) = 512 - 453 \%C - 16,9 \%Ni - 9,5 \%Mo + 217 \%C^2 - 17,5 (\%C)(\%Mn) + 15 \%Cr - 67,6 (\%C)(\%Cr) + 10 \%Co - 7,5 \%Si \quad (\text{I-24})$$

$$M_s (\text{°C}) = 497 - 810 \%C - 1230 \%N - 13 \%Mn - 30 \%N - 12 \%Cr - 54 \%Cu - 46 \%Mo \quad (\text{I-25})$$

$$M_s (\text{°C}) = 545,8 \cdot \exp(-1,362 \%C) - 30,4 \%Mn - 17,7 \%Ni - 12,1 \%Cr - 11 \%Si \quad (\text{I-26})$$

Ces relations mettent clairement en évidence l'effet des différents éléments d'addition. La comparaison des températures  $M_s$  obtenues par ces différentes relations pour un acier austénitique 301LN indique une différence de  $\pm 20^\circ\text{C}$ . Cela signifie qu'il n'existe pas de modèle très précis pour définir les températures de transformation martensitique.

La température de début de transformation  $M_s$  varie également en fonction de la contrainte appliquée. Les résultats de Patel et Cohen [I-26] indiquent une augmentation de cette température aussi bien sous contrainte de traction que sous contrainte de compression (figure I-16). Cette augmentation est le plus souvent donnée comme linéaire avec la contrainte appliquée, et une contrainte de compression a un effet plus faible qu'une contrainte de traction. En revanche,  $M_s$  diminue avec l'augmentation de pression hydrostatique. La figure I-16 présente cette variation de la température en fonction du chargement appliqué pour quelques aciers austénitiques Fe-Ni-C.

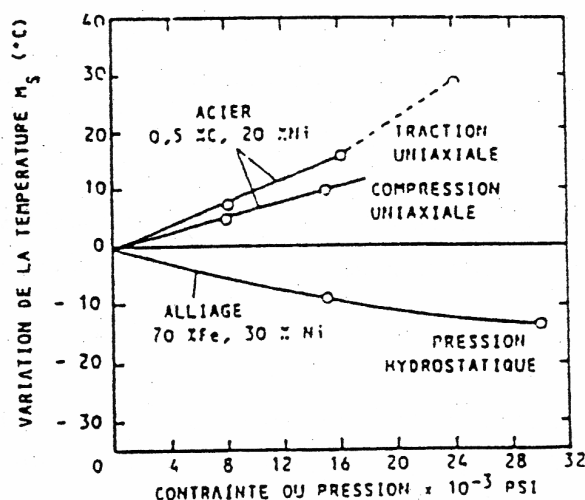


Figure I-16 : Variation de la température  $M_s$  en fonction l'état de contrainte appliquée [I-26]

### I-2-3-1 Energie de Faute d'Empilement et ordre d'apparition de phases

#### a) Energie de faute d'empilement

L'énergie de faute d'empilement représente l'augmentation de configuration des atomes dans un défaut d'empilement du cristal. Selon plusieurs auteurs, Lecroisey [I-25], Olson [I-26] et Bricout [I-27], l'énergie de faute d'empilement est un facteur essentiel de l'existence d'une transformation martensitique de l'austénite induite par déformation plastique. Cette énergie contrôle non seulement l'arrangement des dislocations et les mécanismes de déformation de l'austénite, mais également la probabilité de formation de fautes d'empilement. Ces fautes d'empilement peuvent être considérées comme un arrangement hexagonal compact très localisé ; et une superposition de ces fautes d'empilement peut alors être vue comme de la martensite type  $\epsilon$ .

L'énergie de faute d'empilement dépend à la fois de la composition chimique du matériau et de la température. Pour les aciers austénitiques, cette énergie évolue quasi-linéairement avec la température, entre  $-200^{\circ}\text{C}$  et  $+100^{\circ}\text{C}$  ; Lecroisey [I-25] propose la relation suivante :

$$(EFE)_T = (EFE)_{T_0} + A(T-T_0) \quad (\text{I-27})$$

Où  $(EFE)_T$  et  $(EFE)_{T_0}$  sont les EFE aux températures  $T$  et  $T_0$  respectivement, la température  $T_0$  étant une température de référence, qui est en général la température ambiante, et  $A$  étant un coefficient fonction de la composition chimique du matériau. Les résultats de Lecroisey [I-25] donnent la valeur de l'EFE de  $30 \text{ erg/cm}^2$  pour un acier austénitique Cr-Ni (18-12), la variation de cette énergie avec la température étant  $0,05 \text{ erg/cm}^2/^{\circ}\text{C}$ .

En raison des diverses interactions possibles entre les éléments d'addition d'un alliage, il est très difficile de prévoir des valeurs d'énergie de faute d'empilement. Plusieurs relations entre l'EFE d'un acier et les éléments d'addition ont été proposées par différents auteurs. Par exemple, Degallax et al. [I-28] a mesuré l'EFE de différents aciers Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mn, Fe-Mn-Ni par diffraction des rayons X. Pour des aciers Fe-Cr-Ni de composition chimique  $0,003 < N < 0,006$ ,  $10 < Cr < 30$ ,  $10 < Ni < 20$ ,  $C < 0,036$  ; il a établi l'expression suivante :

$$EFE = 4 + 18(\%Ni) - 0,2(\%Cr) + 410(\%C) \quad (\text{I-28})$$

On y observe l'effet important du carbone, qui accroît l'EFE. Cet élément favorise l'arrangement cellulaire de dislocations d'écrouissage [I-28].

Degallax [I-28] a également étudié l'effet de l'azote interstitiel sur l'EFE d'aciers Fe-Cr-Ni alliés à l'azote, de composition chimique  $N < 0,12$ ,  $10 < Cr < 20$ ,  $10 < Ni < 20$ ,  $0,01 < C < 0,15$  ; il a été proposé l'expression :

$$EFE = 34 + 1,4 (\%Ni) - 1,1 (\%Cr) - 77 (\%N) \quad (I-29)$$

Au contraire du carbone, l'azote interstitiel diminue l'EFE. Cet élément favorise en effet l'arrangement plan des dislocations d'écroutissage [I-29].

En résumé, on peut dire que l'énergie de faute d'empilement dépend à la fois de la composition chimique et de la température.

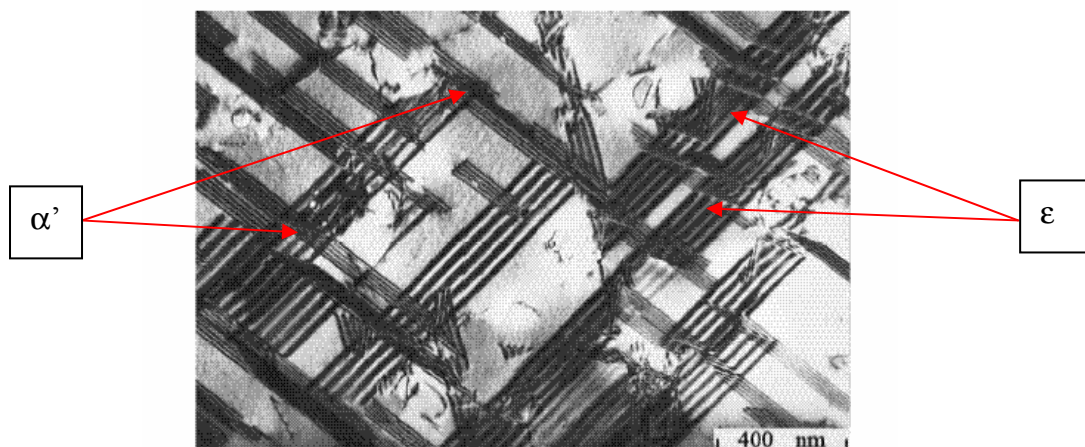
### b) Ordre d'apparition de phases

La martensite  $\alpha'$  peut être produite par deux mécanismes. Suivant la valeur de l'EFE de l'acier, on peut en effet rencontrer les deux situations suivantes :

- une forte énergie de faute d'empilement conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par le mécanisme  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , les sites de germination de la martensite  $\alpha'$  dans ce cas étant les macles et/ou les fautes d'empilement induits par la déformation [I-26].
- une faible énergie de faute d'empilement conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par le mécanisme  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ .

Lecroisey [I-25] a étudié la transformation martensitique dans différents types d'aciers inoxydables austénitiques. La phase  $\varepsilon$  a été observée seulement dans les aciers à forte teneur en chrome et en nickel ( $\%Cr > 15\%$ ,  $\%Ni > 10\%$ ). Dans les autres aciers austénitiques, une transformation directe de la phase  $\gamma$  en phase  $\alpha'$ .

La germination de la martensite  $\alpha'$  peut apparaître à l'intersection de bandes de martensite  $\varepsilon$  d'orientations différentes [I-30]. La figure I-17 schématise deux bandes de martensite  $\varepsilon$  et la latte de martensite  $\alpha'$  formée à leur intersection.



**Figure I-17 : Mécanisme de déformation d'un acier austénitique à basse énergie d'empilement [I-30]**

### I-3-2-2 Effet d'une contrainte

La transformation martensitique débute lorsque le matériau est refroidi à la température  $M_s$ , néanmoins il est possible de former de la martensite à des températures supérieures à  $M_s$  par application d'une contrainte externe. Cette contrainte nécessaire pour activer la transformation, décroît avec la température et devient nulle lorsqu'on atteint  $M_s$ .

Le critère de Patel et Cohen [I-24] permet de comprendre l'effet d'une contrainte sur la transformation. Il est basé sur le fait que " la transformation débute lorsque la force motrice qui lui est associée atteint une valeur critique". Il prend en compte le travail mécanique  $U$  issu de l'application de la contrainte telle que la somme du travail dû au cisaillement et du travail d'expansion ou de rétreint:

$$U = \tau\gamma_0 + \sigma_n\varepsilon_0 \quad (\text{I-30})$$

$\tau$  : cission critique dans la direction de cisaillement de la transformation,

$\gamma_0$  : composante de cisaillement,

$\sigma_n$  : contrainte normale résolue,

$\varepsilon_0$  : composante d'expansion de la transformation martensitique.

En prenant en compte l'orientation de la plaquette de martensite formée, on obtient la relation suivante:

$$U = 1/2 \sigma \{ \gamma_0 \sin(2\theta) \cos(\alpha) \pm \varepsilon_0 (1 + \cos(2\theta)) \} \quad (\text{I-31})$$

$\theta$  étant l'angle entre l'axe d'application de la contrainte et la normale au plan d'habitat et  $\alpha$  celui entre la direction de cisaillement et la direction de cisaillement maximal.

La température  $M_s$  est déterminée par la formation de la première plaquette de martensite. Cette plaquette a une orientation particulière correspondant à une valeur maximale de  $U_{\max}$ . D'après Patel et Cohen,  $U_{\max}$  va s'ajouter (ou se soustraire) à l'énergie chimique à la température  $T$   $|\Delta G_c^{a-m}(T)|$ , pour aider (ou gêner) la transformation martensitique. L'énergie totale  $\Delta G^{a-m}(T)$ , nécessaire à la transformation martensitique sous contrainte à la température  $T$  s'écrit donc:

$$\Delta G^{a-m}(T) = |\Delta G_c^{a-m}(T)| + U_{\max} \quad (\text{I-32})$$

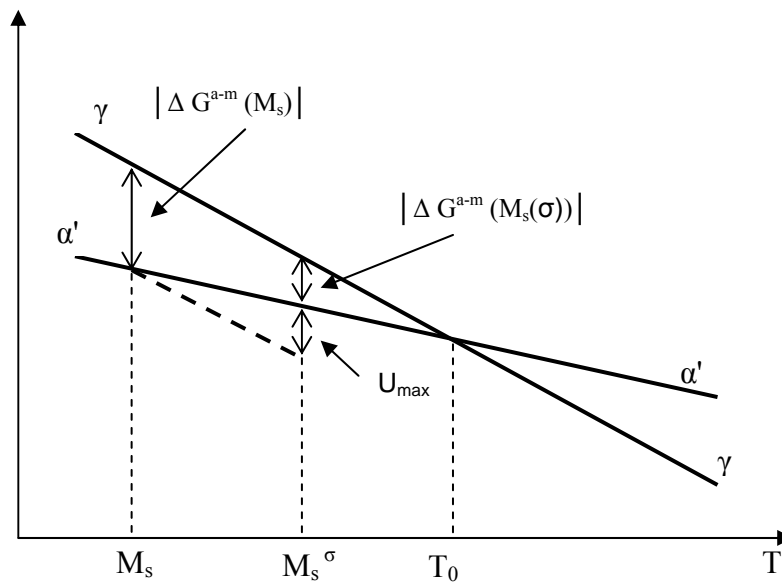
La température de début de transformation sous une contrainte  $\sigma$ , notée  $M_s(\sigma)$  est définie par :

$$\Delta G^{a-m}(M_s(\sigma)) = |\Delta G_c^{a-m}(M_s(\sigma))| + U_{max}(\sigma) = |\Delta G_c^{a-m}(M_s(0))| \quad (I-33)$$

En supposant une évolution linéaire de la variation de l'énergie libre chimique avec la température, on arrive à :

$$\delta M_s(\sigma) / \delta \sigma = (\delta U_{max} / \delta \sigma) / (\delta \Delta G_c^{a-m} / \delta \sigma) \quad (I-34)$$

Cette égalité permet d'obtenir la variation de la température de début de transformation en fonction de la contrainte appliquée (figure I-18).



**Figure I-18 : Influence d'un travail mécanique  $U_{max}$  sur la température de début de transformation**

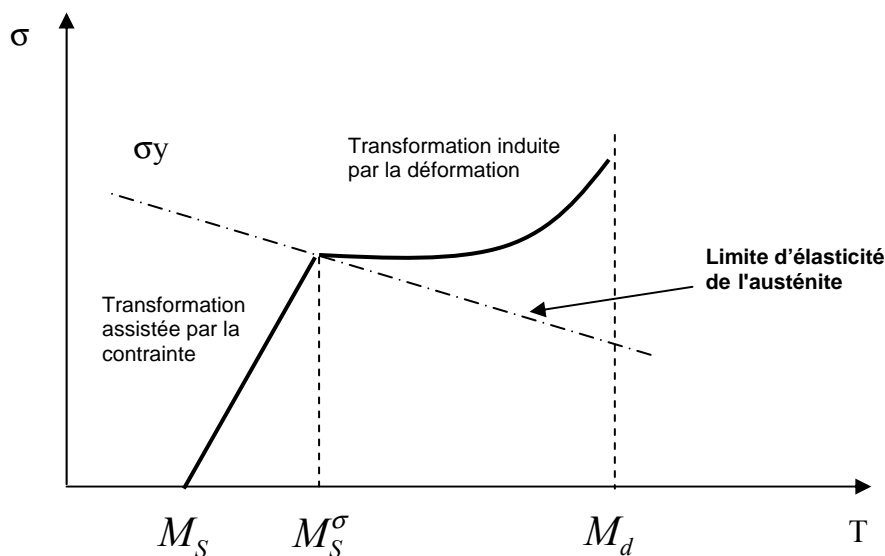
### I-3-2-3 Effet d'une déformation plastique

Si la température est nettement plus élevée que  $M_s$ , il y a compétition entre le processus de transformation martensitique et celui de déformation plastique de la phase mère (austénite). Ainsi, au dessus de la température  $M_s^\sigma$ , l'écoulement plastique de l'austénite précède et favorise la transformation martensitique. A cette température  $M_s^\sigma$ , la limite



d'élasticité et la contrainte critique de transformation sont confondues. La déformation plastique crée de nouveaux sites de germination et diminue la contrainte nécessaire à la transformation martensitique. Au dessus de  $M_d$ , la vitesse de diffusion du carbone dans le fer est trop importante pour que la transformation martensitique puisse avoir lieu. La transformation martensitique ne peut donc plus se produire au-dessus de cette température même en présence de contraintes. La figure I-19 représente les différents domaines de la transformation en fonction de la température et de la contrainte appliquée et qui peuvent être résumés comme suit:

- $M_s < T < M_s^\sigma$  : on observe une variation linéaire entre la contrainte critique de transformation et la température. Dans ce domaine, la transformation débute avant que la phase mère n'ait plastifié. On dit que la transformation est assistée par la contrainte (stress assisted transformation)
- $M_s^\sigma < T < M_d$  : dans ce domaine, la plastification de l'austénite précède la transformation. Pour des températures proches de  $M_s^\sigma$ , contrainte critique et limite élastique sont pratiquement confondues. La martensite se développe majoritairement sur des sites de germination produits par la déformation plastique. On dit que la transformation est induite par la déformation (strain induced transformation).
- $T > M_d$  : au-dessus de cette température, on ne peut plus induire la transformation.



**Figure I-19 : Représentation de la variation de la contrainte critique avec la température**

## I-4 Conséquences mécaniques de la transformation martensitique dans les aciers austénitiques

### I-4-1 Plasticité de transformation

L'une des conséquences importantes de la transformation martensitique dans les aciers est la plasticité de transformation. Une définition générale de celle-ci a été proposée par Mitter [I-31] : « un accroissement significatif de la plasticité pendant une transformation de phase. Pour une contrainte externe appliquée dont la contrainte équivalente est inférieure à la limite d'élasticité du matériau, une déformation plastique a lieu ». Cette définition exprime que la plasticité est induite par la transformation, **Transformation Induced Plasticity**.

Deux mécanismes ont été proposés pour expliquer la plasticité de transformation et ses origines.

#### 1-4-1-1) Effet Greenwood-Johnson

La première approche, proposée par De Jong et al. [I-32], est basée sur le fait que la transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  s'accompagne d'une variation de volume. La différence de volume entre la phase mère et la phase produite crée des contraintes internes dans le matériau. La plasticité de transformation serait due alors à l'accommodation de ces contraintes internes. La contrainte externe va orienter l'écoulement suivant son sens d'application. La déformation du métal résulte alors de la superposition des champs de contrainte, interne et appliqué. Un schéma de ce mécanisme est donné en figure I-20.

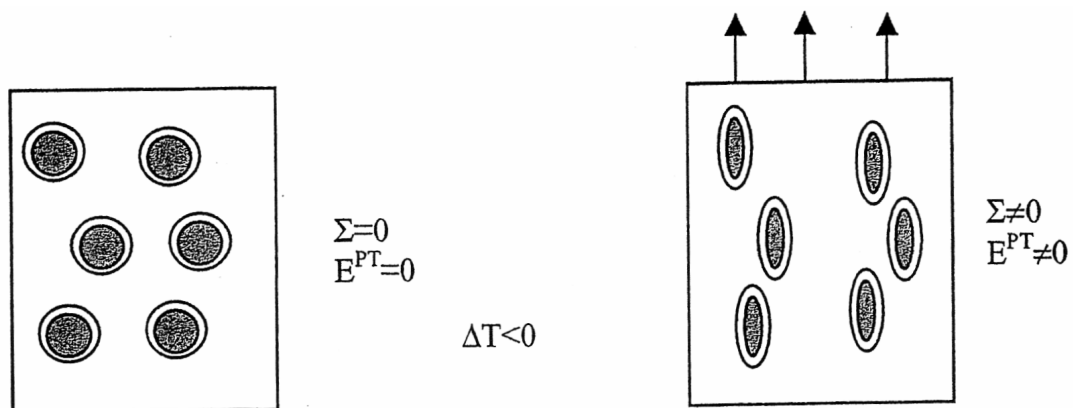


Figure I-20 : Effet Greenwood-Johnson.  $\Sigma$  : contrainte externe,  $E^{PT}$  = déformation plastique

A partir de cette idée, différents modèles ont été proposés :

- le modèle "mécanique macroscopique" proposé par Greenwood-Johnson [I-33]
- le modèle "macroscopique" ou "Greenwood-Johnson" modifié proposé par Abrassart [I-34]
- le modèle "microscopique" proposé par Kot et Weiss [I-35]

Le modèle "mécanique macroscopique" de Greenwood-Johnson considère une déformation supplémentaire ( $\varepsilon_{Pt}$ ) du matériau en cours de transformation, affectant la phase la plus déformable. Ce modèle conduit à la relation I-35 définissant la déformation supplémentaire associée à une transformation complète. Cette déformation est calculée sur la base du critère de plasticité de Von Mises, la matrice (l'austénite) étant supposée rigide parfaitement plastique :

$$\varepsilon_{Pt} = 5/6 (\sigma / \sigma_e) \cdot (\Delta V / V) \quad (I-35)$$

où  $\sigma$  est la contrainte appliquée,  $\sigma_e$  est la limite d'élasticité de la phase qui se déforme (l'austénite) et  $\Delta V / V$  est la variation du volume lors de la transformation.

Cependant, le modèle de Greenwood-Johnson n'est valable que pour les faibles contraintes appliquées. Kot et Weiss [I-35] ont observé une bonne concordance entre le calcul et l'expérience pour la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  dans les alliages Fe-15%Ni et Fe-32%Ni. En revanche, pour la transformation inverse, des facteurs de 2 et 8 ont été observés entre modèle et expérience pour ces deux aciers respectivement (les valeurs expérimentales étant les plus faibles).

Abrassart [I-34] a modifié le modèle de Greenwood afin de pouvoir corréler la plasticité de transformation à la contrainte et au niveau de transformation  $\varepsilon_{Pt(X)}$ . Il a obtenu la relation suivante :

$$\varepsilon_{Pt(X)} = 3/4 (\sigma / \sigma_e) \cdot (\Delta V / V) \cdot [X - (2/3)X^{3/2}] \quad (I-36)$$

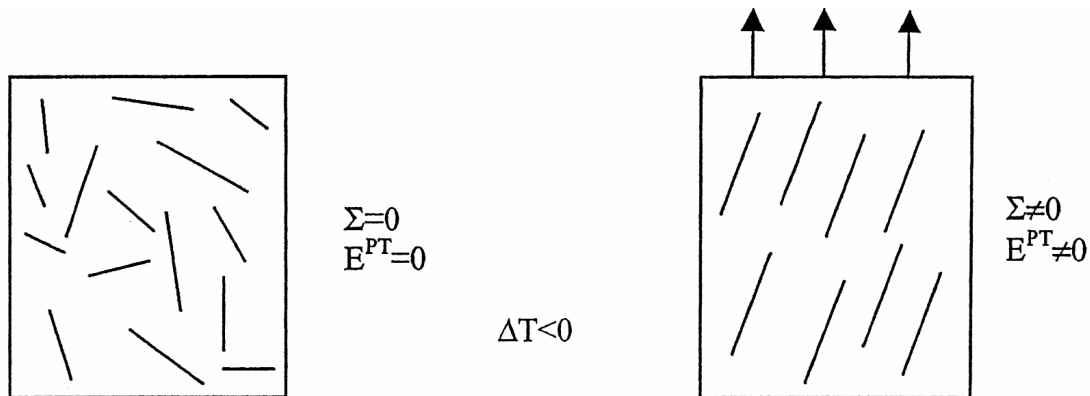
où X est le taux (exprimé en vraie grandeur) de phase transformée.

Pour une transformation complète ( $X=1$ ), la plasticité de transformation obtenue par le modèle d'Abrassart est trois fois plus faible que celle obtenue par le modèle de Greenwood.

#### **1-4-1-2) Effet Magee**

La deuxième approche, proposée par Magee [I-36], considère que la contrainte appliquée provoque une orientation préférentielle des aiguilles de martensite, qui est à

l'origine de la plasticité de transformation. Lors d'un refroidissement à contrainte nulle, il n'existe pas de déformation de transformation macroscopique (hormis la variation de volume) car les déformations de transformation propres à chaque variante se compensent mutuellement. La formation des variantes est équiprobable. Au contraire, lorsque le déviateur de contraintes est non nul lors du refroidissement, seules les variantes les mieux orientées par rapport au chargement vont s'activer. Il y a sélection des variantes par la contrainte. Ainsi, la déformation de transformation globale sera non nulle et orientée par les contraintes. Plus la contrainte augmente, plus il y aura des plaquettes orientées dans la direction de la déformation maximale. Cet effet est dû au cisaillement qui se produit durant la transformation de phase. Un schéma de ce mécanisme est donné en figure I-21 [I-36].

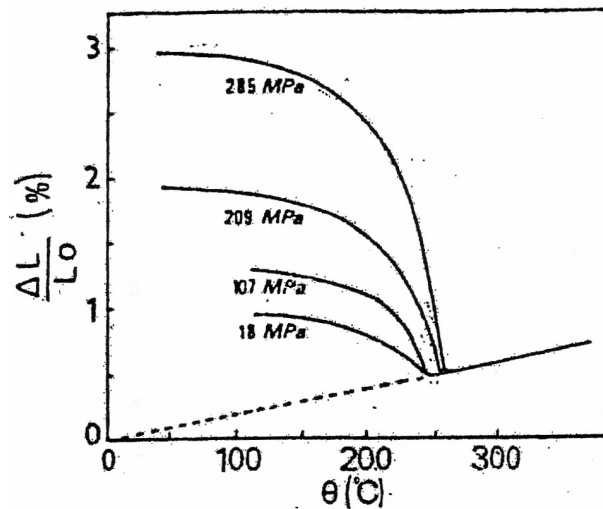


*Figure I-21 : Effet Magee.  $\Sigma$ : contrainte externe,  $E^{PT}$  = déformation plastique*

### 1-4-1-3) – Etudes sur la plasticité de transformation

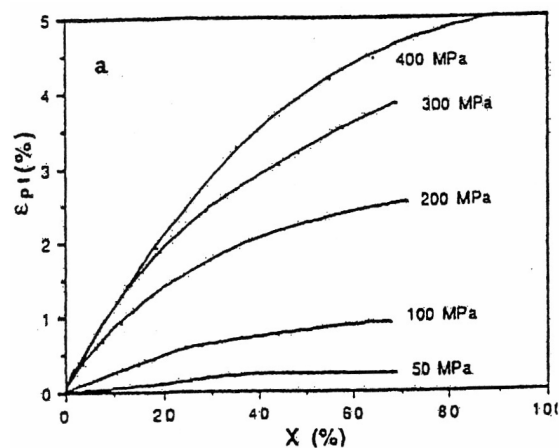
De nombreux auteurs se sont intéressés à l'étude expérimentale de la plasticité de transformation. On peut citer les travaux de Gautier et al. [I-37] sur l'effet des sollicitations thermomécaniques sur les transformations de phase. La figure I-22 [I-37] représente l'allongement mesuré lors d'un refroidissement d'un acier 60NCrMo11 à différents niveaux de contraintes. Sans contrainte appliquée, il existe une dilatation relative à la transformation représentant le tiers de la variation de volume du changement de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . La dilatation débute à la température de début de transformation  $M_s$ . Lorsqu'une sollicitation mécanique est appliquée au cours du refroidissement, la transformation martensitique se déclenche pour des températures plus élevées et la dilatation qui lui est associée est plus importante qu'à

contrainte plus faible. On constate que la dilatation sature avec la diminution de la température.



**Figure I-22 : Evolution de la dilatation de l'acier 60CrMo11 lors d'un refroidissement à contrainte de traction constante [I-37]**

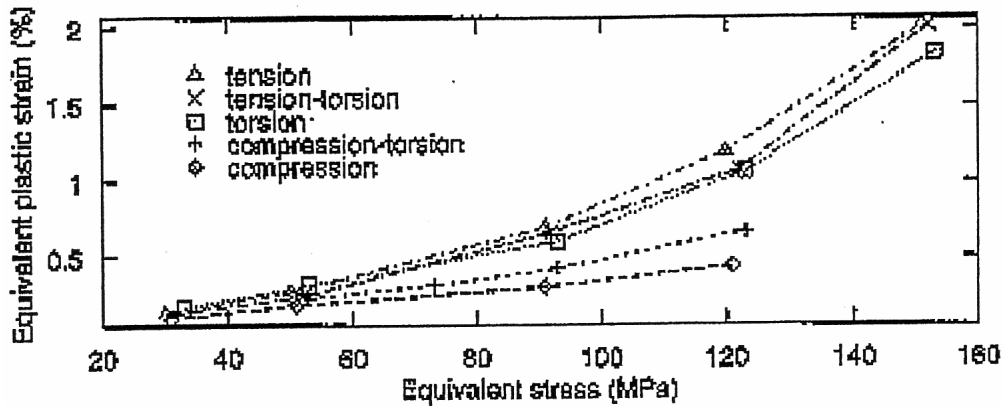
Gautier et al. [I-37] ont effectué les dosages de phase lors du refroidissement et ont tracé la plasticité de transformation (i.e la déformation totale moins la déformation thermoélastique) en fonction de l'avancement de la transformation martensitique au cours du refroidissement d'un acier Fe-20%Ni-0,5C (figure I-23).



**Figure I-23 : Evolution de la plasticité de transformation au cours d'un refroidissement en fonction de la fraction de phase produite pour différents états de chargements [I-37]**

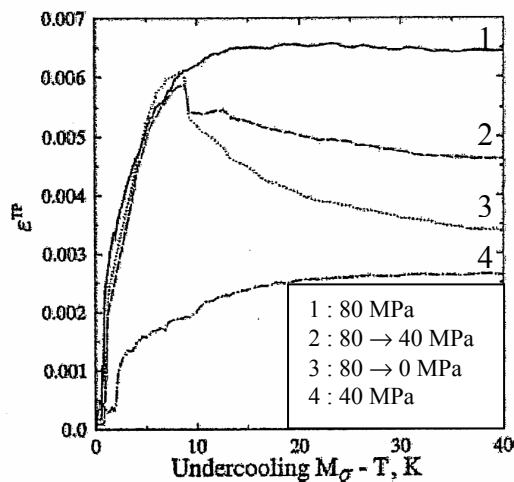
Les auteurs remarquent que la déformation de plasticité de transformation macroscopique évolue de façon non linéaire avec la fraction de martensite formée et que lorsque la contrainte augmente, la déformation de plasticité de transformation augmente.

L'évolution de la plasticité de transformation au cours du refroidissement pour d'autres états de chargement a été étudiée par Videau et al. [I-38] (traction uniaxiale, traction-torsion, torsion, compression, compression-torsion). La figure I-24 représente l'évolution de la déformation inélastique, lorsque la transformation martensitique est complète, en fonction de la contrainte appliquée pour des types de chargements différents.



**Figure I-24 : Evolution de la déformation inélastique équivalente pour une transformation complète en fonction de la contrainte équivalente appliquée pour différents types de chargements [I-38]**

Les auteurs observent qu'à valeur de contrainte équivalente identique, les types de chargement favorisant la plasticité de transformation sont dans l'ordre : la traction, la traction-torsion, la torsion, la compression-torsion et la compression. Videau et al. [I-38], Azzouz et al. [I-39], puis Antretter et al. [I-40] observent qu'au cours du refroidissement sous contrainte, un changement de niveau de contrainte induit un incrément de plasticité de transformation de signe opposé (figure I-25).



**Figure I-25 : Evolution de la plasticité de transformation lors d'un refroidissement sous contrainte de traction suivi d'une décharge à une certaine fraction volumique de martensite sur un acier XC12 [I-40]**

Les auteurs attribuent ce phénomène aux contraintes internes qui, lors d'une décharge macroscopique peuvent changer de signe. Ainsi, on en déduit que la plasticité de transformation est orientée par la valeur des contraintes locales dans l'austénite.

### I-4-2 Comportement mécanique des aciers austénitiques instables

Suivant son degré de stabilité, fonction de sa composition chimique, l'austénite va se transformer partiellement en martensite  $\alpha'$  lorsque le matériau est soumis à un écrouissage suffisant ou à un abaissement de la température. L'apparition de la phase martensitique va provoquer un écrouissage supplémentaire lors d'un essai de traction.

Kubler [I-41] a déterminé le comportement en traction de l'acier austénitique instable AISI 304 à différentes températures. Les courbes de tractions sont présentées sur la figure I-26. Il est à noter, une différence fondamentale entre la courbe de traction à température ambiante, et celles obtenues aux basses températures. La courbe de traction de l'acier à l'ambiante ne présente pas d'élévation supplémentaire en fonction de la déformation. A l'inverse, les courbes de traction du même acier aux basses températures présentent une élévation supplémentaire qui est d'autant plus marquée et apparaissant pour des déformations moins importantes, quand la température diminue. Cette élévation rend compte de l'écrouissage supplémentaire induit par la transformation martensitique. Cet écrouissage est lié directement à la quantité de martensite formée, qui est beaucoup plus importante aux basses températures puisque la transformation est facile.

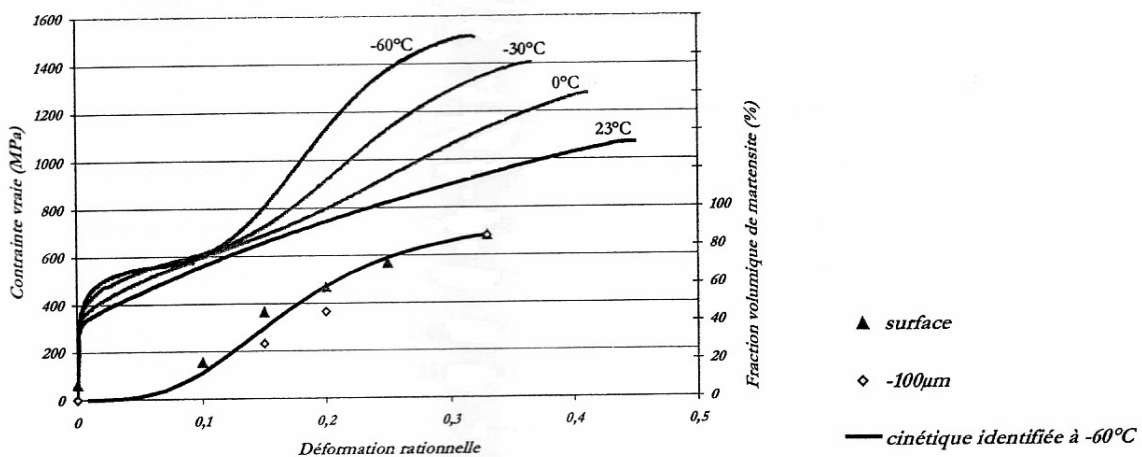
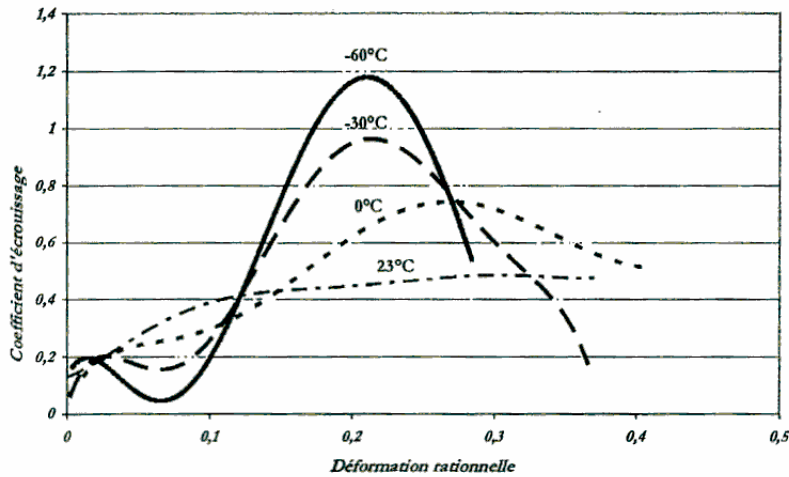


Figure I-26 : Courbes de traction de l'acier austénitique AISI 304 à différentes températures et pour une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$  [I-41]



**Figure I-27 : Evolution du coefficient d'érouissage pour un essai de traction uniaxiale de l'acier AISI 304 à différentes températures [I-41]**

L'évolution du coefficient d'érouissage instantané  $n = (d\Sigma/dE) \cdot E/\Sigma$  de la figure I-27 indique l'augmentation de la pente d'érouissage due à la transformation martensitique induite lors de la déformation.

### I-4-3 Cinétique de la transformation et influence de la température

La plupart des travaux réalisés sur des aciers inoxydables austénitiques (essentiellement le AISI304) [I-41, I-45], concernant l'évolution de la fraction volumique de martensite formée par déformation plastique de l'austénite, montrent que cette fraction suit une loi de type :

$$f = 1 - \exp(-\beta[1 - \exp(-\alpha\varepsilon)]^n) \quad (\text{I-37})$$

$f$  : fraction volumique de martensite formée

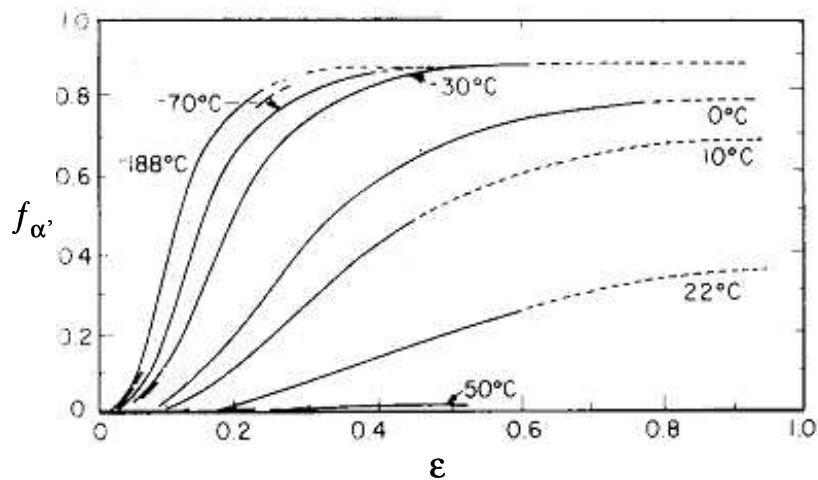
$\varepsilon$  : déformation macroscopique

$\alpha$  et  $\beta$  : coefficients dépendant de la composition chimique et de la température

$n$  : généralement = 4,5

La figure I-28 montre la fraction volumique transformée en fonction de la déformation vraie pour différentes températures.





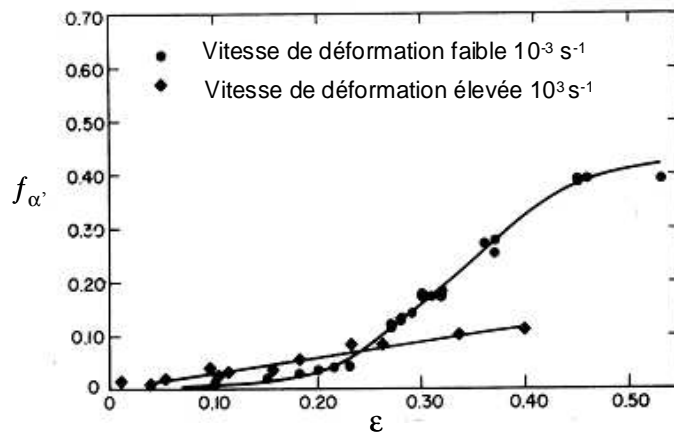
**Figure I-28 : Fraction volumique de martensite formée en fonction de la déformation vraie à différentes températures de l'acier AISI304 [I-45]**

Il a été noté que :

- la formation de la martensite ne commence qu'après une certaine valeur de la déformation sauf pour les très basses températures [-188°C, -70°C],
- la fraction de martensite formée augmente avec la déformation et atteint une valeur de saturation qui est fonction de la température.
- pour une même déformation, la fraction volumique formée augmente quand la température diminue ; par exemple, pour une déformation de 0,2, la fraction de martensite formée est de 0,2 pour une température de 0°C alors qu'elle est de 0,6 pour une température de -30°C. Ceci est dû au fait que la germination de la martensite est plus facile aux basses températures, et qu'elle devient de plus en plus difficile avec l'augmentation de la température. En d'autres termes, plus on s'éloigne de la température  $M_s$  vers les hautes températures, plus il faudra que le travail mécanique nécessaire pour provoquer la transformation soit grand ( $M_s$  étant la température à laquelle la martensite se forme sans application de contrainte externe).
- $T \geq 50^\circ\text{C}$  : il n'y a pas de transformation martensitique avant rupture.

#### **I-4-3-1 Influence de la vitesse de déformation**

La vitesse de déformation est un facteur qui influe beaucoup la cinétique de la transformation martensitique [I-43]. La figure I-29 représente l'évolution de la fraction martensitique en fonction de la déformation pour l'acier austénitique instable AISI 304 à température ambiante et pour deux vitesses de traction différentes ( $10^{-3}\text{s}^{-1}$  et  $10^3\text{s}^{-1}$ ).

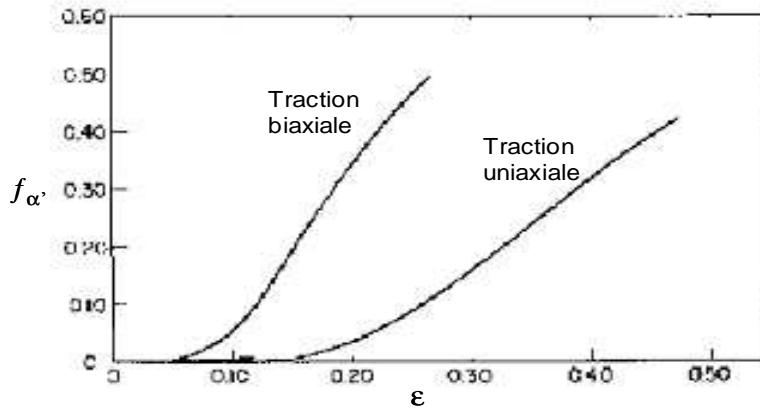


**Figure I-29 : Fraction volumique de martensite formée en fonction de la déformation vraie à différentes vitesses de déformation (AISI304) [I-45]**

Pour les faibles déformations (jusqu'à  $\epsilon = 0,2$ ), la fraction de martensite formée augmente avec la vitesse de déformation. Puis, pour les grandes déformations, la tendance s'inverse. La fraction de martensite formée est beaucoup plus importante pour les faibles vitesses de déformation. Ceci s'explique par le fait que dans le cas des fortes vitesses de déformation, la chaleur latente de formation de la martensite et la chaleur liée à la déformation plastique deviennent trop importantes pour permettre à la transformation martensitique de se poursuivre. Talonen et al. [I-46] montrent que dans l'acier austénitique instable AISI 304, une déformation de 30% avec une vitesse de déformation de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  s'accompagne d'une élévation de température de  $60^{\circ}\text{C}$ .

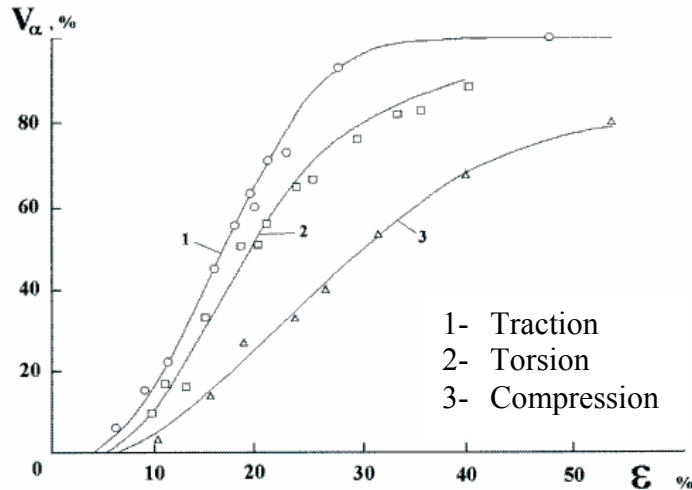
#### **I-4-3-2 Influence du mode de chargement sur la transformation**

La germination de la martensite induite par déformation a lieu essentiellement dans les défauts de structure créés dans la phase mère. Spécifiquement, dans les aciers austénitiques, les germes de martensite se forment préférentiellement aux intersections des bandes de cisaillement [I-42, I-45]. La figure I-30 représente l'évolution de la fraction martensitique en fonction de la déformation de l'acier austénitique AISI 304 à température ambiante pour deux modes de chargement différents : une traction uniaxiale et une traction biaxiale. Elle est plus élevée dans le cas d'une traction biaxiale qu'en traction uniaxiale. Ceci est dû au grand nombre d'intersections des bandes de cisaillement formées lors d'une traction biaxiale.



**Figure I-30 : Fraction volumique de martensite formée en fonction de la déformation vraie pour une traction biaxiale et une traction uniaxiale (AISI304) [I-42]**

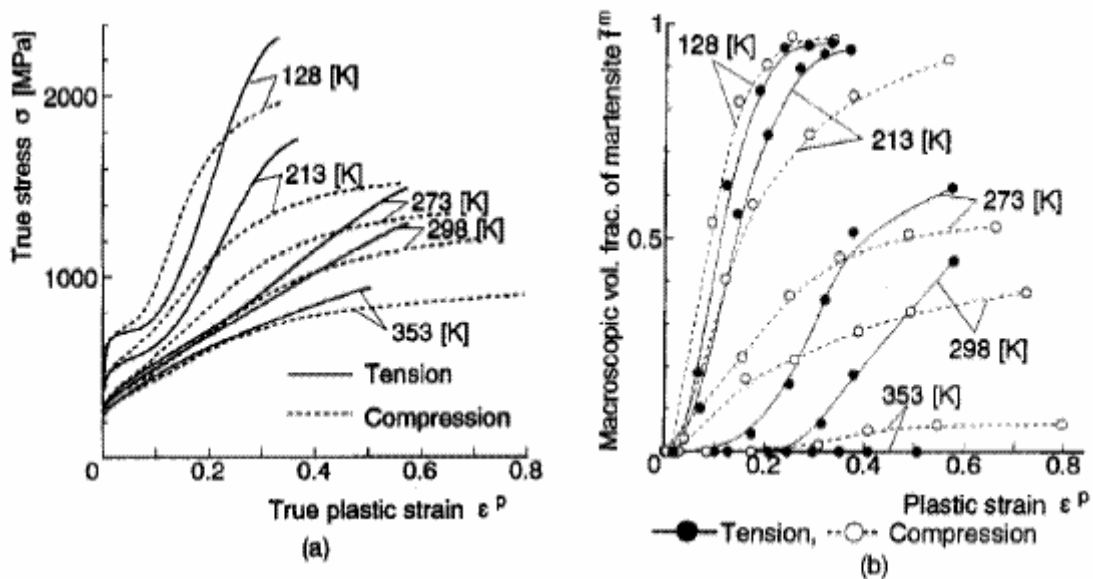
De plus Lebedev [I-42] a effectué des essais de traction uniaxiale, de torsion et compression sur un acier austénitique type AISI 304. Les résultats de la figure I-31 montrent que l'on transforme plus rapidement en traction uniaxiale, qu'en torsion et enfin en compression. Les auteurs expliquent ceci par le fait qu'en traction uniaxiale, le nombre de sites de germination de la martensite est plus élevé. Les résultats de Furnémont [I-43] sur des aciers TRIP multiphasés vont dans le même sens.



**Figure I-31 : Fraction volumique de martensite formée en fonction de la déformation pour différents modes de chargement (AISI304) [I-42]**

Néanmoins, Miller et MacDowell [I-47] ont mesuré une plus forte fraction de martensite formée en compression comparée à la torsion. Les expériences effectuées par Iwamoto [I-48] et al. indiquent également que la transformation martensitique est plus

précoce pour de plus petites déformations en compression uniaxiale qu'en traction uniaxiale comme le montre la figure I-32.



