Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone

Sophie Lubin

▶ **To cite this version:**

Sophie Lubin. Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009. Français. NNT : 2009ENMP1634 . tel-00422924

HAL Id: tel-00422924

https://pastel.hal.science/tel-00422924

Submitted on 8 Oct 2009

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.

ED n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

T H E S E

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

Spécialité " Sciences et génie des matériaux"

présentée et soutenue publiquement par
Sophie LUBIN

le 17 juin 2009

ETUDE DES MECANISMES DE LA TRANSFORMATION DE PHASE BAINITIQUE DANS LES ACIERS BAS CARBONE

Directrices de thèse : Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon
Hélène Réglé

Jury

M. Stéphane Godet	Rapporteur
M. Michel Humbert	Rapporteur
M^{me} Brigitte Bacroix	Examinatrice
M^{me} Nathalie Gey	Examinatrice
M. Frank Montheillet	Examinateur

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre du projet ANR MICA qui regroupe 4 laboratoires : le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, le LPMTM de l'Université Paris 13, le PECM de l'Ecole des Mines de Saint Etienne et le GPM2 de l'INPG. L'objectif de ce projet est de développer une méthodologie de création, d'analyse et de modélisation de nouvelles microstructures permettant d'explorer plus à fond les liens entre transformation des matériaux et état microstructural.

Mes travaux de thèse se sont déroulés entre le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris dirigé par Esteban P. Busso et le LPMTM (Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux) de l'Université Paris 13 sous la direction de Patrick Franciosi.

Je souhaite exprimer toute ma gratitude aux membres du jury qui ont consacré de leur temps à cette thèse et plus particulièrement à Stéphane Godet et Michel Humbert pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail ainsi qu'à Brigitte Bacroix pour avoir présidé ce jury.

Je tiens ensuite à remercier Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon et Hélène Réglé pour avoir dirigé cette thèse, pour leur confiance et leurs conseils. Un grand merci à Anne-Françoise pour son encadrement dynamique et sa générosité allant jusqu'à m'accueillir chez elle pour les dernières corrections.

Au cours de ces trois années, j'ai eu la chance de profiter de moyens techniques de grande qualité et de côtoyer des personnes qualifiées qui ont participé aux résultats expérimentaux qui supportent cette thèse. Ainsi, je souhaite remercier :

- Séverine Girard et Christophe Desrayaud du Laboratoire de Traitements Thermomécaniques Claude Rossard de l'Ecole des Mines de Saint Etienne, ainsi qu'à Frank Montheillet du Centre Sciences des Matériaux et des Structures de l'Ecole des Mines de Saint Etienne pour avoir rendu possible la campagne d'essais de torsion,
- Monique Morel et Rémy Chiron du LPMTM pour leur formation à l'EBSD,
- Thierry Chauveau pour les mesures de textures par DRX.

J'adresse tout particulièrement un grand merci à Anne Laurent du Centre des Matériaux pour son aide technique que ce soient à la dilatométrie, au polissage et surtout à la « Gleeble » et pour sa disponibilité et sa gentillesse.

Je tiens également à remercier Brigitte Bacroix pour son aide sur la caractérisation des textures et pour ses remarques pertinentes au cours de ces trois années de thèse.

Je souhaite témoigner toute ma gratitude à l'ensemble des membres de CdM et du LPMTM, à tous ceux qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail, à ceux que j'ai côtoyé pendant ces trois années. Un grand merci à tous les thésards et permanents que j'ai croisés au cours de mes travaux de thèse.

Et enfin je remercie chaleureusement François, ma famille et mes amis pour leur présence, leur soutien et leurs encouragements. Grâce à toutes ces personnes, ces années de thèse resteront toujours associées à une période très agréable et enrichissante de ma vie.

RESUME

Ce travail de thèse vise à améliorer la compréhension et la modélisation des mécanismes de transformation de phase d'austénite en bainite dans un acier bas carbone faiblement allié, et en particulier d'étudier une éventuelle sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale ou des microtextures.

Une campagne d'essais de torsion a permis de déterminer des lois de comportement des phases austénitique et bainitique à une température la plus proche possible de la température de début de transformation de phase afin d'améliorer un modèle existant de sélection de variants. Elle a également permis d'obtenir des échantillons présentant différents états microstructuraux de l'austénite (non déformée, déformée, déformée puis recristallisée) avant transformation.

Puis une campagne d'essais visant à obtenir une transformation bainitique isotherme a été réalisée afin de pouvoir étudier l'influence de la température de transformation et de la taille de grain austénitique sur la sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale. L'étude des microtextures a été réalisée grâce à la technique EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés) qui nous a permis de confirmer la présence d'une répartition non aléatoire des variants voisins au sein d'un ancien grain austénitique, visible sur les courbes de répartition des seuls angles de désorientation mais également sur les histogrammes de répartition des couples axe/angle minimal de désorientation. Par ailleurs, nous avons également étudié les regroupements de 2 variants et plus présents au sein des anciens grains austénitiques qui montrent des divergences entre les microstructures formées à « haute » ou à « basse » température.

Le modèle micromécanique de sélection de variants porte sur un critère d'auto-accommodation de la déformation de transformation entre certains variants privilégiés, afin de réduire l'énergie globale du système composé de l'austénite et d'un certain nombre (au moins deux) de variants de bainite. Les déformations de transformation associées aux différents variants sont déterminées à l'aide de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMC). Puis les interactions entre les différents variants sont obtenues en résolvant un problème d'inclusions d'Eshelby. Une étude paramétrique du modèle a montré l'influence déterminante de l'un des paramètres de la PTMC par rapport aux autres. La confrontation des résultats expérimentaux avec ceux du modèle induit une meilleure compréhension des microstructures de martensite et de bainite formées à « basse » température par le critère d'auto-accommodation des déformations de transformation des variants de phase fille que pour les microstructures bainitiques formées à « haute » température, et en particulier de leur forte proportion de joints faiblement désorientés.

Mots-clefs : Transformation de phase, sélection des désorientations entre variants, acier, bainite, EBSD, modèle micromécanique

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION 11

CHAPITRE I : Etude bibliographique 13

I.1. Les transformations de phase dans les aciers 13
I.1.1. Transformations allotropiques dans les aciers bas carbone microalliés 13
I.1.2. Types de transformations de la phase austénitique au refroidissement 14

I.2. Les relations d'orientation 21
I.2.1. La déformation de Bain 21
I.2.2. Relations d'orientation classiques 22
I.2.3. La relation d'orientation est-elle unique dans un matériau donné ? 24
I.2.4. Retrouver l'orientation d'un grain austénitique connaissant ses joints de grains 25
I.2.5. Retrouver les grains anciens austénitiques sur une cartographie EBSD 27

I.3. Microstructure et cristallographie de la bainite 31
I.3.1. Caractéristiques et classifications des microstructures bainitiques 31
I.3.2. La controverse sur les mécanismes de la transformation bainitique 34
I.3.3. Morphologie de la ferrite bainitique 34
I.3.4. Cristallographie 35
I.3.5. Déformation de transformation 37

I.4. Théorie phénoménologique de la transformation martensitique ou PTMC ..39

I.5. Critères des modèles de sélection de variants liés à une détermination des textures à l'échelle globale (macroscopique) 41

I.6. Sélection de variants à l'échelle locale ou des microtextures 42
I.6.1. Critère de sélection au niveau des joints de grains 43
I.6.2. Regroupement de variants dans les microstructures bainitiques et martensitiques 46
I.6.3. Répartition des angles de désorientation entre variants voisins 52
I.6.4. Critère d'auto-accommodation entre variants 56

I.7. Bilan 59

CHAPITRE II : Campagne de torsion 61

II.1. Objectifs 61

II.2. Matériau de l'étude 62

II.3. Dimensionnement de la campagne 63
II.3.1. Taille de grain austénitique 63
II.3.2. Températures de déformation 64
II.3.3. Déformation maximale imposée 72
II.3.4. Vitesses de déformation 72

II.4. Réalisation de la campagne 73
II.4.1. Machine de torsion 73
II.4.2. Cycles thermomécaniques 75
II.4.3. Récapitulatif des essais de la campagne de torsion 77

II.5. Caractérisations préliminaires des éprouvettes de torsion....78
II.5.1. Métrologie....78
II.5.2. Contrôle de la température....79
II.5.3. Descriptif des échantillons prélevés dans la zone utile....79
II.5.4. Caractérisations effectuées sur les prélèvements de type « rondelle »....80
II.5.5. Caractérisations effectuées sur les prélèvements de type « méplat »....85

II.6. Méthode d'obtention des courbes contrainte/déformation....89

II.7. Rhéologie des phases austénitiques et bainitiques....91
II.7.1. Courbes contrainte/déformation obtenues lors de la déformation dans le domaine bainitique....91
II.7.2. Courbes contrainte/déformation obtenues lors de la déformation dans le domaine austénitique....92

II.8. Lois de comportement....93
II.8.1. Situation du modèle micromécanique de sélection de variants antérieurement à notre étude (chapitre IV)....93
II.8.2. Nouvelles lois de comportement....94
II.8.3. Sélection du modèle à utiliser pour notre étude....95

II.9. Conclusions....98

Chapitre III : Etude expérimentale de la sélection des désorientations entre variants....100

III.1. Motifs et objectifs de l'étude sur la sélection des désorientations entre variants à l'échelle des microtextures....100

III.2. Caractérisation des microtextures cristallographiques par analyse EBSD....101
III.2.1. Principe de la mesure....101
III.2.2. Conditions expérimentales....101
III.2.3. Traitement des données....102

III.3. Caractéristiques des échantillons étudiés....103
III.3.1. Echantillons issus de la campagne de torsion....103
III.3.2. Transformation bainitique isotherme....105

III.4. Méthodes de dépouillement des cartographies EBSD....112
III.4.1. Traitement des cartographies des microstructures bainitiques....113
III.4.2. Traitement des cartographies des microstructures ferrito-bainitiques....118

III.5. Répartition des angles de désorientation....124
III.5.1. Influence de la microstructure austénitique....124
III.5.2. Echantillons obtenus après transformation bainitique isotherme....132

III.6. Etude des couples Axe/Angle de désorientation entre variants bainitiques....137
III.6.1. Méthodologie....137
III.6.2. Répartition des couples axe/angle de désorientation selon la relation de Kelly....141
III.6.3. Discussion sur les répartitions : angle et axe+angle....150
III.6.4. Comparaison des résultats obtenus avec la relation de Kelly et avec les relations d'orientation classiques de KS et NW....154

III.7. Etude d'un échantillon de martensite....156
III.7.1. Méthode de caractérisation des cartographies EBSD....156
III.7.2. Répartition des angles de désorientation....156
III.7.3. Répartition des couples axe/angle de désorientation selon la relation de Kelly....157

III.8. Etude des regroupements de variants 158
III.8.1. Méthodologie 159
III.8.2. Regroupements possibles avec une nomenclature liée à la relation de Kelly 160
III.8.3. Choix des échantillons 163
III.8.4. Microstructures bainitiques « haute » température 163
III.8.5. Microstructures « basse » température 166

III.9. Conclusion 170

CHAPITRE IV : Modélisation de la sélection de variants 174

IV.1. Présentation du modèle de sélection de variants à l'échelle locale 174

IV.2. Théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMC) appliquée à une microstructure bainitique 175
IV.2.1. Rappels sur la PTMC (§I.4) 175
IV.2.2. Développement du modèle de PTMC à deux cisaillements 176
IV.2.3. Validation du programme PTMC 179

IV.3. Approche auto-cohérente de l'accommodation entre variants 183
IV.3.1. Développement du modèle 183
IV.3.2. Version initiale du modèle de Lambert [LAM01] et Gourgues [GOU03] 185
IV.3.3. Introduction des lois de comportement issues de la campagne de torsion 186
IV.3.4. Version du modèle avec convergence simultanée des phases austénitique et bainitique 196
IV.3.5. Calculs directs utilisant les tenseurs de déformation sans effet micromécanique 198
IV.3.6. Bilan des modèles à deux variants de bainite 199

IV.4. Confrontation du modèle avec les observations expérimentales sur les couples de variants 201
IV.4.1. Comparaison avec la répartition des angles de désorientation 201
IV.4.2. Comparaison avec la répartition des couples axe/angle de désorientation 202

IV.5. Modèle de sélection de variants à plus de deux variants de bainite 205

IV.6. Confrontation du modèle avec les groupements de variants observés expérimentalement 209
IV.6.1. Microstructures formées à « haute » température 209
IV.6.2. Microstructures formées à « basse » température 210

IV.7. Conclusion 210

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 212

ANNEXES 216

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 228

INTRODUCTION

L'amélioration constante des propriétés mécaniques des matériaux comme la tenue à la rupture, la formabilité, couplée à une durabilité accrue, sont des objectifs majeurs pour les industriels de production et de transformation des matériaux. Or ces propriétés mécaniques dans les alliages métalliques sont sensibles à leur état microstructural et en particulier à la texture cristallographique. Ainsi, pour pouvoir contrôler les propriétés finales, il faut préalablement étudier et déterminer les lois régissant les évolutions microstructurales au cours des procédés d'élaboration ou de transformation.

Dans cette étude, nous nous intéressons à des matériaux présentant au moins une transformation de phase à l'état solide lors de leur élaboration, ce qui implique une grande variabilité potentielle de microstructures : à la fois par réglage de la texture et de la microstructure de la phase « haute température » au chauffage et lors des déformations à haute température et par tentative de réglage de la microstructure « basse température » lors de la transformation de phase au refroidissement.

Le but de cette thèse est d'améliorer la compréhension et la modélisation des mécanismes de transformation de phase d'austénite en bainite dans un acier bas carbone faiblement allié, et en particulier d'étudier une éventuelle sélection de cristaux voisins dans la phase fille à l'échelle locale. En effet, lors de la transformation de phase au refroidissement, la structure cristalline de la phase fille est liée à celle de la phase parente par des relations d'orientation spécifiques des différents réseaux cristallins. Or de par la symétrie cubique de la phase mère considérée, il existe plusieurs, en l'occurrence 24, correspondances reliant les réseaux cristallographiques des phases mère et fille qui permettent de définir les variants cristallographiques de la phase produite. Nous nous intéressons ici aux variants formés à l'intérieur d'un ancien grain austénitique, et en particulier à leur répartition les uns par rapport aux autres.

Le premier chapitre rend compte de l'état de l'art par une étude bibliographique. Il présente les principales caractéristiques cristallographiques des microstructures bainitiques et de martensite en lattes, formées dans des aciers bas carbone faiblement alliés. D'autre part, ce chapitre présente l'état de l'art sur l'étude de la sélection de variants à l'échelle des microtextures, c'est-à-dire à l'échelle des anciens grains d'austénite, et montre la présence d'une répartition non aléatoire de variants bainitiques ou martensitiques voisins issus d'un même grain parent. A partir de ces données expérimentales, on discutera de la possibilité d'utiliser la théorie phénoménologique de la transformation martensitique pour déterminer les déformations qui peuvent être associées à la transformation des variants bainitiques, utiles dans le modèle de sélection de variants.

D'où les deux objectifs majeurs de ces travaux de thèse qui visent à mieux comparer expérience et modèle en matière de sélection des désorientations entre variants à l'échelle des microtextures :

- Améliorer les données expérimentales : à la fois avec des échantillons variés (Chapitres II et III) et des méthodes de dépouillement les mieux adaptées possibles au problème posé (Chapitre III)
- Améliorer le modèle : lois de comportement (Chapitre II), étude de sensibilité aux paramètres d'entrée (Chapitre IV).

Une campagne d'essais de torsion à chaud, objet du chapitre II, a été réalisée afin de déterminer les lois de comportement des phases austénitique et bainitique à une température la plus proche possible de celle du début de transformation bainitique afin d'améliorer le modèle micromécanique de sélection de variants, en introduisant en particulier le comportement élasto(visco)plastique de la phase bainitique à chaud. La campagne d'essais de torsion a également permis d'obtenir des échantillons présentant différentes microstructures de l'austénite avant transformation.

Le chapitre III porte sur l'étude expérimentale de la sélection des désorientations entre variants à l'échelle des microtextures, par EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés). L'influence de différents paramètres de la transformation de phase a été étudiée comme :

- La microstructure austénitique avant transformation grâce aux échantillons de la campagne de torsion (austénite déformée, déformée puis recristallisée ou non-déformée)
- La température de transformation bainitique avec des essais isothermes,
- La taille de grains austénitiques.

Ces travaux ont nécessité le développement de méthodologies de dépouillement des cartographies EBSD afin d'étudier la répartition des variants bainitiques au sein des anciens grains austénitiques sous différents aspects : distribution des seuls angles de désorientation, des couples axe/angle ou étude des regroupements de variants au sein d'un ancien grain parent, avec des techniques plus ou moins automatiques.

Le modèle de sélection de variants proposé, décrit dans le chapitre IV, porte sur un critère d'auto-accommodation de la déformation de transformation entre certains variants afin de réduire l'énergie élastique du système global : austénite + bainite. Après la détermination de la déformation de transformation à partir d'une PTMC correspondant au mieux aux microstructures étudiées, les interactions entre variants ont été modélisées à l'aide d'un modèle micromécanique auto-cohérent résolvant un problème d'inclusions d'Eshelby. Une étude paramétrique a été réalisée afin de déterminer l'influence des systèmes de cisaillement de la PTMC, ainsi que celle des paramètres du modèle micromécanique fixés plus ou moins arbitrairement comme la vitesse de déformation de transformation ou le paramètre de forme des variants bainitiques. Pour finir, les résultats du modèle de sélection de variants ont été confrontés aux observations expérimentales afin de déterminer si le critère d'auto-accommodation permet ou non de rendre compte de la répartition des variants bainitiques au sein d'un ancien grain austénitique.

CHAPITRE I : Etude bibliographique

I.1. Les transformations de phase dans les aciers

Les objectifs de cette partie sont :
- de présenter les deux types de transformation de l'austénite au refroidissement : diffusionnel et displacif ou martensitique, en donnant leurs caractéristiques majeures.
- de décrire plus en détail les caractéristiques cristallographiques de la transformation martensitique (déformation de transformation, plan invariant), en s'intéressant en particulier aux microstructures de martensite en lattes développées dans les aciers bas carbone faiblement alliés. Ces caractéristiques seront comparées à celles observées sur les microstructures bainitiques d'aciers de la même famille.

Les données de cette partie sont principalement issues du dossier sur les transformations dans les aciers des Techniques de l'Ingénieur écrit par G. Murry [MUR98] et du livre « Métallurgie du minerai au matériau » de J. Philibert et coll. [PHI98].

I.1.1. Transformations allotropiques dans les aciers bas carbone microalliés

Les aciers microalliés à basse teneur en carbone présentent en quasi-équilibre les mêmes types de transformations allotropiques à partir de l'austénite que le fer pur. En effet, le fer est un élément qui possède plusieurs formes allotropiques, c'est-à-dire que selon les conditions en température et en pression, différentes structures cristallines sont observées. Ainsi à la pression atmosphérique (figure I.1) :
- entre 1538°C et 1394°C d'une part et 912°C et -273°C d'autre part, la structure cristalline du fer pur est cubique centrée (CC), cette structure n'est pas compacte, et la forme cristalline du fer est dite fer δ et fer α respectivement. Dans les aciers, la phase associée est nommée ferrite.
- entre 1394°C et 912°C, la structure cristalline du fer pur est cubique à faces centrées (CFC), cette structure est compacte et cette forme est dite fer γ. La phase associée est nommée austénite dans les aciers.

De plus, l'évolution des paramètres de maille lors des transformations allotropiques engendrent des modifications du volume spécifique du fer : par exemple lors de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$: $\Delta V/V_0$ = -1,02 % à 912°C. Cela permet de pouvoir déterminer les températures de transformation de phase (même hors équilibre) par dilatométrie (chapitre II).

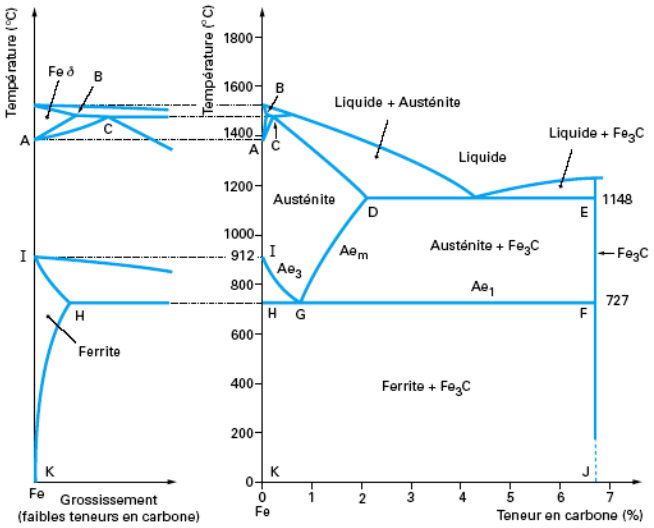


Figure I.1 : Diagramme Fe-Fe$_3$C [MUR98], la ferrite CC est notée δ ou α et l'austénite correspond à la structure CFC notée γ

I.1.2. Types de transformations de la phase austénitique au refroidissement

Dans les aciers, les transformations de phase au refroidissement à partir de la phase austénitique sont de deux types : les transformations diffusionnelles conduisant généralement à la formation de ferrite et de carbures et les transformations displacives ou martensitiques. Le mécanisme physique mis en jeu lors de la formation de ces nouvelles phases dépend de la température à laquelle la transformation est amorcée et celle-ci est fonction de la vitesse de refroidissement : plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la température de transformation est basse.

Par ailleurs, les courbes TTT de la plupart des aciers présentent une large gamme de températures intermédiaires dans laquelle ne se forment ni ferrite (+ perlite) ni martensite. A la place peuvent se former des structures de morphologie aciculaire, communément appelées « bainite » (voir figure I.2), qui seront présentées dans le paragraphe I.3.

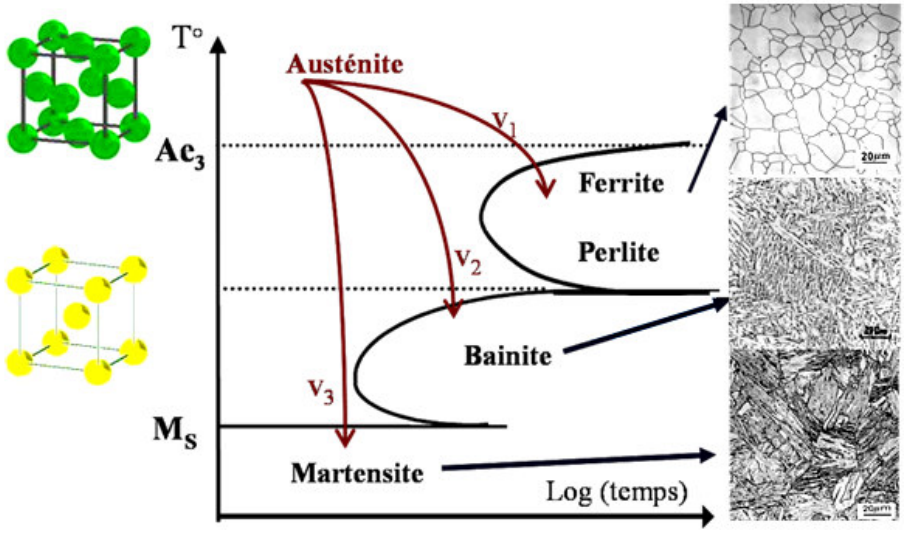


Figure I.2 : Transformations structurales dans les aciers (Schéma d'un diagramme TRC type d'un acier bas carbone avec une courbe en C distincte pour la transformation bainitique)

I.1.2.1. Transformations diffusionnelles

Pour des vitesses de refroidissement relativement basses, la température de transformation de phase est élevée et le refroidissement de l'austénite dans les aciers bas carbone conduit à la formation de ferrite proeutectoïde et de perlite (figure I.3) par une transformation avec diffusion du carbone.

La transformation commence à une température variable selon la teneur en carbone ; elle donne naissance à des grains de ferrite pauvres en carbone. Puis, avec l'abaissement de la température, on assiste :

- à la formation de grains de ferrite un peu plus riches en carbone (teneur maximale 0.02%),
- à un très léger enrichissement par diffusion en carbone des grains de ferrite déjà formés,
- à un enrichissement en carbone de l'austénite non encore transformée.

Ainsi la diffusion de carbone contrôle le grossissement des grains de ferrite.

A 727°C, l'austénite non encore transformée se trouve saturée en carbone et se transforme selon la réaction eutectoïde : $Fe_\gamma \rightarrow Fe_\alpha + Fe_3C$ et donne naissance à l'agrégat eutectoïde constitué de grains intimement mélangés de ferrite et de cémentite, nommé perlite. La transformation eutectoïde commence par la germination de cristaux de cémentite dont la croissance engendre l'appauvrissement en carbone de l'austénite voisine, ce qui permet alors la germination et la croissance de la ferrite. Des colonies de lamelles alternées ferrite/cémentite se développent parallèlement et de concert. L'agrégat eutectoïde est ainsi constitué de lamelles parallèles d'autant plus fines que la température de transformation est basse (transformation hors équilibre). A la fin de la transformation eutectoïde, la microstructure est constituée de ferrite properlitique et de colonies perlitiques. Avec la poursuite du refroidissement, on n'assiste plus qu'à la précipitation, sur les carbures existants et sous forme de cémentite, du carbone en solution dans la ferrite à 727°C.

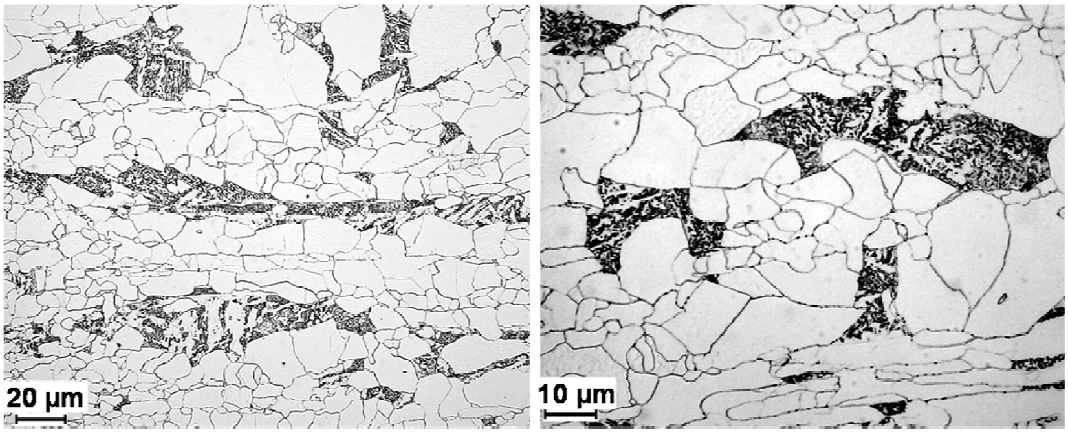


Figure I.3 : Microstructure ferrito-perlitique de l'acier étudié à l'état de réception, avec en blanc les grains de ferrite et en noir la perlite (micrographies optiques après attaque nital 2%)

I.1.2.2. Transformations displacives ou martensitiques

Lorsque la vitesse de refroidissement dépasse une valeur critique, l'austénite se transforme en martensite au-dessous d'une température nommée M_S (pour "*Martensite start*") définie uniquement par la composition chimique et très inférieure à la température d'équilibre entre les phases austénitique et ferritique. La martensite ainsi obtenue par trempe des aciers est *essentiellement* une solution sursaturée de carbone dans le fer α, donc une phase métastable. La transformation martensitique se produit à la faveur d'un mouvement coopératif d'atomes de fer qui, par groupes (ce qui conduit parfois à qualifier cette transformation de « militaire ») passent, par un mécanisme de cisaillement, de leur position dans l'austénite à de nouvelles positions correspondant à une disposition plus stable à basse température. Les atomes de carbone se placent dans la maille de manière ordonnée, provoquant un allongement de celle-ci dans une direction préférentielle, ce qui lui confère une structure quadratique[1] centrée.

Transformation non diffusionnelle

L'abaissement considérable de la température de transformation freine fortement la diffusion du carbone et augmente d'autre part le potentiel chimique de transformation. Ainsi, plusieurs observations constituent la preuve que les transformations martensitiques sont des transformations sans diffusion (figure I.4) :

- la transformation de l'austénite ne provoque que de faibles déplacements des atomes de fer, inférieurs à une distance interatomique,
- dans une grande majorité de cas, la transformation ne progresse qu'avec l'abaissement de la température, ainsi la fraction de martensite formée ne dépend que de la température,
- la composition chimique de la martensite est identique à celle de l'austénite qui lui a donné naissance,

[1] Le rapport des paramètres de maille c/a dépend de la teneur en carbone, pour une faible teneur en carbone la structure cristalline reste proche d'une structure CC.

- la croissance des îlots de martensite se fait très rapidement : à une vitesse voisine de celle du son dans le métal (environ 1000 m/s),
- la transformation progresse par la formation de nouveaux cristallites et non par la croissance de cristallites déjà formés.

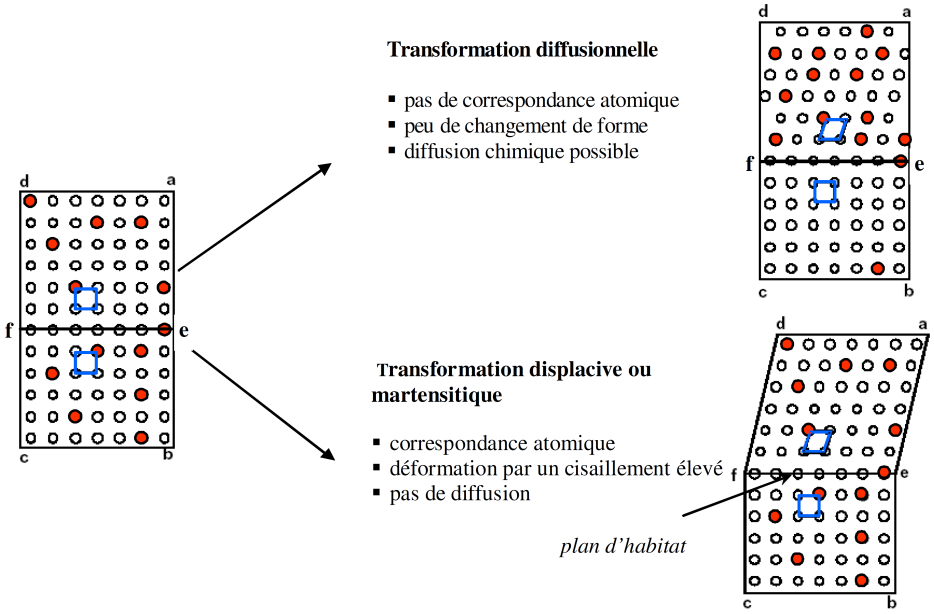


Figure I.4 : Illustration des mécanismes de transformation displacive et diffusionnelle [BHA01]

Morphologie de la martensite

Selon la teneur en carbone de l'acier, la microstructure de la martensite présente des morphologies différentes :

- Dans les aciers contenant moins de 0.4%C en masse, la martensite apparaît sous forme de lattes empilées en paquets.
- Pour les aciers plus chargés en carbone et peu alliés, la martensite apparaît en plaquettes : les premières divisent tout le grain de l'austénite, puis les suivantes le subdivisent progressivement et leur taille diminue simultanément avec le degré d'avancement de la réaction. Les plaquettes contiennent une forte densité de dislocations et des micromacles.
- Pour les aciers chargés en carbone et plus alliés, et plus généralement pour des alliages dont le point M_S est plus bas, les plaquettes prennent une forme lenticulaire marquée, avec des chaînes de plaquettes micromaclées formant soit des zigzag, soit une forme de minces plaquettes, soit encore un faciès dit en papillon.

Ces changements microstructuraux ont été observés par Yaso et coll. [YAS08] dans deux alliages Fe-C-Cr. Selon la température d'austénitisation le taux de carbone en solution solide varie et Yaso et coll. ont ainsi pu constater que la microstructure martensitique changeait de la morphologie en lattes vers la morphologie lenticulaire avec l'augmentation du taux de carbone en solution solide.

Déformation de transformation

La transformation martensitique produit une déformation de transformation. En effet, à l'aplomb de chaque plaquette la surface du métal montre un basculement et toute droite tracée à la surface de l'austénite montre une flexion à la traversée des cristallites de martensite après transformation (figure I.5). La déformation de transformation mesurée est une déformation à plan invariant avec un large cœfficient de cisaillement d'environ 0.22 - 0.25 et une faible dilatation proche de 0.03 dirigée de façon normale au plan invariant. Par ailleurs, la morphologie des cristallites et leur arrangement à l'intérieur des grains sont liés à la minimisation de l'énergie mécanique mise en jeu par les déformations de changement de phase

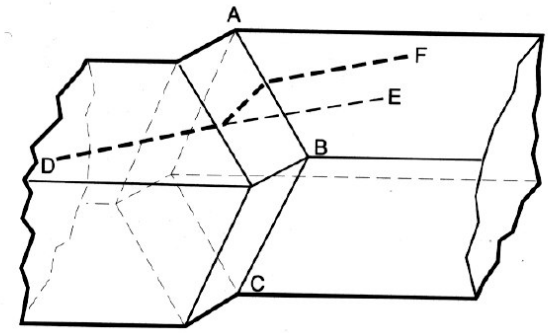


Figure I.5 : Déformation engendrée par un cristallite de martensite. Plan invariant ABC et relief créé sur la surface [PHI98]

Plan d'habitat

L'interface entre l'austénite et la martensite, du point de vue macroscopique, est un plan invariant aussi appelé plan d'habitat ou plan d'accolement. Un plan invariant est caractérisé par deux propriétés de conservation : son orientation n'est pas changée par la transformation, et les positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation (conservation des distances et des angles).

La nature du plan d'habitat provient du mécanisme de la transformation, de l'aptitude des phases parente et fille à une accommodation par glissement ou micromaclage de la déformation de transformation. Ainsi, sa structure dépend de l'optimisation de l'énergie élastique d'interaction entre phase mère et phase fille. Par ailleurs, il est important de noter que les plans d'habitat observés expérimentalement ne correspondent pas aux plans denses impliqués dans les différentes relations d'orientation mentionnées dans le paragraphe I.2. L'orientation de ce plan varie selon la composition chimique et la température de transformation et ce n'est généralement pas un plan d'indices rationnels.

Ainsi l'orientation du plan d'habitat pour une même phase fille mais dans différents aciers présente une importante dispersion comme on peut le constater pour les différentes microstructures martensitiques :

- pour les martensites en plaquettes chargées en carbone et faiblement alliées, le plan d'habitat observé est proche de $\{225\}_\gamma$,
- pour les martensites sous forme de lentilles dans les aciers chargés en carbone et plus alliés, le plan d'habitat observé est proche de $\{259\}_\gamma$,
- le plan d'habitat des martensites en lattes a été déterminé : confondu avec $\{110\}_\alpha$, proche de $\{110\}_\alpha$, $\{331\}_\alpha$, $\{541\}_\alpha$ ou $\{321\}_\alpha$ dans le repère de la martensite et confondu avec $\{111\}_\gamma$, ou proche de $\{111\}_\gamma$, à 4° ou à 9-12° de $\{111\}_\gamma$, proche de $\{557\}_\gamma$, ou $\{223\}_\gamma$ ([KEL90], [KEL92]), ou encore proche de $\{112\}_\gamma$ [KEL65, MOR02], ou de $\{335\}_\gamma$ [LUO06] dans le repère de l'austénite parente.

Concernant le plan d'habitat dans la martensite en lattes, Sandvik et Wayman [SAN83a] ont fait la remarque que les premières méthodes utilisées comme l'analyse de traces uniques étaient peu fiables. Quant à eux, ils ont utilisé deux méthodes distinctes au MET (microscope électronique en transmission) : détermination après inclinaison de la lame mince pour que l'interface soit parallèle au faisceau d'électrons et par analyse de deux traces correspondant à des interfaces entre les phases austénitique et martensitique assimilées au plan d'habitat. Le plan d'habitat ainsi obtenu dans un alliage Fe-20.2Ni-5.6Mn-0.01C est proche de $\{557\}_\gamma$. Ce résultat est cohérent avec d'autres études ayant obtenu les plans d'habitat suivants : $\{223\}_\gamma$ ou $\{154\}_\alpha$ dans un acier Fe-1.5Mn-0.1C [DAV74], 10° de $\{111\}_\gamma$ dans deux aciers 0.1C-2Si et 0.3C-3Cr-2Mn-0.5Mo [KEL90]. De plus, dans leurs travaux sur la martensite en lattes dans des aciers bas carbone, Morito et coll. ([MOR03], [MOR06]) ont déterminé des plans d'habitat proches de $\{557\}_\gamma$ par analyse de traces (figure I.6) et par la méthode d'inclinaison de la lame mince. Par analyse de traces d'après analyse EBSD, Miyamoto et coll. [MIY09] ont également observé un plan d'habitat proche de $\{557\}_\gamma$.

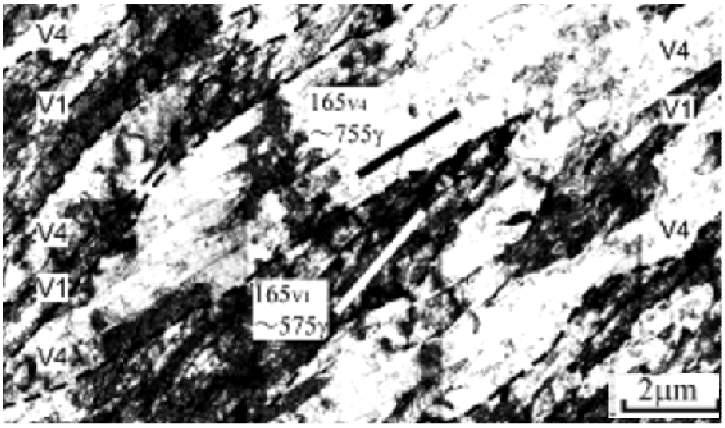


Figure I.6 : Détermination du plan d'habitat de la martensite en lattes par analyse de traces au MET [MOR06]

Caractéristiques de la martensite en lattes

Contrairement aux martensites en plaquettes, les martensites en lattes ne montrent normalement aucun signe de maclage interne, mais présentent à la place une sous-structure constituée d'un enchevêtrement dense de dislocations. Ces dernières sont des dislocations vis dont les 4 vecteurs de Burgers possibles sont de la forme $^{a}/_{2}$ $<111>_{\alpha}$. Cependant Sandvik et Wayman [SAN83a] ont observé pour un cristal de martensite donné que les dislocations $^{a}/_{2}[11\text{-}1]_{\alpha}$ étaient prédominantes. De plus, une analyse soigneuse de la structure de dislocations de misfit à l'interface α'/γ [SAN83b] montre un unique ensemble de dislocations parallèles avec un vecteur de Burgers $^{a}/_{2}$ $[1\text{-}11]_{\alpha}$ // $^{a}/_{2}$ $[0\text{-}11]_{\gamma}$. Par rapport à l'austénite, la direction de ces dislocations est proche de $[07\text{-}5]_{\gamma}$, elles dévient d'environ 10-15° de l'orientation vis, et elles sont espacées de 2.6 à 6.3 nm.

Les lattes de martensite sont réputées avoir une direction longue caractéristique parallèle à $<111>_{\alpha}$ ou $<110>_{\gamma}$. Les lattes individuelles de martensite sont généralement arrangées en paquets de lattes parallèles. L'orientation relative entre les lattes adjacentes dans un paquet présente une controverse dans la littérature : certains auteurs rapportent que les lattes adjacentes dans un paquet sont en relation de macle, d'autres n'observent jamais de lattes en relation de macle et constatent que toutes les lattes d'un paquet ont une orientation proche avec une faible désorientation allant jusqu'à 2-3° [SAN83a]. Ces observations divergentes sont peut être dues aux effets d'échantillonnage au MET car les deux configurations ont été observées par analyse EBSD comme nous le verrons dans le chapitre III. Un point important sur les lattes en relation de macle est qu'elles partagent le même plan d'habitat $\{557\}_{\gamma}$ et la même direction longue $<110>_{\gamma}$, ainsi elles s'arrangent dans un paquet aussi bien que des lattes présentant la même relation d'orientation.

De plus, grâce à l'analyse des diagrammes de Kikuchi, Miyamoto et coll. [MIY09] ont montré que la déformation de transformation associée à la formation de martensite en lattes est partiellement accommodée par une déformation plastique dans la matrice austénitique, cette déformation plastique étant accumulée dans l'austénite adjacente principalement sur un côté de la latte.

I.2. Les relations d'orientation

Les objectifs de cette partie sont les suivants :

- Aborder les différents concepts liés aux relations d'orientation entre les phases, notamment celui de variant, de déformation de Bain et de rotation de corps rigide.
- Présenter les relations d'orientation classiques utilisées dans la littérature,
- Soumettre des facteurs potentiellement responsables de la déviation observée sur la relation d'orientation dans un matériau donné,
- Présenter les différentes méthodes proposées pour reconstruire une cartographie parente à partir d'une analyse EBSD réalisée sur une microstructure totalement transformée, à l'aide de ces relations d'orientation.

Quel que soit le type de transformation de phase, displacif ou diffusionnel, les réseaux cristallins de l'austénite et du produit de transformation sont liés par des relations d'orientation que nous désignerons également sous l'appellation : relations d'endotaxie selon la définition de Bonev[2] [BON72]. Ces relations d'orientation correspondent à des minima d'énergie de germination. En revanche la phase fille peut croître dans le grain austénitique avec lequel elle est en relation, comme c'est le cas de la martensite ou de la bainite, ou dans un autre grain adjacent comme généralement observé lors des transformations ferritiques.

I.2.1. La déformation de Bain

En 1924, Edgar C. Bain [BAI24] propose une transformation structurale de l'austénite en martensite se produisant par une déformation homogène du réseau de l'austénite illustrée sur la figure I.7 : à partir de deux mailles CFC, une maille quadratique centrée peut être dessinée, il suffit alors d'exercer une compression selon l'axe $[001]_\gamma$ et une dilatation uniforme dans le plan $(001)_\gamma$ pour obtenir une maille cubique centrée.

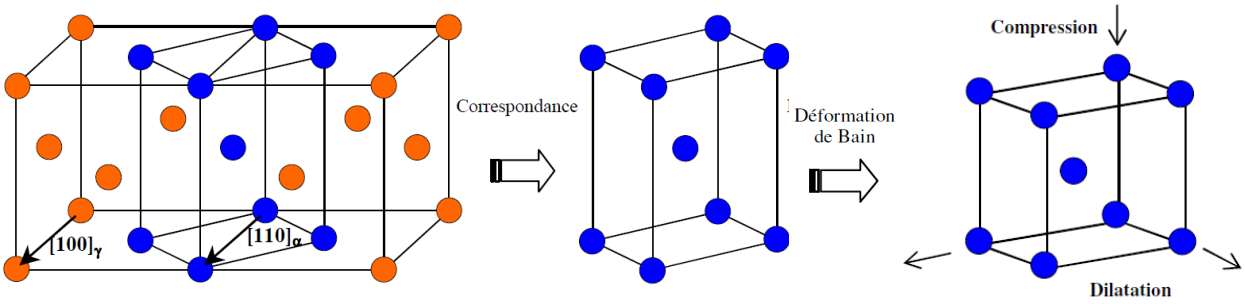


Figure I.7 : Transformation de Bain, d'après [BAI24]

Les 24 éléments de symétrie de la maille cubique de l'austénite induisent 24 correspondances possibles entre le cristal de la phase mère et celui de la phase fille et donc 24 variants cristallographiques.

[2] La relation d'endotaxie désigne des transformations orientées dans un système fermé, sans échange de composants entre le système (cristal primaire) et son environnement.

La relation d'orientation liée à la déformation de Bain consiste en une rotation de 45° autour de l'axe $<100>_\gamma$ pour passer de l'austénite à la ferrite (figure I.7 et tableau I.1). Dans ce cas les 24 correspondances sont confondues par groupes de 8 et seules trois relations d'orientation distinctes existent entre l'austénite et la phase fille, ce qui n'induit pas forcément qu'il n'y ait que 3 variants, par exemple les plans d'habitat des 24 variants pourraient être distincts.

Par ailleurs, on considère souvent que la transformation martensitique doit laisser au moins une ligne invariante afin d'assurer une interface austénite/martensite glissile [BHA01]. Or la déformation de Bain ne laisse aucune ligne invariante. L'ajout d'une rotation de corps rigide permet d'obtenir une déformation avec une ligne invariante (figure I.8).