**Figure I-32 : Courbes de contrainte-déformation (a) et évolution de la fraction de martensite en fonction de la déformation plastique pour des essais de traction et de compression uniaxiale pour différentes températures [I-48]**

Les travaux d'Andersson [I-49] sur l'emboutissage des aciers inoxydables de type 304 montrent qu'il existe une relation entre la fraction volumique de martensite formée et la déformation en épaisseur  $\epsilon_3$  pour différents trajets de chargement. Ces auteurs définissent ainsi une équation empirique, définissant l'évolution de la fraction de martensite en fonction de la déformation plastique en épaisseur. La quantité de martensite formée augmente avec la déformation en épaisseur : la traction équibiaxée est alors le mode de déformation le plus favorable à une transformation de l'austénite.

Ces différents résultats montrent que d'une manière générale, la fraction de martensite formée augmente lorsque le facteur de triaxialité de contraintes augmente.

## **I-5 La fragilisation des aciers austénitiques instables par l'hydrogène**

La fragilisation par l'hydrogène des aciers est l'une des causes importantes de rupture de pièces dans l'industrie. Le phénomène a été mis en évidence il y a plus d'un siècle et beaucoup d'études y ont été consacrées et ont contribué notamment à la mise en œuvre de méthodes d'étude et de prévention.

Les situations qui peuvent amener à des phénomènes de fragilisation peuvent se résumer en ce qui suit:

- introduction de l'hydrogène dans le matériau au cours de l'élaboration ou lors d'opérations de transformation et de mise en œuvre (traitements thermiques, soudage) ;
- utilisation des aciers en présence d'hydrogène ou de mélanges gazeux hydrogénés ;
- hydrogène produit par des réactions électrolytiques comme lors de traitements de surface ou la protection cathodique des aciers ;
- hydrogène provenant des réactions de corrosion.

L'étude qui suit concernera essentiellement le cas de l'introduction de l'hydrogène dans le matériau au cours de l'élaboration ou lors d'opérations de transformation et de mise en œuvre.

### **I-5-1 Interaction hydrogène-métal**

L'hydrogène est le plus petit des atomes. Son rayon atomique est du même ordre de grandeur que la taille des sites interstitiels d'un réseau métallique. Cette petite taille lui permet d'entrer facilement en solution d'insertion dans les métaux usuels. Dans le cas du fer et de ses alliages à la température ambiante, les sites interstitiels privilégiés sont les sites tétraédriques pour une structure cubique centrée et les sites octaédriques pour une structure cubique à faces centrées.

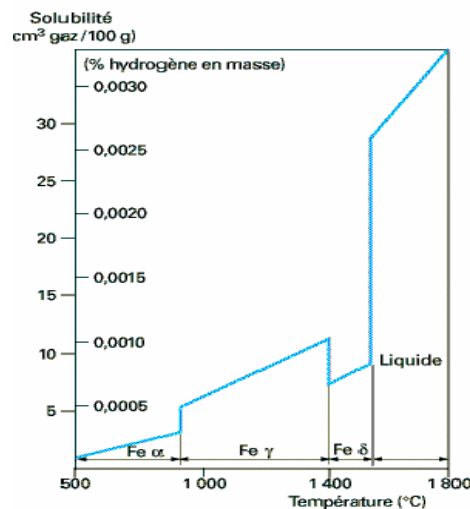
De part sa taille, sa masse et l'existence d'une forte densité de sites interstitiels disponibles, la mobilité de l'atome d'hydrogène est très grande dans la plupart des réseaux métalliques ; à la température ambiante, elle est généralement supérieure de plus de dix ordres de grandeur à celle des autres interstitiels.

D'autre part, l'aptitude de l'hydrogène interstitiel à transférer sa charge électronique aux atomes proches voisins, est à l'origine de son rôle particulier sur la cohésion des réseaux métalliques et notamment son effet fragilisant.

### I-5-1-1 Solubilité de l'hydrogène dans les aciers

La solubilité de l'hydrogène dans un matériau est étroitement liée à son interaction électronique avec le métal, et donc à la structure électronique du métal considéré. Dans les aciers et dans les conditions normales, elle est généralement faible. Cela entraîne une tendance de l'hydrogène interstitiel à ségréger dans des sites microstructuraux énergétiquement plus favorables (défauts, interfaces,...).

Sous pression constante, la solubilité d'hydrogène dans le fer diminue avec la température comme montré sur la figure I-33. La solubilité est beaucoup plus importante dans la phase liquide que dans la phase solide et en phase solide, la solubilité dans le fer  $\gamma$  est plus importante que dans le fer  $\alpha$ . Au cours de la solidification, l'hydrogène a tendance à se concentrer dans la phase liquide. Les zones solidifiées en dernier seront donc enrichies en hydrogène. De même, pendant le refroidissement en phase solide, l'hydrogène se concentre dans les zones ségréguées enrichies en éléments d'alliage pour lesquelles la transformation  $\gamma / \alpha$  se produira à plus basse température que pour la matrice.



**Figure I-33 : Solubilité de l'hydrogène dans le fer en fonction de la température [I-40]**

Une relation empirique entre la solubilité et le champ de contrainte élastique a été établie et s'exprime comme suit [I-40]:

$$S_{\sigma_H} / S_0 = \exp(\sigma_H V_H / R T) \quad (\text{I-38})$$

$S_{\sigma_H}$ : solubilité sous un champ de contrainte

$S_0$ : solubilité sous contrainte nulle

$\sigma_H$  : contrainte

$V'_H$  : volume molaire de l'hydrogène

Cette relation prévoit une augmentation de la solubilité en présence d'une contrainte hydrostatique de traction et une diminution pour une contrainte hydrostatique de compression.

En résumé, on peut dire que la faible solubilité de l'hydrogène dans les aciers (forte tendance à la ségrégation), sa forte mobilité (aptitude à la ségrégation), et la distribution hétérogène de l'hydrogène due à la présence de champs de contrainte sont des facteurs à l'origine des phénomènes de piégeage de l'hydrogène et constituent de ce fait la base des propriétés fragilisantes de l'hydrogène présent dans les aciers.

### I-5-1-2 Diffusion de l'hydrogène dans les aciers

Le transport des atomes d'hydrogène dans les aciers se fait essentiellement par diffusion. Cette diffusion est généralement contrôlée par un gradient de concentration (application des lois de Fick) mais peut aussi être contrôlée par un champ de contrainte ou encore un gradient de température. Expérimentalement, pour le calcul du coefficient de diffusion, on procède à des mesures de perméabilité, c'est-à-dire l'analyse de l'évolution du flux d'hydrogène au travers d'une paroi métallique en fonction du temps. Cette grandeur est particulièrement importante puisqu'elle représente le nombre d'atomes d'hydrogène qui peuvent migrer dans le matériau dans des conditions de pression et de température données.

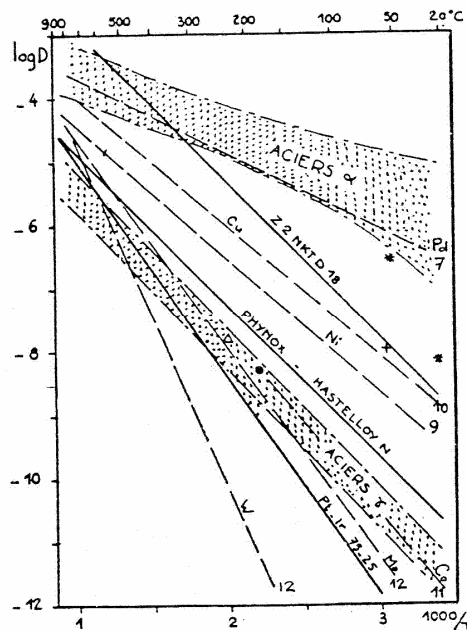


Figure I-34 : Evolution du coefficient de diffusion de l'hydrogène dans différents métaux [I-50]

Tison [I-50] ont déterminé expérimentalement l'évolution du coefficient de diffusion de l'hydrogène dans différents métaux et alliages utilisés dans l'industrie, présentée sur la figure I-34.

Dans le cas des aciers, le coefficient de diffusion est fortement dépendant de la structure cristallographique de l'acier. En effet, le coefficient de diffusion de l'hydrogène dans la phase ferritique est beaucoup plus grand que dans la phase austénitique. Ceci est à prendre en compte pour interpréter le comportement des structures biphasées en présence d'hydrogène. Ainsi, l'aptitude à l'absorption d'hydrogène des aciers inoxydables austénitiques instables variera en fonction de la teneur en martensite  $\alpha'$  formée au cours d'une déformation plastique.

Il existe un second mécanisme de transport d'hydrogène qui est le transport d'hydrogène par les dislocations. Ce phénomène qui constitue la base de certains mécanismes de fragilisation et qui sera décrit plus loin, suppose l'existence d'un piégeage de l'hydrogène par les dislocations et le transport accéléré des atomes d'hydrogène par les dislocations mobiles.

## **I-5-2 Mécanismes de fragilisation par l'hydrogène**

De nombreux mécanismes ont été proposés pour interpréter les différentes formes d'endommagement par l'hydrogène du fer et des aciers. Ils peuvent être classés en trois grandes familles de mécanismes basés sur des transformations de phases, des processus de décohésion ou des interactions hydrogène-déformation (augmentation de la plasticité locale par l'hydrogène).

### **I-5-2-1 Fragilisation induite par la formation d'une nouvelle phase**

La formation d'une nouvelle phase associée à une sursaturation en hydrogène dans des conditions de température et de pression données et/ou assistée par un champ de contrainte peut induire une forte fragilité de certains matériaux.

Dans le cas des aciers austénitiques, la formation de martensite par écrouissage peut conduire à l'apparition de phénomènes de fragilisation par l'hydrogène. Cependant, Pan et al. [I-51] ont montré que la formation de la martensite  $\alpha'$  n'est pas une condition nécessaire pour la fragilisation par l'hydrogène dès lors que la teneur de l'hydrogène et l'intensité des contraintes dans l'acier sont suffisantes. Pour preuve, ils ont étudié l'influence de l'hydrogène sur l'acier austénitique stable AISI310S (il n'y a pas de formation de martensite) et ils ont montré que



dans un échantillon chargé en hydrogène, la rupture s'amorce pour des contraintes bien inférieures à celles d'un échantillon non chargé.

D'autres travaux [I-52] [I-53] ont montré le même phénomène à savoir que les aciers austénitiques stables sont fragilisés quand ils sont chargés (chargement cathodique ou thermique) en hydrogène. Par contre un environnement sous hydrogène ne fragilise pas ce type d'aciers.

A l'inverse, les aciers austénitiques instables sont fragilisés dans les deux cas (dans un environnement d'hydrogène ou lorsqu'ils sont chargés) et leur fragilisation est plus sévère que celle des aciers austénitiques stables. Han et al [I-53] ont montré que la vitesse de propagation de fissure dans un acier austénitique instable AISI301 à différents taux d'hydrogène (où on voit l'effet fragilisant de l'hydrogène), est d'autant plus grande que la teneur en hydrogène est élevée, de plus, les contraintes d'amorçage de fissures sont plus faibles que pour l'acier austénitique stable AISI310S.

#### **I-5-2-2 Fragilisation par décohésion du réseau cristallin induite par l'hydrogène**

L'hydrogène peut induire différents types de décohésion du réseau cristallin en fonction de la nature de l'environnement et des conditions de sollicitation du matériau.

##### **a) Mécanisme de diminution de l'énergie de surface en tête de fissure**

La diminution de l'énergie d'une surface métallique sous l'effet de l'adsorption d'atomes d'hydrogène est basée sur la relation de Gibbs. Ce phénomène a pour effet de diminuer la contrainte nécessaire à la propagation d'une fissure exposée à un environnement source d'hydrogène. Ce mécanisme, qui privilégie le rôle d'un processus d'adsorption, ne peut être valide que si l'adsorption d'hydrogène sur la surface est importante. Cela suppose un taux de recouvrement en hydrogène élevé, donc une température modérée ainsi qu'un environnement et un état de la surface favorables. Ce mécanisme peut également être applicable à des phénomènes de rupture intergranulaire induite par l'hydrogène en présence d'impuretés ségréguées aux joints des grains.

## **b) Mécanisme de décohésion : interactions électroniques hydrogène/métal**

Ce mécanisme attribue un rôle déterminant à l'hydrogène interstitiel dans le processus de fragilisation d'un matériau soumis à des sollicitations mécaniques. Il est basé sur l'augmentation de la concentration locale en hydrogène dans des champs de contrainte hydrostatique positive en tête de fissure et sur un affaiblissement des liaisons métal-métal par modification de l'environnement électronique des atomes. L'effet est d'autant plus marqué que la concentration locale en hydrogène est grande. Le paramètre principal est l'intensité du champ de contrainte qui dépend des conditions de sollicitation mécanique et de la microstructure du matériau. Ce mécanisme est fréquemment évoqué pour expliquer la fragilisation et la rupture différée des aciers à hautes caractéristiques mécaniques.

### **1-5-2-3 Fragilisation associée à une interaction hydrogène-dislocations**

#### **a) Transport de l'hydrogène par les dislocations**

Le mécanisme de fragilisation associé à un transport par les dislocations est basé sur l'existence d'un piégeage de l'hydrogène dans le cœur et le champ de contrainte des dislocations et sur la possibilité d'un transport accéléré de l'hydrogène par les dislocations en mouvement. On suppose que, dans certaines conditions, les dislocations mobiles peuvent accumuler l'hydrogène sur des défauts qui constituent des obstacles à leur mouvement. Cette accumulation d'hydrogène, combinée à l'existence de fortes contraintes associées aux empilements de dislocations, peut favoriser l'amorçage et/ou la propagation d'une fissure [I-54].

#### **b) Plasticité locale induite par l'hydrogène**

Ce mécanisme est également basé sur l'existence d'une interaction de l'hydrogène avec le champ de contrainte des dislocations. La localisation préférentielle d'hydrogène dans le champ de contrainte hydrostatique de traction a pour effet de diminuer les interactions élastiques dislocation-dislocation ou dislocation-atome d'impuretés par une minimisation de l'énergie du système. Il en résulte une augmentation locale de la mobilité des dislocations dans le matériau hydrogéné qui conduit à la rupture par plastification localisée.

## I-6 Conclusion

Cette revue bibliographique nous a permis de déterminer les différents facteurs responsables du phénomène de la rupture différée dans les aciers austénitiques instables. La principale différence entre les aciers austénitiques stables et instables est que, dans ces derniers, il y a la formation d'une nouvelle phase, la martensite qui est induite par déformation plastique. La formation de cette nouvelle phase améliore les propriétés thermomécaniques de ces aciers en augmentant leur résistance mécanique ainsi que leur allongement. La transformation martensitique est elle-même dépendante de plusieurs facteurs :

- la teneur en éléments d'alliage (principalement le carbone, le nickel, et le chrome)
- la température : la fraction de martensite qui se forme est d'autant plus grande que la température est basse,
- la vitesse de déformation : la fraction de martensite formée est plus grande pour les faibles vitesses,
- le mode de chargement : la fraction de martensite est différente selon le mode de chargement, elle est plus grande en traction qu'en compression par exemple.

De plus, la présence d'hydrogène dans l'acier influe sur la résistance à la rupture différée. La différence de solubilité et de diffusion de l'hydrogène dans l'austénite par rapport à la martensite, favorise la ségrégation de cet élément aux interfaces austénite/martensite et cause ainsi la fragilisation du matériau. Cette dernière est accentuée par la présence de contraintes internes dans le matériau.

L'interdépendance de ces facteurs rend l'étude de la rupture différée complexe. De ce fait, nous allons simplifier l'approche dans un premier temps. Nous commencerons par caractériser la transformation martensitique sous chargement uniaxial (traction monotone) sans prendre en compte l'effet hydrogène. Dans un deuxième temps, nous étudierons l'effet de l'état de contrainte en procédant à des chargements où les modes de déformation sont beaucoup plus complexes. Pour cela, nous réaliserons des essais d'emboutissage profond à différents rapports d'emboutissage avec avalement complet du métal. Dans les deux cas, la transformation martensitique induite par la déformation sera liée au comportement thermomécanique du matériau et à son comportement vis-à-vis de la rupture différée. Pour la caractérisation expérimentale de la transformation martensitique, nous utiliserons plusieurs techniques d'investigations dont la principale est la diffraction des rayons X. Ces techniques sont détaillées dans le chapitre suivant.

## Références

- [I-1] : M. Schaeffler, « **Constitution diagram for stainless steel weld metal** », Metal Progress, 56, (1949), pp. 680-681.
- [I-2] : M. Spiedel, P. Uggowitzer, « **High manganese, high nitrogen austenitic stainless steel : their strength and toughness** », Proceedings of Conference of High Manganese high Nitrogen Austenitic Steels, USA, (1992), pp. 135-141.
- [I-3] : N. Suutala, « **Effect of manganese and nitrogen on the solidification mode in austenitic stainless steel welds** », Metallurgical Transaction A, Vol. 13A, (1982), pp. 2121-2130.
- [I-4] : P. Lacombe, G. Beranger, « **Structures et diagrammes d'équilibre des divers nuances d'aciers inoxydables : conséquences sur leur traitements thermiques** », les éditions de physique, (1990), pp. 13-58.
- [I-5] : P.J. Cunat, « **Aciers inoxydables : Propriétés, résistance à la corrosion** », Techniques de l'ingénieur, M 4 541.
- [I-6] : C.B. Post, W.S. Eberly, Transactions of the A.S.M, Vol 39, (1947), pp. 868-890.
- [I-7] : H. Sumitomo, « **Earing and delayed cracking of deep drawn cups of austenitic stainless steel sheets** », Advanced Technology of Plasticity, Vol 2, (1976), pp. 1289-1296.
- [I-8] : W. Schaller, Sheet Metal Industries, (1972), pp. 621-624.
- [I-9] : C.A. Altstetter, Metallurgical Transaction A, Vol. 18A, (1987), pp. 123-129.
- [I-10] : K. Mazanec, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol 233, (1965), pp. 1602-1607.
- [I-11] : M.S. Ragab, « **Effect of ironing on the residual stresses in deep drawn cups** », Journal of Materials Processing Technology, Vol 99, (2000), pp. 54-61.
- [I-12] : E. Siebel, W. Mühlhäuser, *Mitt. Forschungsgesellschaft f. Blechverarbeitung*. 21 (1954), pp. 241-244.
- [I-13] : S.J. Kim, C.G. Lee, S. Lee, « **Effects of heat treatment and alloying elements on the microstructures and mechanical properties of 0.15 wt pct C Transformation-Induced-Plasticity-Aided cold-rolled steels sheets** », Metallurgical and Material Transaction A, (2001), pp. 505-514.

- [I-14]: C. Liu, A. Bottger, T. De Keijser, T. Mittemeijer, Scripta Metallurgica, 24, (1990), pp. 509-514.
- [I-15]: K. Tsuzaki, T. Fukiage, T. Maki, I. Tamura, « **The Effect of Ni Content on the Isothermal Character of Lath Martensitic Transformation in Fe-Ni Alloys** », Material Science Forum, 56-58, (1990), pp. 229-234.
- [I-16]: G.B. Onink, E.J. Mittemeijer, Scripta Materialia, « **The lattice parameters of austenite and ferrite in Fe-C alloys as functions of Carbon concentration and temperature** » 29, (1993), pp. 1011-1016.
- [I-17]: T. Maki, Materials Science Forum, « **Microstructure and mechanical behaviour of ferrous martensite** », 56-58, (1990), pp. 157-168.
- [I-18]: N. Suutala, « **Effect of manganese and nitrogen on the solidification mode in austenitic stainless steels** », Metallurgical Transactions A, Vol. 13A, (1982), pp. 2121-2132.
- [I-19]: E.Z. Vintaikin, G.I. Nosova, « **On the 95<sup>th</sup> birthday of G.V. Kurdjumov** », Metal Science and Heat Treatment, 39, N°1-2, (1997), pp. 70-76.
- [I-20]: G.V. Kurdjumov, Journal of Iron Steel Inst, (1960), 195, pp. 26-27.
- [I-21]: E.C. Bain, Trans. AIME, 70, (1924), pp. 25-30.
- [I-22]: B.A. Greninger, A.R. Troiano, Trans. AIME, 140, (1940), pp. 307-313.
- [I-23]: Z. Nishiyama, Sci. Rep. Tohoku Univ., 23, (1934), pp. 637-645.
- [I-24]: J.R. Patel, M. Cohen, « **Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation** » Acta Mater. I, (1953), pp. 531-538.
- [I-25]: F. Lecroisey, A. Pineau, Metallurgical Transaction A, 3, (1972), pp. 387-396.
- [I-26]: G.B. Olson, M. Cohen, Metallurgical Transaction, Vol6A, (1975), pp. 791-795.
- [I-27]: J.P. Bricout, Thèse de Doctorat (1984), université de Valenciennes.
- [I-28]: S. Degallaix, Thèse de Doctorat, (1986), USTL.
- [I-29]: M. Botshekan, « **Comportement mécanique et stabilité microstructurale d'un acier inoxydable austénitique type AISI 316LN sous forte plasticité monotone et cyclique** », Thèse de Doctorat (1997), Ecole Centrale Lille.
- [I-30]: E. Fukushima, Japanese Journal of Materials and Strength, Vol10, (1975), pp. 20-26.

- [I-31] : W. Mitter, Umwandlungsplastizität und ihre Berücksichtigung bei der Berechnung von Eigenspannungen. Materialkundlich-Technische, Stuttgart, Allemagne, (1987).
- [I-32] : M. De Jong, G.W. Rathenau, Acta Metallurgica, 9, (1961), pp. 714-721.
- [I-33] : G.W. Greenwood, R.H. Johnson, « **The deformation of metals under small stresses during phase transformation** », Proc. Roy. Soc. A283, (1965), pp. 403-422.
- [I-34] : F. Abrassart, « **Influence des transformations martensitiques sur les propriétés mécaniques des alliages du système Fe-Ni-Cr-C** », Thèse de doctorat ès-Sciences Physiques, Université de Nancy (1972).
- [I-35] : R.A. Kot, V. Weiss, Metallurgical Transaction A, 1, (1970), pp. 6280-2685.
- [I-36] : C.L. Magee, « **Phase transformations** », ASM, Metals Park, Ohio (1), (1970), pp. 15-150.
- [I-37] : E. Gautier, J.S. Zhang, X.M. Zhang, « **Martensitic transformation under stress in ferrous alloys : Mechanical behaviour and resulting morphologies** » Journal de Physique IV, Vol 5, (1994), pp. 41-50.
- [I-38] : J.C. Videau, G. Cailletaud, A. Pineau, « **Experimental study of the Transformation-Induced Plasticity in Cr-Ni-Mo-Al-Ti steel** », Journal de Physique IV, (1994), pp. 227-232.
- [I-39] : F. Azzouz, G. Cailletaud, T. Antretter, F.D. Fischer, « **Transformation Induced Plasticity (TRIP) in steels subjected to nonmonotonic loading paths : experiments and theory** », Proceedings Plasticity (2000), Vancouver, pp. 175-177.
- [I-40] : T. Antretter, F.D. Fischer, G. Cailletaud, « **Theory, experiments and numerical modelling of phase transformations with emphasis on TRIP** » International Conference on TRIP-aided high strength ferrous alloys (2002), pp. 237-246.
- [I-41] : R. Kubler, « **Comportement thermomécanique des aciers à effet TRIP : Approches micromécaniques et phénoménologiques, applications à la mise en forme** », Thèse de doctorat, ENSAM de Metz (2004).
- [I-42] : A.A. Lebedev, « **Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels** », International Journal of Plasticity, Vol 16, (1999), pp. 749-767.

- [I-44] : Q. Furnémont, « **The micromechanics of TRIP-assisted multiphase steels** », Thèse de doctorat, Université catholique de Louvain, Belgique, (2003).
- [I-45] : L.E. Murr, « **Effect of strain state an strain rate on deformation induced-transformation in 304 stainless steel : Part II. Microstructural study** », Metallurgical Transaction A, Vol 13A, (1982), pp. 627-635.
- [I-46] : J. Talonen, P. Nenonen, G. Pape, H. Hänninen « **Effect of strain rate on the strain induced martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels** », Metallurgical and Materials Transactions A, (2005), pp. 421-431.
- [I-47] : M.P. Miller, D.L. McDowell, « **The effect of stress stae on the large strain inelastic deformation behaviour of 304L stainless steel** », Journal of Engineering and Material Technology, (1996), pp. 118-128.
- [I-48] : T. Iwamoto, T. Tsuta, Y. Tomita, « **Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in TRIP steels and modelling of transformation kinetics** », International Journal of Mechanical sciences, Vol 40, (1998), pp. 173-182.
- [I-49] : R. Andersson, « **Deformation characteristics of stainless steels** », Thèse de doctorat, Division of manufacturing systems engineering, Luleå tekniska universitet (2005).
- [I-50] : A. Château, P. Delafosse, J. Magnin, « **Numerical simulations of hydrogen-dislocation interactions in fcc stainless steels: hydrogen effects on crack tip plasticity at a stress corrosion crack** », Acta Materialia, Vol 50, (2001), pp. 1523-1538.
- [I-51] : P. Tison, Thèse de doctorat, Paris 6, (1983).
- [I-52] : J. Pan, L. Liang, « **Hydrogen embrittlement induced by atomic hydrogen and hydrogen-induced martensites in type 304L stainless steel** », Material Science and Engineering A, (1999), pp. 1-6.
- [I-53] : O.A. El-Kebir, A. Szummer, « **Comparison of hydrogen embrittlement of stainless steels and nickel-base alloys** », International Journal of Hydrogen, 27, (2002), pp.793-800.
- [I-54] : J. Han, K. Yokogawa, « **Effect of strain-induced martensite on hydrogen environment embrittlement of sensitized austenitic stainless steels at low temperatures** », Acta Materialia, 46, (1998), pp. 4559-4570.

## **Chapitre II**

**« La diffraction des rayons X appliquée à la  
caractérisation de la transformation  
martensitique dans l'acier austénitique  
301LN »**





<b>II-1 Introduction</b>	67
<b>II-2 Matériau de l'étude</b>	68
II-2-1 Composition chimique	68
II-2-2 Elaboration de l'alliage étudié	69
<b>II-3 Caractérisation mécanique</b>	69
II-3-1 Essais de traction monotone	69
II-3-2 Essais d'emboutissage	71
II-3-2-1 Description des essais	71
II-3-2-2 Mesure des déformations dans les emboutis	74
II-3-2-3 Contraintes tangentielles dans les emboutis	75
<b>II-4 Analyse microstructurale</b>	76
II-4-1 Préparation des échantillons	76
II-4-2 Procédure d'attaque pour métallographie optique	76
II-4-3 Microscopie optique et Microscopie électronique à balayage	77
<b>II-5 Analyse intraphase par diffraction des rayons X</b>	78
II-5-1 Principe de la méthode	78
II-5-2 Dosage de phase	79
II-5-3 Analyse de contraintes dans les phases par diffraction des rayons X	80
II-5-3-1 Définitions et origines des contraintes résiduelles	81
II-5-3-2 Classification et ordres de contraintes	83
II-5-3-3 Loi des $\sin^2\psi$	84
II-5-3-4 Méthodologie d'analyse de contrainte dans un biphasé	88
II-5-3-5 Conditions expérimentales et appareillages utilisés	88
II-5-3-6 Analyse in-situ	89
<b>II-6 Conclusion</b>	90
<b>Références</b>	91

## II-1 Introduction

Dans le chapitre précédent, ont été mis en évidence l'influence de la transformation martensitique induite par déformation plastique sur le comportement thermomécanique et la sensibilité à la rupture différée des aciers austénitiques instables. Ainsi, étudier la sensibilité à la rupture différée d'un acier austénitique instable nécessite la caractérisation de la transformation martensitique.

Cela revient notamment à déterminer les différents changements métallurgique et mécanique de l'acier étudié au cours de la transformation martensitique :

- la ou les phases créées (martensite  $\alpha'$  ou  $\epsilon$ ),
- l'évolution de la texture cristallographique des différentes phases existantes (austénite et martensite),
- l'évolution de l'état de contraintes dans le matériau à l'échelle de la structure et à celle des phases .

Cette caractérisation est réalisée à l'aide de méthodes expérimentales appropriées. Le développement qui suit fait référence à ces méthodes et plus particulièrement à la Diffraction des Rayons X (DRX). Outre l'identification de phases, le dosage de phase pour la détermination des cinétiques de transformation, la diffraction est la seule méthode permettant la détermination de l'état de contrainte dans chaque phase d'un matériau multiphasé.

En plus de la présentation du matériau et des différents essais mécaniques réalisés, nous présentons dans ce chapitre les méthodes expérimentales utilisées. D'une part, les méthodes utilisées pour décrire et étudier les phénomènes qui ont lieu à l'échelle de la structure que ce soit les éprouvettes de traction ou les godets emboutis.

D'autre part, nous décrivons les méthodes expérimentales qui permettent l'étude des phénomènes qui ont lieu à l'échelle des phases que ce soit la phase mère « austénite » ou la phase créée « martensite ».

## II-2 Matériau de l'étude

### II-2-1 Composition chimique

Le matériau utilisé pour cette étude est un acier austénitique instable de la famille AISI301 fourni par Ugine & Alz sous forme de tôles minces d'épaisseur de 1mm. Sa dénomination Ugine & Alz est ALZ 301LN-2B, ce qui correspond à la désignation européenne X2CrNiN18-7. Le L signifie que l'acier a une faible teneur en carbone, et le N signifie que cet acier est allié à l'azote. Le terme 2B signifie que l'acier est à l'état recuit. La composition chimique de l'acier est donnée dans le tableau II-1.

Tableau II-1 : Composition chimique de l'acier 301LN (% massique). Données Ugine & Alz.

Nuance	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Cu	Mo	Co	N
301 LN	0,023	1,580	0,026	0,003	0,640	6,570	17,4	0,190	0,190	0,090	0,105

Le caractère inoxydable de cet acier est dû à la teneur en chrome supérieure à 12% qui permet la formation en surface d'une couche d'oxyde protectrice. Le nickel et le manganèse sont des éléments gammagènes qui stabilisent la phase austénitique même à température ambiante. Le pourcentage en carbone dans cet acier est faible, notamment pour améliorer la soudabilité, mais aussi dans le but d'éviter la formation de carbures de chrome, cause de la corrosion intergranulaire.

L'acier 301LN possède une faible teneur en nickel (6,57%) comparativement aux autres nuances. Cette teneur est suffisante pour obtenir de l'austénite à température ambiante mais celle-ci sera instable et se transformera en martensite sous l'effet d'une déformation plastique. Il existe plusieurs relations empiriques qui rendent compte de la stabilité de l'austénite dans les aciers austénitiques, comme l'indice  $\Delta$  et l'indice I, présentés au chapitre I (I-6 et I-8).

Plus l'indice I est grand, plus l'austénite est instable. Dans notre cas, l'indice I du 301LN est égal à 5,65 ce qui est beaucoup plus élevé que celui de l'acier austénitique AISI 304 le plus utilisé dans l'industrie ( $I = 1,94$ ), ce qui rend compte de la forte instabilité de l'austénite dans la famille des aciers austénitiques 301. Il est à noter aussi, que l'acier 301LN contient une teneur non négligeable en azote. Cet élément gammagène a pour principal effet d'améliorer la résistance mécanique de l'acier.

## II-2-2 Elaboration de l'alliage étudié

L'alliage 301LN étudié est destiné au marché de l'automobile pour la réalisation de pièces mécaniques, de ressorts, mais aussi des pièces embouties [II-1]. Les aciers de l'étude ont été produits directement sous la forme de tôles minces. Ces tôles fournies par Ugine & Alz sont mises en forme par laminage à partir de lingots. Ces lingots subissent plusieurs laminages à chaud (à 1200°C et 1000°C) jusqu'à une épaisseur de 2,5 mm puis un laminage à froid jusqu'à une épaisseur finale de 1mm. La largeur maximale des tôles alors obtenue est de 1320 mm. Après découpe à la cisaille, les tôles subissent un traitement thermique d'hypertrempe dont le but est d'obtenir à la température ambiante une structure austénitique homogène. Pour ce faire, on chauffe l'alliage entre 1 000 et 1 150°C, suivant la nuance. Le maintien à cette température est de l'ordre de 1 à 3 minutes par millimètre d'épaisseur. Il est suivi d'un refroidissement très rapide dans l'air ou dans l'eau. Les tôles sont enfin décalaminées à l'acide chlorhydrique dilué.

## II-3 Caractérisation à l'échelle macroscopique

### II-3-1 Essais de traction monotone

Des essais de traction à différentes vitesses, et à différentes températures sont réalisés afin de caractériser le comportement thermomécanique de l'acier étudié et la transformation martensitique induite par déformation plastique sous chargement uniaxial.

A cause de l'instabilité de l'austénite, l'usinage des éprouvettes a été réalisé avec soin. Toutes les éprouvettes ont les mêmes dimensions, elles sont indiquées sur la figure II-1.

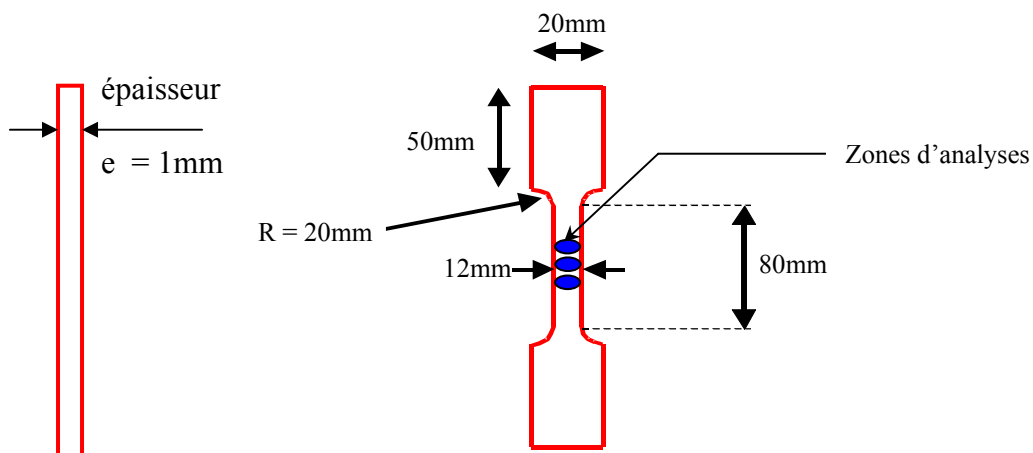


Figure II-1 : Dimensions des éprouvettes de traction monotone, trois zones d'analyses

Les éprouvettes ont été découpées dans une tôle suivant trois directions différentes : direction de laminage DL, direction transverse DT et une troisième direction à 45° de la direction de laminage. Pour vérifier la qualité des éprouvettes et s'assurer que leur état initial est bien austénitique, nous avons effectué des analyses par diffraction des rayons X sur différentes zones des échantillons : aucune présence de martensite n'a été observée même aux bords des éprouvettes.

Les essais ont été réalisés sur une machine de traction de type MTS 100kN à déplacement de traverse mécanique équipée d'une enceinte thermique dispositif permettant la réalisation d'essais en température. Plusieurs séries d'essais de traction à différentes pré-déformations et à rupture, ont été réalisées à différentes températures (20°C, 85°C et 120°C), et pour deux vitesses de déformation ( $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ ).

Le suivi de la température de l'éprouvette a été réalisé en utilisant un thermocouple (chromel-alumel type K) soudé au centre de l'éprouvette. Les mesures de déformations ont été réalisées en utilisant un extensomètre placé au centre de l'éprouvette. Après traction, sur chacune des éprouvettes, une analyse microstructurale est effectuée en trois zones différentes (figure II-1) : des observations par microscopie optique pour l'étude de l'évolution de la microstructure de déformation, des essais de microdureté, et une caractérisation par diffraction des rayons X.

## **II-3-2 Essais d'emboutissage**

Les essais d'emboutissage ont pour but l'étude de la sensibilité de l'acier 301LN vis-à-vis du phénomène de rupture différée, mais aussi l'influence d'un changement de mode de déformation sur la transformation martensitique. Ces essais ont été réalisés au centre de recherche d'UGINE et ALZ, à Isbergues.

### **II-3-2-1 Description des essais**

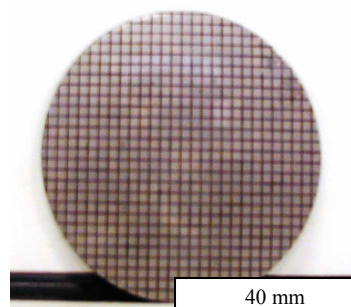
Les essais d'emboutissage ont été réalisés d'une part sur la nuance principale décrite dans le paragraphe II-2, mais aussi sur deux autres nuances appartenant à la même famille d'acier austénitique instable 301 et dont les compositions chimiques sont données dans le tableau II-2.

*Tableau II-2 : Composition chimique des différentes nuances d'aciers de la famille 301 (% massique)*

Nuance	C	Mn	P	Si	Ni	Cr	Cu	Mo	Co	N	Epaisseur (mm)
301LN Nuance 1 principale	0,023	1,580	0,026	0,640	6,570	17,400	0,190	0,190	0,090	0,105	1,00
301 Nuance 2 (écrouie)	0,026	1,353	0,025	0,503	6,628	17,590	0,194	0,160	0,061	0,123	1,45
301 Nuance 3	<b>0,122</b>	0,955	0,020	0,449	<b>7,260</b>	<b>16,750</b>	0,210	0,258	0,065	0,068	0,66

La nuance 2 permet d'étudier l'influence d'un traitement mécanique préalable sur la sensibilité d'un acier 301 à la rupture différée. En effet, la composition chimique de la nuance 2 est très proche de celle de la nuance principale. Cependant il a subi un laminage à froid (après recuit) avec une faible réduction d'épaisseur, dans le but d'augmenter sa résistance mécanique. La nuance 3 qui est à l'état recuit, a une composition chimique différente des deux premières, notamment la teneur en carbone qui est plus importante, soit 0,122 %.

La préparation des flans pour emboutissage est faite à partir des plaques d'acier 301LN de dimensions 80x80x1mm<sup>3</sup>. Afin de déterminer les déformations qu'a subies le flan lors de l'emboutissage, les échantillons sont tramés électrochimiquement (taille de maille = 2 mm). La réalisation des flans est effectuée à l'aide d'une poinçonneuse hydraulique. Les diamètres des poinçons varient entre 50 et 80 mm. L'extrémité des flans est ébavurée mécaniquement afin d'améliorer l'état de surface et éviter les effets de bord. Un flan obtenu est présenté sur la figure II-2.



*Figure II-2 : Flan pour emboutissage poinçonné, ébavuré et tramé*

De même que pour les éprouvettes de traction, les analyses DRX dans les flans, ont montré qu'il n'y avait pas de présence de martensite avant emboutissage.

Les essais d'emboutissage ont été réalisés sur une presse Roell et Kortaus munie d'un dispositif de chauffage par induction de l'ensemble serre-flan/matrice qui permet de réaliser des essais d'emboutissage à haute température. Ce dispositif est présenté sur la figure II-3. Les diamètres des flans sont associés à un diamètre de poinçon de 33 mm, ce qui permet d'obtenir 6 rapports d'emboutissage différents présentés sur le tableau II-3.



*Figure II-3 : Presse d'emboutissage avec chauffage du serre-flan et de la matrice*

*Tableau II-3 : Différents rapports d'emboutissage*

Diamètre flan (mm)	50	55	58,5	62,5	66
Rapport d'emboutissage	1,52	1,62	1,77	1,89	2,00

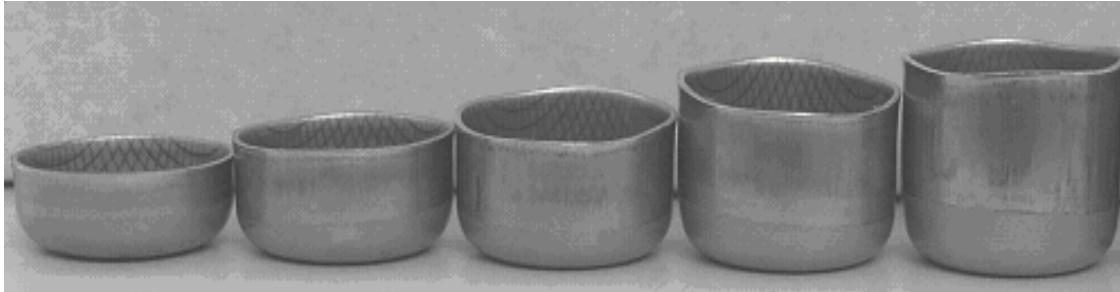
Les paramètres du process d'emboutissage utilisés sont donnés dans le tableau II-4.

*Tableau II-4 : Paramètres process pour les essais d'emboutissage*

Diamètre de la matrice (mm)	35
Rayon d'entrée de la matrice (mm)	2
Diamètre du poinçon (mm)	33
Rayon d'entrée du poinçon (mm)	2
Effort de serrage (daN)	500
Lubrification	Huile Quacker sur les deux faces
Vitesse de course du poinçon (mm/min)	60



Les godets (emboutis) obtenus sont sans collerette puisque les opérations d'emboutissage sont effectuées avec avalement complet du métal. Ces godets sont présentés sur la figure II-4.



DR = 1,52

DR = 1,67

DR = 1,77

DR = 1,89

DR = 2,00

**Figure II-4 : Godets emboutis avec différents rapports d'emboutissage**

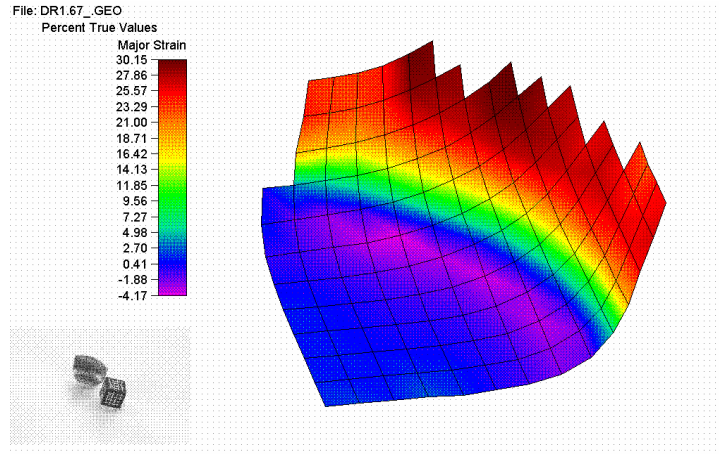
Les essais d'emboutissage sont réalisés sous différentes conditions :

- une série à 20°C, avec une vitesse de descente du poinçon de 60 mm.min<sup>-1</sup>,
- une série à 85°C, avec une vitesse de descente du poinçon de 60 mm.min<sup>-1</sup>.

Pour les essais à 85°C, le flan est placé entre le serre-flan et la matrice qui sont chauffés par induction. On laisse le flan ainsi pendant 10 minutes pour que le transfert de chaleur puisse se faire essentiellement par conduction. La température du godet est mesurée juste après la sortie de la presse. L'inconvénient de cette méthode est que la température de l'embouti n'est pas la même pour tous les rapports. Un écart maximal de 10°C a été enregistré entre le DR=1,52 et le DR=2,00. La température mesurée pour le rapport DR=1,52 est de 80°C et celle du rapport DR=2,00 est de 90°C. Les températures enregistrées pour les autres rapports sont comprises entre ces deux températures. La température moyenne d'emboutissage est donc supposée égale à 85° +/- 5°C.

### **II-3-2-2 Mesure de déformations macroscopiques**

Après emboutissage, les déformations subies par la tôle sont déterminées par triangulation de deux images (2D) avec le logiciel ASAME<sup>®</sup> afin de reconstituer l'image 3D de l'embouti et ainsi déterminer les coordonnées 3D du tramage appliqué avant déformation. On obtient ainsi la répartition des déformations sur la surface intérieure de l'embouti. Pour cela, on découpe le quart d'un godet qu'on place devant un carré de référence. La photo prise est ensuite analysée par le logiciel ASAME. Un exemple est montré sur la figure II-5 pour l'embouti ayant un rapport DR=1,67.



**Figure II-5 : Répartition des déformations principales  $\epsilon_I$  dans le godet  $DR = 1,67$**

Dans ce logiciel de mesure des déformations, la déformation équivalente  $\epsilon^{eq}$  est calculée à partir des déformations principales ( $\epsilon_I$  et  $\epsilon_{II}$ ), en supposant qu'il n'y a pas de variation de volume, soit :

$$\epsilon^{eq} = [2/3.(\epsilon^2_I + \epsilon^2_{II} + (\epsilon_I + \epsilon_{II})^2)]^{1/2} \quad (II-3)$$

### II-3-2-3 Contraintes tangentielles dans l'embouti

Pour déterminer l'état de contrainte sur la face externe des godets après emboutissage, on utilise la technique de séparation. Cette technique développée par Siebel et Muhlhauser [II-2], permet une détermination rapide des contraintes résiduelles tangentielles le long de la jupe d'un godet cylindrique. La jupe du godet est découpée en plusieurs bagues de même largeur (fig. II-6). On considère que la variation du rayon de la bague avant et après découpe reste négligeable.

Après avoir fendu les bagues, on mesure l'ouverture spontanée qui se produit, et ainsi les valeurs des contraintes tangentielles  $\sigma_t$  sont déduites à partir de la relation suivante :

$$\sigma_t = (E. t / 4 \pi).(\delta / \rho_0^2) \quad (II-4)$$

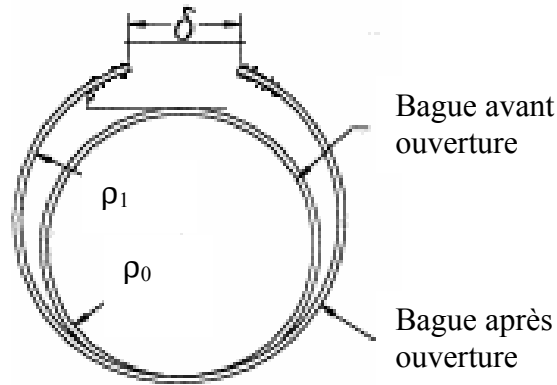
E est le module d'Young du métal,

t est l'épaisseur finale après emboutissage,

$\rho_0$  est le rayon de la bague avant ouverture,

$\delta$ , l'ouverture de la bague vérifie la relation suivante

$$\delta = (\rho_1 - \rho_0).2 \pi, \rho_1 \text{ est le rayon de la bague après ouverture.} \quad (II-5)$$



**Figure II-6 : Technique de séparation appliquée à un godet cylindrique [II-2]**

On suppose dans ce cas que le matériau est monophasé et non texturé. Les modules d'Young de l'austénite et de la martensite sont assez proches :  $E_{\gamma} = 200$  GPa et  $E_{\alpha'} = 215$  GPa, on utilisera donc la valeur du module d'Young de l'austénite.

La valeur de la contrainte obtenue représente alors une valeur moyenne de l'état de contraintes résiduelles sur la surface externe du godet.

## II-4 Analyse microstructurale

### II-4-1 Préparation des échantillons

Les échantillons pour l'étude microstructurale ont été découpés sur les éprouvettes déformées, sous forme de rectangle de dimensions 12 x 6 mm<sup>2</sup>. Les échantillons une fois découpés sont dégraissés à l'acétone, puis enrobés. Un polissage mécanique est alors réalisé avec une vitesse de 200 tours/min. Les différents disques de polissage utilisés sont :

- disques SiC 180/600/800/1000/1200, lubrification à l'eau,
- disque à feutre, lubrifiant alumine 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m, et 1 $\mu$ m.

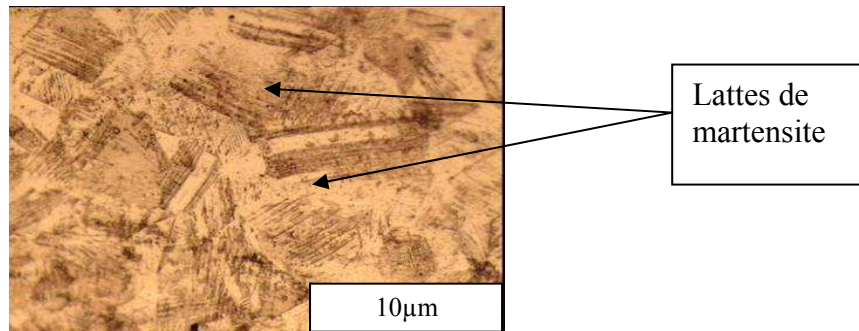
Ce polissage mécanique est suivi d'un polissage électrolytique qui a pour but d'éliminer l'écrouissage provoqué notamment par le polissage mécanique.

### II-4-2 Procédure d'attaque pour métallographie optique

Après polissage, les échantillons sont attaqués chimiquement pour révéler la morphologie des différentes phases présentes ainsi que les joints de grains austénitiques.

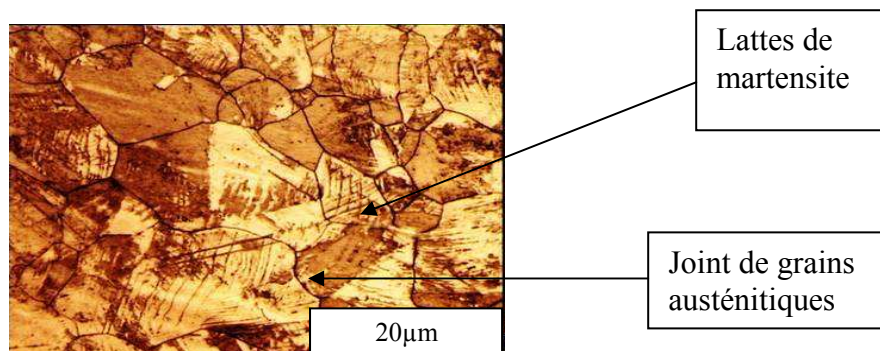
Différentes attaques ont été essayées, les résultats les plus satisfaisants ont été obtenus en combinant deux types d'attaques.

La première est une attaque chimique, l'attaque Beraha à l'aide de laquelle la martensite d'érouissage a été mise en évidence. Il s'agit de plonger l'échantillon pendant 25 à 30 secondes dans un réactif qui a la composition suivante :  $\text{H}_2\text{O}$  (50ml) +  $\text{HCl}$  (10ml) +  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$  (0,15g). Cette attaque, comme le montre la figure II-7, permet la mise en évidence des lattes de martensite mais ne révèle pas les joints de grains austénitiques.



**Figure II-7 : Mise en évidence des lattes de martensite dans l'acier 301LN déformé à 20% (essai de traction).  
Attaque Beraha**

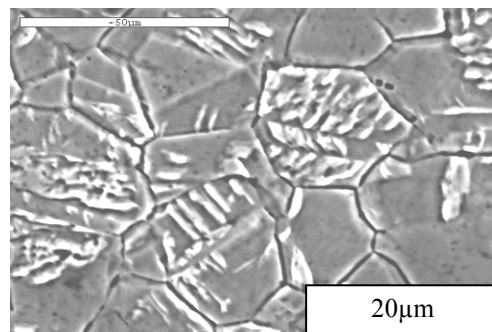
Cette attaque chimique est suivie d'une attaque électrolytique qui a pour but de révéler les joints de grains austénitiques. Elle est réalisée avec une solution d'acide nitrique et d'eau distillée (60 ml d'acide nitrique et 100 ml d'eau distillée). Les paramètres de l'attaque sont les suivants : 3-5 Volts et 90 secondes de temps d'attaque. Un exemple de microstructure observée en combinant les deux attaques est montré sur la figure II-8.



**Figure II-8 : Microstructure de l'acier 301LN déformé à 10% (essai de traction)  
Attaque chimique « Beraha » suivie d'une attaque électrolytique**

### II-4-3 Microscopie optique et microscopie électronique à balayage

La microscopie optique a été réalisée sur un microscope de type Olympus BX60M. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD et traitées avec le logiciel Analysis. Le microscope électronique à balayage utilisé dans cette étude est JEOL JSM-820. Les échantillons observés sont de différente nature : parties d'éprouvettes, échantillons après attaque chimique pour l'observation de la microstructure et les différentes phases existantes, comme montrée sur la figure II-9, mais aussi et surtout les faciès de rupture obtenus sur les godets présentant de la rupture différée.



*Figure II-9 : Microstructure obtenue par MEB de l'acier 301LN déformé à 10% (essai de traction)*

## II-5 Analyse intraphase par diffraction des rayons X

Nous avons choisi et utilisé cette méthode pour différents objectifs : l'identification de phases, le dosage de l'austénite résiduelle, c'est-à-dire la détermination des fractions volumiques de martensite formée après déformation plastique du matériau, l'étude de la texture cristallographique des échantillons et aussi la détermination des contraintes résiduelles dans l'austénite et la martensite. En effet, la diffraction des rayons X est le seul moyen qui permet la détermination des contraintes dans chaque phase.

### II-5-1 Principe de la méthode

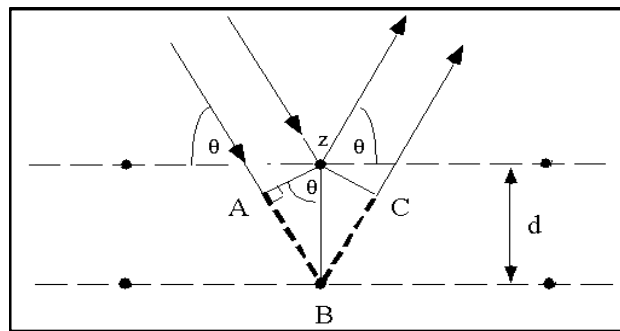
Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0,1Å et 10Å. Ceux utilisés en radiocristallographie ont des longueurs d'ondes voisines de 1Å, ordre de grandeur des distances interatomiques dans les cristaux métalliques. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde  $\lambda$ ) interagit avec un matériau

métallique, une partie du faisceau est diffusée par les atomes du cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté. Cette condition de diffraction est connue sous le nom de loi de *Bragg* qui s'exprime sous la forme:

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda \quad (\text{II-6})$$

$d_{hkl}$ : distance entre deux plans réticulaires consécutifs,

$\theta$ : angle des rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire,



**Figure II-10 : Principe de la diffraction des rayons X**

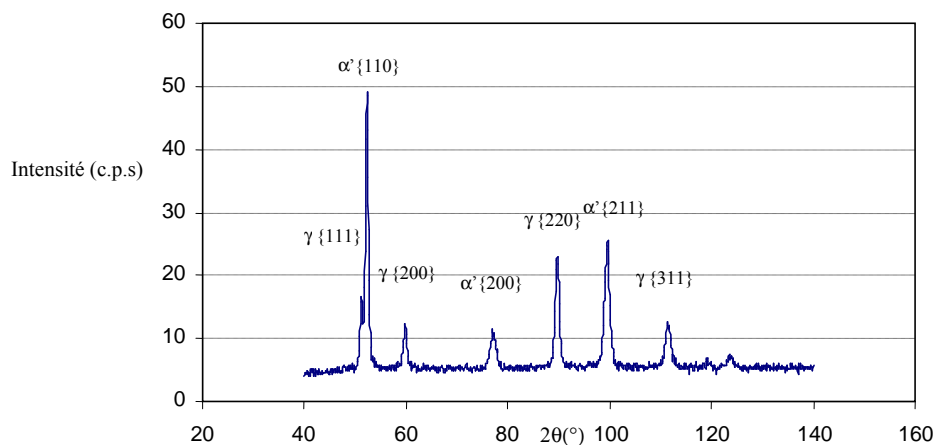
Pour un matériau donné et un faisceau de rayons X monochromatique de longueur d'onde donnée, il n'y aura diffraction des rayons X que pour des angles d'incidence  $\theta$  bien déterminés. Ces angles sont en relation avec les distances entre les plans réticulaires produisant les réflexions.

### **II-5-2 Dosage de phase**

Il existe plusieurs méthodes pour la détermination des fractions volumiques des phases présentes dans un matériau multiphasé. La méthode la plus simple est le dosage de phase optique qui ne nécessite comme équipement qu'un microscope optique. Cependant cette méthode montre ses limites lorsque dans les matériaux étudiés, les phases en présence ne sont pas bien séparées. C'est le cas de la martensite qui se crée à l'intérieur des grains austénitiques (figure II-7 et II-8). Dans le cas des aciers austénitiques instables, les deux méthodes les plus utilisées pour le dosage de phase de l'austénite résiduelle sont la sigmamétrie et la diffraction des rayons X. La sigmamétrie est une méthode basée sur la

mesure de l'intensité d'aimantation à saturation  $J_s$ . Celle-ci est proportionnelle à la fraction volumique de phase ferromagnétique qui, dans ce cas, est la phase martensitique, l'austénite étant amagnétique. La deuxième méthode est la diffraction des rayons X, c'est cette dernière que nous avons utilisée.

Lorsqu'on réalise une analyse par diffraction des rayons X, seul le paramètre  $d$  est imposé par les paramètres de maille du matériau à caractériser. On fait alors varier l'angle de Bragg  $\theta$  pour faire diffracter tous les plans et enregistrer la valeur de l'intensité correspondante. Le résultat obtenu est un diffractogramme comme montré sur la figure II-11.



**Figure II-11 : Diffractogramme de l'acier 301LN déformé à 20% montrant l'apparition de la phase martensitique**

L'intensité des pics de diffraction dépend notamment du volume diffractant, d'où l'existence d'une relation entre l'intensité du pic de diffraction et les fractions volumiques des phases en présence. En effet, en considérant un matériau biphasé contenant une phase  $\alpha'$  et une phase  $\gamma$ , l'intensité  $I_j^\gamma$  du  $j^{\text{ème}}$  pic de diffraction de la phase  $\gamma$  est donnée par :

$$I_j^\gamma = K \cdot R_j^\gamma \cdot V^\gamma \quad (\text{II-7})$$

$V^\gamma$  : la fraction volumique de la phase  $\gamma$ ,

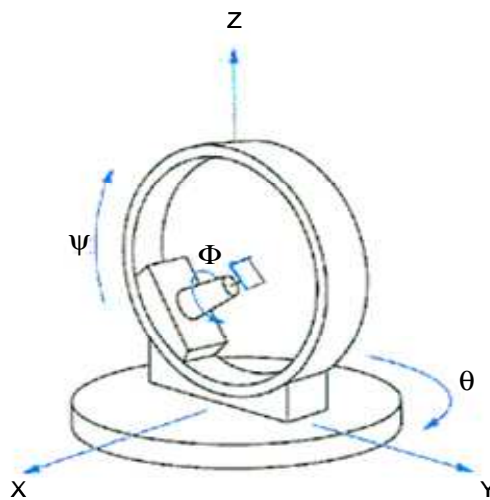
$K$  : une constante dépendant de l'appareil et du temps de comptage,

$R_j^\gamma$  : un facteur lié à la structure de la phase et à la famille  $\{hkl\}$  de plans diffractants.

Le raisonnement étant le même pour chaque phase et avec la relation de conservation qui donne  $V^{\alpha'} + V^\gamma = 1$ , on peut ainsi déterminer la fraction volumique d'austénite et de martensite :

$$V^\gamma = I / [I + (I_i^{\alpha'} \cdot R_j^\gamma) / (I_j^\gamma \cdot R_i^{\alpha'})] \quad (\text{II-8})$$

Cependant, pour un matériau qui présente une texture cristallographique marquée, on ne peut plus utiliser les intensités obtenues à partir d'un simple diffractogramme puisque ces intensités sont celles mesurées dans une direction définie par les angles  $\phi$  et  $\psi$  ( $\phi$  et  $\psi$  étant les deux angles de rotation de l'échantillon montrés sur le figure II-12). Or l'intensité des pics de diffraction varie fortement avec la texture du matériau. Ainsi, pour réaliser un dosage de phase en s'affranchissant de l'effet de la texture du matériau, il est indispensable de prendre en compte les intensités moyennes déduites des figures de pôles des différents plans diffractants.



**Figure II-12 : Schéma d'un goniomètre montrant les trois angles de rotation  $\theta$ ,  $\psi$  et  $\phi$  de l'échantillon**

La détermination des fractions volumiques de martensite et d'austénite est alors réalisée de la manière suivante :

- détermination des angles de diffraction des différentes familles de plans des deux phases en faisant un balayage en  $2\theta$ . Les familles de plans utilisées dans le calcul sont  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{311\}$  de l'austénite, et  $\{110\}$  et  $\{200\}$  de la martensite. Les conditions de mesure sont les suivantes : une anticathode de Cr ( $K_{\alpha}$ ), une tension  $V = 40\text{KV}$  et une intensité  $I = 30\text{mA}$ .
- réalisation des figures de pôles de ces plans. L'angle  $\phi$  varie de  $0^{\circ}$  à  $360^{\circ}$  par pas de  $3^{\circ}$ , et l'angle  $\psi$  de  $0^{\circ}$  à  $70^{\circ}$  par pas de  $3^{\circ}$ . Le temps de comptage pour chaque position ( $\phi$ ,  $\psi$ ) est de 5 secondes.
- calcul des intensités moyennes de chaque figure de pôles, et des fractions volumiques des phases. La précision du calcul est de  $\pm 5\%$ .



### II-5-3 Analyse de contraintes dans les phases

L'étude des contraintes résiduelles nécessite la connaissance de certains paramètres métallurgiques et mécaniques du matériau, en particulier la connaissance de l'origine des contraintes au niveau de la microstructure et de l'histoire antérieure du matériau. Pour cela, il est nécessaire d'introduire les notions de contraintes internes ou résiduelles en relation avec la nature du matériau, d'en différencier les origines, et de présenter les méthodes appropriées pour leur détermination.

#### II-5-3-1 Définition et origines des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes multiaxiales statiques autoéquilibrées présentes dans un système isolé uniforme de température uniforme et en l'absence de tout chargement extérieur. En pratique, ce sont les contraintes subsistant après suppression du chargement initialement introduit [II-3]. Ces contraintes peuvent être de compression et elles sont alors affectés d'un signe (-) ou de traction avec un signe (+). Par exemple, dans le cas d'un traitement de surface, les sources de contraintes sont toujours localisées dans les couches superficielles du matériau comme montrée dans la figure II-13.

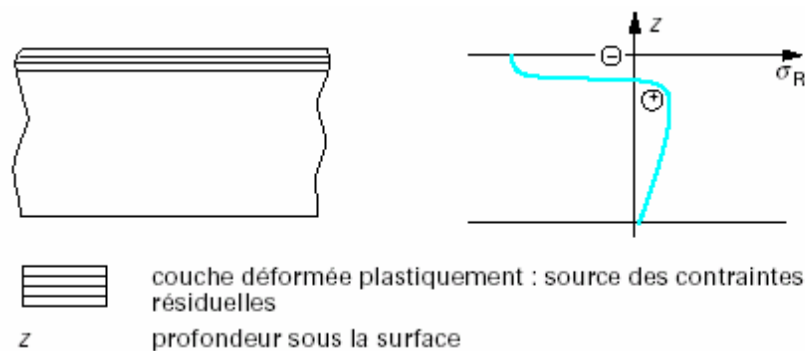
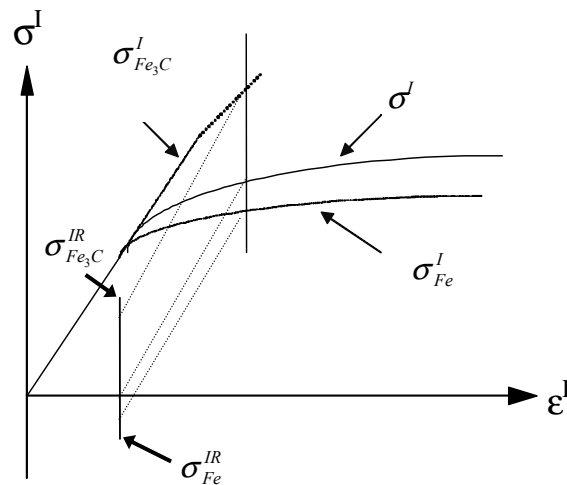


Figure II-13 : Source de contraintes résiduelles superficielles [II-3]

Dans le cas du chargement mécanique d'un matériau biphasé comme montré sur la figure II-14 (ferrite + cémentite), chaque phase possède un état de contrainte propre ( $\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}^I$ ,  $\sigma_{\alpha}^I$ ) qui est différent de l'état de contrainte moyen dans le matériau ( $\sigma^I$ ). Après décharge, et même si l'état de contrainte globale est nul, des contraintes résiduelles subsistent dans chacune des phases ( $\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}^{\text{IR}}$ ,  $\sigma_{\alpha}^{\text{IR}}$ ). La contrainte résiduelle moyenne dans le matériau est

alors égale à la somme des contraintes résiduelles dans les phases ramenées à leurs fractions volumiques respectives.



**Figure II-14 : Distribution des contraintes**

Toute hétérogénéité de déformation introduite à une échelle de la structure est une source de contraintes résiduelles. De manière générale, les contraintes résiduelles sont les résultats de l'activité des sources fondamentales suivantes agissant seules ou en combinaison :

- déformation plastique hétérogène entre différentes zones d'une pièce soumise à des sollicitations mécaniques externes. Ces différences de déformation, si elles se produisaient librement, créeraient des vides ou des recouvrements. Pour assurer la continuité du milieu, ces vides sont compensés par des déformations élastoplastiques additionnelles qui sont à l'origine des contraintes résiduelles. La déformation plastique prise isolément n'est pas toujours compatible [II-4].

- déformation plastique hétérogène entre différentes zones d'une pièce soumise à des sollicitations thermiques.

- différence des comportements mécaniques de chaque phase dans un matériau multiphasé.

- variation de volume et de forme hétérogène due à la transformation de phase à l'état solide. Dans le cas de la transformation martensitique, cette variation de volume peut atteindre 4% pour des aciers alliés au carbone. Dans les aciers austénitiques, elle est de l'ordre de 2% [II-5].

- déformation plastique supplémentaire induite par la transformation.

De cela découle la notion de contraintes résiduelles qui est liée au matériau par des déformations créées par les incompatibilités entre les grains ou les phases du même matériau.

Elles peuvent être générées lors de l'élaboration durant la solidification, la mise en forme, l'usinage, l'assemblage, etc..., ou par sollicitation mécanique, thermique et chimique, etc...

Les origines des contraintes peuvent être illustrées en observant la microstructure du matériau. Toujours dans le cas des matériaux cristallins, un exemple simple peut effectivement montrer comment une inclusion ou un ensemble d'inclusions en ségrégation peut modifier l'équilibre mécanique environnant et faire apparaître des forces de tension entre deux points du matériau. Une cavité ou un vide perturbe de la même façon l'équilibre du milieu. Par extension, la présence d'un joint ou d'un sous joint de grains modifie l'équilibre du réseau dans le grain au voisinage de ce joint.

Dans le même esprit, la présence d'une lacune ou d'un défaut structural (défauts linéaires ou ponctuels) engendre une distorsion locale du réseau, causant une fluctuation du paramètre de la maille.

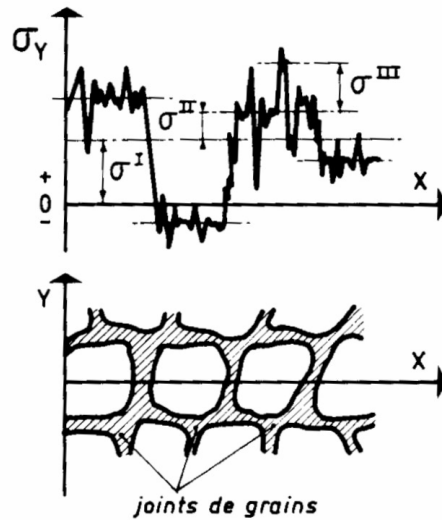
### **II-5-3-2 Classification et ordre des contraintes résiduelles**

Du fait du caractère polycristallin des matériaux métalliques, les déformations à l'origine des contraintes résiduelles peuvent intéresser des domaines de taille macroscopique, microscopique ou submicroscopique. Selon l'échelle considérée, il est classique de distinguer trois ordres de contraintes, montrés sur la figure II-15 [II-6].

- les contraintes résiduelles du premier ordre ou d'ordre I ( $\sigma^I$ ) sont homogènes, c'est-à-dire qu'elles sont constantes en intensité, dans des domaines relativement importants s'étendant sur plusieurs grains. Les contraintes résiduelles du premier ordre sont également appelées contraintes résiduelles macroscopiques.

- les contraintes résiduelles du deuxième ordre ou d'ordre II ( $\sigma^{II}$ ) sont homogènes dans des domaines correspondant à un grain. Elles proviennent, dans ce cas, de la différence d'orientation cristalline entre grains voisins. Les contraintes résiduelles du deuxième ordre sont parfois appelées contraintes résiduelles microscopiques homogènes.

Les contraintes résiduelles du troisième ordre ou d'ordre III ( $\sigma^{III}$ ) sont hétérogènes même dans des zones s'étendant sur quelques distances interatomiques. Elles sont associées en majorité aux déformations existant au voisinage des défauts cristallins. Ces contraintes sont aussi parfois appelées contraintes résiduelles microscopiques hétérogènes.



**Figure II-15 : Définition schématique des différents ordres de contraintes résiduelles [II-6]**

Si l'on adopte la classification précédente, le champ des contraintes résiduelles apparaît comme le résultat de la superposition des contraintes résiduelles des trois ordres comme le montre la figure II-15 dans le cas d'un matériau monophasé :

$$\sigma_R = \sigma_R^I + \sigma_R^{II} + \sigma_R^{III} \quad (II-9)$$

La figure II-15 montre également que les contraintes d'ordre II peuvent être considérées comme des fluctuations autour d'une valeur moyenne constituée par les contraintes d'ordre I, et à leur tour, les contraintes d'ordre III comme des fluctuations autour d'une valeur moyenne constituée par les contraintes d'ordre II.

Dans notre cas, l'acier étudié est monophasé (austénitique) à l'état initial, mais devient biphasé après déformation plastique (apparition de la martensite induite par déformation plastique); on introduit alors une nouvelle échelle « pseudo-macroscopique » où les contraintes sont considérées à l'échelle de la phase  $i$ ,  $\sigma_i^I$ . Ainsi la contrainte macroscopique dans le domaine considéré sera égale à :

$$\sigma^I = f_\gamma \sigma_\gamma^I + f_\alpha \sigma_\alpha^I \quad (II-10)$$

$$f_\gamma + f_\alpha = 1 \quad (II-11)$$

où  $f_\gamma$  et  $f_\alpha$  sont respectivement les fractions volumiques de l'austénite et de la martensite formée.

### II-5-3-3 « Méthode des $\sin^2 \psi$ »

La méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X est basée sur la mesure de la variation de la distance interréticulaire d'une famille de plans  $\{hkl\}$ ,  $d_{hkl}$ , qui est donc prise comme jauge de déformation. En effet, dans un cristal soumis à des contraintes, les distances interréticulaires sont différentes de celles qui existent dans le cristal non contraint. La mesure des variations de ces distances par diffraction des rayons X permet d'obtenir la valeur des contraintes.

En se basant sur la mesure des distances  $d_{hkl}$ , la loi de Bragg nous permet d'accéder aux déformations  $\varepsilon$  par la relation suivante [II-7]:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = (d-d_0)/d_0 \cong -1/2 \cotg\theta_0 \cdot \Delta 2\theta \quad (\text{II-12})$$

$d_0$  est la distance interréticulaire correspondant à l'état sans contraintes.

$\Delta 2\theta$  est la variation de position du pic par rapport à une position de référence  $2\theta_0$ .

Cette relation montre l'intérêt pratique de travailler avec les angles de Bragg les plus élevés : cela permet d'augmenter la sensibilité des mesures, car les déplacements  $\Delta 2\theta$  des pics sont d'autant plus importants que les angles  $\theta$  sont élevés.

Les déformations sont donc mesurées en déterminant le déplacement des pics de diffraction. Le développement analytique ci-dessous suppose dans un premier temps que les hypothèses suivantes sont respectées [II-8] :

- les cristaux composant le matériau étudié ont un comportement élastique linéaire (loi de Hooke),
- les grains sont de petites tailles et orientés de manière aléatoire (pas de texture cristallographique),
- l'état de contraintes et de déformation est homogène dans le volume irradié par les rayons X.

Les lois de la mécanique des milieux continus permettent de relier la déformation moyenne  $\varepsilon_{\phi\psi}$  suivant une direction définie par les angles  $\phi$  et  $\psi$ , et la contrainte  $\sigma$  par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = 1/2 \cdot S_2 \cdot (\sigma_{\phi}^J - \sigma_{33}^J) \cdot \sin^2\psi + S_1 \cdot \text{tr}(\sigma^J) + 1/2 \cdot S_2 \cdot \tau_{\phi}^J \cdot \sin 2\psi + 1/2 \cdot S_2 \cdot \sigma_{33}^J \quad (\text{II-13})$$

$$\text{avec } \sigma_{\phi}^J = \sigma_{11}^J \cdot \cos^2\phi + \sigma_{12}^J \cdot \sin 2\phi + \sigma_{22}^J \cdot \sin^2\phi,$$

$$1/2 S_2 = (1+\nu)/E, \quad S_1 = -\nu/E \quad \text{et} \quad \tau_{\phi}^J = \sigma_{13}^J \cdot \cos \phi + \sigma_{23}^J \cdot \sin \phi.$$

$\sigma_\varphi^I$  : contrainte moyenne dans la phase suivant la direction de mesure  $\varphi$

$S_1$  et  $S_2$  sont les constantes d'élasticité radiocristallographiques.

La déformation moyenne  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  varie donc linéairement en fonction de  $\sin^2\psi$ , et ce dans le cas de matériaux isotropes. La valeur de la contrainte moyenne  $\sigma_\varphi^I$  est déduite à partir de la pente de cette droite, et ce en supposant que la composante  $\sigma_{33}^I$  est nulle ( du fait de la faible profondeur des rayons X dans la matière).

Cependant, pour les matériaux anisotropes (particulièrement les matériaux fortement texturés ou ayant subi de fortes déformations), la linéarité  $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(\sin^2\psi)$  n'est plus respectée : une ondulation assez marquée (figure II-16) traduit, dans ce cas, l'anisotropie élastique et plastique des grains, conduisant à l'hétérogénéité des déformations par orientation cristallographique [II-9]. Par exemple, sur la figure II-16, les grains qui appartiennent à l'orientation diffractant à l'angle  $\psi_1$ , et  $\psi_2$  possèdent un état de déformation respectivement inférieur et supérieur à la moyenne macroscopique. Il s'agit d'un écart d'ordre II qui sera d'autant plus important que le comportement plastique du grain est anisotrope et que la texture est marquée.

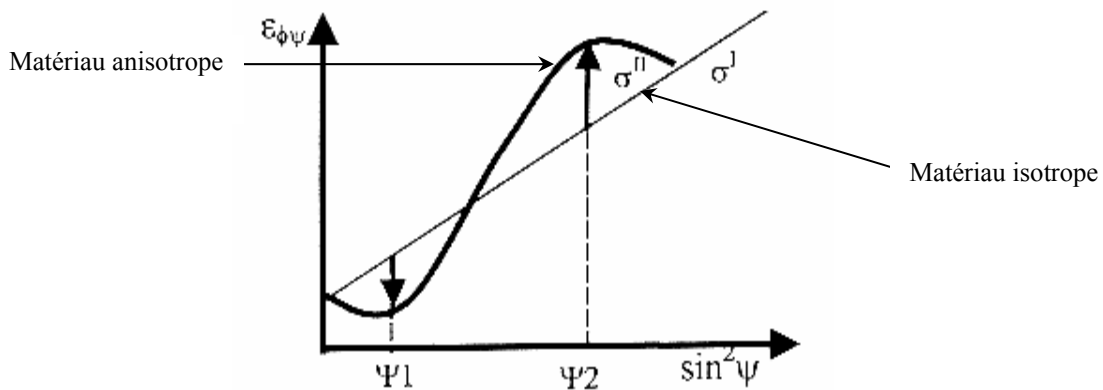


Figure II-16 : Méthode des  $\sin^2\psi$

#### II-5-3-4 Méthodologie d'étude de contraintes dans un matériau biphasé

Un matériau biphasé est constitué de deux phases de propriétés mécaniques et physiques généralement distinctes, la détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X nécessite la connaissance des constituants de ce matériau.

Les étapes à suivre sont les suivantes :

- détermination des pics suffisamment intenses correspondant à des plans cristallins de forte multiplicité qui diffractent aux angles de Bragg les plus élevés possibles ;
- choix d'une longueur d'onde afin que les pics de diffraction soient à des angles de Bragg les plus élevés possibles ;
- vérification que les pics obtenus pour une phase ne se superposent pas pour une longueur d'onde donnée, à des pics de l'autre phase.

Les problèmes rencontrés sont nombreux :

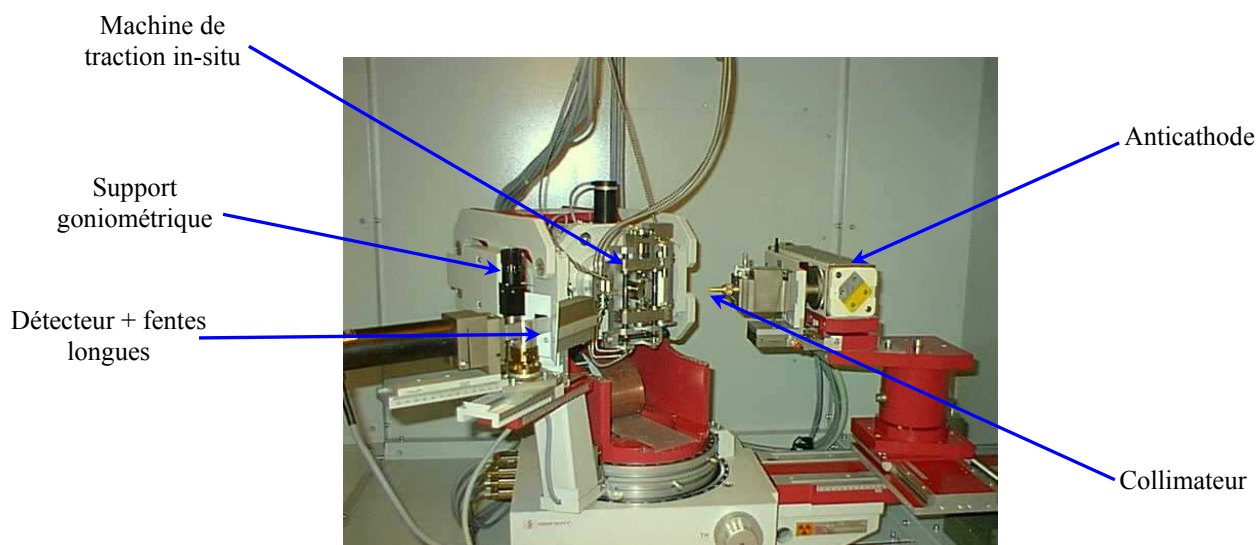
- la proportion volumique d'une des phases est parfois faible ;
- certains pics de la première phase se trouvent associés aux pics de la deuxième phase ;
- fluorescence d'une des deux phases sous l'effet de la longueur d'onde choisie.

Plusieurs travaux ont été réalisés pour déterminer les contraintes résiduelles par diffraction des rayons X dans les matériaux biphasés. On peut citer les travaux de Predecki [II-10] portant sur les contraintes résiduelles dans des composites renforcés par des whiskers de type  $Al_2O_3$ . Belassel [II-11] a étudié la distribution des contraintes dans chaque phase d'un acier perlitique et a mis en évidence l'influence des contraintes dans les différentes phases sur la durée de vie d'un matériau soumis à une sollicitation en fatigue.

Dans le cas d'un acier biphasé à fractions évolutives, Hedström et al. [II-12] ont étudié la distribution des contraintes par phase dans l'acier austénitique 301 après laminage. Les auteurs montrent que dans la direction de laminage, les contraintes résiduelles dans la martensite sont positives alors qu'elles sont négatives dans l'austénite. Ils attribuent cet état de contraintes à la différence de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique des deux phases. Kubler [II-13] a aussi montré qu'après un essai de traction à rupture de l'acier austénitique instable 304, les contraintes dans la martensite dans la direction de traction sont positives. Cependant, à notre connaissance, il n'existe pas de travaux portant sur l'évolution de l'état de contraintes dans les aciers austénitiques, et ce au cours d'un chargement mécanique (essai in-situ).

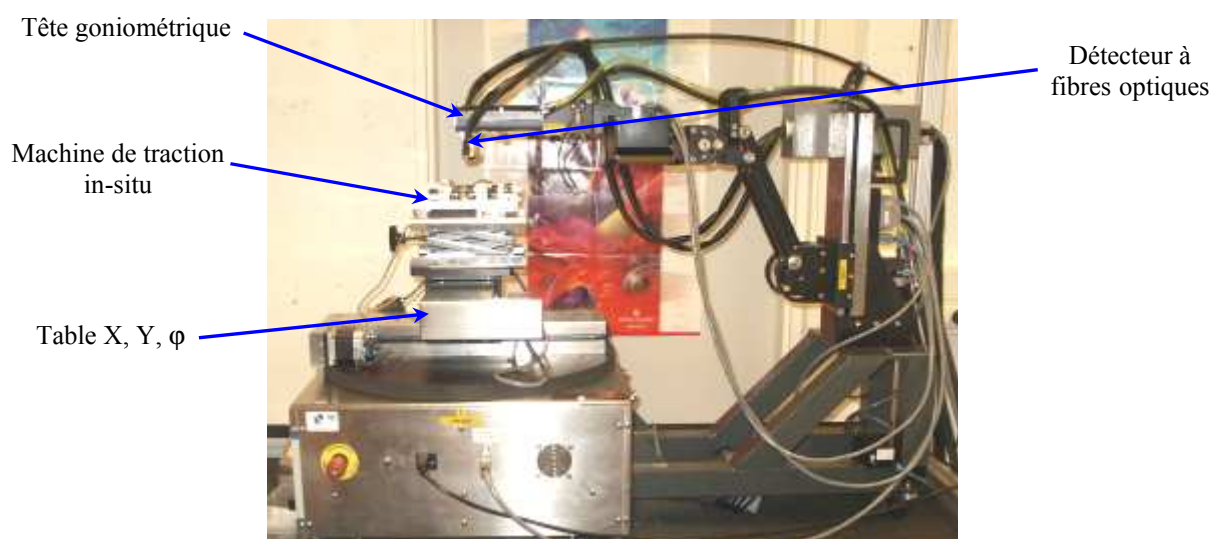
### **II-5-3-5 Appareillages utilisés et conditions expérimentales**

L'évolution de la texture ainsi que la détermination des fractions de martensite formée ont été réalisées sur un diffractomètre à quatre cercles de type Seifert 3003PTS (figure II-17) qui permet quatre mouvements de rotation différents : une rotation en  $2\theta$  de  $0^\circ$  à  $160^\circ$ , une rotation en  $\Omega$ , une rotation en  $\psi$  variant de  $-90^\circ$  à  $90^\circ$  et une rotation en  $\varphi$  de  $0^\circ$  à  $360^\circ$ .



**Figure II-17 : Diffractomètre Seifert XRD 3003 PTS utilisé pour le dosage de phase et l'étude de texture cristallographique**

Pour cette étude, nous avons utilisé un détecteur ponctuel avec des fentes longues de Sollers verticales, un monochromateur plan secondaire en graphite et une anticathode de fer. Cet appareil permet en plus de l'identification de phase, la réalisation de figures de pôles qui sont utilisées pour l'étude de l'évolution de la texture cristallographique et le dosage de phase dans le cas des matériaux texturés.



**Figure II-18 : Diffractomètre portatif Proto iXRD**



On peut aussi effectuer des analyses de contraintes à l'échelle des phases, mais l'inconvénient principal de ce type d'appareils, est le temps de manipulation qui, dans certains cas, peut atteindre 2 à 3 jours. Pour cette raison, dans ce travail, on utilise pour l'analyse de contrainte dans les phases, un diffractomètre de type « Proto iXRD » présenté sur la figure II-18. C'est un appareil portatif qui peut être utilisé sur site et pour des pièces massives. Il est équipé d'une table de déplacements ( $x$ ,  $y$ ,  $\phi$ ), d'une tête goniométrique avec deux détecteurs à fibres optiques, d'un générateur de rayons X et d'un logiciel de contraintes « XRDWin » pour le traitement des données. Les temps de mesures avec cet appareil sont beaucoup moins importants que dans le cas du Seifert et une analyse de contrainte dans les phases dure en moyenne moins d'une heure.

#### Conditions de diffraction

- Austénite : rayonnement  $K_{\alpha}$  du manganèse ( $\lambda = 2,102 \text{ \AA}$ ) sous 20KV, et 4mA  
plans cristallographiques utilisés  $\{311\}$ ,  $2\theta = 152,32^{\circ}$
- Martensite : rayonnement  $K_{\alpha}$  du chrome ( $\lambda = 2,29 \text{ \AA}$ ) sous 20KV, et 4mA  
plans cristallographiques utilisés  $\{211\}$ ,  $2\theta = 155,00^{\circ}$
- Montage d'acquisition : Montage en oméga
- Surface irradiée limitée par 3 types de collimateur :
  - rond de diamètre 1mm,
  - rond de diamètre 3mm,
  - rectangle  $3 * 1 \text{ mm}^2$ .

Le choix du collimateur dépend essentiellement de l'intensité des pics de diffraction et donc de la fraction volumique de la phase étudiée.

#### Conditions d'acquisition

- Utilisation de 18 angles  $\psi$  variant de  $-50^{\circ}$  à  $+50^{\circ}$
- Temps et nombre d'acquisitions par pic  
martensite : 20 fois \* 4 secondes (collimateur 2 mm et  $1*3\text{mm}^2$ ) pour les fractions élevées,  
20 fois \* 10 secondes (collimateur 1 mm) pour les faibles fractions,  
austénite : 20 fois \* 10 secondes (collimateur 2mm et  $1*3\text{mm}^2$ ).

#### Vérification de l'appareillage

On effectue avant chaque série d'analyses une analyse de contraintes sur une poudre de fer et on vérifie que la contrainte obtenue est nulle ( $\sigma = 0 \text{ MPa}$ ).

### Calcul des contraintes

La méthode d'évaluation a été basée sur un traitement elliptique (méthode des  $\sin^2\psi$ ).

Les constantes d'élasticité radiocristallographiques utilisées dans le calcul sont :

Austénite  $\gamma$  :  $1/2S_2 \{311\} = 7,18 \times 10^{-6} \text{ MPa}$  ;  $S_1 = -1,20 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$  [II-14]

Martensite  $\alpha'$  :  $1/2S_2 \{211\} = 5,92 \times 10^{-6} \text{ MPa}$  ;  $S_1 = -1,28 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$  [II-14]

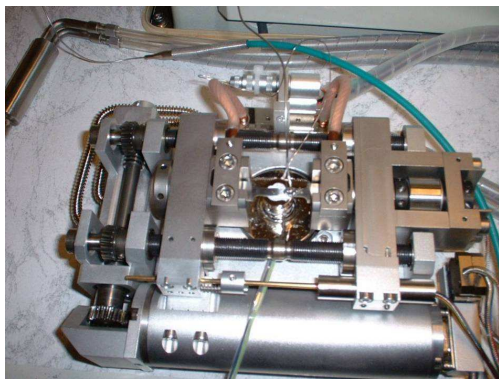
Plusieurs méthodes sont utilisées pour la détermination de l'angle de diffraction  $2\theta$  comme par exemple, la méthode gaussienne, la méthode de la corde, ou la méthode du barycentre.

### Détermination des incertitudes

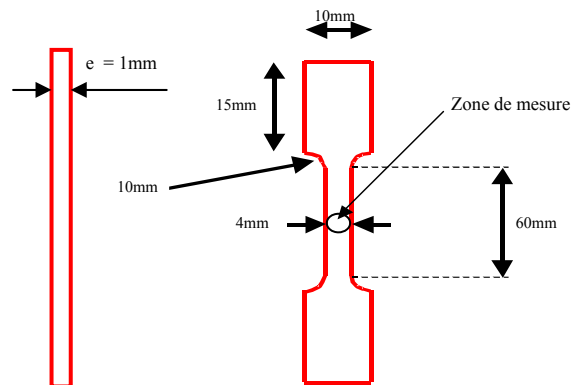
Les incertitudes de mesures sont égales à une fois l'écart type en utilisant la loi de Student. En pratique, les incertitudes sur les calculs de contraintes sont inférieures à 8%.

### **II-5-3-6 Analyse in-situ**

Une originalité de ce travail est la réalisation d'analyse de contrainte in-situ. La machine de traction-compression in-situ Kammrath & Weiss (figure II-19(a)) nous a permis de réaliser des essais de traction in-situ et d'étudier l'évolution de l'état de contraintes dans les phases pour différentes étapes de chargement. Cette machine peut être montée sur différents équipements tels que le diffractomètre ou le microscope électronique à balayage. Elle est capable d'exercer une force maximale de 5kN et la vitesse de sollicitation varie entre  $0,2\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $100\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Les dimensions des éprouvettes de traction utilisées pour cette machine sont données dans la figure II- 19 (b).



(a)



(b)

**Figure II-19 : (a) Machine de traction permettant de réaliser des essais in-situ  
(b) Dimensions des éprouvettes de traction in-situ**

Pour l'analyse de contraintes internes, cette machine est montée sur le Proto iXRD avec les mêmes conditions expérimentales que celles indiquées au paragraphe précédent.

## II-6 Conclusion

Etudier le comportement thermomécanique de l'acier austénitique instable 301LN nécessite la caractérisation précise de la transformation martensitique de l'austénite induite par la déformation plastique. Cette caractérisation comprend d'une part les aspects métallurgiques et structuraux, c'est-à-dire l'étude de la microstructure de déformation, l'identification des phases existantes et la cinétique de transformation martensitique. D'autre part, il est nécessaire de déterminer l'état mécanique de chaque phase, celui-ci conditionne le comportement mécanique global de la pièce étudiée.

Des essais de traction monotone ainsi que des essais de traction in-situ sont réalisés afin d'étudier le comportement mécanique à différentes échelles. Cette caractérisation mécanique est reliée à la détermination de l'état de contraintes dans chaque phase sous charges (contraintes internes) ou après décharge (contraintes résiduelles).

D'autre part, le phénomène de rupture différée étant mis en évidence par la réalisation d'essais d'emboutissage profond sous différentes conditions, nous avons présenté les différentes conditions d'emboutissage ainsi que les méthodes de caractérisation des godets. Les contraintes tangentielles macroscopiques dans ces godets sont déterminées en utilisant la méthode de séparation.

La technique de diffraction des rayons X est utilisée pour caractériser la transformation martensitique dans l'acier 301LN. Cette méthode permet de déterminer la cinétique de transformation, l'évolution de la texture cristallographique et l'état de contraintes dans chaque phase et ce aussi bien dans des éprouvettes de traction (au cours et après décharge), mais aussi dans des pièces de forme plus complexes tels que les godets cylindriques.

Les résultats obtenus à l'aide de ces différentes techniques seront présentés et discutés dans les chapitres suivants.

## Références

[II-1] : Fiche technique Ugine & Alz « **Aciers austénitiques instables 301** ».

[II-2] : E. Siebel, W. Mühlhäuser, « **Residual stresses by deep drawing** (in German) », Mitt. Forschungsgesellschaft f. Blechverarbeitung. 21 (1954), pp. 241–244.

[II-3] : J.M Sprauel, « **Théorie généralisée de la détermination de contraintes par diffraction des rayons X** », Thèse de doctorat, ENSAM-Paris, (1988).

[II-4] : P. Lipinski, M. Berveiller, « **Elastoplasticity of micro-inhomogeneous metals at large strains** », Int. J. Plast, Vol 5, (1989), pp. 149-152.

[II-5] : I.B. Timokhina, P.D. Hodgson, E.V. Pereloma, « **Transformation behaviour in thermomechanically processed C–Mn–Si TRIP steels** », Proceedings of the International conference on TRIP-aided high strength ferrous alloys, Ghent, (2001), pp. 153-159.

[II-6] : E. Macherauch, H. Wholfhart, U. Wolstieg, Härtereit-Tech. Mitt., 28, (1973), pp. 693-716.

[II-7] : M. François, « **Détermination des contraintes résiduelles sur des fils d'acier eutectoïde de faible diamètre par diffraction des rayons X** », Thèse de Doctorat, ENSAM-Paris, (1991).

[II-8]: M. Barral, J.L. Lebrun, J.M. Sprauel, G. Maeder, « **X-ray macrostress determination on textured materials ; use of the ODF for calculating X-ray compliances** », Metal. Trans. A, 18A, (1987), pp.1229-1241.

[II-9] : K. Inal, P. Gergaud, M. François, J.L. Lebrun, « **X-ray diffraction methodologies of macro and pseudo-macro stress analysis in a textured duplex stainless steel** », Scand. J. Met 8, (1999), pp. 139-150.

[II-10]: P. K. Predecki, « **Measurement of residual stresses in fiber reinforced composites based on X ray diffraction** », Advances in X-Ray analysis, Vol. 45, (2002), pp. 218-224.

[II-11]: M. Belassel, « **Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique** », Thèse de Doctorat, ENSAM-Paris, (1994).

[II-12] : P. Hedström, J. Almer, U. Lienert, M. Oden, « **Evolution of residual stresses in metastable austenitic stainless steels and the accompanying strain induced martensitic transformation** », Mat. Sci. For, Vol. 524-525, (2006), pp. 821-826.

[II-13] : R. Kubler, « **Comportement thermomécanique des aciers à effet TRIP : Approches micromécaniques et phénoménologiques, applications à la mise en forme** », Thèse de Doctorat, ENSAM de Metz, (2004).

[II-14] : J. Zhang, « **Influence de la contrainte sur la transformation martensitique d'alliages Fe-Ni-C** », Thèse de Doctorat, INPL Nancy, (1993).