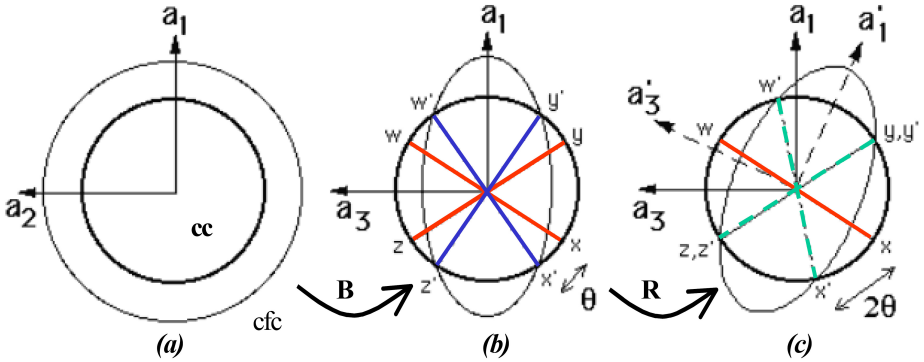


Figure I.8 : Effet de la déformation de Bain sur l'austénite (a-b) et mise en évidence d'une ligne invariante après une rotation de corps rigide (c) [BHA01]

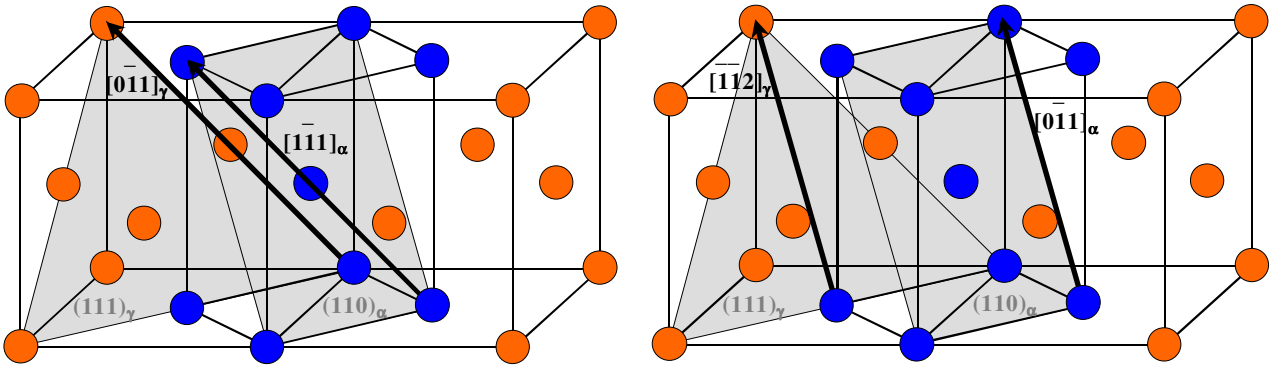
En plus de l'absence d'une ligne invariante, la déformation de Bain ne permet évidemment pas de prévoir l'existence d'un plan invariant lors de la transformation martensitique, et ne rend pas compte des relations cristallographiques observées expérimentalement. Cependant, la rotation requise pour convertir la déformation de Bain en une déformation avec une ligne invariante permet d'obtenir les relations d'orientation observées expérimentalement à partir de l'orientation de Bain.

I.2.2. Relations d'orientation classiques

Des relations d'orientation spécifiques ont par la suite été proposées par Kurdjumov-Sachs [KUR30] (KS) et par Nishiyama [NIS34]-Wassermann [WAS33] (NW). Ces deux relations, décrites dans le tableau I.1, sont proches : le passage de l'une à l'autre s'effectue par une rotation de 5.26° autour de la normale commune à $(111)_\gamma$ et à $(101)_\alpha$.

Les relations de KS et NW sont illustrées sur la figure I.9, on constate que lorsque l'austénite se transforme en ferrite, un plan dense $\{111\}_\gamma$ de l'austénite est parallèle à un plan dense de la ferrite $\{110\}_\alpha$.
Dans le cas de la relation de KS, dans ces 4 plans équivalents $\{111\}_\gamma$, une direction dense de l'austénite (3 possibilités de direction $<110>_\gamma$ dans le plan dense choisi) est parallèle à une direction dense de la ferrite (2 possibilités de direction dense) : $<110>_\gamma$ // $<111>_\alpha$. Il y a donc 24 relations d'orientations différentes pour les 24 variants possibles.
Dans le cas de la relation de NW, dans ces 4 plans équivalents $\{111\}_\gamma$, une direction $<112>_\gamma$ de l'austénite (3 possibilités de direction $<112>_\gamma$ dans le plan dense choisi) est parallèle à une

direction $<110>_\alpha$ de la ferrite : $<112>_\gamma$ // $<110>_\alpha$. Il y a donc 12 relations d'orientation possibles avec 2 variants « confondus » pour chaque relation d'orientation.



(a) Relation de K-S ***(b) Relation de N-W***

Figure I.9 : Illustration des relations d'orientation de KS (a) et NW (b)

On trouve aussi dans la littérature la relation de Greninger-Troiano [GRE49] (GT) qui est une relation intermédiaire entre celles de KS et de NW :

$\{111\}_\gamma$ // $\{101\}_\alpha$
$<1\text{-}10>_\gamma$ à x° de $<11\text{-}1>_\alpha$
$<1\text{-}21>_\gamma$ à (5.26°- x°) de $<10\text{-}1>_\alpha$
où x = 0° pour la relation de KS,
x = 2.5° pour la relation de GT,
x = 5.26° pour la relation de NW.

Relation d'orientation	Relation d'orientation (RO)	Nombre de RO	Angle et axe de rotation	Désorientation minimale
Bain	$\{100\}_\gamma$ // $\{100\}_\alpha$ $<100>_\gamma$ // $<110>_\alpha$	3	45° autour de <100>	45° autour de <100>
Kurdjumov-Sachs	$\{111\}_\gamma$ // $\{110\}_\alpha$ $<110>_\gamma$ // $<111>_\alpha$	24	90° autour de <112>	42,8° autour de <0.18, 0.18, 0.97>
Nishiyama-Wassermann	$\{111\}_\gamma$ // $\{110\}_\alpha$ $<112>_\gamma$ // $<110>_\alpha$	12	95,27° autour de <h, k, l>*	46° autour de <0.08, 0.20, 0.98>
$*\ h = -1+\sqrt{2}+\sqrt{3}, \quad k = 1+\sqrt{2}+\sqrt{3}, \quad l = \sqrt{2}$				

Tableau I.1 : Données caractéristiques des relations d'orientation usuelles entre les réseaux CFC et CC lors d'une transformation à l'état solide

La figure I.10 montre la figure de pôles $\{100\}_\alpha$ théorique obtenue à partir des relations d'orientation classiques de Bain, KS et NW, dans le repère du grain d'austénite, ainsi qu'un grossissement de la zone de Bain centrale.

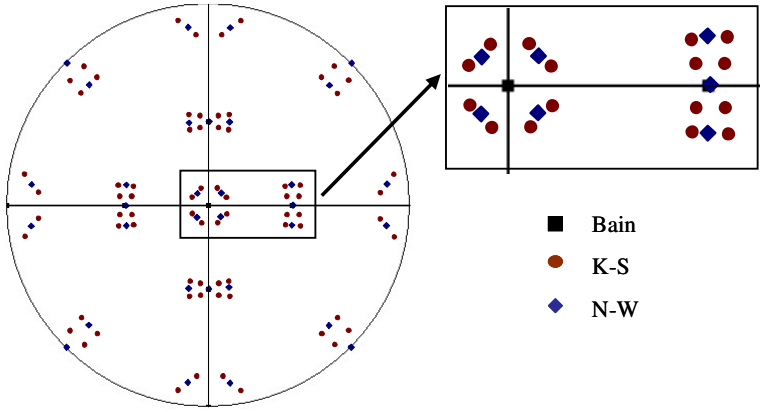


Figure I.10 : Figure de pôles {100}$_\alpha$ des variants dans le repère de l'ancien grain d'austénite à partir des relations d'orientation classiques de Bain, KS et NW

I.2.3. La relation d'orientation est-elle unique dans un matériau donné ?

Plusieurs auteurs ([GOU07], [CAB05], et [KEL90] pour la martensite en lattes) ont fait une revue des différentes relations d'orientation observées dans certains aciers ou alliages présentant une transformation de phase CFC ↔ CC. La constatation fréquemment obtenue est qu'une relation d'orientation unique n'est apparemment jamais suivie pour un matériau donné. Il existe des relations d'orientation préférentielles (comme celles de KS, NW ou GT) mais des données continues sont observées entre ces relations particulières. Dans le cas de la bainite et de la martensite, les orientations des différents variants observés sont situées à l'intérieur de la région de Bain. En effet, durant la déformation de Bain, aucun plan ou direction n'est tourné de plus de 11° ainsi une paire de plans ou de directions correspondante peut être rendue parallèle par une déformation du réseau dans laquelle la déformation de Bain est combinée à une rotation d'angle inférieur à 11°, ce qui définit la région de Bain.

Le fait qu'il y ait rarement de relation d'orientation unique à température ambiante peut être dû à différents facteurs [GOU07] qui peuvent modifier la relation d'orientation originelle. En effet, cette dernière pourrait être exactement suivie au début de la transformation de phase mais perturbée au cours du déroulement de la transformation ou après, durant le refroidissement :

- des dilatations différentielles au refroidissement,
- une évolution de la microstructure (restauration…) après transformation,
- les contraintes résiduelles locales ou les rotations plastiques durant la transformation de phase ou au cours du refroidissement.

De plus, on considère généralement une orientation unique du grain d'austénite mère, ne qui n'est pas nécessairement le cas.

Ainsi la dispersion de la relation d'orientation dans un matériau donné ne permet pas forcément de prouver qu'une relation d'orientation unique n'est pas suivie lors de la transformation de phase. Réglé et coll. [REG04] ont travaillé sur un acier multiphasé présentant une forte proportion d'austénite retenue (environ 20%). Après analyse EBSD, Réglé et coll. ont étudié les désorientations au sein de l'austénite d'une part et de la ferrite bainitique d'autre part à

l'interface bainite/austénite le long d'une latte de bainite. L'objectif est de déterminer si une relation d'orientation est respectée le long de la latte, et ce en particulier lorsque l'austénite a été préalablement déformée. Le grain d'austénite étudié présentait une désorientation interne d'environ 12 degrés. La figure I.11 présente les désorientations entre pixels adjacents de l'austénite et de la ferrite bainitique, ainsi que les désorientations cumulées, c'est-à-dire les désorientations par rapport au premier pixel mesuré, le long d'une interface bainite/austénite. On constate que les désorientations entre pixels adjacents sont faibles, inférieures à 2° et que les désorientations cumulées dans les phases austénitiques et bainitiques sont similaires. Ces observations suggèrent que la bainite adapte continuellement son orientation de façon à ce que la relation d'orientation soit toujours respectée.

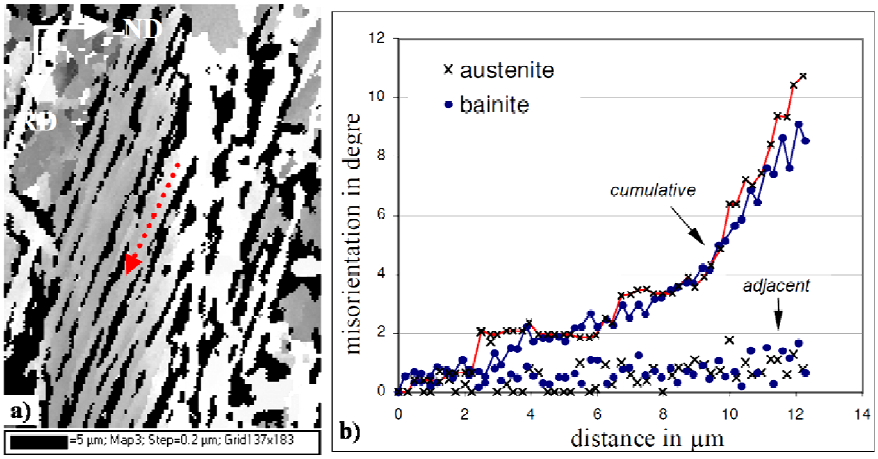


Figure I.11 : Relation d'orientation entre la bainite et l'austénite en présence d'un gradient de déformation dans l'austénite - a) cartographie EBSD avec l'austénite en noir et la ferrite en niveaux de gris, b) désorientations dans la bainite et l'austénite le long de la flèche [REG04]

Ainsi, quand les lattes de bainite et le grain d'austénite parent présentent un gradient d'orientation, il n'est pas possible de trouver une relation d'orientation unique si on ne prend en compte par exemple qu'une seule orientation pour le grain d'austénite mère.

I.2.4. Retrouver l'orientation d'un grain austénitique connaissant ses joints de grains

La détermination de l'orientation cristallographique des grains parents à partir d'analyses EBSD (cette technique sera décrite dans le paragraphe III.2) après la transformation de phase alors que la phase parente a totalement (ou presque) disparu a permis :

- d'obtenir une méthode alternative à la détermination de la texture parente à haute température où cette dernière est difficile à mesurer expérimentalement
- d'étudier plus finement les microtextures en permettant de déterminer, par exemple, les plans d'habitat [LAM01].

En revanche, on fait de nouveau l'hypothèse simplificatrice d'une orientation unique pour le grain parent. Une telle hypothèse n'est plus applicable lorsque la phase parente est déformée, comme nous le verrons dans le chapitre III.

Méthodes algébriques

Les premières méthodes algébriques ont été développées dans le cas des transformations de phase de structure cubique centrée (CC) à hexagonale, notée HC, rencontrées dans les alliages de titane ou de zirconium. Humbert et coll. [HUM94] ont proposé une méthode qui consiste à calculer l'orientation individuelle d'un ancien grain parent à partir des orientations produites, selon la relation d'orientation considérée. La relation d'orientation couramment rencontrée lors de la transformation CC ↔ HC est la relation de Burgers qui implique 12 variants lors de la transformation CC → HC et 6 variants pour la transformation inverse. Ainsi, la mesure d'une unique orientation « fille » n'est pas suffisante pour déduire l'orientation du grain parent, et il est donc nécessaire de corréler plusieurs orientations filles du même grain parent pour retrouver l'orientation de celui-ci. Humbert et coll. ont montré que trois orientations filles permettaient de remonter à l'orientation du grain parent et ce avec une probabilité de 98%, quatre orientations filles mènent à une probabilité de 100%. Cependant, cette méthode présente des restrictions : il est nécessaire de déterminer les joints de grains des anciens grains parents afin d'être sûr de mesurer différentes orientations filles issues du même grain parent. Cette méthode a été appliquée avec succès sur un alliage de titane présentant une transformation de phase β (CC) → α (HC) partielle [GEY99]. L'erreur entre la mesure directe de l'orientation du grain parent et son calcul indirect est de 1°. Cette erreur est du même ordre de grandeur que la précision des mesures EBSD et de la déviation observée par rapport à la relation d'orientation de Burgers entre les deux phases.

Suh et coll. [SUH02] ont proposé une méthode de détermination de l'orientation des grains d'austénite à partir de l'orientation cristalline des paquets de martensite formés à l'intérieur des anciens grains austénitiques, en considérant la relation d'orientation de KS. Les aciers étudiés par Suh [SUH02] et Cho [CHO02] sont ferrito-martensitiques avec des grains de ferrite au niveau des anciens joints de grains austénitiques. A partir de la détermination de l'orientation des anciens grains parents, ils ont calculé les déviations de la martensite et de la ferrite par rapport à la relation de KS. Suh et coll. [SUH02] trouvent des déviations de plus de 10° par rapport à la relation de KS pour 35% et 20% des grains de ferrite et de martensite, respectivement (figure I.12.a). Quant à Cho et coll. [CHO02], leur étude sur deux aciers avec ou sans vanadium montre qu'environ 25% des grains de ferrite de l'acier avec vanadium présentent des déviations de plus de 10° par rapport à la relation de KS (figures I.12.b et c). Ainsi, le fait de fixer une relation d'orientation unique *a priori* et les importantes déviations observées par rapport à cette relation font émettre des doutes sur la fiabilité de cette méthode.

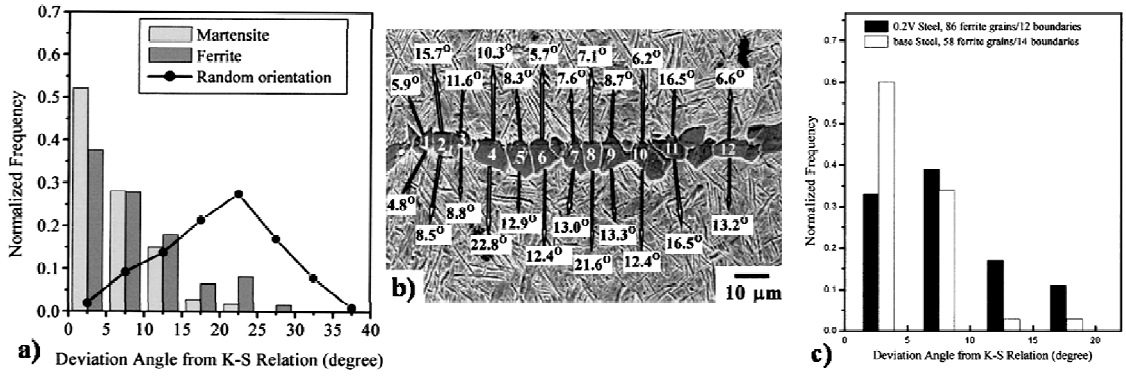


Figure I.12 : Angles de déviation des orientations de ferrite et la martensite par rapport à la relation de KS selon les travaux de a) Suh et coll. [SUH02], b) et c) Cho et coll. [CHO02]

Méthode graphique

Lambert et coll. [LAM04] ont proposé une technique pour déterminer l'orientation du grain austénitique parent à partir de la figure de pôles $\{100\}_\alpha$ de la ferrite bainitique présente à l'intérieur d'un ancien grain d'austénite. Les trois zones de Bain sont clairement visibles, et les pôles $\{001\}_\gamma$ de l'ancien grain d'austénite se trouvent au centre des figures fermées (proches de cercles) observées sur la figure de pôles $\{100\}_\alpha$ en mode points. Puis l'orientation du grain austénitique parent est déterminée à partir d'une méthode itérative où la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ expérimentale est comparée avec la figure de pôles théorique obtenue avec les relations d'orientation de NW et de KS, le calcul étant répété jusqu'à ce que les zones de Bain expérimentale et théorique se correspondent exactement. La précision de cette méthode est estimée à environ 0.5° pour chacun des trois angles d'Euler (figure I.13).

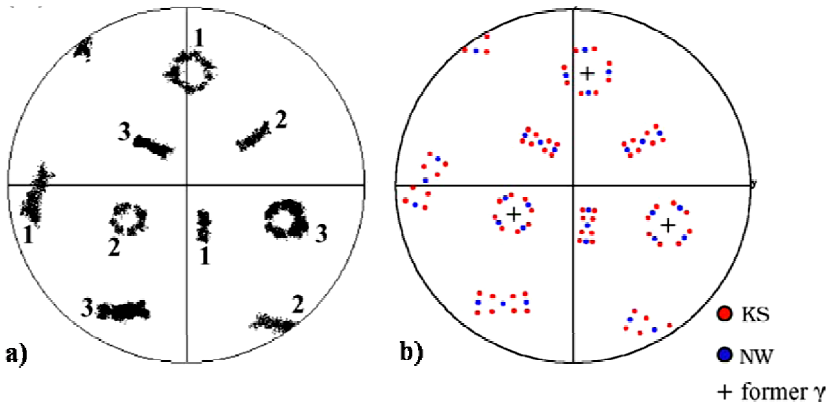


Figure I.13 : a) Figure de pôles $\{001\}_\alpha$ d'un ancien grain austénitique en mode points, b) Orientations des variants KS et NW calculés à partir de l'orientation supposée de l'ancien grain parent [LAM04]

I.2.5. Retrouver les grains anciens austénitiques sur une cartographie EBSD

Les méthodes présentées dans le paragraphe précédent nécessitent de déterminer les anciens joints de grains parents, ce qui n'est pas forcément évident. Ainsi, Humbert et coll. obtiennent l'orientation des grains parents (CC) à partir de 3 orientations filles (HC) dans environ 60% des cas au lieu des 98% théoriques à cause de la difficulté liée à la sélection des grains de la phase fille supposés appartenir à un même grain parent [MOU97].

D'autres méthodes ont été développées afin de s'affranchir de l'obligation de connaître les anciens joints de grains parents. Ces méthodes permettent de traiter une cartographie EBSD entière de façon automatique et elles nous fournissent les données suivantes : les anciens joints de grains parents, l'orientation cristallographique des grains parents et des informations sur une éventuelle sélection de variants.

Par ailleurs, ces méthodes rencontrent plus de succès pour la transformation CC → HC en considérant la relation d'orientation de Burgers que pour la transformation CFC → CC avec les relations de KS et de NW. En effet, la relation d'orientation de Burgers est généralement suivie

avec peu de déviation et elle présente des caractéristiques plus simples par rapport aux relations de KS et NW (voir le tableau I.2).

Relation d'orientation	**Burgers**	**NW**	**KS**
Nombre de relations d'orientation entre les phases à haute et basse température	12	12	24
Nombre de relations d'orientation entre les phases à basse et haute température	6	12	24
Nombre de désorientations entre variants basse température d'un même grain parent	5	5	16
Nombre d'orientations filles nécessaires pour obtenir l'orientation du grain parent avec une probabilité de 100%	4	4	7

Tableau I.2 : Caractéristiques cristallographiques des relations de Burgers, NW et KS d'après [HUM94] et [CAY06].

Gey et Humbert [GEY02] ont utilisé une méthode liée aux désorientations spécifiques entre variants issus d'un même grain parent afin d'identifier les anciens joints de grains parents dans du titane. En effet, selon la relation d'orientation de Burgers, il existe cinq désorientations possibles entre variants issus d'un même grain parent présentant des angles de désorientation de 10°, 60-63° et 90°. Ainsi quand des angles de désorientation, différents des angles précédemment cités, sont mesurés, les variants voisins définissant ce joint ne peuvent pas appartenir à un même grain parent. Gey et Humbert définissent trois types de joints :

- le type 1 correspond aux joints de faible désorientation (entre 2 et 8°) observés dans un variant,
- le type 2 contient les joints caractérisés par les angles de désorientation de 10°, 60-63° et 90° avec une tolérance de +/- 2.5° qui correspondent aux joints entre variants issus d'un même grain parent,
- le type 3 contient les joints différents des deux autres catégories qui sont supposés représenter des joints des grains parents.

Cette méthode a permis de délimiter avec succès les anciens grains parents sur des cartographies EBSD (figure I.14). Cependant cette information est plus ou moins incomplète. En effet, selon la texture parente initiale, certaines configurations où des variants d'orientation proche croissent de part et d'autre d'un joint parent sont observées et rendent plus difficile l'identification des anciens grains parents.

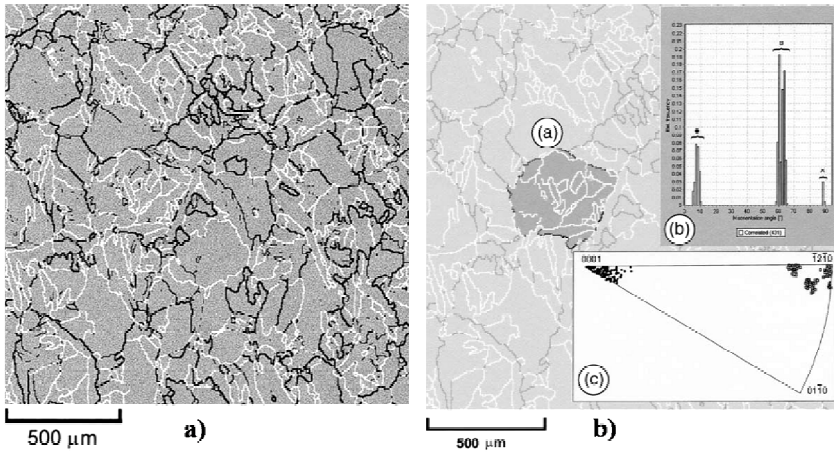


Figure I .14 : a) Exemple d'application de la méthode de Gey et Humbert [GEY02] avec en noir les anciens joints de grains parents supposés, b) Désorientations en termes d'angle et d'axe entre colonies α issues d'un hypothétique grain parent (méthode de vérification).

La méthode proposée par Glavicic et coll. [GLA03] pour la transformation CC → HC s'appuie sur la relation de Burgers et un modèle de type Monte Carlo dans lequel les orientations de grains parents possibles sont calculées pour des paires de points prises aléatoirement. L'orientation parente sélectionnée est celle qui minimise l'angle de désorientation entre les possibles orientations parentes calculées. Un exemple d'application de cette méthode [GLA04] est donné sur la figure I.15, la reconstruction est encourageante même si certains joints de grains bêta paraissent mal définis. De plus, les textures obtenues à partir des cartographies parentes recalculées présentent des composantes proches de celles obtenues par mesure directe sur un alliage biphasé.

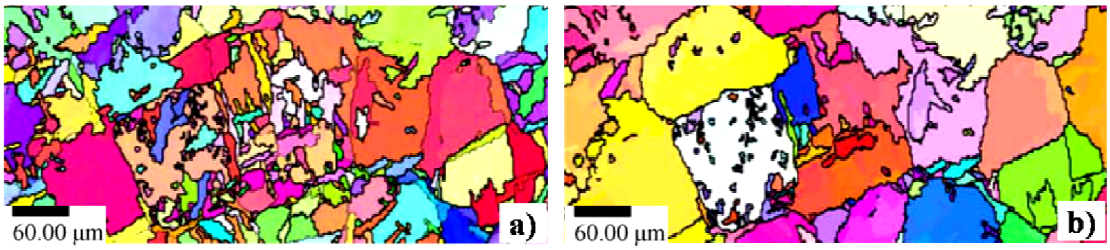


Figure I.15 : Exemple d'application de la méthode de Glacivic et coll. [GLA04] pour la reconstruction des anciens grains parents sur un alliage de titane, a) grains de phase fille, b) reconstruction de la phase mère.

La méthode proposée par Germain, Gey et Humbert [GER07] pour la transformation CC → HC s'appuie sur les travaux antérieurs de Humbert et coll. [HUM94] pour calculer l'orientation parente et de Gey et Humbert [GEY02] pour déterminer les groupes de variants provenant d'un même grain parent. La reconstruction des anciens grains parents est obtenue à partir des désorientations possibles entre variants issus d'un même grain parent. De plus, on considère une orientation moyenne par variant et comme la relation de Burgers n'est pas forcément strictement suivie entre la phase fille et le grain parent, une déviation de 3° est tolérée. Cependant, le critère des désorientations entre variants voisins n'est pas suffisant pour retrouver les variants issus d'un même grain parent car des variants voisins issus de grains

parents différents peuvent présenter une désorientation proche de celle entre variants d'un même grain parent, surtout si la phase mère est fortement texturée comme c'est le cas de la phase CC dans les alliages de titane forgés. Une solution est de vérifier que les désorientations entre tous les variants issus d'une zone supposée être un ancien grain austénitique sont des relations Burgers/Burgers (B/B). Cependant, cette dernière est fortement consommatrice de temps, l'alternative proposée par Germain et coll. est la suivante : un variant de référence est sélectionné (celui présentant l'aire la plus élevée et non encore assigné à un grain parent), et les variants sont considérés comme issus d'un même grain parent si deux conditions sont remplies :

- ils sont adjacents aux variants déjà sélectionnés, et présentent entre eux une désorientation B/B,
- ils présentent une désorientation B/B avec le variant de référence.

L'application de cette méthode à un alliage multiphasé montre de bons résultats. Cependant un nombre limité de joints de grains de la phase parente sont mal localisés car dans certaines configurations des variants peuvent se développer avec des orientations similaires de part et d'autre d'un joint parent.

Quant à Cayron [CAY06], il propose également une méthode qui permet de reconstruire la cartographie parente à partir des désorientations entre variants issus d'un même grain parent à partir d'une relation d'orientation (OR) fixée ou 'désorientations OR/OR'. La méthode de Cayron s'articule de la manière suivante :

1. Etape de germination : trois variants voisins présentant entre eux des désorientations OR/OR sont sélectionnés avec une tolérance angulaire progressive.
2. Etape de croissance : un variant voisin au groupe précédemment étudié est considéré et on vérifie s'il appartient au même grain parent. Pour cela, les 4 variants sont pris par triplets et on vérifie s'ils présentent tous, à l'intérieur d'un même triplet, des désorientations OR/OR, et ce avec une tolérance progressive dont le maximum est fonction du degré de déformation de la microstructure. Puis on réitère cette procédure avec un maximum de 10 triplets, pris dans le voisinage du nouveau variant étudié, dès que le nombre de variants issus d'un même grain parent est supérieur ou égal à 5, pour limiter les effets de combinatoire.
3. Un paramètre de tolérance des mauvaises indexations qui correspond grossièrement au nombre maximum de mauvaises indexations de grains à l'intérieur d'un grain parent dues à la proximité angulaire intrinsèque entre certaines désorientations OR/OR est appliqué.

Cette méthode a obtenu des résultats prometteurs sur des microstructures bainitiques et martensitiques, en prenant en compte la relation d'orientation de NW (figure I.16). Néanmoins, l'application de cette méthode montre également certaines erreurs de reconstruction.

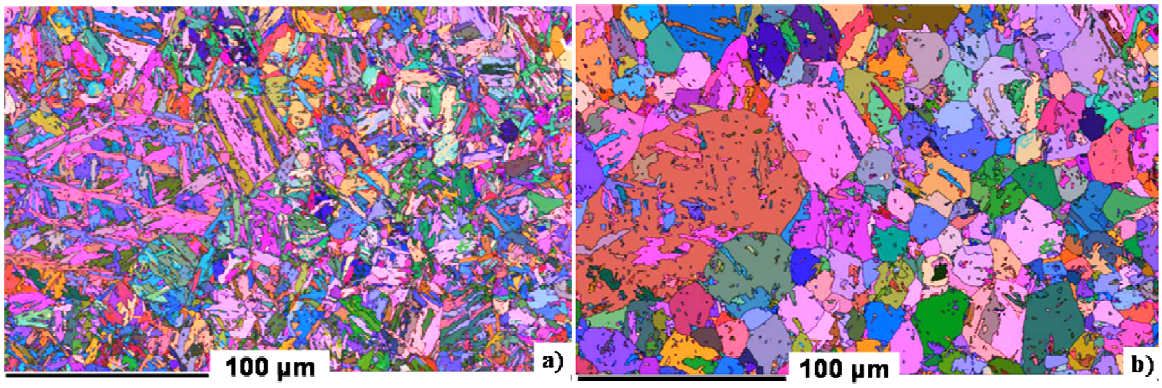


Figure I.16 : Reconstruction automatique des grains parents dans un acier martensitique en supposant la relation de NW, a) cartographie EBSD de départ (martensite), b) grains austénitiques reconstruits [CAY06]

Les résultats de ces méthodes sont encourageants et nous sommes tentés d'appliquer ces techniques aux microstructures bainitiques (et martensitiques) dans le chapitre III. Cependant, les erreurs de reconstruction, visibles sur la figure I.16, obtenues après utilisation de la méthode de Cayron, pour l'instant la seule développée pour les transformations CFC→CC, impliquent que cette technique sera difficilement applicable sur nos microstructures.

I.3. Microstructure et cristallographie de la bainite

Les objectifs de cette partie sont de :

- présenter les principales caractéristiques des **microstructures bainitiques,** permettant de les distinguer des structures perlitique ou martensitique, et différentes **classifications** des microstructures bainitiques,
- décrire les **caractéristiques de transformation** permettant de justifier que la transformation bainitique puisse être décrite par la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (§I.4), et cela sans présupposer d'un mécanisme de transformation (diffusionnel et/ou displacif).

I.3.1. Caractéristiques et classifications des microstructures bainitiques

A la fin des années 20, lors de leurs études sur la décomposition isotherme de l'austénite à des températures supérieures à M_S et inférieures à celle où se forme de la perlite fine, Davenport et Bain [DAV30] ont découvert une nouvelle microstructure constituée d'un « agrégat aciculaire et sombre après attaque » qui ne ressemblait ni à la martensite ni à la perlite formées dans le même alliage. Le nom de bainite sera donné par la suite à cette microstructure.

La bainite a d'abord été définie par trois caractéristiques principales qui la distinguent des microstructures perlitique et martensitique [HEH72] :

(i) La définition **microstructurale** définit la bainite comme un agrégat non-lamellaire de ferrite et de carbures dans lequel les phases se forment de façon consécutive et compétitive. Les plaquettes de ferrite bainitique se forment en premier et la précipitation de cémentite est une réaction subséquente [HIL57][3], contrairement à la perlite où ferrite et carbures se forment de façon coopérative.

(ii) La définition **cinétique** est basée sur l'existence d'une courbe en C propre à la bainite (se situant partiellement ou totalement en dessous de celle de la perlite selon les alliages considérés) sur le diagramme TTT de certains aciers [HEH57][3], elle apparaît distinctement dans les aciers faiblement alliés. La branche supérieure de la courbe débute à une température B_S nettement plus faible que la température eutectoïde et la branche inférieure se situe généralement à la température de formation de la martensite M_S. De plus, la définition cinétique décrit la bainite comme une transformation incomplète, l'étendue de la transformation bainitique diminue jusqu'à zéro quand la température de transformation isotherme approche la limite supérieure de la courbe en C, c'est-à-dire la température B_S [ALL39][3].

(iii) La définition **cristallographique** repose sur le relief formé sur la surface libre [KO52][2], le changement de forme associé étant caractérisé qualitativement comme une déformation à plan invariant. De plus, la transformation bainitique comme la transformation martensitique présente une croissance qui se termine sur les joints de grains austénitiques ou les joints de macles [MEH48][3].

La morphologie de la ferrite bainitique ainsi que la nature et la répartition des secondes phases varient avec la température de transformation. Ainsi, plusieurs classifications ont été proposées, la distinction proposée par Mehl [MEH39] entre la **bainite supérieure** et la **bainite inférieure** est encore largement utilisée, elle a été réalisée après l'étude d'aciers au carbone et repose principalement sur la distribution de la seconde phase (à l'origine, uniquement des particules de cémentite). Dans les travaux de Mehl, la **bainite supérieure** se forme entre 585°C et 627°C et sa microstructure est constituée de lattes de ferrite longues et étroites avec des particules de cémentite dispersées **entre** les lattes de façon discontinue. Quant à la **bainite inférieure**, elle se forme entre 200°C et 400°C et présente deux types de précipités, ceux qui se forment dans l'austénite enrichie en carbone qui séparent les plaquettes de bainite, et ceux qui se forment **dans** la ferrite sursaturée. Ainsi, les cristaux de ferrite contiennent de fines particules de cémentite qui forment un angle d'environ 55 à 60° avec la direction longue du cristal de ferrite.

Par la suite, les aciers étudiés, en particulier des aciers bas carbone, faiblement alliés ou des aciers alliés au silicium ou à l'aluminium qui retardent la précipitation de la cémentite, et les traitements thermiques en refroidissement continu utilisés par les industriels ont mené à des microstructures bainitiques différentes : une ferrite bainitique sous forme de lattes pour les gammes de températures de la bainite supérieure et inférieure, une seconde phase constituée d'austénite retenue ou de MA (composés martensite/austénite), une bainite sans carbure ou encore une bainite granulaire, qui ont abouti à de nouvelles nomenclatures.

Ainsi, au début des années 50, des aciers bas carbone obtenus par refroidissement continu, notamment dans l'industrie, ont révélé une microstructure formée de lattes de bainite assez épaisses avec la présence d'îlots d'austénite résiduelle et de martensite [HAB56][3]. Observée au microscope optique, la microstructure semble constituée de blocs de bainite et d'austénite d'où

[3] Références issues de « Bainite in steels », 2ème édition par HKDH Bhadeshia [BHA02]

la dénomination de « bainite granulaire ». Une caractéristique de la bainite granulaire est l'absence de carbures dans la microstructure. Le carbone qui est rejeté de la ferrite bainitique stabilise l'austénite retenue, ainsi la microstructure finale contient de l'austénite retenue, de la martensite à haut carbone et de la ferrite.

Dans de nombreux aciers bas carbone et faiblement alliés, on n'observe pas la présence de carbures mais celle d'autres phases qui ont induit les classifications proposées par Ohmori et coll. [OHM71] et Bramfitt et Speer [BRA 90] :

- Pour les aciers bas carbone, la ferrite a toujours une morphologie en lattes caractéristique de la bainite supérieure. Ainsi Ohmori et coll. distinguent trois types de bainite supérieure : elle peut être sans carbures avec de l'austénite retenue entre les lattes (BI), avec des carbures présents entre les lattes de ferrite (BII), ou situés à l'intérieur des lattes de ferrite selon une orientation spécifique (BIII). Ainsi, la classification d'Ohmori repose premièrement sur la morphologie de la ferrite bainitique, la forme en lattes correspondant à la bainite supérieure, puis à la nature et à la répartition des secondes phases.
- Dans la classification de Bramfitt et Speer (figure I.17.a), la distinction entre les différents types de bainite dépend du type et de la localisation des phases autres que la ferrite bainitique, indépendamment de la morphologie des cristaux de ferrite bainitique aciculaires. La bainite de type B1 présente des constituants à l'intérieur de la ferrite, celle de type B2 possède des particules de cémentite ou des films d'austénite ou de martensite entre les lattes ou plaquettes de ferrite et la bainite B3 présente des régions discrètes d'austénite retenue ou de MA.

Récemment Zajac et coll. [ZAJ05] ont proposé une nouvelle définition ou classification de la bainite fondée sur la répartition des angles de désorientation des joints de ferrite bainitique et sur le type de seconde phase, dont la formation est directement liée à l'effet des éléments d'alliage sur la cinétique de transformation. Ainsi les auteurs distinguent 5 types de microstructures bainitiques :

- la bainite granulaire formée de grains de ferrite irréguliers et de secondes phases constituées de perlite dégénérée, de débris de cémentite, de bainite ou de composés M/A (martensite/austénite),
- la bainite supérieure, selon la définition de Mehl, c'est-à-dire une ferrite bainitique sous forme de lattes et des particules de cémentite entre les lattes de ferrite,
- la bainite supérieure dégénérée avec des composés MA entre les lattes de ferrite bainitique,
- la bainite inférieure, similaire à celle définie par Mehl, avec des particules de cémentite entre et à l'intérieur des cristaux de ferrite bainitique, sachant que pour les aciers bas carbone la ferrite bainitique est sous forme de lattes,
- la bainite inférieure dégénérée avec des composés MA qui remplacent les particules de cémentite.

De plus, Zajac et coll. suggèrent un critère cristallographique afin de distinguer les microstructures de bainite granulaire, supérieure et inférieure à partir de la répartition des angles de désorientation des joints de ferrite bainitique. En effet, la bainite supérieure présente une forte proportion de joints faiblement désorientés (<15°) et peu de joints fortement désorientés (>50°), le cas inverse est rencontré pour la bainite inférieure. Quant à la bainite granulaire, la distribution des angles de désorientation est plus aléatoire avec un pic diffus vers 45° et un pic mineur vers 20° dû à l'existence d'une sous-structure (figure I.17.b).

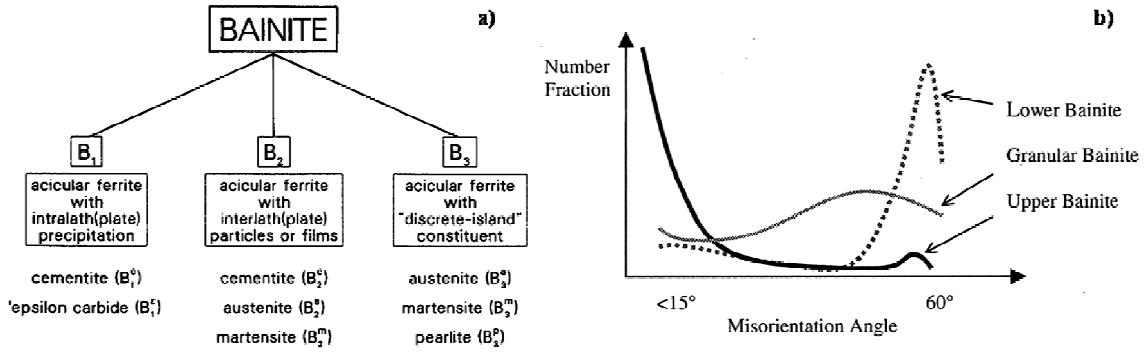


Figure I.17 : a) Classification de la bainite selon Bramfitt et Speer [BRA90], b) Définition de la bainite selon la distribution des angles de désorientation entre grains ou lattes [ZAJ05]

I.3.2. La controverse sur les mécanismes de la transformation bainitique

La diversité et la complexité des microstructures bainitiques ont fait qu'aujourd'hui encore subsiste une controverse sur le mécanisme de transformation avec deux théories majeures qui s'affrontent [HIL95] : la théorie « displacive » établie par Ko [KO52] et défendue par H. Bhadeshia [BHA02] et la théorie « diffusive » soutenue par H. Aaronson [AAR90]. Dans l'interprétation displacive, les réarrangements atomiques durant la transformation bainitique sont supposés se produire sans diffusion d'atome et l'interface γ/α serait ainsi glissile, comme dans le cas de la transformation martensitique. Néanmoins la diffusion d'atomes interstitiels tels que le carbone est admise juste après la transformation du fait des températures de transformation élevées. L'école « diffusive » pense que la croissance de la bainite se fait par un mécanisme de diffusion au moyen d'une interface α/γ sessile avec une diffusion à courte distance des atomes substitutionnels à proximité de l'interface α/γ pour permettre le changement de structure.

I.3.3. Morphologie de la ferrite bainitique

Les bainites supérieure et inférieure sont constituées d'agrégats de plaquettes ou lattes de ferrite séparées par de l'austénite retenue, de la martensite ou de la cémentite. Ces agrégats sont nommés paquets ou « sheaves » [AAR56] et les plaquettes ou lattes à l'intérieur de chaque paquet sont dénommées « sous-unités » (figure I.18.a). Les sous-unités ne sont pas isolées les unes des autres mais elles sont connectées en 3D et elles partagent une même orientation cristallographique. Leurs dimensions sont uniformes à l'intérieur d'un paquet car chaque sous-unité croît jusqu'à une certaine taille, puis de nouvelles sous-unités germent généralement près des extrémités des sous-unités existantes plutôt que sur les côtés. Quand les sous-unités sont sous forme de lattes, leur direction longue est parallèle à la direction dense de la ferrite qui est presque parallèle à la direction dense correspondante de l'austénite [DAV74]. De plus, comme pour la martensite, les plaquettes tendent à se former à basse température, pour de fortes concentrations en carbone ou dans l'austénite à haute résistance.

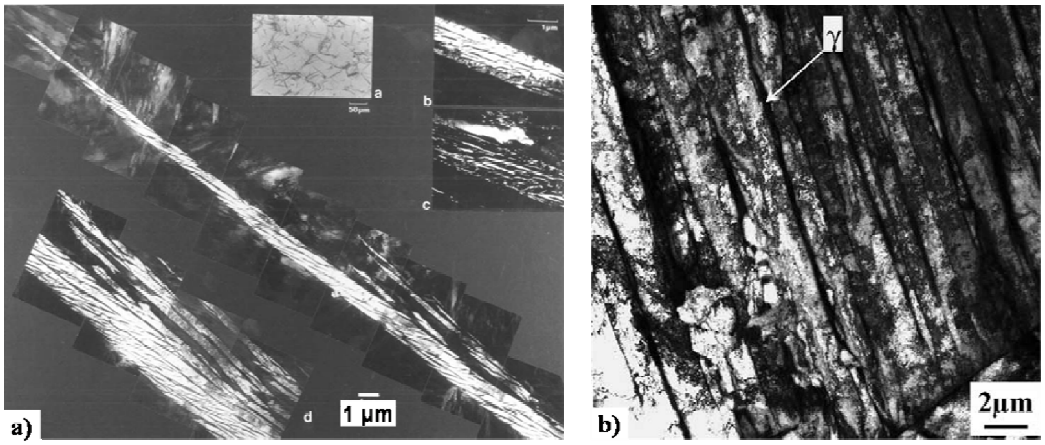


Figure I.18 : a) Micrographie MET d'un paquet de bainite supérieure formé de sous-unités dans un acier Fe-0.43C-2Si-3Mn [BHA02], b) Micrographie MET en champ clair d'un paquet bainitique [LAM04]

Cependant, cette microstructure constituée de paquets et de sous-unités n'est pas forcément visible. Ainsi, les travaux de Lambert et coll. [LAM04] réalisés sur un acier bas carbone microallié ont montré en MET une microstructure formée de lattes de ferrite bainitique avec des carbures ou des MA entre les lattes sans révéler la présence de sous-unités (figure I.18.b).

I.3.4. Cristallographie

Relations d'orientation austénite/ferrite bainitique

Les relations d'orientation entre la ferrite bainitique et l'austénite sont toujours proches des relations classiques de KS et NW, même si ces dernières ne sont jamais strictement suivies. Dans tous les cas, les données expérimentales d'orientation restent toujours à l'intérieur de la zone de Bain qui comprend notamment les relations de KS et NW.

Plans d'habitat

Les premières mesures du plan d'habitat dans les microstructures bainitiques ont montré un plan proche de $\{111\}_\gamma$ pour la bainite supérieure et irrationnel pour la bainite inférieure [OHM91]. La bainite inférieure présente un plan d'habitat irrationnel différent de celui observé dans la martensite en plaquettes des aciers à haut carbone. Cependant ces mesures se réfèrent en général aux plans d'habitat des paquets de ferrite bainitique plutôt qu'à celui des sous-unités et utilisent des méthodes d'une précision insuffisante [DAV74].