## **Chapitre III**

**« Transformation martensitique et  
comportement mécanique de l'acier  
301LN »**



<b>III-1 Introduction</b>	96
<b>III-2 Analyse de la transformation martensitique</b>	96
<b>III-2-1 Comportement en traction uniaxiale</b>	96
III-2-1-1 Traction simple à température ambiante	96
III-2-1-2 Effet de la température	99
III-2-1-3 Effet de la vitesse de déformation	99
<b>III-2-2 Analyse de la microstructure</b>	<b>101</b>
<b>III-2-3 Textures cristallographiques de transformation</b>	103
<b>III-2-4 Cinétique de transformation</b>	107
III-2-4-1 Cinétique de transformation à température ambiante	107
III-2-4-2 Influence de la vitesse de déformation	109
III-2-4-3 Influence de la température	110
III-2-4-4 Evolution de la dureté	112
<b>III-3 Analyse de contraintes intraphase sous traction uniaxiale</b>	113
<b>III-3-1 Détermination des contraintes résiduelles</b>	113
<b>III-3-2 Etat de contrainte interne en traction in-situ</b>	116
<b>III-4 Conclusion</b>	121
<b>Références</b>	122



## III-1 Introduction

L'étude bibliographique menée au chapitre I montre que le comportement mécanique des aciers austénitiques instables dépend en grande partie de la transformation martensitique induite par déformation plastique. Les méthodes de diffraction décrites au chapitre II, ont été mises en œuvre afin de caractériser la transformation martensitique dans l'acier 301LN soumis à un chargement uniaxial. Des essais de traction sous différentes conditions de température et de vitesse de déformation ont été réalisés afin d'étudier dans un premier temps, le comportement mécanique de l'acier et la transformation martensitique sous ces différentes conditions. Pour chaque déformation, l'évolution de la microstructure et la texture cristallographique ont été analysées. La cinétique de la transformation martensitique a été déterminée pour ces différentes conditions. Les états de contrainte dans chaque phase au cours et après chargement, sont reliés au comportement mécanique du matériau.

## III-2 Analyse de la transformation martensitique

### III-2-1 Comportement en traction uniaxiale

#### III-2-1-1) Traction simple à température ambiante

La figure III-1 présente la courbe de traction conventionnelle de l'acier 301LN dans la Direction de Laminage (DL), à température ambiante et pour la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ .

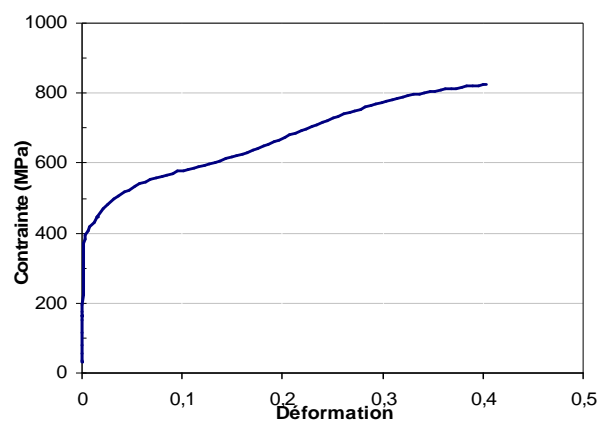


Figure III-1 : Courbe de traction de l'acier 301LN suivant DL, ( $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ ,  $T = 20^{\circ}C$ )

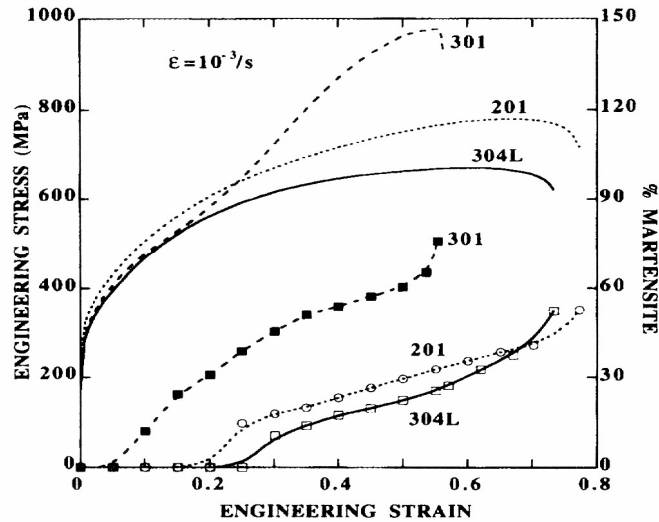
A partir de ces essais, les caractéristiques mécaniques classiques de l'acier de l'étude sont déduites et comparées aux données existantes qui sont regroupées dans le tableau III-1. Les données 301LN sont les caractéristiques déterminées dans cette étude à partir des essais de traction, les données Ugine sont les données du constructeur et les données Talyan sont extraites de ces travaux sur les aciers austénitiques instables [III-1].

*Tableau III-1 : Caractéristiques mécaniques et composition chimique de l'acier 301LN (T=20°C,  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ )*

Nuance	Caractéristiques				
	Cr% (massique)	Ni% (massique)	R <sub>0.2%</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A(%)
301LN	16,5	6,5	355	800	43
Ugine	16,5	6,5	350	760	45
Talyan	17	6,3	360	970	50

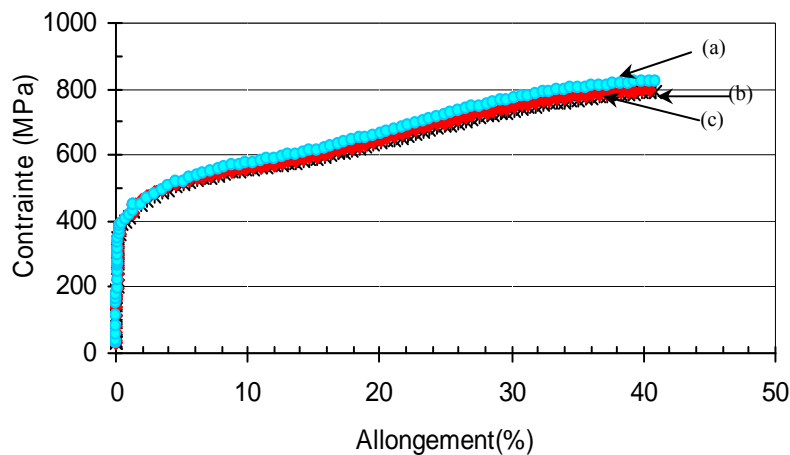
La limite d'élasticité ainsi que l'allongement à rupture sont en accord avec les résultats de littérature. Cependant, la résistance mécanique diffère, elle est de 800MPa pour l'acier de l'étude et de 1000MPa dans les travaux de Talyan et al. [III-1]. Cette différence assez importante peut être due à la variation de la composition chimique d'une part mais aussi à la différence de vitesse de déformation imposée au cours de l'essai de traction. La vitesse utilisée ici est plus faible ( $6.10^{-3} s^{-1}$ ) que celle utilisée dans les travaux de Talyan et al. [III-1]. Ce point sera détaillé plus précisément dans la partie « influence de la vitesse de déformation ».

Les courbes de la figure III-1 montrent une particularité qui est la forte consolidation dans le domaine plastique qui apparaît pour une déformation de 15%. Cette consolidation est directement liée à la formation de martensite induite par la déformation plastique [III-2]. Ce phénomène n'est pas observé dans les courbes de traction d'aciers austénitiques stables, ni dans celles des aciers austénitiques faiblement instables tels que le AISI316 à l'ambiante. Les travaux de Talyan [III-1] présentés sur la figure III-2 illustrent cet état de fait. La courbe de traction des aciers 304L et 201 ne présentent pas d'élévation tandis que celle de l'acier 301LN, présente une élévation importante à partir de 15 % de déformation. Cette courbe montre aussi que la résistance à rupture de l'acier 301 (1000MPa) est nettement supérieure à celle de l'acier 201 (730MPa) et de l'acier 304L (650MPa). A l'inverse, son allongement à rupture est beaucoup plus faible : 50% de déformation, alors que les deux autres nuances dépassent 70% de déformation.



**Figure III-2 : Courbes de traction et fractions de martensite formées des aciers AISI301, AISI201, et AISI304L à température ambiante [III-1]**

La figure III-3 présente les courbes de traction obtenues à température ambiante sur le 301LN pour une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$  dans trois directions : Direction de Laminage (DL), Direction Transverse (DT), et à 45° par rapport à la direction de laminage.



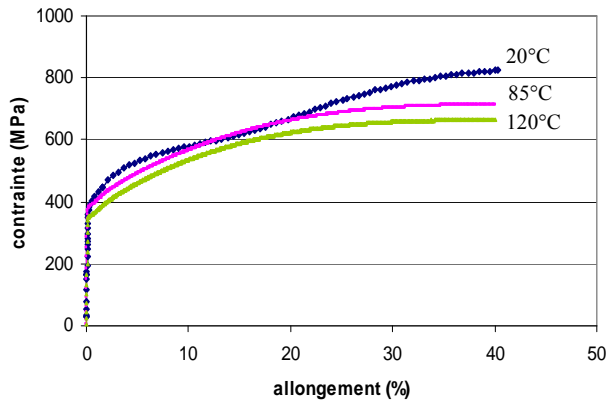
**Figure III-3 : Courbes de traction dans différentes directions ; (a) : DL, (b) : DT et (c) : 45°**

Le comportement en traction de l'acier est quasi-isotrope. Les courbes obtenues à partir d'essais de traction sur des éprouvettes orientées à 45° et DT se superposent alors que celle des essais suivant la direction DL est légèrement au dessus. L'écart maximal de contrainte pour une même déformation est inférieur à 20 MPa. Dans la suite de l'étude, nous nous sommes donc limités à caractériser la transformation martensitique au cours et

après chargement en traction uniaxiale en prenant en compte seulement les essais de traction réalisés sur des éprouvettes orientées suivant DL.

### III-2-1-2 Effet de la température

La figure III-4 présente les courbes de traction de l'acier 301LN avec une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$  réalisés à 20°C, 85°C, et 120°C. Les caractéristiques mécaniques à différentes températures sont présentées dans le tableau III-2.



Température	Caractéristiques		
	R <sub>0.2%</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)
20°C	370	820	43
85°C	360	710	54
120°C	350	660	51

**Figure III-4 : Comportement en traction de l'acier 301LN à différentes températures, (a) : 20°C, (b) : 85°C et (c) : 120°C**

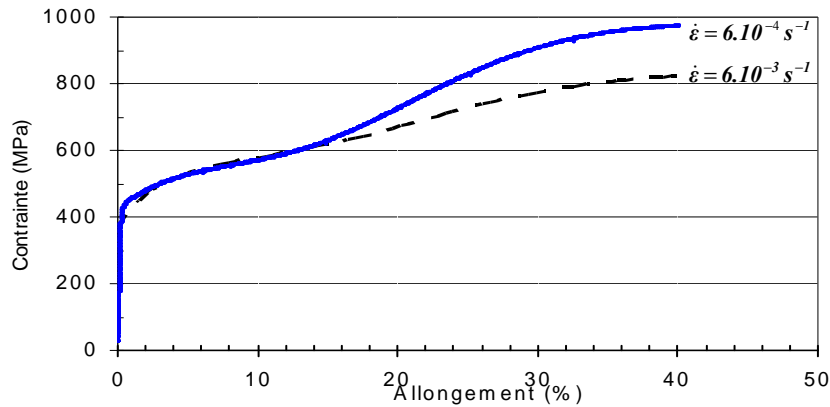
**Tableau III-2 : Caractéristiques mécaniques de l'acier 301LN à différentes températures ( $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ )**

La limite d'élasticité ainsi que la contrainte à rupture diminuent avec l'augmentation de la température. La diminution de la charge maximale est beaucoup plus importante, l'écart atteint 140MPa entre 20°C et 120°C. Cet écart possède deux origines, le mouvement des dislocations devient plus facile avec l'augmentation de la température [III-3]. D'autre part, la cinétique de la transformation martensitique est également directement liée à la température. Ceci est dû au fait que la germination de la martensite est plus facile aux basses températures, et qu'elle devient de plus en plus difficile avec l'augmentation de la température. En d'autres termes, plus on s'éloigne de la température  $M_s$  vers les hautes températures, plus il faudra que le travail mécanique nécessaire pour provoquer la transformation soit important [III-4].

### III-2-1-3 Effet de la vitesse de déformation

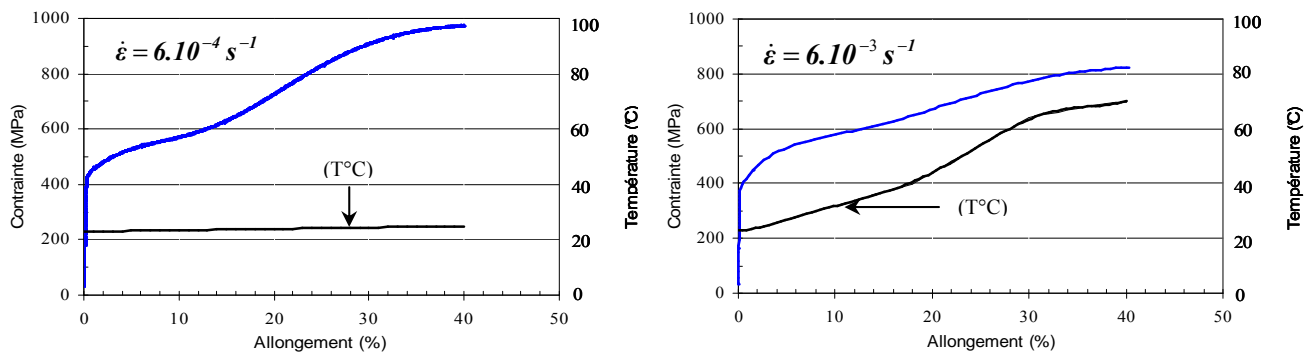
Dans le but d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du matériau, un deuxième essai de traction a été réalisé à  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ . Les résultats sont comparés avec ceux obtenus pour  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$  et présentés sur la figure III-5. Jusqu'à 15% de déformation, les deux courbes sont pratiquement superposées. Au-delà, les deux courbes divergent.

Dans la courbe (a :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ ), les niveaux de contrainte atteints sont beaucoup plus importants que dans la courbe (b :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ ) et la contrainte maximale est de 1000MPa dans le premier cas alors qu'elle n'atteint que 800MPa dans le second cas.



**Figure III-5 : Courbe de traction de l'acier 301LN pour deux vitesses de déformation ((a) :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ , (b) :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ ) à température ambiante**

Afin d'expliquer cette différence de comportement, nous avons effectué dans les deux cas un suivi de la température des éprouvettes pendant la déformation. Les résultats obtenus sont montrés sur la figure III-6.



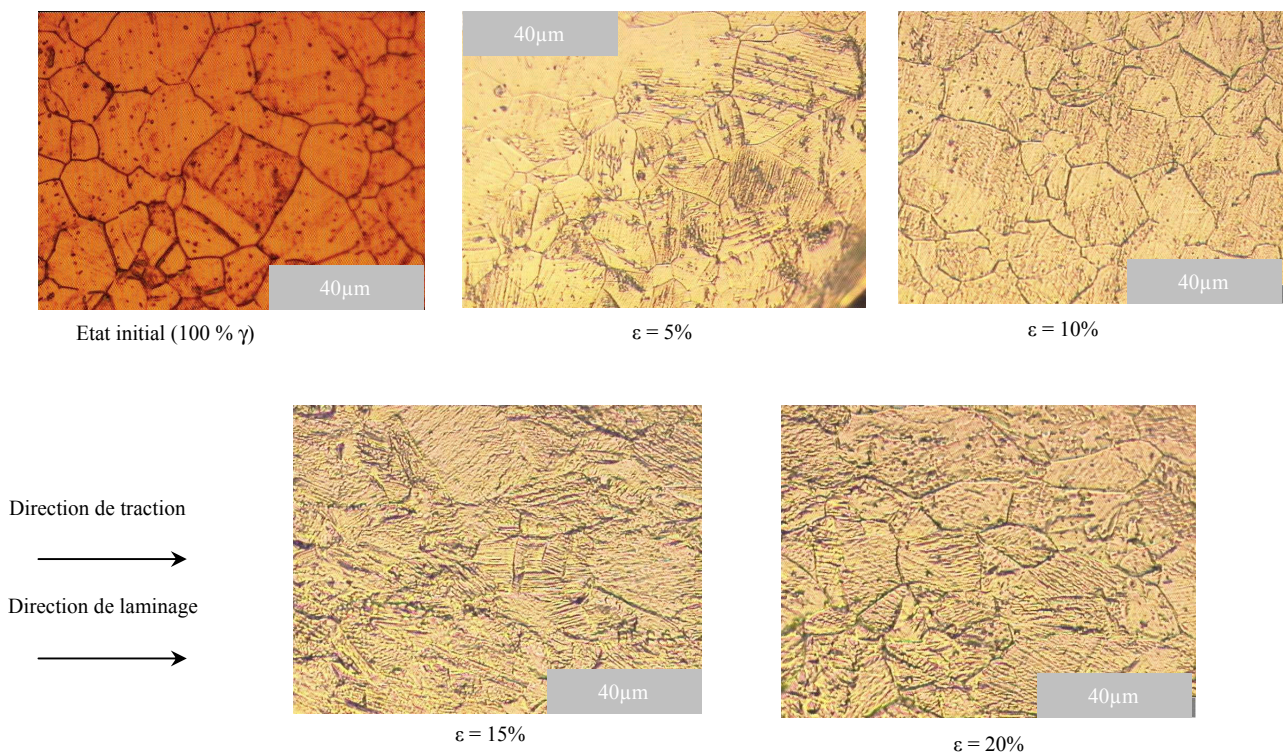
**Figure III-6 : Suivi de la température des éprouvettes au cours des essais de traction à température ambiante, (a) :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ , (b) :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$**

Dans le cas d'une vitesse de déformation faible (a), la température de l'éprouvette ne varie presque pas. Elle est de 22°C au début de l'essai et atteint 25°C à la fin de l'essai. A l'inverse, la température de l'éprouvette dans le cas d'une vitesse de déformation élevée (b), évolue de façon continue et passe de 22°C (ambiante) au début de l'essai jusqu'à atteindre 74°C au moment de la rupture. Ceci s'explique par le fait que pendant l'essai, et vu la grande vitesse de déformation, l'éprouvette n'a pas le temps d'évacuer (vers l'extérieur) la chaleur produite par la déformation plastique, alors qu'à faibles vitesses, il est possible de rester dans des conditions de chargement quasi-isothermes. On se retrouve

ainsi dans des conditions complètement différentes et c'est ce qui explique la différence du comportement mécanique de l'acier. En effet, dans le cas des grandes vitesses de déformation, la température de l'éprouvette augmente rapidement ce qui aura pour conséquence de limiter la fraction de martensite formée par rapport à celle formée au cours d'un essai à faible vitesse de déformation, donc à plus faible température. La martensite ayant une limite d'élasticité plus grande que la phase austénitique [III-5], les valeurs de contraintes sont plus élevées dans le cas des faibles vitesses de déformation, là où la fraction de martensite formée sera supérieure.

### III-2-2 Analyse de la microstructure

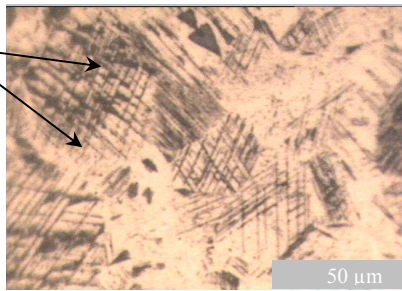
La microstructure de l'acier a été observée à l'état initial et après des essais de traction interrompus à différents niveaux de déformations (tous les 5%) et pour  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ . La figure III-7 présente les différentes microstructures obtenues.



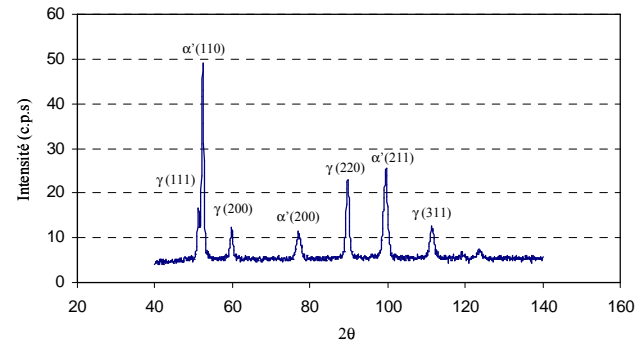
**Figure III-7 : Evolution de la microstructure en fonction de la déformation  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$**

A l'état initial, le matériau est un polycristal monophasé constitué de grains équiaxes de taille moyenne d'environ 20μm. Pour 5 % de déformation, la martensite se forme à l'intérieur de quelques grains sous forme de paquets de lattes. Dans la majorité des grains une seule variante de martensite se forme, cependant on observe également des cas d'apparition de deux variantes différentes dans un même grain.

Variantes de martensite



**Figure III-8 : Microstructure de l'acier 301LN déformé à 20%**



**Figure III-9 : Diffractogramme de l'acier 301LN déformé à 20%**

A 10 % de déformation, la martensite est présente dans la majorité des grains mais avec de fortes hétérogénéités, dans certains grains, la transformation est beaucoup plus avancée que pour d'autres. On peut supposer que la transformation est favorisée dans les grains favorablement orientés par rapport à la contrainte appliquée. En effet, Goodchild [III-6] a observé expérimentalement sur une nuance entièrement austénitique que les grains orientés  $\langle 100 \rangle$  parallèle à la direction de traction se transforment préférentiellement en martensite  $\alpha'$ , et que les grains ayant une direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  proche de la direction de sollicitation (traction suivant DL) se transforment pour des valeurs de déformations élevées. Ce point sera abordé plus en détail dans la partie évolution de la texture cristallographique par diffraction des rayons X.

A partir de 15% de déformation, la martensite est présente dans la totalité des grains. La microstructure n'évolue ensuite presque plus à partir de cette valeur de déformation. Un dosage de phases par microscopie optique pour déterminer les fractions de martensite formée n'a pu être réalisé à cause de la difficulté de bien séparer l'austénite et la martensite. C'est pour cette raison que nous avons choisi d'utiliser la diffraction des rayons X pour la détermination des fractions de martensite formée. Elle est dans notre cas, la technique la plus appropriée puisque elle permet de séparer et quantifier les deux phases existantes dans le matériau tout en s'affranchissant de l'effet de la texture cristallographique. Cette technique nous a aussi permis d'identifier la structure cristalline de la phase apparue. En effet la figure III-9 présente le diffractogramme obtenu sur un acier déformé de 20%.

Ce diffractogramme met en évidence que la phase formée est bien la martensite  $\alpha'$  qui possède une structure cristalline Quadratique Centrée (QC). Même aux faibles déformations, on ne note que l'apparition de ce type de martensite. Dans les aciers austénitiques instables, il est connu que deux types de martensite peuvent apparaître, une martensite  $\alpha'$  de structure Quadratique Centrée et une martensite  $\epsilon$  de structure Hexagonale Compacte (HC). L'ordre

d'apparition de ces deux phases est directement lié à l'Energie de Faute d'Empilement (EFE) de l'acier.

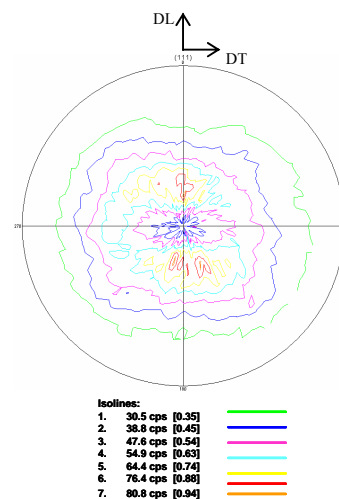
En effet, une forte énergie de faute d'empilement conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par le mécanisme  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , les sites de germination de la martensite  $\alpha'$  dans ce cas étant les macles et/ou les fautes d'empilement induits par la déformation [III-11].

Dans les conditions de notre étude, seule la martensite  $\alpha'$  est observée.

### III-2-3 Textures cristallographiques de transformation

La maîtrise du comportement mécanique de l'acier nécessite l'étude de l'anisotropie induite lors des différentes opérations de mise en forme, en particulier, l'anisotropie associée aux textures cristallographiques. Dans l'acier 301LN, cette anisotropie possède plusieurs sources, elle provient du glissement plastique, de la transformation martensitique ainsi que des interactions entre ces deux mécanismes élémentaires. D'autre part, l'ensemble des étapes précédant l'emboutissage, en particulier les étapes d'élaboration du matériau peut également induire une texture cristallographique. Les tôles en acier austénitique (acier de l'étude) ayant subi un laminage à froid suivi d'un recuit de recristallisation présentent en général une texture de laminage dont les composantes principales sont  $\{011\} \langle 100 \rangle$ , et  $\{011\} \langle 211 \rangle$  [III-7]. On a étudié l'évolution de la texture cristallographique dans les deux phases (austénite/martensite) dans l'acier 301LN pour différents niveaux de déformations de traction quasi-statique :  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$  et  $T = 20^\circ C$ .

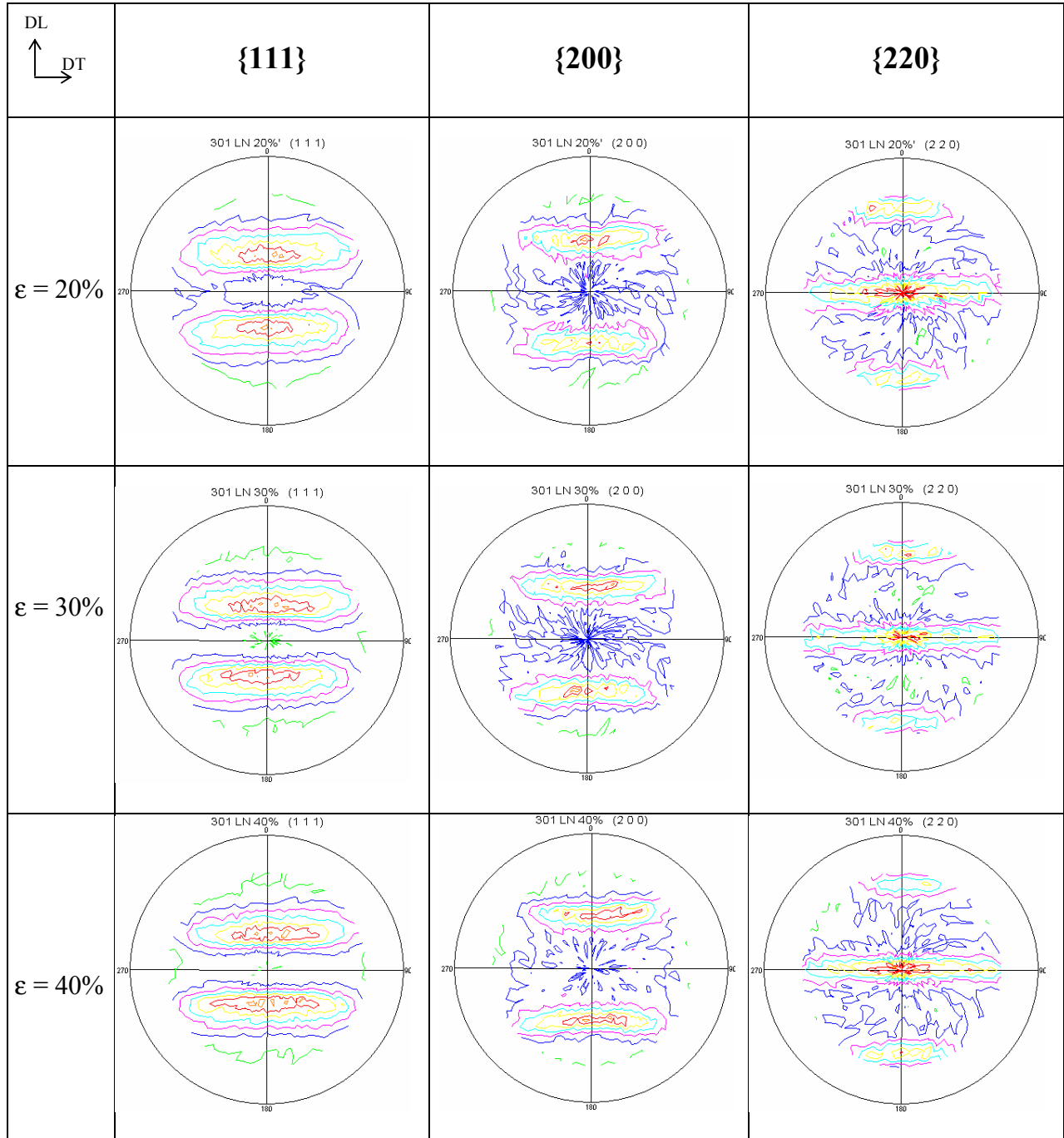
Pour chaque déformation, 3 figures de pôles expérimentales sont réalisées dans l'austénite dans la martensite et ce dès l'apparition de cette phase. A l'état initial, seule la figure de pôles  $\{111\}$  de l'austénite a été réalisée (figure III-10). On observe qu'effectivement le matériau présente bien une texture mais que celle-ci n'est pas très prononcée vu que le rapport entre l'intensité la plus forte et l'intensité la plus faible ne dépasse pas 2,6.



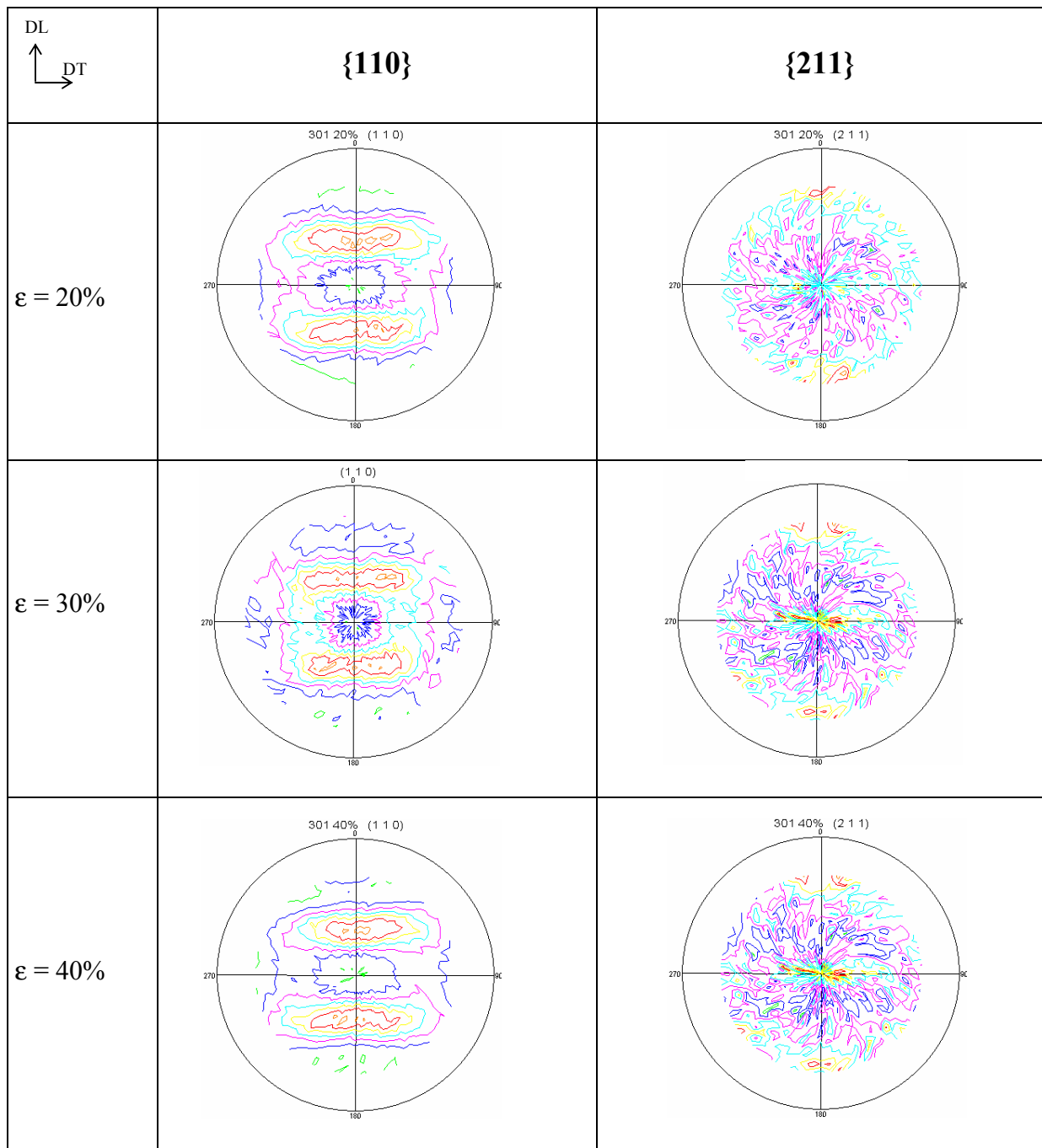
**Figure III-10 : Figure de pôle  $\{111\}$  de l'austénite à l'état initial ; rapport d'intensité =2,6**



Les figures III-11 et III-12 présentent respectivement les figures de pôles obtenues pour les familles de plans  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ , et  $\{220\}$  de l'austénite et les figures de pôles  $\{110\}$  et  $\{211\}$  de la martensite à 20%, 30% et 40% de déformation.



**Figure III-11 : Evolution des figures de pôles expérimentales de l'austénite  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{220\}$  au cours d'un essai de traction à 20°C et  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$  suivant DL de l'acier 301LN**



**Figure III-12 : Evolution des figures de pôles expérimentales de la martensite {110} et {211} au cours d'un essai de traction à 20°C et  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$  suivant DL de l'acier 301LN**

Les figures de pôles {111} de l'austénite montrent bien que l'acier développe une texture cristallographique de traction et que celle-ci se renforce au cours de la déformation.

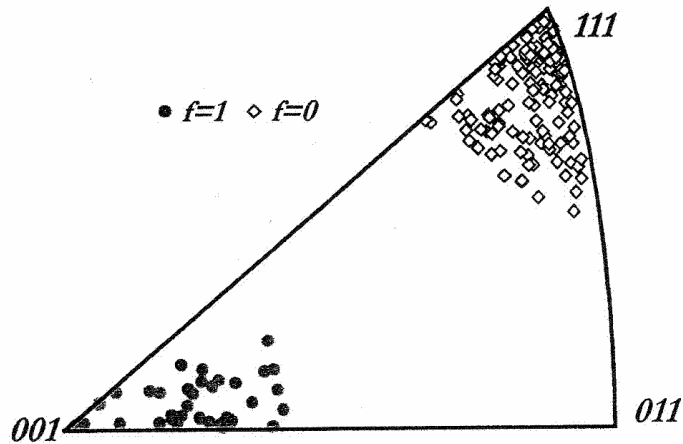
L'évolution des rapports d'intensités (intensité maximale / intensité minimale) en fonction de la déformation des figures de pôles {111} de l'austénite et {110} de la martensite est donnée dans le tableau III-3.

Tableau III-3 : rapports d'intensités des figures de pôles en fonction de la déformation

Déformation $\epsilon$ %	0	6	8	20	30	40
Rapport d'intensité de l'austénite $I_{\gamma}$	2,6	4,4	4,4	6,4	5,5	5,3
Rapport d'intensité de la martensite $I_{\alpha'}$	-	3,3	3,7	4,1	4,2	4,5

Ces résultats montrent un renforcement très net de la texture cristallographique au cours d'un chargement dans la phase austénitique et dans la phase martensitique est importante. En effet, le rapport d'intensité de la figure de pôle  $\{111\}$  de l'austénite, augmente avec la déformation et atteint une valeur maximale de  $I=6,4$ , ce qui indique que le matériau est maintenant plus texturé pour une déformation de 20%. Au-delà, le rapport d'intensité diminue légèrement et atteint une valeur de  $I=5,3$  pour une déformation de 40%.

Cette augmentation du rapport d'intensité des figures de pôles  $\{111\}$  de l'austénite a aussi été observée dans divers travaux [III-8] [III-9], et trouve son origine en partie dans le fait qu'au cours de la déformation plastique de l'austénite, les grains austénitiques vont s'orienter suivant des directions préférentielles. Kumar et al. [III.9] montrent qu'au cours d'un chargement en traction de l'acier austénitique instable AISI304, la texture cristallographique de la phase austénitique présente deux composantes principales  $\{011\} \langle 100 \rangle$ , et  $\{011\} \langle 211 \rangle$  et que celles-ci se renforcent au cours de la déformation plastique. Goodchild et al. [III-6] observent expérimentalement, sur une nuance entièrement austénitique, que les grains orientés  $\langle 100 \rangle$  parallèles à la direction de traction se transforment préférentiellement en martensite  $\alpha'$  sans passer par une martensite intermédiaire  $\epsilon$ . Kubler [III-10] montre, à travers une modélisation des évolutions de texture de l'austénite pendant la déformation, que les grains ayant la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  proche de la direction de sollicitation ne se transforment presque pas tandis que les grains ayant la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  proche de la direction de sollicitation se transforment presque totalement comme le montre la figure de pôles inverse de l'acier AISI304 après une déformation de 18% (Figure III-13).



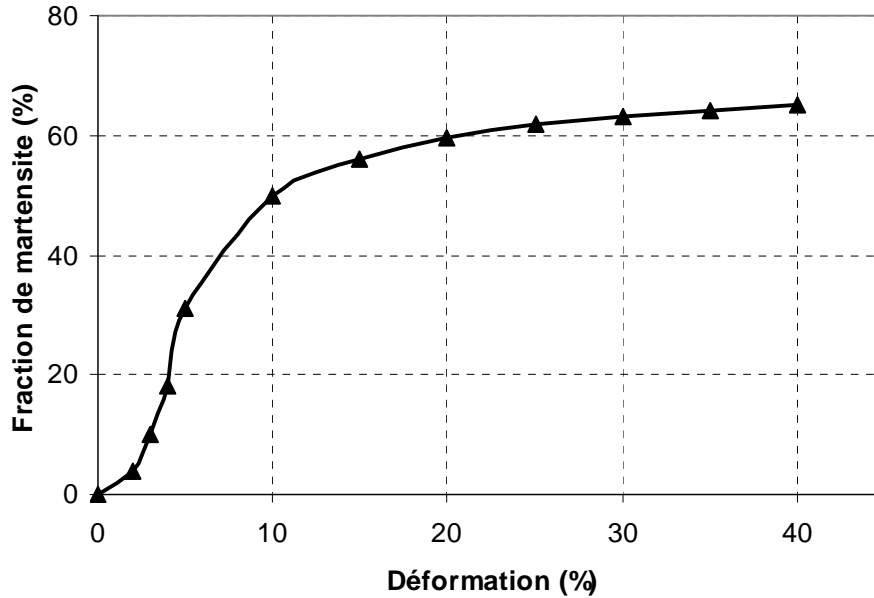
**Figure III-13 : Figure de pôles inverse représentant l'orientation initiale des cristaux se transformant préférentiellement ( $f=1$ ) et ne se transformant pas ( $f=0$ ) après un essai de traction simulé à 18% de déformation [III-10]**

La martensite  $\alpha'$  possède une texture marquée dès son apparition. Au début, seule une partie des grains austénitiques se transforment (grains de même orientation) en lien avec la sollicitation. La martensite ainsi formée provient de ces mêmes grains en respectant les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs. Le rapport d'intensités des figures de pôles  $\{110\}$  de la martensite augmente avec que la déformation, et passe de  $I=3,3$  pour une déformation de 6% à 4,5 pour une déformation de 40%. La texture de la martensite possède l'orientation  $\{001\} \langle 110 \rangle$  comme composante principale ; elle est héritée de l'orientation  $\{011\} \langle 211 \rangle$  de l'austénite suivant les relations d'orientations de Kurdjumov-Sachs.

### III-2-4 Cinétique de la transformation martensitique

La cinétique de la transformation martensitique représente l'évolution de la fraction de martensite formée en fonction de la déformation sous différentes conditions de chargement. Les échantillons analysés sont prélevés des éprouvettes de traction. Le dosage de phases a été réalisé en utilisant les intensités moyennes déduites des figures de pôles des plans  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  de l'austénite et  $\{110\}$ ,  $\{211\}$  de la martensite.

La figure III-14 représente l'évolution de la fraction de martensite formée en fonction de la déformation à température ambiante et pour une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ .



**Figure III-14 : Evolution de la fraction volumique de martensite en de l'acier 301LN en fonction de la déformation à  $T=20^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\varepsilon} = 6.10^{-4} \text{ s}^{-1}$**

La courbe de la figure III-14 peut être divisée en trois parties :

- 0 à 2% de déformation, il n'y a quasiment pas de formation de martensite  $\alpha'$ . Ce stade correspond à la formation de macles ou de fautes d'empilement à l'intérieur des grains austénitiques puisque aucune trace de la martensite  $\varepsilon$  n'a été détectée. Lecroisey et al. [III-11] et Murr et al. [III-12] ont montré que dans les aciers austénitiques à forte énergie de faute d'empilement, la transformation de l'austénite  $\gamma$  en martensite  $\alpha'$  a lieu directement sans la formation de la phase intermédiaire, la martensite  $\varepsilon$ . A l'inverse Shin [III-13], Chappuis et al. [III-14], Mangonon et al. [III-15] et Lebedev et al. [III-16] montrent que dans les aciers à faible énergie de faute d'empilement et particulièrement dans la famille des aciers AISI 304, la transformation martensitique passe par la formation de la phase intermédiaire  $\varepsilon$ . La fraction formée de cette phase atteint rarement les 5% et elle tend à disparaître avec l'apparition de la martensite  $\alpha'$  [III-16].

- 2 à 20% de déformation, la fraction de martensite formée évolue très rapidement de 2% à 55%. Ce stade correspond à la formation de martensite  $\alpha'$  à l'intersection des bandes de cisaillement (macles ou fautes d'empilement) dans l'austénite. La cinétique de transformation est très rapide jusqu'à 10% de déformation. Cette évolution rapide est liée à l'orientation préférentielle des grains austénitiques. En effet, ce sont les grains favorablement orientés qui sont les premiers à se transformer (grains orientés  $\langle 100 \rangle$  parallèles à la direction de traction).

Au delà de 20% de déformation, la fraction de martensite n'évolue presque plus et une valeur de saturation égale à 63 % est atteinte. A ce stade, les grains les moins bien orientés (les grains ayant la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  proche de la direction de traction) se déforment plastiquement mais sans se transformer.

### III-2-4-2 Influence de la vitesse de déformation

La figure III-15 représente l'évolution de la fraction volumique de la martensite formée en fonction de la déformation à température ambiante pour deux vitesses de déformation différentes  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ .

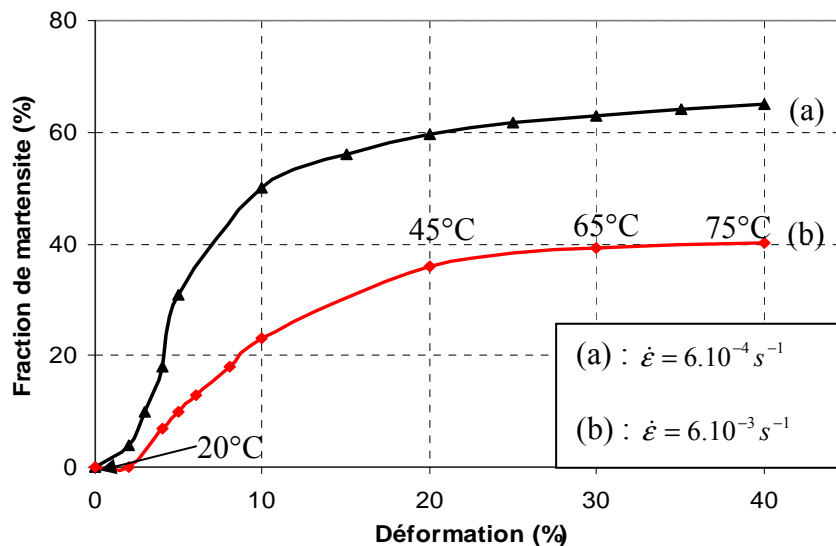
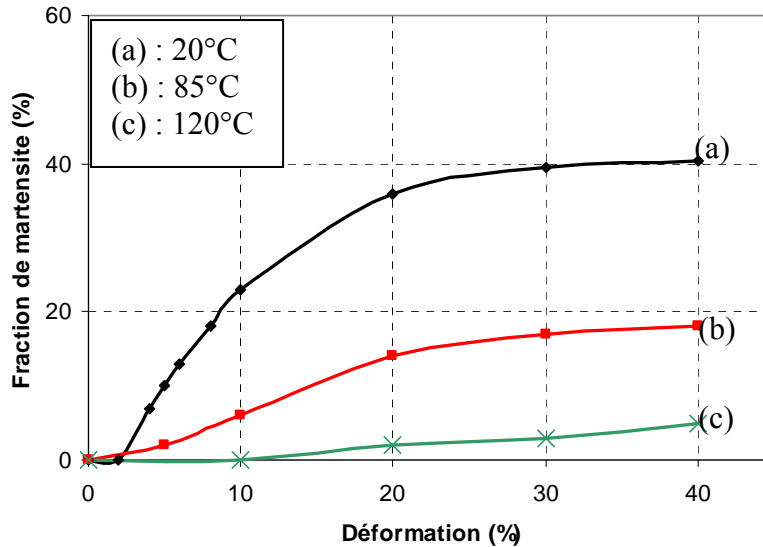


Figure III-15 : Influence de la vitesse de déformation sur la fraction de martensite formée

Ces résultats confirment bien qu'à vitesse de déformation plus élevée, l'austénite se transforme moins. En effet, la fraction maximale de martensite formée dans ce cas est de 40% alors qu'elle dépasse 60% pour  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ . Lebedev et al. [III-16] observent le même phénomène sur l'acier AISI304. Les auteurs attribuent ce phénomène au réchauffement adiabatique de l'éprouvette qui augmente la température à forte vitesse de déformation. Due à cette élévation de température, la stabilité de l'austénite augmente considérablement.

### III-2-4-3 Influence de la température

La figure III-16 représente l'évolution de fraction de martensite formée dans l'acier 301LN à trois températures différentes 20°C, 85°C, et 120°C et ceci pour  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$ . Pour les différentes températures, l'évolution de la fraction de martensite formée suit une loi de type Olson et Cohen [III-19] avec des paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  donnés dans le tableau III-5.



**Figure III-16 : Influence de la température sur la fraction de martensite formée**

Les résultats confirment qu'à température plus élevée, l'austénite se transforme moins. En effet, la fraction maximale de martensite formée diminue de 40% à 20°C à 18% à 85°C et elle n'est plus que de 5% à 120°C. A 140°C, aucune trace de martensite  $\alpha'$  ou  $\epsilon$  n'a été détectée, la température  $M_d$  de l'acier 301LN est donc comprise entre 120°C et 140°C.

En comparant l'acier 301LN avec l'acier AISI304 ([III-16] [III-17] et [III-20]), les fractions de martensite formée dans les mêmes conditions sont beaucoup plus importantes que dans l'acier AISI304. Les résultats des travaux de Bargui et al. [III-20] montrent que dans la famille des aciers AISI304, la fraction maximale de martensite formée à température ambiante dépasse rarement 20%. Ceci est dû au fait que l'austénite dans l'acier 301LN est plus instable.

Pour la martensite induite par la déformation plastique, différents auteurs ont établi des lois de cinétiques de transformation dépendant essentiellement de la déformation plastique, à travers des approches phénoménologiques. Ces lois sont présentées dans le tableau III-4.

Tableau III-4 : Cinétiques de transformation martensitique induite par déformation plastique

	Expressions	Commentaires
Angel et al. [III-3]	$f = A_1 \varepsilon^B (1-f)$ (III-5)	$A_1$ constante fonction linéaire de la température en $1/T$ et $B=3$ pour les aciers austénitiques.
Abrassart [III-4]	$f = A \varepsilon^n$ (III-6)	$A$ paramètre décroissant avec la température et $n = 3$ pour les aciers austénitiques.
Guimaraes [III-17]	$f = 1 - \exp(-K \bar{\varepsilon})$ (III-7)	Les constantes $A$ et $z$ sont identifiées expérimentalement.
Matsumura et al. [III-18]	$V\gamma = V\gamma_0 / [1 + (k/q) V\gamma_0 (\varepsilon^p)^q]$ (III-8)	$V\gamma_0$ est la fraction volumique d'austénite résiduelle avant déformation, $k$ et $q$ sont des constantes à identifier.

Cependant, la cinétique de l'acier 301LN suit une loi d'Olson et Cohen [III-19]. Cette loi est basée sur des observations métallurgiques de germination des aiguilles de martensite  $\alpha'$  à l'intersection des bandes de cisaillement (martensite  $\varepsilon$ , macles ou fautes d'empilement) dans l'austénite. L'évolution de la fraction de martensite est une fonction exponentielle de la déformation :

$$f = 1 - \exp \{-\beta [1 - \exp(-\alpha \cdot \varepsilon^p)]^n\} \quad (\text{III-9})$$

où  $\beta = C.P. \cdot v^{\alpha'} / (v^{\beta})^n$

Pour l'acier 301LN, on identifie expérimentalement les paramètres  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $n$ . Les résultats sont donnés dans le tableau III-5.

Tableau III-5 : Identification des paramètres de la cinétique de transformation lors d'essais de traction de l'acier 301LN

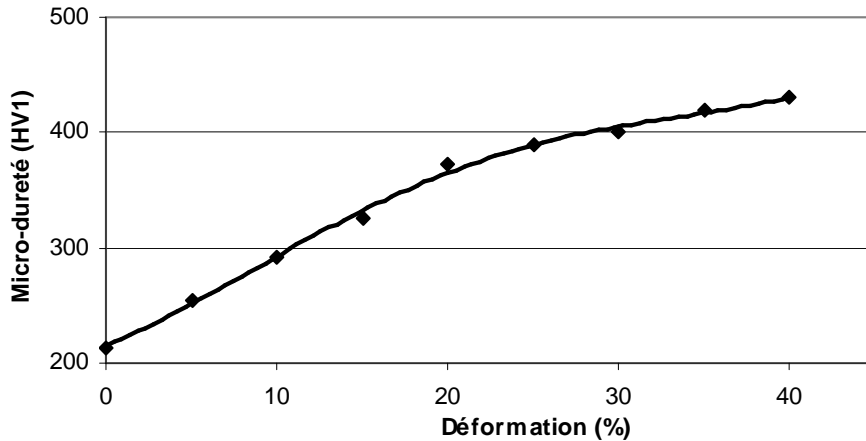
$$n = 3,5$$

T(°C), $\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\alpha$	$\beta$
20°C, $\dot{\varepsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$	7,4	2,1
20°C, $\dot{\varepsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$	5,5	1,45
85°C, $\dot{\varepsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$	4,1	0,73
120°C, $\dot{\varepsilon} = 6.10^{-3} s^{-1}$	2,05	0,31



### III-2-4-4 Evolution de la dureté

Pour compléter les informations obtenues par dosage de phase, des mesures de dureté HV1 ont été réalisées sur des échantillons à différentes déformations. Les résultats sont représentés sur la figure III-17 :



*Figure III-17 : Evolution de la dureté en fonction de la déformation*

La courbe obtenue peut être divisée en deux parties :

- 0 à 20% de déformation, dans cette partie la dureté augmente assez rapidement et passe de HV1 = 220 (l'état initial) à HV1 = 380 ( $\epsilon = 20\%$ ).
- Au delà de 20% de déformation, l'évolution de la dureté est moins importante et provient essentiellement de la combinaison entre l'écrouissage de l'austénite et de la formation de la martensite qui a une dureté plus élevée. Elle atteint une valeur maximale de HV1 = 430 ( $\epsilon = 40\%$ ).

L'évolution de la dureté en fonction de la déformation suit la même évolution que la fraction de martensite formée. La forte augmentation de la dureté de 0 à 20% correspond à la formation de quantités importantes de martensite, et au-delà de 20%, la dureté évolue beaucoup moins rapidement. Le fait que la dureté augmente toujours au-delà des 20% alors que la fraction de martensite n'évolue presque plus, doit être attribué à l'écrouissage de la phase austénitique.

### III-3 Analyse de contraintes intraphase sous traction uniaxiale

Les essais de traction présentés au début de ce chapitre, essais couplés avec les observations métallographiques ainsi que la DRX (détermination des cinétiques de transformation par dosage de phase) ont permis de mettre en évidence différents domaines de déformation dans le 301LN :

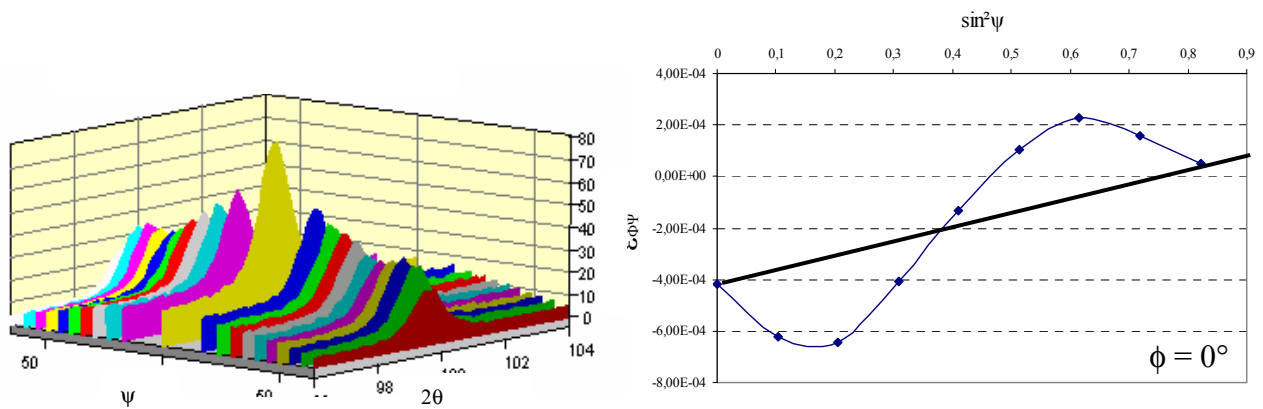
- domaine de déformation élastique où l'acier reste austénitique monophasé,
- jusqu'à 2% de déformation : à partir d'un chargement macroscopique de l'ordre 350MPa à température ambiante, l'austénite se déforme plastiquement et on observe la formation de bandes de cisaillement,
- entre 2% et 20% de déformation : formation d'une phase martensitique dont la fraction augmente très rapidement,
- au-delà de 20% de déformation : la fraction de martensite n'évolue pratiquement plus mais la dureté continue d'augmenter avec la déformation (écrouissage de la phase austénitique).

Dans le but de corréler l'évolution microstructurale du matériau à son comportement mécanique, une analyse de l'état de contraintes résiduelles sur des éprouvettes déformées à différentes valeurs, a été réalisée, et suivie d'une analyse in-situ de l'état de contraintes internes dans les deux phases au cours d'un chargement en traction.

#### III-3-2 Analyse de contraintes résiduelles après essai de traction

Les contraintes résiduelles ont été déterminées sur des échantillons prélevés sur des éprouvettes de traction déformées à température ambiante à la vitesse  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$ . Les analyses ont été effectuées dans le sens longitudinal de l'éprouvette ( $\phi = 0^\circ$ ) qui correspond à la direction de traction, et dans le sens transverse ( $\phi = 90^\circ$ ). Les plans  $\{211\}$  de la martensite et les plans  $\{311\}$  de l'austénite ont été utilisés avec 21 positions en  $\psi$  entre  $-65^\circ$  et  $65^\circ$  comme montré sur la figure III-18.

La courbe (b) de la figure III-18 montre la variation de la déformation  $\epsilon_{\phi\psi}$  en fonction de  $\sin^2\psi$  pour les plans  $\{211\}$  de la martensite dans la direction de traction pour une déformation macroscopique imposée de 10%.



**Figure III-18 : a) Pics de diffraction et les  $\psi$  correspondant , b)  $\epsilon_{\phi\psi}$  mesurées en fonction des  $\sin^2\psi$  des plans  $\{211\}$  de la martensite pré-déformation de 10%**

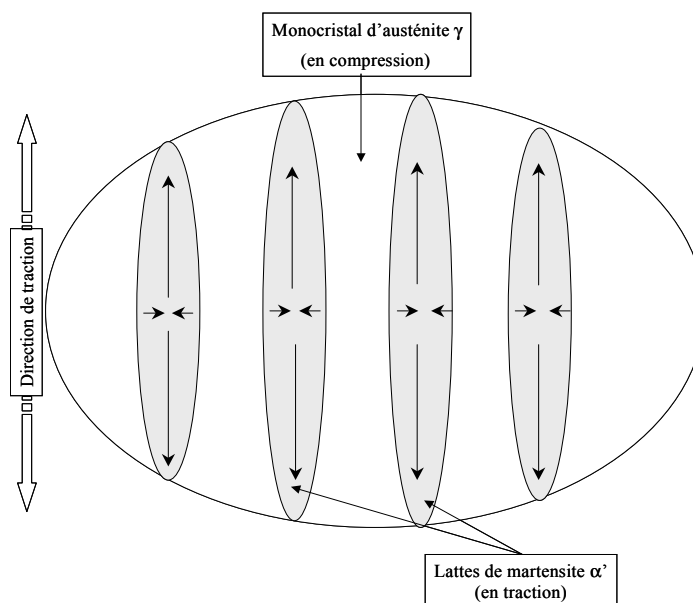
Cette courbe révèle l'existence d'un écart à la loi des  $\sin^2\psi$  (relation non linéaire) par la présence d'une ondulation assez marquée. Cette même ondulation est observée dans les travaux de Inal et al. [III-21] et Krier et al. [III-22]. Elle traduit l'hétérogénéité de la déformation élastique liée aux anisotropies élastique et plastique des grains. Dans notre cas, l'allure de cette ondulation est caractéristique d'une activité plastique de la phase martensitique. Pesci et al. [III-23] ont montré qu'à déformation égale, les ondulations sont exacerbées par une augmentation de la limite d'élasticité. On note que dans les deux phases, l'ondulation s'accroît quand la déformation augmente.

Les états de contrainte déterminés par la loi des  $\sin^2\psi$  dans la martensite et dans l'austénite dans le sens de la traction ( $\phi=0^\circ$ ) et dans le sens transverse ( $\phi=90^\circ$ ) après différentes déformations sont données dans le tableau III-7.

*Tableau III-7 : Fraction de martensite et contraintes résiduelles déterminées dans la martensite et dans l'austénite dans la direction de traction et dans la direction transverse après différentes déformations.*

	Déformation (%)	5	10	15	20	30	40
$\phi = 0^\circ$ (DL)	$\sigma_{\text{austénite}}$ (MPa)	-40 +/- 20	-10 +/- 20	-40 +/- 20	-20 +/- 20	-25 +/- 20	-40 +/- 20
	$\sigma_{\text{martensite}}$ (MPa)	200 +/- 40	130 +/- 40	190 +/- 40	200 +/- 40	140 +/- 40	80 +/- 40
$\phi = 90^\circ$ (DT)	$\sigma_{\text{austénite}}$ (MPa)	-30 +/- 20	-10 +/- 20	-40 +/- 20	-10 +/- 20	-20 +/- 20	-30 +/- 20
	$\sigma_{\text{martensite}}$ (MPa)	*	-40 +/- 30	-30 +/- 30	0 +/- 30	-40 +/- 30	-30 +/- 30
Fraction de martensite (%)		30	50	56	59	62	63

Ces résultats montrent que quelle que soit la déformation, la martensite est sollicitée en traction dans la direction de traction avec des valeurs de contraintes résiduelles non négligeables pouvant atteindre 200 MPa. Les contraintes résiduelles dans la martensite n'augmentent pas forcément avec le niveau de déformation et on observe même que la plus petite valeur de contrainte 80 MPa, est obtenue pour une déformation de 40%. L'austénite se trouve en légère compression avec des valeurs ne dépassant pas les -30 MPa. Ces résultats montrent que dans un grain qui, au départ, était entièrement austénitique et supposé homogène, la transformation martensitique induite par la déformation plastique de ce grain engendre une hétérogénéité de contraintes importante au sein de ce grain comme schématisé dans la figure III-19.



**Figure III-19 : Schéma montrant l'état de contraintes dans les deux phases après une déformation en traction**

Le fait que la phase qui possède la limite d'élasticité la plus élevée, soit en traction a été observée dans divers travaux. Pesci [III-23] montre qu'après un essai de traction sur un acier bainitique, c'est la cémentite (phase dont la limite d'élasticité est plus élevée que celle de la ferrite) qui est en forte traction et la ferrite est en légère compression. Belassel [III-24] a montré que, dans un acier perlitique, la morphologie de la perlite (globulaire ou lamellaire) influe sur l'intensité des contraintes (elles sont moins fortes dans le cas d'une perlite globulaire), mais pas sur le signe des contraintes (la cémentite est en traction et la ferrite en compression).

Ceci nous amène à considérer que si, après décharge, la martensite reste en traction et l'austénite en compression, alors pendant le chargement la contrainte dans la martensite doit être supérieure à la contrainte appliquée et la contrainte dans l'austénite doit être inférieure. Nous allons vérifier cette hypothèse dans la partie suivante.

### **III-3-3 Contraintes internes au cours d'un essai de traction in-situ**

Pour ces essais, nous avons utilisé la machine de traction in-situ. L'essai est réalisé à température ambiante avec  $\dot{\epsilon} = 6.10^{-4} s^{-1}$  et suivant la direction de laminage. La machine de traction in-situ est placée sur le Proto iXRD et la méthode utilisée pour la détermination des contraintes dans les deux phases est la méthode des  $\sin^2\psi$ . Les conditions expérimentales sont celles données dans la partie II-5-4-7. L'incertitude sur la détermination de contraintes est de l'ordre de +/- 30 MPa.

Nous avons vérifié lors d'essais de mise au point, que les courbes macroscopiques contrainte-déformation macroscopique sont similaires à celles obtenues précédemment avec une machine de traction classique. Les états de contrainte ainsi que la pente d'écroutissage observés sont quasiment identiques dans les deux cas (limite d'élasticité proche de 360 MPa et contrainte maximale de l'ordre de 1000 MPa). Il est à noter que, chaque analyse de contrainte interne a été réalisée après une légère relaxation de la contrainte macroscopique (relaxation maximale de 30 MPa). Cette relaxation se produit car la machine in-situ n'étant pas équipée d'un système d'asservissement de la force appliquée. Cependant dans les résultats présentés, nous ne considérons que le dernier point de charge « non relaxé » et nous négligeons donc cette relaxation. Une détermination de l'état de contrainte dans l'austénite avant apparition de la martensite a été effectuée à 0,2% et 1% de déformation. Les contraintes déterminées dans l'austénite données dans le tableau III-8 sont quasiment égales à la contrainte appliquée à +/- 10 MPa. La contrainte dans l'austénite est la même que la contrainte appliquée puisque l'austénite est la seule phase existante à ce stade de la déformation. Ces résultats valident le choix de la méthode adoptée pour la détermination des contraintes.

Tableau III-8 : Distribution des contraintes par phase au cours d'un essai de traction in-situ.

Déformation $\epsilon$ (%)	0,5	1	5	10	15	20	25	30	35	40
$\sigma^I_{\text{appliquée}}$ (MPa)	400	440	530	580	660	730	800	870	955	975
$\sigma^I_{\text{austénite}}$ (MPa)	395	430	460	480	530	580	660	750	830	880
$\sigma^I_{\text{martensite}}$ (MPa)	*	*	700	800	920	950	970	990	1000	1020
Fraction de martensite (%)	*	*	30	50	56	59	60	62	63	63

Les premières analyses de contraintes dans la martensite ont été réalisées pour une déformation de 5%. Au dessous de cette valeur, l'analyse de contraintes dans la martensite n'a pu être réalisée car les intensités des pics de diffraction de la famille  $\{211\}$  de la martensite sont trop faibles.

La figure III-20 représente l'évolution de la contrainte appliquée (courbe a), la contrainte dans la phase martensitique (courbe b) et la contrainte dans la phase austénitique (courbe c) en fonction de la déformation macroscopique.

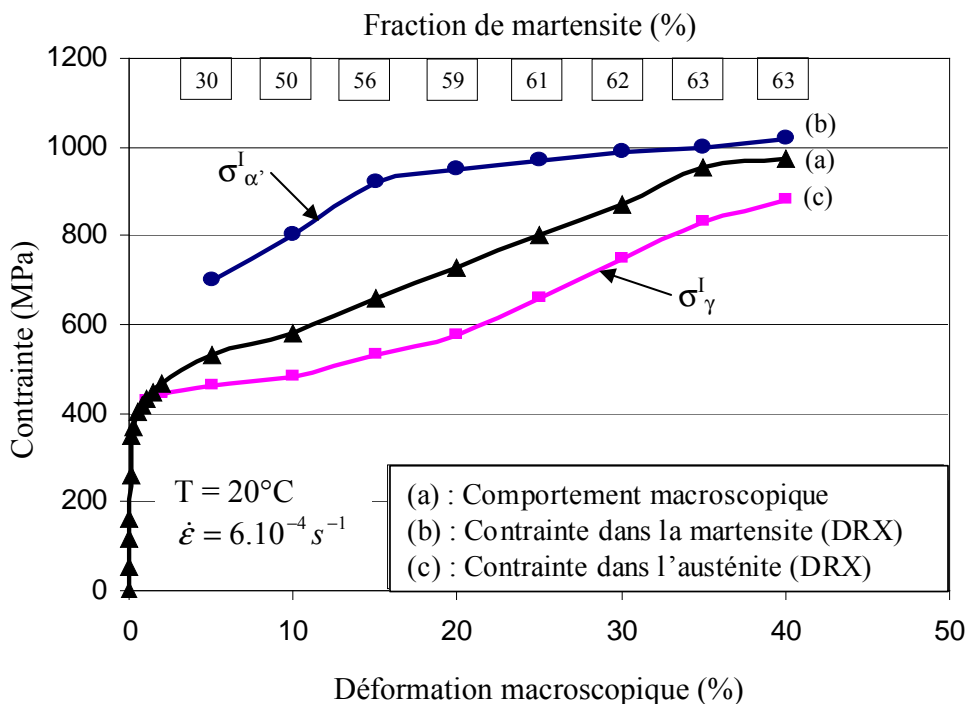


Figure III-20 : Evolution des contraintes internes dans la martensite et l'austénite en fonction de la déformation macroscopique suivant la direction de traction. (a) : comportement global, (b) : contrainte dans la martensite (DRX), (c) : contrainte dans l'austénite (DRX)

Dès l'apparition de la martensite, la contrainte dans cette phase atteint 700 MPa, alors que la contrainte appliquée n'est que de 530 MPa. La contrainte dans la martensite est

supérieure à la contrainte appliquée qui elle-même est supérieure à la contrainte dans l'austénite :

$$\sigma_{\alpha'}^I > \sigma_{301LN}^I > \sigma_{\gamma}^I$$

On vérifie que dans la majorité des points, la loi des mélanges est vérifiée :

$$\sigma_{301LN}^I = f_{\alpha'} \cdot \sigma_{\alpha'}^I + f_{\gamma} \cdot \sigma_{\gamma}^I$$

où  $f_{\alpha'}$  et  $f_{\gamma}$  sont respectivement les fractions volumiques de la martensite et de l'austénite et  $\sigma^I$  est la contrainte appliquée.

A 5% de déformation par exemple, on obtient le résultat suivant :

$$\sigma_{5\%}^I (\text{appliquée}) = 530 \text{ MPa} \quad \text{et} \quad \sigma_{5\%}^I (\text{calculée}) = (0,3) \cdot 700 + (0,7) \cdot 460 = 532 \text{ MPa}$$

En effet, la valeur de contrainte calculée par la loi des mélanges est égale à la valeur de la contrainte appliquée. Ceci nous conforte dans le choix de la technique utilisée et dans les résultats obtenus grâce à celle-ci..

Quand la déformation imposée augmente, la contrainte dans la martensite augmente également et reste toujours supérieure à la contrainte appliquée :

- de 5 à 20% de déformation : la contrainte dans la martensite augmente rapidement, et passe de 700 MPa à 950 MPa

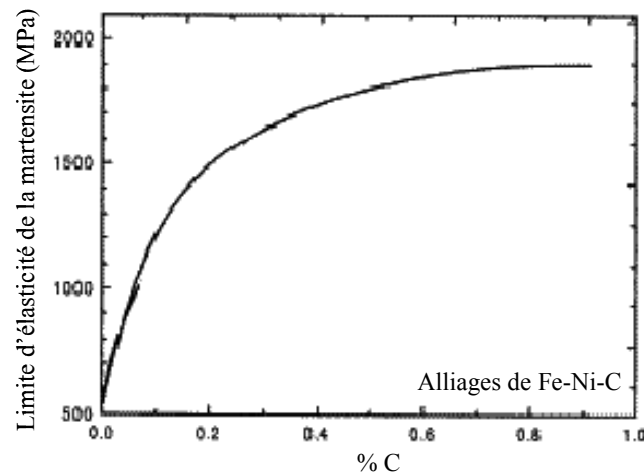
- au delà de 20% : la contrainte continue à augmenter mais moins rapidement que dans le premier stade, elle passe de 950 MPa pour 20% à 1020 MPa pour 40% de déformation.

Avant apparition de la martensite, la contrainte dans la phase austénitique reste égale à la contrainte appliquée. A partir du moment où la martensite se forme, la contrainte dans l'austénite se stabilise puis elle augmente à nouveau fortement aussitôt que la fraction de martensite s'approche de sa valeur de saturation. Elle passe de 400 MPa pour 5% de déformation à 530 MPa pour 15% de déformation et 56% de martensite formée, puis augmente à 880 MPa pour 40% de déformation et 63% de martensite formée. La contrainte dans l'austénite est toujours inférieure à la contrainte appliquée.

Au début de la transformation, l'écart de contrainte entre les deux phases est de 270 MPa. Cet écart s'accroît et atteint un maximum de 390 MPa pour une déformation de 20%. Au-delà de cette valeur, cet écart diminue jusqu'à atteindre 140 MPa à 40% de déformation macroscopique. On note aussi que l'évolution des contraintes internes dans la martensite suit l'évolution de la fraction volumique de martensite formée. En effet, la forte augmentation de

la contrainte dans la martensite entre 5 et 20% passant de 700 MPa à 950 MPa correspond à une importante augmentation de la fraction volumique de martensite formée qui passe de 30 à 59%. De 20 à 40%, la contrainte dans la martensite augmente seulement de 70 MPa (950MPa à 1020MPa) et la fraction de martensite formée n'évolue pratiquement plus ; elle passe de 59% à 63%.

La différence des états de contraintes dans les deux phases trouve son origine notamment dans la différence de leurs caractéristiques mécaniques ; la martensite et l'austénite sont deux phases présentant des caractéristiques mécaniques complètement différentes. La martensite possède une limite d'élasticité beaucoup plus élevée que la phase austénitique. La limite d'élasticité de la martensite dépend de la teneur en carbone comme montré dans la figure III-21 :



**Figure III-21 : Evolution de la limite d'élasticité de la martensite dans les alliages Fe-Ni-C en fonction de la teneur en carbone [III-5]**

La courbe III-21 établie par Krauss et al. [III-5] montre que la limite d'élasticité de la martensite dans un acier austénitique contenant 0,03% de carbone (proche de la teneur en carbone dans notre matériau), est de 800 MPa. La limite d'élasticité de l'austénite (contenant 0,03% de carbone) est de 360 MPa. Dans un acier biphasé, l'austénite se déforme plastiquement pour des valeurs de contraintes beaucoup moins élevées que la phase martensitique. A ces niveaux de contrainte ( $\sigma < 800$  MPa), la martensite demeure élastique. Au dessus de 800 MPa (déformation macroscopique  $> 10\%$ ), la martensite précédemment formée commence à plastifier mais les niveaux de contrainte dans cette phase restent importants. L'ondulation très marquée observée dans la courbe de la figure III-16 (b) rend



compte de l'hétérogénéité de la déformation élastique liée aux anisotropies élastique et plastique dans la phase martensitique. De plus, la dureté de la phase martensitique est beaucoup plus élevée que la dureté de la phase austénitique. La figure III-15 montre qu'avant l'apparition de la martensite, la dureté de l'acier (100% austénitique) est de 220 HV1, et que celle-ci augmente considérablement avec l'apparition de la phase martensitique et atteint 400 HV1 pour 40 % de déformation (40% de déformation équivaut à 60 % de martensite formée).

Il faut noter que la martensite est texturée dès son apparition. En effet, ce sont les grains ayant la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  proche de la direction de traction qui se transforment en premier. En augmentant la déformation (20% et au-delà), de nouveaux grains austénitiques se transforment alors que ceux déjà transformés plastifient. La fraction de martensite ainsi que l'état de contrainte dans la martensite continuent à augmenter mais d'une manière beaucoup moins importante qu'au début de la déformation (5% et 20% de déformation) car les grains non encore transformés sont mal orientés.

Il existe peu de travaux portant sur l'analyse de contraintes dans les aciers austénitiques instables, matériaux dans lesquelles les fractions des deux phases sont évolutives en fonction de la déformation. Cependant, différents auteurs se sont intéressés à l'analyse des contraintes dans des matériaux biphasés à fractions volumiques de phases constantes. Pesci [III-23] a étudié la distribution de contraintes dans un acier bainitique composé essentiellement de ferrite (95%) et de 5 % de cémentite. L'auteur montre que la ferrite reste en compression après décharge et qu'elle garde des valeurs de contraintes assez proches de celles de la bainite (contrainte macroscopique) et ceci s'explique par la fraction importante de la ferrite. Cette différence est beaucoup plus importante dans d'autres matériaux, comme les aciers duplex corroyés où l'écart entre les deux phases peut atteindre 200 MPa [III-21] ou les aciers perlitiques où l'écart entre la contrainte macroscopique et la contrainte dans la ferrite peut atteindre 400MPa, ces aciers contiennent moins de ferrite que les aciers bainitiques. On retrouve aussi le même comportement dans les aciers TRIP [III-25]. Dans un acier TRIP 600 composé d'une matrice ferritique et contenant 8% d'austénite résiduelle et moins de 1% de bainite, une analyse de contraintes résiduelles après chargement uniaxial a montré que l'austénite est en traction et que la ferrite est en compression. Des essais de nano-indentation ont montré dans ce cas que la phase austénitique est plus dure que la ferrite. Ceci nous amène à conclure qu'en général, après un chargement en traction uniaxiale d'un matériau biphasé à fraction de phases évolutives ou non, la phase la plus dure est en traction et inversement la phase la moins dure est en compression.

### III-4 Conclusion

Le comportement mécanique des aciers austénitiques instables en général et de l'acier austénitique 301LN en particulier dépend essentiellement de la transformation martensitique induite par la déformation plastique de l'austénite.

La diffraction des rayons X est une technique très bien adaptée pour l'étude de la transformation martensitique dans ce type d'acier. Elle a permis d'une part d'étudier l'évolution de la texture cristallographique des deux phases. Au cours de la déformation, la texture de traction de l'austénite se renforce et la martensite apparaît texturée. Aussi, les grains austénitiques ayant la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  proche de la direction de sollicitation ne se transforment presque pas tandis que les grains ayant la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  proche de la direction de sollicitation se transforment presque entièrement.

D'autre part, la diffraction des rayons X nous a permis d'étudier la cinétique de la transformation martensitique lors d'un chargement en traction uniaxiale sous différentes conditions de température et de vitesses de déformation. On montre que la fraction de martensite formée est plus grande pour les basses températures, et que la fraction de martensite formée dépend aussi de la vitesse de déformation. A faible vitesse de déformation il n'y a pas d'échauffement, la température de l'éprouvette reste constante et la fraction de martensite formée est plus importante qu'à forte vitesse de déformation où la température augmente.

La diffraction des rayons X nous permet également une analyse des contraintes internes et résiduelles dans la martensite et dans l'austénite. Combinée à une machine de traction in-situ, il a été possible d'étudier l'évolution des contraintes internes au cours d'un chargement de traction uniaxiale. On montre que dans la phase la plus dure (martensite dans notre cas), la contrainte est supérieure à la contrainte appliquée et que inversement la contrainte dans l'austénite est inférieure à la contrainte appliquée. Ce résultat est confirmé par l'analyse des contraintes résiduelles après décharge où la martensite se trouve dans un état de traction suivant la direction de traction alors que l'austénite est dans un état de compression. Les résultats encourageants obtenus grâce à la diffraction des rayons X que ce soit dans la détermination de la cinétique de transformation ou l'analyse des contraintes résiduelles intraphase, nous ont incités à utiliser cette technique pour la caractérisation de la transformation martensitique dans l'acier 301LN après des essais d'emboutissage. Les résultats sont présentés dans la chapitre IV.

## Références

- [III-1] : V. Talyan, « **Formability of stainless steel** », Metallurgical and Materials transactions A, Vol 29A, (1998), pp. 2161-2172.
- [III-2] : S.S. Hecker, « **Effect of strain state and strain rate on deformation induced-Transformation in 304 stainless steel: Part I. Magnetic measurements and mechanical behaviour** » Metallurgical. Transactions A, Vol 13A, (1982), pp. 619-626.
- [III-3] : T. Angel, « **Formation of martensite in austenitic stainless steels: Effects of deformation, temperature and composition** » Journal of the Iron and Steel Institut, 177, (1954), pp. 154-174.
- [III-4] : F. Abrassart, « **Influence des transformations martensitiques sur les propriétés mécaniques des alliages du système Fe-Ni-Cr-C** », Thèse de doctorat és-Sciences Physiques, Université de Nancy (1972).
- [III-5] : G. Krauss, « **Martensite in steel: strength and structure** », Material Science and Engineering A, Vol 273-275, (1999), pp. 40-57.
- [III-6] : D. Goodchild, W.T. Roberts, « **Plastic deformation and phase transformation in textured austenitic stainless steel** », Acta Metallurgica, Vol 18, (1970), pp. 1137-1145.
- [III-7] : G.V Kurdjumov, Journal of Iron and Steel Institut, 195, (1960), pp. 26.
- [III-8] : F.D. Fischer, S.M. Schlögl, « **The influence of material anisotropy on transformation induced plasticity in steel subjected to martensite transformation** », Mechanic of Materials, 21, (1995),pp. 1-23.
- [III-9] : R. Kumar, « **Cold rolling texture in AISI 304 stainless steel** », Material Science and Engineering A, Vol 364, (2004) pp. 132-139.
- [III-10] : R. Kubler, « **Comportement thermomécanique des aciers à effet TRIP : Approches micromécaniques et phénoménologiques, applications à la mise en forme** », Thèse de Doctorat, ENSAM de Metz, (2004).

- [III-11] : F. Lacroisey, A.Pineau, « **Martensitic transformation induced by plastic deformation in Fe-Ni-Cr-C system** », Metallurgical transaction, Vol 3, (1972) pp. 387-396.
- [III-12] : L.E. Murr, SS. Hecker, « **Effect of strain state an strain rate on deformation induced-Transformation in 304 stainless steel : Part II. Microstructural study** », Metallurgical Transaction A, Vol 13A, (1982) pp. 627-635.
- [III-13] : H.C. Shin, « **Kinetics of deformation induced martensitic transformation in 304 stainless steel** », Scripta Materialia, Vol 45, (2001), pp. 823-829.
- [III-14] : G. Chappuis, A. Najafi-Zadeh, Mat. Res. Soc. Symp. Proc Vol. 21, (1984), pp. 699.
- [III-15] : P.L. Mangonon, G. Thomas, « **The martensite phases in 304 stainless steel** », Metallurgical Transaction, 1, (1970), pp. 587-596.
- [III-16] : A.A. Lebedev, V. Kosarchuk, « **Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels** », International Journal of Plasticity, Vol. 16, (1999), pp.749-767.
- [III-17] : J.R.C. Guimaraes, « **Work Hardening and martensitic transformation in Fe-27% Ni-0,23%C** », Scripta Metallurgica, 6, (1972), pp. 795-806.
- [III-18] : O. Matsumura, Y. Sakuma, J. Zhao, « **Enhancement of elongation by retained in intercritical annealed 0,4C-1,5Si-0,8Mn Steel** », ISIJ International, 32, (1992), pp. 1110-1116.
- [III-19] : G.B Olson, M. Cohen, « **Stress-Assisted Isothermal Martensitic Transformation: Application to TRIP steels** », Metallurgical Transaction, 13A, (1982), pp. 1907-1916.
- [III-20] : H. Bargui, H. Sidhom, Z. Tourki, « **Martensite induite/ Incidence sur le comportement en écrouissage et sur la limite de formage de l'acier inox austénitique AISI 304** », Matériaux et Techniques, 11-12, (2000), pp. 31-41.

[III-21] : K. Inal, « **Etude des contraintes résiduelles et appliquées dans un acier austéno-férritique : Modélisation polycristalline et analyse expérimentale par diffraction des rayons X** », Thèse de Doctorat, Paris XI Orsay, (1996).

[III-22] : J. Krier, « **Influences des hétérogénéités élastoplastiques sur les contraintes du deuxième ordre dans les polycristaux métalliques mono- et polyphasés : calculs autocohérents – Mesure par diffraction X** », Thèse de Doctorat, Université de Metz, (1993).

[III-23] : R. Pesci, « **Etude micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement et de l'endommagement de l'acier de cuve 16MND5 à basses températures** », Thèse de Doctorat, ENSAM de Metz, (2004).

[III-24] : M. Belassel, « **Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier prlitique** », Thèse de Doctorat, ENSAM de Paris, (1994).

[III-25] : M.R. Berrahmoune, S. Berveiller, K. Inal et E. Patoor, « **Analysis of the martensitic transformation at various scales in TRIP steel** », Material Science and Engineering A, Vol. 13, (2004), pp 604-609.

## **Chapitre IV**

### **« Rupture différée après emboutissage »**



<b>IV-1 Introduction</b>	128
<b>IV-2 Influence des conditions d'emboutissage</b>	129
IV-2-1 Emboutissage à température ambiante	129
IV-2-2 Influence de la température, d'une pré-déformation et de la composition chimique	130
<b>IV-3 Analyse des fissures dans les godets</b>	131
IV-3-1 Aspects macrofractographiques	132
IV-3-2 Aspects microfractographiques	133
IV-3-2-1 Rupture inter et transgranulaire	134
IV-3-2-2 Rupture mixte	135
IV-3-2-3 Rupture principalement ductile	135
IV-3-2-4 Discussion	136
<b>IV-4 Caractérisation multi-échelle des godets</b>	138
IV-4-1 Mesure des déformations	138
IV-4-2 Dosage de phase	139
IV-4-3 Analyse de contraintes résiduelles tangentielles	141
IV-4-3-1 Détermination des contraintes tangentielles macroscopiques	141
IV-4-3-2 Influence de la température	143
IV-4-4 Détermination des contraintes dans la martensite	144
IV-4-4-1 Contraintes tangentielles dans la martensite	144
IV-4-4-2 Hétérogénéités des contraintes tangentielles sur la circonférence	145
IV-4-4-3 contraintes axiales dans la martensite	146
IV-4-4-4 Distribution de contraintes tangentielles dans les deux phases	147
IV-4-4-5 Evolution de la contrainte à travers l'épaisseur	148
<b>IV-5 Conclusion</b>	151
<b>Références</b>	152



## IV-I Introduction

Comme nous l'avons déjà mentionné, le phénomène de rupture différée peut être mis en évidence par l'emboutissage profond avec avalement complet du métal d'un godet cylindrique (essai Swift). Il se caractérise dans ce cas, par l'apparition d'une ou plusieurs fissures tout au long de la jupe du godet et ce après un certain temps d'incubation allant de quelques heures à plusieurs jours.

L'apparition du phénomène de rupture différée dans une pièce après sa mise forme est directement liée à la présence d'hétérogénéités dans celle-ci. Les facteurs à l'origine de ces hétérogénéités sont principalement : la transformation martensitique induite par la déformation plastique de l'austénite, la présence de l'hydrogène dans le matériau qui est introduit soit au cours de l'élaboration ou bien lors la mise en forme des tôles et qui a un effet fragilisant, ainsi que l'hétérogénéité des contraintes dans la pièce. Cet état de contrainte est complexe du fait de la diversité des origines des sources de contrainte interne :

- les contraintes induites par le mode de déformation hétérogène de la pièce. Dans le cas d'un embouti, les contraintes dans des différentes parties sont différentes car les trajets de déformation ne sont pas identiques en tout point,
- les contraintes générées par l'incompatibilité de déformation qui accompagne la transformation martensitique,
- les évolutions des états de contraintes dans les phases existantes qui ont des fractions volumiques évolutives en fonction de la déformation macroscopique.

Dans cette partie, seront présentés les résultats obtenus sur d'essais d'emboutissage profond de godets cylindriques. Ces godets sont caractérisés à différentes échelles. Cette caractérisation nécessite la détermination des fractions de martensite formée mais aussi, la détermination de l'état de contrainte macroscopique et les contraintes moyennes dans les phases en présence pour différentes parties du godet.

## IV-2 Influence des conditions d'emboutissage

Les conditions expérimentales des opérations d'emboutissage ont été données dans la partie II-3-2. Nous avons réalisé des essais d'emboutissage sur différentes nuances de la famille d'aciers austénitiques 301. Les essais ont porté sur la nuance principale décrite et étudiée dans la partie III et qu'on nommera « nuance 1 ». Des emboutis ont également été réalisés avec une deuxième nuance dont la composition chimique est très proche de la nuance 1 mais qui est à l'état écroui (skin-pass). Cette nuance qu'on nommera « nuance 2 » a été choisie afin d'étudier l'influence d'une pré-déformation sur la sensibilité à l'apparition de la rupture différée. Enfin, une série d'essais a été effectuée avec une nuance enrichie en carbone, nommée « nuance 3 » et ce afin de déterminer l'influence de la teneur en carbone. Les compositions chimiques de ces trois nuances sont données dans le tableau II-2. La teneur en hydrogène a été mesurée après la mise en forme des tôles ; elle est la même pour les 3 nuances et est égale à 3 ppm.

Les opérations d'emboutissage étant effectuées avec avalement complet du métal donc les godets ne possèdent pas de collerette supérieure.

### IV-2-1 Emboutissage à température ambiante

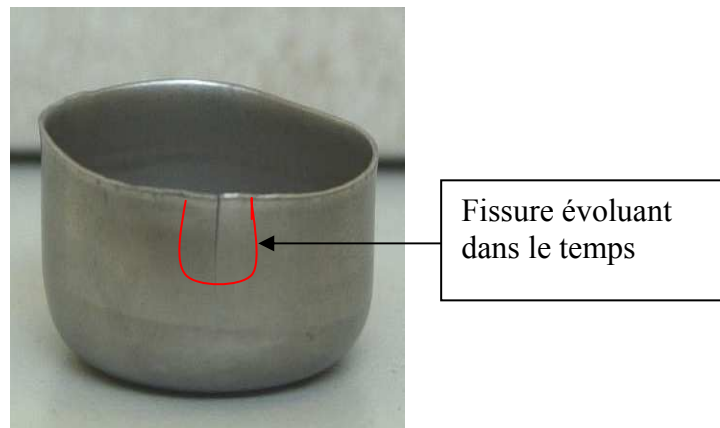
Après emboutissage à température ambiante de la nuance 1, des observations à l'œil nu ont été faites sur les godets afin de détecter l'apparition de fissures. Le tableau IV-2 présente l'évolution au cours du temps du comportement des godets vis-à-vis de la rupture différée.

Tableau IV-2 : Evolution au cours du temps des godets de la nuance 1 après emboutissage à la température ambiante

Rapport d'emboutissage (DR)	t = 0	Après 24 heures	Après 48 heures	Après 72 heures	4 semaines et au-delà
1,52	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures
1,67	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures
1,77	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures
1,89	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures	Pas de fissures
2,00	Pas de fissures	1 fissure E=1mm I< 1mm	1 fissure E=2mm I< 2mm	1 fissure E=2mm I< 2mm	1 fissure E=4mm I< 4mm

*E = longueur de la fissure sur la face extérieure, I = longueur de la fissure sur la face intérieure*

Juste après emboutissage, aucun des godets ne présente de fissure. Au bout de 24 heures, on note l'apparition d'une fissure seulement sur le godet embouti à  $DR = 2,00$  (cf. figure IV-2). Avec le temps, on ne note pas d'apparition de nouvelles fissures mais une augmentation de la longueur de la fissure existante. Elle évolue d'une longueur de 1 mm, 24 heures après l'emboutissage à 4 mm au bout de 4 semaines. Cette fissure est apparue à  $45^\circ$  par rapport à la direction de laminage de la tôle.



*Figure IV-2 : Embouti obtenu à température ambiante ( $DR = 2,00$ )*

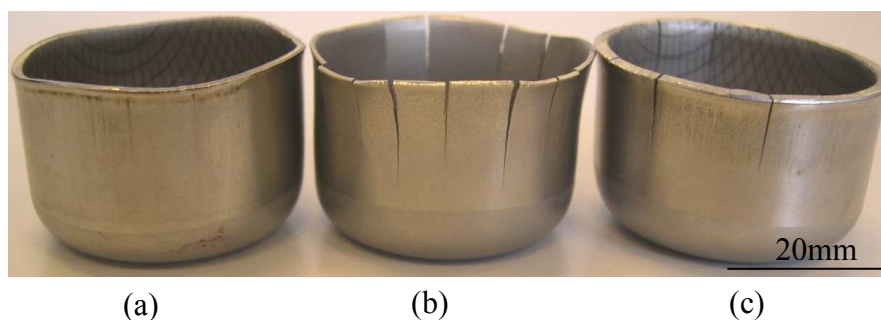
#### **IV-2-2 Influence de la température, d'une pré-déformation et de la composition chimique**

Des essais d'emboutissage sur la même nuance et avec les mêmes rapports d'emboutissage ont été réalisés à  $T = 85^\circ\text{C}$ .

Quelle que soit la valeur du rapport d'emboutissage, on n'a noté l'apparition d'aucune fissure même après plusieurs mois. Ceci est dû au fait qu'aux températures élevées, les fractions de martensite formée sont moins importantes. En effet, la fraction de martensite maximale formée après essai de traction à  $85^\circ\text{C}$  est de 18% alors qu'elle dépasse 40% à température ambiante.

Afin d'étudier l'effet d'une pré-déformation, des essais d'emboutissage à l'ambiante ont été réalisés sur la nuance 2 qui a subi une opération de skin-pass.

Au bout de quelques heures, plusieurs fissures sont apparues dans tous les godets ayant un rapport d'emboutissage supérieur ou égal à  $DR = 1,77$  (5 fissures pour le  $DR = 1,77$  et 10 fissures pour le  $DR = 2,00$ ). Elles ont évolué rapidement avec le temps et leur longueur moyenne a atteint 9 mm (la moitié de la hauteur dans le godet  $DR = 2,00$ ) au bout de quelques jours. Elles sont réparties sur toute la périphérie du godet sans localisation privilégiée apparente.



**Figure IV-3: Rupture différée dans 3 nuances de la famille des aciers 301LN**

*(a) : nuance 1 ; pas de fissure*

*(b) : nuance 3 ; 13 fissures de longueur moyenne de 12mm*

*(c) : nuance 2 ; 4 fissures de longueur moyenne de 9 mm*

La même série d'essais a été réalisée sur la nuance 3 enrichie en carbone. L'observation des godets montre que cette nuance est la plus sensible à la rupture différée. En effet, les fissures apparaissent plus tôt et pour le petit rapport d'emboutissage ( $DR = 1,67$ ). Le nombre de fissures dans un godet est très important (jusqu'à 15 fissures par godets) et la longueur moyenne est de 12 mm. La figure IV-3 montre les fissures apparues dans les godets  $DR = 1,89$  dans les trois nuances.

La nuance 3 contient la teneur de carbone la plus élevée. Le carbone est un élément gammagène qui stabilise donc l'austénite, mais Krauss et al. [IV-1] ont montré que limite d'élasticité et la dureté de la martensite augmentaient avec la teneur en carbone, ce qui accroît les hétérogénéités mécaniques entre les deux phases en présence dans les emboutis de cette nuance.

### **IV-3 Analyse des fissures dans les godets**

Une étude fractographique des fissures apparues dans les différents godets a été réalisée par microscopie électronique à balayage. La fractographie, étude des faciès de rupture, peut être subdivisée en macro- et micro-fractographie. La première permet d'observer à l'œil nu ou à faible grossissement des caractéristiques particulièrement utiles dans l'identification de la nature et des causes de la fissuration dans les cas d'analyses de rupture. Elle oriente aussi les observations micro-fractographiques subséquentes. La micro-fractographie porte sur l'étude des mécanismes et faciès de la rupture. On définit en général deux types de rupture [IV-2] :

#### **1) La rupture ductile**

C'est le mode de rupture classique des aciers à « haute » température. Les paramètres mécaniques dont dépend la rupture ductile sont la déformation plastique et la triaxialité des

contraintes. Elle se déroule en trois étapes : amorçage de cavités sur des inclusions, des carbures ou des nitrures. Puis, ces cavités s'arrondissent en pores ovoïdes lorsque la déformation plastique augmente, et enfin la coalescence de ces pores qui provoque la rupture du matériau.

## **2) La rupture fragile**

On distingue deux types de rupture fragile.

### **a) La rupture par clivage**

Le clivage est une décohésion transcristalline de deux plans cristallographiques parallèles sous l'action d'une contrainte de traction. Il est généralement considéré comme contrôlé par la contrainte, étant donné que la contrainte normale doit dépasser une valeur critique pour qu'il y ait clivage. Le déclenchement d'une fracture de clivage nécessite la présence dans le matériau de défauts locaux ou de structures de dislocations, qui peuvent engendrer des concentrations de contraintes suffisamment élevées pour dépasser la résistance cohésive du matériau.