Par ailleurs, l'orientation du plan d'habitat varie selon la composition chimique, en particulier la concentration moyenne en carbone de l'acier, et la température de transformation. Ainsi, Greninger et Troiano [GRE49] ont observé des plans d'habitat différents pour les microstructures de bainite supérieure, de bainite inférieure et de martensite formées dans un même matériau. L'influence de la composition chimique (et de la température de

transformation) sur le plan d'habitat de la bainite inférieure formée dans des alliages différents est illustrée dans le tableau I.3.

Matériau	Méthode	Plan d'habitat	Référence
0.38C-1Cr-2.5Ni-1Mn-0.5Mo-0.08V	MET : observation sur la tranche, faisceau parallèle aux interfaces observées	Proche de $\{335\}_\gamma$	[LUO06]
Fe-7.9Cr-1.1C	Analyse de deux surfaces par microscopie optique et analyses MET	Proche de $(254)_\gamma$ ou $(-122)_\alpha$	[SRI68a] [SRI68b]
Fe-0.7C	MET : analyse de traces	Proche de $(385)_\gamma$	[OHM89]
5 aciers : 0.85-1.9C, faiblement alliés	MET : analyse de traces	1.0C → 1.8C : ~ $\{496\}_\gamma \rightarrow \{384\}_\gamma$	[OKA90]
Fe-0.8C-1.6Si-2.0Mn-1.0Cr-1.5Co	MET : Epaisseur des traces et utilisation des diagrammes de diffraction de Kikuchi	Bainite inférieure : à 5° de $(259)_\gamma$	[ZHA06]
Fe-0.4C-1.7Si-0.8Mn-1.8Ni	MET	≈ 2.5° de $(149)_\gamma$	[SER89]
Fe-Si-C	MET : analyse de traces	$(0.34; 0.67; 0.65)_\gamma$	[SAN82]
0.7C-0.3Si-0.7Mn	MET : Angles entre les traces	Proche de $(496)_\gamma$	[OHM71]

Tableau I.3 : Plans d'habitat observés dans des microstructures de bainite inférieure

Cependant, nous nous intéressons plus particulièrement aux plans d'habitat observés dans des microstructures de bainite supérieure dans des aciers bas carbone faiblement alliés. Selon Ohmori ([OHM71], [OHM91]), le plan d'habitat de la bainite supérieure se situe entre $\{110\}_\alpha$ et $\{451\}_\alpha$, soit entre $\{111\}_\gamma$ et $\{557\}_\gamma$. Néanmoins, les études les plus récentes sur la détermination du plan d'habitat par analyse de traces au MET sur les lattes de bainite [FUJ95] ou les sous-unités [OHT90] indiquent un plan d'habitat proche de $\{451\}_\alpha$ ou $\{223\}_\gamma$. De plus, les travaux réalisés par Lambert [LAM04] suggèrent un plan d'habitat proche de $\{223\}_\gamma$ et $\{557\}_\gamma$ avec une légère préférence pour ce dernier, mais cette fois-ci déterminé à partir d'interfaces rectilignes et parallèles (sur coupes) entre groupes de lattes et phase mère.

En effet, Lambert [LAM04] a déterminé le plan d'habitat par analyse de traces combinée à des cartographies EBSD. Tout d'abord le plan d'habitat est défini comme la direction moyenne des interfaces rectilignes des lattes d'un paquet de bainite. L'orientation d'un grain d'austénite parent est évaluée à partir de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ selon la méthode décrite dans le §I.2.4, puis les traces expérimentales repérées par rapport à un angle α par rapport à l'horizontale (voir figure I.19) sont comparées aux traces théoriques calculées pour les familles de plans $\{111\}_\gamma$, $\{223\}_\gamma$ et $\{557\}_\gamma$. Les plans de type $\{111\}_\gamma$ sont rejetés car les observations expérimentales sont relativement éloignées des traces de ces plans et plus de quatre directions de traces par grain ont été observées ce qui est supérieur à la multiplicité de cette famille de plans. Par ailleurs, malgré la plus forte multiplicité des familles de plans $\{223\}_\gamma$ et $\{557\}_\gamma$, la proportion de traces expérimentales proches des traces calculées est environ deux fois supérieure à ce que donnerait une répartition aléatoire de l'orientation des plans, et ce avec une correspondance légèrement meilleure pour les plans de type $\{557\}_\gamma$.

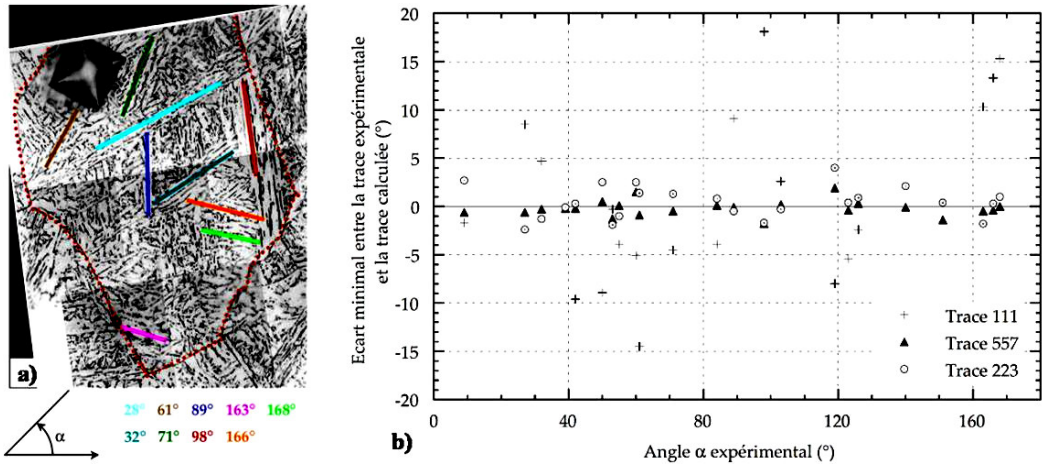


Figure I.19 : a) Mesure de l'angle α entre la trace du plan d'habitat et l'horizontale dans un ancien grain austénitique, b) Ecarts minimaux entre les traces expérimentales et les traces calculées. [LAM01]

Cristallographie de la latte de ferrite bainitique

Les aciers bas carbone faiblement alliés présentent une microstructure en lattes quelle que soit la température de transformation, dans le domaine qui nous intéresse. De plus, contrairement aux martensites en plaquettes, les bainites et les martensites en lattes ne présentent pas de structure interne de maclage mais une sous-structure constituée d'un réseau dense de dislocations.

Les lattes sont allongées dans la direction $<111>_\alpha$ (ou $<110>_\gamma$) et se regroupent par paquets présentant des orientations cristallines proches liées à un unique variant. Les lattes voisines à l'intérieur d'un paquet sont séparées par des joints de faible désorientation. Les travaux au MET de Lambert [LAM01] montrent que les désorientations entre lattes voisines sont de l'ordre de 3 à 4° en moyenne, avec des valeurs comprises entre 0.5° et 9.5°, cette valeur pouvant correspondre à la désorientation entre 2 variants différents issus d'un même grain parent. Les joints de lattes révèlent la présence de réseaux réguliers de dislocations, caractéristiques d'interfaces semi-cohérentes de faible désorientation. De plus, la densité élevée de dislocations génère des désorientations faibles (<2°) à l'intérieur même des lattes, jusqu'à créer parfois une sous-structure de cellules [LAM01]. Il est à noter que cette microstructure se forme à une température élevée (aux environs de 600°C).

I.3.5. Déformation de transformation

De façon similaire à la transformation martensitique, la transformation bainitique est accompagnée d'un changement de forme lié à une déformation de transformation avec une forte composante de cisaillement et une légère dilatation. La composante de cisaillement moyennée sur un paquet de bainite est d'environ 0.128, l'amplitude de la déformation de transformation totale étant d'environ 0.129 [WAY69]. La déformation de transformation d'une sous-unité a été mesurée au MET par Sandvik [SAN82] par rapport aux déplacements des macles d'austénite, son amplitude est estimée à 0.22. Des méthodes plus récentes permettant

d'étudier la topographie de surface avec une haute résolution ont permis de confirmer les observations de Sandvik. Ainsi Swallow et Bhadeshia [SWA96] ont obtenu une composante de cisaillement d'environ 0.26 à l'aide de la microscopie à force atomique. Il faut par ailleurs noter que la déformation de transformation de toutes les sous-unités d'un même paquet est identique.

Accommodation plastique dans l'austénite

De la relaxation plastique de la déformation de transformation a été observée expérimentalement à partir de l'étude de surfaces d'échantillons polis dans la phase austénitique puis transformés [SRI68]. Ainsi la surface austénitique adjacente ne reste pas planaire mais présente une courbure caractéristique d'une déformation par glissement. Des observations *in situ* au MET ont montré que la croissance de la bainite est accompagnée de la formation de dislocations dans et autour de la bainite [NEM74] et des observations directes de l'interface austénite/bainite montrent aussi l'existence d'une accommodation plastique dans les deux phases [BHA79]. Ainsi, des observations par microscopie à force atomique montrent un déplacement dans la ferrite bainitique plus régulier que dans l'austénite environnante. Swallow et Bhadeshia [SWA96] ont constaté que la déformation plastique s'étendait dans l'austénite sur une distance équivalente à l'épaisseur de la latte de bainite.

Selon Bhadeshia [BHA02], l'accommodation plastique de la déformation de transformation explique pourquoi chaque sous-unité croît jusqu'à une taille limitée qui est largement inférieure à la taille de grain austénitique. Les débris de dislocations diminuent la mobilité d'interface, ainsi, le paquet de bainite croît par la germination répétée de nouvelles sous-unités, principalement près de l'extrémité des entités existantes. Par ailleurs, l'héritage des déformations plastiques de l'austénite lors de la croissance des paquets de ferrite bainitique par la formation de nouvelles sous-unités pourrait expliquer les désorientations observées le long d'une latte de bainite.

I.4. Théorie phénoménologique de la transformation martensitique ou PTMC

Les objectifs de cette partie sont de :
- présenter la **théorie phénoménologique de la transformation martensitique** appliquée initialement aux **aciers chargés** (martensite micromaclée) et les modifications réalisées afin de pouvoir interpréter les microstructures de **martensite en lattes**. Cette théorie sera par la suite (chapitre IV) appliquée aux microstructures bainitiques.
- fournir certaines **données** définies par la PTMC appliquée à la martensite en lattes qui seront utilisées dans la suite de cette étude.

Dans les années 50, plusieurs auteurs ([WEC59], [BOW54]) ont proposé des modèles phénoménologiques permettant de prévoir les caractères géométriques de la transformation martensitique comme le changement de forme, les relations d'orientation et le plan invariant. Ces modèles reposent sur trois opérations :
- la transformation homogène de Bain (§I.2.1) qui permet de passer de la structure CFC à la structure CC,
- une rotation de corps rigide afin d'obtenir une ligne invariante et les relations d'orientation observées expérimentalement,
- un cisaillement « à réseau invariant » (ou LIS pour Lattice Invariant Shear) composé de glissements cristallographiques ou de micromaclages suivants des plans parallèles, afin d'obtenir un plan d'interface α'/γ macroscopique invariant, sans changer le réseau ou l'orientation du cristal.

Notons bien que ces modèles sont purement géométriques, ils sont dits opératoires ou phénoménologiques, c'est-à-dire qu'ils ne décrivent pas le mécanisme de la transformation (la succession réelle des mouvements atomiques) mais ils rendent compte de l'état initial et de l'état final de la transformation.

Cette théorie phénoménologique a été appliquée avec succès aux martensites en plaquettes maclées avec des plans d'habitat de type $\{259\}_\gamma$ ou $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$ mais elle ne permet pas de décrire la cristallographie des martensites avec des sous-structures de dislocations comme la martensite en plaquettes $\{225\}_\gamma$ ou les martensites en lattes $\{557\}_\gamma$. Pour tenter de rendre compte des caractéristiques cristallographiques de ces microstructures des aménagements de la théorie initiale ont donc été réalisés comme l'introduction d'un paramètre de dilatation [OHM89] ou d'un second cisaillement à réseau invariant ([ROS70], [KEL92] et [SAN83c]).

De par la forte similitude entre les caractéristiques cristallographiques des microstructures martensitiques et bainitiques, la théorie phénoménologique de la transformation martensitique a été appliquée aux microstructures bainitiques. Ces similitudes ont été à l'origine de la théorie displacive de la transformation bainitique, néanmoins nous n'utiliserons la PTMC que pour décrire les caractéristiques cristallographiques de la microstructure bainitique sans présupposer de mécanisme de transformation de phase.

Nous verrons plus loin que l'acier bas carbone microallié considéré dans cette étude présente, après traitement thermique, une microstructure en lattes avec des caractéristiques cristallographiques proches de celles de la martensite en lattes, avec en particulier un plan

d'habitat aux environs de $\{557\}_\gamma$. C'est pourquoi nous avons décidé d'appliquer la théorie à deux cisaillements à réseau invariant développée par Ross et Crocker [ROS70] et appliquée par Kelly [KEL92] aux martensites en lattes. Ainsi, le modèle développé par Kelly s'appuie sur les caractéristiques cristallographiques de la martensite en lattes obtenues en particulier dans les travaux de Sandvik et Wayman [SAN83a] (tableau I.4). Leurs observations ont été réalisées pour une correspondance particulière originellement adoptée par Wechsler, Lieberman et Read [WEC53] et retranscrites selon la correspondance de Bowles et MacKenzie [BOW54] par Kelly.

Plan d'habitat	Proche de $(557)_\gamma$ ou $(223)_\gamma$ c'est-à-dire un plan $(hhl)_\gamma$ à 9-12° de $(111)_\gamma$. Des déviations de quelques degrés par rapport à un plan exact $(hhl)_\gamma$ sont possibles.
Direction longue des lattes	$[1\text{-}10]_\gamma$ ~ // $[11\text{-}1]_{\alpha'}$
Relation d'orientation	$(111)_\gamma$ // $(101)_{\alpha'}$ à +/- 0.5° $[1\text{-}10]_\gamma$ à x° de $[11\text{-}1]_{\alpha'}$ avec x_{moy} = 2.5° à 3.9°, et x compris entre 0.5° et 5.1°.
Changement de forme	Direction inconnue, amplitude de 0.3 ou plus
Structure interne	Réseau dense de dislocations avec des dislocations vis $^a/_2\ [11\text{-}1]_{\alpha'}$ prédominantes.
Dislocations d'interface α'/γ	Réseau unique de dislocations vis $^a/_2\ [111]_{\alpha'}$ parallèles, approximativement parallèles à $[07\text{-}5]_\gamma$ espacées de 2.6 à 6.3 nm

Tableau I.4 : Caractéristiques cristallographiques majeures de la martensite en lattes (notée α')

Par ailleurs, Sandvik et Wayman [SAN83a] ont proposé que les dislocations vis $^a/_2[11\text{-}1]_\alpha$ dominantes soient un reliquat d'un cisaillement à réseau invariant. De même, le réseau de dislocations observé à l'interface α'/γ paraît satisfaire les critères pour une interface glissile, ce qui suggère que ces dislocations accommodent le désaccord des paramètres de maille entre les réseaux de l'austénite et de la martensite et est aussi la trace d'un second cisaillement à réseau invariant de la PTMC.

Ainsi, Kelly [KEL92] a choisi pour le variant de référence les systèmes de cisaillement suivants, qui sont des systèmes de cisaillement réels de la martensite ou de l'austénite :

- 1er cisaillement : La martensite en lattes ne présente pas de maclage interne, ce qui implique que le système de cisaillement est plutôt un glissement, ainsi le plan de cisaillement devrait être différent de $(112)_\alpha$ lié au maclage. On aboutit à un cisaillement de la forme $(hhl)[1\text{-}10]_\gamma$.
- 2nd cisaillement de la forme $(hll)[0\text{-}11]_\gamma$.

Le choix des plans des systèmes de cisaillement doit impliquer une amplitude des cisaillements et de la déformation de changement de phase raisonnable et un plan d'habitat proche de ceux observés expérimentalement.

Ainsi, la théorie développée par Kelly permet de rendre compte des caractéristiques cristallographiques de la martensite en lattes présentées sur le tableau I.4, avec en particulier un plan d'habitat de type $\{hhl\}_\gamma$ proche de $\{557\}_\gamma$ et une relation d'orientation proche des relations observées expérimentalement. En effet, la **relation**, que nous noterons pour simplifier, **de**

« Kelly » se situe entre les relations de KS et de NW, avec **$(111)_\gamma$ ~// $(101)_{\alpha'}$ et $[1\text{-}10]_\gamma$ à 2.94° de $[11\text{-}1]_{\alpha'}$**. Par ailleurs, la **déformation de transformation** prédite par le modèle varie entre **0.20 et 0.56** selon les systèmes de cisaillement considérés. Une déformation de transformation de 0.56 peut paraître élevée par rapport aux données expérimentales du §I.3.5. Néanmoins il s'agit ici de la déformation de transformation libre de contrainte avant toute accommodation (entre variants, avec l'austénite voisine). Cela implique une amplitude de cisaillement plus élevée que celle mesurée sur des lattes possédant un voisinage composé d'autres lattes de bainite ou d'austénite où l'accommodation d'une partie des déformations de transformation a déjà pu se produire.

I.5. Critères des modèles de sélection de variants liés à une détermination des textures à l'échelle globale (macroscopique)

Les relations d'orientation entre l'austénite et les produits de transformation, explicitées dans le §I.2.2, engendrent un nombre donné d'orientations cristallines des variants. Cependant, de nombreuses études, comme par exemple celles de Haslam et coll. [HAS73] et Borik et Richman [BOR67], ont montré, au moins sur coupes, que ces variants ne sont pas tous présents ou tout du moins pas avec la même fraction volumique. Le lecteur intéressé pourra également se référer aux revues de Ray et Jonas [RAY90] et de Gourgues [GOU07], cette dernière étant dédiée aux observations par analyse EBSD. Ce phénomène, appelé « sélection de variants », est connu pour avoir un effet significatif sur la texture développée par la phase fille à partir d'une phase mère « texturée ».

L'annexe A regroupe différents modèles de sélection de variants ayant pour objectif (initial) de prédire des textures à l'échelle globale. La plupart de ces modèles sont testés à partir de fonction de distribution des orientations et ne traitent pas la répartition dans l'espace des variants (sauf pour quelques études récentes avec analyse des microtextures par EBSD).

Les premiers modèles réalisés ont porté sur les transformations martensitiques à partir d'austénite préalablement déformée ou lors d'une transformation sous charge. Ils sont principalement fondés sur une **germination** de variants avec des orientations spécifiques favorisées par les **dislocations** ou autres défauts provenant de la déformation de l'austénite et/ou par les **interactions** entre les **déformations de transformation** et les **contraintes résiduelles** ou **appliquées** au sein de l'austénite. Une orientation spécifique des joints de grains austénitiques peut aussi amener à la sélection de variants particuliers, ce critère de sélection sera développé dans le paragraphe §I.6.1. Le phénomène de sélection de variants a, par la suite, été observé et modélisé lors de transformations diffusionnelles [YAS99] et aussi à partir d'une austénite totalement recristallisée [KES02].

Ces modèles permettent dans de nombreux cas de rendre compte, tout du moins qualitativement, des textures globales en termes de variants présents. Néanmoins, certains aspects majeurs ne sont pas pris en compte :

- Ils traitent souvent les variants un par un sans tenir compte des possibles interactions (déformation de transformation) entre variants voisins.
- Ils fixent une relation d'orientation donnée (souvent la relation de KS dans les aciers).
- Peu de modèles tiennent compte de la morphologie des variants, **sauf** en particulier celui de Cabus [CAB05] qui met en avant l'effet de coupe 2D sur une morphologie 3D non isotrope.

De plus, le calcul de la déformation de transformation des variants est varié et ne rend pas forcément compte des réalités expérimentales. La déformation de transformation d'un variant peut être calculée à partir de :

- La déformation de Bain uniquement. Dans ce cas, aucune ligne n'est invariante.
- La déformation de Bain et la rotation de corps rigide. Cette configuration permet de rendre compte de la relation d'orientation mais pas de l'existence du plan d'habitat.
- La déformation de Bain et un cisaillement hétérogène. Ce cas ne rend pas compte de la relation d'orientation.
- La PTMC « complète ».

I.6. Sélection de variants à l'échelle locale ou des microtextures

Les objectifs de cette partie sont de :

- Définir le cadre d'étude de la **sélection des désorientations entre variants** dans nos travaux. Un critère de sélection de variants à l'échelle locale repose sur la germination préférentielle au niveau des joints de grains. Cependant, dans cette étude, nous nous intéresserons plus particulièrement aux **distributions de variants à l'intérieur des anciens grains austénitiques**.
- Illustrer ce que nous appelons « sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale » :
    - Décrire les différents **regroupements** de variants observés dans les microstructures formées à « basse » et à « haute » température,
    - Comparer les **répartitions des angles de désorientation** entre variants voisins aux répartitions obtenues à partir des relations d'orientation classiques sans présupposer de sélection de variants.
- Introduire les **modèles** de sélection de variants proposés dans le but de décrire les configurations de variants observées (regroupements ou voisinage sélectif).

Dans nos travaux, nous allons nous intéresser aux microtextures bainitiques et martensitiques en lattes, c'est-à-dire à la répartition spatiale des variants à l'échelle de l'ancien grain austénitique. Et nous allons étudier une éventuelle sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale au niveau des joints de grains ou de regroupements spécifiques de variants. En effet, la disposition d'ensemble des variants et leurs orientations relatives déterminent les propriétés mécaniques des microstructures telles que déviation des fissures, taille des facettes de clivage…

I.6.1. Critère de sélection au niveau des joints de grains

Des études ont été menées pour déterminer s'il existe une corrélation entre les caractéristiques cristallographiques des joints de grains et les variants qui y germent afin de pouvoir expliquer les sélections de variants observées. Ainsi, Furuhara et Maki [FUR01] ont réalisé une revue sur la sélection de variants dans différents types d'alliages lors de la germination hétérogène sur des défauts de la matrice comme les joints de grains ou les inclusions lors de transformations diffusives ou de réaction de précipitation.

Trois configurations ressortent des études réalisées sur les joints de grains de forte désorientation, les sous-joints de faible désorientation et les joints de macles :

- les variants observés présentent une **interface à faible énergie**, souvent les plans denses, inclinés d'un angle le plus faible possible par rapport au plan de joint,
- les variants germent de façon **cohérente** autant que possible **avec les deux grains parents** adjacents c'est-à-dire qu'ils présentent une relation d'orientation avec les deux grains parents de part et d'autre du joint de grains,
- la **direction dense** des variants formés, 'commune' avec une direction dense de la phase mère, est presque parallèle au plan du joint.

Ces configurations peuvent être expliquées en termes de minimisation de l'énergie de germination du variant au niveau du joint. En effet, Lee et Aaronson [LEE79] ont démontré que l'énergie d'activation pour la formation d'un germe critique devient plus faible lorsque l'angle d'inclinaison de l'interface à faible énergie (ou plan dense) avec le plan du joint est réduite car la surface du joint de grain remplacée lors de la croissance du germe est augmentée. De la même manière lorsque la direction dense du germe est presque parallèle au plan du joint, l'énergie d'activation pour la formation d'un germe critique est faible puisque une forte surface de joint est éliminée par la formation d'un tel germe, cette configuration étant la plus efficace pour éliminer la surface du joint par la formation du germe. De plus, lorsque le germe présente une relation d'orientation avec les deux grains parents adjacents cela implique des interfaces α/γ de faible énergie avec les deux grains d'austénite adjacents, d'où une faible énergie de germination.

Furuhara et coll. [FUR08] ont étudié la sélection de variants au niveau de joints de grains austénitiques lors de la formation par transformation isotherme à 450°C de bainite supérieure dans un alliage Fe-9Ni-0.15C. Le plan du joint austénitique a été déterminé par analyse de traces couplée à des coupes sériées observées au MEB-EBSD. Ainsi Furuhara et coll. ont considéré quatre critères dont les trois cités précédemment, plus un critère basé sur l'accommodation des déformations de transformation (figure I.20) :

1. le variant de ferrite bainitique respecte, le plus possible, une **relation d'orientation** de type KS avec le grain d'austénite opposé,
2. le plan à faible énergie du variant c'est-à-dire le **plan dense**, qui est aussi considéré comme le plan d'habitat, est presque parallèle au plan du joint,
3. la **direction de croissance** des lattes ou aiguilles de ferrite bainitique est presque parallèle au plan de joint,
4. la germination de certains variants implique une **accommodation** des déformations de transformation.

De plus, quatre variantes du dernier critère ont été étudiées :

- l'accommodation est optimisée lorsque la composante de déformation maximale est presque parallèle au plan du joint ou alors à une direction de glissement dans le grain d'austénite opposé, c'est-à-dire que l'accommodation plastique peut se produire par glissement dans le joint de grains ou dans le grain d'austénite voisin,
- la déformation de transformation a été calculée de deux façons différentes, soit en utilisant une méthode sans accommodation plastique où la déformation de transformation est calculée à partir de la déformation de Bain et de rotations de corps rigide afin de rendre compte de la relation d'orientation de KS, puis la déformation maximale est obtenue selon les calculs de Luo et Weatherly [LUO87], soit en tenant compte de l'accommodation plastique en utilisant la PTMC à deux systèmes de cisaillement à réseau invariant de Kelly [KEL92].

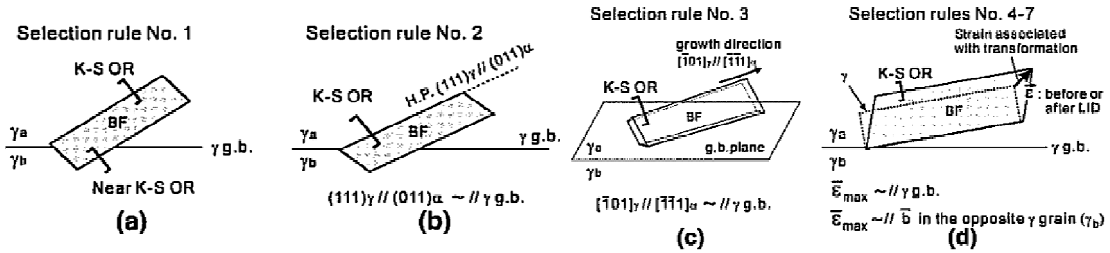


Figure I.20 : Illustrations schématiques des différents critères de sélection de variants de ferrite bainite aux joints de grains austénitiques [FUR08]

Lors des transformations bainitiques isothermes, deux temps de maintien ont été étudiés afin de déterminer la pertinence des critères de sélection de variants au fur et à mesure de la transformation de phase. Furuhara et coll. ont ainsi constaté qu'au début de la transformation une sélection de variants est reliée à deux des critères avantageux en termes d'énergie d'interface : les variants présentent une faible désorientation selon la relation de KS avec le grain d'austénite opposé, et la direction dense des lattes est presque parallèle au plan du joint. Quand la transformation se poursuit, les variants présentant des propriétés d'auto-accommodation de la déformation de transformation sont alors favorisés. Cependant il n'apparaît pas de préférence quant au choix entre les quatre variantes proposées liées au calcul de la déformation ou au type d'accommodation (tableau I.5).

Transformation Period at 723 K	Rule 1 Small Misorientation from K-S in γ_b	Rule 2 HP ~//GB	Rule 3 Growth Direction ~//GB	Rule 4 ε_{max} (No LID) ~//GB	Rule 5 ε_{max} (With LID) ~//GB	Rule 6 ε_{max} (no LID) ~//b in γ_b	Rule 7 ε_{max} (with LID) ~//b in γ_b
0.4 ks (N_{GB} = 9 N_{total} = 19)	84 pct	0 pct	68 pct	16 pct	37 pct	11 pct	21 pct
0.7 ks (N_{GB} = 9 N_{total} = 34)	38 pct	3 pct	35 pct	33 pct	29 pct	26 pct	38 pct

Tableau I.5 : Répartition des variants de ferrite bainitique selon les différents critères étudiés et ce pour deux temps de maintien isotherme. (N_{GB} : nombre de joints γ observés, N_{total} : nombre de variants de ferrite bainitique observés) [FUR08]

Ueda et coll. ([UED01a], [UED01b], [UED03]) ont étudié de façon approfondie, à partir d'analyses EBSD, la sélection de variants dans des bicristaux Fe-32Ni au niveau de joints de flexion symétriques <211> avec des angles de flexion variés (figure I.21.a) et des joints de torsion 90°{211} (figure I.21.b). Lors de la transformation martensitique par refroidissement ([UED01a], [UED03]), ils ont constaté que les variants observés au niveau des joints de flexion

et de torsion avaient leur plan d'habitat presque parallèle au plan du joint. Cependant, ils se sont intéressés plus particulièrement aux variants formés de part et d'autre des joints de flexion : ces variants, de forme lenticulaire, sont morphologiquement symétriques par rapport au joint (figure I.21.c) et ils satisfont la compatibilité de déformation liée à la transformation martensitique à travers le joint. Les auteurs ont ainsi proposé une explication de cette configuration de variants en termes d'auto-accommodation permettant une minimisation de l'énergie de déformation de transformation. La déformation de transformation de chaque variant est calculée à partir de la PTMC de Welchsler, Liebermann et Read avec comme cisaillement à réseau invariant : $\{112\}_{\alpha}<11\text{-}1>_{\alpha}$. Puis, ils ont calculé [UED03] la moyenne du tenseur de déformation des variants formés de part et d'autre du joint et ont constaté une réduction de la déformation de transformation par rapport à celle d'un variant seul. Pour développer cette théorie, l'énergie élastique d'interaction a été déterminée en considérant la partie symétrique de la déformation de transformation et la loi de Hooke dans un milieu élastique isotrope, l'équation suivante est obtenue :

$$U_0 = \frac{\nu.G}{1-2.\nu}.(\varepsilon_{xx}+\varepsilon_{yy}+\varepsilon_{zz})^2 + G.(\varepsilon_{xx}^2+\varepsilon_{yy}^2+\varepsilon_{zz}^2) + 2G.(\gamma_{xy}^2+\gamma_{yz}^2+\gamma_{xz}^2) \qquad \text{Eq.I.1}$$

où G est le module de cisaillement et ν le cœfficient de Poisson. Ainsi, l'énergie de déformation de transformation est minimale quand l'angle de déviation entre le plan de joint et le plan d'habitat du variant est proche de 0° ou de 90°. Or dans le cas où le plan d'habitat d'un variant est parallèle au plan du joint les déformations de transformation sont peu contraintes d'où la prédominance de ce type de variant. De plus, Ueda et coll. [UED03] constatent des regroupements de 4 variants de part et d'autre du joint de flexion à 180°, le tenseur de déformation moyen lié à ces 4 variants présente une réduction de la déformation supérieure à celle apportée par une configuration à deux variants.

Par ailleurs, dans le cas d'une transformation martensitique sous charge, Ueda et coll. [UED01b] ont constaté que la sélection de variants près d'un joint de flexion n'est pas influencée par la contrainte appliquée. En effet, les variants formés de part et d'autre du joint sont toujours ceux dont le plan d'habitat est presque parallèle au joint et qui respectent la compatibilité de déformation à travers le joint, et ce quelle que soit la valeur de l'énergie d'interaction entre la contrainte appliquée et la déformation de transformation, calculée selon la formule de Patel et Cohen (Annexe A), contrairement à la sélection de variants observée au niveau d'un joint de torsion de 90°{211} qui suit le critère de Patel et Cohen.

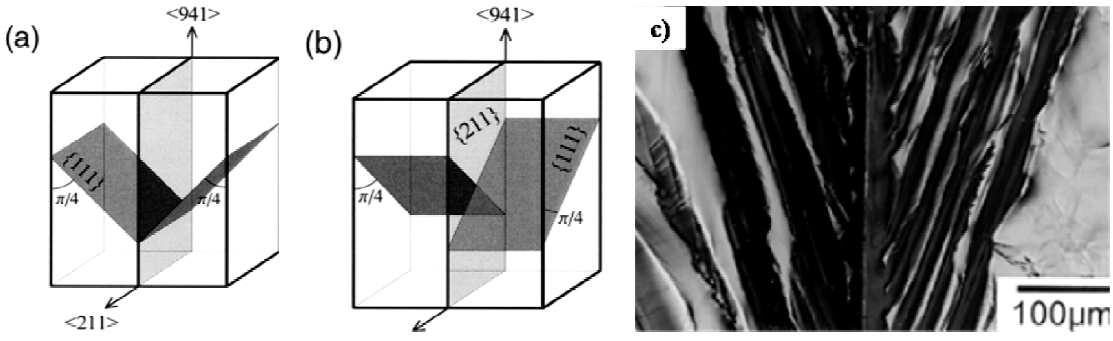


Figure I.21 : a) joint de flexion 90° <211>, b) joint de torsion 90°{211}, c) variants martensitiques morphologiquement symétriques de part et d'autre du joint. [UED01a]

I.6.2. Regroupement de variants dans les microstructures bainitiques et martensitiques

Dans ce paragraphe, nous allons étudier les différents regroupements de variants observés dans les microstructures bainitique et de martensite en lattes au sein d'un même grain parent.

Kalwa et coll. [KAL86] ont étudié des microstructures bainitique et martensitique en lattes en considérant la relation d'orientation de KS entre l'austénite et la phase produite. Un facteur important à prendre en considération lorsque l'on étudie les propriétés mécaniques et en particulier à rupture de polycristaux repose sur les désorientations entre lattes voisines. Ainsi Kalwa et coll. proposent différents regroupements pour les 24 variants et indiquent les désorientations entre les variants issus de ces regroupements.

Ainsi, les 24 variants issus de la relation de KS représentés sur une projection stéréographique peuvent être divisés en 3 groupes de 8 variants : dans chaque groupe, les 8 variants se situent sur un cône autour d'un pôle $\{100\}_\gamma$ et ils se déduisent d'un des trois variants de Bain par une rotation d'angle inférieur à 11° (figure I.22.a).

Cependant, du point de vue des mécanismes cristallographiques de la relation d'orientation, il paraît plus approprié de regrouper les variants de KS selon 4 groupes de 6 variants partageant un plan dense $\{111\}_\gamma$ commun (figure I.22.b). Les 24 variants peuvent également être regroupés en 12 groupes de 2 variants présentant une direction $<011>_\gamma$ commune et un même plan dense $\{111\}_\gamma$, la direction $<110>_\gamma$ // $<111>_\alpha$ étant communément considérée comme la direction de croissance des lattes. Le dernier regroupement possible, selon cette logique, est composé de 6 groupes de 4 variants présentant une même direction de croissance $<110>_\gamma$ mais différents plans denses $\{111\}_\gamma$ (2 en l'occurrence en zone avec la direction de croissance commune) (figure I.22.c). Le tableau I.6 présente les désorientations entre couples de variants issus d'un même groupe, et ce selon un axe de rotation commun par groupe. Ces résultats conduisent aux remarques suivantes :

- La désorientation de 60° $<111>_\alpha$ entre les variants des groupes de 2 peut également être exprimée par une rotation de 70.5° autour de $<0\text{-}11>_\alpha$. Les variants présentant une telle désorientation sont dit « en relation de macle ».
- Dans les groupes de 4 variants, on constate qu'un tiers des joints possibles sont de faibles désorientations.
- Pour chaque groupe de 6 variants, la direction commune de type $<0\text{-}11>_\alpha$ // $<111>_\gamma$ est normale au plan dense. Les angles de rotation autour de cet axe sont : 10.5°, 49.5°, 60° et 70.5°, avec une fréquence d'apparition double pour l'angle à 60°.

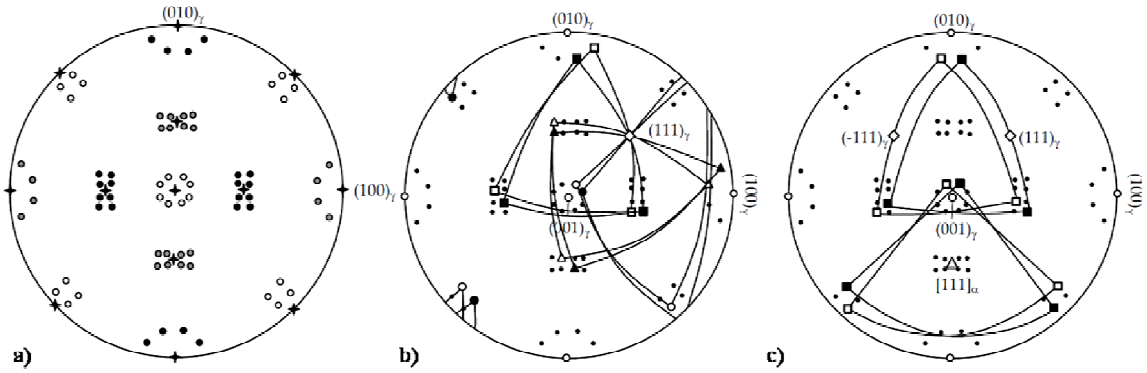


Figure I.22 : a) 24 variants issus de la relation de KS regroupés en 3 groupes de 8, b) Projection stéréographique dans le repère de l'austénite d'un groupe de 6 variants KS issus d'un même plan dense $\{111\}_\gamma$, c) Projection stéréographique d'un groupe de 4 variants KS ayant une direction de croissance commune $<111>_\alpha$. Les pôles {100} d'un même variant sont reliés par des lignes pour faciliter la lecture. [KAL86]

Nombre de		Rotation		Angle entre les pôles $\{100\}_\alpha$		
Groupes	éléments	Axe	Angle			
2	a	$<111>_\alpha$	60°	48,19°	48,19°	48,19°
4 (direction de croissance commune)	a	$<111>_\alpha$	60°	48,19°	48,19°	48,19°
	b		49,47°	39,95°	39,95°	39,95°
	c		10,53°	8,59°	8,59°	8,59°
6 (plan dense commun)	a	$<0\text{-}11>_\alpha$	70,53°	48,19°	48,19°	48,19°
	b		60°	60°	41,41°	41,41°
	c					
	d		49,47°	49,47°	34,42°	34,42°
	e		10,53°	10,53°	7,44°	7,44°

Tableau I.6 : Angles relatifs entre différents variants KS, d'après [KAL86]

D'après certains auteurs, les variants faiblement désorientés peuvent être favorisés dans la mesure où ils minimisent l'énergie d'interface, tandis que les variants en relation de macle peuvent être sélectionnés car ils limitent le changement de forme et diminuent l'énergie de déformation engendrée par la transformation. Les résultats expérimentaux regroupés par Kalwa et coll. montrent que les regroupements par 2, 4 et 6 variants ont été observés. Dans les groupes de 6 variants, certains auteurs ont constaté une répartition aléatoire des variants entre eux alors que d'autres indiquent une prédominance de variants voisins en relation de macle.

Gourgues et coll. [GOU00] ont étudié avec la technique EBSD les microtextures de martensite, de bainite et de ferrite aciculaire dans trois aciers bas carbone peu alliés. Ces microstructures ont été divisées en deux groupes selon la température de transformation de phase associée :

1. Basse température : martensite et bainite inférieure.
2. Haute température : bainite supérieure et ferrite aciculaire.

En effet, les variants proches des microstructures de martensite et de bainite inférieure sont toujours formés à partir d'un même plan $\{111\}_\gamma$ (groupes de lattes parallèles) et ils sont fréquemment en relation de macle, tandis que les variants de bainite supérieure et de ferrite aciculaire présentent peu de joints de macles et sont souvent formés à partir de plans $\{111\}_\gamma$ différents.

I.6.2.1. Basse température de transformation

Martensite en lattes

Morito et coll. ont étudié la cristallographie et la morphologie des microstructures de martensite en lattes ([MOR03], [MOR06]) dans différents aciers et alliages Fe-C par EBSD et MET, ainsi que l'effet de la taille de grain austénitique sur les microstructures martensitiques obtenues après transformation [MOR05]. Ces études confirment un regroupement des variants de martensite en paquets partageant un plan dense $\{111\}_\gamma$ commun, ainsi les lattes d'un paquet possèdent des orientations morphologiques proches (paquet de lattes parallèles). De plus, chaque paquet est divisé en blocs contenant chacun deux variants faiblement désorientés (environ 10° $<110>_\alpha$ selon la relation de KS) ou un seul variant, selon le taux de carbone de l'acier (figure I.23). Dans tous les cas, les six variants présentant un même plan $\{111\}_\gamma$ sont formés dans chaque paquet observé.

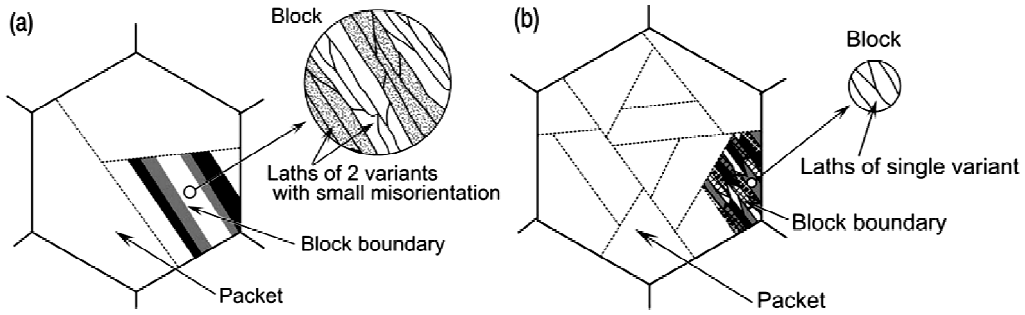


Figure I.23 : Illustrations schématiques des structures de martensite en lattes : a) alliages bas carbone (<0.4C, b) alliage haut carbone (0.6C)

L'effet de la taille de grain austénitique a été étudié sur trois aciers bas carbone faiblement alliés [MOR05]. La taille de grain austénitique varie de 370 à 2.3 µm. Morito et coll. ont constaté que la taille des paquets et l'épaisseur des blocs diminuent quand la taille de grain austénitique diminue, alors que l'épaisseur des lattes varie peu. De plus, les grains austénitiques d'environ 2 µm sont composés d'un paquet prédominant possédant les 6 variants possibles et d'autres paquets de volumes inférieurs.

Les analyses EBSD des travaux de Morito et coll. ont porté sur des paquets de martensite en lattes. Quant à Kitahara et coll. [KIT06], ils ont pu cartographier des zones correspondant à d'anciens grains austénitiques entiers, dans un acier bas carbone, grâce à une taille de grains austénitiques de départ d'environ 30 µm. Le même regroupement de variants en paquets, blocs et sous blocs est observé. Néanmoins ils constatent que la totalité des 24 variants n'est pas observée sur la cartographie réalisée et que parfois les six variants ne sont pas présents au sein d'un paquet, ceci étant peut-être fonction de la taille de ce dernier. L'identification des variants est réalisée à partir de la superposition de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ expérimentale de l'ancien grain d'austénite considéré et de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ théorique des 24 variants KS (figure I.24).

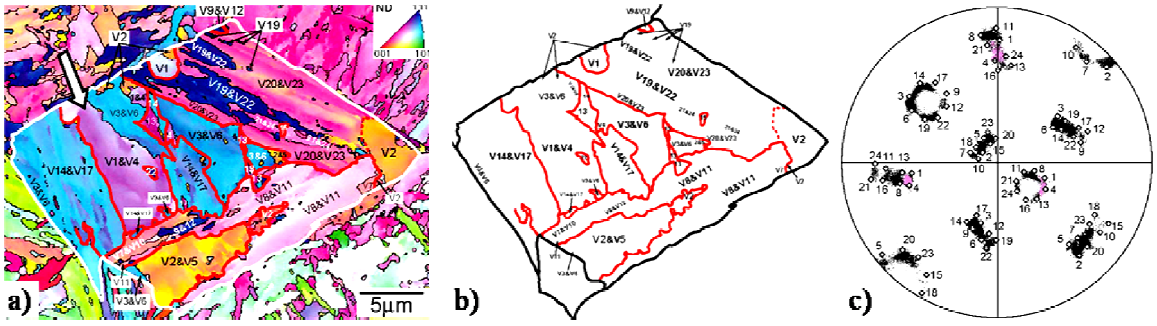


Figure I.24 : a), b) cartographies des joints de grains présents dans l'ancien grain austénitique observé et localisation des différents variants à l'aide de la figure de pôles {100}$_\alpha$ (c).

Réglé et coll. [REG04] ont étudié un acier 0.6C-1.5Si-1.5Mn composé de bainite, de martensite et d'environ 20% d'austénite retenue. La fréquence relative des variants martensitiques issus d'un même ancien grain d'austénite (repéré grâce à l'austénite retenue) a été étudiée (figure I.25). Réglé et coll. ont constaté que seuls les variants provenant d'un unique groupe de 6 étaient présents. Les études de Cabus [CAB05] sur les variants bainitiques obtenus dans le même acier ont montré sur coupes que les anciens grains austénitiques étaient principalement transformés en seulement deux groupes de 6 variants possédant un plan {111}$_\gamma$ commun.

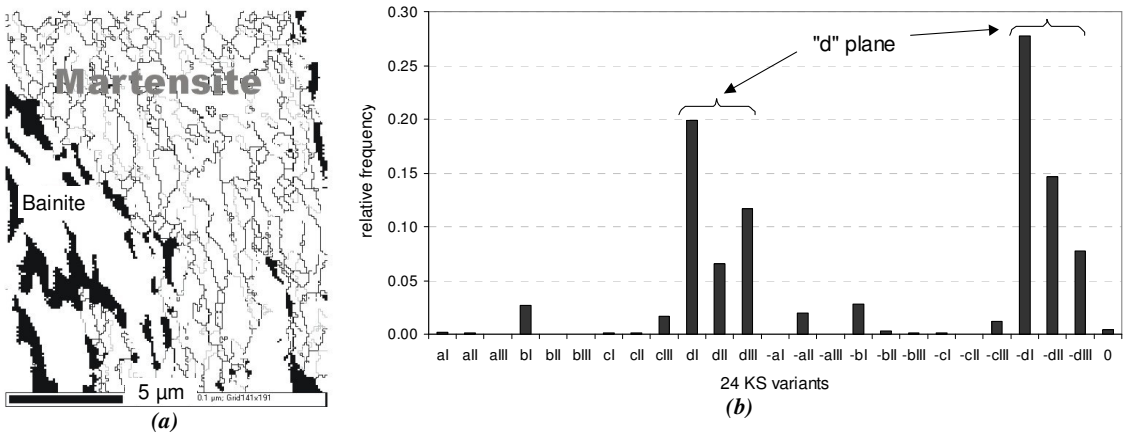


Figure I.25 : Fréquence relative des variants martensitiques nommés selon la notation de Bishop et Hill (b) correspondant à la cartographie EBSD (a)

Bainite obtenue à basse température

Pancholi et coll. [PAN08] ont étudié une microstructure bainitique obtenue par refroidissement continu dans un acier bas carbone fortement chargé (5Cr). Les variants de bainite à l'intérieur d'un ancien grain austénitique sont arrangés en colonies ou groupes morphologiques composés chacun de 3 variants (selon la relation d'orientation de NW) issus de zones de Bain distinctes, ces variants n'étant pas forcément voisins (figure I.26). La figure de pôles {110}$_\alpha$ issue d'un unique grain parent montre que les variants d'une colonie ont un pôle {110}$_\alpha$ commun ce qui impliquent qu'ils partagent un même plan {111}$_\gamma$, cette observation étant confirmée par les désorientations entre variants issus d'une même colonie. Ce regroupement est donc comparable aux groupes de 6 variants selon la relation de KS. De plus, ils ont étudié l'effet de la taille de grain austénitique, de 10 à 1000 µm, sur la fréquence d'apparition des variants et des colonies. Leurs résultats sont similaires à ceux de Morito et coll. [MOR05]. En effet, quelle que soit la

taille de grain austénitique le regroupement en colonies des variants de bainite est observé : pour les grains de grande taille, toutes les colonies sont présentes et la proportion des variants est similaire, cependant pour les grains austénitiques de petite taille, seule une colonie est prédominante, néanmoins un effet de coupe 2D pourrait fausser cette conclusion. On peut aussi noter que la morphologie de la bainite étudiée est plus proche d'une microstructure « en panier tressé », voire de ferrite aciculaire, que de la microstructure de bainite couramment rencontrée dans les aciers bas carbone.

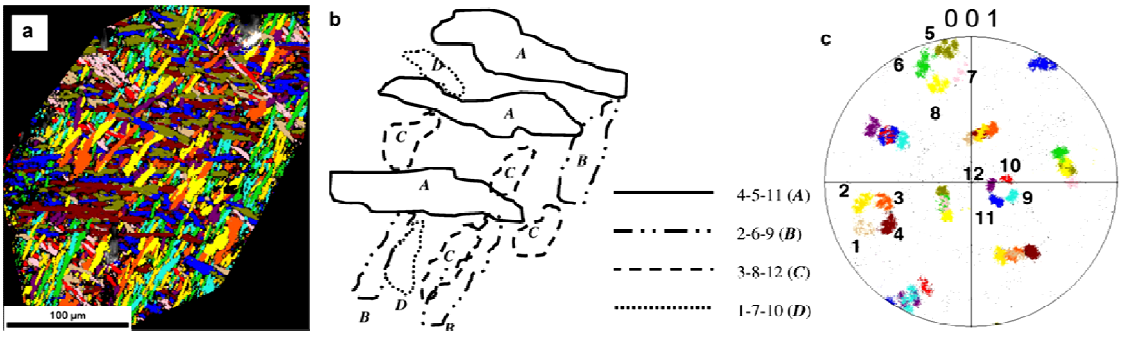


Figure I.26 : a) Orientations cristallines des variants α d'un même grain parent, b) schéma des 4 colonies considérées, c) figure de pôles $\{001\}_\alpha$ avec localisations des variants α [PAN08]

Kawata et coll. [KAW06] ont étudié la cristallographie de la bainite supérieure formée par traitement isotherme à 350°C dans des alliages Fe-9Ni-C avec un taux de carbone variant de 0.15 à 0.5. De façon similaire à l'arrangement des variants dans la martensite en lattes, un paquet bainitique est divisé en blocs et présente les six variants en relation KS possédant un plan $\{111\}_\gamma$ commun, cela étant peut-être dû à la faible température de transformation. En effet, Furuhara et coll. [FUR06] ont complété cette étude sur les mêmes échantillons de Fe-Ni-C après transformation isotherme à différentes températures : 450, 400 et 350°C. Ils ont ainsi constitué 3 catégories d'échantillons selon le type de regroupement des variants au sein d'un paquet, et ce en fonction du taux de carbone et de la température de transformation (figure I.27) :

- A : un paquet n'est constitué que de deux variants faiblement désorientés,
- B : un paquet est formé de trois blocs constitués de deux variants faiblement désorientés,
- C : un paquet est formé de six blocs comprenant un seul variant.

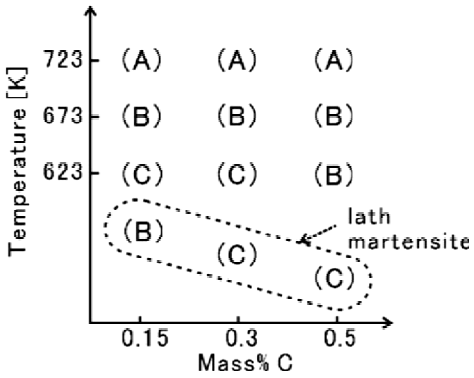


Figure I.27 : Regroupements de variants observés en fonction du taux de carbone et de la température de transformation isotherme [FUR06].

On constate que les paquets de type A sont rencontrés à 450°C, c'est-à-dire la plus haute température de transformation isotherme alors que les paquets de type B et C sont formés à plus basse température, ce qui appuie l'hypothèse que les regroupements par 6 variants possédant un plan $\{111\}_\gamma$ commun ne sont plus forcément observés dans les microstructures bainitiques formées à haute température.

I.6.2.2. Haute température de transformation

Lambert et coll. [LAM04] ont étudié la cristallographie de la bainite supérieure dans un acier bas carbone microallié. Sur des échantillons obtenus par transformation bainitique interrompue, Lambert a observé que l'étape de croissance se fait le plus souvent par la progression d'au moins deux réseaux de lattes fortement imbriquées et d'orientations morphologiques très différentes. Des pointés EBSD montrent cependant que ces lattes ont des orientations cristallines très proches, mais non confondues, et correspondent à deux variants d'une même zone de Bain (figure I.28). Ainsi, beaucoup de joints de faible désorientation sont rencontrés dans les paquets de bainite supérieure, entre des groupes de lattes ayant des orientations morphologiques différentes.

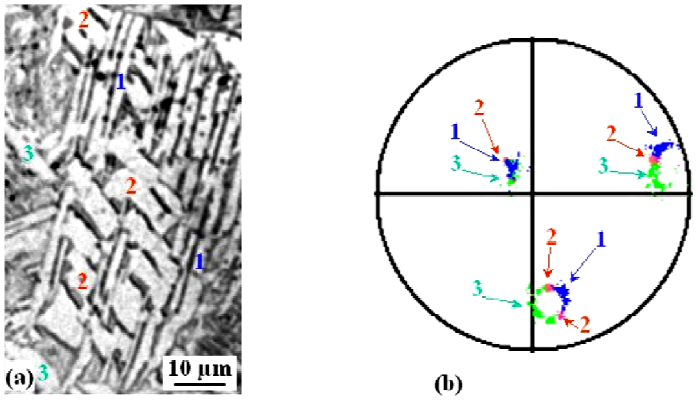


Figure I.28 : Cartographie EBSD d'un paquet bainitique partiellement transformé, a) Micrographie optique (attaque nital), b) figure de pôles $\{100\}_\alpha$ montrant que les familles de lattes non parallèles notées 1, 2 et 3 appartiennent à la même zone de Bain. [LAM04]

I.6.3. Répartition des angles de désorientation entre variants voisins

L'étude de la répartition des angles de désorientation, selon un axe donné ou non, entre variants voisins s'est développée avec l'utilisation de la technique EBSD permettant d'étudier des zones pouvant recouvrir jusqu'à plusieurs anciens grains austénitiques contrairement à l'observation par MET. La nature et la distribution des désorientations entre variants voisins ont été utilisées avec différents objectifs :

- décider d'une relation d'orientation : NW, KS ou une autre ([GOU00], [MOR03]),
- étudier les propriétés en termes de propagation de fissure dans une microstructure (par exemple : déviation d'une fissure de clivage pour des désorientations supérieures à 20°),
- identifier les joints de grains des anciens grains austénitiques en fonction des désorientations possibles entre variants issus d'un même grain parent selon une relation d'orientation donnée [GEY02].

Dans cette partie, nous allons tout d'abord nous intéresser aux distributions des désorientations observées dans le regroupement en paquets où les variants partagent un même plan $\{111\}_\gamma$, ce qui induit des désorientations données entre variants selon la relation d'orientation considérée ([KAL86], [BOU98]).

Ces regroupements spécifiques de variants pourraient laisser supposer certaines désorientations privilégiées entre variants voisins issus d'un même grain parent. Ainsi, la répartition des angles de désorientation issus de variants provenant d'un même grain parent est-elle aléatoire ou rend-elle compte d'une éventuelle sélection de variants voisins ?

Morito et coll. [MOR03] ont étudié la répartition des angles de désorientation des joints de blocs dans des alliages Fe-C et leur évolution selon le taux de carbone de l'alliage : 0.0026, 0.18 et 0.38 (% en masse). Pour cela, ils considèrent les angles de désorientation selon un axe de rotation $<110>_\alpha$. Le tableau I.7 regroupe leurs résultats, Morito et coll. ont constaté une répartition presque équiprobable des trois types de joints pour l'acier Fe-0.0026C, et une augmentation des joints de type 60° $<110>_\alpha$ avec l'augmentation du taux de carbone.

Rotation axis/angle	Corresponding variant pair	Ratio in block boundary area		
		Fe-0.0026C	Fe-0.18C	Fe-0.38C
[011]/60.0 deg.	V1–V3, V3–V5, V5–V1, V2–V4, V4–V6, V6–V2	56%	79%	83%
[011]/49.5 deg.	V1–V6, V3–V2, V5–V4	25%	7%	4%
[011]/70.5 deg.(Σ3) (=[111]/60.0 deg.)	V1–V2, V3–V4, V5–V6	19%	14%	12%

Tableau I.7 : Répartition des joints de blocs à partir d'analyses EBSD dans des alliages Fe-C [MOR03]

Puis, ils ont étudié la répartition des différents joints d'un paquet dans un acier IF au Mn, en considérant également les angles de désorientation selon $<110>_\alpha$. La figure I.29 présentant la répartition de ces angles possède quatre pics à environ 7°, 53°, 60° et 67°, avec une proportion de 60% de joints faiblement désorientés et une répartition proche de l'équiprobabilité pour les joints fortement désorientés. Ainsi, les blocs paraissent répartis de façon aléatoire dans un paquet.

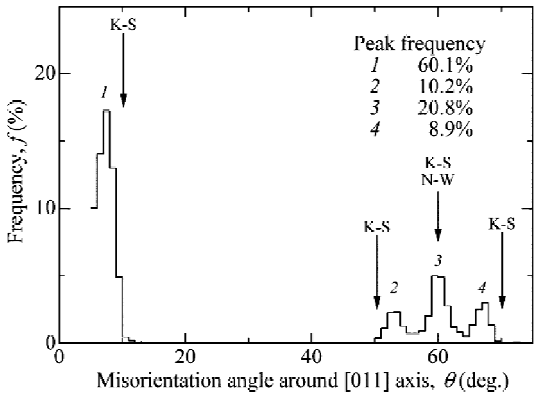


Figure I.29 : Distribution des angles de désorientation entre variants adjacents mesurés par EBSD dans un acier IF au Mn. Les désorientation théoriques des relations KS et NW sont indiquées par des flèches. [MOR03]

Furuhara et coll. [FUR06] ont étudié la répartition des angles de désorientation entre variants voisins sur des alliages Fe-Ni-C en fonction du taux de carbone dans l'alliage et de la température de transformation. La figure I.30 regroupe leurs résultats obtenus à partir d'analyses EBSD sur des microstructures de bainite et de martensite en lattes. On constate une forte proportion de joints de faible désorientation à la température de transformation bainitique la plus élevée (450°C) due au regroupement par 2 variants partageant un même plan $\{111\}_\gamma$ et une direction $<110>_\gamma$ commune, et de la présence dans le voisinage d'autres variants faiblement désorientés (en l'occurrence V8, V11 ou V13 à respectivement 10.5 et 14.9°). Par ailleurs, on constate qu'au voisinage du groupe de 2 variants étudiés, V1 et V4, les variants voisins ne forment pas d'autres « groupes de 2 ». L'augmentation du taux de carbone mène à une réduction de la proportion de joints désorientés de 70.5° selon $<110>_\alpha$ et la diminution de la température de transformation implique une plus forte proportion des joints fortement désorientés.

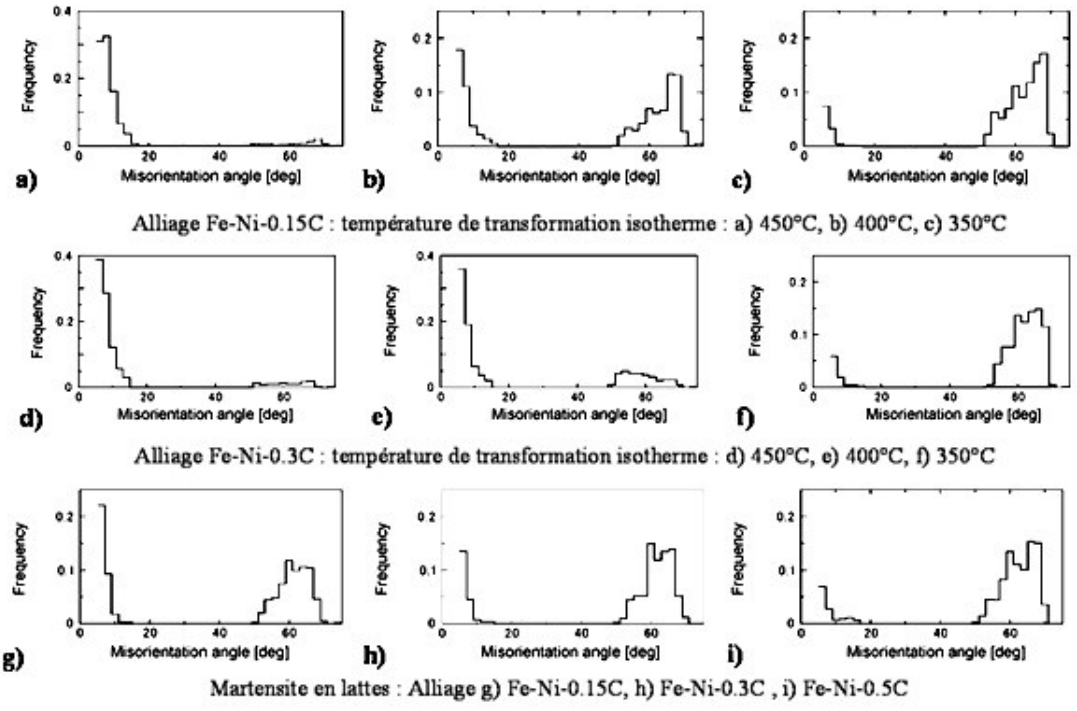


Figure I.30 : Répartition des angles de désorientation selon <110>$_\alpha$ des différentes microstructures étudiées [FUR06]

Afin d'étudier la répartition des angles de désorientation entre les 24 variants issus d'un même grain austénitique parent, Gourgues et coll. [GOU00] ont calculé les couples axe/angle de désorientation théoriques selon les relations d'orientation de KS et de NW ainsi que les distributions des angles de désorientation associées à une répartition aléatoire de variants présents de façon équiprobable (figure I.31.a). Gourgues et coll. [GOU00] ont alors pu comparer les distributions expérimentales des angles de désorientation entre variants voisins issus de microstructures martensites et bainitiques (figure I.31.b) aux répartitions théoriques.

Les microstructures formées à basse température, martensite et bainite inférieure, présentent un pic à 60° représentatif des joints de macles 60° <111>$_\alpha$ et les microstructures formées à plus haute température, bainite supérieure et ferrite aciculaire, montrent une forte proportion de joints avec de faibles angles de désorientation, aux environs de 6°, et deux pics aux forts angles de désorientation vers 53° et à 60°.

Les comparaisons des données expérimentales avec les distributions théoriques montrent une répartition non aléatoire des variants de ferrite voisins et ce pour les deux catégories de microtextures avec en particulier l'absence de variants voisins désorientés de 20° qui sont néanmoins prédits par les relations de KS et de NW, et une proportion faible de joints proches de 50°.

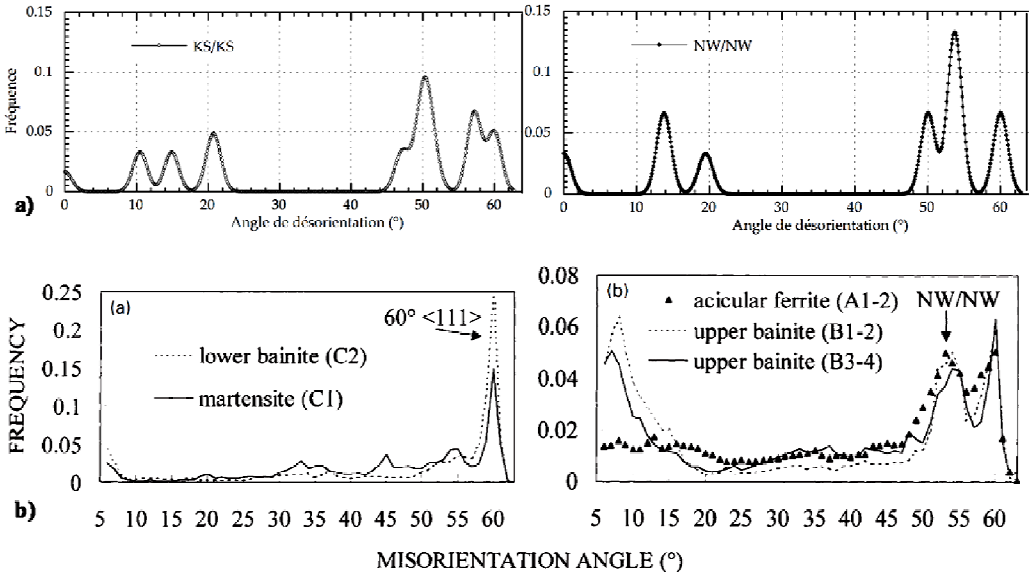


Figure I.31 : Histogrammes de la distribution des angles de désorientation entre variants issus d'un même grain parent a) théorique selon la relation de KS et NW, b) expérimentales [GOU00]

Ces observations ont été confirmées par les travaux de Lambert-Perlade et coll. [LAM04] sur un acier à basse teneur en carbone microallié présentant une microstructure de bainite supérieure, comme le montre la figure I.32 représentant la répartition des angles de désorientation entre variants voisins issus d'un même grain d'austénite où les joints à faible désorientation ont une proportion plus élevée que celle prédite par les relations classiques et les joints proches de 20° et 50° sont ici aussi absents.

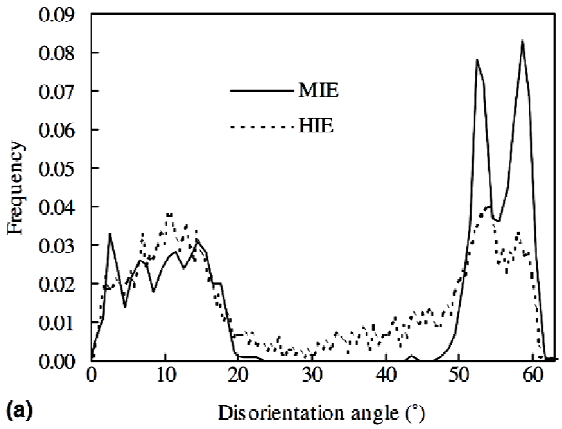


Figure I.32 : Histogrammes expérimentaux des désorientations entre paquets de bainite supérieure voisins [LAM04]

Ces sélections de variants à l'échelle locale ont également été observées dans les travaux de Kim et coll. [KIM00], Tu et coll. [TU08] et de Sonderegger et coll. [SON07] qui montrent aussi l'importance de l'étude des désorientations en considérant également les axes de rotation associés.

I.6.4. Critère d'auto-accommodation entre variants

Afin de comprendre les regroupements de variants et l'apparente sélection de variants voisins, certains auteurs ont proposé un critère basé sur l'auto-accommodation entre variants induisant une diminution de la déformation de transformation ou de l'énergie élastique stockée dans l'austénite, d'une façon comparable aux variants en relation de macle ou au 'couplage parallèle' proposé par Bokros et Parker (Annexe A).

Ainsi, Morito et coll. ([MOR03], [MOR06]) ont testé un critère d'auto-accommodation afin d'expliciter le regroupement des variants en paquets et en blocs dans les microstructures de martensite en lattes. Pour cela, ils ont utilisé la théorie phénoménologique de la transformation martensitique développée par Kelly (§ I.4) afin de calculer les déformations de transformation associées à chacun des six variants issus d'un même plan $\{111\}_\gamma$, les systèmes de cisaillement ayant été choisis de façon à minimiser l'amplitude de la déformation de transformation et d'obtenir un plan d'habitat proche de $\{557\}_\gamma$. Afin d'étudier une éventuelle auto-accommodation entre variants issus d'un même plan $\{111\}_\gamma$, l'amplitude de la déformation de transformation liée à la formation d'un variant a été comparée à celle obtenue après combinaison de plusieurs variants pris avec des fractions volumiques identiques. Les résultats, regroupés dans le tableau I.8, montrent que :

- toute combinaison de variants permet d'abaisser la déformation de transformation par rapport à celle obtenue pour un variant seul,
- concernant les couples de variants, la paire désorientée de $49.5°<110>_\alpha$ présente une déformation minimale, les variants en relation de macle réduisent peu la déformation de transformation et la paire la moins accommodante est celle formant les blocs, c'est-à-dire désorientée de $10.5° <110>_\alpha$.
- les 3 variants désorientés de $60°<110>_\alpha$ pris ensemble et les 6 variants du paquet pris ensemble induisent une forte réduction de la déformation de transformation (d'un facteur 10), identique pour ces deux configurations.

Variants	V1	V1+V2	V1+V3	V1+V4	V1+V6	V1+V3+V5	TOUS
Désorientation	-	$60°<111>_\alpha$	$60°<110>_\alpha$	$10.5°<110>_\alpha$	$49.5°<110>_\alpha$	$60°<110>_\alpha$	-
Déformation	0.242	0.228	0.123	0.186	0.049	0.024	0.024

Tableau I.8 : Déformation de transformation associée à différentes combinaisons de variants partageant un même plan $\{111\}_\gamma$. [MOR06]

Ainsi la formation de six variants avec des fractions volumiques égales dans un paquet peut être explicitée en termes de réduction de la déformation de transformation. Néanmoins ce critère ne permet pas d'expliquer la combinaison des variants faiblement désorientés formant les blocs.

Wang et coll. [WAN03] ont appliqué une méthode similaire afin de comprendre les regroupements par 3 ou 4 variants dans un alliage de titane. Une accommodation optimale est obtenue quant les termes hors diagonale de la déformation de transformation s'approchent de 0 et les termes diagonaux de 1, la minimisation des termes hors diagonale étant le critère le plus important. Les résultats issus du calcul de la déformation de transformation de différentes combinaisons de 3 ou 4 variants ont été confrontés aux données expérimentales obtenues après analyses EBSD. Ainsi, chacun des deux groupes de trois variants présentant une réduction de la déformation de transformation maximale est formé d'un seul type de joint : soit 60° [11-20],

soit 63.3° [-10 5 5 -3], ces derniers sont surreprésentés par analyse EBSD par rapport à une répartition aléatoire.

Barberis et coll. [BAR05] ont déterminé les groupes de variants théoriques induisant une énergie élastique minimum dans un alliage de zirconium et ce sans présupposer de fraction volumique fixe par variant, ce paramètre étant obtenu par le calcul. Pour cela, un calcul de l'énergie élastique liée à la déformation de transformation totale (associée à un changement de structure cristalline) des 12 variants est réalisé selon une méthode de multiplicateurs de Lagrange permettant d'obtenir la fraction volumique optimale de chaque variant, les variants étant regroupés en 3 familles de 4 variants présentant deux plans $\{110\}_\beta$ orthogonaux, chaque plan étant associé à deux variants désorientés d'un angle 2α selon $<110>_\beta$. Ainsi, les auteurs trouvent qu'au moins 6 variants sont nécessaires pour obtenir un minimum de l'énergie élastique avec deux variants par famille de plans orthogonaux différents présentant une fraction volumique inférieure à $^1/_3$. De plus, il n'existe que quatre configurations de base distinctes (à un élément de symétrie de la phase β près), pour chaque combinaison de 6 variants, les fractions volumiques de chaque variant sont fixées et on remarque qu'elle vaut 1/3 par famille considérée. Noter que 5 variants font presque aussi bien que 6 mais les combinaisons ne sont pas mentionnées dans l'article. Une analyse similaire a été réalisée par les mêmes auteurs sur des combinaisons de deux et trois variants. Le couple de variants menant à une minimisation de l'énergie est constitué de variants désorientés de 63°[4]. Quant au groupe de trois, il est composé de variants désorientés de 63°, présents dans les mêmes proportions, ce qui correspond à un des groupes de variants présentant une meilleure accommodation selon les calculs de Wang et coll. [WAN03]. Ainsi, ce modèle permet d'obtenir les fractions volumiques de variants optimales afin d'évaluer les textures globales ou les répartitions des angles de désorientation théoriques. Cependant, le calcul analytique est développé en élasticité alors que les déformations de transformation impliquent des déformations plastiques et il ne tient pas compte de la morphologie des variants de forme aciculaire.

Le modèle développé par Lambert [LAM04] et Gourgues [GOU03] tente d'expliciter la répartition non aléatoire de variants voisins, et ce en particulier dans les microstructures de bainite supérieure, par un critère de minimisation de l'énergie dans un système composé de l'austénite de morphologie isotrope et de deux variants de morphologie lenticulaire, censée représenter celles des groupes de lattes de bainite. Ainsi, les déformations de transformation associées à chacun des variants sont calculées à partir de la PTMC de Kelly (§I.4) puis un modèle micromécanique, sur lequel nous reviendrons dans le chapitre IV, permet d'étudier l'effet de différentes configurations de lattes sur l'énergie du système.

Ainsi, Lambert et coll. ont commencé par étudier quatre paires de variants représentatives des microstructures de bainite supérieure et de martensite en lattes pour 50% d'austénite transformée et une proportion égale des deux variants, en considérant la relation d'orientation issue de la PTMC de Kelly (tableau I.9):

- une paire « témoin » constituée de deux fois le même variant (V1-V1),
- des variants observés dans les blocs présentant de faibles désorientations, $4.7° <110>_\alpha$, et des plans d'habitat proches (V1-V2),
- des variants présentant de faibles désorientations $11.9°<133>_\alpha$ mais avec des plans d'habitat fortement désorientés (V1-V10),
- des variants avec le même plan d'habitat mais fortement désorientés $60.3°<433>_\alpha$, proches de la relation de macle (V1-V23).

[4] Il n'existe que 5 angles de désorientation entre variants issus d'un même grain parent selon la relation de Burgers : 11, 60, 61, 63 et 90°.

Du fait du comportement exclusivement élastique de la phase fille, l'énergie élastique est principalement stockée dans la ferrite qui présente des niveaux de contraintes irréalistes. Ce paramètre est donc probablement faussé par l'hypothèse d'une ferrite considérée élastique. Ainsi le raisonnement porte sur la contrainte équivalente dans l'austénite, puisqu'une déformation plastique de l'austénite peut finir par gêner la transformation de celle-ci en bainite [BHA02].

La configuration à un unique variant est alors la moins accommodante. Le couple V1-V2 présente une accommodation des contraintes faible et minimale par rapport aux deux autres. Le modèle indique que la configuration V1-V10, fréquemment observée dans les microstructures bainitiques étudiées, est capable d'accommoder partiellement les déformations de transformation en limitant les déformations plastiques dans la phase austénitique. Quant aux variants proches de relation de macle fortement présents dans les microstructures de martensite en lattes, ils présentent une accommodation maximale.

Pair of variants	Habit plane of second variant	Angle between habit planes	Misorientation angle	Stored elastic energy	Mean Von Mises equivalent stress in bainite (MPa)	Mean Von Mises equivalent stress in austenite (MPa)
1–1	$(5\,5\,7)_\gamma$	0°		1.00	392	392
1–2	$(\bar{7}\,\bar{5}\,\bar{5})_\gamma$	16.3°	4.7°	1.39	534	377
1–10	$(\bar{5}\,\bar{5}\,7)_\gamma$	89.4°	11.9°	1.72	654	321
1–23	$(\bar{5}\,\bar{5}\,\bar{7})_\gamma$	0°	60.3°	1.53	614	308

The value of stored energy is normalised by the value obtained for 50% of variant 1 alone.

Tableau I.9 : Résultats du modèle micromécanique de sélection de variants pour des couples de variants issus d'un même grain parent [LAM04]

Gourgues [GOU03] a complété ce modèle par une nouvelle loi de comportement élasto-plastique pour l'austénite obtenue à partir des travaux de Gautier et coll. [GAU94] et a étudié les 24 paires de variants possibles. La figure I.33 regroupe les résultats obtenus par Gourgues :

- les « meilleures » accommodations sont rencontrées pour les couples de variants désorientés de 52.3°<133>$_\alpha$ (V6, V8) et 55.4°<110>$_\alpha$ (V24) fréquemment rencontrés dans les microstructures de martensite, notamment pour le variant V24 dont le plan d'habitat est proche (environ 16°) de celui du variant V1,
- le variant en relation de quasi-macle que l'on retrouve classiquement dans la martensite en lattes, à savoir V23 (même plan d'habitat que V1), présente également une très bonne auto-accommodation avec V1,
- les autres variants fortement désorientés de 60° <110>$_\alpha$ (V12 et V13) possédant un plan d'habitat proche de celui du variant 1 présentent une bonne auto-accommodation,
- le « variant de bloc », V2, faiblement désorienté par rapport à V1 avec un plan d'habitat proche ne montre quasiment aucune accommodation par rapport à une configuration à un variant unique,
- les variants correspondant aux paquets de bainite supérieure, c'est-à-dire des variants faiblement désorientés avec des plans d'habitat fortement désorientés par rapport à V1 (V3, V5 et V10), ne montrent qu'une auto-accommodation limitée avec V1,
- les variants correspondant aux désorientations « interdites » entre voisins, c'est-à-dire des désorientations proches de 20°, sont encore moins accommodants (V4, V22).

Ainsi, les résultats du modèle suggèrent que l'auto-accommodation est presque optimale pour les paquets de bainite inférieure et de martensite mais elle est moins satisfaisante pour expliquer les regroupements de variants observés dans la bainite supérieure. Ainsi, soit il y a d'autres critères de sélection, soit il faut améliorer le modèle, soit les deux aspects sont à traiter. Nous avons fait le choix d'améliorer le modèle, ce qui fait l'objet du chapitre IV.

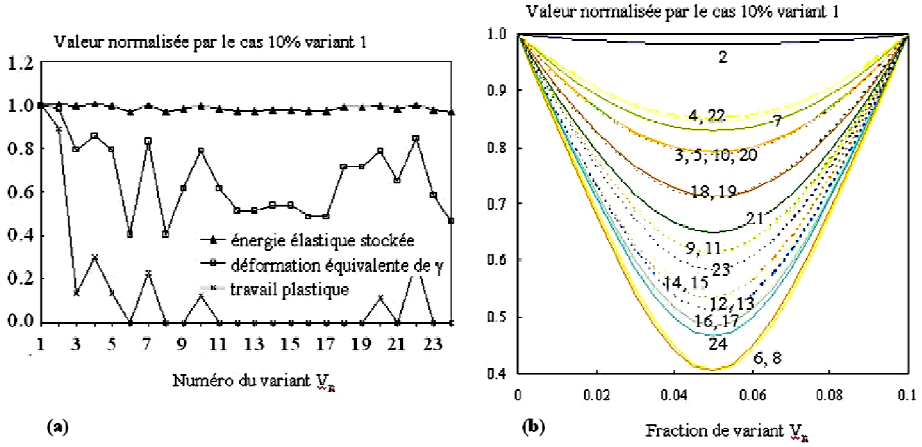


Figure I.33 : Résultats du modèle micromécanique pour les 24 couples (V1, Vn) possibles, a) pour 5% de chaque variant V1 et Vn en fonction du choix de Vn et b) contrainte équivalente dans l'austénite, pour 10% d'austénite transformée, en fonction de la fraction de variant Vn. Les courbes sont repérées par l'identité du variant n. [GOU03]

I.7. Bilan

Les similitudes cristallographiques de la martensite en lattes et de la bainite supérieure nous ont permis de justifier l'application de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique, rendant compte d'un plan d'habitat proche de $\{557\}_\gamma$, aux microstructures bainitiques considérées. Nous pourrons ainsi déterminer les déformations de transformation pour le modèle de sélection de variants, sans pour autant présupposer le mécanisme de transformation de phase (diffusionnel et/ou displacif).

Les modèles de sélection de variants à l'échelle 'globale', c'est-à-dire portant sur la présence de certains variants favorisés, présentent certains inconvénients quant à la prise en compte des caractéristiques de la transformation. De ce fait, nous ne les avons pas appliqués à notre étude sur la sélection des désorientations entre variants, comme on le verra dans le chapitre IV.

Une sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale en termes de regroupements spécifiques de variants et de variants voisins privilégiés ou absents a été observée dans des microstructures martensitiques en lattes et bainitiques. Plusieurs auteurs ont tenté d'expliquer ces regroupements par un critère d'auto-accommodation entre variants. Les résultats obtenus sont plus ou moins encourageants selon les microstructures étudiées et les types de regroupements considérés : les « paquets » de 6 variants avec un même plan $\{111\}_\gamma$, les blocs formés de deux variants faiblement désorientés avec un plan $\{111\}_\gamma$ commun ou les paquets de bainite supérieure constitués de variants faiblement désorientés. Ces modèles considèrent généralement une combinaison des tenseurs de déformation pour déterminer les couples ou groupements de variants accommodants. Cette méthode ne permet pas de prendre en compte la morphologie des variants. Quant au modèle évaluant l'énergie élastique stockée après la formation de plusieurs variants, il considère une phase fille élastique, alors que des observations expérimentables ont montré une accommodation plastique des déformations dans cette phase. Ainsi nous avons choisi d'améliorer le modèle de sélection de variants de Lambert [LAM04] et Gourgues [GOU03] en introduisant des lois de comportement élastoplastiques pour l'austénite et, surtout, pour la bainite.

CHAPITRE II : Campagne de torsion

Une campagne d'essais de torsion a été réalisée au Laboratoire de Traitements Thermomécaniques Claude Rossard de l'Ecole des Mines de St Etienne en collaboration avec F. Montheillet du Centre Sciences des Matériaux et des Structures. Ce mode de déformation a été choisi car il permet d'obtenir des déformations plastiques élevées qui sont considérées au cours de la transformation bainitique selon les résultats issus de la PTMC de Kelly (jusqu'à 0.56, §I.4), et ce avec des vitesses de déformation variées afin d'étudier ce paramètre, *a priori* inconnu lors de la transformation de phase.

II.1. Objectifs

Deux objectifs majeurs ont motivé cette campagne d'essais :

1) Caractériser les mécanismes de transformation de phase et en particulier explorer expérimentalement une éventuelle sélection des désorientations entre variants après une transformation bainitique, à partir d'échantillons présentant différentes microstructures de l'austénite avant transformation.

2) Acquérir les lois de comportement de l'austénite et de la bainite à haute température c'est-à-dire à des températures les plus proches possible de celles de la transformation de phase, afin d'enrichir le modèle de sélection de variants présenté dans le §I.6.4 et développé dans le chapitre IV. En effet, peu d'essais à haute température sur des aciers à basse teneur en carbone permettant d'obtenir les lois de comportement de l'austénite et surtout de la bainite ont été rapportés dans la littérature.

Ainsi, nous avons choisi de modéliser le comportement mécanique/rhéologique de la ferrite bainitique en début de transformation de phase (début de la phase de croissance) à partir d'essais sur la bainite à chaud afin d'étudier une microstructure de morphologie aciculaire avec la composition chimique de l'acier étudié, malgré la présence de carbures ou de MA (composés martensite/austénite). En effet, les données issues de la littérature ne sont pas unanimes quant à la composition en carbone du germe de ferrite bainitique : la ferrite bainitique est soit supposée se former avec une sursaturation de carbone, avec une partition du carbone dans l'austénite résiduelle se produisant juste après la transformation [BHA02], soit supposée présenter une composition en carbone à l'équilibre tout au long de la transformation [AAR90]. C'est pourquoi nous avons considéré que réaliser nos essais sur un acier ferritique à faible taux de carbone sans carbure (présentant généralement une microstructure constituée de grains équiaxes) ou sur une microstructure martensitique (ferrite sursaturée en carbone mais présentant une microtexture différente de celle des bainites formées à haute température, §I.6.2) ne constituait pas une meilleure alternative.

II.2. Matériau de l'étude

Le matériau étudié est un acier micro-allié à basse teneur en carbone de type HSLA pour High Strength Low Alloy steel (c'est-à-dire : acier faiblement allié à haute résistance), obtenu par laminage contrôlé. Cette nuance d'acier de grade E450, fournie par Dilliger Hüttenwerke [LAM01], sous forme de tôle de 40 mm d'épaisseur, est employée dans la construction offshore. Sa composition chimique est donnée dans le tableau II.1.

C	Mn	Ni	Si	Cu	Mo	Cr	Al	Nb	P	N	V	Ti	S
0.070	1.500	0.468	0.320	0.164	0.119	0.059	0.027	0.014	0.012	0.006	0.002	0.002	0.001

Tableau II.1 : Composition pondérale de l'acier étudié

La microstructure initiale de cet acier est ferrito-perlitique comme le montrent les métallographies de la figure II.1. Une structure de ségrégation en bandes, induite par la solidification et le laminage, est nettement visible. La taille de grain est hétérogène et varie de 2 à 10 µm à quart-épaisseur et de 2 à 20 µm à mi-épaisseur [LAM01]. Afin d'avoir une taille de grain la moins hétérogène possible et de minimiser les micro-ségrégations, tous les types d'échantillons ont été prélevés à quart épaisseur de la tôle. Les prélèvements ont été effectués selon le sens travers long de la tôle.

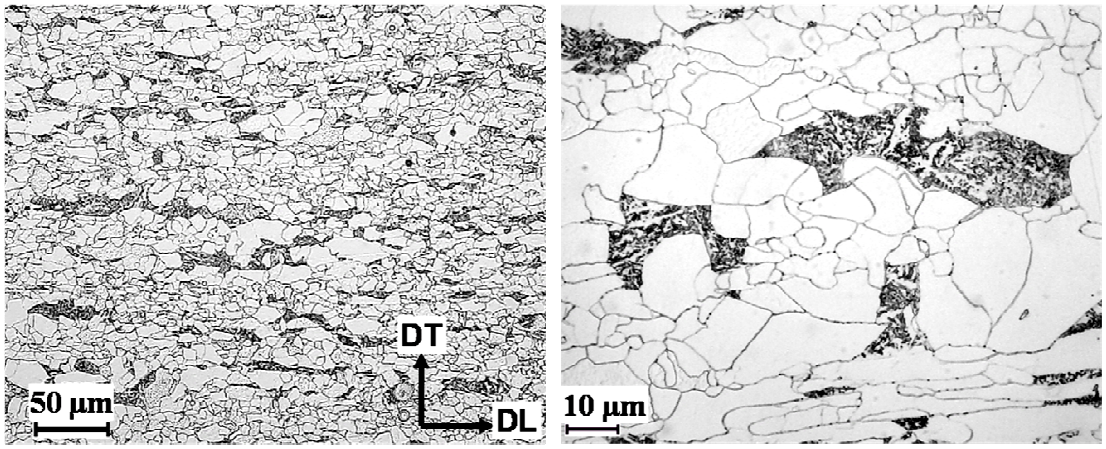


Figure II.1 : Microstructure ferrito-perlitique du métal de base à quart épaisseur après une attaque métallographique au nital 2% (Microscopie optique). DL et DT désignent respectivement la direction de laminage et la direction transverse.

Notre choix s'est porté sur cet acier, précédemment étudié par Lambert-Perlade [LAM01], car il présente une transformation de phase d'austénite en bainite pour des vitesses de refroidissement modérées et une taille de grain austénitique d'environ 60-100 µm contrôlable grâce aux éléments de micro-alliage (Nb). Des transformations bainitiques interrompues par trempe martensitique peuvent également être réalisées afin de mieux comprendre les mécanismes de transformation de phase. De plus, cet acier était disponible en quantité suffisante pour pourvoir à la réalisation de la campagne d'essais de torsion, ainsi qu'à des essais complémentaires : dilatométrie, transformations de phase isothermes.

II.3. Dimensionnement de la campagne

Avant d'entamer la campagne d'essais, les paramètres de déformation ont dû être fixés par rapport à nos besoins tout en tenant compte des conditions d'utilisation de la machine de torsion.

II.3.1. Taille de grain austénitique

La taille de grain austénitique visée doit être suffisamment élevée afin d'éviter une transformation de phase ferritique au refroidissement. Or Lambert-Perlade [LAM01] a obtenu une transformation bainitique pour des vitesses de refroidissement modérées pour une taille de grain austénitique d'environ 70 µm. Ainsi la taille de grain visée, après le recuit austénitique, se situe entre 60 et 100 µm. De plus, cette taille permet de pouvoir cartographier, par EBSD, un ou plusieurs anciens grains austénitiques par analyse selon la finesse de la microstructure.

Pour obtenir cette taille de grain austénitique, des paliers d'austénitisation de 5 minutes avec des températures comprises entre 1050°C et 1100°C ont été testés, la durée du palier étant fonction du temps nécessaire à l'homogénéisation de la température dans la zone utile de l'éprouvette de torsion. Afin de mesurer la taille des anciens grains d'austénite, nous avons réalisé un refroidissement en deux étapes en nous aidant de mesures de dilatométrie : le début du refroidissement s'est fait à la vitesse lente de 0.1°C/s afin d'obtenir une transformation ferritique et après environ 5 à 10% de transformation de phase, nous avons réalisé un refroidissement par hélium pour transformer l'austénite restante en bainite. Ainsi une partie des anciens joints de grains austénitiques était décorée par des grains ferritiques comme on peut le constater sur la figure II.2, ce qui nous a permis d'évaluer la taille de grain austénitique à l'aide de la méthode des intercepts linéaires.

La température optimale s'est avérée être de 1070°C avec une taille de grains hétérogène qui varie entre 50 et 100 µm. De plus, nous avons étudié si une variation de la durée du traitement d'austénitisation de 5 à 15 minutes conduisait à une croissance, homogène ou anormale, des grains. Nous avons constaté que l'intervalle de taille des grains austénitiques n'avait pas varié, cependant la proportion de grains de faible taille avait visiblement diminué. Par ailleurs, les recuits réalisés à 1100°C ont montré une croissance anormale des grains d'austénite, certains grains pouvant atteindre une taille de 200 µm, il apparaît donc important d'éviter les dépassements de température lors du traitement d'austénitisation.

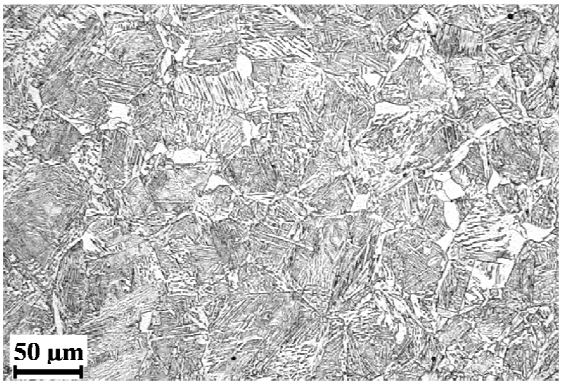


Figure II.2 : Microstructure ferrito-bainitique obtenue par refroidissement en deux étapes après austénitisation à 1070°C, attaque au nital 2% (Microscopie optique).