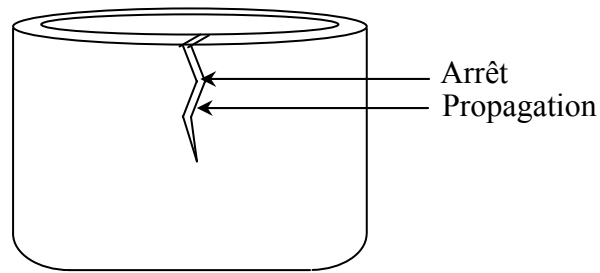
### **b) La rupture intergranulaire**

Des déchirures par glissement et par décollement peuvent aussi se produire le long des joints de grains lorsque certains éléments d'alliages y sont ségrégués soit en solution soit sous forme de précipités. La rupture apparaît s'il y a une diminution suffisante de l'énergie de cohésion du joint de grains. L'hydrogène de par son effet fragilisant abordé au chapitre I, peut provoquer la rupture intergranulaire dans la plupart des matériaux métalliques, et particulièrement dans les aciers austénitiques instables.

## **IV-3-1 Aspects macrofractographiques**

Le suivi au cours du temps des fissures apparues dans les différents godets emboutis a permis de noter les observations suivantes :

- Les fissures démarrent toujours du haut de l'embouti,
- Elles apparaissent d'abord sur la surface extérieure, évoluent à travers l'épaisseur puis sur la surface intérieure,
- Les fissures apparaissent d'une manière aléatoire sur la circonférence, et leur localisation ne semblent pas avoir de lien avec la direction de laminage de la tôle,
- Le nombre et la taille des fissures augmentent avec l'augmentation du rapport d'emboutissage,

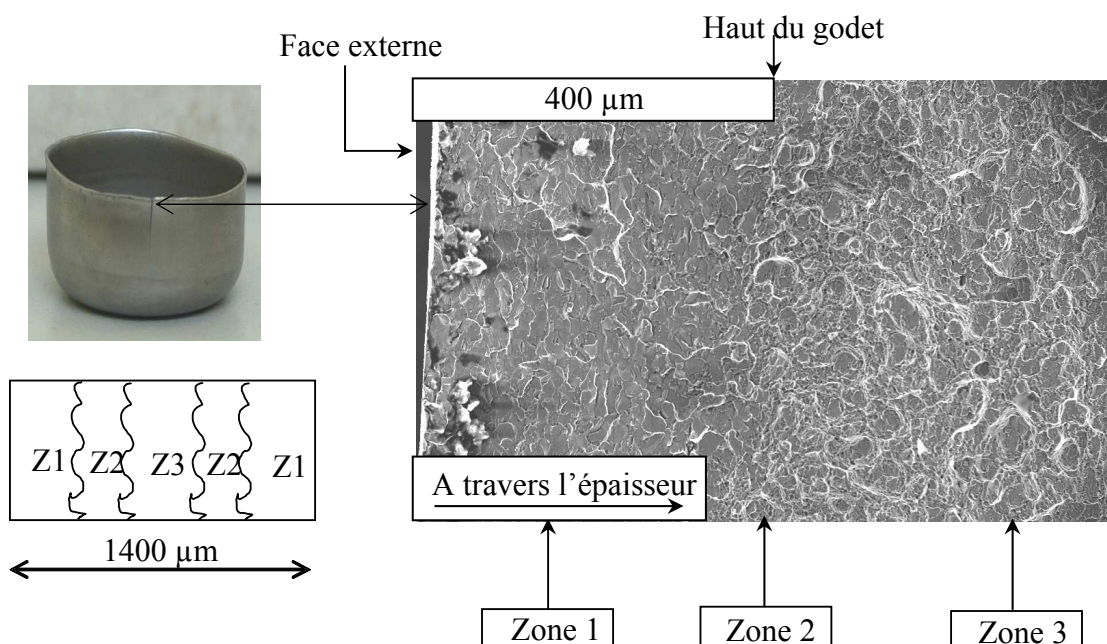


**Figure IV-4 : Déviation de la direction de la fissure lors de sa propagation**

- Les fissures se propagent dans le sens longitudinal le long de la jupe des godets. Cette propagation se fait par à-coups à travers le temps (propagation/arrêt/propagation). La fissure suit un chemin préférentiel, puisque à chaque arrêt correspond une légère déviation de la fissure par rapport à l'ancienne direction telle que schématisé dans la figure IV-4. Ceci est peut être dû au fait que les fissures se propagent à travers les grains favorablement orientés et qui ont des fractions de martensite élevée. Nous montrerons par la suite que l'apparition ou pas de fissures est directement liée à la fraction de martensite formée.

### IV-3-2 Aspects micro-fractographiques

L'ensemble des fissures apparues dans les différents godets présente le même faciès de rupture. La figure IV-5 présente le faciès de rupture de la fissure apparue dans le godet DR = 2,00 de la nuance 1 emboutie à température ambiante.



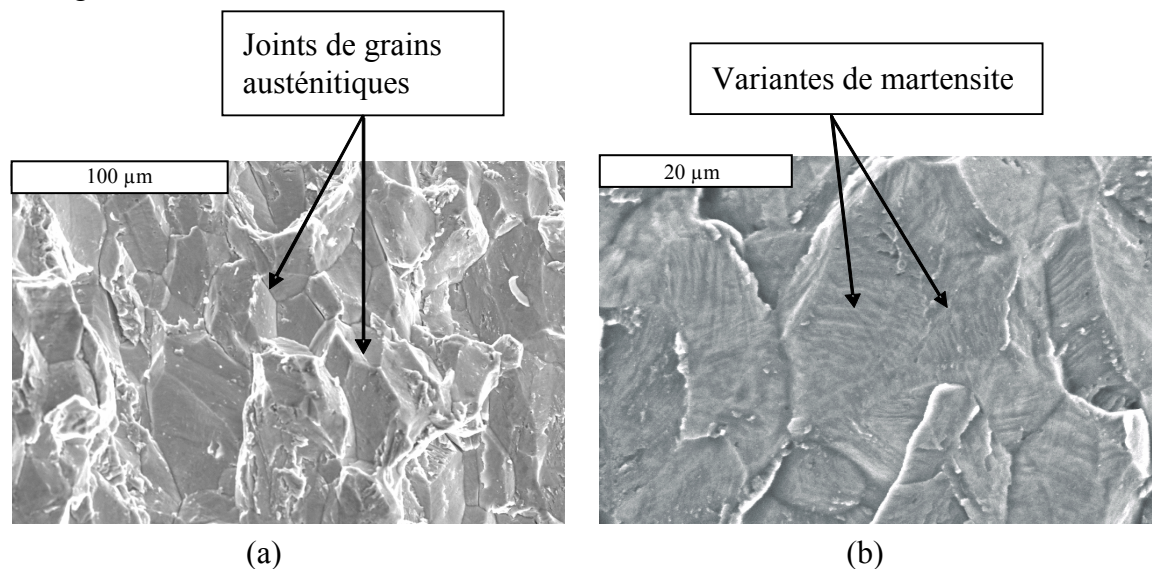
**Figure IV-5 : Faciès de rupture dans le godet DR = 2,00 de la nuance 1**

La zone de rupture conserve le même aspect sur toute la longueur de la fissure et présente un aspect symétrique à travers l'épaisseur du godet. Elle peut être divisée en trois zones distinctes :

- Zone 1 : elle s'étale depuis l'extérieur du godet (faces externe et interne) jusqu'à une profondeur de 300 $\mu\text{m}$ , la rupture y est fragile.
- Zone 2 : c'est une zone de transition qui sépare les zones 1 et 3 et mesure environ 100 à 200 $\mu\text{m}$ .
- Zone 3 : elle se localise en milieu de l'épaisseur du godet et mesure environ 400 $\mu\text{m}$ . Elle présente un aspect ductile essentiellement.

#### IV-3-2-1 Rupture fragile (Zone 1)

Les figures IV-5 (a) et (b) présentent deux grossissements de la zone 1. La figure IV-5 (a) montre clairement le caractère intergranulaire de la rupture. Elle suit les joints de grains austénitiques. Des fissures secondaires sont observées au niveau des joints de grains. A un grossissement plus important (figure IV-5 (b)), on observe à l'intérieur de chaque grain austénitique un ou plusieurs paquets de lignes parallèles qui correspondent aux interfaces austénite/martensite. Ceci montre que la rupture a lieu d'une part aux joints de grains austénitiques mais aussi à l'intérieur de chaque grain austénitique suivant les interfaces austénite/martensite. La rupture dans la zone 1 est donc une rupture intergranulaire et transgranulaire.



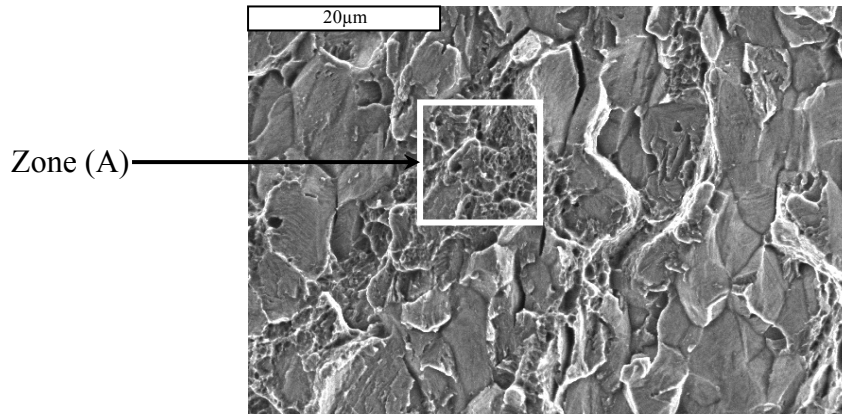
**Figure IV-5 : Faciès de rupture inter et transgranulaire dans le godet DR = 2,00**

**(a) : rupture intergranulaire**

**(b) : rupture transgranulaire**

#### **IV-3-2-2 Rupture mixte (Zone 2)**

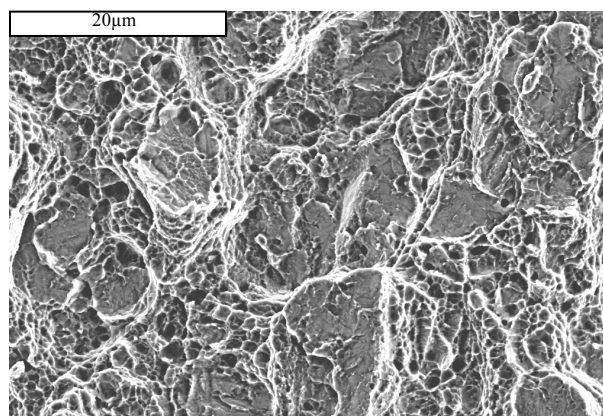
Cette zone est présentée sur la figure IV-6. Il s'agit d'une zone de transition constituée de plages où la rupture est inter- et transgranulaire, et d'autres endroits dans lesquels la rupture est ductile (zone A). En effet, dans ces endroits, on note la présence de cupules caractéristiques de la rupture ductile. On note aussi la présence de fissures secondaires au niveau des joints de grains.



**Figure IV-6 : Faciès de rupture de la zone 2 dans le godet DR = 2,00**

#### **IV-3-2-3 Rupture principalement ductile (Zone 3)**

Dans cette zone, la rupture est principalement ductile comme montrée sur la figure IV-7. Les cupules ont des tailles qui varient de quelques microns à quelques dizaines de microns. On note aussi la présence de quelques endroits où le faciès est lisse caractéristique de rupture fragile. Cependant dans cette zone on n'a pas noté la présence de rupture de type intergranulaire ou transgranulaire.



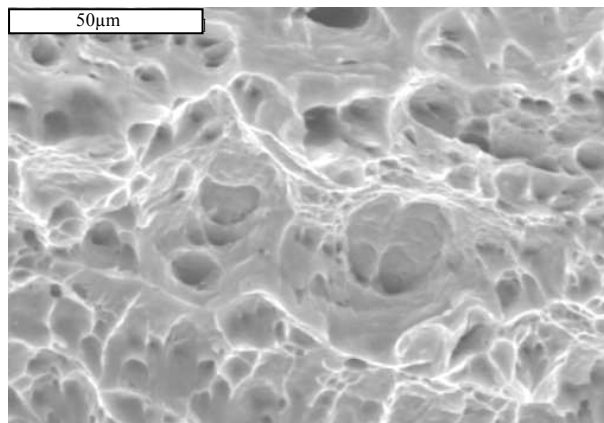
**Figure IV-7 : Faciès de rupture de la zone 3 dans le godet DR = 2,00**



#### IV-3-2-4 Discussion

Les aciers austénitiques sont utilisés pour leur très bonne ductilité. Les faciès de rupture le plus souvent observés dans ces aciers sont de type ductile. Ils sont constitués de cupules de tailles différentes et orientés le plus souvent suivant la direction de traction.

Afin de s'en assurer, nous avons effectué un essai de traction jusqu'à rupture à la température ambiante et observé le faciès de l'éprouvette. Le faciès, présenté en figure IV-8, montre que la rupture est 100% ductile, avec des taille de cupules variant entre 5 et 15  $\mu\text{m}$ .

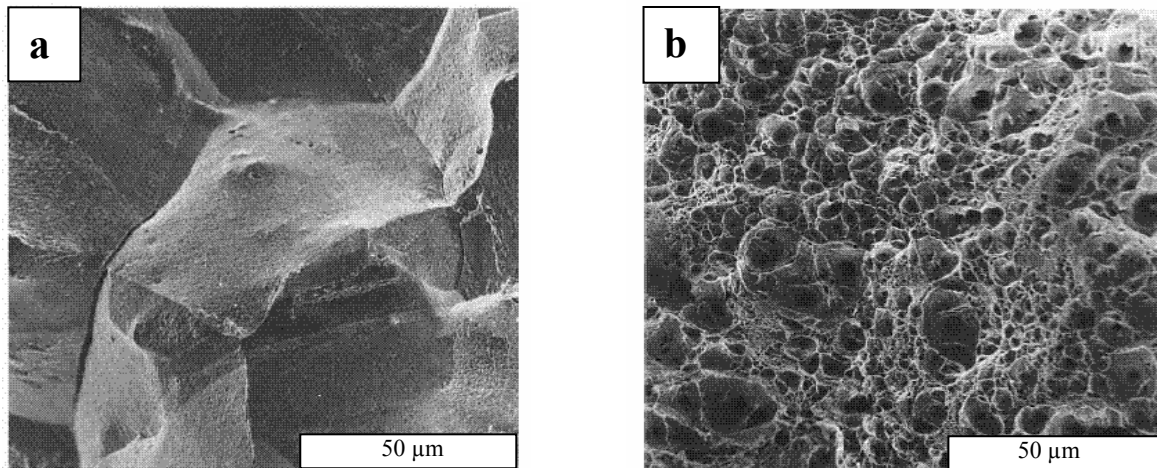


*Figure IV-8 : Faciès de rupture d'un échantillon de la nuance 1 après essai de traction à température ambiante*

Plusieurs auteurs [IV-3 ; IV-5] ont noté la présence de rupture fragile de type intergranulaire et transgranulaire dans ces aciers, associée à la fragilisation par l'hydrogène. En effet, que ce soit dans les aciers austénitiques stables ou dans les aciers austénitiques instables, la présence d'hydrogène fragilise l'acier. Cette fragilisation peut avoir lieu suivant différents mécanismes qui ont été présentés dans la section I-5.

Dans les aciers étudiés, la teneur en hydrogène est estimée à 3ppm. Présent lors de l'élaboration, l'hydrogène sera piégé dans les interfaces austénite/martensite où il provoquera la fragilisation. En effet, l'hydrogène a une solubilité plus grande dans l'austénite que dans la martensite, mais la diffusion de l'hydrogène se fait plus lentement dans l'austénite. Ceci conduit d'une part au piégeage de l'hydrogène aux joints de grains austénitiques mais aussi aux niveaux des interfaces austénite/martensite ce qui explique que les fissures se propagent en suivant ces chemins préférentiels. Cette fragilisation due à l'hydrogène est plus observée en surface des godets dans les zones 1 et 2.

Han et al. [IV-6] ont étudié la fragilisation par l'hydrogène de deux aciers austénitiques, AISI304 et AISI310, au cours d'un essai de traction uniaxiale. Ces aciers ont des compositions chimiques différentes, d'où une stabilité de l'austénite différente. L'acier AISI304 est instable, alors que l'austénite est stable dans l'acier AISI310. Les résultats montrent que la sensibilité de l'acier à l'hydrogène est directement liée à la stabilité de l'austénite de cet acier. En effet, après un essai de traction sous une atmosphère d'hydrogène, l'acier AISI304 présente un faciès de rupture fragile intergranulaire, alors que le faciès de rupture est de type ductile pour l'AISI310 (figure IV-9). Les auteurs montrent que les fissures suivent des chemins préférentiels qui sont les interfaces austénite/martensite, et les joints de grains austénitiques où la présence de la martensite  $\alpha'$  a été mise en évidence.



**Figure IV-9 : Faciès de rupture d'aciers austénitiques après essai de traction à température ambiante sous atmosphère d'hydrogène [IV-6]**

**(a) : acier austénitique instable AISI304**

**(b) : acier austénitique stable AISI310**

Plusieurs auteurs [IV-7 ; IV-9] ont montré que les aciers austénitiques peuvent avoir des faciès de rupture inter et transgranulaire dans le cas de la corrosion sous contrainte. Dickson et al. [IV-7] ont étudié la corrosion sous contrainte, dans une solution aqueuse de  $MgCl_2$ , des aciers inoxydables austénitiques AISI310 et AISI316 à l'état écroui (laminage 50%). Les faciès de rupture observés sont de type transgranulaire pour l'AISI310 et principalement intergranulaire dans le cas de l'AISI316. Les résultats de ces études montrent que la résistance à la fissuration en corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable austénitique dépend fortement de l'état de contrainte de l'échantillon laminé, car les champs de contraintes résiduelles positifs favorisent la corrosion sous contrainte. Cette résistance

dépend également de la teneur en hydrogène dans le matériau, et de la fraction volumique de martensite formée.

Plusieurs auteurs [IV-10], [IV-11] ont montré que l'effet de l'hydrogène est d'autant plus important que l'état de contraintes est élevé. En effet, l'hydrogène a tendance à migrer vers les endroits soumis à une contrainte hydrostatique de traction.

C'est pourquoi, afin d'expliquer le changement de mode de rupture observé à travers l'épaisseur des godets, nous avons effectué une caractérisation des godets à l'échelle de la structure et aussi à l'échelle de la phase, en terme de déformation, de dosage de phase, et d'analyse des contraintes.

#### IV-4 Caractérisation multi-échelles des godets

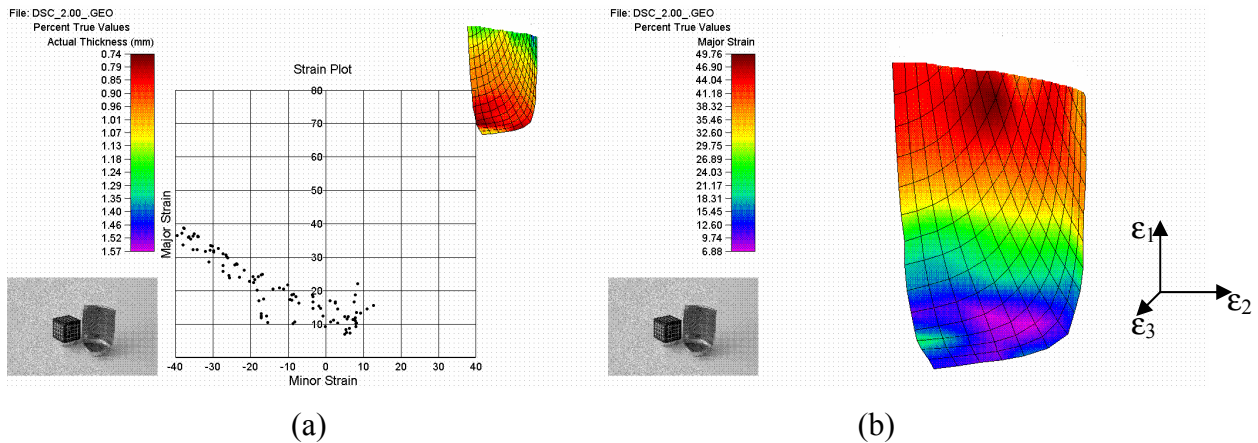
L'apparition au bout de quelques heures, de plusieurs fissures dont la propagation est rapide (jusqu'à 12mm), rend la détermination de l'état de contraintes dans les godets de la nuance 2 et 3 quasiment impossible. En effet, l'existence de fissures de cette taille provoquent des phénomènes de redistribution de contrainte importants.

Pour cela, notre choix s'est porté sur la nuance 1. Les essais d'emboutissage réalisés sur la nuance 1 à température ambiante ont montré que le rapport limite d'emboutissage est compris entre  $DR = 1,89$  et  $DR = 2,00$ . En effet, pour cette nuance aucune fissure n'est apparue pour les rapports inférieurs à 1,89. Cela nous a conduit à cibler notre étude sur ces deux godets.

##### **IV-4-1 Mesure des déformations**

Toutes les courbes de mesures de déformations pour différents rapports d'emboutissage présentent la même allure.

La figure IV-10 montre les niveaux de déformations obtenus à partir de macro-grilles pour le godet  $DR = 2,00$  de la nuance 1 emboutie à température ambiante. Les déformations principales ( $\epsilon_1$ ) sont maximales en haut de la jupe (couleur rouge), et plus on va vers le fond du godet, plus les déformations diminuent. La valeur de la déformation maximale est d'autant plus importante que le rapport d'emboutissage  $DR$  est grand. Par exemple, pour un  $DR = 2,00$  la déformation principale maximale est de 50%, alors qu'elle n'est que de 37% pour le rapport  $DR = 1,89$ .

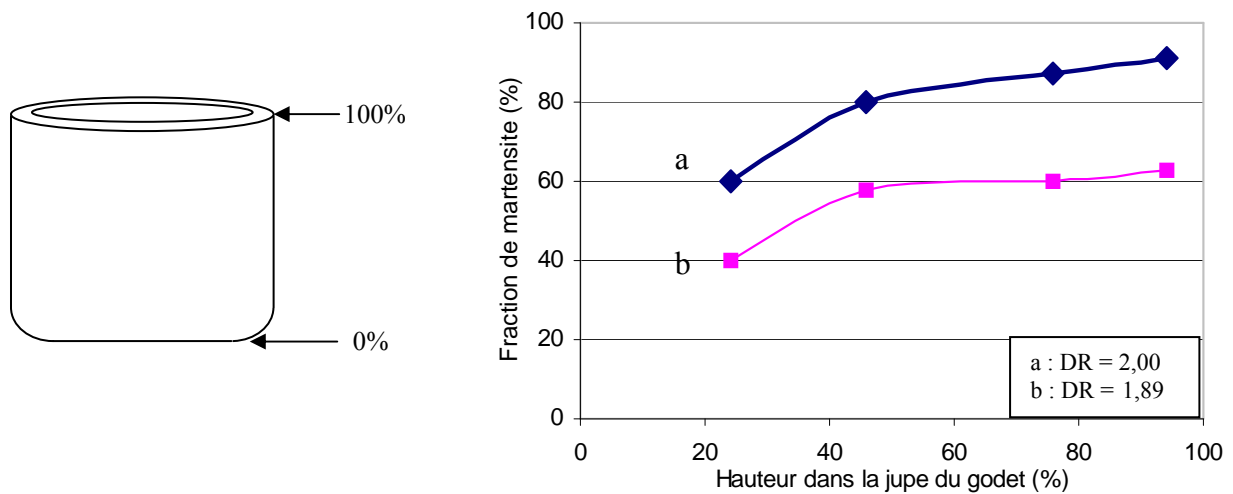


**Figure IV-10 : Mesure de déformations dans le godet DR = 2,00 de la nuance 1.**  
**(a) : variation de l'épaisseur dans le godet. (b) : variation de la déformation principale**

D'autre part, on observe un changement conséquent de l'épaisseur du métal dans le godet. En effet, l'épaisseur initiale du flan est de 1mm ; après emboutissage, celle-ci change en fonction de la hauteur dans la jupe. Elle varie de 0,75 mm dans le bas de la jupe, à 1,40 mm dans le haut de la jupe et ce pour le DR = 2,00. Cette variation d'épaisseur trouve son origine dans la complexité des trajets de déformations auxquels est soumis le flan durant l'emboutissage. Un point se trouvant initialement sous le serre-flan subit au départ un mode de déformation en rétreint pur ( $\epsilon_1 > 0$ ,  $\epsilon_2 < 0$ ,  $\epsilon_3 > 0$ ), ensuite une traction plane dans la partie verticale ( $\epsilon_1 > 0$ ,  $\epsilon_2 = 0$ ,  $\epsilon_3 < 0$ ). Le fond du godet subit peu de déformation. Ceci explique la surépaisseur dans la partie haute de la jupe, où les points ont subi un rétreint pur alors qu'en bas du godet, les points ont subi au départ un rétreint suivi d'une traction plane. Il est important de noter que les fissures n'apparaissent qu'en haut des godets là où les déformations ainsi que l'épaisseur sont maximales.

#### IV-4-2 Dosage de phase

Le dosage de phases a été réalisé en utilisant les intensités moyennes déduites des figures de pôles des plans  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  de l'austénite et  $\{110\}$ ,  $\{211\}$  de la martensite. L'évolution de la fraction volumique de martensite dans les godets DR = 2,00 et DR = 1,89 a été déterminée, en fonction de la hauteur dans la jupe. Celle-ci est présentée sur la figure IV-11.



**Figure IV-11 : Evolution de la fraction martensitique dans les godets DR = 2,00 et DR = 1,89 sur la face externe en fonction de la hauteur dans la jupe**

On note que dans les deux godets, la fraction de martensite formée augmente de bas en haut de la jupe. En effet, en bas des godets les fractions sont respectivement de 60% et 40% pour DR = 2,00 et DR = 1,89. Elles atteignent des valeurs supérieures à 90% en haut du godet DR = 2,00 et un peu plus de 60% pour le godet DR = 1,89. Cette évolution est directement liée au niveau de déformation atteint lors de l'essai d'emboutissage. Les déformations maximales ayant été observées en haut du godet.

Il est utile de rappeler que les fissures conséquentes au phénomène de rupture différée apparaissent en haut des godets, là où la fraction de martensite ainsi que les niveaux de déformation sont les plus importants. On note que les fractions formées sont très importantes par rapport aux fractions de martensite formées après chargement uniaxial. Lors d'un chargement uniaxial, les fractions de martensite maximales obtenues sont de l'ordre de 60% pour une déformation  $\epsilon_1$  de 40% (conditions isothermes), les déformations  $\epsilon_2$  et  $\epsilon_3$  sont supposées nulles. Dans le godet DR = 2,00, les déformations  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$  et  $\epsilon_3$  en haut du godet sont importantes (la déformation principale  $\epsilon_1$  dépasse 50%), et en ce point la fraction de martensite formée est supérieure à 90%. Ceci montre que le mode de déformation influe d'une manière forte sur les fractions de martensite formée.

Pour compléter ces observations, l'évolution de la fraction de martensite à travers l'épaisseur a été déterminée dans le godet DR = 2,00. Pour cela, on procède par enlèvement de matière successif. L'enlèvement de matière est effectué par attaque électrochimique par pas de 100 +/- 20  $\mu\text{m}$ . Les résultats sont donnés dans le tableau IV-3.

Tableau IV-3 : Evolution de la fraction de martensite à travers l'épaisseur DR = 2,00

Epaisseur (mm)	1,40	1,32	1,23	1,11	1,08
Fraction de martensite (%)	91 +/- 5	88 +/- 5	87 +/- 5	85 +/- 5	83 +/- 5

On note que la fraction de martensite formée décroît en fonction de la profondeur. La fraction maximale mesurée est de 91% sur la face externe et décroît jusqu'à 83% pour une profondeur de 300  $\mu\text{m}$ . Ceci est probablement dû au fait que les niveaux des déformations subis par les grains qui se trouvent en surface sont plus importants. On notera à ce stade que dans la zone où le faciès de rupture est intergranulaire, la fraction de martensite formée est plus importante qu'en profondeur où le faciès est mixte et/ou principalement ductile.

#### IV-4-3 Analyse de contraintes résiduelles tangentielles

L'analyse de ces contraintes a été réalisée principalement à deux échelles différentes, dans le but d'étudier l'influence du mode de chargement sur l'état des contraintes dans la pièce emboutie, et d'essayer de trouver une relation entre le phénomène de rupture différée et ces états de contraintes. Les contraintes résiduelles tangentielles peuvent soit favoriser (contraintes de traction), soit gêner (contraintes de compression) la propagation des fissures.

##### IV-4-3-1 Détermination des contraintes tangentielles macroscopiques

Celles-ci sont déterminées par la méthode de séparation avant l'apparition de fissures. La figure IV-12 représente l'évolution de la contrainte tangentielle macroscopique à la surface externe du godet, en fonction de la position dans la jupe où  $x = 100\%$  correspond au bord supérieur de la jupe. Ces contraintes ont été déterminées sur 4 godets emboutis à température ambiante en utilisant la technique de séparation décrite au chapitre II.

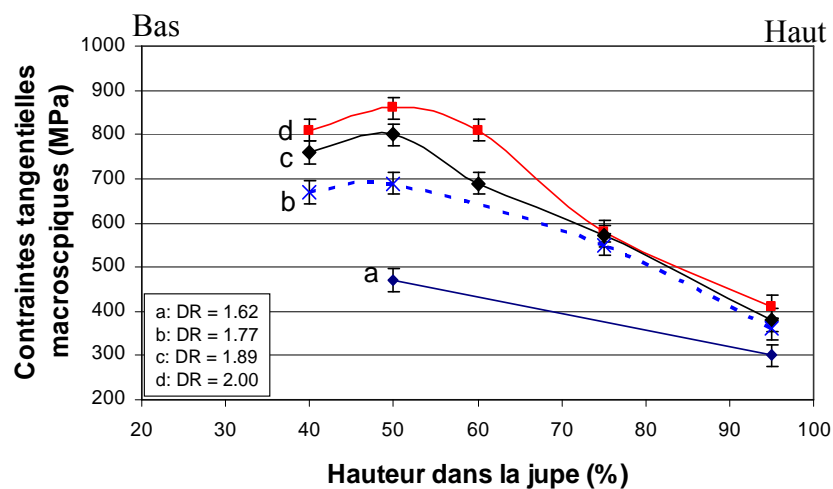
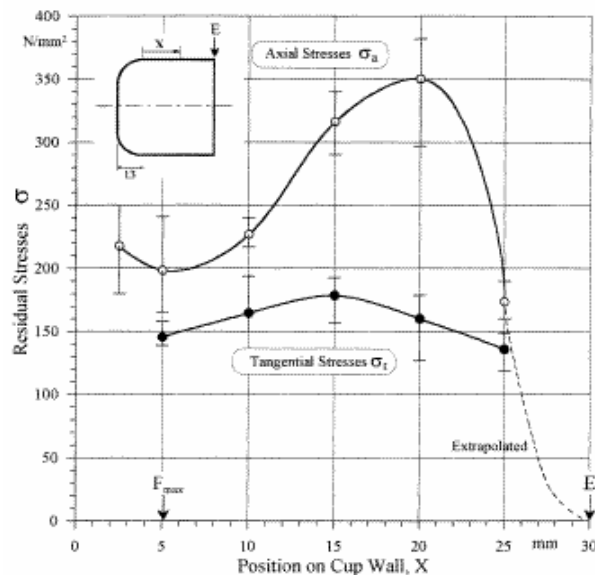


Figure IV-12 : Contrainte tangentielle macroscopique dans les godets emboutis à 20°C

Pour tous les rapports d'emboutissage, les contraintes tangentielles sont positives et elles augmentent graduellement vers un maximum qui correspond à peu près à la mi-hauteur de la jupe puis diminuent. Les contraintes tangentielles augmentent également avec le rapport d'emboutissage : le maximum est de 480 MPa pour le DR = 1,62, et de 850 MPa pour le DR = 2,00. A proximité du bord libre ( $x=100\%$ ), les contraintes augmentent aussi avec l'augmentation de DR, et la valeur de la contrainte tangentielle pour laquelle est apparue une fissure (DR = 2,00) est supérieure à 420 MPa, alors que pour les autres DR, la valeur de la contrainte en surface libre est inférieure à 400MPa. Bien sûr, il ne faut pas se hâter de conclure que les fissures apparaissent si la valeur de contrainte en surface dépasse 400 MPa, mais ce qu'on peut dire d'ores et déjà est que le fait d'avoir posé le problème en terme de contraintes n'est pas sans fondement et qu'il existe vraisemblablement une relation entre l'état des contraintes et l'apparition de la rupture différée.

Les résultats obtenus dans cette analyse sont en accord avec la littérature. Ragab et al. [IV-12] ont étudié l'état de contraintes macroscopiques dans un embouti d'acier ferritique St1403 à bas carbone. La figure IV-13 montre que les contraintes résiduelles tangentielles sur la face extérieure de la jupe sont positives. L'état de contraintes en fonction de la position  $x$  sur la jupe est hétérogène. Les contraintes tangentielles augmentent et passent par un maximum qui correspond à la mi-hauteur du godet.

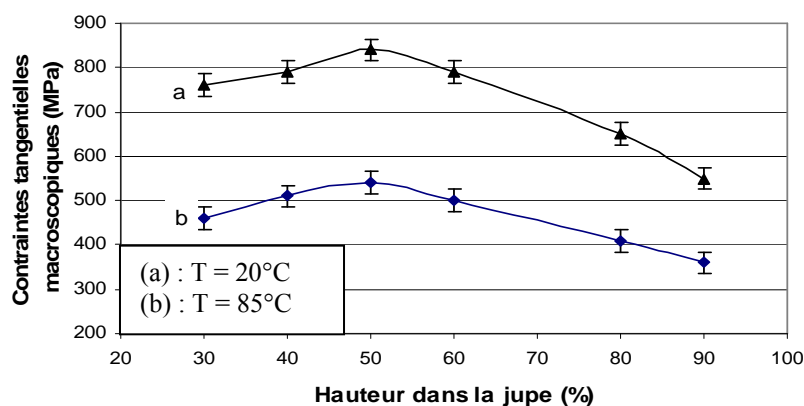


**Figure IV-13 : Evolution des contraintes résiduelles axiales et tangentielles en fonction de la position sur la jupe dans l'acier bas carbone St1403 [IV-12]**

#### IV-4-3-2 Influence de la température

Afin d'étudier l'influence de la température, les contraintes tangentielles ont été déterminées pour le godet DR = 2,00 embouti à température ambiante et à 85°C. On peut comparer (figure IV-14) l'état de contrainte dans les deux godets.

L'allure de la distribution des contraintes à travers la jupe reste la même pour les deux températures d'essai : une augmentation de la contrainte à travers la jupe jusqu'à un maximum localisé à la mi-hauteur de la jupe. Mais la température influe beaucoup sur l'état de contraintes : la valeur maximale de la contrainte atteint 830 MPa à température ambiante, elle ne vaut plus que 520 MPa pour une température d'essai de 85°C.



**Figure IV-14 : Influence de la température sur la contrainte tangentielle macroscopique pour DR = 2,00**

Il est à noter qu'à 85°C le phénomène de rupture différée n'est pas apparu et que la contrainte à proximité de la surface est à nouveau inférieure à 400MPa.

Le fait que l'écart entre les valeurs des contraintes soit aussi grand (300MPa) est dû à deux raisons principales :

- en augmentant la température, la formabilité du métal augmente (mouvement des dislocations plus facile),
- la fraction de martensite formée diminue quand la température augmente (la martensite étant la phase la plus dure).

La méthode de séparation nous a permis d'établir un profil de contraintes tangentielles macroscopiques conforme aux résultats de la littérature, il faut néanmoins noter qu'après la découpe des bagues, il se produit un phénomène de relaxation de contraintes qui influera sur les résultats de contraintes obtenues. Ces résultats peuvent aussi être faussés par le fait que nous considérons le même module d'élasticité pour les deux phases. Ces résultats sont donc complétés par une analyse de contrainte par diffraction des rayons X dans les deux phases.



#### IV-4-4 Détermination des contraintes dans la martensite

Les contraintes dans la martensite ont été déterminées pour deux rapports d'emboutissage différents  $DR = 1,89$  et  $DR = 2,00$ . La méthode utilisée est la diffraction des rayons X (méthode des  $\sin^2\psi$ ). L'appareil utilisé est le Proto iXRD. Les mesures ont été réalisées en premier temps suivant la direction de laminage, ensuite sur d'autres génératrices comme montré sur la figure IV-15.

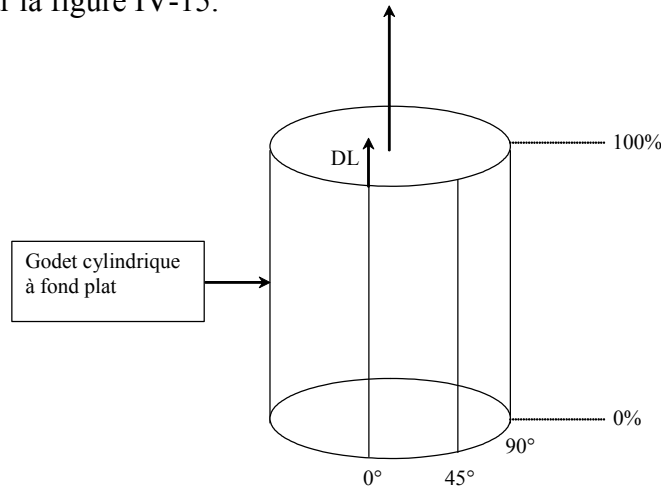


Figure IV-15 : Représentation d'un godet ainsi que les directions des mesures

##### IV-4-4-1 Contraintes tangentielles dans la martensite

Les contraintes résiduelles tangentielles dans la martensite (figure IV-16) suivant la génératrice  $0^\circ$  ont pratiquement la même distribution que les contraintes résiduelles macroscopiques déterminées par la méthode de séparation. En effet, ces contraintes sont positives et augmentent graduellement jusqu'à un maximum qui correspond à la mi-hauteur du godet, puis décroissent.

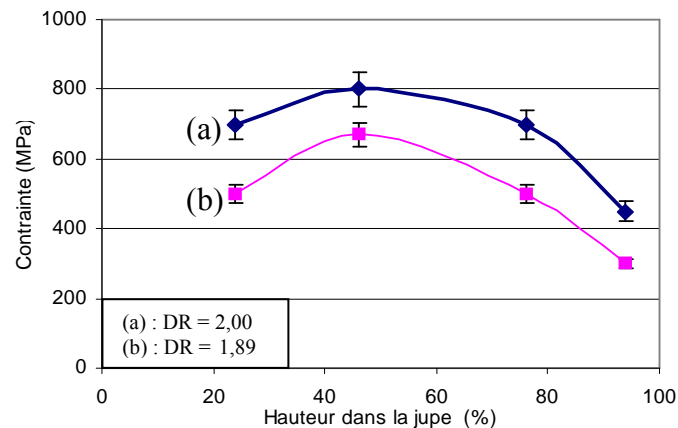
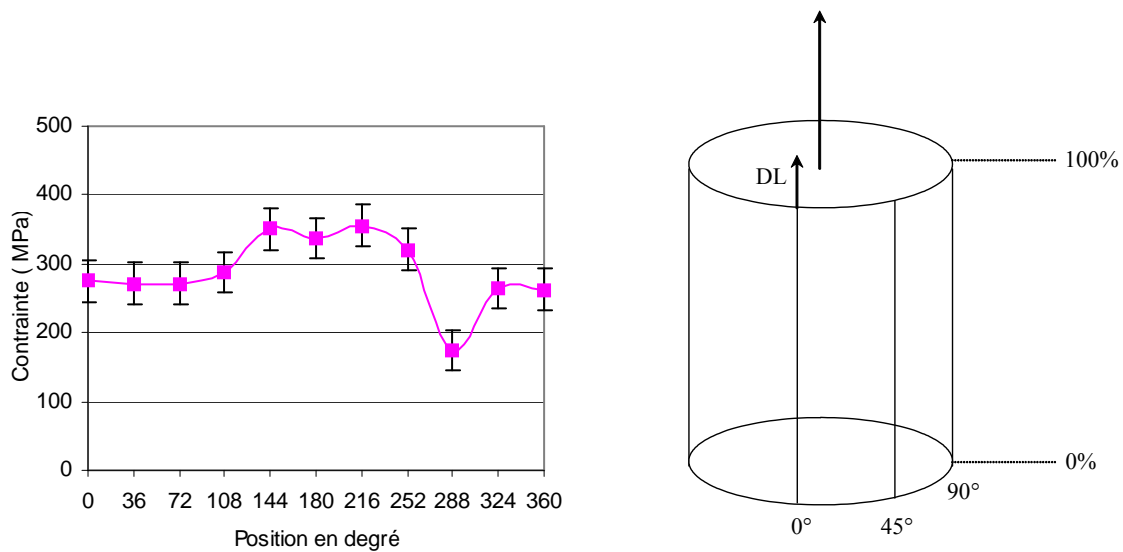


Figure IV-16 : Contraintes résiduelles tangentielles dans la martensite dans les godets  $DR = 1,89$  et  $DR = 2,00$  suivant la génératrice  $0^\circ$

On note aussi que les valeurs de contraintes entre le godet DR = 1,89 et le DR = 2,00 sont différentes. Les contraintes dans le godet DR = 2,00 sont plus élevées de 100 MPa. On peut noter aussi que dans le godet DR = 2,00, les valeurs de contraintes dans la martensite sont très proches des valeurs de contraintes macroscopiques, ceci est dû au fait que les fractions de martensite formée dans ce godet sont très importantes. Ce résultat conforte les mesures réalisés avec la méthode de séparation

#### IV-4-4-2 Hétérogénéités des contraintes tangentielles sur la circonférence

Afin d'avoir des résultats plus complets concernant la distribution des contraintes dans les godets, les contraintes tangentielles à proximité du bord libre dans le godet DR = 1,89 ont été déterminées. La figure IV-17 montre cette distribution. On remarque que les valeurs de contraintes tangentielles sont assez homogènes sur toute la circonférence. La valeur moyenne est :  $\sigma_t = 300 \pm 40$  MPa. Seul un point (position en degré 288) présente une valeur de contrainte bien inférieure ( $\sigma_t = 190$ MPa) à la valeur moyenne.

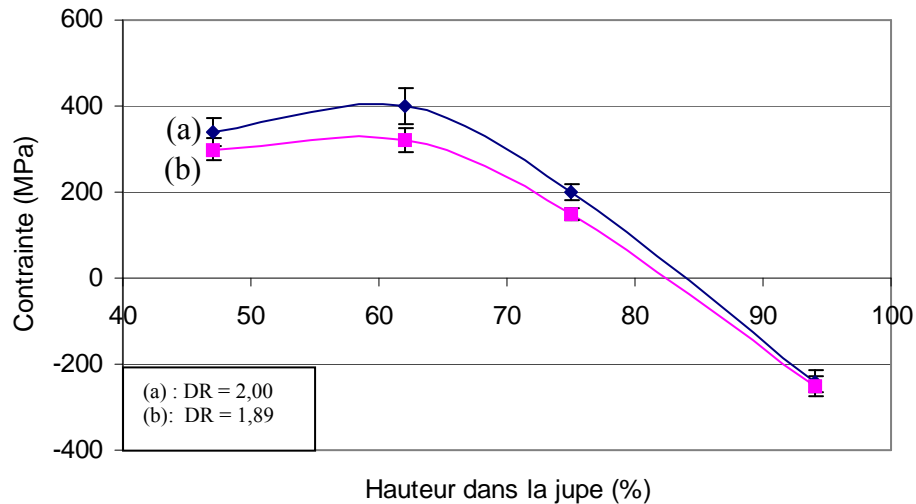


**Figure IV-17 : Répartition des contraintes tangentielles sur la circonférence du godet DR = 1,89**

Cette uniformité des résultats n'est pas surprenante, les essais de traction réalisés suivant différentes directions (DL, DT, et 45° par rapport à DL) avaient montré que le comportement en traction de cet acier est indépendant de la direction de sollicitation.

#### IV-4-4-3 Contraintes axiales dans la martensite

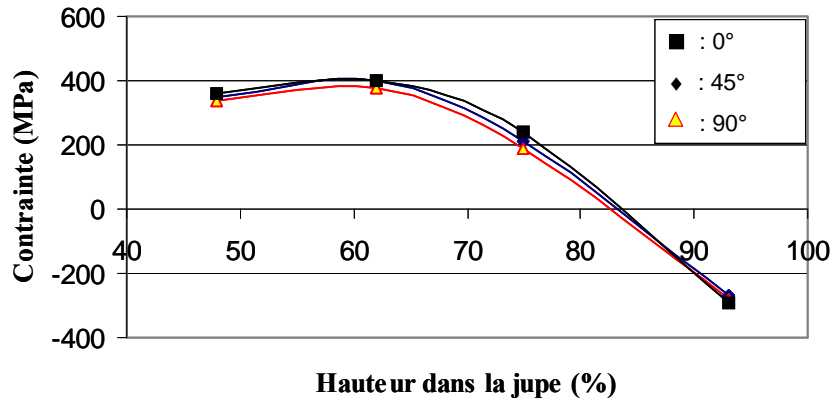
La figure IV-18 représente l'évolution des contraintes résiduelles axiales dans la martensite, dans les godets DR = 1,89 et DR = 2,00 suivant la génératrice 0° (direction de laminage).



**Figure IV-18 : Contraintes résiduelles axiales dans la martensite dans les godets  
DR = 1,89 et DR = 2,00 suivant la génératrice 0°**

Ces résultats montrent que les contraintes axiales évoluent fortement en fonction de la hauteur dans la jupe. Elles sont négatives en haut du godet (-260 MPa pour le godet DR = 2,00), deviennent positives à 80% de la hauteur et augmentent jusqu'à un maximum qui se localise à 60 % de la hauteur (400 MPa pour DR = 2,00), ensuite elles diminuent. Contrairement aux contraintes tangentielles, on note que les valeurs de contraintes axiales dans les deux godets ne sont pas très différentes. Elles sont légèrement plus élevées dans le godet DR = 2,00 mais l'écart maximal est de seulement 50 MPa. Néanmoins, il est à noter que l'augmentation de la valeur de la contrainte axiale le long de la jupe favorise la propagation de fissures le long de celle-ci.

Afin d'étudier l'hétérogénéité des contraintes axiales, celles-ci ont été déterminées dans le godet DR = 2,00 suivant plusieurs génératrices, les résultats sont présentés sur la figure IV-19.