II.3.2. Températures de déformation

II.3.2.1. Températures de déformation de l'austénite

Un des objectifs majeurs de la campagne de torsion est d'obtenir les lois de comportement des phases austénitique et bainitique à des températures les plus proches possibles de celles du début de transformation bainitique. Or la température de début de transformation bainitique, notée B_S, est souvent inférieure à la température de début de transformation de phase de l'austénite en ferrite, notée Ar_3 (§I.3). Comme la microstructure austénitique n'est plus stable au-dessous de la température Ar_3, c'est donc cette dernière que nous allons chercher à approcher pour réaliser les essais de torsion.

Par ailleurs, nous voulons obtenir différentes microstructures d'austénite avant transformation afin d'étudier leur influence sur une éventuelle sélection des désorientations entre variants bainitiques :

- austénite déformée et non recristallisée avant transformation, pour ce faire la température de déformation doit se situer au-dessous de la température de non-recristallisation, c'est-à-dire la température au-dessous de laquelle l'austénite ne recristallise plus, notée T_{nr},
- austénite déformée puis recristallisée : l'essai doit être réalisé à une température supérieure à T_{nr} et surtout suivi d'un maintien en température avant le refroidissement pour assurer la recristallisation de l'austénite.

Ainsi deux températures critiques sont à évaluer pour définir les essais de torsion dans le domaine austénitique : T_{nr} et Ar_3, cette dernière étant influencée par l'état déformé de l'austénite. En effet, Petrov et coll. [PET04] ont constaté qu'une déformation par torsion à chaud au-dessous de T_{nr} dans un acier bas carbone faiblement allié menait à une augmentation de la température Ar_3. De plus, Benrong et coll. [BEN88] ainsi que Jun et coll. [JUN06] ont comparé les diagrammes de transformation en refroidissement continu, obtenus sur des aciers bas carbone faiblement alliés [Fe-0.15C-1.5Mn-0.35Si, Fe-0.05C-2Mn], avec ou sans déformation préalable de l'austénite à une température inférieure à T_{nr}. Ils ont constaté que la déformation de l'austénite induisait un déplacement vers le haut et la gauche des courbes, c'est-à-dire que les températures de transformation augmentent et que le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et perlite s'étend.

Afin d'évaluer la température Ar_3 de notre matériau, nous avons utilisé la formule issue des travaux de Ouchi et coll. [OUC82]. Ces derniers ont étudié l'évolution de la température de début de transformation γ-α en fonction des conditions de déformation de l'austénite au-dessous de T_{nr} et de la composition chimique de l'acier étudié. Quant à la température de non recristallisation, elle a été évaluée à partir de la formule de Boratto et coll. [BOR88]. Les déformations considérées dans ces travaux ont été réalisées par laminage à chaud, or la torsion permet d'obtenir des déformations plastiques et des vitesses de déformation analogues à celles du laminage à chaud, ce qui nous permet d'utiliser ces formules.

Température de début de transformation ferritique, Ar_3

Ouchi et coll. [OUC82] ont utilisé une méthode calorimétrique afin de mesurer les températures de début de transformation au refroidissement après laminage à chaud d'aciers

de compositions chimiques variées (voir tableau II.2). Le calorimètre détecte les faibles variations de la vitesse de refroidissement dues à la chaleur latente libérée lors de la transformation de phase. La précision des mesures sur la température Ar_3 est d'environ **± 5°C**.

%pd	C	Si	Mn	Cu	Ni	Cr	Mo	Nb	V
inférieur	0.03	0.15	0.80	0	0	0	0	0	0
supérieur	0.16	0.45	2.22	1.2	2.3	0.8	0.8	0.17	0.30

Tableau II.2 : Gammes de compositions chimiques des 173 aciers étudiés par Ouchi et coll. [OUC82]

Ainsi, Ouchi et coll. ont étudié l'influence de la composition chimique et des conditions de laminage, comme la température d'austénitisation, la température et le taux de réduction de laminage sur Ar_3, une vitesse unique de **refroidissement** de **1°C/s** ayant été considérée. Les auteurs ont constaté que, pour une taille de grain austénitique initiale fixée de **60 µm**, la température de début de transformation ferritique ne varie plus avec la déformation au delà de **50%** de déformation **cumulée** au-dessous de T_{nr}. Dans ces conditions, la température Ar_3 ne varie plus avec la température d'austénitisation et elle est seulement fonction de la composition chimique de l'acier considéré.

Ouchi et coll. ont ainsi obtenu la relation suivante par régression multiple qui permet d'évaluer la température Ar_3 après une déformation cumulée supérieure à 50% en fonction uniquement de la composition chimique de l'acier :

$$Ar_3(°C)= 910-310C-80Mn-20Cu-15Cr-55Ni-80Mo \quad (\%pondérale) \qquad \text{Eq.II.1}$$

Cette formule a été obtenue à partir de tôles de 8mm d'épaisseur, néanmoins nous l'avons appliquée telle quelle pour évaluer Ar_3 dans la partie utile cylindrique de nos éprouvettes de torsion de diamètre 6 mm. Un facteur modificateur, de 0.35*(t-8), est proposé par Ouchi et coll. pour tenir compte de différentes épaisseurs, t, de tôles. Ainsi pour une tôle de 6 mm la correction n'est que de 0.7 °C ce qui est largement inférieur à la précision de la mesure d'Ar_3.

Nous obtenons donc pour notre acier une température de début de transformation γ-α, Ar_3, d'environ **729°C,** sachant que la composition chimique de notre acier est bien comprise dans la gamme de compositions chimiques étudiée par Ouchi et coll.

Température de non recristallisation, T_{nr}

Boratto et coll. [BOR88] ont développé une technique permettant de déterminer la température de non-recristallisation, T_{nr}, ainsi que les températures de début et de fin de transformation de phase γ-α, respectivement Ar_3 et Ar_1, à l'aide d'un seul essai de torsion. Lors de cet essai, de multiples passes de déformation à chaud sont réalisées au cours d'un refroidissement continu. Les éprouvettes de torsion, présentant une partie utile de 20 mm pour un diamètre de 6.4 mm, ont subi un même recuit d'austénitisation de 15 minutes à 1260°C. Lors du **refroidissement** à **1°C/s**, **17 passes** successives ont été réalisées à un taux de déformation : $\varepsilon = 0.2$, une vitesse de déformation : $\dot{\varepsilon} = 2\ s^{-1}$ et à un intervalle de temps entre deux passes de **32 secondes**. Ainsi, les variables principales de cet essai sont le taux de

déformation par passe, la vitesse de déformation et la durée entre les passes qui peuvent être adaptées à un laminoir en particulier.

Le couple Γ et le nombre de tours θ, mesurés lors de cet essai, sont convertis en contrainte effective σ et en déformation effective ε de von Mises selon les formules suivantes [MAC94] :

$$\sigma = \frac{3.3\sqrt{3}.\Gamma}{2\pi R^3} \qquad \varepsilon = \frac{\theta.R}{\sqrt{3}.L} \qquad \text{Eq.II.2 et Eq.II.3}$$

où L est la longueur de la zone utile et R son rayon.

Le post-traitement permettant de déterminer les températures $T_{nr,}$ Ar_3 et Ar_1 s'obtient en traçant la contrainte d'écoulement moyenne (ou MFS pour Mean Flow Stress) par passe en fonction de l'inverse de la température absolue (figure II.3). Cette contrainte d'écoulement moyenne s'écrit de la façon suivante :

$$\overline{\sigma}_{eq} = \frac{1}{\varepsilon_b - \varepsilon_a}\int_{\varepsilon_a}^{\varepsilon_b} \sigma_{eq} d\varepsilon_{eq} \qquad \text{Eq.II.4}$$

où $\overline{\sigma}_{eq}$ est la contrainte d'écoulement moyenne par passe, σ_{eq} la contrainte d'écoulement équivalente de von Mises et $(\varepsilon_b - \varepsilon_a)$ représente la déformation équivalente due à la passe considérée. Maccagno et coll. [MAC94] ont constaté que **l'erreur expérimentale** sur les mesures de température entre des essais réalisés dans les mêmes conditions est d'environ **5°C**.

Ainsi, le graphe de la figure II.3 montre la dépendance de la contrainte d'écoulement moyenne envers l'inverse de la température absolue, il se divise en quatre parties :

I. La contrainte d'écoulement augmente modérément conséquemment à la baisse de la température.
II. La contrainte d'écoulement augmente plus fortement ce qui s'explique par le passage d'une austénite qui recristallise à une austénite qui ne recristallise plus ou qui ne recristallise que partiellement.
III. La contrainte d'écoulement diminue puis augmente délimitant le début et la fin de la transformation de phase de l'austénite en ferrite.
IV. La contrainte d'écoulement augmente grâce à l'effet combiné de la baisse de la température et de l'écrouissage de la ferrite.

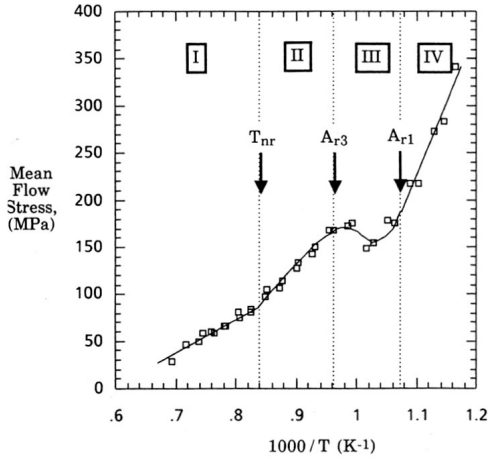


Figure II.3 : Dépendance de la contrainte d'écoulement moyenne en fonction de l'inverse de la température de la passe pour des échantillons déformés selon un processus à 17 passes successives (acier au Mo) [BOR88]

Boratto et coll. ont réalisé une analyse par régression linéaire permettant de corréler la température de non-recristallisation et la composition chimique de l'acier étudié à partir des données obtenues sur les 17 aciers microalliés de leur étude, plus celles sur 20 autres aciers issus de la littérature (tableau II.3). La formule proposée par Boratto et coll. pour évaluer T_{nr} est la suivante :

$$T_{nr} = 887 + 464.C + (6445.Nb - 644.\sqrt{Nb}) + (732.V - 230.\sqrt{V}) + 890.Ti + 363.Al - 357.Si$$

(%pondéral)

Eq. II.5

	%pd	C	Si	Mn	Ni	Cr	Nb	V	Ti	Al
Boratto	inférieur	0.04	0.15	0.41	0	0	0	0	0	0.016
	supérieur	0.17	0.50	1.9	0.45	0.67	0.06	0.12	0.06	0.052
Littérature	inférieur	0.04	0.15	1.16	0	0	0	0	0	0.002
	supérieur	0.08	0.29	1.44	0	0	0.05	0.12	0.11	0.065

Tableau II.3 : Gammes de compositions chimiques des 17 aciers étudiés par Boratto et coll. et de ceux issus de la littérature [BOR88]

La comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux issus du calcul montre une dispersion avec un **écart type** de **17°C**. La formule proposée par Boratto et coll. pour déterminer la température de non recristallisation n'est fonction que de la composition chimique de l'acier alors que les conditions de l'essai de torsion multipasses influencent fortement T_{nr} comme le montrent les travaux de Gomez et coll. [GOM02] sur un acier bas carbone microallié. Cela pourrait expliquer l'écart type relativement élevé. Ainsi, la formule de Boratto ne donne qu'une **indication** de la température de non-recristallisation pour notre acier dont les conditions de déformation diffèrent de celles utilisées par Boratto.

La température de non-recristallisation pour notre acier, calculée à partir de la formule de Boratto, est d'environ **822°C,** sachant que la composition chimique de notre acier est comprise dans les gammes de compositions étudiées sauf pour le nickel dont le taux est un peu plus élevé : 0.47 contre 0.45%pd et pour le cuivre qui n'a pas été renseigné par Boratto.

Par ailleurs, les températures de début de transformation γ→α déterminées par la technique expérimentale de Boratto sont en bon accord avec les valeurs obtenues avec la formule de Ouchi et coll. [BOR88], avec une déviation de 17°C.

En conclusion, en tenant compte d'une déviation de 17°C sur les températures de non-recristallisation et de début de transformation de phase γ→α venant d'être évaluées, les domaines de températures de déformation de l'austénite des deux types d'échantillons souhaités sont les suivants :

- **entre 805 et 746°C**, pour les échantillons **déformés** dans l'austénite au-dessous de T_{nr} en évitant la transformation de phase γ→α ,
- **au-dessus de 839°C** pour les échantillons **déformés puis recristallisés** avant refroidissement.

Pour la campagne d'essais, les échantillons ont été déformés à 770°C et 800°C dans l'objectif d'avoir une microstructure austénitique déformée avant transformation. Le fait d'éviter la transformation de phase (en ferrite équiaxe) prévalait sur une éventuelle recristallisation

partielle durant l'essai de torsion. Quant à l'échantillon déformé puis recristallisé dans le domaine austénitique, la température a été choisie largement supérieure à la température de non-recristallisation estimée, c'est-à-dire à 1000°C.

II.3.2.2. Températures de déformation de la bainite

Les essais de torsion dans le domaine bainitique ont pour unique objectif d'apporter des données sur le comportement mécanique de cette phase à haute température afin de déterminer une loi de comportement représentative de notre matériau en début de transformation de phase. En effet, une sélection de variants voisins à l'échelle locale (§I.6) a été constatée dès le début de la transformation de phase après l'étude d'échantillons partiellement transformés ([LAM01], [FUR08]). De plus, nous cherchons à étudier un critère d'auto-accommodation entre variants induisant la germination privilégiée de certains variants afin de réduire l'énergie du système {austénite + variants de bainite}, ce qui nous a amené à nous placer dans le modèle (chapitre IV) en début de transformation de phase avec 10% d'austénite transformée. Par ailleurs, nous voulons également réaliser un essai à plus basse température, correspondant approximativement à 50% d'austénite transformée, afin de nous donner la possibilité d'étudier dans le modèle l'évolution des couples de variants sélectionnés à une étape plus avancée au cours de la transformation.

Afin de définir les températures de déformation dans le domaine bainitique, nous avons construit le diagramme de transformation en refroidissement continu ou TRC de notre matériau pour déterminer les températures correspondant au début (10%) et à environ 50% de transformation bainitique et ce pour différentes vitesses de refroidissement.

Le TRC a été construit sur un dilatomètre absolu de type Armines-Adamel [POK94]. Les éprouvettes sont des cylindres pleins et pointus de 10 mm de long, dont les pointes ont été tronquées, et de 2 mm de diamètre. La dilatation longitudinale est mesurée grâce à un capteur de type LVDT (Linear Variable Differential Transducer). Le four à radiations est régulé à l'aide d'un Eurotherm couplé à un thermocouple de type K soudé au niveau du diamètre médian de l'éprouvette. Un flux constant d'argon au niveau de l'éprouvette limite son oxydation.

Détermination du diagramme de transformation en refroidissement continu ou TRC

Les essais de dilatométrie présentent une même condition d'austénitisation à 1070°C avec un palier de 5 minutes, correspondant au traitement thermique optimum du §II.3.1 permettant d'obtenir la taille de grain austénitique visée, puis un refroidissement à 5°C/s dans le domaine austénitique jusqu'à 800°C a été réalisé afin que les différents échantillons testés soient restés au-dessus de 1000°C pendant la même durée. En effet, si le refroidissement avait débuté à 1070°C, l'échantillon refroidi à la plus faible vitesse, soit 0.1°C/s, serait resté 700s (après le palier) au-dessus de 1000°C contre moins de 2 secondes pour l'échantillon présentant la vitesse de refroidissement la plus élevée, 45°C/s, ce qui aurait pu induire une différence de taille de grain austénitique et ainsi influencer les températures de transformation de phase. Puis, les échantillons sont maintenus 5 minutes à 800°C afin d'assurer l'homogénéisation de la température dans l'éprouvette. A partir de ce palier, 10 vitesses de refroidissement ont été testées dans un intervalle compris entre 0.1°C/s et 45°C/s. Pour atteindre les vitesses de

refroidissement les plus élevées (supérieures à 20°C/s), l'hélium utilisé pour la trempe circule au préalable dans un serpentin de cuivre plongé dans un dewar d'azote liquide.

Les températures de début et de fin de transformation, Ar_3 et Ar_1, sont déterminées par la méthode des tangentes, puis la loi des mélanges appliquée à la courbe de dilatométrie entre Ar_3 et Ar_1 permet de calculer l'évolution du taux d'austénite au refroidissement (figure II.4).

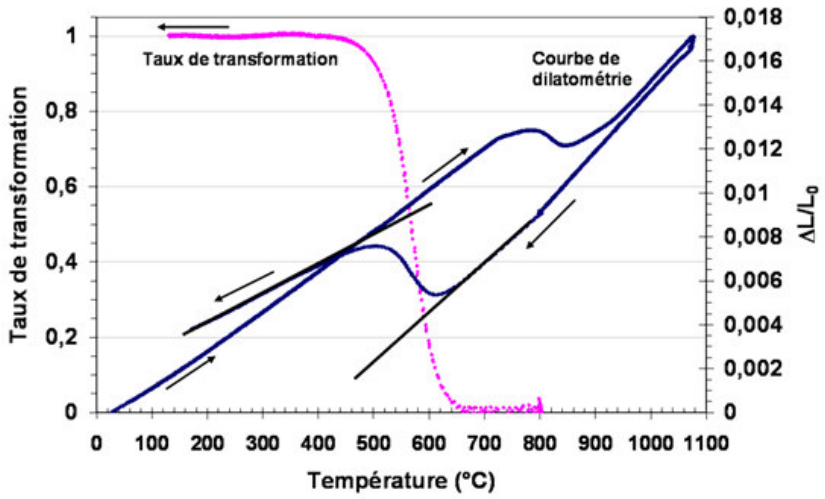


Figure II.4 : Détermination des températures de transformation pour différents taux de bainite formée, à partir de la courbe de dilatométrie pour un refroidissement à 30°C/s.

A l'aide des courbes de dilatométrie, nous avons relevé les températures pour différents taux de transformation de l'austénite en ferrite et perlite et/ou en bainite, soit 5%, 50% et 95% de transformation. Par ailleurs, l'étude dilatométrique est complétée par une étude micrographique des éprouvettes afin de déterminer la nature des constituants formés, ainsi que par des essais de microdureté Vickers. La figure II.5 présente le diagramme TRC obtenu pour l'acier microallié étudié, les mesures de microdureté Vickers ($HV_{0.5}$) sont indiquées en dessous des courbes de refroidissement. Pour certaines microstructures présentant des valeurs de microdureté similaires, seule une valeur moyenne figure sur le TRC. Par ailleurs, on constate que, pour des vitesses de refroidissement supérieures à 20°C/s, les courbes de refroidissement présentent un aspect non-logarithmique qui est dû au retard à l'évacuation de la chaleur latente de transformation, entre 600°C et 400°C, et aux limitations de la machine quant à ses capacités de refroidissement à des vitesses élevées et ce surtout en fin de refroidissement où certaines courbes peuvent se croiser.

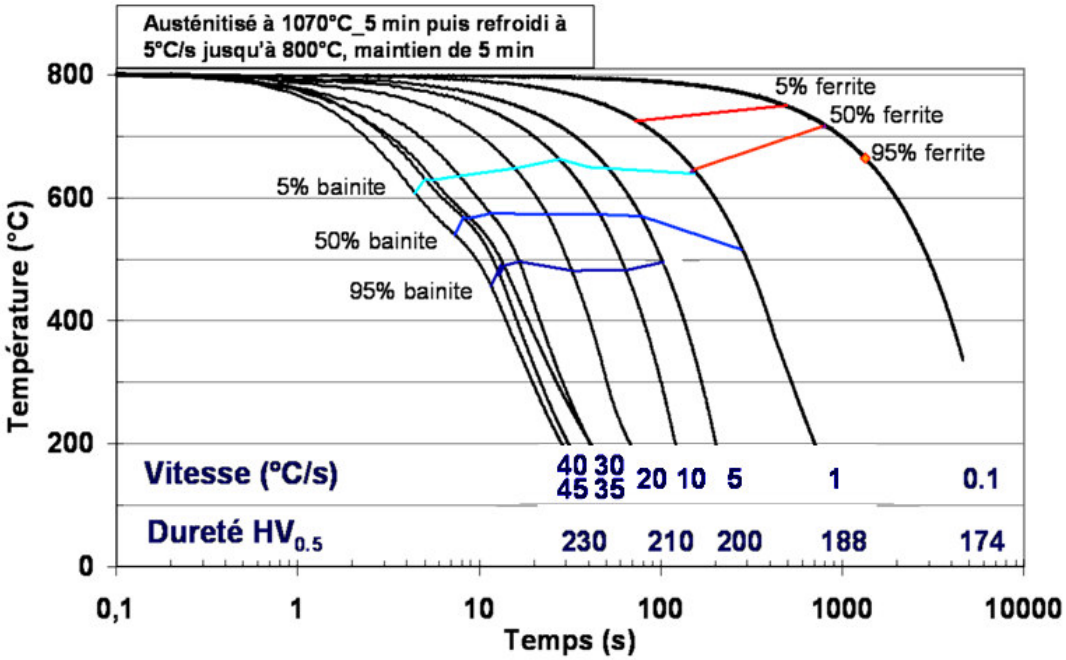


Figure II.5 : Diagramme TRC avec indication des mesures de microdureté Vickers.

La figure II.6 présente les micrographies obtenues au centre d'une coupe des éprouvettes de dilatométrie réalisée au niveau du thermocouple, suite au cycle thermique imposé. Les microstructures suivantes ont été observées :

- Après un refroidissement lent à 0.1°C/s, la microstructure est ferrito-perlitique (figure II.6.a).
- A 1°C/s, la microstructure est composée de ferrite, principalement localisée aux anciens joints de grains austénitiques, et de bainite (figure II.6.b).
- A 5°C/s, la microstructure est principalement bainitique mais il semble y avoir des grains de ferrite au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Cependant, la proportion de ferrite dans l'échantillon doit être faible car la transformation ferritique n'est pas visible sur la courbe de dilatométrie (figure II.6.c).
- A partir de 10°C/s et jusqu'à 45°C/s (vitesse maximale de refroidissement obtenue par refroidissement à l'hélium), les microstructures observées sont totalement bainitiques (figures II.6.d et e).

Un échantillon a subi le traitement d'austénitisation à 1070°C puis a été trempé à l'eau afin d'obtenir une microstructure martensitique (figure II.6.f). La microdureté Vickers de cet échantillon est de 350 $HV_{0.5}$, ce qui est nettement supérieur aux duretés obtenues pour les microstructures bainitiques.

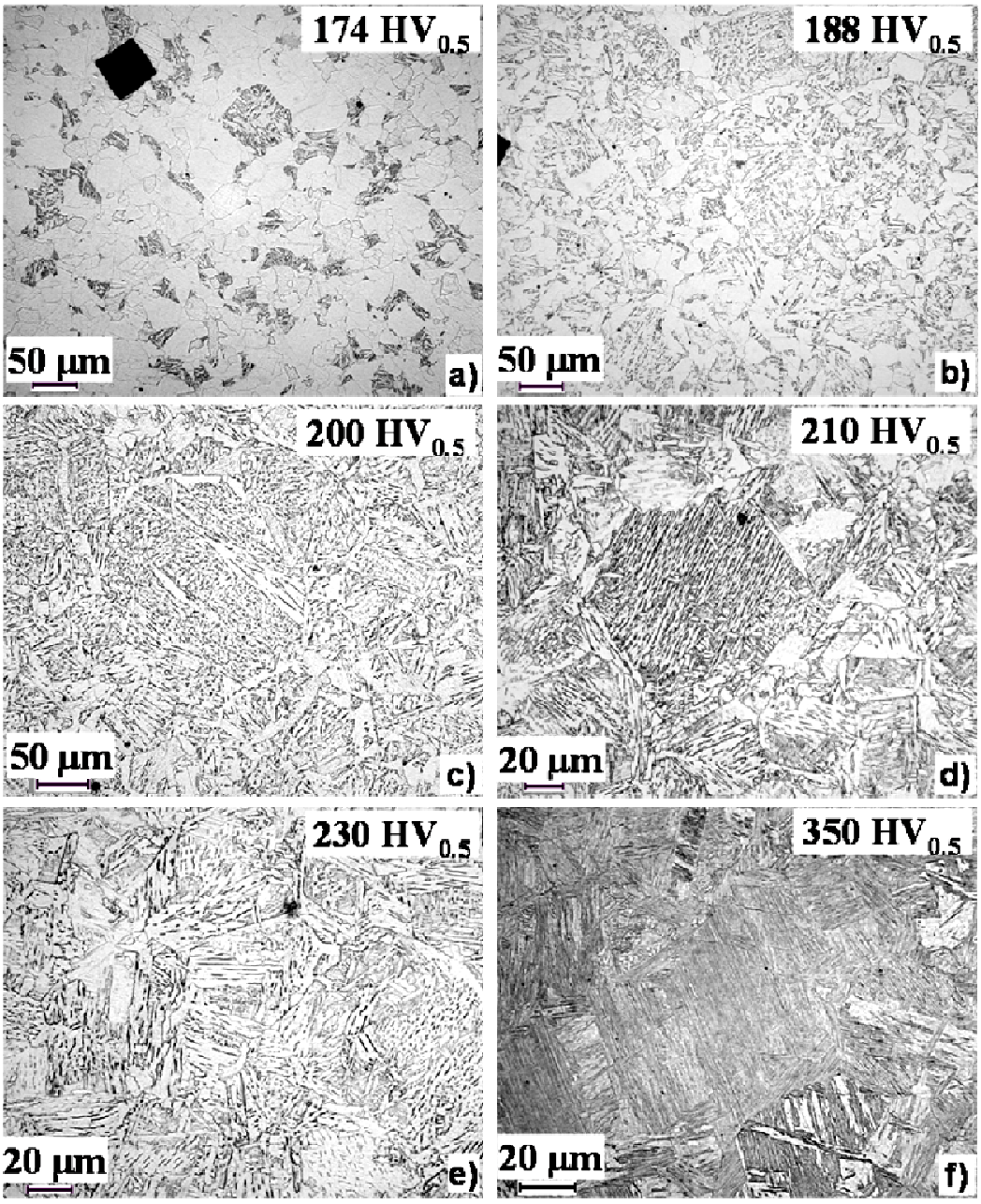


Figure II.6 : Micrographies des échantillons de dilatométrie obtenues après attaque nital 2% après les refroidissements suivants : a) 0,1°C/s, b) 1°C/s, c) 5°C/s, d) 20°C/s, e) 45°C/s et f) trempe à l'eau froide.

Lors de la campagne de torsion, la vitesse de refroidissement au niveau de la zone utile de l'éprouvette n'est pas connue précisément car le thermocouple de pilotage et de contrôle se situe dans la tête de l'éprouvette (figure II.8). Par ailleurs, on constate que dans le domaine correspondant à des vitesses de refroidissement entre 10°C/s et 35°C/s, les températures de transformation de phase d'austénite en bainite pour un taux de transformation donné sont relativement constantes. Par conséquent, les deux températures de déformation associées à

environ 10% et 50% d'austénite transformée ont été choisies pour des vitesses de refroidissement comprises entre 10 et 35°C/s.

II.3.3. Déformation maximale imposée

Une unique déformation maximale imposée, $\varepsilon = 0.7$, a été choisie pour les essais de torsion dans les domaines austénitique et bainitique. Cette dernière a été prise légèrement supérieure à la déformation de transformation maximale obtenue grâce à la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMC) utilisée dans le modèle de sélection de variants présenté dans le chapitre IV, soit $\varepsilon = 0.56$. Ce taux de déformation peut paraître élevé par rapport aux déformations macroscopiques de transformation de phase d'environ 0.2 généralement observées. Cependant, les déformations locales au niveau des variants de ferrite bainitique avant toute accommodation sont supposées être plus élevées. C'est pourquoi nous avons considéré de prime abord la gamme complète des déformations obtenues par Kelly [KEL92] (§ I.4), comprises entre environ 0.2 et 0.56.

II.3.4. Vitesses de déformation

La vitesse de déformation maximale de la machine de torsion est de 20 s^{-1}, cependant à cette vitesse de déformation des problèmes de bruit importants sont rencontrés. Ils sont déjà observables, dans une moindre mesure, à la vitesse de 10 s^{-1} qui sera notre vitesse de déformation maximale.

Par ailleurs, la vitesse de déformation des essais de torsion doit être liée à la vitesse de transformation de l'austénite en bainite afin d'être représentatif des contraintes à accommoder dans les deux phases lors de la transformation de phase.

Afin d'évaluer la vitesse de déformation à appliquer lors des essais de torsion, nous avons tenté d'estimer une vitesse de déformation « moyenne » pendant la transformation. Pour cela, nous nous sommes basés sur les travaux de Bhadeshia [BHA84] au cours desquels il a mesuré la vitesse de croissance de sous-unités individuelles de bainite lors d'un essai isotherme par microscopie électronique à photoémission sur un acier Fe-0.4C-2Si-3Mn. La vitesse de croissance des sous-unités de bainite ainsi obtenue est de 75 µm/s. La longueur des sous-unités de bainite supérieure dans un acier Fe-0.35C-1.8Mn transformé de façon isotherme à 450°C a été évaluée entre 5 et 10 µm par Su et coll. [SU06]. La déformation de transformation obtenue par la théorie phénoménologique de la transformation martensitique, utilisée pour la modélisation de la sélection de variants, varie entre 0.2 et 0.56 selon les paramètres utilisés (§I.4, chapitre IV). Ainsi, on peut évaluer la vitesse de déformation de la façon suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon_{PTMC} . v}{l} \qquad \text{Eq.II.6}$$

avec v : la vitesse de croissance des sous-unités de bainite et l : la longueur de ces sous-unités et $\varepsilon_{PTMC,}$ la déformation macroscopique obtenue par la PTMC.

On obtient alors une vitesse de déformation, $\dot{\varepsilon}$, comprise entre 1.5 et 8.25 s^{-1}. Ainsi, un intervalle de vitesse de déformation assez étendu, de 0.1 s^{-1} à 10 s^{-1}, a été choisi afin de tenir compte de l'évaluation de la vitesse de déformation calculée précédemment et d'obtenir des microstructures variées d'austénite déformée.

II.4. Réalisation de la campagne

II.4.1. Machine de torsion

La machine de torsion utilisée au laboratoire de Traitements Thermomécaniques Claude Rossard de l'Ecole des Mines de St Etienne est schématisée sur la figure II.7. Elle possède une motorisation électrique et un système de chauffage de l'échantillon par rayonnement infrarouge. L'échantillon est fixé à deux mors par le biais de goupilles qui permettent le maintien des têtes quel que soit le sens de rotation. L'enceinte d'essai est équipée d'un tube en quartz qui permet la circulation de gaz inerte afin d'atténuer les phénomènes d'oxydation à haute température. Nous avons ainsi utilisé un balayage d'argon pendant toute la durée de l'essai.

Le réglage de la température est effectué par un thermocouple situé dans la tête inférieure de l'échantillon (voir détail sur la figure II.8). Tout l'essai est commandé par un ordinateur qui gère automatiquement les paramètres d'asservissement des deux moteurs, un moteur principal pour la torsion et un moteur secondaire asservi en force, et du réglage de la température.

La vitesse de montée en température maximale est de 3°C/s, puis des segments avec des vitesses de plus en plus faibles sont réalisables afin d'atteindre les paliers de maintien en température sans dépassement ni oscillation. Avant la déformation à une température donnée un palier de stabilisation de 5 minutes est imposé afin de s'assurer de l'homogénéité de la température au niveau de la zone utile de l'éprouvette. Les essais ont été réalisés en imposant une vitesse de rotation constante.

Il est important de prévoir la dilatation longitudinale des échantillons au cours du chauffage et de laisser du jeu pour éviter la compression du matériau avant l'essai. Dans ce but, le moteur auxiliaire asservi en force dans la direction axiale permet d'accommoder la variation de la longueur de l'éprouvette pendant le chauffage et ainsi de minimiser les éventuels problèmes d'origine métallurgique d'allongement ou de contraction. A la fin de l'étape de chauffage, l'asservissement en force est arrêté et la distance entre les têtes est fixée (torsion à longueur fixe). A la fin de la déformation, une trempe à l'argon est effectuée (environ 0.5 seconde après l'arrêt du moteur) et la fixation supérieure est desserrée immédiatement pour éviter la déformation due à sa contraction. Le gaz arrive par une canule au milieu de la zone utile. La zone de l'éprouvette face à l'arrivée de gaz est marquée car elle subit le refroidissement le plus élevé. Tous les résultats sont enregistrés par l'ordinateur de commande sous la forme de fichiers comprenant le couple mesuré, le nombre de tours, le temps, la température et l'effort axial. Les dimensions des éprouvettes utilisées sont indiquées sur la figure II.8, elles ont été prélevées à quart épaisseur selon le sens travers de la tôle.

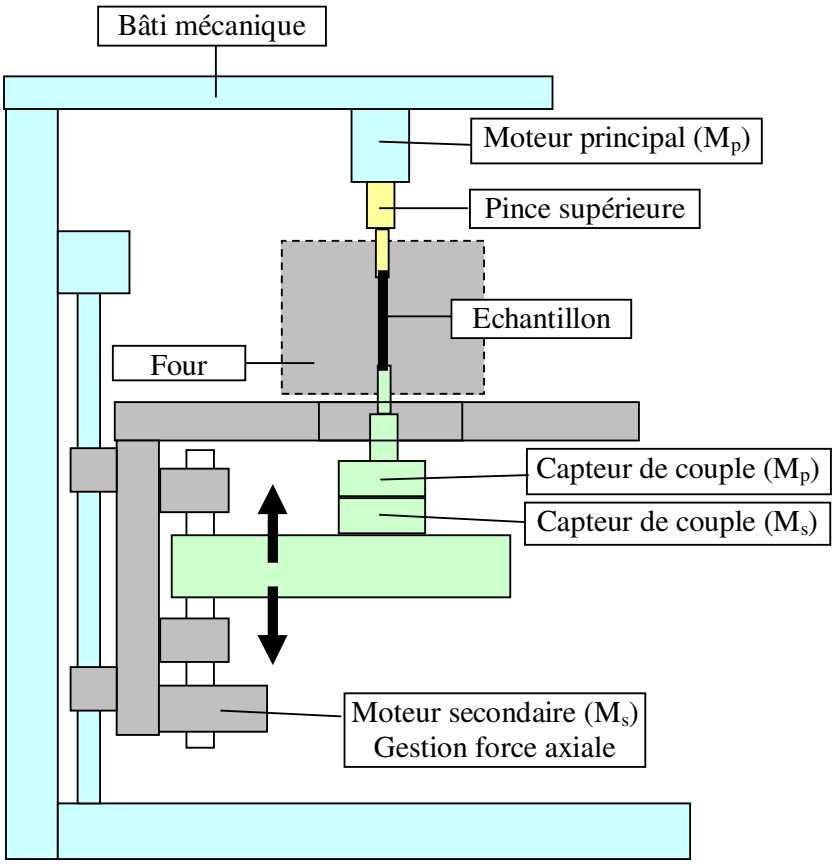


Figure II.7 : Description de la machine de torsion
[Laboratoire Claude Rossard, Ecole des Mines de Saint Etienne]

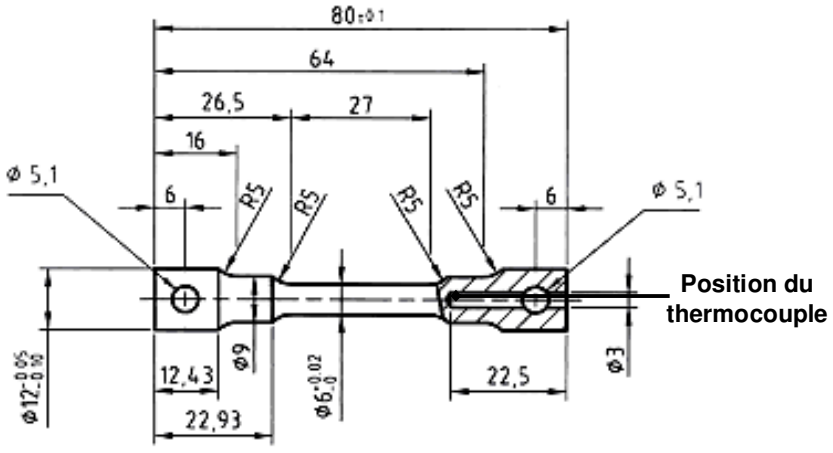


Figure II.8 : Plan de l'éprouvette de torsion utilisée

II.4.2. Cycles thermomécaniques

II.4.2.1. Essais de torsion dans le domaine austénitique

La figure II.9 présente les deux types de chemins thermo-mécaniques imposés lors des essais de déformation de l'austénite à chaud. Dans les deux cas, l'éprouvette a subi le même traitement d'austénitisation, soit 5 minutes à 1070°C, puis elle est refroidie jusqu'à atteindre la température de déformation. Cette température est maintenue pendant 5 minutes afin d'homogénéiser la température dans la partie utile de l'éprouvette. Les éprouvettes déformées à une température inférieure à T_{nr} sont refroidies par un jet d'argon immédiatement après la déformation (figure II.9.a). Quant à celle déformée au-dessus de T_{nr}, après la déformation la température est maintenue pendant 5 minutes pour permettre la recristallisation de l'austénite puis elle est refroidie par un jet d'argon (figure II.9.b).

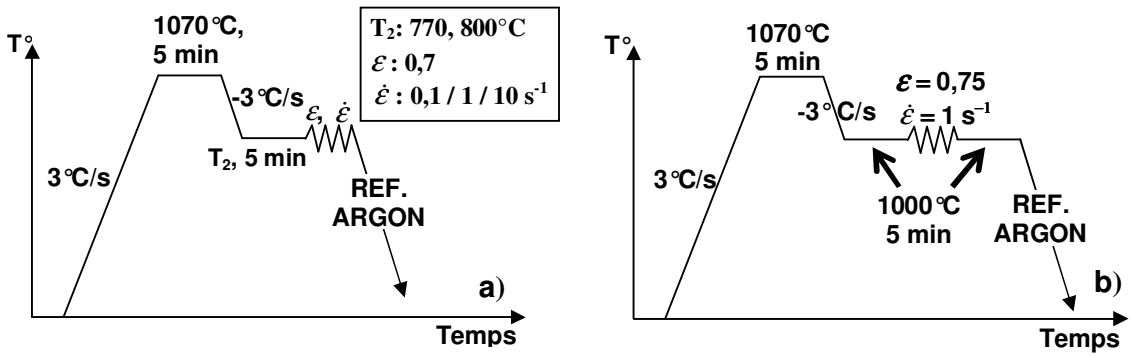


Figure II.9 : Schémas des chemins thermomécaniques des essais de torsion dans le domaine austénitique a) au-dessous de T_{nr}, et b) au-dessus de T_{nr}. (Les températures ne sont pas à l'échelle)

II.4.2.2. Essais de torsion dans le domaine bainitique

Le schéma thermomécanique des essais de torsion dans le domaine bainitique (figure II.10) a été motivé par deux raisons :

- La transformation bainitique réalisée de façon isotherme dans ce type d'acier est incomplète à 'haute' température. En effet, la proportion de bainite formée est de plus en plus faible lorsque l'on s'approche de la température de début de transformation, B_s.
- La température de début de transformation de phase de ferrite en austénite au chauffage, Ac_3, est supérieure à la température de début de transformation d'austénite en bainite, B_s (voir figure II.4). On profite ainsi de cet écart pour atteindre des températures d'essai élevées tout en testant une microstructure bainitique.

Ainsi, les essais de torsion dans le domaine bainitique ont été réalisés en deux étapes :

- Les éprouvettes subissent tout d'abord le recuit d'austénitisation décrit précédemment, puis elles sont refroidies par jet d'argon depuis l'état austénitique jusqu'à une température inférieure à la température de fin de transformation bainitique. On obtient de cette façon une microstructure totalement bainitique par refroidissement continu.

- Puis les éprouvettes sont réchauffées jusqu'à la température d'essai où elles sont maintenues 5 minutes avant d'être déformées afin d'avoir une température homogène dans la zone utile, puis elles sont de nouveau refroidies à l'argon après déformation.

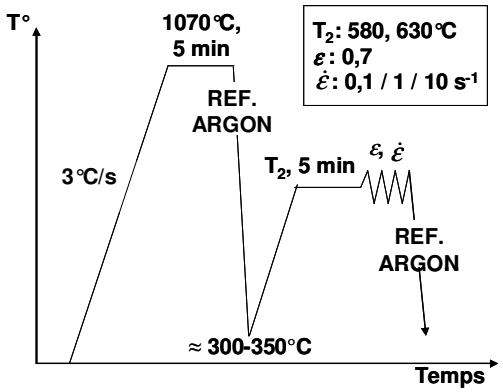


Figure II.10 : Chemin thermomécanique des essais de torsion dans le domaine bainitique.

Microstructure bainitique obtenue avant déformation par torsion

La microstructure bainitique attendue à la fin de la première étape est une bainite formée par refroidissement continu, constituée de paquets de ferrite bainitique et de secondes phases constituées de zones riches en carbone composées de carbures (cémentite) et/ou de MA (composés d'austénite résiduelle ou de martensite) [LAM01]. Puis cette microstructure a été recuite ce qui a pu causer une dégénérescence des composés MA.

Pour déterminer la composition des microstructures en fin du premier refroidissement et juste avant la déformation par torsion, des analyses des secondes phases ont été réalisées sur un MEB-FEG Zeiss Gemini DSM 982 au Centre des Matériaux.

Par ailleurs, un échantillon « témoin » non déformé a été réalisé lors de la campagne de torsion. Ce dernier a subi le même traitement d'austénitisation, puis il a été refroidi directement après la fin du palier à 1070°C. Sa microstructure est donc représentative de celle des éprouvettes de torsion obtenue après le premier refroidissement. L'échantillon non déformé présente une microstructure 'totalement' bainitique qui montre que la vitesse de refroidissement accessible par jet d'argon est suffisante pour obtenir une transformation bainitique quasi-complète à partir d'une austénite non déformée. Par ailleurs, la figure II.11 montre la présence de secondes phases composées de perlite dégénérée et de composés MA.

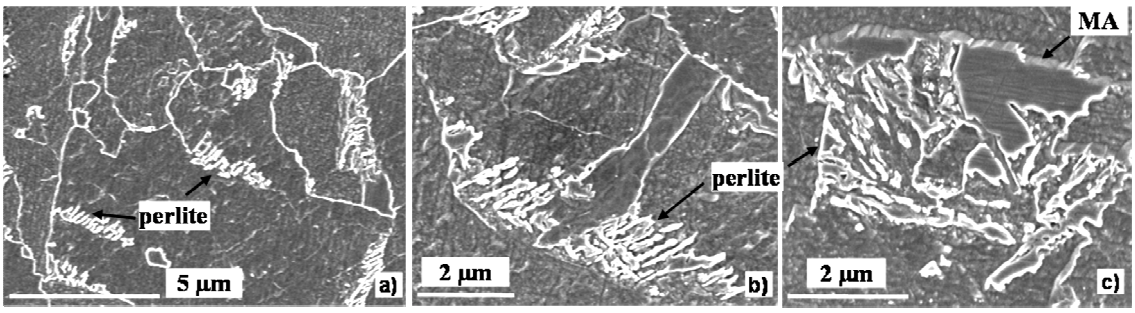


Figure II.11 : Micrographies au MEB-FEG des secondes phases de l'échantillon non déformé après attaque nital 2%.

Pour déterminer la microstructure obtenue après le maintien à la température de déformation dans le domaine bainitique, nous avons étudié des tronçons prélevés dans la zone utile des éprouvettes et polis jusqu'à demi-diamètre (figure II.14). Nous avons réalisé des micrographies dans la zone proche de l'axe de rotation de l'éprouvette où la déformation est presque nulle. Ainsi la figure II.12 montre la présence de composés MA transformés en agrégats de ferrite et de carbures, ainsi que de plus fins composés MA.

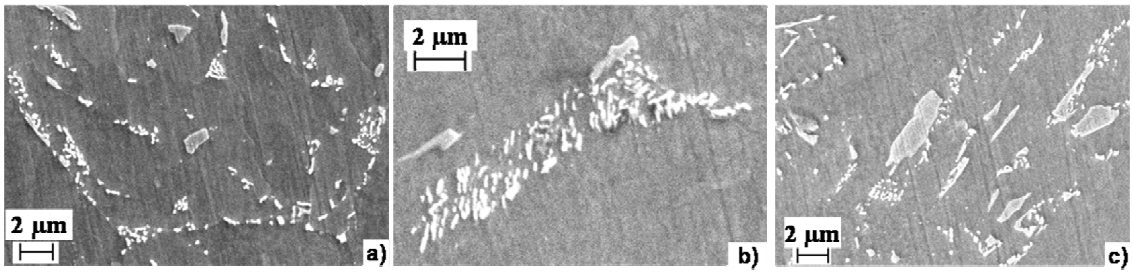


Figure II.12 : Micrographies au MEB-FEG des secondes phases des échantillons déformés dans le domaine bainitique, réalisées près de l'axe de rotation de l'éprouvette (zone de déformation presque nulle) après attaque nital 2% (a) et attaque picral (b et c).

II.4.3. Récapitulatif des essais de la campagne de torsion

Le tableau II.4 récapitule l'ensemble des essais de torsion effectués lors de la campagne.

	Température de déformation (°C)	Déformation maximale imposée	Vitesse de déformation (s^{-1})
Déformation de l'austénite	1000	0.75	1
	800	0.7	1
	800	0.7	0.1
	800	0.7	10
	770	0.7	1
	770	0.7	0.1
	770	0.7	10
Déformation dans le domaine bainitique	630	0.7	1
	630	0.7	0.1
	630	0.7	10
	580	0.7	1
	580	0.7	0.1
	580	0.7	10
+ l'échantillon « non déformé », refroidi après le traitement d'austénitisation standard			

Tableau II.4 : Récapitulatif des essais de torsion

II.5. Caractérisations préliminaires des éprouvettes de torsion

Des caractérisations préliminaires ont été réalisées après la campagne d'essais sur chaque éprouvette afin de vérifier que les microstructures souhaitées avaient bien été obtenues et qu'aucun artéfact d'origine mécanique ou thermique n'était survenu lors des essais comme une compression ou une traction de l'éprouvette de torsion ou un échauffement lors de la déformation.

II.5.1. Métrologie

Pour chaque éprouvette, la longueur et le diamètre de la zone utile ont été mesurés sur un banc muni d'un laser. Ces mesures permettent de savoir si un accident s'est déroulé lors des essais de torsion sans avoir été décelé au préalable, comme une compression ou une traction de l'éprouvette lors des périodes de chauffage ou de refroidissement, ou une striction lors de la déformation par torsion.

Comme la **partie utile** débute après un rayon de courbure, sa longueur est difficile à mesurer précisément. Nous avons donc pris nos mesures en amont du rayon de courbure (voir figure II.13). Néanmoins la technique présente des imprécisions d'environ 0.3 mm car le laser est placé à l'œil nu sur le haut de l'arête juste avant le rayon de courbure. Les résultats obtenus varient entre 33.9 mm et 34.4 mm, avec une valeur moyenne de 34.1 mm (écart type 0.2). Les variations observées sont donc négligeables vis-à-vis de l'incertitude des mesures.

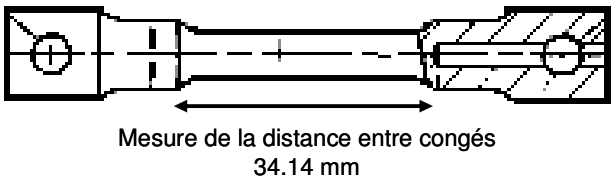


Figure II.13 : Zone de mesure de la distance entre congés des éprouvettes de torsion

Pour chaque éprouvette de torsion, le **diamètre** de l'éprouvette dans la zone utile a été mesuré en cinq endroits répartis de façon homogène. Il est à noter qu'une couche d'oxydation a pu se développer sur les éprouvettes lors du traitement d'austénitisation à haute température malgré le flux d'argon et lors du refroidissement par trempe à l'eau froide des échantillons après la fin des traitements thermomécaniques sur la machine de torsion. En effet, le refroidissement de l'éprouvette montée sur la machine de torsion entre la fin du refroidissement à l'argon vers 350°C jusqu'à température ambiante est relativement long. Ainsi, le fait de démonter l'éprouvette vers 350°C permet un refroidissement plus rapide du four et diminue le temps d'attente entre deux essais de torsion. Les résultats des mesures de diamètre donnent une valeur constante le long de la partie utile d'une éprouvette donnée et un diamètre identique pour les différentes éprouvettes testées lors de la campagne avec des mesures qui varient entre 5.96 et 6.03 mm avec une valeur moyenne de 6.00 mm et un écart type de 0.014.

Ainsi, les **contrôles métrologiques** n'ont mis à jour **aucune anomalie** sur le déroulement des essais de torsion.

II.5.2. Contrôle de la température

La température pendant la déformation par torsion a été enregistrée et aucune élévation de la température n'a été détectée quelle que soit la vitesse de déformation. Ainsi les **essais de torsion** ont tous été réalisés de façon **isotherme**, même ceux présentant une vitesse de déformation de 10 s^{-1}, pour lesquels nous avons mesuré une élévation de température négligeable (inférieure à 1°C).

Par ailleurs, les cycles thermiques expérimentaux ont pu être tracés pour chacun des cycles thermomécaniques. Cela nous a permis de vérifier l'accord entre les consignes et les cycles réels et de déterminer la vitesse de refroidissement au niveau de la tête inférieure de l'éprouvette de torsion où se situe le thermocouple. Ainsi, les vitesses de refroidissement suivantes ont été constatées :

- environ 6°C/s à 4.5°C/s entre 700°C et 400°C après les déformations dans le domaine austénitique,
- environ 5.5°C/s à 3.5°C/s entre 650°C et 400°C pour le premier refroidissement du cycle thermomécanique des éprouvettes déformées dans le domaine bainitique.

La baisse des vitesses de refroidissement est due à la chaleur latente libérée lors de la transformation de phase. Le refroidissement de la partie utile, directement exposée au gaz, est sans doute plus rapide que celui des têtes des éprouvettes.

II.5.3. Descriptif des échantillons prélevés dans la zone utile

La figure II.14.a présente le schéma de découpe des différents types de prélèvement effectués dans la zone utile de chaque éprouvette. Par ailleurs, le mode de sollicitation par torsion induit un gradient de déformation et de vitesse de déformation selon le rayon de l'éprouvette. En effet l'axe du cylindre ne subit aucune déformation et sa partie externe subit la déformation nominale maximale. Ainsi chaque type d'échantillon permet des observations spécifiques :

- l'échantillon de type « rondelle » permet d'observer la surface perpendiculaire à l'axe de rotation des éprouvettes,
- le tronçon présentant un méplat de faible largeur permet l'observation de microstructures fortement déformées, et ce à un même taux de déformation le long d'une ligne d'iso-déformation (figure II.14.b),
- le tronçon poli jusqu'au demi-rayon, illustré sur la figure II.14.a, a permis d'étudier les microstructures issues de bainites plus ou moins déformées.

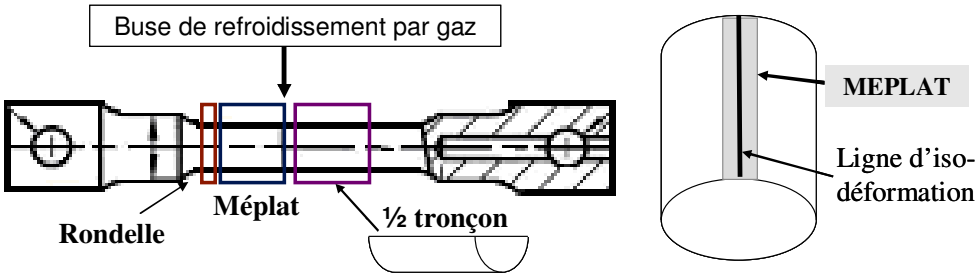


Figure II.14 : a) Schéma de découpe des éprouvettes de torsion, b) schéma d'un méplat

II.5.4. Caractérisations effectuées sur les prélèvements de type « rondelle »

Les prélèvements de type « rondelle » ont été polis mécaniquement à la pâte diamantée jusqu'au grade 1 µm. Puis des mesures de microdureté Vickers $HV_{0.5}$ ont été réalisées selon le diamètre de l'échantillon, deux séries de mesures ayant été effectuées par échantillon. Une attaque nital 2% a ensuite permis de révéler la microstructure et de mesurer la profondeur de la zone décarburée lors du traitement thermomécanique.

II.5.4.1. Profondeur de décarburation des échantillons déformés dans le domaine austénitique

En début de campagne de torsion, des métallographies avaient été réalisées sur des éprouvettes-tests afin de déterminer les microstructures obtenues après le refroidissement par argon. Nous avons alors observé une zone de décarburation en périphérie de ces éprouvettes et ce, malgré le flux d'argon constant durant l'essai de torsion. Par ailleurs, le refroidissement à partir d'une austénite décarburée mène préférentiellement à la formation d'une microstructure de ferrite non aciculaire, ce qui simplifie la mesure de la zone de décarburation.

La profondeur de la zone décarburée doit être déterminée pour les échantillons déformés dans l'austénite afin de dépasser cette zone lors de l'étude de la sélection de variants voisins car nous voulons étudier les microstructures bainitiques obtenues à partir de l'acier étudié avec sa composition chimique initiale.

Les résultats obtenus à partir des éprouvettes déformées dans le domaine austénitique donnent une profondeur de décarburation d'environ 50-60 µm pour les échantillons déformés au-dessous de T_{nr} comme le montre la figure II.15.a et d'environ 100 µm pour l'échantillon déformé à 1000°C puis ayant subi un palier de recristallisation (figure II.15.b). Cette décarburation plus élevée de l'échantillon déformé au-dessus de T_{nr} puis recristallisé avait été prévue. Ainsi cet échantillon a subi une déformation maximale supérieure aux autres éprouvettes afin de pouvoir réaliser un méplat plus profond et ainsi permettre d'étudier tous les échantillons selon une ligne d'iso-déformation similaire.

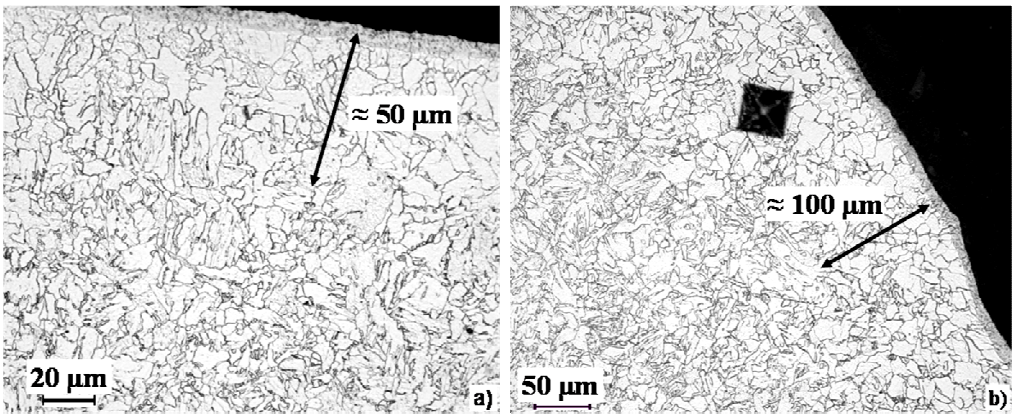


Figure II.15 : Métallographies après attaque au nital 2% de la périphérie des rondelles provenant d'éprouvettes de torsion déformées à : a) 800°C, 0.1 s^{-1}, b) 1000°C suivi d'un palier de recristallisation. (Microscopie optique)

II.5.4.2. Caractérisation des microstructures

Eprouvettes déformées dans le domaine austénitique

Les micrographies réalisées sur les rondelles prélevées dans les éprouvettes déformées au-dessous de T_{nr} révèlent une microstructure formée de **bainite** et de **ferrite**. Cette dernière est principalement présente au niveau des anciens joints de grains austénitiques, et ce, du bord jusqu'au cœur des éprouvettes comme le montrent les métallographies de la figure II.16 réalisées sur l'échantillon déformé à 770°C et 10 s^{-1}.

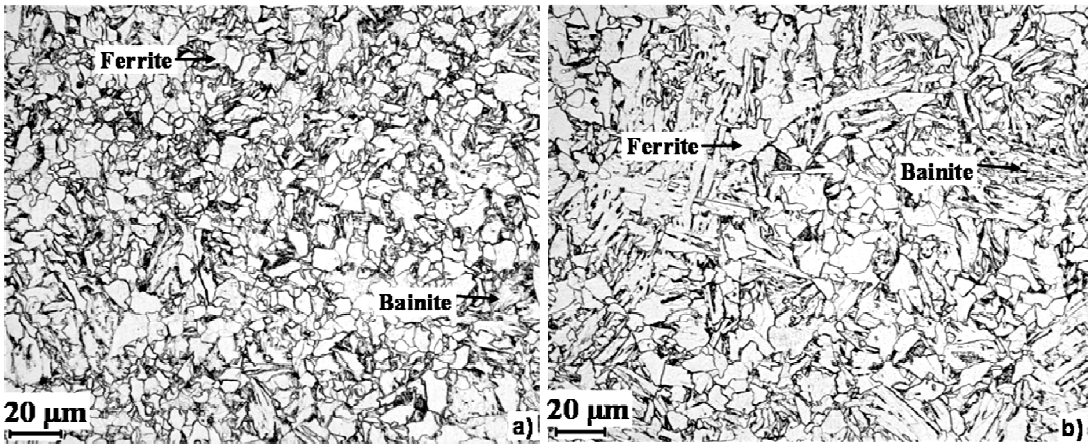


Figure II.16 : Micrographies de l'échantillon déformé à 770°C, 10 s^{-1} a) près de la zone de décarburation, b) au cœur de l'échantillon (attaque au nital 2%)

Différentes hypothèses ont été apportées afin de déterminer à quel moment la phase ferritique s'est formée lors de l'essai de torsion :

- au moment de la déformation, les températures de déformation choisies auraient été trop basses pour éviter la transformation d'austénite en ferrite au cours de la déformation,
- juste avant le refroidissement, en effet il existe un temps de latence de 0.5s entre la fin de l'essai de torsion et l'arrivée du gaz, et/ou au début du refroidissement avant la formation de bainite à cause d'une vitesse de refroidissement insuffisante.

La première hypothèse rendrait les courbes de torsion associées à ces échantillons difficilement utilisables car elles ne rendent pas compte du comportement mécanique de l'austénite seule mais d'un mélange d'austénite et de ferrite. Quant à l'autre hypothèse, si elle est validée, elle nous permet d'utiliser telles quelles les données issues des essais de torsion. Une étude à partir d'analyses EBSD, présentée dans l'annexe B, nous a permis d'invalider la première hypothèse. La ferrite est donc formée **après** la déformation par torsion de l'austénite.

L'échantillon recristallisé après déformation au-dessus de T_{nr} présente une microstructure presque totalement bainitique malgré la réduction de la taille de grain, qui est fonction de la

déformation maximale. En effet, des grains de ferrite sont observés, en proportion très faible par rapport aux autres échantillons déformés dans le domaine austénitique (figure II.17.a).

Eprouvettes déformées dans le domaine bainitique

Les métallographies réalisées sur les éprouvettes déformées dans le domaine bainitique présentent une microstructure totalement bainitique comme le montre la micrographie obtenue sur l'échantillon déformé à 580°C et 0.1 s^{-1} sur la figure II.17.b.

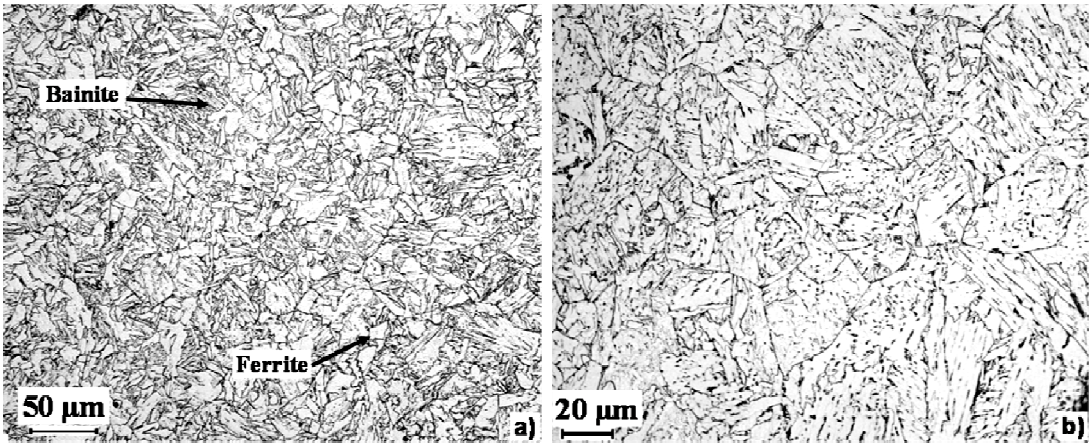


Figure II.17 : Micrographies près de la zone de décarburation après attaque nital 2% des échantillons déformés à : a) 1000°C suivi d'un palier de recristallisation, b) 580°C, 0.1 s^{-1}.

II.5.4.3. Mesures de microdureté Vickers

Nous rappelons que les échantillons de torsion présentent un gradient de déformation avec une valeur maximale de déformation en périphérie de l'échantillon et nulle au niveau de l'axe de révolution de l'éprouvette et qu'ils possèdent une zone de décarburation en peau des éprouvettes.

Echantillons déformés dans le domaine austénitique

Les échantillons déformés au-dessous de la température de non-recristallisation se divisent en deux groupes, comme on peut le constater sur la figure II.18.a, le premier groupe présentant une dureté plus élevée que le second :

- 1^{er} groupe : les éprouvettes déformées à 800°C ainsi que celle déformée à 770°C pour une vitesse de déformation de 0.1 s^{-1},
- 2^{nd} groupe : les deux autres éprouvettes déformées à 770°C (à 1 s^{-1} et 10 s^{-1}).

On peut supposer que les éprouvettes déformées à 770°C pour des vitesses de déformation de 1 s^{-1} et 10 s^{-1} présentent une plus forte densité de dislocations et par conséquent plus de sites de germination potentiels pour la ferrite. La proportion de ferrite y étant plus élevée, la dureté de ces échantillons est donc inférieure. C'est ce que suggèrent les métallographies des figures II.16 et II.19 qui montrent que la proportion de ferrite est élevée dans l'échantillon déformé à 770°C et 10 s^{-1}, même dans la zone proche du coeur (figure II.16). Quant à l'échantillon

déformé à 800°C et 0.1 s^{-1}, on constate sur la figure II.19 que la proportion de ferrite y est moindre.

Par ailleurs, la dureté est relativement constante le long du diamètre, zone décarburée exclue, cette tendance est probablement liée aux contributions opposées de l'écrouissage de l'austénite et de la présence de ferrite. En effet, l'écrouissage de l'austénite présente un effet durcissant de la phase formée lors du refroidissement, soit par une réduction de la taille de grain ferritique due à l'augmentation du nombre de sites de germination, soit par l'héritage des dislocations dans la microstructure bainitique. Quant à la ferrite, elle présente une dureté inférieure à celle de la bainite. Le gradient de déformation lors de l'essai de torsion ainsi qu'une proportion de ferrite décroissante entre la périphérie de l'échantillon et le cœur pourraient donc expliquer la dureté relativement constante le long du diamètre, en dehors de la zone de décarburation.

Quant à l'éprouvette déformée à 1000°C (c'est-à-dire à une température supérieure à T_{nr}) puis ayant subi un palier de recristallisation à cette même température, la dureté mesurée, hors de la zone de décarburation, est relativement élevée. Elle est similaire à celle des échantillons du premier groupe défini précédemment (figure II.18.a). Malgré une température de déformation supérieure, la recristallisation a permis une annihilation des dislocations générées par la déformation, ainsi que la réduction de la taille de grain austénitique qui est fonction de la déformation maximale (figure II.20.a). La baisse de l'énergie stockée et de la densité de dislocations a réduit la formation de ferrite au refroidissement malgré une taille de grain austénitique plus faible, cela a conduit à une plus forte proportion de bainite et ainsi à une dureté élevée. Près de la zone de cœur où la taille de grain austénitique est plus élevée, la proportion de ferrite est très faible (figure II.20.b).

Échantillons déformés dans le domaine bainitique

La figure II.18.b présente l'évolution de la dureté des éprouvettes déformées dans le domaine bainitique le long du diamètre de l'échantillon de type « rondelle ». Elle montre que pour une température de déformation donnée, la dureté des échantillons augmente lorsque la vitesse de déformation augmente. De plus, la dureté des échantillons déformés à 580°C est globalement plus élevée que celle des éprouvettes déformées à 630°C pour une vitesse de déformation donnée, sauf pour les éprouvettes déformées à 10 s^{-1} qui présentent une dureté similaire.

De plus, l'évolution de la dureté le long du diamètre de l'éprouvette peut être expliquée de la façon suivante :

- la dureté est faible en périphérie de l'échantillon du fait de la décarburation durant le cycle thermomécanique,
- puis la dureté augmente fortement lorsque la zone décarburée est dépassée car on atteint alors la zone bainitique la plus fortement déformée,
- pour diminuer jusqu'à atteindre le cœur de l'éprouvette où la déformation par torsion est nulle.

Cette évolution de la dureté, non observée sur les échantillons déformés dans le domaine austénitique, est probablement liée à une microstructure bainitique obtenue à partir d'une taille de grain austénitique identique pour tous les échantillons, et à un héritage intact de l'écrouissage issu de la déformation par torsion. De fait la microstructure observée n'a subi aucune transformation de phase ou phénomène de recristallisation depuis sa déformation.

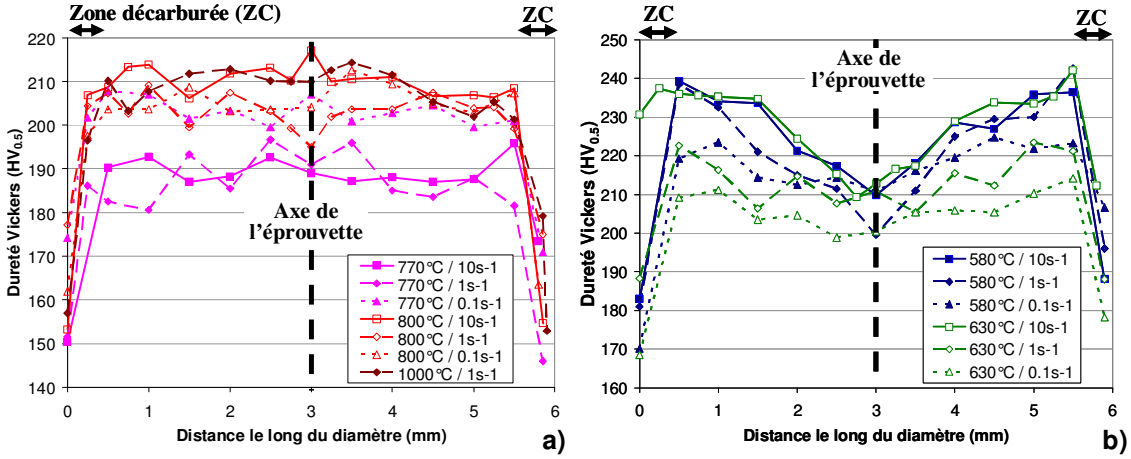
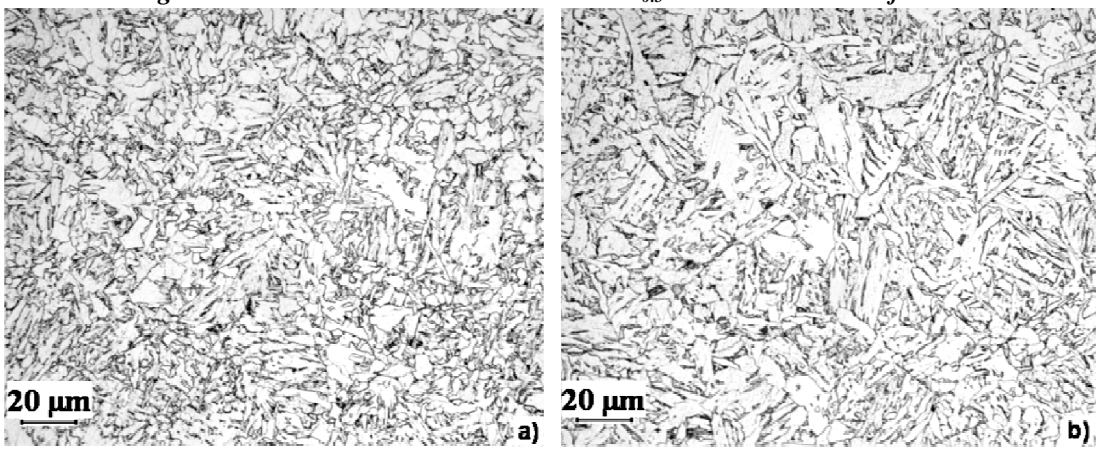


Figure II.18 : Courbes de dureté Vickers $HV_{0.5}$ des échantillons déformés



dans le domaine a) austénitique, b) bainitique

Figure II.19 : Micrographies de l'échantillon déformé à 800°C, 0.1 s^{-1}
a) près de la zone de décarburation, b) au cœur de l'échantillon (attaque au Nital 2%)

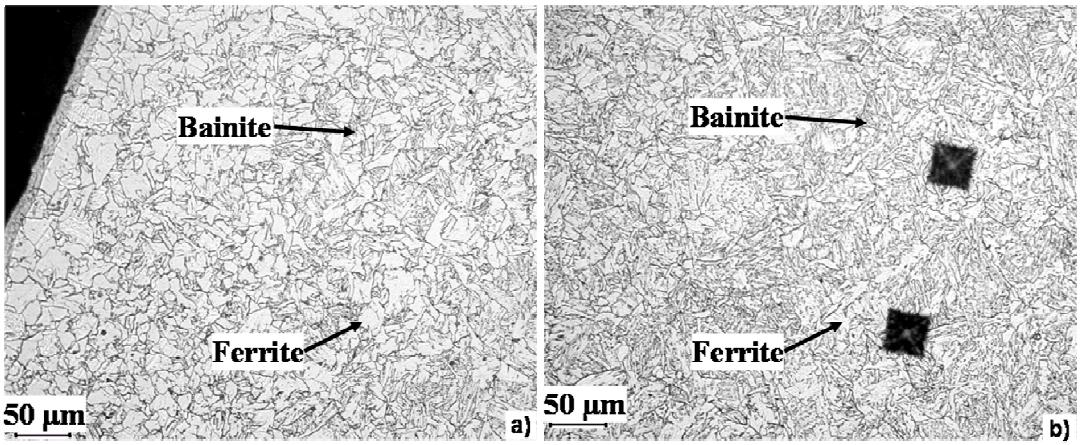


Figure II.20 : Micrographies après attaques nital 2% de l'échantillon déformé à 1000°C puis recristallisé a) à la périphérie (petits grains d'austénite et présence de ferrite), b) à cœur (plus gros grains d'austénite et moins de ferrite)

Échantillon témoin non déformé

Un échantillon témoin ayant subi le même traitement d'austénitisation que toutes les éprouvettes de la campagne de torsion puis directement refroidi à l'argon a été étudié. La microstructure de cet échantillon est totalement bainitique et il présente une dureté homogène (hors zone de décarburation) d'une valeur moyenne de 198 $HV_{0.5}$. Cette valeur correspond à la dureté minimale observée près du cœur des échantillons déformés dans le domaine bainitique. En effet, la dureté liée à la 'fibre' à déformation nulle de l'éprouvette de torsion est impossible à mesurer car elle est difficile à localiser précisément et l'aire de l'empreinte de dureté n'est pas nulle. Ainsi la mesure de dureté est généralement réalisée dans la zone proche du cœur. C'est pourquoi la majorité des duretés mesurées dans cette zone des échantillons déformés dans la bainite sont légèrement supérieures à celle obtenue pour l'échantillon non déformé.

II.5.5. Caractérisations effectuées sur les prélèvements de type « méplat »

Des méplats de 2 à 2.4 mm de large ont été réalisés sur les échantillons présentant une déformation maximale de 0.7, ce qui correspond à une profondeur de polissage entre 170 et 250 µm (nous sommes donc bien au-delà de la zone de décarburation) et à un taux de déformation à mi-largeur variant entre 0.64 et 0.66.

Pour l'échantillon déformé au-dessus de la température de non-recristallisation, une déformation maximale supérieure, $\varepsilon = 0.75$, avait été imposée pour permettre un polissage plus profond pour être en dehors de la zone décarburée et pour réaliser nos caractérisations selon une ligne d'iso-déformation équivalente à celle des autres échantillons. Ainsi pour cet échantillon, la largeur du méplat doit être comprise entre 2.8 et 3.1 mm, ce qui correspond à une profondeur de polissage entre 350 et 430 µm.

Par ailleurs, les méplats ont été réalisés sur la zone de la partie utile des éprouvettes face à la canule d'envoi d'argon. Cette zone a subi le refroidissement le plus rapide, et nous faisons l'hypothèse que la proportion de ferrite y est la plus faible pour les échantillons déformés au-dessous de T_{nr}, rendant cette zone optimale pour l'étude de la sélection des désorientations entre variants du chapitre III.

II.5.5.1. Caractérisation des microstructures

Après polissage mécanique jusqu'au grade 1 µm, les échantillons ont été attaqués au nital 2% pour étudier leur microstructure, les micrographies ayant été réalisées au milieu du méplat.

Echantillons déformés dans le domaine austénitique

Les micrographies des figures II.21.a et II.21.b montrent respectivement les microstructures des échantillons déformés au-dessous de T_{nr} à 800°C, 10 s^{-1} et 770°C, 1 s^{-1}. L'échantillon déformé à 770°C, 1 s^{-1} présente une proportion de ferrite plus importante que l'autre

échantillon, ce qui confirme les observations réalisées sur les échantillons de type « rondelle ». Par ailleurs, on peut aisément localiser la direction de cisaillement des essais de torsion.
Une micrographie de l'échantillon déformé à 1000°C et recristallisé avant le refroidissement est présentée sur la figure II.21.c. Cette dernière, composée d'une microstructure ferrito-bainitique, ne présente pas de trace de la direction de torsion à cause de la recristallisation de l'austénite avant la trempe.

Echantillons déformés dans le domaine bainitique

La micrographie de la figure II.21.d illustre la microstructure observée sur l'échantillon déformé dans le domaine bainitique à 630°C avec une vitesse de déformation de 1 s^{-1}. Elle montre une microstructure bainitique fortement déformée, avec la direction de torsion facilement repérable.

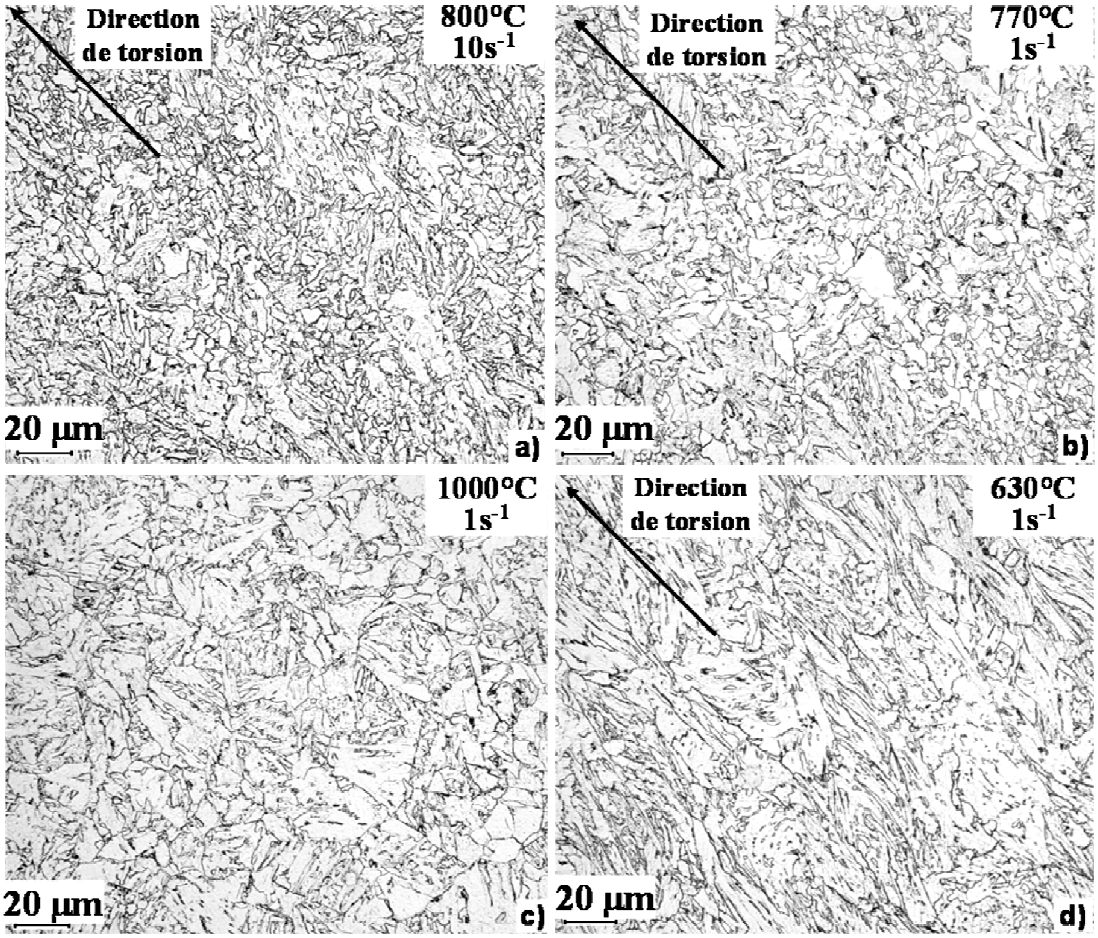


Figure II.21 : Micrographies réalisées au milieu du méplat des éprouvettes ayant subi les déformations suivantes : a) 800°C, 10 s^{-1}, b) 770°C, 1 s^{-1}, c) 1000°C, 1 s^{-1}, d) 630°C, 1 s^{-1}

II.5.5.2. Textures globales obtenues par diffraction des rayons X

Les textures à l'échelle globale d'échantillons déformés dans le domaine austénitique ont été mesurées afin de déterminer si des différences dans les textures filles étaient observables à partir de microstructures austénitiques variées avant transformation. Ces textures ont été obtenues par diffraction des rayons X réalisée au LPMTM sur les méplats des échantillons, c'est-à-dire au niveau d'une zone ayant subi de fortes déformations par torsion et présentant un niveau de déformation relativement homogène. La technique de diffraction des rayons X est décrite dans l'annexe C.

Nous avons ainsi choisi 4 échantillons permettant d'étudier l'influence de la température, de la vitesse de déformation ainsi qu'une recristallisation de l'austénite avant transformation :

- les échantillons déformés à 800°C et 1 s^{-1}, 770°C et 1 s^{-1} et 770°C et 10 s^{-1} puis refroidis directement après la torsion pour étudier l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur les textures filles,
- l'échantillon déformé à 1000°C et 1 s^{-1} puis maintenu à 1000°C pendant 5 minutes pour étudier l'effet de la recristallisation sur la texture fille.

La figure II.22 présente les composantes de texture stables développées par laminage ou cisaillement dans une microstructure cubique centrée sur une coupe à $\varphi_2 = 45°$ de l'espace d'Euler, pour les composantes de cisaillement le formalisme de Montheillet et coll. [MON84] est utilisé. La figure II.23 montre les textures expérimentales obtenues sur les quatre échantillons étudiés sur une même coupe à $\varphi_2 = 45°$. En effet lors du dépouillement des textures expérimentales, on constate que toutes les composantes de texture observées dans l'espace d'Euler sont présentes dans cette coupe. Après une 'comparaison' des figures II.22 et II.23, on constate que les composantes de texture expérimentales sont localisées près ou à l'endroit même des composantes de texture stables des textures cubiques centrées obtenues par laminage ou cisaillement. C'est pourquoi nous utilisons ce formalisme tout en sachant que les textures étudiées sont obtenues par **héritage** des textures de l'austénite mère déformée ou déformée puis recristallisée.

De plus, si l'on considère les composantes de texture de la structure cubique à faces centrées obtenues après cisaillement ou torsion et qu'on les transforme selon la relation d'orientation de KS sans supposer de sélection de variants, on obtient alors les composantes de texture obtenues sur nos échantillons, comme le montrent les calculs de texture réalisés par B. Bacroix regroupés dans le tableau II.5.

Composantes de cisaillement ou de torsion CFC		Composantes CC [MON84]
A - $\overline{A}$	Relation d'orientation de KS ⇨ (sans sélection de variants)	E + F^*
B - $\overline{B}$		D_1 ou D_2 + F^*
A_1^* - A_2^* (selon le sens de cisaillement)		γ_1 + ≈ cube tourné
C		γ_1 + Cube + ≈ E

Tableau II.5 : Correspondance entre les composantes de texture CFC issues de cisaillement ou de torsion et les composantes de texture fille CC selon la relation d'orientation de KS, d'après les calculs de texture de B. Bacroix.

La comparaison des textures expérimentales fait ressortir les remarques suivantes (figure II.23) :

- Les textures obtenues à 800°C et 770°C pour une même vitesse de déformation de 1 s^{-1} sont similaires, avec une même intensité des textures de 2.87 et des positions identiques des composantes de texture. Cela implique une influence négligeable des températures testées au-dessous de T_{nr} sur les textures globales.
- Les textures des échantillons déformés à 770°C avec des vitesses de déformation de 1 et 10 s^{-1} sont proches. Néanmoins on constate que le décalage de la composante γ_1 par rapport à la position d'équilibre est plus faible pour l'échantillon déformé à 10 s^{-1}, la texture de ce dernier étant également légèrement plus intense (3.0). La vitesse de déformation aurait ainsi une plus forte influence sur la texture globale que la température de déformation, quoique celle-ci soit relativement peu marquée.
- L'échantillon déformé à 1000°C puis maintenu à cette température présente les mêmes composantes de texture mais avec une intensité plus faible de 2.4 et un décalage presque nul de la composante proche de γ_1. La recristallisation aurait un effet atténuateur sur la texture globale et peu de différence en termes de composantes de texture est constatée par rapport aux échantillons déformés au-dessous de T_{nr}.

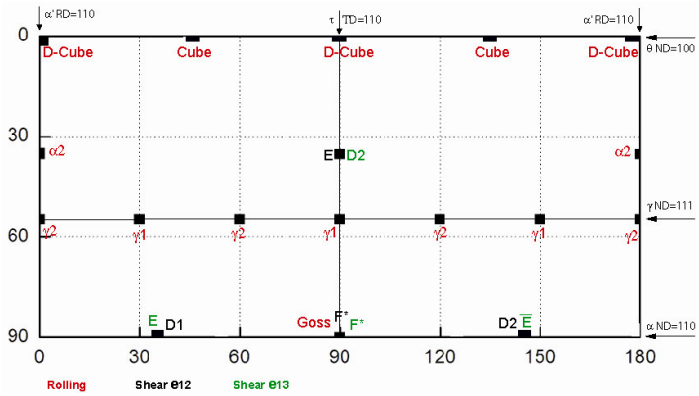


Figure II.22 : Composantes théoriques de laminage et de cisaillement d'une structure CC

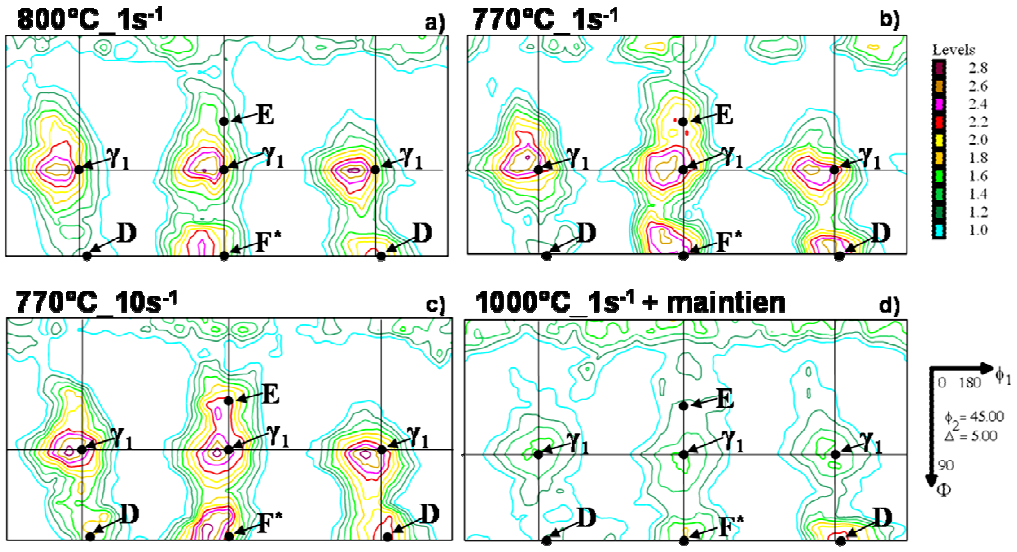


Figure II.23 : Textures globales obtenues par diffraction des rayons X sur les méplats

des échantillons déformés dans le domaine austénitique

II.6. Méthode d'obtention des courbes contrainte/déformation

Les données portant sur le couple et le nombre de tours permettent de déterminer la rhéologie des phases étudiées. Une méthode nous a été fournie par l'équipe du Laboratoire de Traitements thermo-mécaniques Claude Rossard de l'Ecole des Mines de St Etienne afin d'obtenir les courbes de contrainte en fonction de la déformation à partir du couple et du nombre de tours mesurés lors de l'essai de torsion. Cette méthode utilise la formule de Fields et Backofen [FIE57] et se décompose en deux parties :

1. Le filtrage

Après récupération du couple en Nm et de l'angle en fraction de tour, le signal doit être filtré pour permettre le calcul de la dérivée logarithmique utilisée dans la formule de Fields et Backofen. Pour cela la courbe du couple en fonction du nombre de tours est lissée avec la méthode d'itération du solveur du logiciel Microsoft Excel[5], comme le montre la figure II.24. Les oscillations présentes sur les courbes, en particulier celles obtenues à une vitesse de déformation de 10 s^{-1} sont dues à des problèmes de bruits importants.

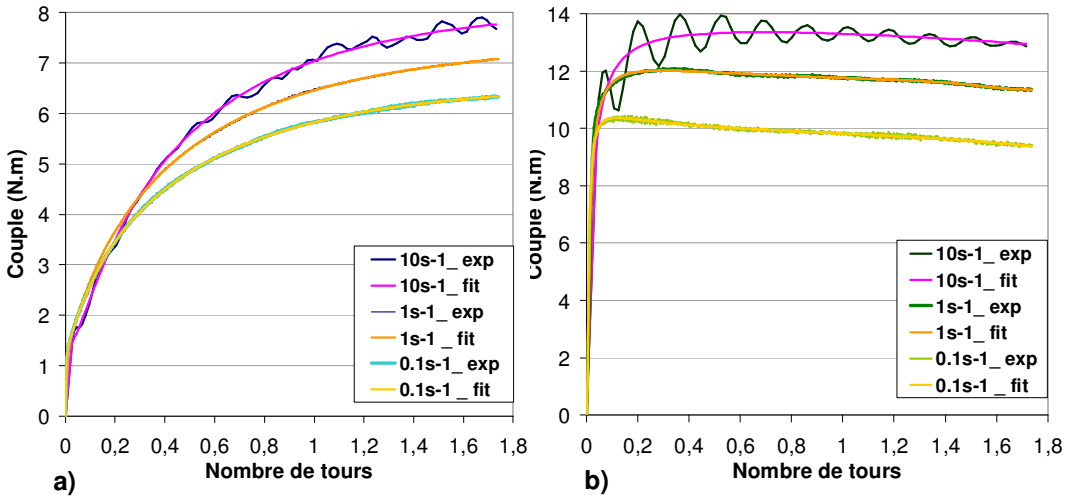


Figure II.24 : Exemple de lissage (courbes notées "fit") des courbes expérimentales du couple en fonction du nombre de tours a) des échantillons déformés dans l'austénite à 770°C, b) des échantillons déformés dans le domaine bainitique à 630°C.

[5] Le Solveur de Microsoft Excel utilise le code d'optimisation non linéaire « Generalized Reduced Gradient (GRG2) » mis au point aux États-Unis par Leon Lasdon, Université du Texas (Austin) et Allan Waren, Université de Cleveland.

2. Conversion du couple/angle de torsion en contrainte/déformation

La partie utile de l'éprouvette est un cylindre d'axe z, de longueur L et de rayon R. On note Γ le couple appliqué (N.m), N le nombre de tours et $\dot{N}$ le nombre de tours par seconde. Les valeurs de la vitesse de déformation équivalente de von Mises $\dot{\varepsilon}$, de la déformation équivalente ε et de la contrainte d'écoulement σ sont fonction de la distance r à l'axe de torsion. On utilise les relations suivantes pour déterminer $\dot{\varepsilon}$ et ε :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} . \frac{r.\dot{N}}{L} \qquad \text{Eq.II.7}$$

$$\varepsilon = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} . \frac{r.N}{L} \qquad \text{Eq.II.8}$$

On constate qu'il existe un gradient de vitesse de déformation dans l'éprouvette : à r = 0 (sur l'axe de torsion), la vitesse de déformation est nulle et en r = R (à la surface), elle est maximale.

Pour le calcul de la contrainte d'écoulement σ à la surface de l'éprouvette, on utilise la relation de Fields et Backofen [FIE57], valable pour un matériau isotrope et un essai isotherme :

$$\sigma = \frac{\sqrt{3}.\Gamma}{2.\pi.R^3}\left(3 + \tilde{m} + \tilde{n}\right) \qquad \text{Eq.II.9}$$

avec :

$$\tilde{m} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \qquad \text{Eq.II.10}$$

$$\tilde{n} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \qquad \text{Eq.II.11}$$

Les valeurs de $\tilde{m}$ sont obtenues à partir de plusieurs courbes réalisées à des vitesses de déformation différentes, à la même température. Les valeurs de $\tilde{n}$ sont quant à elles obtenues par dérivation de la courbe couple-nombre de tours après lissage.