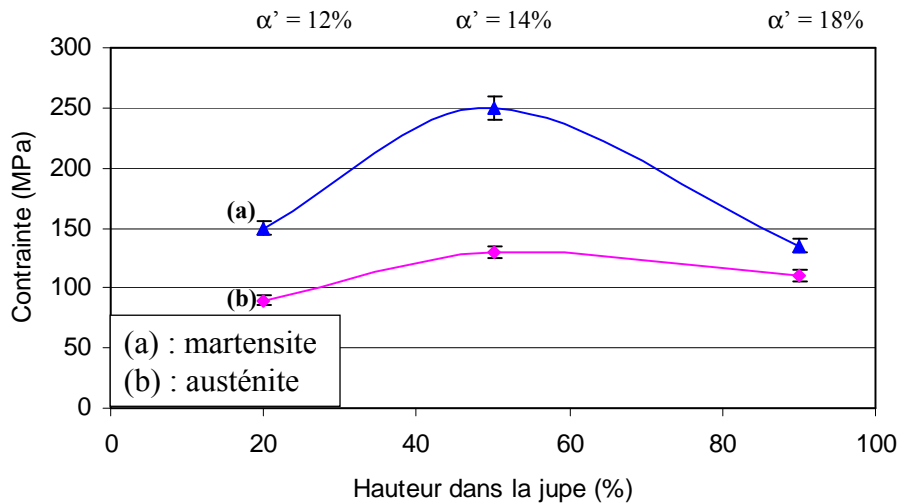
*Figure IV-19 : Contraintes résiduelles axiales dans la martensite dans le godet DR = 1,89 suivant plusieurs génératrices*

Comme pour les contraintes tangentielles, on observe que les valeurs des contraintes axiales ne varient presque pas en fonction de la position sur la circonférence.

#### IV-4-4-4 Distribution de contraintes tangentielles dans les deux phases

Le dosage de phase dans les godets emboutis à température ambiante a montré la formation de quantités importantes de martensite (le maximum dépasse 90% en haut du godet DR = 2,00). Pour cette raison l'analyse de contraintes dans l'austénite dans ces godets n'a pu être réalisée. En effet, les fractions d'austénite résiduelle sont trop faibles, par conséquent, les pics de diffraction de la famille de plans {311} de l'austénite sont trop larges ce qui induit une trop grande erreur sur les valeurs de contraintes.

Dans le but d'étudier la distribution de contraintes entre les deux phases dans un godet, nous avons effectué une analyse de contraintes tangentielles dans le godet DR = 2,00 embouti à 85°C. Les fractions de martensite formée y sont beaucoup moins importantes comme le montre la figure IV-20. En effet, la valeur maximale qui se trouve en haut du godet est de 18% de martensite formée.



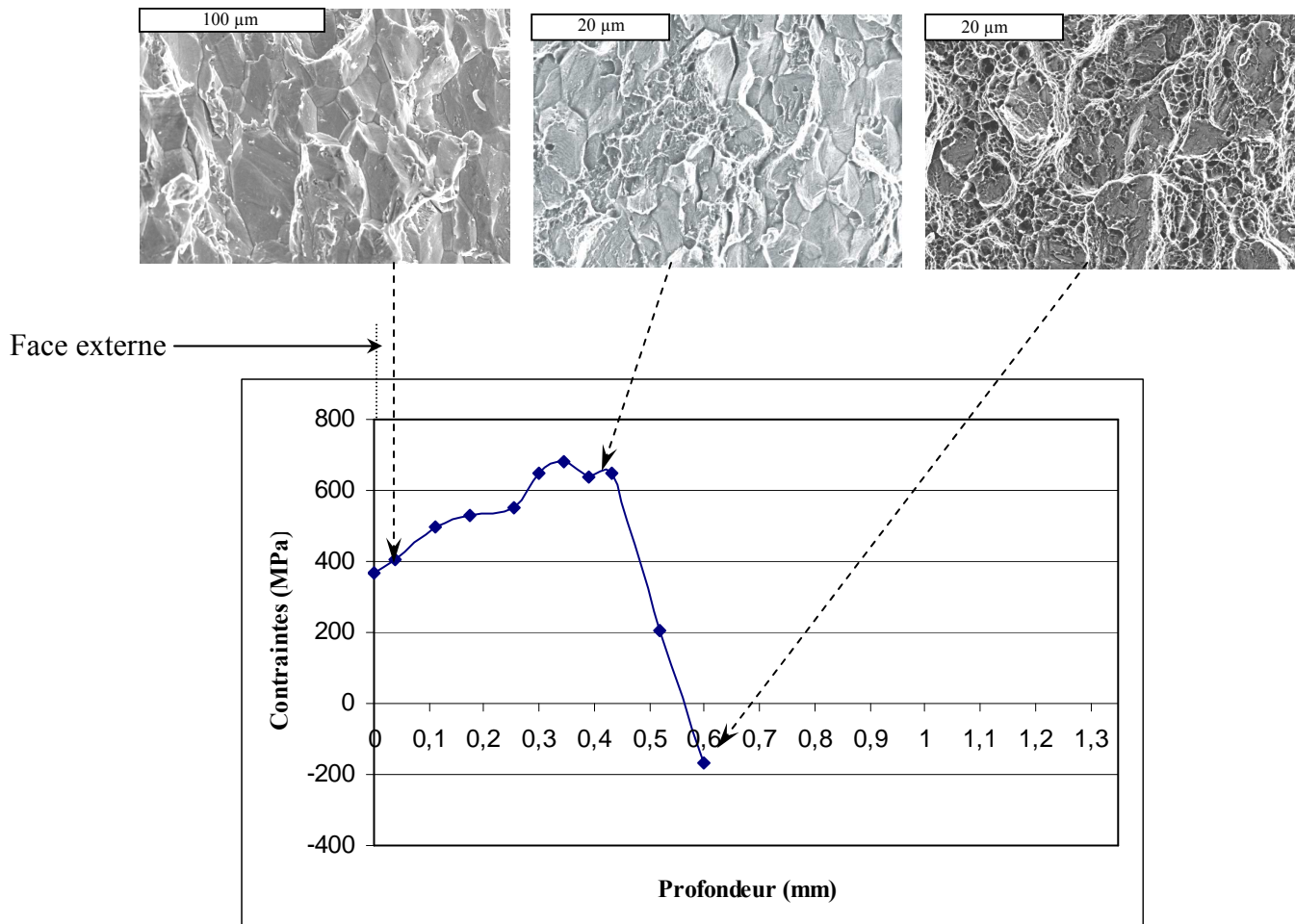
**Figure IV-20 : Distribution de contraintes résiduelles tangentielles entre les deux phases et fractions de martensite formée dans le godet DR = 2,00 embouti à 85°C**

La fraction de martensite maximale formée se situe à nouveau en haut du godet mais elle n'est que de 18%. Les deux phases sont en traction et l'évolution des contraintes le long de la jupe est similaire aux cas précédents. Le maximum de la contrainte dans les deux phases se situe à la mi-hauteur du godet. De plus, la contrainte dans la martensite est beaucoup plus élevée que dans l'austénite. La valeur maximale est de 250 MPa dans la martensite et moins de 130 MPa dans l'austénite. Ce comportement a aussi été observé et expliqué au cours des essais de traction in-situ ainsi que dans la détermination des contraintes résiduelles après essai de traction uniaxiale.

On observe que la contrainte dans la martensite dans le godet embouti à 85°C est inférieure à celle déterminée dans le godet embouti à température ambiante.

#### **IV-4-4-5 Evolution de la contrainte à travers l'épaisseur**

Afin de déterminer l'évolution de la fraction volumique et de l'état de contraintes dans la martensite à travers l'épaisseur d'un godet, un enlèvement de matière a été effectué par polissage électrolytique dans le haut du godet DR = 2,00. Pour éviter un phénomène de relaxation de contraintes, la surface sur laquelle est effectué le polissage est la plus petite possible (un carré d'arête de 2 mm). La figure IV-21 montre l'évolution de la contrainte tangentielle dans la martensite en fonction de la profondeur du godet, à partir de la face externe. L'incertitude sur l'analyse de contraintes est de +/- 30 MPa.



**Figure IV-21 : Evolution de la contrainte tangentielle en fonction de la profondeur dans la martensite en haut du godet DR = 2,00**

La profondeur 0 mm correspond à la surface extérieure du godet. De la face externe jusqu'à une profondeur de 400 μm, la contrainte dans la martensite est en traction et augmente considérablement, de 390 MPa à plus de 690 MPa. Au-delà de 400 μm, la contrainte dans la martensite diminue brutalement et devient même une contrainte de compression à 600μm. A cette profondeur, la valeur de la contrainte est de – 180MPa. On peut noter la correspondance directe entre l'évolution de l'état de contrainte dans la martensite et le changement de mode rupture. En effet, on a observé sur une profondeur d'environ 400 μm que le mode de rupture est inter- et transgranulaire, la contrainte de traction qui existe dans la martensite diminue la contrainte nécessaire à l'amorçage d'une fissure, et la ségrégation de l'hydrogène aux joints de grains et aux interfaces austénite/martensite, favorisent une rupture intergranulaire. Au milieu de l'épaisseur, la rupture est de type ductile et la contrainte dans la martensite diminue beaucoup et devient une contrainte de compression pour une profondeur de 600μm. Avec cet

état de contrainte, la fragilisation de l'acier par l'hydrogène semble beaucoup moins importante et le mode de rupture devient de type ductile avec apparition de cupules. Cependant la taille de cupules dans le milieu de la profondeur du godet est plus petite que dans le cas d'un essai de traction jusqu'à rupture. De plus, et comme vu dans la partie IV-4-1, la fraction de martensite formée diminue en fonction de la profondeur, ce qui explique aussi la diminution de la sensibilité de l'acier à l'hydrogène dans la profondeur. Yang et al. [IV-13] ont étudié l'évolution de la contrainte tangentielle dans la martensite en fonction de la profondeur dans un embouti d'un acier AISI304. Les résultats de cette étude sont en accord avec les résultats de notre étude. La contrainte tangentielle dans la martensite sur la face externe en haut du godet est positive et augmente jusqu'à une profondeur de 100 $\mu$ m. Ensuite, la contrainte diminue et atteint des valeurs négatives au milieu de la profondeur.

Ainsi l'amorçage d'une fissure après un certain temps d'incubation est le résultat de la combinaison de plusieurs facteurs à savoir :

- des contraintes tangentielles élevées dans la martensite, dans notre cas supérieure à 400MPa
- des fractions de martensite formée élevées,
- présence de l'hydrogène dans la pièce. Sa distribution dans le matériau évolue après l'apparition de la martensite.

Après diffusion de l'hydrogène de la martensite vers l'austénite, les atomes d'hydrogène sont piégés aux niveaux des interfaces austénite/martensite et aux niveaux des anciens joints de grains austénitiques. Le nombre d'atomes d'hydrogène piégés aux interfaces est d'autant plus grand que la fraction de martensite formée est élevée. Ces endroits là sont ainsi fragilisés à travers différents mécanismes tel que, la diminution de l'énergie de surface en tête de fissure, mécanisme de décohésion, et la fragilisation à une interaction hydrogène/dislocation. La contrainte critique locale nécessaire à l'amorçage d'une fissure diminue quand le nombre d'atomes d'hydrogène piégés aux interfaces augmente jusqu'à ce que cette contrainte soit inférieure à la contrainte existante à cet endroit là. Il y a dans ce cas amorçage de fissure.

La propagation de la fissure est ensuite favorisée par l'état de contraintes résiduelles dans le godet. D'une part les contraintes tangentielles et axiales sont élevées et augmentent du haut du godet vers le centre, elles favorisent ainsi la propagation de a fissure dans le sens longitudinal, mais aussi à travers l'épaisseur du godet où les contraintes tangentielles augmentent et favorisent donc la propagation de la fissure à travers l'épaisseur.

## IV-5 Conclusion

Dans cette partie, la sensibilité à la rupture différée de l'acier 301LN a été étudiée. Pour cela, des essais d'emboutissage sous différentes conditions ont été réalisés. L'influence de la température, de l'état mécanique ainsi que de la composition chimique sur l'apparition de la rupture différée ont été mis en évidence. Pour la nuance 1 et à température ambiante, le rapport limite d'emboutissage a été déterminé.

Les faciès de rupture dans le godet  $DR = 2,00$  ont été étudiés, un changement dans le mode de rupture a été observé. En effet, de la face externe jusqu'à une profondeur de  $400\mu\text{m}$ , le faciès de rupture est de type inter- et transgranulaire, ensuite le faciès devient principalement ductile dans le centre de l'épaisseur en passant par une zone mixte. Ce changement de mode de rupture est dépendant d'une part, de la distribution de l'hydrogène à travers l'épaisseur, mais aussi de l'état de contrainte et de l'évolution de la fraction de martensite à travers l'épaisseur.

D'autre part, la caractérisation de la transformation martensitique dans les godets nous a permis de montrer un lien direct entre les contraintes tangentielles, axiales et à travers l'épaisseur, ainsi que l'évolution de la fraction martensitique dans les godets, avec l'apparition de la rupture différée. Nous avons montré que l'état de contraintes tangentielles dans la martensite ainsi que les fractions de martensite formées dans les deux godets  $DR = 1,89$  et  $DR = 2,00$  sont très différents. Les contraintes tangentielles dans les godets sont positives et augmentent avec le rapport d'emboutissage. Les contraintes axiales n'évoluent presque pas en fonction du rapport d'emboutissage et semblent cependant favoriser la propagation des fissures le long de la jupe puisque ces contraintes augmentent le long de la jupe. En résumé, pour qu'il y ait apparition de fissures dans les godets, il faut la contribution de deux facteurs : un état de contrainte tangentielle dans la martensite élevée (supérieure à  $400\text{ MPa}$  dans le cas de notre étude), et une fraction de martensite formée importante (supérieure à  $80\%$ ).

Nous avons enfin montré qu'à travers l'épaisseur, la zone où le faciès de rupture est de type inter- et transgranulaire correspond à la zone où les contraintes tangentielles dans la martensite augmentent de  $400\text{ MPa}$  jusqu'à  $700\text{ MPa}$ . A l'inverse, la fraction de martensite diminue. Dans la zone où le faciès de rupture est principalement ductile, les contraintes tangentielles dans la martensite diminuent et deviennent même des contraintes de compression.



## IV-6 Références

[IV-1] : G. Krauss, « **Martensite in steel: strength and structure** », Material Science and Engineering A, Vol 273-275, (1999), pp. 40-57.

[IV-2] : D. François, L. Joly, « **La rupture des métaux** », Eds. Masson (1972).

[IV-3] : V. N. Shivanyuk, J. Foct, V. G. Gavriljuk, « **On a role of hydrogen-induced  $\epsilon$ -martensite in embrittlement of stable austenitic steel** », Scripta Materialia, Vol 49, 6, (2003), pp. 601-606.

[IV-4] : J. Toribio, « **Experimental evaluation of micromechanical damage produced by hydrogen in 316L steel for the first wall fusion reactors** », fusion Engineering, Vol 41, (1998), pp. 85-90.

[IV-5] : C. Pan, W.Y. Chu, L.J. Qiao, « **Hydrogen embrittlement induced by atomic hydrogen and hydrogen-induced martensites in type 304L stainless steel** », Material Science and Engineering A, Vol. A351, (2003), pp. 293-298.

[IV-6] : J.Han, K. Yokogawa, « **Effect of strain-induced martensite on hydrogen environment embrittlement of sensitized austenitic stainless steels at low temperatures** », Acta Materialia, 46, (1998), pp.4559-4570.

[IV-7] : J.I. Dickson, D. Groulx, D. Tromans, Material Science and Engineering A, Vol. 94, (1987), pp. 155-173.

[IV-8] : T. Magnin, R. Oltra, « **Mechanism of brittle fracture in a ductile 316 alloy during stress corrosion** », Acta Metallurgica, Vol. 38, (1990), pp. 1313-1319.

[IV-9] : A.J. Russell, D. Tromans, Metallurgical Transaction A, Vol. 12A, (1981), pp. 613-621.

[IV-10] : E. Herms, « **Etude fractographique de la fragilisation par l'hydrogène de l'acier Z2CND 17-12 (AISI 316L)** », Annales de chimie, Vol. 24, (1999), pp. 275-280.

[IV-11] : A. Devasenapathi, R.C. Prasad, V.S. Raja, « **Change in fracture mode and selective dissolution of austenitic stainless steels** », Scripta Metallurgica, Vol. 33, N°2 (1995), pp. 233-238.

[IV-12] : M. S. Ragab, « **Effect of ironing on the residual stresses in deep drawn cups** », Journal of Materials Processing Technology, Vol 99, (2000), pp.54-61.

[IV-13] : Y. Yang, X. Hongzhi, Journal of Material Processing and Technology, Vol. 30, (1992), pp.167-172.

## **Chapitre V**

### **« Simulation de l'emboutissage »**





<b>V-1 Introduction</b>	158
<b>V-2 Modèle de comportement phénoménologique</b>	158
V-2-1 Modèle de transformation martensitique	159
V-2-2 Loi de comportement mécanique	161
V-2-3 Loi de comportement thermique	162
V-2-4 Intégration du modèle dans le code de calcul Abaqus	162
V-2-4-1 Liens entre Abaqus et les sous-routines	163
V-2-4-2 Calcul de la fraction de martensite (sous-routine USDFLD)	164
V-2-4-3 Flux de chaleur de la transformation (sous-routine HETVAL)	165
<b>V-3 Modèle de comportement semi-phénomologique</b>	165
V-3-1 Description du problème	166
V-3-1-1 Déformation de Transformation Moyenne Instantanée (DTMI)	166
V-3-1-2 Modélisation à deux phases élastoplastiques avec transformation	168
V-3-1-3 Ecrouissage des phases	169
V-3-1-4 Evolution de la fraction volumique	170
V-3-2 Intégration du modèle dans le code de calcul Abaqus	171
V-3-3 Simulation d'un essai de traction de l'acier austénitique 301LN	172
<b>V-4 Simulation de l'emboutissage</b>	173
V-4-1 Descriptif de la simulation	173
V-4-2 Analyse et comparaison des résultats	174
V-4-2-1 Modèle phénoménologique	174
V-4-2-2 Modèle semi-phénomologique	177
V-4-2-3 Comparaison	178
<b>V-5 Conclusion</b>	180
<b>Références</b>	182

## V-1 Introduction

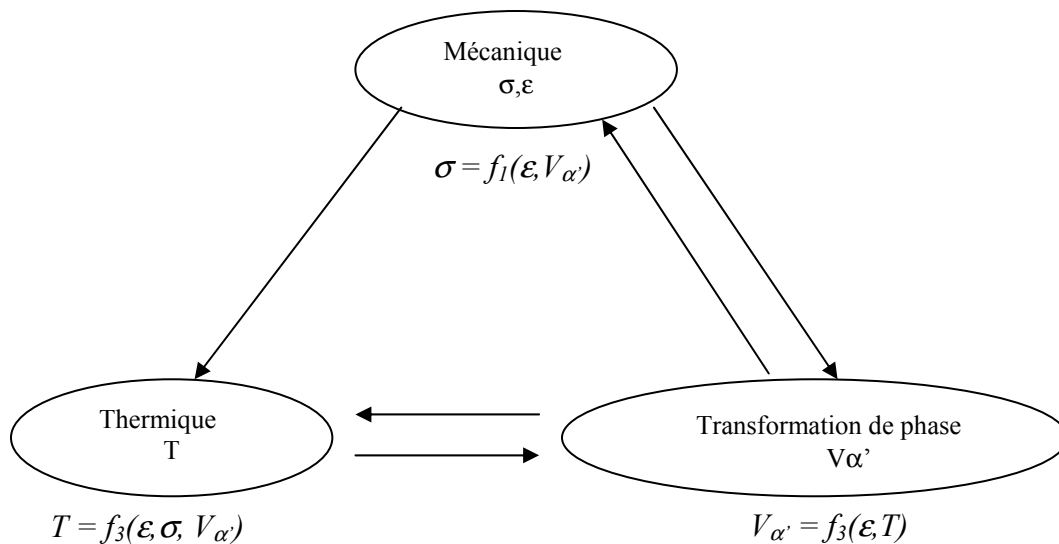
Ce chapitre a pour objectif de simuler une opération d'emboutissage profond par l'implémentation dans le code de calcul éléments finis Abaqus©, de deux modèles de comportement des aciers austénitiques instables et d'en comparer les résultats avec les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre IV. Le premier modèle a été développé au centre de recherche d'Ugine et Alz à Isbergues. C'est un modèle phénoménologique simple qui a pour objectif d'être facilement utilisable comme outil d'aide à la conception en fournissant le maximum d'informations et particulièrement les fractions de martensite formée dans les emboutis. Ce modèle est comparé au modèle de comportement semi-phénomologique des aciers à effet TRIP développé par R.Kubler dans le cadre de sa thèse de doctorat réalisée au Laboratoire de Physique et mécanique des Matériaux (LPMM). Les résultats obtenus par les deux modèles sont comparés aux résultats expérimentaux.

## V-2 Modèle de comportement phénoménologique

Les résultats présentés aux chapitres III et IV montrent que la particularité des nuances d'acier inoxydable austénitique instable réside dans la transformation de phase induite par la déformation plastique. Lors d'un essai de traction par exemple, une partie de l'austénite se transforme en martensite, ce qui durcit fortement le métal. Cet écrouissage important permet au métal d'avoir des niveaux de résistances élevés.

Par ailleurs, il a été clairement établi au cours de cette étude, ainsi que dans plusieurs autres travaux [V-1], [V-2], que la transformation martensitique est très fortement dépendante de la température. Lors d'une opération de mise en forme, la température de la pièce peut varier considérablement comme montré dans le chapitre III. Le modèle développé par Ugine et Alz prend donc en compte non seulement la transformation martensitique mais en plus la température, afin de prendre en considération les effets thermiques de la mise en forme. La figure V-1 montre un schéma constitutif du modèle, où les fonctions  $f_1$ ,  $f_2$ , et  $f_3$  représentent les trois modèles mécanique, thermique, et de la transformation couplés, et qui seront décrits individuellement dans la suite.

La transformation de phase et le comportement mécanique se basent sur des modèles empiriques. Ils sont choisis pour leur simplicité d'utilisation dans un code aux éléments finis (Abaqus ©).



**Figure V-1 : Schéma constitutif du modèle phénoménologique. Les flèches montrent les couplages entre les modèles thermique, mécanique et de la transformation de phase**

### V-2-1 Modélisation de la transformation martensitique

Lorsqu'ils subissent des déformations plastiques à une température inférieure à  $M_d$ , les aciers austénitiques instables sont le siège de trois transformations [V-3], [V-4] :

- austénite  $\rightarrow$  martensite  $\alpha'$
- austénite  $\rightarrow$  martensite  $\epsilon$
- martensite  $\epsilon \rightarrow$  martensite  $\alpha'$

Dans le chapitre III, nous avons montré que seule la transformation austénite  $\rightarrow$  martensite  $\alpha'$  avait lieu dans l'acier 301LN. Par conséquent, seul l'effet de la formation de la martensite  $\alpha'$  sera pris en compte dans la modélisation.

A partir des résultats expérimentaux, la loi phénoménologique choisie pour représenter la fraction volumique de martensite formée est une loi d'Olson et Cohen simplifiée de la forme [V-5] :

$$V_{\alpha'} = V_{\max} \left( 1 - e^{-(D\epsilon)^n} \right) \quad (\text{V-1})$$

$D$  et  $n$  sont des paramètres matériaux à identifier ;  $V_{\max}$  est la fraction de martensite maximale formée.  $V_{\max}$  est fonction de la nuance et varie linéairement en fonction de la température.  $\epsilon$  est la déformation plastique équivalente au sens de Von Mises.



### Identification des paramètres

Les coefficients du modèle sont identifiés à partir des résultats des essais de traction réalisés sur la nuance 1 de la famille 301LN, en conditions isothermes (vitesse de déformation lente) pour différentes températures :

$$D = 10,5 \quad ; \quad n = 2 \quad \text{pour} \quad \dot{\epsilon} = 6.10^{-4} \text{ s}^{-1}$$

La fraction maximale de martensite formée est supposée varier linéairement en fonction de la température :

$$V_{max} = a - bT \quad (V-2)$$

Pour déterminer les coefficients a et b, on considère que :

$V_{max} = 0,635$  à  $T=20^\circ\text{C}$  et on suppose que la température  $M_d=140^\circ\text{C}$  ( $V_{max} = 0$ ), on a alors :

$$V_{max} = 0,814 - 0,0105.T, \quad (T \text{ exprimée en } ^\circ\text{C}) \quad (V-3)$$

La figure V-2 présente les cinétiques de transformation ainsi modélisées pour des essais de traction isotherme à différentes températures et comparées aux valeurs expérimentales. Le résultats donnés par le modèle se rapprochent des résultats expérimentaux.

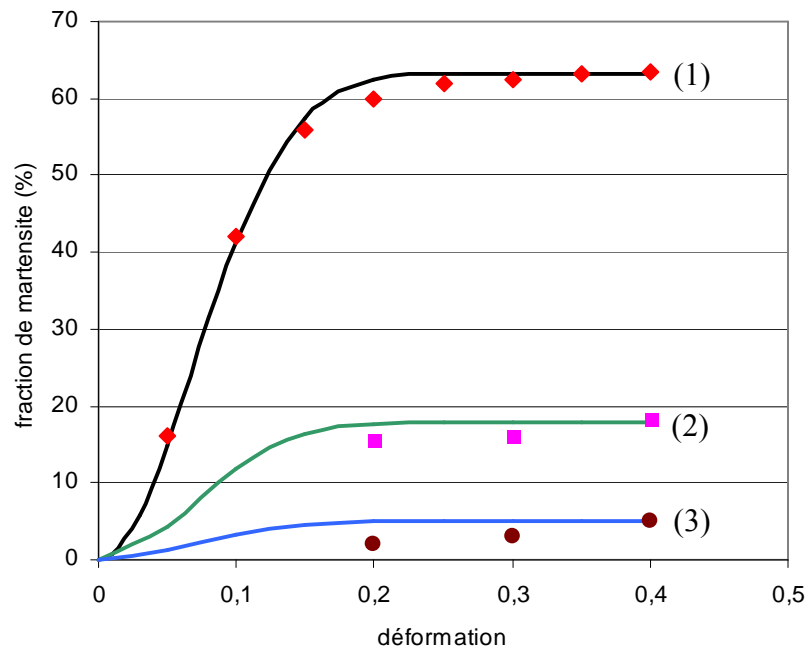


Figure V-2 : Evolution de la fraction de martensite formée, comparaison expérience/modèle

(1) :  $T = 20^\circ\text{C}$ ,  $\blacklozenge$  points expérimentaux, — modèle

(2) :  $T = 85^\circ\text{C}$ ,  $\ast$  points expérimentaux, — modèle

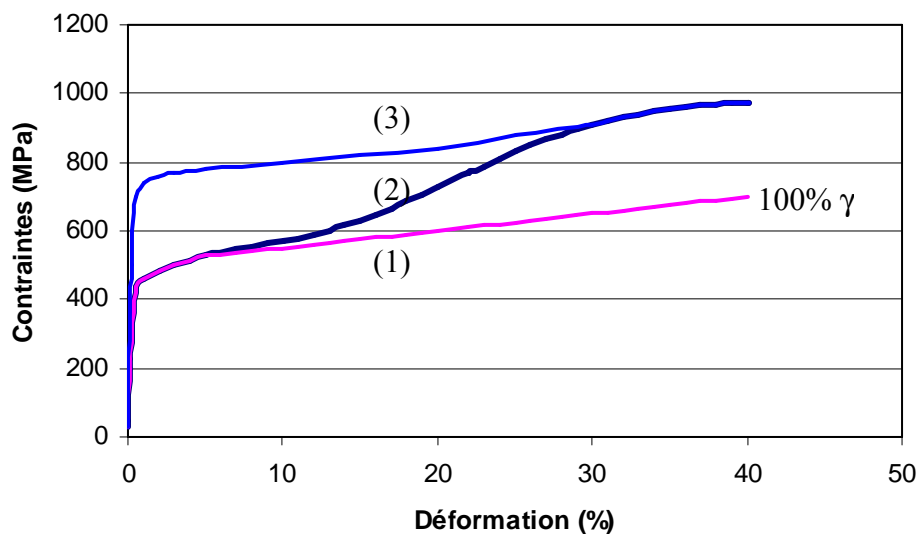
(3) :  $T = 120^\circ\text{C}$ ,  $\bullet$  points expérimentaux, — modèle

Ce modèle prend seulement en compte l'influence de la température et de la déformation équivalente. Il a l'avantage d'être facilement intégrable dans un code de calcul.

Par contre, cette démarche est assez réductrice. En effet, plusieurs auteurs [V-6], [V-7], ont montré l'importance de la prise en compte de l'état tensoriel de contrainte et/ou de déformation dans la modélisation de la transformation martensitique.

## V-2-2 Loi de comportement mécanique

La partie mécanique du modèle s'appuie sur deux courbes maîtresses contrainte-déformation. La première correspond au comportement de l'acier 100% austénitique. En pratique, cette courbe obtenue par un essai de traction à 140°C car cette température correspond à la température  $M_d$  de l'acier. La deuxième courbe représente le comportement de l'acier avec une fraction de martensite égale à  $V_{max}$ , acier qui ne se transforme pas au cours de la déformation. Ne disposant pas de données expérimentales, cette courbe est extrapolée à partir de la courbe de traction de l'acier et de la courbe de traction de l'acier 100% austénitique, en supposant que l'écroutissage dans les deux cas reste constant, comme montré sur la figure V-3.



**Figure V-3 : Courbes maîtresses extrapolées à partir du comportement expérimental de l'acier austénitique instable 301LN**

*(1): Comportement extrapolé d'un acier 301LN 100% austénitique*

*(2): Comportement de l'acier 301LN avec  $f_a$  évolutive*

*(3): Comportement extrapolé de l'acier 301LN contenant 60% de martensite*

### V-2-3 Loi de comportement thermique

Le flux volumique de chaleur généré par la transformation de phase est calculé à partir d'une subroutine HETVAL d'Abaqus. En effectuant le bilan thermique d'une éprouvette en traction (ou d'un flan dans les outils d'emboutissage), on distingue :

\* les sources de chaleur :

- le travail plastique  $\delta W = \eta \sigma : \delta \epsilon$  avec  $\eta$  : rendement du travail plastique,
- la chaleur latente de transformation,

\* les pertes de chaleur :

- échange par convection,
- conduction (dans la pièce),
- rayonnement (négligé à ce niveau de température).

Les coefficients nécessaires au calcul thermique issus de la littérature pour un acier austénitique de la famille 301 [V-8] sont présentés dans le tableau V-1.

Tableau V-1 : Coefficients utilisés dans les calculs thermiques

Coefficient de conduction	K	15 W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Capacité calorifique	Cp	500 J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Masse volumique	$\rho$	7,8 kg.dm <sup>-3</sup>
Coefficient de convection (à l'air)	H	18 W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup>
Chaleur latente de transformation	L	600 mJ.mm <sup>-3</sup>

### V-2-4 Intégration du modèle dans le code de calcul Abaqus©

Le code de calcul par éléments finis utilisé pour intégrer le modèle de comportement est Abaqus. Les premières simulations menées se définissent par des résolutions implicites de problème thermomécanique couplé.

La fraction de martensite est calculée à l'aide d'une subroutine nommée User Field (USFLD). Elle est représentée par une variable, dite de champ, pour la communication avec Abaqus et une variable interne pour la communication avec la subroutine HETVAL. L'évolution de l'écroissage en fonction de la fraction de martensite est directement déterminée par Abaqus© à partir de la variable de champ.

Au total, 4 variables internes (SDV) et une variable (FIELD) sont utilisées pour communiquer entre les subroutines et Abaqus (leur rôle est détaillé par la suite) :

SDV<sub>1</sub> : incrément de transformation martensitique,

SDV<sub>2</sub> : mise à jour de la déformation équivalente,

SDV<sub>3</sub> : asymptote de transformation martensitique (fraction de martensite maximale V<sub>max</sub> avant incrément),

SDV<sub>4</sub> : fraction martensitique actualisée,

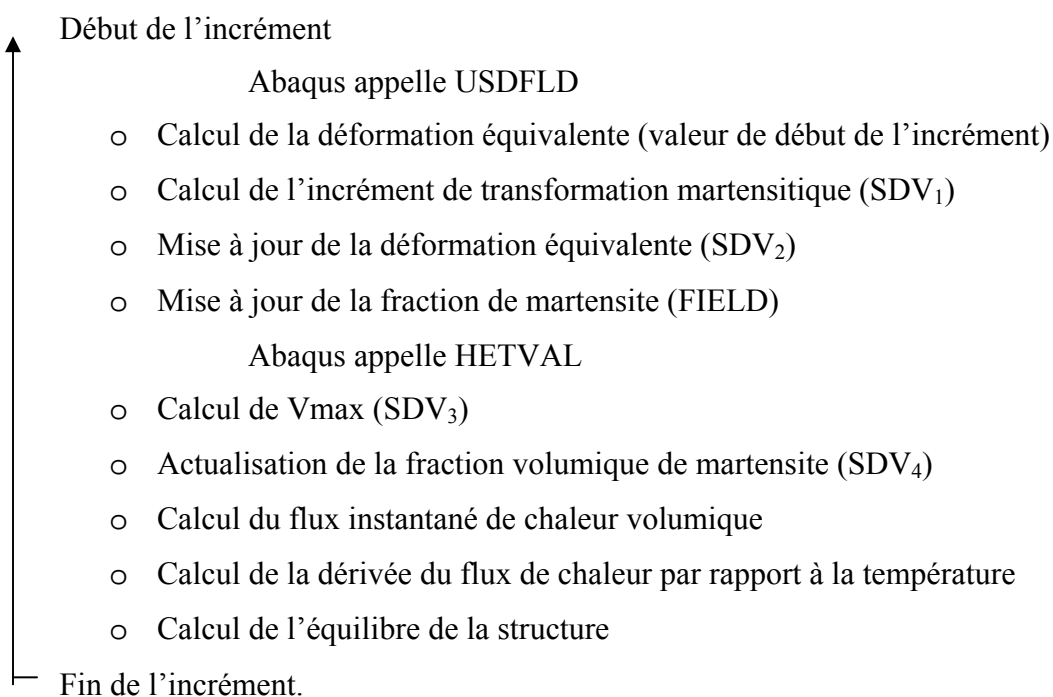
FIELD : fraction volumique de la transformation, utilisée par Abaqus pour la loi d'érouissage (FIELD = SDV<sub>4</sub> + SDV<sub>1</sub>\*SDV<sub>3</sub>)

Dans les cas de l'emboutissage d'une pièce de forme complexe (embouti en croix, pièce non axisymétrique, etc...), la méthode de résolution efficace doit être de type explicite. Dans ce cas, les sous-routines définies ci-dessus ne sont plus utilisables et une sous-routine type « Umat » doit être développée.

#### V-2-4-1 Liens entre Abaqus et les sous-routines

Un calcul Abaqus est découpé en « STEP » qui correspondent aux différentes étapes de la mise en forme. Ces étapes sont composées d'incrémentes qui représentent toutes les fois où l'équilibre de la structure est vérifié (calcul des forces externes, des contraintes, et des déformations).

A chaque début d'incrément, Abaqus utilise la sous-routine USDFLD puis la sous-routine HETVAL. Le calcul d'équilibre est ensuite effectué comme montré ci-dessous.



#### V-2-4-2 Calcul de la fraction de martensite (USDFLD)

Cette subroutine calcule le nouvel incrément de transformation martensitique ( $SDV_1$ ) à partir de l'évolution de déformation équivalente lors de l'incrément précédent.

Pour cela, la première étape consiste à calculer la déformation plastique équivalente au début de l'incrément :

$$E_q = \sqrt{\frac{2}{3}((E_1)^2 + (E_2)^2 + (E_3)^2)} \quad (V-4)$$

Ensuite, on calcule l'incrément de transformation divisé par  $V_{max}$  ( $\delta V_\alpha / V_{max}$ ) à partir de la différence de déformation équivalente entre le début de l'incrément et le début de l'incrément précédent ( $SDV_2$ ) :

$$SDV_1 = (E_q - SDV_2) \times n \times D \times (DE_q)^{n-1} \times e^{-(DE_q)^n} \quad (V-5)$$

D et n étant les paramètres matériaux définis en V-2-1-1.

On met à jour la déformation équivalente (utilisée pour l'incrément suivant)

$$SDV_2 = E_q \quad (V-6)$$

On met à jour la variable de champ (fraction de martensite) utilisée par Abaqus pour la loi d'écroutissage

$$FIELD = SDV_4 + SDV_1 * SDV_3 \quad (V-7)$$

Lors de ce dernier point, la valeur de  $SDV_3$  correspond à  $V_{max}$  au début de l'incrément précédent et non au début de cet incrément. Il faut donc s'assurer que la variation de température lors d'un incrément reste suffisamment faible (maximum 5°C).

### V-2-4-3 Flux de chaleur de transformation (HETVAL)

Cette subroutine calcule l'asymptote de transformation martensitique ( $V_{\max}$ ) qui est donnée par :

$$SDV_3(V_{\max}) = a - bT \quad (V-8)$$

avec a et b, les paramètres matériaux définis dans la partie V-2-1-1.

On réactualise la fraction volumique martensitique :

$$SDV_4' = (a-b(T+dT))*SDV_1 + SDV_4 \quad (V-9)$$

On calcule le flux volumique de chaleur généré par la transformation de phase, ainsi que sa dérivée par rapport à la température :

$$FLUX = L * V_{\max} * SDV_1/dt \quad (V-10)$$

$$DFLUX/DT = -L * b * SDV_1/dt \quad (V-11)$$

avec L, la chaleur latente de la transformation martensitique.

## V-3 Modèle de comportement semi-phénomologique

Ce modèle a été développé au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM) dans le cadre de la thèse de Kubler [V-9] et s'inscrit dans le projet appelé MULTITRIP qui consiste à modéliser par une approche « *semi-phénomologique* » le comportement d'un acier TRIP multiphasé industriel. Le multiphasage résulte de la présence de phases élastoplastiques stables (ferrite, bainite, martensite) et d'une phase élastoplastique instable (austénite) qui est sujette à la transformation martensitique A→M. Dans ce qui suit, nous adaptons ce modèle au cas de l'acier 301LN qui n'est composé au départ, que de la phase austénitique instable.

Ce modèle peut être divisé en quatre parties. La première partie a pour objet la description du problème global (définition du Volume Élémentaire Représentatif (VER)), en particulier celle de la représentation moyenne adaptée à cette étude «semi-phénomologique». Les mécanismes physiques sont identifiés dans chaque phase et décrits par des relations phénoménologiques. Ces relations mettent en évidence les différentes variables internes du modèle. Un concept nouveau appelé la Déformation de Transformation Moyenne Instantanée (DTMI) a été introduit par Kubler [V-9], afin de simplifier la

modélisation multi-échelles sans avoir recours à une description cristalline [V-9] coûteuse en moyens et temps de calcul et difficilement compatible avec les exigences d'un code EF.

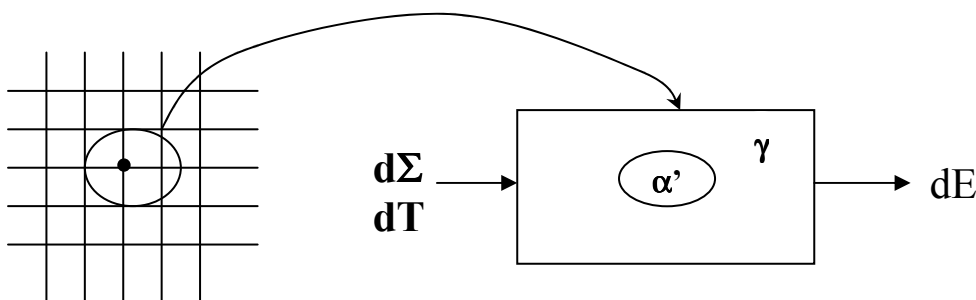
La modélisation mécanique fait l'objet de la seconde partie. Elle se base, en partie, sur la formulation obtenue par Diani, Sabar et Berveiller [V-10]. A partir de la connaissance du comportement local de chaque phase, les techniques de transitions d'échelles sont utilisées en couplage avec les mécanismes physiques de transformation et d'écoulement plastique pour aboutir aux différentes grandeurs macroscopiques et à la loi de comportement globale,  $\dot{E} = \mathfrak{F}(\dot{\Sigma}, \dot{T})$ .

La modélisation se faisant par une approche dite à variables internes, la troisième partie se consacre à la détermination de l'évolution de ces variables internes et en particulier la fraction volumique de martensite par une étude thermodynamique basée sur le calcul des forces motrices agissant sur la fraction volumique de martensite incluant les contraintes internes et l'énergie chimique.

Le comportement élastoplastique local propre à chaque phase est décrit en moyenne par un critère de plasticité phénoménologique classique et des lois d'écrouissage dont les formulations sont explicitées dans la quatrième partie.

### V-3-1 Description du problème

La démarche de modélisation se base sur une représentation systémique du problème (figure V-4). Il s'agit de prédire, en tout point de la structure, la réponse en taux de déformation (respectivement en contrainte) de l'acier à effet TRIP lors d'un chargement thermomécanique  $d\Sigma$ ,  $dT$  (respectivement  $dE$ ) multiaxial.



*Figure V-4 : Méthode de modélisation d'un acier austénitique à effet TRIP*

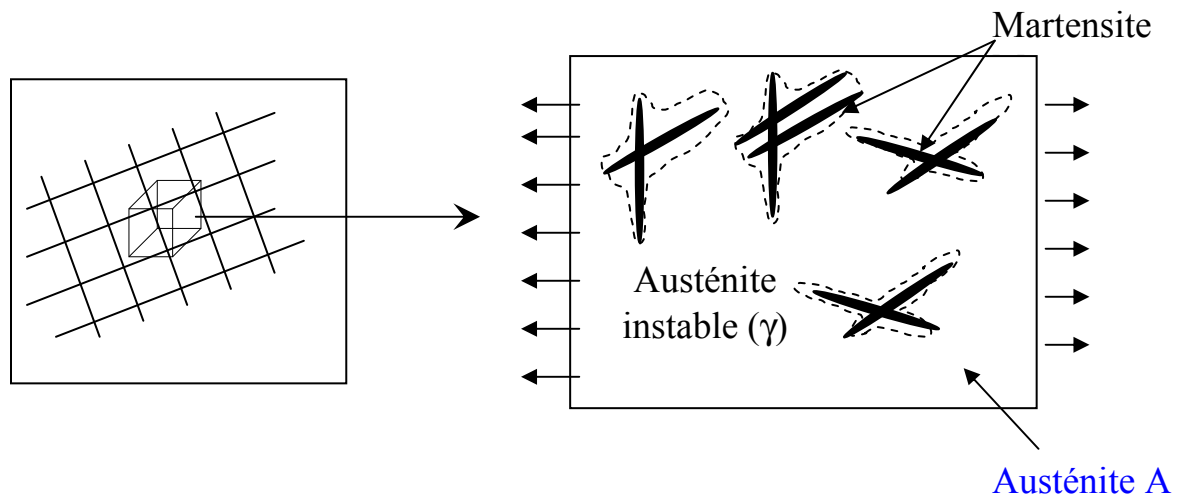
Pour positionner la nature d'une modélisation phénoménologique, il est important de citer les différentes échelles de description :

- l'échelle de la structure mécanique,
- l'échelle des phases (austénite, martensite),
- l'échelle microscopique (échelle du cristal),
- l'échelle submicroscopique (atome, dislocations, ...).

De part la nature biphasée du matériau étudié et pour « simplifier » la modélisation, l'échelle de description la plus fine de la représentation « semi-phénoménologique » adoptée ici est l'échelle de la phase ce qui réduit considérablement le nombre de variables internes nécessaires.

Chaque point de la structure mécanique est composé de la phase austénitique  $\gamma$  qui est sujette à une transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  lors d'un chargement thermomécanique en contrainte  $d\Sigma$  ou déformation  $dE$  et en température  $dT$ . Il est donc judicieux de choisir un point de la structure comme étant le Volume Élémentaire Représentatif (VER) étudié.

Le VER est constitué donc de la phase austénitique  $\gamma$  qui se décomposera au cours du chargement en phases austénitique notée A et martensitique notée M. La phase martensitique M regroupe l'ensemble des variantes existantes à l'instant  $t$ . La figure V-5 correspond à la configuration actuelle du VER.



**Figure V-5 : Définition et configuration microstructurale du VER**

La configuration de base utilisée dans cette étude est celle du VER soumis à un chargement thermomécanique. A un instant  $t$  du chargement thermomécanique ( $d\Sigma$ ,  $dT$ ), il existe deux domaines dans l'austénite instable  $\gamma$  (figure V-5) :

- le premier est le domaine austénitique A de fraction volumique ( $I-f$ ). Il est convenu par la suite que ce domaine est composé de l'austénite résiduelle non transformée et des domaines martensitiques en formation à l'instant  $t$  (formation de martensite supposée



instantanée). A chaque domaine de martensite en formation sont associées une fraction volumique « infinitésimale »  $df$  définie par rapport au volume initial d'austénite  $V^\gamma$  et une déformation libre (de transformation)  $\bar{\xi}^T$  appelée Déformation de Transformation Moyenne Instantanée (DTMI),

- le second est le domaine de la martensite existante M de volume  $V^M$ , composé de l'ensemble des variantes déjà formées. A l'instant t, sa fraction volumique est  $f = \frac{V^M}{V^\gamma}$ .

### V-3-1-1 Déformation de transformation moyenne instantanée (DTMI)

La germination et la croissance de martensite sont accompagnées d'une *déformation de transformation moyenne instantanée (DTMI)*, notée  $\bar{\xi}^T$  dans toute l'austénite en transformation. Cette martensite regroupe l'ensemble des variantes en formation au même instant et la DTMI résulte donc de la contribution de la déformation de transformation de chacune des plaquettes des variantes. La DTMI contient à la fois la déformation de Bain et la déformation à réseau invariant dans la martensite en formation qui accompagne obligatoirement la déformation de Bain dans le cas d'une transformation en « volume ». Le concept de déformation de transformation moyenne instantanée est utile pour « simplifier » la modélisation.

La DTMI dépend non pas de la contrainte macroscopique mais bien de la contrainte locale dans l'austénite ( $\bar{\sigma}^A$ ), afin de prendre en compte le phénomène d'« orientation » de la déformation de transformation par la contrainte locale (effet Magee). La DTMI dépend aussi de la température.

Ainsi, le modèle peut prédire une évolution de la déformation de transformation sous contrainte macroscopique nulle, provenant d'un champ de contraintes internes initial dans l'austénite.

$$\Sigma = 0 \text{ et } \bar{\sigma}^A \neq 0 \Rightarrow E^T \neq 0 \quad (\text{V-12})$$

La preuve expérimentale a été apportée par Videau et al. [V-11] pour un essai de refroidissement à contrainte macroscopique constante. Après une décharge ( $\Sigma = 0$ ), la déformation de transformation continue à évoluer pendant le refroidissement. Ce sont les contraintes internes qui vont contrôler la sélection des variantes.

Dans ce modèle, l'effet Greenwood-Johnson, i.e. l'accommodation élastoplastique dans l'austénite et la martensite de la déformation de transformation, est également prise en compte.

Pour la transformation martensitique des aciers, il est nécessaire d'accommoder la variation de volume ainsi que la déformation de cisaillement, composante de la déformation de transformation. Une partie de l'accommodation (dans l'austénite) est traduit dans les lois d'interaction micromécanique. L'autre partie (dans les plaquettes en formation) est prise en compte dans la déformation à réseau invariant.