II.7. Rhéologie des phases austénitiques et bainitiques

II.7.1. Courbes contrainte/déformation obtenues lors de la déformation dans le domaine bainitique

Les courbes de la figure II.25 représentent la contrainte en fonction de la déformation à la périphérie des éprouvettes de torsion déformées dans le domaine bainitique. On constate que pour une vitesse de déformation fixée, la contrainte est plus élevée lorsque la température diminue, et que pour une température de déformation donnée, la contrainte augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

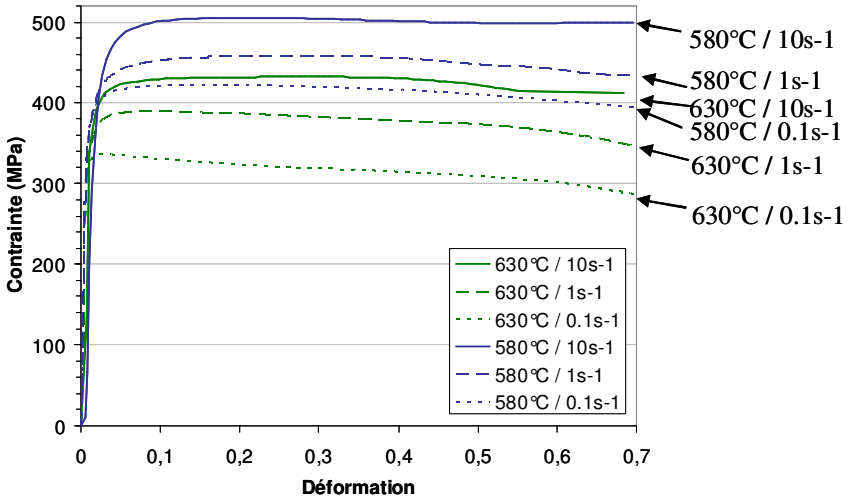
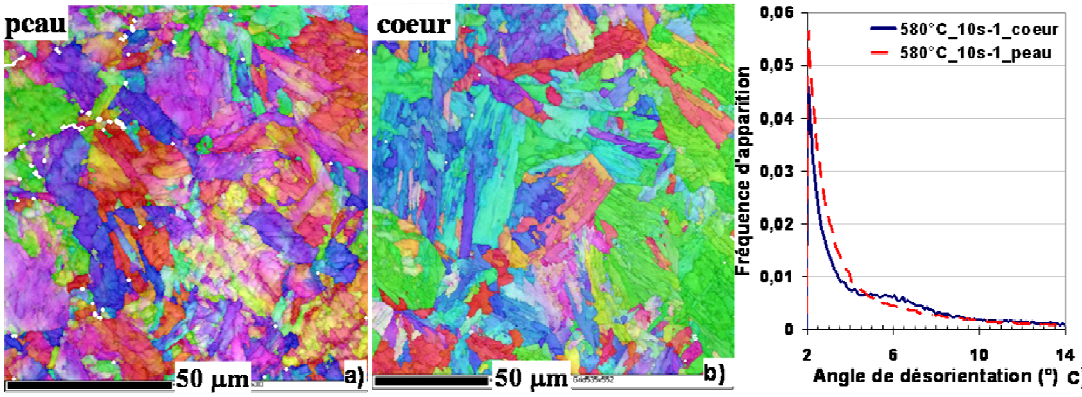


Figure II.25 : Courbes contrainte/déformation obtenues à partir des essais de torsion réalisés dans la phase bainitique.

Par ailleurs, les courbes contrainte/déformation montrent un comportement typique des matériaux à forte énergie de défaut d'empilement : au début de la déformation, l'échantillon subit un **fort écrouissage** puis un **palier** est rapidement atteint. Ce dernier est maintenu selon un intervalle de déformation plus ou moins long, puis il est suivi d'un lent **adoucissement** lié au processus de **restauration dynamique**.

A l'échelle microscopique, le phénomène de **restauration dynamique** apparaît comme un équilibre entre l'écrouissage (création de dislocations) et la restauration (réarrangement et annihilation continus des dislocations). Lors de la restauration dynamique, les dislocations s'organisent en sous-joints subdivisant les grains initiaux en sous-grains, on appelle cela de la fragmentation avec des joints de grains de l'ordre de quelques degrés. La bainite peut présenter une telle sous-structure de cellules dans les lattes de ferrite bainitique [LAM01].

Des analyses EBSD ont ainsi été réalisées sur les échantillons déformés dans le domaine bainitique sur le plan perpendiculaire à l'axe de torsion. On peut constater sur la figure II.26.a la présence de cellules de fragmentation (contraste de couleurs internes aux cristaux) en peau de l'échantillon déformé à 580°C, 10 s^{-1} et non dans la zone proche du cœur de l'échantillon qui est soumis à une faible déformation par torsion (figure II.26.b). La figure II.26.c montre la



plus forte présence de joints de grains de faible désorientation (inférieure à 4.5°) en peau par rapport au cœur de l'échantillon.

Figure II.26 : Cartographies EBSD (orientation cristalline et indice de qualité) réalisées sur l'échantillon déformé à 580°C, 10s^{-1}, a) en peau, b) en cœur, c) Répartition des angles de désorientation des joints faiblement désorientés (<14°) des cartographies a et b.

II.7.2. Courbes contrainte/déformation obtenues lors de la déformation dans le domaine austénitique

Les courbes contrainte/déformation obtenues en périphérie des éprouvettes de torsion déformées dans le domaine austénitique sont illustrées sur la figure II.27. Malgré la présence de la zone décarburée d'environ 0.05 à 0.1 mm par rapport à un rayon de 3 mm pour la zone utile, qui implique une erreur potentielle comprise entre 1.5 et 3%, nous avons décidé de considérer les données "brutes" des essais de torsion et de négliger l'erreur due à la zone décarburée.

La figure II.27 montre que l'on se situe uniquement dans la phase d'**écrouissage** pour les essais réalisés à **800 et 770°C**. Quant à l'essai de torsion à **1000°C**, le maximum de contrainte est atteint pour une déformation d'environ 0.53, puis après un bref palier, on observe le **tout début** d'une phase **d'adoucissement** probablement due à de la recristallisation dynamique.

Par ailleurs, on constate les mêmes évolutions de la contrainte en fonction de la température et de la vitesse de déformation que dans le domaine bainitique, c'est-à-dire que pour une vitesse de déformation fixée, la contrainte est plus élevée lorsque la température diminue, et pour une température de déformation donnée, la contrainte augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

Figure II. 27 : Courbes contrainte/déformation obtenues à partir des essais de torsion réalisés dans le domaine austéntique

II.8. Lois de comportement

Nous avons besoin d'introduire les lois de comportement de l'austénite et de la bainite représentatives de notre matériau, et cela, à une température proche de celle du début de transformation bainitique afin d'améliorer le modèle de sélection de variants.

II.8.1. Situation du modèle micromécanique de sélection de variants antérieurement à notre étude (chapitre IV)

Le modèle, antérieurement à notre étude, présentait une loi de comportement élastique-plastique pour la phase austénitique. La loi de comportement plastique adoptée, de type puissance, est issue des travaux de Gautier et coll. [GAU94] sur un acier à 0.2% C. Cette loi définie pour des températures de déformation de l'austénite comprises entre 850 et 725°C avec une vitesse de déformation variant de 10^{-5} à 5.10^{-4} s^{-1} est la suivante :

$$\sigma = K.\varepsilon^{n}.\dot{\varepsilon}^{m} \qquad \text{Eq. II.12}$$

avec :

K(%C, T) = -1.05 T + 214.3 C + 1393.6
m = 0.14
n(T) = -2.3 10^{-4} T + 0.4

où T est en Kelvin, C représente le pourcentage massique de carbone dans l'austénite qui varie avec la température ou la cinétique de transformation, m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et n est le coefficient d'écrouissage.

Malgré des vitesses de déformation différant de plusieurs ordres de grandeur, nous avons utilisé cette loi de comportement de type puissance pour simuler l'essai de torsion réalisé à 770°C avec une vitesse de déformation de 1 s^{-1}. Puis, nous avons comparé le résultat avec la courbe obtenue à partir des données expérimentales (figure II.28).

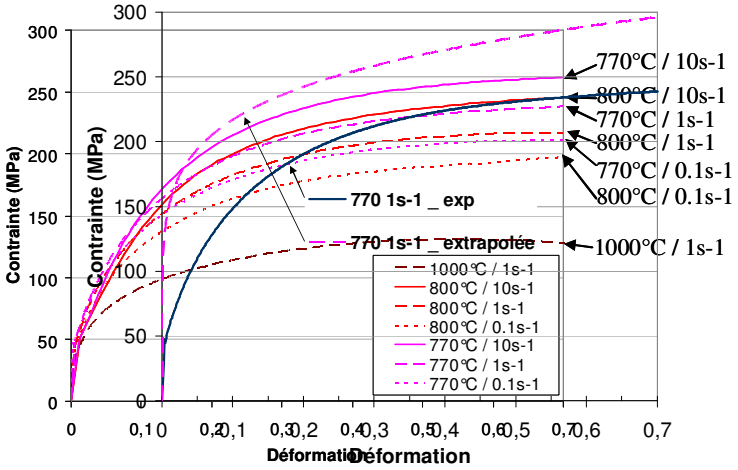


Figure II.28 : Courbe contrainte/déformation issue des essais de torsion et obtenue avec la loi de comportement extrapolée à partir des travaux de Gautier [GAU94] pour une température de déformation de 770°C, et une vitesse de 1 s^{-1}

On constate que la loi puissance avec les paramètres définis à partir des travaux de Gautier ne permet pas une bonne représentation du comportement rhéologique de notre matériau :

- l'écrouissage est trop élevé en début de déformation plastique,
- le niveau de contrainte est trop important,
- l'écrouissage est toujours positif et conséquent, alors que notre matériau montre un ralentissement de l'écrouissage après un certain taux de déformation plastique pour atteindre une valeur nulle.

Cette étude montre donc que la loi de comportement de l'austénite introduite dans le modèle de base était peu représentative du matériau étudié.

Quant à la phase bainitique, cette dernière était considérée comme uniquement élastique car aucune donnée n'était alors disponible dans la littérature ouverte sur le comportement de la bainite ou de la ferrite à des températures aussi élevées.

II.8.2. Nouvelles lois de comportement

Des lois de comportement nécessitant peu de paramètres ont donc été recherchées afin de représenter au mieux les courbes obtenues expérimentalement, car nous n'avions pas à notre disposition de paramètres tels que la densité de dislocations dans les phases austénitique et bainitique.

Deux modèles ont ainsi retenu notre attention [MON96] :

- Le modèle de Kocks et Mecking qui mène à la relation de Voce [EST84],
- Le modèle de Laasraoui et Jonas [LAA91].

Les lois de comportement étudiées ont été élaborées à partir d'hypothèses concernant l'évolution de la densité de dislocations ρ au cours de la déformation. Elles prennent en compte l'écrouissage (augmentation de ρ) et la restauration dynamique (diminution de ρ), mais ne font pas intervenir la recristallisation dynamique.

Le modèle de Kocks et Mecking utilise la relation suivante à l'échelle microscopique :

$$\frac{d\rho}{d\bar{\varepsilon}} = h.\sqrt{\rho} - r\rho \qquad \text{Eq.II.13}$$

avec h : paramètre caractérisant l'écrouissage,
r : paramètre décrivant la cinétique de restauration dynamique.

On utilise la relation ci-dessous qui exprime la contrainte d'écoulement en fonction de la densité de dislocations :

$$\sigma_0 = \alpha.G.b.\sqrt{\rho} \qquad \text{Eq.II.14}$$

avec : σ_0 : contrainte d'écoulement,
α : constante comprise entre 0.7 et 1,
G : module de cisaillement élastique,
b : module du vecteur de Burgers,
ρ : densité totale de dislocations.

Après intégration, on en déduit la loi de Voce :

$$\sigma_0 = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_e).\exp(-\alpha.\bar{\varepsilon}) \qquad \text{Eq.II.15}$$

avec σ_e : limite d'élasticité,
σ_s : contrainte d'écoulement au palier stationnaire,
α : paramètre sans dimension.

Il faut noter que les paramètres microscopiques *h* et *r*, et donc les paramètres macroscopiques σ_e et σ_s dépendent de la vitesse de déformation et de la température.

Quant au modèle de Laasraoui et Jonas [LAA91], il utilise une relation microscopique légèrement différente liée à la variation du taux d'écrouissage en fonction de la contrainte d'écoulement :

$$\frac{d\rho}{d\bar{\varepsilon}} = h - r\rho \qquad \text{Eq.II.16}$$

où *h* et *r* ont la même signification que précédemment. On en déduit la loi de comportement macroscopique :

$$\sigma_0 = \sqrt{\sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_e^2).\exp(-\alpha\bar{\varepsilon})} \qquad \text{Eq.II.17}$$

avec les mêmes notations que précédemment.

II.8.3. Sélection du modèle à utiliser pour notre étude

Notre objectif est de faire correspondre au mieux les courbes expérimentales issues des essais de torsion dans les phases austénitique et bainitique et celles obtenues avec les lois de comportement phénoménologiques des modèles de Kocks et Mecking ou de Laasraoui et Jonas. Mais il nous faut tout de même correspondre à la physique que les modèles tentent de décrire. Ainsi, il nous faut rester dans les domaines d'écrouissage et de restauration dynamique ce qui est notre cas car nous n'allons pas considérer l'essai réalisé au-dessus de T_{nr} pour la détermination de la loi de comportement dans le domaine austénitique.

Nous avons utilisé la méthode d'itération du solveur du logiciel Microsoft Excel pour faire varier les trois paramètres des deux lois de comportement (σ_e , σ_s et α) afin d'obtenir un écart moyen minimum entre les courbes expérimentales et celles issues des modèles.

II.8.3.1. Déformation dans le domaine austénitique

Les résultats pour l'échantillon déformé à 770°C dans l'austénite avec une vitesse de déformation de 1 s^{-1} sont présentés sur la figure II.29. Des différences entre les deux modèles apparaissent au début de la courbe, la limite d'écoulement est mieux définie par le modèle de Laasraoui et Jonas. Ainsi c'est ce dernier qui a été sélectionné pour définir la loi de comportement de notre matériau dans la phase austénitique.

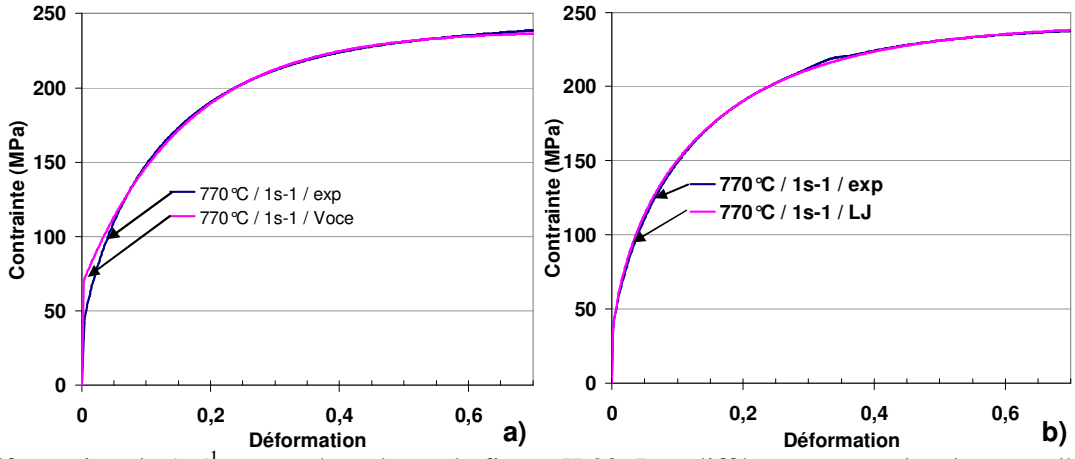


Figure II.29 : Courbe contrainte/déformation obtenue à partir de l'essai à 770°C, 1s^{-1} comparée avec les courbes obtenues avec a) le modèle de Kocks et Mecking (loi de Voce), b) le modèle de Laasraoui et Jonas.

II.8.3.2. Déformation dans le domaine bainitique

Les courbes σ/ε expérimentales obtenues dans le domaine bainitique montrent un adoucissement après une déformation plastique variant entre 0.12 et 0.33. Cet adoucissement nous pose deux problèmes :

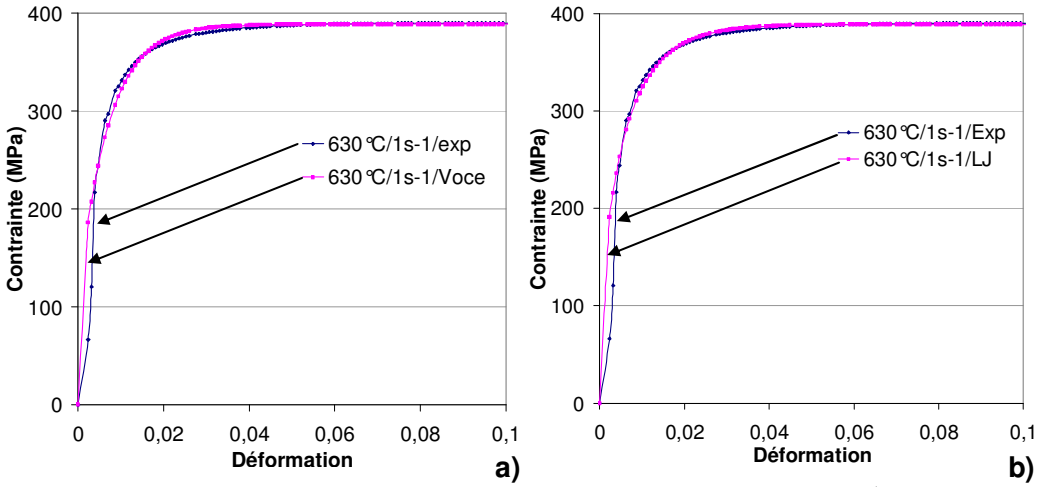
- il n'est pas possible d'en rendre compte à partir des modèles sélectionnés,
- cette situation n'est pas compatible avec l'algorithme de convergence du modèle de sélection de variants.

Dans le modèle de sélection de variants, nous avons dû réduire les déformations de transformation provenant de la PTMC car notre modèle repose sur des hypothèses de petites déformations. Ainsi, les déformations plastiques observées dans la phase bainitique en sortie du modèle n'excèdent pas 0.13.

Par ailleurs, dans le modèle de sélection de variants, nous nous plaçons à 10% d'austénite transformée ce qui correspond à une température d'environ 630°C. Ainsi pour la phase bainitique, nous allons utiliser 'directement' les données obtenues pour les essais de torsion

réalisés à 630°C avec des vitesses de déformation de 1 s^{-1} et de 10 s^{-1} afin d'encadrer l'intervalle de vitesse de déformation évalué dans le paragraphe I.3.4. Pour ces deux essais, la fin du palier à la contrainte maximale se situe à des déformations d'environ 0.12 et 0.33 respectivement. Ainsi, la partie adoucissante des courbes σ/ε considérées a été éliminée afin de pouvoir appliquer les modèles de Kocks et Mecking et de Laasraoui et Jonas, sans que cela n'induise d'erreurs dans les résultats issus du modèle micromécanique (mais il faudra tout de même vérifier *a posteriori* les niveaux de déformation issus du modèle).

La figure II.30 montre les courbes *σ/ε* obtenues avec les lois de Voce et de Laasraoui et Jonas



pour l'échantillon déformé à 630°C avec une vitesse de déformation de 1 s^{-1}. On constate que les courbes obtenues avec les deux modèles sont relativement similaires, néanmoins l'écart entre les courbes expérimentales et simulées est toujours légèrement inférieur lorsque l'on considère la loi de Laasraoui et Jonas.

Figure II.30 : Courbe contraintes/déformation obtenue à partir de l'essai à 630°C, 1 s^{-1} comparées à celles obtenues avec a) la loi de Voce, b) le modèle de Laasraoui et Jonas.

Nous allons donc appliquer le modèle de Laasraoui et Jonas pour représenter le comportement rhéologique des deux phases austénitique et bainitique de notre matériau dans le modèle micromécanique de sélection de variants.

II.8.3.3. Extrapolation de la loi de comportement de l'austénite

Comme précisé précédemment, la température considérée dans le modèle de sélection de variants est de 630°C, afin de se placer à environ 10% de phase austénitique transformée et de pouvoir utiliser directement les données issues des essais de torsion dans le domaine bainitique réalisés à cette température.

Cependant, la phase austénitique n'est pas stable dans l'acier étudié à une température aussi basse. C'est pourquoi il nous faut extrapoler nos données à la température de 630°C. Pour cela, nous avons considéré les paramètres de la loi de Laasraoui et Jonas et décidé d'extrapoler celui ou ceux qui dépend(ent) uniquement de la température à une vitesse de déformation fixée.

Le paramètre α représente la déformation à laquelle le matériau atteint la contrainte d'écoulement maximum. Ce paramètre est principalement fonction de la vitesse et non de la température de déformation.

Les données portant sur la limite d'écoulement sont peu fiables lors des essais de torsion. De plus les incertitudes augmentent avec la vitesse de déformation du fait des oscillations plus élevées sur les courbes expérimentales.

Quant à la contrainte d'écoulement au palier stationnaire, σ_s, à vitesse de déformation donnée, cette valeur varie principalement en fonction de la température. Nous avons donc décidé d'extrapoler le paramètre σ_s à plus basse température, pour cela nous avons considéré la formule suivante, valable pour le domaine de température considéré :

$$\sigma_s = \sigma_{s0}.\exp(\frac{Q}{R.T}) \qquad \text{Eq.II.18}$$

Avec : σ_{s0} : paramètre
Q : énergie d'activation apparente
R : constante des gaz parfaits
T : température en Kelvin

Nous avons fixé la vitesse de déformation et calculé la contrainte d'écoulement au palier stationnaire à 630°C à partir des données obtenues à 800 et 770°C.

Ainsi, pour une vitesse de déformation de 1 s^{-1} et de 10 s^{-1}, on évalue la contrainte d'écoulement au palier stationnaire, σ_s, à environ 340 MPa et 400 MPa, respectivement.

II.9. Conclusions

Les microstructures obtenues dans les échantillons déformés dans le domaine austénitique et refroidis directement après déformation sont composées de bainite et de ferrite, or cette dernière risque de rendre l'étude de la sélection des désorientations entre variants bainitiques difficile (chapitre III).

Cependant, les essais de torsion nous ont permis d'obtenir les lois de comportement des phases austénitique et bainitique à haute température que nous utiliserons dans le modèle de sélection de variants dans le chapitre IV, même si des doutes existent quant à la fiabilité de notre extrapolation du comportement de l'austénite à 'basse température'.

Par ailleurs, nous avons des données sur la bainite à plus basse température (580°C) pour modéliser la sélection de variants vers 50% de transformation. Cependant l'extrapolation des données de l'austénite devient alors encore plus délicate. Ainsi, étudier la sélection de variants après plus de 10% d'austénite transformée nécessiterait un travail de fond sur l'extrapolation des données de l'austénite à plus basse température.

Chapitre III : Etude expérimentale de la sélection des désorientations entre variants

III.1. Motifs et objectifs de l'étude sur la sélection des désorientations entre variants à l'échelle des microtextures

On a vu (chapitre I) que les microstructures de martensite et de bainite en lattes présentaient une organisation non arbitraire des variants issus d'un même grain parent. Cette dernière peut s'exprimer en termes de regroupement de variants spécifiques (§I.6.2). En effet, les anciens grains d'austénite des microstructures de martensite en lattes et de bainite inférieure sont constitués de « paquets » de 6 variants partageant un même plan dense $\{111\}_\gamma$, eux mêmes partitionnés en blocs d'un variant ou des deux variants partageant une même direction dense $<110>_\gamma$. Quant à la bainite supérieure, un groupement de lattes morphologiquement fortement désorientées mais cristallographiquement proches a été observé par Lambert [LAM04]. La sélection de voisinages privilégiés de variants est également visible sur les histogrammes de répartition des angles de désorientation entre variants issus d'un même grain parent qui diffèrent des diagrammes théoriques obtenus à partir des relations d'orientation classiques de KS ou NW pour une distribution aléatoire de variants présents de façon équiprobable (§I.6.3).

Objectifs de l'étude

Le premier objectif est d'étudier, sur différents types d'échantillons, la **répartition des angles de désorientation** entre variants bainitiques issus de mêmes grains d'austénite et de déterminer si la **microstructure initiale de l'austénite**, la **température de transformation** bainitique ou encore la **taille de grain austénitique** influencent une éventuelle sélection des désorientations entre variants après transformation de phase. Nos résultats expérimentaux seront comparés à ceux issus de la **littérature** et aux **répartitions théoriques** issues des relations d'orientation classiques de KS et NW, ainsi qu'à la relation d'orientation de Kelly considérée dans le chapitre IV.

Ensuite, nous considérerons les désorientations entre variants issus d'un même grain parent en termes de **couples axe/angle** minimal de désorientation. Le but est de comparer de façon plus précise les caractérisations expérimentales avec les **prédictions du modèle** de sélection de variants (chapitre IV) et d'étudier **l'influence** des mêmes **paramètres** considérés précédemment sur la répartition des couples axe/angle.

Enfin, nous étudierons les **regroupements de deux variants et plus** observés à l'intérieur d'anciens grains austénitiques sur nos échantillons. Ces configurations seront comparées aux données de la littérature et également aux prédictions du modèle.

III.2. Caractérisation des microtextures cristallographiques par analyse EBSD

L'étude des microtextures implique la caractérisation des variants de ferrite bainitique issus d'anciens grains austénitiques. L'outil permettant une étude locale de la cristallographie de l'échantillon à cette échelle, soit au moins 100*100 μm^2 compte tenu de la taille de grain d'austénite, est l'analyse EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction) ou diffraction des électrons rétrodiffusés.

III.2.1. Principe de la mesure

La technique EBSD utilise la diffraction des électrons dans un microscope électronique à balayage (MEB). Le volume dont on analyse la réponse en EBSD est anisotrope et dépend du type de canon du MEB utilisé (FEG ou filament de tungstène dans notre cas). Typiquement, ce volume est de quelques dizaines de nm en épaisseur et de 20 à 500 nm en longueur et en largeur, la résolution spatiale étant supérieure pour le MEB-FEG. L'analyse EBSD non seulement nous renseigne sur l'orientation cristallographique des zones analysées mais elle nous permet également d'avoir accès à d'autres éléments de la microstructure comme la taille et la morphologie des grains, les désorientations entre les grains et à l'intérieur des grains eux-mêmes.

Les électrons du faisceau incident sont diffusés inélastiquement dans un large domaine angulaire lorsqu'ils pénètrent dans le matériau. Une petite partie d'entre eux subit essentiellement des interactions de diffraction par les plans cristallins en position de Bragg et sont rétrodiffusés avec une énergie proche de celle du faisceau incident. L'intersection des cônes de diffraction avec un écran plan produit un ensemble de lignes, appelées bandes de pseudo-Kikuchi. Les angles entre ces bandes sont caractéristiques d'une structure cristalline donnée. Par exemple, chaque paire de lignes parallèles ou bande correspond à une famille de plans cristallins et la distance interréticulaire de cette famille de plans est reliée à la largeur de la bande. En connaissant la structure cristalline du matériau étudié, la mesure des angles entre les bandes permet de remonter à l'orientation cristallographique de la zone analysée.

III.2.2. Conditions expérimentales

Pour les microstructures bainitique et ferrito-bainitique, les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'au papier SiC de granulométrie 4000 puis on procède à un polissage électrolytique à l'aide de la solution Struers A2 composée d'environ 70% d'éthanol, 10% de 2-butoxyéthanol, 5% d'acide perchlorique à 60% et 15% d'eau, associé à une tension de 38V, pendant 10s et un flux de 20 sur une machine LectroPol-5 de Struers. Le polissage électrolytique permet d'éliminer l'écrouissage de surface dû au polissage mécanique et ainsi d'obtenir des diagrammes de diffraction d'une qualité optimale.

Quant aux microstructures constituées de bainite et de martensite, les échantillons sont polis mécaniquement à la pâte diamantée jusqu'au grade de 1 µm. Puis on réalise un polissage à l'OPS (solution de silice colloïdale) pendant environ 5 minutes afin d'éliminer l'écrouissage de surface et d'obtenir une surface légèrement attaquée pour révéler la microstructure.

Les mesures ont été réalisées au LPMTM dans un MEB Cambridge S360 avec un canon à filament de tungstène et dans un MEB-FEG Zeiss SUPRA 40VP avec une tension de 25 et 20 kV respectivement. La distance de travail est de 15 et 10 mm respectivement, et l'échantillon est tilté à 70°. Le logiciel d'indexation automatique OIM de la société TSL permet d'indexer les diagrammes en détectant les bandes de Kikuchi selon la méthode de la transformée de Hough et en les comparant avec celles de sa bibliothèque (figure III.1).

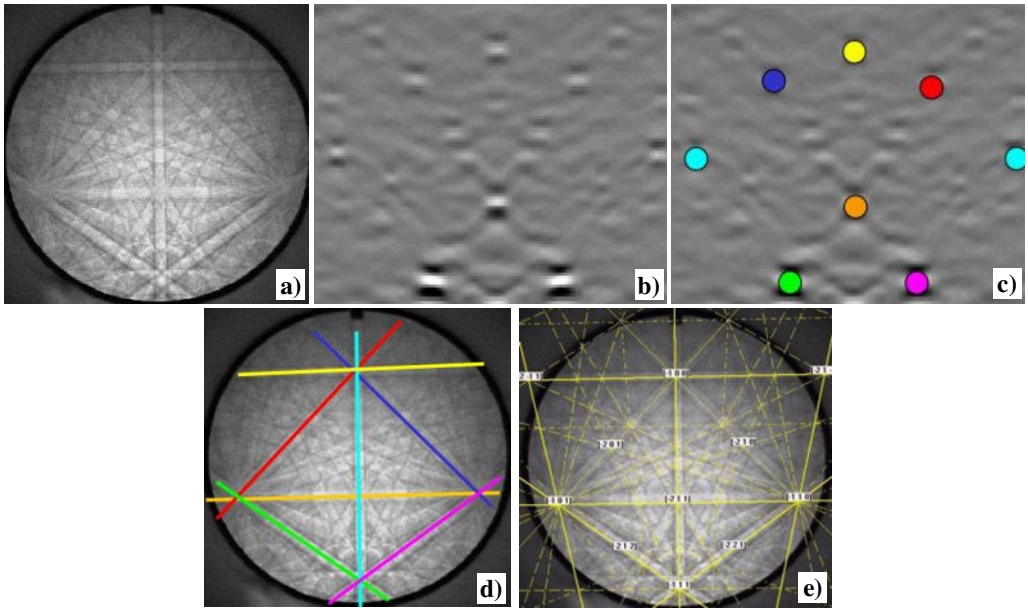


Figure III.1: Obtention de la position des bandes de Kikuchi dans un diagramme de diffraction à partir de la transformée de Hough, a) diagramme de diffraction collecté à une tension de 20kV, b) la transformée de Hough associée à ce diagramme, c) les pics de la transformée de Hough identifiés et colorés, d) les lignes du diagramme de diffraction original correspondant aux pics trouvés dans la transformée de Hough sont identifiées et colorées de la même manière, d) le diagramme de diffraction indexé [site Internet d'Oxford Instruments].

III.2.3. Traitement des données

Les données ont été analysées avec le logiciel Channel 5 de la société HKL Technology (Oxford Instruments). Sur les cartographies, chaque pixel représente une mesure EBSD. Lorsque la qualité du diagramme de Kikuchi est mauvaise (superposition de deux clichés au niveau d'un joint de grains, densité de dislocations élevée...), l'indexation est erronée voire impossible. Ainsi, les cartographies nécessitent d'être corrigées à l'aide des fonctions comprises dans l'outil « Noise Reduction » : la fonction « wild spikes » est utilisée en premier, elle permet d'éliminer les pixels isolés et mal indexés (c'est-à-dire un pixel dont l'orientation diffère de celle de ses voisins). Puis on applique la fonction standard de l'onglet « Noise Reduction » qui permet le remplacement des pixels manquants en leur attribuant l'orientation moyenne de leurs voisins. Cette correction peut s'effectuer à plusieurs niveaux, elle est généralement utilisée jusqu'au niveau 2 : les pixels qui n'ont qu'un voisin manquant sont identifiés, puis ceux qui n'ont que deux voisins manquants. Au-delà, on risque de générer des erreurs d'indexation.

L'indice de qualité fréquemment utilisé pour représenter les cartographies obtenues est le « Band Contrast » (BC pour HKL). Il est représentatif du contraste moyen entre le centre des bandes et le bruit de fond. Par ailleurs, cette composante a été utilisée afin de pouvoir différencier les zones correspondant à une microstructure de ferrite équiaxe ou de martensite [CAB05] qui sont toutes deux cubiques centrées et non différentiables par indexation automatique. En effet, les clichés de diffraction correspondant à la martensite sont moins intenses ce qui correspond à un faible indice de qualité, cela étant sans doute dû à une plus forte densité de dislocations.

La composante de mesure de la désorientation locale (Local misorientation pour HKL) permet de mettre en valeur les faibles changements d'orientation sur les cartographies en soulignant les régions présentant de fortes déformations. En chaque pixel, la désorientation moyenne entre le pixel considéré et ses plus proches voisins est calculée et assignée au pixel correspondant, et cela sans prendre en compte les désorientations supérieures à une certaine tolérance, typiquement 5°, afin de ne pas comptabiliser les joints de grains dans le calcul, comme illustré sur la figure III.2.

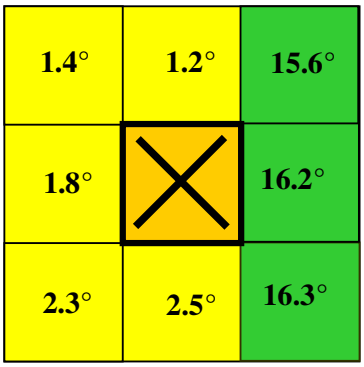


Figure III.2 : Calcul de la désorientation locale en un pixel. Dans ce cas, la désorientation locale pour le pixel étudié (localisé par une croix) est de 1.8° (c'est-à-dire égale à (1.2 + 1.4 + 1.8 + 2.3 + 2.5) / 5)

III.3. Caractéristiques des échantillons étudiés

III.3.1. Echantillons issus de la campagne de torsion

L'un des objectifs de la campagne de torsion est d'étudier l'influence de la microstructure de l'austénite avant transformation sur les microstructures bainitiques obtenues après refroidissement. En d'autres termes, la microstructure de l'austénite influence-t-elle la sélection des désorientations entre variants de ferrite bainitique ?

Plusieurs cycles thermomécaniques ont été testés lors de la campagne d'essais de torsion. Les types d'échantillons obtenus sont les suivants :

- déformation dans le domaine austénitique à une température inférieure à la température de non-recristallisation, T_{nr}, et refroidissement immédiat après la déformation. On

constate que, quels que soient les paramètres de déformation appliqués, ces échantillons présentent tous une microstructure ferrito-bainitique (figure III.3.a),
- déformation dans le domaine austénitique à une température supérieure à T_{nr} et refroidissement après un palier de recristallisation (figure III.3.b),
- refroidissement après le traitement d'austénitisation, sans déformation (figure III.3.c).

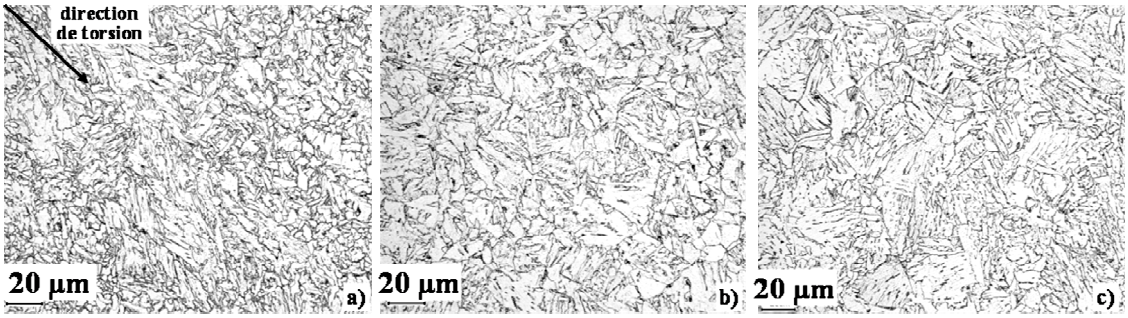


Figure III.3 : Micrographies en microscopie optique après attaque nital 2%, des échantillons a) déformé à 800°C, 0.1s^{-1}, b) déformé à 1000°C, 1s^{-1} suivi d'un palier de recristallisation, c) non déformé. Les micrographies a) et b) ont été réalisées au centre de méplats.

Les analyses au MEB-EBSD ont été effectuées à mi-largeur des méplats décrits dans le §II.6.3 pour les échantillons déformés par torsion. En effet, les méplats permettent d'étudier les microtextures obtenues dans les zones fortement déformées, sur une surface où la déformation est relativement uniforme. Cela n'aurait pas été le cas si l'analyse avait été réalisée selon une surface perpendiculaire à l'axe de torsion.

Les microstructures bainitique et ferrito-bainitique issues de la campagne de torsion ont été obtenues par refroidissement continu. La bainite ne s'est donc pas formée de manière isotherme, ni dans une matrice austénitique avec des propriétés mécaniques constantes. Ainsi des essais de transformation bainitique isotherme ont été réalisés afin d'étudier l'influence de la température de transformation, et ce à partir d'une austénite présentant des propriétés mécaniques relativement constantes. En effet, seules les déformations de transformation provenant des variants bainitiques déjà formés pouvaient modifier les propriétés mécaniques de l'austénite lors de la progression de la transformation de phase. De plus, nous souhaitions réaliser des essais de transformation bainitique isotherme interrompus pour pouvoir étudier l'organisation des premiers variants formés.

III.3.2. Transformation bainitique isotherme

III.3.2.1. Conditions de traitement par machine Gleeble

Les essais de transformation isotherme ont été réalisés sur une machine Gleeble 1500 au Centre des Matériaux. La machine Gleeble est un dispositif de simulation thermomécanique permettant de générer une large variété de microstructures obtenues par changement de phase, notamment au cours du soudage. Dans notre cas, seul cet appareillage nous a permis d'atteindre des **vitesses de refroidissement** suffisamment **rapides** pour réaliser des essais avec une transformation de phase isotherme d'austénite en bainite. La machine Gleeble est constituée d'un rack de commande et d'acquisition développé au laboratoire et piloté par un logiciel WinATS pour les cycles thermomécaniques et d'un système régulé en température et en charge (Figure III.4).

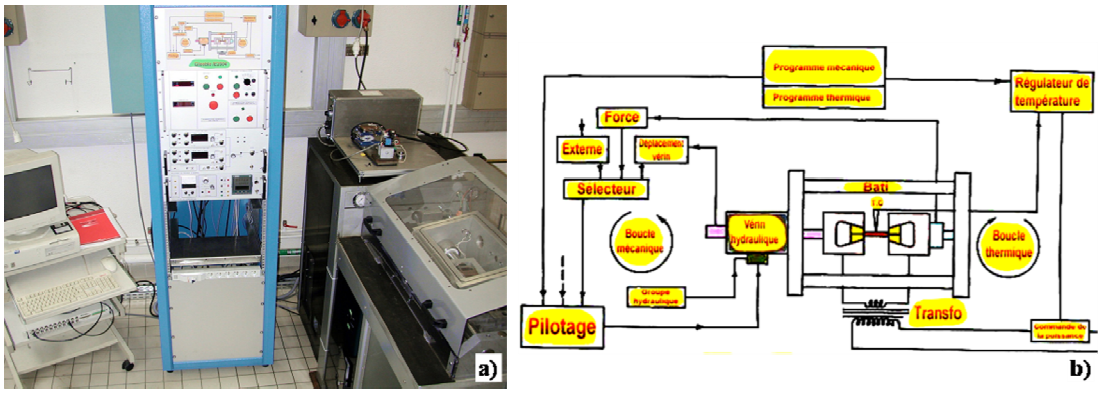


Figure III.4 : Simulateur thermomécanique Gleeble et son rack de contrôle et d'asservissement, b) Asservissement en température et en charge (A. Naslot)

La résistance au passage du courant produit un échauffement de l'ébauche sur une zone uniforme d'environ 7 mm, soit environ un tiers de la distance entre les mors. La température de la section chauffée est contrôlée par un thermocouple de type K soudé sur l'ébauche au milieu de la zone utile. Les essais sont réalisés sous **vide primaire** afin de limiter l'oxydation à haute température. Le vérin mobile régulé par l'asservissement en charge permet de conserver une charge nulle dans l'éprouvette lors de sa dilatation thermique (figure III.5.a). Les mesures de dilatométrie sont réalisées grâce à un **extensomètre** en forme de pince qui mesure les variations de dimension du diamètre de l'ébauche (figure III.5.b). Les ébauches utilisées sont pleines, cylindriques, de diamètre 5 mm pour une longueur de 90 mm et prélevées à quart épaisseur dans le sens travers long de la tôle. Ainsi pour une distance entre les mors de 20 mm, les éprouvettes dépassent de 5 mm des mors ce qui facilite leur mise en place. Les mors en cuivre continûment refroidis permettent d'accélérer le **refroidissement** et d'atteindre des **vitesses** d'environ **60 à 70°C/s entre environ 1070 et 600-530°C**. Ces vitesses permettent d'éviter la transformation d'austénite en ferrite ou bainite au refroidissement avant d'atteindre le palier de transformation isotherme.

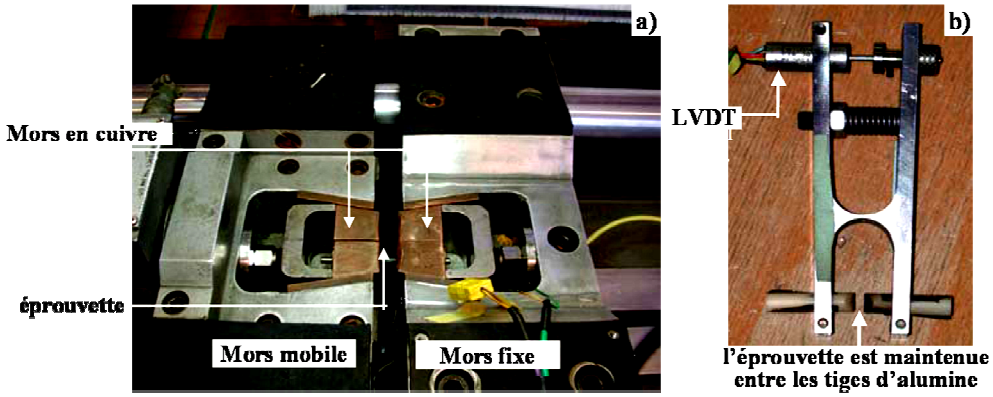


Figure III.5 : a) Machine de traitement thermomécanique Gleeble 1500 du Centre des Matériaux, b) extensomètre en forme de pince [GAF04]

La machine de simulation Gleeble nous a ainsi permis de réaliser des transformations bainitiques isothermes (quasi) complètes. Dans un objectif de cohérence avec les essais réalisés lors de la campagne de torsion, le même traitement d'austénitisation a été réalisé afin d'obtenir une taille de grain austénitique comprise entre 50 et 100 µm. Néanmoins, malgré une consigne identique de la température d'austénitisation pour tous les essais, des fluctuations ont été constatées ce qui a causé une variation de la taille de grain austénitique effective, lors de la première partie de la campagne d'essais sur machine Gleeble. La source de ce problème a été détectée et résolue par la suite. C'est pourquoi la température du palier d'austénitisation ainsi que la taille de grain d'austénite seront précisées pour chaque essai dans le tableau récapitulatif III.1.

De plus, grâce au refroidissement des mors, des vitesses de refroidissement suffisamment rapides peuvent être atteintes afin d'interrompre la transformation bainitique par une transformation martensitique. Nous avons ainsi pu obtenir des échantillons partiellement transformés en bainite.

III.3.2.2. Transformations interrompues

Afin de réaliser les essais de transformation bainitique isotherme interrompue, nous avons évalué le temps de maintien à partir des courbes d'extensométrie indiquant l'évolution du diamètre des ébauches en fonction du temps, obtenues pour les transformations complètes. Ces courbes présentent toutes la même allure et un exemple est donné sur la figure III.6 pour l'échantillon transformé à 560°C. Sur cette courbe, différentes portions ont été identifiées et numérotées :

1. une dilatation au cours du chauffage,
2. une zone avec peu de changement de dimension due aux effets opposés du chauffage (dilatation) et de la transformation de ferrite en austénite (contraction),
3. de nouveau de la dilatation due au chauffage,
4. durant le palier à haute température, l'échantillon subit du fluage en raison de la compression trop élevée de l'extensomètre sur le diamètre de l'ébauche,
5. une contraction due au refroidissement,
6. une dilatation due au réchauffement après l'undershoot (visible sur la courbe de l'évolution de la température en fonction du temps en encart sur la figure III.6), puis une zone « perturbée» due probablement à un artéfact de l'extensomètre,

7. une dilatation attribuée à la transformation de phase d'austénite en ferrite,
8. puis une stabilité du diamètre de l'ébauche lors du palier « basse température » avec cependant une légère dilatation peut être due à de l'oxydation,
9. une contraction suite au refroidissement après le palier isotherme.