### V-3-1-2 Modélisation à deux phases élastoplastiques avec transformation

Le taux de déformation total dans le VER se décompose additivement de la façon suivante :

$$\dot{E} = (1-f) \left[ \dot{\epsilon}^{epA} + \dot{\epsilon}^{thA} + \left( \frac{1}{1-f} \right) \bar{\xi}^T \cdot \dot{f} \right] + f (\dot{\epsilon}^{epM} + \dot{\epsilon}^{thM}) \quad (V-13)$$

où  $\dot{\epsilon}^{ep}$  et  $\dot{\epsilon}^{th}$  sont respectivement les taux de déformations élastoplastiques moyennes et les taux de déformations thermiques dans l'austénite et dans la martensite.  $f$  est la fraction volumique de martensite formée,  $\dot{f}$  le taux de fraction de martensite et  $\bar{\xi}^T$  la DTMI. Les variables internes se dégageant de l'expression ci-dessus sont les déformations élastoplastiques de chaque phase, la DTMI et la fraction volumique de martensite.

### V-3-1-3 Ecrouissage des phases

Pendant le process de déformation, les constituants du matériau multiphasé s'écrouissent de façon différente. Il s'agit de déterminer un critère de plasticité et une loi d'écoulement plastique.

Le critère de plasticité utilisé est le critère de Von-Mises avec écrouissage isotrope. Le modèle de plasticité est appliqué à chaque phase avec des paramètres « matériaux » différents. Ce modèle « élastoplastique » fournit le module tangent élastoplastique et l'incrément de contrainte de la phase à partir de son incrément de déformation élastoplastique obtenu après localisation.

Dans l'austénite (A) en transformation, l'incrément de déformation élastoplastique s'exprime à l'aide de la déformation de transformation :

$$\dot{\epsilon}^{epA} = \dot{\epsilon}^A - \frac{1}{1-f} \bar{\xi}^T \quad (V-14)$$

Dans la martensite déjà formée, le comportement est purement élastoplastique, donc :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{epM} = \dot{\bar{\varepsilon}}^M \quad (V-15)$$

$\dot{\bar{\varepsilon}}^{epA}$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}}^{epM}$  constituent les entrées du modèle « élastoplastique ».

### V-3-1-4 Evolution de la fraction volumique

Pour définir un critère de transformation, la force motrice de transformation  $F$ , peut être comparée à une force critique. La force critique dépend des variables internes de la modélisation. On propose de représenter la force critique  $F_c$  comme :

$$F_c = F_{c0} + K_1(f) \quad (V-16)$$

où  $K_1$  est une fonction de la fraction volumique de martensite  $f$ .  $F_{c0}$  est la force critique initiale et est déterminée par :

$$F_{c0} = B(T_0 - M_s) - K_2(\varepsilon_{eq}^{pA}) \quad (V-17)$$

Le terme  $-K_2(\varepsilon_{eq}^{pA})$  exprime la diminution de la force critique avec la déformation plastique de l'austénite, pour prendre en compte le phénomène de transformation induite par la déformation plastique dans la plage de températures  $T > M_s^\sigma$ .

L'évolution de la fraction volumique de martensite est obtenue par la comparaison de la force motrice à la force critique. La fraction de martensite évolue de façon irréversible si la force motrice atteint la force critique et évolue avec celle-ci. Le critère de transformation se traduit par la formulation suivante:

$$\left\{ \begin{array}{lll} \text{si } F < F_c & \text{alors} & df = 0 \\ \text{si } F = F_c \text{ et } dF < dF_c & \text{alors} & df = 0 \\ \text{si } F = F_c \text{ et } dF = dF_c & \text{alors} & df > 0 \end{array} \right. \quad (V-18)$$

Il s'agit maintenant de déterminer l'incrément de fraction volumique à partir de ce critère de transformation. La force motrice s'écrit:

$$F = \bar{\sigma}^A \bar{\xi}^T - B(T - T_0) + K \quad (V-19)$$

En négligeant la variation de la DTMI avec la contrainte dans l'austénite ( $d\bar{\xi}^T = 0$ ) par rapport aux autres termes, l'incrément de force motrice est :

$$dF = d\bar{\sigma}^A \bar{\xi}^T - BdT \quad (V-20)$$

L'évolution de la fraction de martensite s'obtient en égalant  $dF$  et  $dF_c$ , avec  $dF_c$  donné par :

$$dF_c = \frac{\partial K_1(f)}{\partial f} df \quad (V-21)$$

Donc on obtient, par l'égalité  $dF=dF_c$ , l'expression de l'incrément de fraction volumique de martensite  $df$ :

$$df = (1-f) \left\{ \frac{\bar{\xi}^T d\bar{\sigma}^A - BdT}{\frac{\partial K_1(f)}{\partial f}} \right\} \quad (V-22)$$

En définitive, l'évolution de la cinétique de transformation s'écrit sous la forme symbolique :

$$df = (1-f)(L : d\bar{\sigma}^A - M.dT) \quad (V-23)$$

L et M étant respectivement un tenseur d'ordre 2 et un scalaire tels que :

$$L_{ij} = \frac{\bar{\xi}_{ij}^T}{\frac{\partial K_1(f)}{\partial f}} \quad (V-24)$$

$$M = \frac{B}{\frac{\partial K_1(f)}{\partial f}} \quad (V-25)$$

On remarque dans cette dernière expression que la progression de la transformation martensitique est contrôlée par l'incrément de contrainte et le changement de température dans l'austénite. Les équations du modèle sont programmées dans une routine Fortran. Le pilotage est réalisé en contrainte et en température.

### V-3-2 Intégration du modèle dans le code de calculs Abaqus©

Le code de calculs utilisé est Abaqus Explicit. La loi de comportement a été implémentée par Kubler [V-9], dans chaque point d'intégration d'un élément fini en utilisant une subroutine VUMAT.

A partir d'un incrément de déformation imposé au point d'intégration d'un élément, la subroutine VUMAT restitue la contrainte macroscopique et les variables internes de la modélisation. Il est nécessaire de stocker à chaque pas de calcul et dans chaque élément :

- la fraction volumique de martensite,
- les contraintes dans chaque phase,
- les paramètres d'écrouissage de chaque phase.

### V-3-3 Simulation d'un essai de traction de l'acier austénitique 301LN

A température ambiante, on simule un essai de traction sur l'acier 301LN. Les données d'entrée du modèle identifiés sont données dans le tableau V-2.

Tableau V-2 : Paramètres matériaux et données d'entrée du modèle

Austénite	$\sigma_y = 320 \text{ MPa}$	$M_s = 220\text{K}$ $B = 2 \text{ MPa/K}$ $K_0 = 0 \text{ MPa}$ $\kappa = 1$ $\Delta V/V = 2\%$ $d_1 = 3.10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$ $d_2 = 5.10^{-7} \text{ MPa}^{-2}$
Martensite	$\sigma_y = 800 \text{ MPa}$	

$\sigma_y$ : limité d'élasticité, B : pente de transformation,  $\Delta V/V$  : variation de volume, ( $K_0$ ,  $M_s$ ,  $\kappa$ ,  $d_1$ ,  $d_2$ ) paramètres de transformation. Les paramètres de transformation sont identifiés pour faire correspondre aux mieux les cinétiques de chargement simulés et expérimentaux.  $M_s$  et  $K_0$  définissent le début de la transformation,  $d_1$  et  $\kappa$  l'amplitude de la transformation, et  $d_2$  la sensibilité par rapport au mode de chargement.

La figure V-6 représente le résultat de la simulation d'un essai de traction de l'acier 301LN.

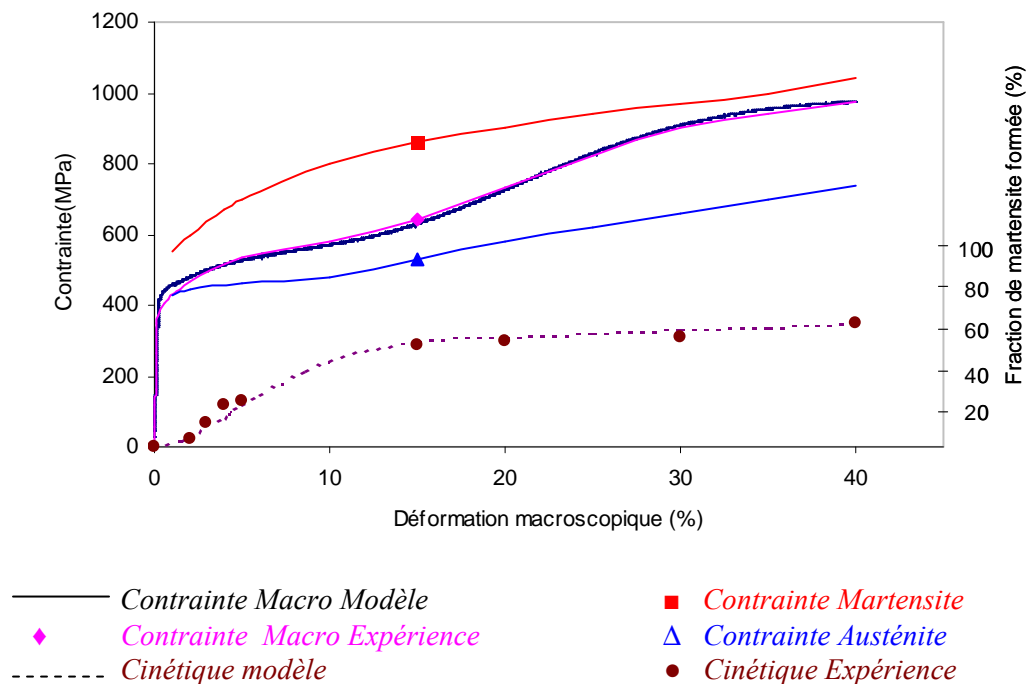


Figure V-6 : Simulation d'un essai de traction de l'acier 301LN à température ambiante

Les résultats des états de contraintes dans les deux phases au cours d'un chargement en traction, ainsi que la fraction volumique de martensite formée, obtenus par le modèle, concordent bien avec les résultats expérimentaux obtenus au cours des essais de traction in-situ (cf. III-3-3). Les résultats du calcul montrent que la contrainte dans la martensite est au dessus de la contrainte appliquée et que celle-ci est supérieure à la contrainte dans l'austénite. En effet, dès l'apparition de la martensite, la contrainte calculée dans cette phase est proche de 600MPa, alors que la contrainte appliquée n'est que de 430MPa. Ensuite, la contrainte dans la martensite augmente jusqu'à 1000MPa et reste au dessus de la contrainte appliquée.

De plus, le modèle prédit aussi et de manière assez précise l'évolution de la fraction de martensite en fonction de la déformation. Un écart de 2 % entre les valeurs calculées par le modèle et celles déterminées par DRX a été observé. Cet écart est par ailleurs du même ordre de grandeur que l'incertitude sur les résultats obtenus par DRX.

Les mêmes paramètres d'entrées du modèle ont été utilisés pour la simulation de l'emboutissage.

## **V-4 Simulation de l'emboutissage**

### **V-4-1 Descriptif de la simulation**

Les simulations de l'emboutissage de godets cylindriques d'un acier austénitique 301LN avec avalement complet du métal ont été effectuées. Les deux lois de comportement décrites ci-dessus sont utilisées et les résultats obtenus pour chaque modèle sont présentés et comparés avec les résultats expérimentaux.

Quel que soit le modèle utilisé, l'outillage, composé de la matrice, du poinçon et du serre-flan est supposé rigide.

L'emboutissage est simulé en 5 étapes qui sont chronologiquement :

- Etape 1 : établissement du contact entre le serre-flan et le flan,
- Etape 2 : application de l'effort de serre-flan,
- Etape 3 : établissement du contact entre le poinçon et le flan,
- Etape 4 : descente du poinçon pour emboutir le flan,
- Etape 5 : remontée du poinçon.

L'emboutissage cylindrique étant axisymétrique, les simulations sont réalisées sur une demi-section (cf figure V-7). On se place ainsi dans un cas de déformation 2D. Les dimensions de l'outillage sont présentées dans le tableau V-3.

Tableau V-3 : Paramètres de simulation des emboutis cylindriques

Godets Cylindriques	Diamètre de la matrice	35 mm
	Rayon d'entrée de la matrice	2 mm
	Diamètre du poinçon	33 mm
	Rayon d'entrée du poinçon	2 mm
	Epaisseur du flan	1 mm

On choisit des éléments solides axisymétriques à 4 nœuds CAX4R pour mailler le flan. Dans l'épaisseur, le maillage est effectué avec 2 éléments. Les conditions aux limites imposées sont un déplacement  $U_1$  et une rotation  $UR_3$  nuls sur le bord du flan dans l'axe de symétrie de l'embouti. Ainsi, seul un déplacement suivant  $U_2$  (axe de descente du poinçon) est permis.

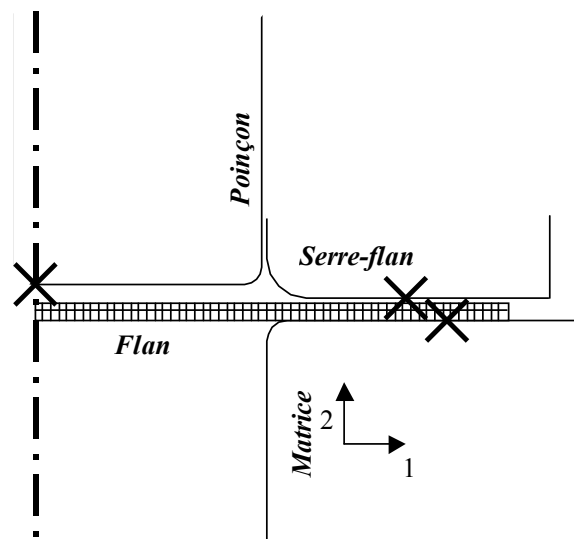


Figure V-7 : Simulation axisymétrique de l'emboutissage cylindrique avec Abaqus

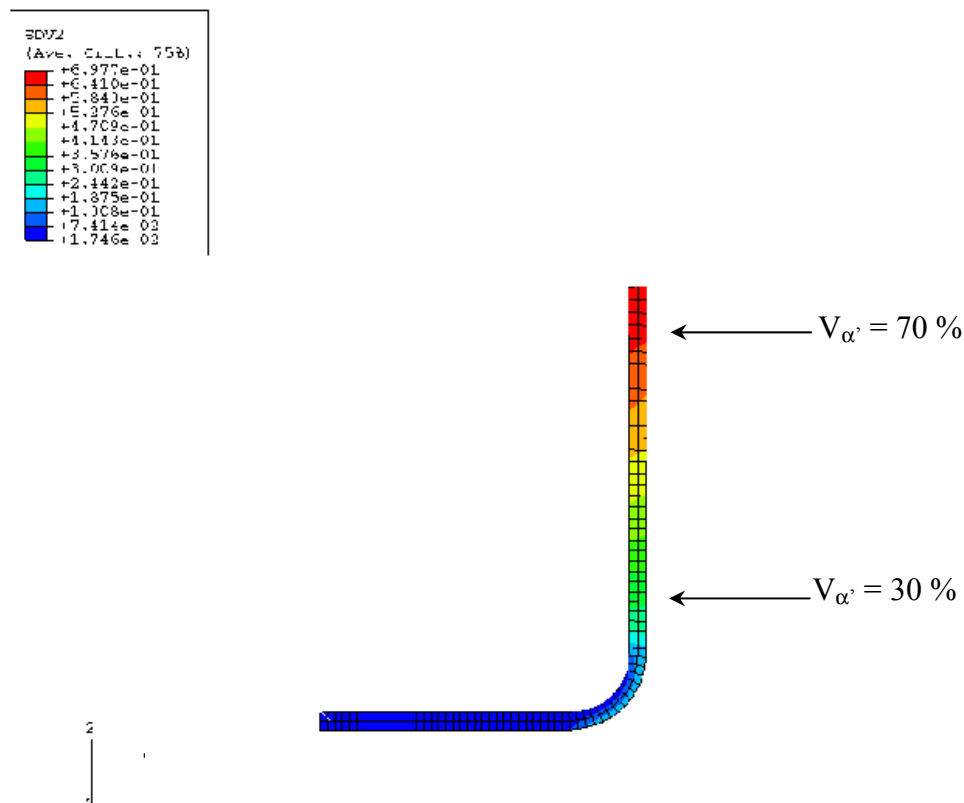
## V-4-2 Analyse des résultats et discussion

### V-4-2-1 Résultats du modèle phénoménologique

Les figures V-8 et V-9 montrent respectivement la répartition de la fraction volumique (SDV2) et la composante de la contrainte  $S_{33}$  (contrainte tangentielle) pour le rapport d'emboutissage  $DR = 2,00$ . La loi de comportement du matériau utilisée dans ce cas est celle du modèle. On remarque sur la figure V-8 qu'on forme moins de martensite dans le fond du

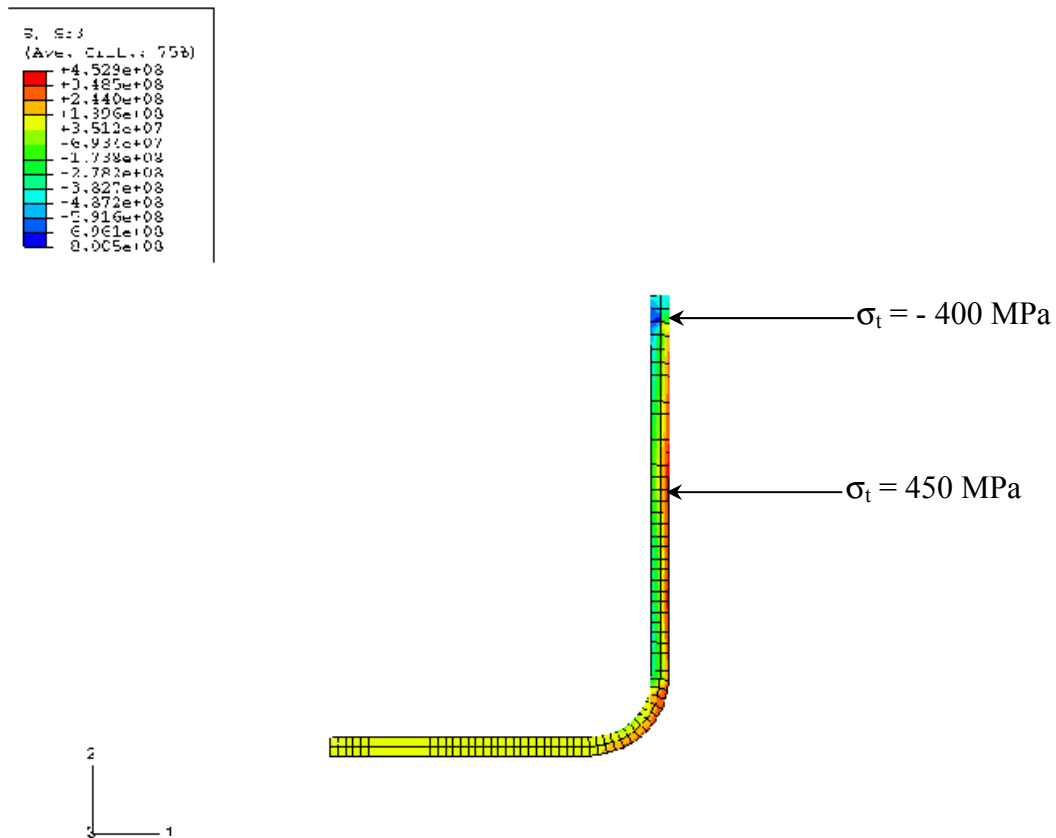
godet et que la fraction de martensite dans la jupe augmente de bas en haut de la jupe. Le profil de l'évolution de la martensite le long de la jupe est en bonne concordance avec le profil obtenu par expérience DRX. Cependant, les valeurs des fractions de martensite formée obtenues sont complètement différentes. En effet la valeur maximale de la fraction martensitique mesurée par DRX est de 90% pour DR = 2,00 alors que le modèle prédit une valeur  $V_{\max} = 70\%$ .

Concernant la distribution des contraintes à travers l'épaisseur, on trouve par la simulation que les contraintes tangentielles sur la face extérieure de la jupe sont positives et à l'inverse, elles sont négatives sur la face intérieure. L'analyse des contraintes résiduelles macroscopiques et dans la martensite, effectuée par DRX a montré le même profil. Schuler et al. [V-12] ont déterminé le profil des contraintes résiduelles tangentielles et axiales après emboutissage d'une tôle d'acier au carbone. Ils ont noté la présence de contraintes résiduelles de traction sur la face externe du godet et des contraintes résiduelles de compression sur la face interne du godet.



**Figure V-8 : Evolution de la fraction de martensite dans le godet DR = 2,00 (modèle phénoménologique)**



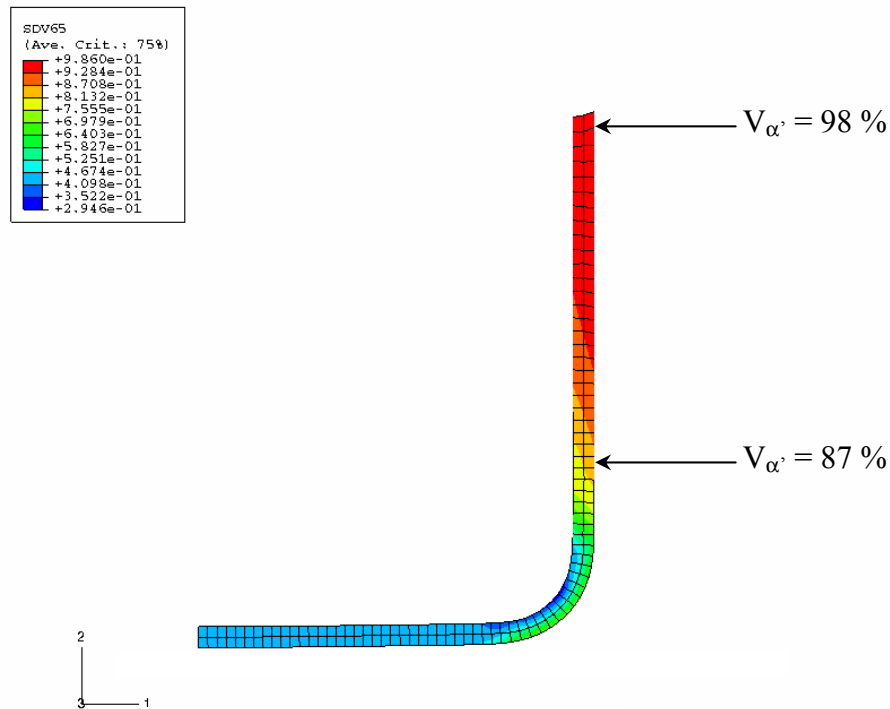


**Figure V-9 : Isovaleurs de contraintes tangentielles dans le godet DR = 2,00 (modèle phénoménologique)**

Le profil de contraintes résiduelles obtenu par simulation montre aussi que sur la face externe, les contraintes résiduelles sont maximales à la mi-hauteur de la jupe. Cependant, et en haut de la jupe on note que la valeur de la contrainte sur les deux faces (externe et interne) est négative. Ce résultat ne correspond pas aux résultats déterminés par DRX ou par la méthode de séparation qui donnent une valeur de contrainte positive sur la face externe. De plus, les valeurs de contraintes obtenues par le calcul sont très inférieures à celles obtenues par la technique de séparation. La valeur maximale donnée par le calcul est d'environ 450 MPa et pour la même position dans la jupe (mi-hauteur), la valeur de contrainte déterminée expérimentalement dépasse 800 MPa.

#### V-4-2-2 Résultats du modèle semi-phénoménologique (Kubler)

Les figures V-10 et V-11 montrent respectivement la répartition de la fraction volumique (SDV65) et la composante tangentielle de la contrainte  $S_{33}$  pour le rapport d'emboutissage  $DR = 2,00$  en utilisant la loi de comportement du matériau du modèle semi-phénoménologique.



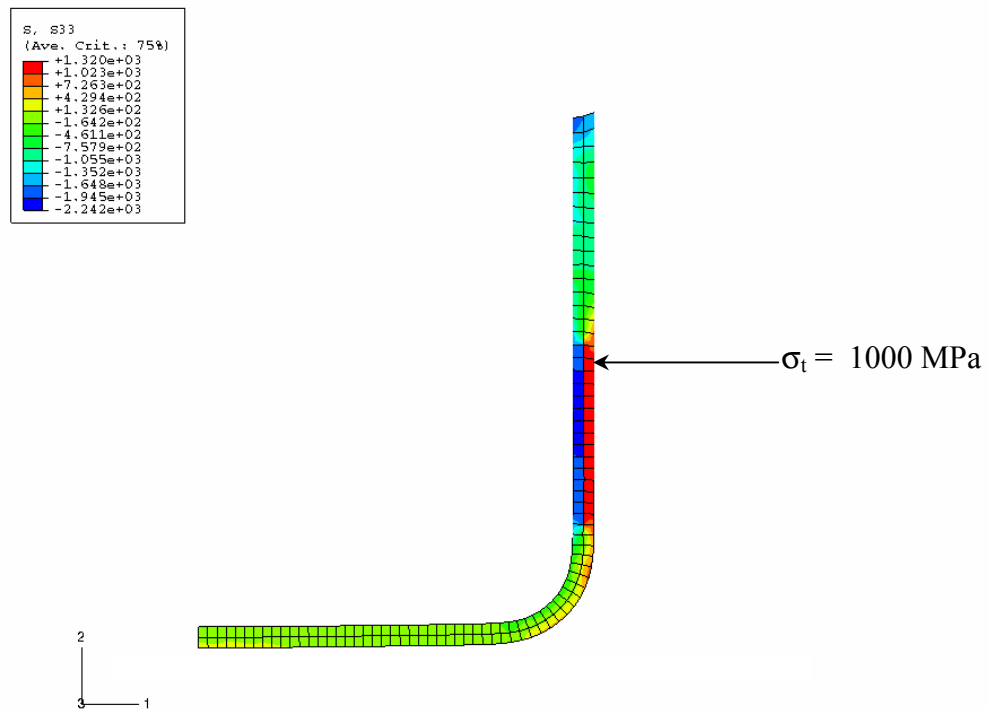
**Figure V-10 : Evolution de la fraction de martensite dans le godet  $DR=2,00$  (modèle semi-phénoménologique)**

On note sur la figure V-10 que l'évolution de la fraction de martensite dans le godet correspond à celle déterminée par DRX. La fraction maximale est localisée en haut du godet et est d'environ 98%. L'endroit où on forme le moins de martensite est le fond du godet avec des valeurs inférieures à 30%. Les fractions de martensite obtenues dans ce cas sont supérieures à celles obtenues avec le modèle phénoménologique et s'approchent plus des valeurs expérimentales : la fraction de martensite maximale déterminée par DRX est de 91%.

Le modèle semi-phénoménologique surestime donc légèrement les fractions de martensite formée dans le cas d'un emboutissage profond mais il est plus précis que le modèle phénoménologique.

La figure V-11 présente l'évolution de la composante tangentielle de la contrainte dans l'embouti. Il est à noter que les contraintes sur la face externe sont positives alors que sur la

face interne, ce sont des contraintes de compression. Ce résultat est en bonne concordance avec les résultats expérimentaux. La contrainte maximale se situe aussi à la mi-hauteur de la jupe. Cependant, les valeurs de contraintes données par le modèle sont surestimées par rapport à celles déterminées expérimentalement. La contrainte maximale donnée par le modèle dépasse 1300 MPa alors que celle déterminée expérimentalement est de 850 MPa.



**Figure V-11 : Profil de contraintes tangentielles dans le godet DR=2,00 (modèle semi-phénoménologique)**

### V-4-2-3 Comparaison

En utilisant les deux modèles, nous avons réussi à calculer les fractions de martensite ainsi que les états de contraintes tangentielles dans un godet. Les résultats obtenus et comparés avec les résultats expérimentaux montrent que le modèle semi-phénoménologique est plus adapté pour la détermination des fractions de martensite formée.

Les valeurs obtenues sont surestimées par rapport à celles déterminées expérimentalement mais sont beaucoup plus proches en comparaison avec les résultats obtenus avec le modèle phénoménologique. Ceci montre que pour décrire le comportement d'un acier austénitique instable, on ne peut pas utiliser une approche trop simplifiée basée sur

des résultats empiriques et que la description et la prise en compte des phénomènes physiques accompagnant la transformation martensitique sont nécessaires.

Dans le modèle phénoménologique, seule la déformation équivalente est prise en compte. Ceci a l'avantage d'être facilement intégrable dans un code de calcul, par contre c'est assez réducteur. Le modèle peut être amélioré en prenant en compte l'état de contrainte et/ou déformation dans la phase austénitique en s'appuyant sur les nombreux travaux existants [V-13], [V-14], et [V-15].

On retiendra les études de Lebedev et al. [V-15] qui ont montré un lien simple entre la transformation martensitique et deux variables représentatives de l'état de contrainte : les paramètres de « Lode Nadai »  $\mu_\sigma$  et de triaxialité  $K_\sigma$  définis comme suit :

$$\mu_\sigma = (2\sigma_2 - \sigma_1 - \sigma_3) / (\sigma_1 - \sigma_3) \quad \text{et} \quad K_\sigma = -\sigma_{eq} / P$$

$\sigma_{1,2 \text{ ou } 3}$  : contraintes principales

$\sigma_{eq}$  : contrainte équivalente

P : pression hydrostatique

Gallé [V-16] a montré que le seuil de transformation martensitique est fonction du taux de triaxialité des contraintes.

Dans le modèle semi-phénoménologique, l'état de contraintes dans l'austénite est bien pris en compte puisque l'évolution de la cinétique de transformation s'écrit sous la forme :

$$df = (1 - f)(L : d\bar{\sigma}^A - M.dT) \quad (\text{V-26})$$

où la progression de la transformation martensitique est contrôlée par l'incrément de contrainte et le changement de température dans l'austénite. Les résultats obtenus à l'aide des deux modèles et comparés aux résultats expérimentaux mettent donc bien en évidence l'importance de la prise en compte de l'état de contrainte dans la phase austénitique.

## V-5 Conclusion

Dans cette partie, le travail a porté sur la comparaison de deux modèles de transformation martensitiques dans les aciers austénitiques. Ces modèles ont été implémentés dans le code de calcul Abaqus, et le temps de calcul d'une opération d'emboutissage en utilisant les deux modèles sont du même ordre. Nous avons montré que le modèle phénoménologique qui se base sur un modèle de transformation empirique pouvait être utilisé pour simuler des trajets de chargements simples tel qu'un essai de traction, mais montrait ses limites pour des trajets complexes. En effet, les fractions de martensite calculées lors d'un essai d'emboutissage profond d'un godet cylindrique sont largement inférieures à celles déterminées expérimentalement par diffraction des rayons X.

Le modèle semi-phénoménologique qui prend en compte les mécanismes physiques ayant lieu dans chaque phase et qui sont décrits par des relations phénoménologiques, est plus complet et donne des résultats plus proches des résultats expérimentaux. D'une part, la simulation d'un essai de traction a montré que la contrainte dans la martensite est au-dessus de la contrainte appliquée et que celle-ci est au dessus de la contrainte dans l'austénite ; le même comportement a été observé lors de la détermination des états de contraintes par DRX. De plus, les fractions de martensite formée calculées à l'aide de ce modèle sont proches de celles obtenues expérimentalement.

D'autre part, la simulation de l'emboutissage profond d'un godet cylindrique a montré que le modèle semi-phénoménologique est applicable même pour trajets de chargement complexes. En effet, l'évolution de la fraction de martensite à travers la jupe du godet, est la même que celle déterminée par DRX et les valeurs de fractions de martensite sont proches, un écart maximal de 7% a été noté, tandis que les résultats obtenus par le modèle phénoménologique montraient un écart de valeurs de fractions de martensite formée qui dépasse 30%. Par contre les valeurs de contrainte prédites par le modèle semi phénoménologiques sont surestimées. De ce point de vue, plusieurs points sont à développer, notamment l'intégration d'une loi de frottement mieux adaptée, et la prise en compte des phénomènes de retour élastique qui ont une influence directe sur l'état de contraintes de l'embouti final.

Pour décrire le comportement d'un acier austénitique instable et prédire la répartition de la fraction volumique de martensite formée dans une pièce, la description et la prise en

compte des phénomènes physiques accompagnant la transformation martensitique est nécessaire.

De plus, le modèle semi-phénoménologique peut être couplé à l'étude d'autres problèmes industriels, et plus particulièrement la rupture différée dans les aciers instables. On pourra améliorer la prédiction des états de contraintes dans chaque phase et associer ce modèle à des lois physiques prenant en compte de la présence de l'hydrogène, il est alors possible de s'intéresser à un critère de rupture qui prendrait en compte la fraction de martensite formée, l'état de contraintes intraphase et la distribution et le piégeage de l'hydrogène dans les deux phases.

## V-6 Références

- [V-1] : H. Bargui, H. Sidhom, Z. Tourki, « **Martensite induite/ Incidence sur le comportement en écoulement et sur la limite de formage de l'acier inox austénitique AISI 304** », Matériaux et Techniques, Vol 11-12, (2000), pp. 31-41.
- [V-2] : O. Matsumura, Y. Sakuma, J. Zhao, « **effect of retained austenite on formability of high strength sheet steels** », ISIJ International, 32, (1992), pp. 1110-1116.
- [V-3] : L. Dai, Y. Yang, R. Chen, « **Deformation behavior of Fe-Mn-Cr-N austenitic steel**», Materials Characterization, Vol 42, (1999), pp.21-26.
- [V-4] : M. Botshekan, « **Comportement mécanique et stabilité microstructurale d'un acier inoxydable austénitique type AISI 316LN sous forte plasticité monotone et cyclique à 77K et 300K** », Thèse de doctorat, Ecole centrale de Lille, (1997).
- [V-5] : G.B Olson, M. Cohen, « **Stress-Assisted Isothermal Martensitic Transformation: Application to TRIP steels** », Metallurgical Transaction, 13A, (1982), pp. 1907.
- [V-6] : R.G Stringfellow, D.M. Parks, G.B. Olson, « **A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformations in metastable austenitic steels** » Acta Metallurgica and Materialia, Vol 40, (1992), pp. 1703-1716.
- [V-7] : K. Tanaka, Y. Sato, « **A mechanical view of transformation-induced plasticity** », Ing. Archiv, Vol 55, (1985), pp. 147-155.
- [V-8] : Fiche technique Ugine & Alz « **aciers austénitiques instables 301**».
- [V-9] : R. Kubler, « **Comportement thermomécanique des aciers à effet TRIP : Approches micromécaniques et phénoménologiques, applications à a mise en forme** »,Thèse de Doctorat, ENSAM de Metz, (2004).

- [V-10] : J.M. Diani, M. Berveiller, H. Sabar, « **Micromechanical modelling of the transformation induced plasticity in steels** », Internation Journal of Engineering and Science, Vol 33, (1995), pp-1921.
- [V-11] : J.C. Videau, G. Cailletaud, A. Pineau, Journal de physique IV, Vol.6, (1996), pp.465-474.
- [V-12] : W. Schuler, H. Walter, Eigenspannungen, Ed. DGM (Oberusel), (1983), pp. 69-75.
- [V-13] : Q. Fournémont, « **The micromechanics of TRIP-assisted Multiphase steels** », Thèse de doctorat, Université Catholique de Louvain Belgique, (2003).
- [V-14] : F.D. Fischer, « **Modelling and simulation of transformation induced plasticity in elastoplastic materials. In mechanics of solids with phase changes** », Eds Wien New York Springer, (1997), Vol 368, pp. 189-237.
- [V-15] : A.A. Lebedev, V. Kosarchuk, « **Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels** », International Journal of Plasticity, Vol. 16, (1999), pp.749-767.
- [V-16] : S. Gallee, « **Caractérisation expérimentale et simulation numérique des procédés d'emboutissage profond : application aux aciers inoxydables** ». Thèse de Doctorat, Université de Bretagne Sud, (2005).



## Conclusion générale

Dans ce mémoire, le travail a porté sur l'étude du comportement et du phénomène de rupture différée dans les aciers austénitiques instables. L'étude bibliographique présentée dans le chapitre I, nous a permis d'identifier les différents facteurs responsables de ce phénomène. Les plus importants sont la transformation martensitique, la présence de contraintes résiduelles dans les pièces formées et la fragilisation par l'hydrogène. Ces facteurs sont interdépendants, ce qui rend l'étude complexe. De ce fait, nous avons simplifié les démarches en commençant par caractériser la transformation martensitique ainsi que le comportement mécanique de l'acier de l'étude sous chargement uniaxial (traction monotone) sans prendre en compte l'effet de l'hydrogène.

La transformation martensitique dans l'acier 301LN a lieu suivant le mécanisme  $\gamma \rightarrow \alpha'$  où les sites de germination de la martensite  $\alpha'$ , dans ce cas, sont les macles et/ou les fautes d'empilement induits par la déformation. Aucune trace de la martensite  $\epsilon$  n'a été détectée dans l'alliage étudié.

L'étude de l'évolution de la texture cristallographique réalisée par DRX a montré qu'au cours de la déformation, la texture de l'austénite se renforce et la martensite apparaît texturée. En effet, les grains austénitiques ayant une direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  proche de la direction de sollicitation ne se transforment presque pas tandis que les grains ayant une direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  proche de la direction de sollicitation se transforment presque entièrement.

La cinétique de transformation martensitique dans l'acier 301LN après des essais de traction sous différentes conditions suit une loi de type Olson et Cohen. La fraction de martensite formée est plus grande pour les basses températures, et aussi pour les faibles vitesses de déformation.

La diffraction des rayons X nous a aussi permis de faire une analyse de contraintes résiduelles dans la martensite et dans l'austénite. Combinée à une machine de traction in-situ, il a été possible d'étudier l'évolution des contraintes internes au cours d'un chargement de traction uniaxiale. Nous avons montré que dans la phase la plus dure (martensite), la contrainte est au-dessus de la contrainte appliquée et que, inversement, la contrainte dans l'austénite est inférieure à la contrainte appliquée. Ce résultat est confirmé par l'analyse des

contraintes résiduelles après décharge où la martensite se trouve dans un état de traction suivant la direction de sollicitation alors que l'austénite est dans un état de compression.

Les essais d'emboutissage réalisés sous différentes conditions, ont été effectués dans le but d'étudier la sensibilité de l'acier 301LN à la rupture différée. Nous avons montré que la composition chimique de l'acier, une pré-déformation, ainsi la température ont une grande influence sur l'apparition de la rupture différée.

Les faciès de rupture des godets présentant des fissures ont été étudiés. Nous avons observé dans tous les cas, un changement dans le mode de rupture. En effet, de la face externe jusqu'à une certaine profondeur (300 $\mu$ m à 400  $\mu$ m), le faciès de rupture est de type inter et transgranulaire, ensuite le faciès devient principalement ductile à mi-épaisseur en passant par une zone mixte. Ce changement de mode de rupture à travers l'épaisseur correspond à une variation de l'état de contraintes dans la martensite ainsi qu'à une variation de la fraction de martensite formée à travers l'épaisseur. En effet, la zone où le faciès de rupture est de type inter- et transgranulaire correspond à la zone où les contraintes tangentielles dans la martensite augmentent de 400 MPa à 700 MPa. A l'inverse, la fraction de martensite diminue. Dans la zone où le faciès de rupture est principalement ductile, les contraintes tangentielles dans la martensite diminuent et deviennent même des contraintes de compression.

De plus, la caractérisation de la transformation martensitique dans les godets nous a permis d'établir un lien direct entre l'état de contraintes et l'évolution de la fraction martensitique dans les godets, avec l'apparition de la rupture différée. Nous avons montré que l'état de contraintes tangentielles dans la martensite ainsi que les fractions de martensite formées dans les deux godets DR = 1,89 et DR = 2,00 sont très différents. Les contraintes tangentielles dans la martensite sont positives et sont plus élevées dans le godet DR = 2, 00 que dans le godet DR = 1,89. De même, pour les fractions volumiques de martensite formée, dans le godet DR = 2,00, la fraction de martensite formée atteint 90% alors qu'elle n'est que de 60% dans le godet DR = 1,89. En revanche, les contraintes axiales dans la martensite dans les deux godets sont presque similaires. Elles semblent cependant favoriser la propagation des fissures le long de la jupe puisque ces contraintes sont positives et augmentent le long de la jupe.

Ces résultats montrent que dans le cas d'un acier inoxydable instable, les zones où la rupture différée a lieu possèdent nécessairement un état de contrainte dans la martensite et une fraction de martensite élevés. Ces fissures se propagent aux niveaux des joints de grains et des interfaces austénite/martensite, zones où l'hydrogène se localise préférentiellement. Le

caractère différé de la rupture semble être lié à la diffusion de l'hydrogène de la phase austénitique vers la phase martensitique à cause notamment de la différence de solubilité et de l'état de contraintes dans les deux phases. En effet, la solubilité de l'hydrogène est plus grande dans la martensite et elle augmente en présence d'une contrainte de traction.

Ces résultats semblent donc être encourageants et ouvrent plusieurs perspectives pour une meilleure compréhension du phénomène de rupture différée dans les aciers inoxydables austénitiques instables.

Il est judicieux de s'intéresser à l'état de contraintes à une échelle plus fine que celle des phases. Pourquoi les fissures suivent des chemins préférentiels et quel est l'état de contraintes intraphase à l'intérieur d'un même grain ainsi qu'aux interfaces austénite/martensite ? L'intérêt de cette étude semble évident dans la compréhension du phénomène de rupture différée. La microdiffraction Kossel qui est une technique d'analyse de contraintes à l'échelle du grain, développée au sein du LPMM peut apporter des réponses à ce type de problématiques. Des résultats très encourageants ont été obtenus par cette technique sur des alliages à mémoire de forme et nous pouvons espérer obtenir de tels résultats sur des aciers inoxydables austénitiques instables.

D'autre part, nous avons essayé au cours de cette thèse de provoquer le phénomène de rupture différée à l'échelle du laboratoire par la combinaison de plusieurs trajets de déformation sur une éprouvette de traction (traction + laminage + torsion), ces essais n'ont pas été concluants à cause de la différence des trajets de déformations entre ces essais et l'essai d'emboutissage qui conduisent à des fractions de martensite formée et des niveaux de contraintes différents. Nous pouvons alors espérer, provoquer la rupture différée sur des godets emboutis en in-situ dans une presse d'emboutissage qui a la particularité de pouvoir être montée dans un MEB et en DRX. Cette presse fait l'objet de la thèse de N. Bonnet au LPMM. Ce montage nous permettra de suivre l'évolution des fissures ou encore d'étudier l'évolution de l'état de contraintes avant, pendant et après l'apparition des fissures, étude que nous n'avons pas pu mener à cause de la rapidité avec laquelle sont apparues les fissures après emboutissage.

Il est aussi important d'étudier l'influence de la complexité des modes de déformations sur la rupture différée et particulièrement l'effet de la variation de l'épaisseur dans l'embouti (surépaisseur en haut du godet). Pour cela, nous pourrions utiliser une technique de mesures champs de déformation développée au LPMM.

De plus, les résultats que nous avons obtenus jusqu'à présent et ceux que nous espérons obtenir dans un avenir proche à l'aide de ces différentes techniques, pourront être

utilisés afin d'enrichir le modèle de comportement des aciers inoxydables instables développé par R. Kubler qui a pour le moment donné des résultats satisfaisants dans la prédiction de fractions de martensite formée et de l'état des contraintes dans les phases après essai de traction et emboutissage. Ce modèle pourra par ailleurs être amélioré en lui associant des lois physiques prenant en compte la présence de l'hydrogène.

Enfin, nous pouvons espérer qu'avec ces différentes contributions, il nous sera possible de prédire avec plus de précision l'apparition de la rupture différée dans les aciers austénitiques instables.

# TRANSFORMATION MARTENSITIQUE ET RUPTURE DIFFEREE DANS L'ACIER AUSTENITIQUE INSTABLE 301LN.

**RESUME :** Dans un contexte de réduction de masse dans l'industrie automobile, les aciers austénitiques instables, grâce à l'excellent compromis de ductilité-résistance qu'ils présentent, peuvent apporter des solutions en termes d'allègement et de sécurité. Cependant, et sous certaines conditions de mise en forme, ces aciers peuvent présenter des problèmes de rupture différée. L'objectif de cette thèse est l'étude du phénomène de rupture différée associée à la transformation martensitique dans l'acier austénitique instable 301LN. Pour cela, nous avons divisé notre travail en deux grandes parties :

**Comportement thermomécanique :** cette partie porte sur la caractérisation de la transformation martensitique après des essais de traction uniaxiale sous différentes conditions en température et en vitesse de déformation. La distribution des contraintes entre phases, la cinétique de transformation et l'évolution de la texture cristallographique sont suivies lors d'essais post mortem et in situ en diffraction des rayons X (DRX).

**Analyse multi-échelles de la rupture différée :** l'observation et l'étude de la rupture différée sont réalisées sur des emboutis cylindriques à fond plat. L'identification des éléments microstructuraux à l'origine des fissures a été réalisée par observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB) des zones de rupture. La distribution des contraintes résiduelles macroscopiques et dans chaque phase, a été déterminée et associée à l'évolution de la fraction volumique de martensite pour différentes conditions d'emboutissage. Des simulations numériques d'opération d'emboutissage, par implémentation dans le code de calcul éléments finis Abaqus®, de deux modèles de transformation martensitique dans les aciers austénitiques instables ont été effectuées et les résultats sont comparés avec les résultats expérimentaux. Nous établissons un lien direct entre l'apparition de la rupture différée, l'état de contrainte dans la martensite, et les fractions de martensite formée dans les godets emboutis.

**Mots-clés:** *aciers inoxydables austénitiques, transformation martensitique, rupture différée, état de contraintes résiduelles, diffraction des rayons X*

# MARTENSITIC TRANSFORMATION AND DELAYED CRACKING PHENOMENON IN THE 301LN UNSTABLE AUSTENITIC STEEL.

**ABSTRACT :** The automotive industry requires increasingly steels with good combination of high strength and good formability. Unstable austenitic stainless steels combine these properties, making them very attractive. However, under specific conditions in the field of drawing, delayed cracking phenomenon can appear in this kind of steels. The aim of this work is the study of the delayed cracking phenomenon related to the martensitic transformation in the 301LN unstable austenitic stainless steel. For that, we divided this work into two parts:

**Thermomechanical Behaviour :** This part deals with the characterization of martensitic transformation after uniaxial loading under different of temperature and strain rate conditions. The stress distribution between the phases, the martensitic transformation kinetics, and the evolution of crystallographic texture are determined by X Rays Diffraction (XRD) under uniaxial in-situ tensile tests.

**Multi-scales analysis of the delayed cracking phenomenon :** study of the delayed cracking phenomenon are done on deep drawing cups. The identification of microstructural parameters which are responsible of crack initiation is realised by Scanning Electronic Microscopy (SEM). For different conditions of drawing, both, macroscopic residual stress and residual stress distribution between phases are determined and associated to the martensite content in the cups. Numerical simulations of deep drawing process are realised by implementation of two martensitic transformation models in the unstable austenitic steels. Numerical results are compared to our experimental results. We establish a relation between stress state in the martensite, volume fraction of formed martensite, and the delayed cracking phenomenon.

**Keywords:** *austenitic stainless steels, martensitic transformation, delayed cracking, residual stress state, X Rays diffraction*