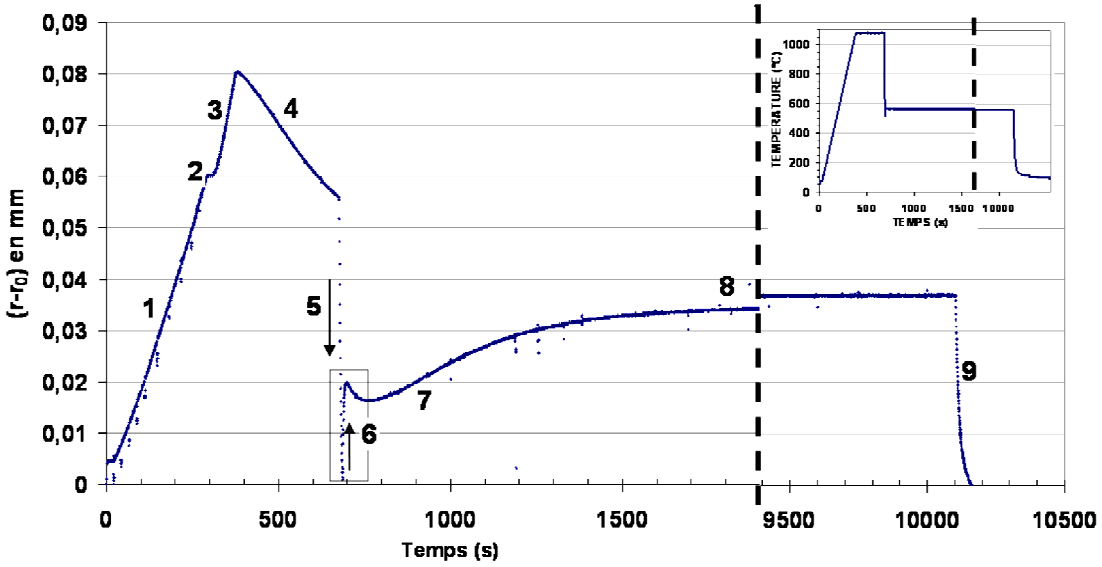


Figure III.6 : Courbe de la variation du diamètre de l'éprouvette en fonction du temps obtenue lors de l'essai de transformation isotherme à 560°C.

A partir de la courbe de la figure III.6, nous avons estimé que la transformation bainitique isotherme à 560°C durait environ 900s, c'est-à-dire la durée de la zone n°7, avec une dilatation relativement rapide en début de transformation puis plus lente après environ 350s. Nous avons ainsi décidé d'interrompre nos essais après un palier isotherme de 100s pour nous situer au début de la transformation. La courbe de la variation de dimension du diamètre de l'ébauche en fonction du temps pour l'échantillon transformé à 560°C pendant 100s est présentée sur la figure III.7. Le début de la courbe III.7.a jusqu'au refroidissement après le palier d'austénitisation à haute température est comparable à celui de la figure III.6. La figure III.7.b représente la fin de la courbe III.7.a avec en encart la courbe de l'évolution de la température en fonction du temps où l'on constate que l'undershoot de température est presque inexistant. La transformation de phase de l'austénite en bainite se termine apparemment au bout d'environ seulement 30s (durée de la zone n°7). La portion n°7 terminée, on observe un palier qui indique que l'échantillon ne subit plus de variation de volume donc que la transformation de phase est finie (zone n°8), puis une contraction due au refroidissement (zone n°9).

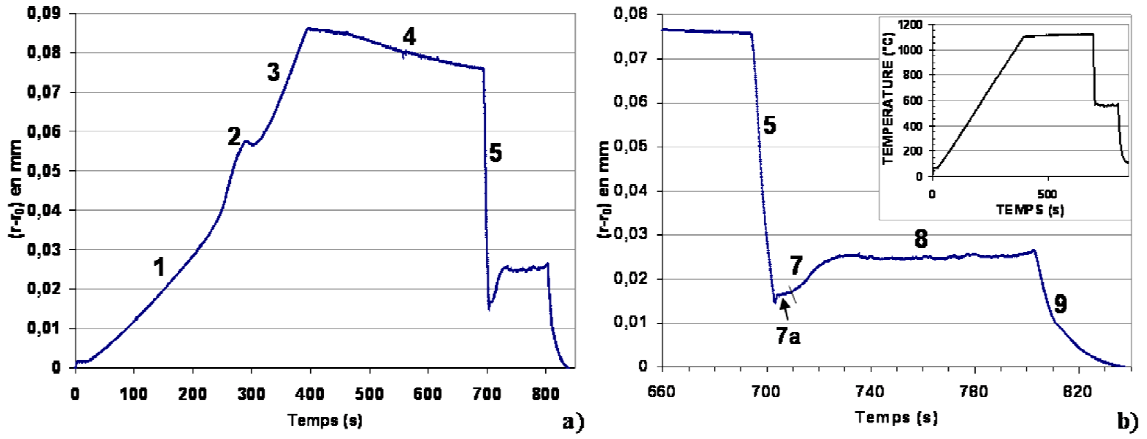


Figure III.7 : a) courbe de la variation de dimension du diamètre de l'ébauche en fonction du temps pour l'échantillon transformé à 560°C avec un palier isotherme de 100s, b) détail de la fin de la courbe (a) et en encart la courbe température/temps.

Les microstructures obtenues à partir des éprouvettes avec un palier isotherme de 100s sont presque totalement bainitiques, comme le montre la micrographie de la figure III.11.a, en accord avec les courbes d'extensométrie.

Ainsi, nous avons redéfini une nouvelle durée pour le palier de transformation isotherme à partir des courbes d'extensométrie obtenues après un palier de 100s. Nous avons fixé le nouveau palier à 5 secondes, soit jusqu'à la fin de la zone de dilatation lente notée 7.a. Cependant, le palier de transformation isotherme obtenu expérimentalement est de plus courte durée. De plus, les températures du 'palier' diffèrent de celles des consignes. Elles ne sont pas forcément stables sur la courte durée du palier en raison de la forte vitesse de refroidissement entre les paliers d'austénitisation et de transformation qui induit fréquemment un undershoot avant le palier de transformation de phase. Ainsi, la durée du palier de transformation expérimental s'est située entre 1 et 1.5 s pour une gamme de température comprise entre 500°C et 570°C (tableau III.1). Les échantillons obtenus présentaient néanmoins une quantité suffisante de variants bainitiques pour réaliser les études souhaitées. Des essais avec des paliers plus longs auraient probablement donné des échantillons trop transformés en bainite.

III.3.2.3. Récapitulatifs des essais de transformation bainitique isotherme

Toutes les éprouvettes n'ont pas été exploitées car certaines présentaient des microstructures similaires. Nous avons donc retenu pour l'analyse microstructurale les éprouvettes présentant des transformations partielles et quelques éprouvettes après transformation totale avec des microstructures typiques (d'une température de transformation et d'une taille de grain austénitique).

La figure III.8 représente les cycles thermiques réalisés lors des campagnes sur machine Gleeble pour obtenir des échantillons transformés, de façon isotherme, complètement ou partiellement en bainite. Les essais ayant effectivement servi à l'étude de la sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale par analyse EBSD sont récapitulés dans le tableau III.1.

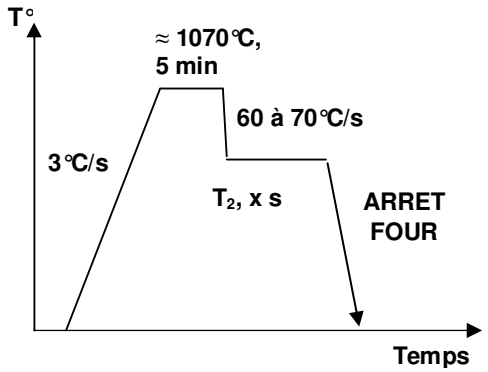


Figure III.8 : Traitement thermique des transformations bainitiques isothermes sur machine Gleeble avec un palier de transformation isotherme variant d'environ 1 seconde pour un essai interrompu, à plusieurs heures pour une transformation complète ou quasi-complète.

L'essai de transformation bainitique isotherme à 530°C a été doublé suite à une maîtrise insuffisante de la température du palier haut lors du recuit d'austénitisation. Ainsi, un essai de transformation isotherme à **530°C**, après un **traitement d'austénitisation à 1070°C** et avec un **palier** d'environ **30s,** a permis d'obtenir une microstructure complètement bainitique comme le montre la figure III.11.b. Cet échantillon présente une taille de grain austénitique comprise entre 50 et 100 µm.

	Dénomination	$T_{PALIER\ HAUT}$ (°C)	Taille de grain γ	$T_{PALIER\ BAS}$ (°C)	Durée Palier Bas
Essais longs	580_L1	1070	60-100 µm	585	45 min
	580_L2	1045 → 1060	35 - 40µm	571 → 577	4h
	560	1070	60-100 µm	560	2h30
	530_L	1000 → 1050	≈ 30 µm	525 → 533	4h
	530_30s	1075	60-100µm	530	28s
Essais interrompus	500_1s_E1	1075	60-100 µm	498-500	1s
	500_1s_E2	1070	60-100 µm	500-504	1s
	525-565_1s	1075	60-100 µm	526-565	1s
	530-570_1.5s	1075	60-100 µm	528-568	1.5s

Tableau III.1 : Récapitulatif des essais de transformation bainitique isotherme réalisés sur machine Gleeble.

III.3.2.4. Caractérisation microstructurale des éprouvettes Gleeble

Les échantillons ayant subi des paliers de transformation isotherme longs présentent une microstructure presque totalement bainitique comme le montrent les micrographies de la figure III.9, avec la présence de secondes phases sous forme de MA (figure III.10).

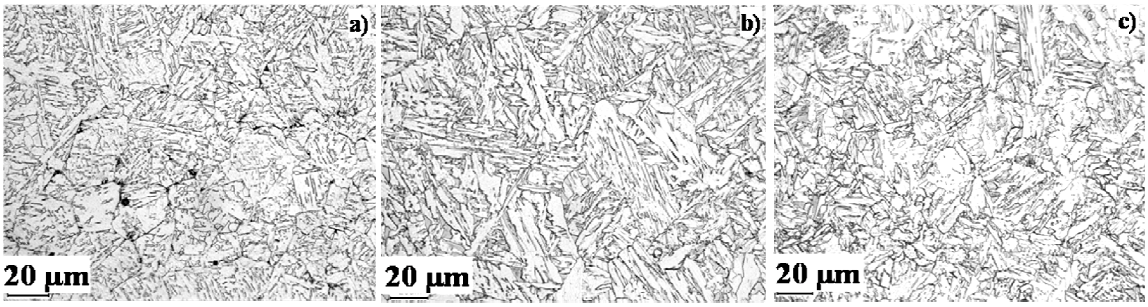


Figure III.9 : Micrographies en microscopie optique après attaque Nital 2%, des échantillons : a) 530_L, b) 560_L, c) 580_L1

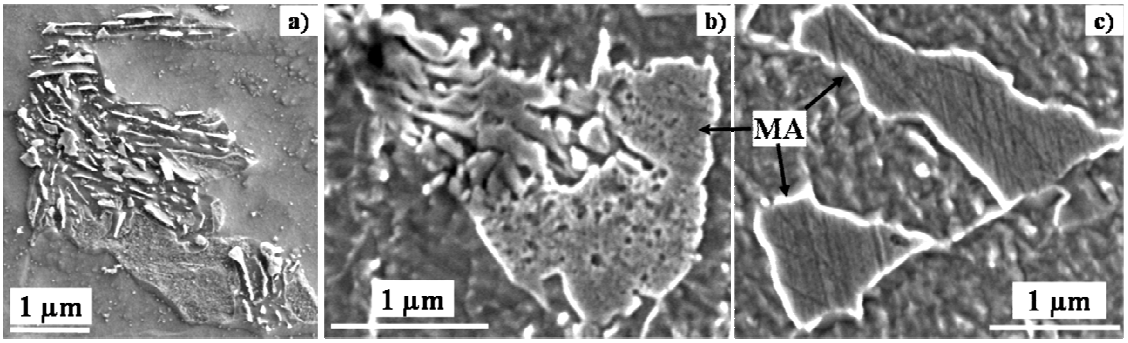


Figure III.10 : Micrographies au MEB-FEG des secondes phases après attaque nital 2%, a) 530_L, b) 560_L, c) 580_L1

La figure III.11 montre les microstructures obtenues après un palier de transformation isotherme d'environ 100 secondes à 560°C (a) et de 30s à 530°C (b). On constate que les microstructures sont presque totalement bainitiques avec également présentes des secondes phases sous forme de MA.

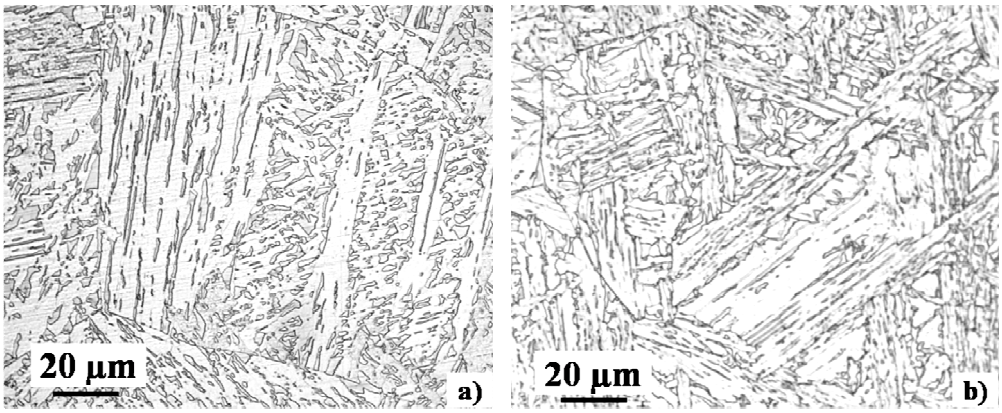


Figure III.11 : Micrographies en microscopie optique après attaque Nital 2%, des échantillons transformés à : a) 560°C pendant 100s, b) 530_30s

Quant à la figure III.12, elle présente les microstructures constituées de bainite et de martensite obtenues suites aux essais interrompus après environ 1s de transformation bainitique. On constate que la proportion de variants bainitiques formés est variable d'un ancien grain austénitique à un autre, du moins sur coupes métallographiques 2D.

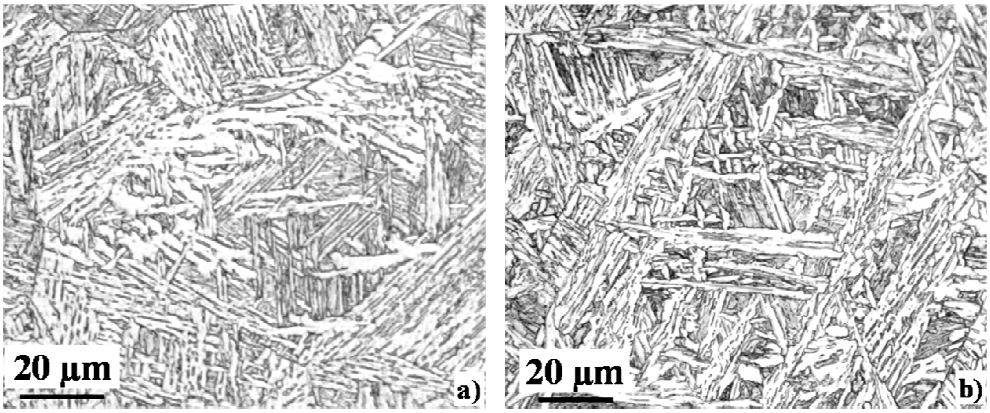


Figure III.12 : Micrographies en microscopie optique après attaque Nital 2%, des échantillons: a) 530-570_1.5s, b) 500_1s_E1

III.4. Méthodes de dépouillement des cartographies EBSD

Tout d'abord, dans cette partie, nous déterminerons des **catégories** pour classer les échantillons selon leur microstructure et la taille de grains austénitiques.
Puis, nous décrirons les **méthodologies** de **dépouillement des cartographies EBSD** utilisées afin d'évaluer les **longueurs de joints** :

- entre **variants bainitiques** voisins issus de mêmes grains parents,
- « **parasites** » : anciens joints de grains d'austénite ou joints entre grains de ferrite équiaxe

L'objectif est de **déterminer** et **délimiter** les **zones à considérer**.

Les échantillons étudiés issus de la campagne de torsion ou des essais de transformation isotherme sur machine Gleeble peuvent être classés en **quatre catégories** selon la microstructure à température ambiante et la taille de grain austénitique :

1. **Microstructure bainitique** (ou quasi bainitique) obtenue à partir d'austénite non déformée présentant une **taille de grain** d'environ **50 - 100 µm** :

- ⇨ Échantillon non déformé de la campagne de torsion,
- ⇨ Échantillons obtenus par transformation isotherme (quasi) complète avec une température d'austénitisation d'environ 1070°C.

2. Microstructure bainitique (ou quasi bainitique) obtenue à partir d'austénite non déformée ou déformée puis recristallisée présentant une **taille de grain** d'environ **30-40 µm** :

- ⇨ Echantillon déformé au-dessus de T_{nr} puis recristallisé, présentant une taille de grain austénitique au niveau du méplat analysé d'environ 30 µm,
- ⇨ Echantillons obtenus par transformation isotherme (quasi) complète avec une température d'austénitisation inférieure à 1070°C.

3. Echantillons déformés par torsion dans le domaine austénitique au-dessous de T_{nr} puis refroidis immédiatement après la déformation. Ces derniers présentent après transformation de phase une microstructure **ferrito-bainitique**.

4. Echantillons issus de transformation isotherme interrompue. La microstructure obtenue après transformation est composée de **bainite** et de **martensite**.

Pour les échantillons des **catégories 3 et 4**, il parait évident de devoir **identifier** les données représentatives de la **ferrite équiaxe** et de la **martensite** sur les cartographies EBSD afin de pouvoir les **éliminer** et ainsi d'étudier uniquement les désorientations entre variants de ferrite bainitique. La méthodologie appliquée pour éliminer les données issues de la ferrite dans les échantillons de torsion est décrite dans le paragraphe III.4.2. Quant aux échantillons dont la transformation de phase en bainite a été interrompue, ils seront étudiés dans le paragraphe III.8.1.

Cependant, pour les **catégories 1 et 2** présentant des microstructures (quasi) **bainitiques**, il n'est pas évident de savoir si nous pouvons étudier les cartographies entières ou s'il nous faut extraire l'information liée aux anciens joints de grains austénitiques. Nous avons donc évalué la **longueur de joints de grains austénitiques** et l'avons **comparée** à celle des **joints de grains entre variants bainitiques** appartenant à des grains parents identiques. La méthode utilisée est explicitée dans le paragraphe III.4.1.

Par ailleurs, les désorientations entre variants de bainite issus d'un même grain parent seront étudiées selon les relations d'orientation « classiques » de KS et de NW mais surtout selon la **relation d'orientation dite « de Kelly »**, donnée dans le §I.4 et utilisée dans le modèle du chapitre IV. Nous rappelons que la relation d'orientation de Kelly se situe entre les relations d'orientation de KS et NW :

$\{111\}_\gamma$ à w° $\{101\}_\alpha$ et $<1\text{-}10>_\gamma$ à x° de $<11\text{-}1>_\alpha$

avec w = 0° pour KS et NW,

w = 0.19° pour « Kelly » pour un plan d'habitat $\{557\}_\gamma$ (chapitre IV),

x = 0° pour la relation de KS,

x = 2.94° pour la relation de « Kelly »,

x = 5.26° pour la relation de NW.

III.4.1. Traitement des cartographies des microstructures bainitiques

Nous avons vu dans le chapitre I (§I.2.5) que les méthodes automatiques de reconstruction des grains austénitiques ne donnaient pas encore de résultats totalement satisfaisants pour les microstructures qui nous intéressent. C'est pourquoi nous avons décidé d'utiliser une méthode manuelle.

La **longueur de joint** des anciens grains austénitiques et celle entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents a été évaluée à partir des cartographies EBSD en suivant la méthodologie suivante :

- **identification** du plus grand nombre d'anciens **grains austénitiques**, selon la méthode décrite dans le §III.4.1.1,
- **sélection « simplifiée »** des derniers grains austénitiques, permettant un compromis entre la quantité de variants bainitiques étudiés par rapport au temps de dépouillement,
- **séparation** des **zones** de « **joints de grains austénitiques** » et de **joints entre variants bainitiques** issus de mêmes grains parents.

III.4.1.1. Méthode permettant de retrouver les anciens grains austénitiques

Cette méthode est illustrée à partir du dépouillement appliqué à une analyse EBSD réalisée sur l'échantillon non déformé de la campagne de torsion. La figure III.13 montre que les anciens joints de grains austénitiques ne sont pas facilement identifiables ni sur une cartographie EBSD de l'indice de qualité (figure III.13.a), ni par microscopie optique après attaque nital (figure III.13.b).

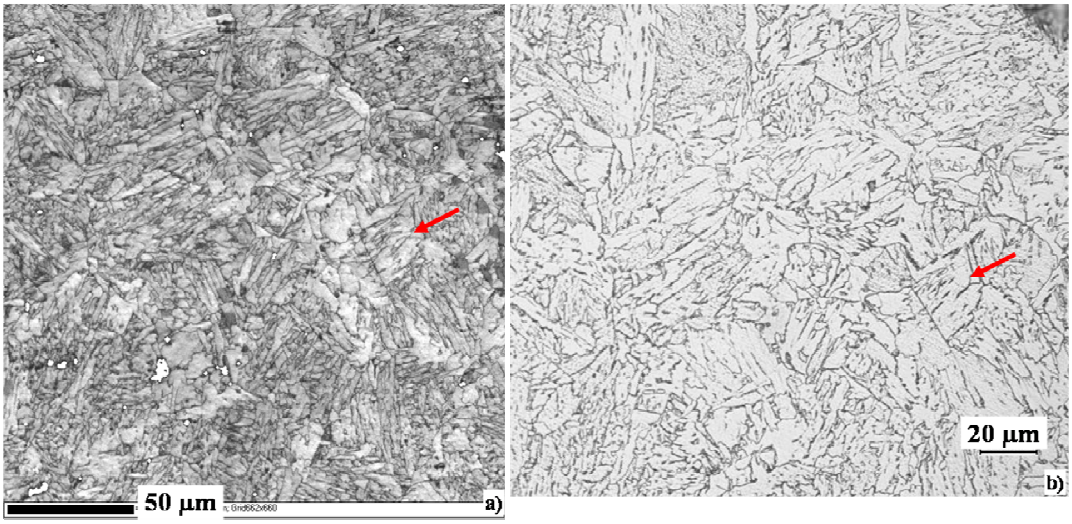


Figure III.13 : Echantillon non déformé de la campagne de torsion : a) cartographie EBSD de l'indice de qualité, b) micrographie en microscopie optique après attaque nital 2% réalisée sur la zone analysée par EBSD. (Les flèches rouges repèrent un même cristal sur les deux images)

Des fonctionnalités disponibles sur le logiciel de dépouillement Channel 5 d'HKL Technology ont été utilisées afin d'identifier un ancien grain austénitique :

1) Identification des **joints de grains « non endotaxiques »** : si l'on considère les relations d'orientation ou relations d'endotaxie de KS, NW ou la relation de Kelly (§I.4), on constate qu'aucun couple de variants issus d'un même grain parent ne présente un angle de désorientation minimal **compris entre 22 et 46**° (§I.6.3). Ainsi on peut en déduire que les joints de grains ayant un angle minimal de désorientation compris entre 22° et 46° se réfèrent aux anciens joints de grains austénitiques. Cette démarche est similaire à celle utilisée par Gey et coll. [GEY02] pour retrouver les anciens grains parents dans un alliage de titane (§I.2.5). Il faut néanmoins tenir compte du fait que cette information n'est que partielle, les anciens joints de grains austénitiques ne se limitent, bien sûr, pas à ces angles de désorientation, comme l'illustre la figure III.14.a où les joints « non-endotaxiques» sont représentés en noir.

2) Lorsqu'une zone représentant un ancien grain austénitique est supposée trouvée, on réalise alors un « **subset** » de cette zone à main levée. Cette fonction du logiciel de caractérisation permet de n'étudier que les données d'une zone précise de la cartographie sélectionnée de façon manuelle. De plus plusieurs formes de « subset » sont disponibles comme par exemple le cercle, le rectangle ou le polygone avec un nombre de segments illimité qui permet de sélectionner des zones au contour complexe. Une fois le subset de la zone réalisé, on trace la **figure de pôles $\{001\}_\alpha$** associée et l'on vérifie si cette dernière est semblable à la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ obtenue à partir des variants issus d'un grain d'austénite selon les relations d'orientation classiques de KS ou NW (§I.2.2). Cependant, il arrive que seulement deux des trois zones de Bain soient présentes sur la coupe analysée ou que les trois zones de Bain soient présentes mais de façon incomplète (figure.14.b).

III.4.1.2. Obtention du « domaine bainitique »

La méthode présentée précédemment est réitérée afin de retrouver le maximum d'anciens grains d'austénite par cartographie. Puis ces zones sont regroupées en un seul subset à l'aide de la fonction *OR* (fonction « ou inclusif ») de l'onglet de fonctionnalités lié au « subset ». On constate alors que des zones de faibles surfaces délimitées partiellement par des joints « non-endotaxiques » n'ont pas été sélectionnées. En effet de par le faible nombre de variants de ces zones, sur cette coupe de l'échantillon, la méthode de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ n'est plus réellement pertinente. Ces zones sont donc ajoutées manuellement au subset des anciens grains austénitiques de plus fortes surfaces afin de pouvoir étudier un nombre maximum de joints entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents.

Ainsi la cartographie est composée de **deux parties complémentaires** :

- Une partie avec « **l'intérieur** » des **anciens grains austénitiques** qui nous permet d'avoir accès aux données entre **variants bainitiques issus de mêmes grains parents**. Cette zone sera par la suite nommée : « le domaine bainitique », c'est-à-dire qu'il ne comprend que des joints entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents présentant des désorientations spécifiques (figure.14.c).

- Une partie qui comprend les **anciens joints de grains austénitiques** (figure.14.d). Cette dernière n'est bien sûr pas exclusivement constituée de ces joints mais aussi de joints entre variants bainitiques car la réalisation des subsets est faite à main levée. La délimitation est faite le plus près possible des anciens joints de grains austénitiques mais il ne nous était pas possible (vu la forme complexe des cristaux) de ne considérer que les 2 lignes de pixels de part et d'autre du joint. Cette zone sera notée : « le domaine des anciens joints de grains austénitiques ».

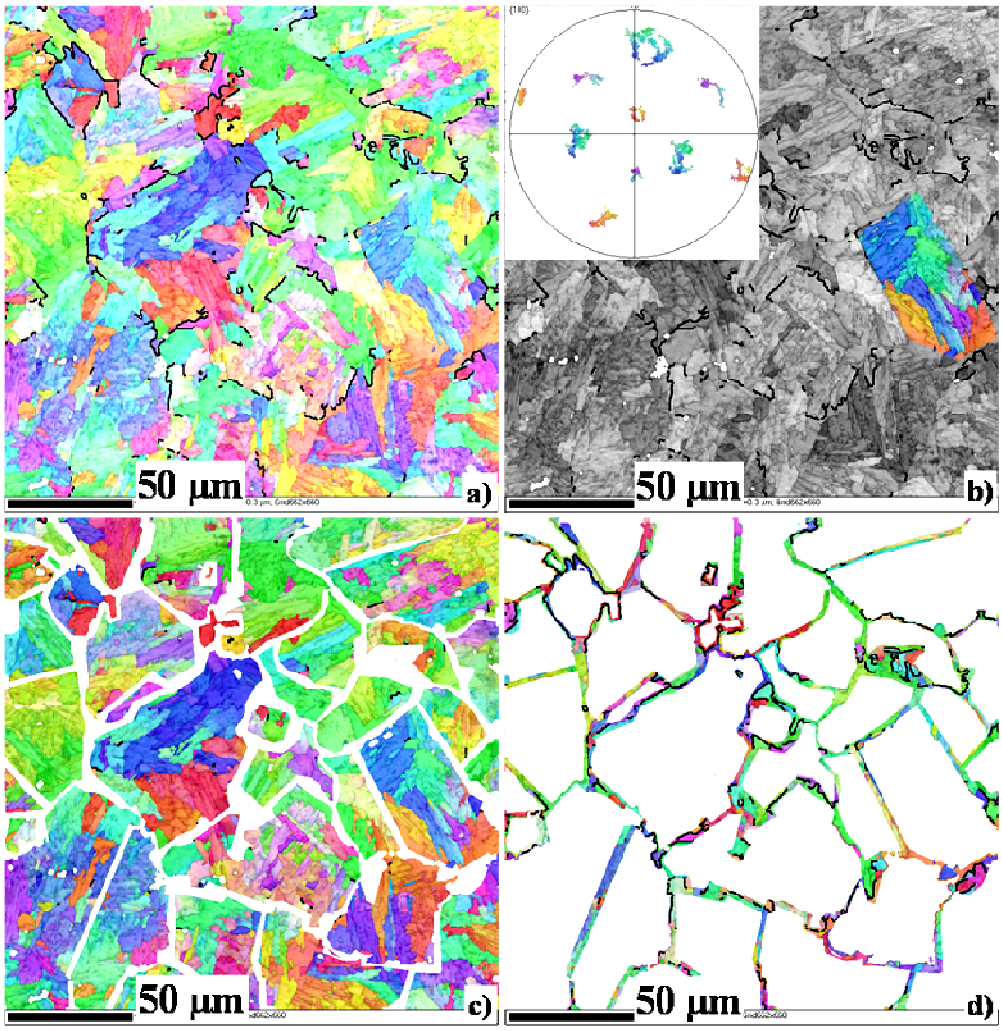


Figure III.14 : Echantillon non déformé de la compagne de torsion : a) cartographie EBSD des joints « non endotaxiques » avec l'orientation cristalline et l'indice de qualité, b) subset supposé d'un ancien austénitique et en encart la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ associée, c) en coloré le domaine bainitique, d) en coloré le domaine des « anciens joints austénitiques » avec les joints non-endotaxiques en noir.

III.4.1.3. Répartition des joints de grains entre les domaines des anciens joints de grains austénitiques et bainitique

Pour obtenir la répartition de joints de grains entre les domaines des anciens joints de grains austénitiques et bainitique, on considère :

- les joints présentant une **désorientation supérieure à 4°** car la désorientation minimale entre deux variants issus d'un même grain parent selon la relation d'orientation de Kelly est de 4.7°,
- les données issues de la légende « occurrences » sous HKL qui donne le **nombre de pixels** de chaque classe étudiée et permet ainsi de comparer les quantités d'informations obtenues **par domaine**.

Pour les échantillons des **catégories 1 et 2**, présentant une microstructure complètement bainitique, environ **32%** des **joints de grains supérieurs à 4°** sont contenus dans le **domaine des anciens joints de grains austénitiques**. On constate évidemment un effet de la taille de grain austénitique : les échantillons de la catégorie 2 possédant une taille de grains austénitiques d'environ 30-40 µm présentent une plus forte proportion, d'en moyenne 44%, de joints dans le domaine des anciens joints de grains austénitiques.

La proportion non négligeable de joints dans les domaines des anciens joints de grains austénitiques nous inciterait à éliminer les données parasites liées aux anciens joints de grains parents pour n'étudier que les joints de grains entre variants bainitiques issus de « l'intérieur » des anciens grains austénitiques. Cependant, il faut se rappeler que les informations contenues dans les domaines des anciens joints de grains austénitiques comprennent aussi une partie de l'information sur les joints de grains entre variants bainitiques. En effet, avec la méthode de subset utilisée, il serait très long de ne sélectionner que les 2 lignes des pixels de part et d'autres d'un ancien joint de grain austénitique.

La question se pose alors sur l'utilité d'un dépouillement long quant au bénéfice réel sur, par exemple, l'étude de la répartition des angles de désorientation. Nous avons donc étudié les répartitions des angles de désorientation des deux domaines pris séparément et celle issue de la cartographie entière (figure III.15). On constate que les courbes associées aux domaines des anciens joints de grains austénitiques diffèrent de celles provenant des domaines bainitiques. En effet, les courbes de répartition des angles de désorientation des domaines des anciens joints de grains austénitiques présentent :

- une forte proportion de joints non-endotaxiques (quasi absents dans les domaines bainitiques),
- environ deux fois moins de joints faiblement désorientés (d'angle inférieur à 15°) que les domaines bainitiques,
- une proportion similaire de joints désorientés de plus de 52°.

Les courbes associées aux cartographies entières sont proches de celles des domaines bainitiques. Cependant les domaines des anciens joints de grains austénitiques montrent une influence visible sur la proportion de joints faiblement désorientés et la présence de joints non-endotaxiques que nous avons décidé de ne pas négliger. **Nous avons donc choisi d'éliminer les données liées aux domaines des anciens joints de grains austénitiques pour n'étudier que des joints entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents.**

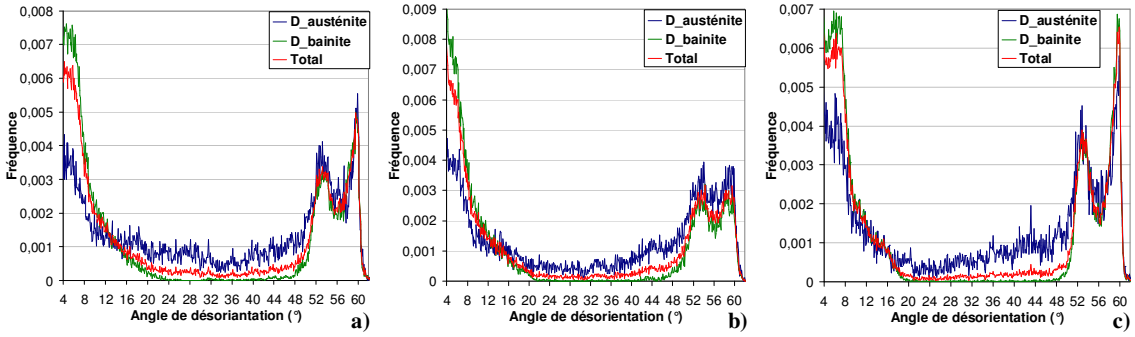


Figure III.15 : Répartition des angles de désorientation minimale d'échantillons des catégories 1 et 2 issue des domaines des anciens joints de grains austénitiques (noté D_austénite, en bleu), bainitique (noté D_bainite, en vert) et de la cartographie entière (noté Total, en rouge) : a) échantillon non déformé de la campagne de torsion, b) échantillon déformé par torsion puis recristallisé, c) transformation isotherme à 560°C avec une austénitisation à 1070°C (560_L).

III.4.2. Traitement des cartographies des microstructures ferrito-bainitiques

Les échantillons de la **catégorie 3** ont été déformés par torsion à une température inférieure à T_{nr}, puis refroidis immédiatement après déformation. Ces échantillons présentent une microstructure **ferrito-bainitique** après transformation, avec la présence de grains de ferrite équiaxe principalement au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Cela aurait pu faciliter la recherche des anciens grains parents mais les grains de ferrite ne sont pas systématiquement répartis de façon homogène aux anciens joints de grains d'austénite. Quelquefois ils occupent de larges zones où il est alors difficile de repérer les anciens grains parents.

Au vu des cartographies EBSD des échantillons de la catégorie 3, il est évident que l'étude des angles de désorientation entre variants bainitiques voisins doit se faire après avoir éliminé le maximum de données liées aux grains ferritiques. Ainsi suivant une méthodologie proche de celle présentée dans le §III.4.1, nous allons tout d'abord rechercher les anciens grains austénitiques puis les regrouper pour former le domaine bainitique. Puis ce dernier sera complété par des zones de plus faibles surfaces présentant peu de variants bainitiques, plus difficiles à identifier, pour lesquelles la méthode de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ n'est plus pertinente.

III.4.2.1. Retrouver les anciens grains γ et éliminer les données liées à la ferrite équiaxe

La cartographie EBSD en indice de qualité ainsi que la micrographie optique permettent de distinguer les zones de regroupement des grains ferritiques (figure III.16), néanmoins nous avons besoin d'outils plus efficaces pour localiser les anciens grains austénitiques et éliminer le plus possible de données liées à la ferrite équiaxe.

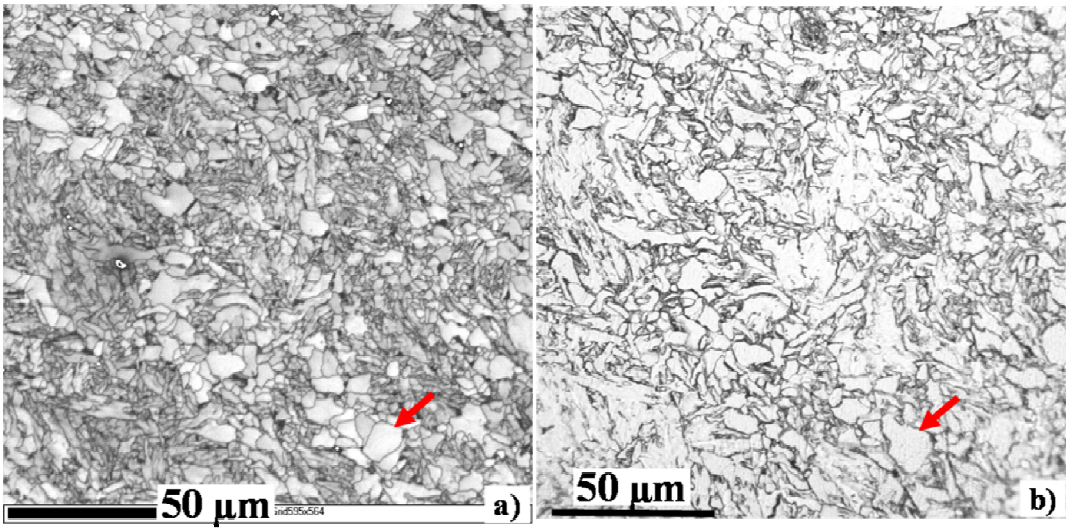


Figure III.16 : Echantillon déformé à 770°C et 1 s^{-1} : a) cartographie EBSD de l'indice de qualité, b) micrographie optique après attaque au nital 2% de la zone analysée par EBSD. (Les flèches rouges repèrent un même cristal sur les deux images)

Les fonctionnalités utilisées dans le §III.4.1.1 telles que les **joints non-endotaxiques** et la **figure de pôles $\{001\}_\alpha$** ont aussi ici servi pour retrouver les anciens grains austénitiques. De plus, nous avons utilisé la **présence de ferrite équiaxe** au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Pour cela nous avons employé la **fonction des désorientations locales** (Kernel sous OIM ou Local Misorientation sous HKL) présentée dans le paragraphe III.2. En effet, les grains de ferrite équiaxe présentent peu de désorientations internes contrairement aux lattes de ferrite bainitique. Ainsi avec la légende employée qui varie du bleu au rouge pour des désorientations locales croissantes, la ferrite équiaxe apparaît en bleu sur les cartographies EBSD (figure III.17.b et III.18.b).

Ainsi, les joints non endotaxiques et la cartographie des désorientations locales nous permettent de localiser les anciens grains parents. La figure de pôles $\{001\}_\alpha$ de la zone sélectionnée nous permet également d'éliminer les grains de ferrite équiaxe parasites présents à l'intérieur de la zone délimitée. Les figures de pôles $\{001\}_\alpha$ associées aux zones considérées comme d'anciens grains austénitiques sont plus difficilement comparables aux figures de pôles $\{001\}_\alpha$ théoriques obtenues à partir d'une orientation austénitique donnée. En effet, les fortes déformations dans le domaine austénitique impliquent un gradient d'orientation dans les grains d'austénite. Donc un grain donné n'a plus une orientation cristalline unique. C'est pourquoi les figures de pôles $\{001\}_\alpha$ expérimentales ne présentent plus les figures fermées sous forme de cercles au niveau de l'orientation de l'austénite mère mais des taches diffuses. Néanmoins, on retrouve des orientations filles réparties autour des trois composantes de Bain. On peut ainsi noter que l'étude de la sélection de variants en tant que différence de fraction volumique entre les différents variants formés ne peut être étudiée sur ces échantillons. De fait les grains d'austénite ne présentent pas d'orientation unique permettant d'identifier précisément les différents variants.

Les figures III.17 et III.18 présentent deux exemples de dépouillement réalisés à partir d'analyses EBSD de :

- l'échantillon déformé à 770°C et $1s^{-1}$ qui possède une forte proportion de grains ferritiques équiaxes (figure III.17),
- l'échantillon déformé à 800°C et $10s^{-1}$ qui présente une plus faible proportion de ferrite (figure III.18).

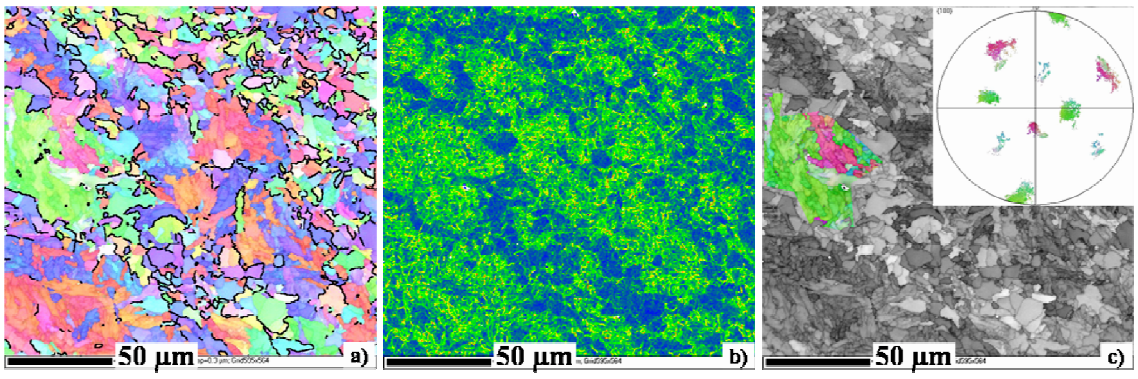


Figure III.17 : Echantillon déformé à 770°C, $1s^{-1}$: a) cartographie des joints non endotaxiques, b) cartographie des désorientations locales, c) subset d'un ancien grain d'austénite et la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ associée

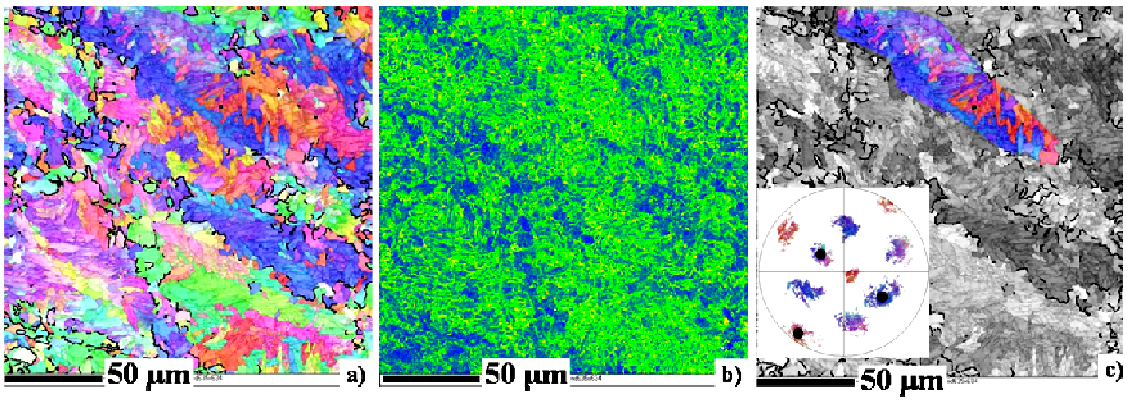


Figure III.18 : Echantillon déformé à 800°C, 10s^{-1} : a) cartographie des joints non endotaxiques, b) cartographie des désorientations locales, c) subset d'un ancien grain d'austénite et la figure de pôles {001}$_\alpha$ associée

III.4.2.2. Constitution du domaine bainitique pour l'étude des désorientations entre variants bainitiques

L'étude précédente a permis d'identifier entre **5 et 15 anciens grains d'austénite par cartographie EBSD**. L'étape suivante consiste à regrouper les anciens grains d'austénite en un même subset, nommé « le domaine bainitique ». Le maximum de données liées à la ferrite équiaxe en a été éliminé. Puis de petites zones bainitiques sont ajoutées au domaine bainitique à l'aide des cartographies des désorientations locales et des joints non-endotaxiques pour nous permettre d'étudier le maximum de joints entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents. La figure III.19 montre les domaines bainitiques et de ferrite équiaxe identifiés pour les échantillons déformés à 770°C, 1 s^{-1} et à 800°C, 10 s^{-1}.

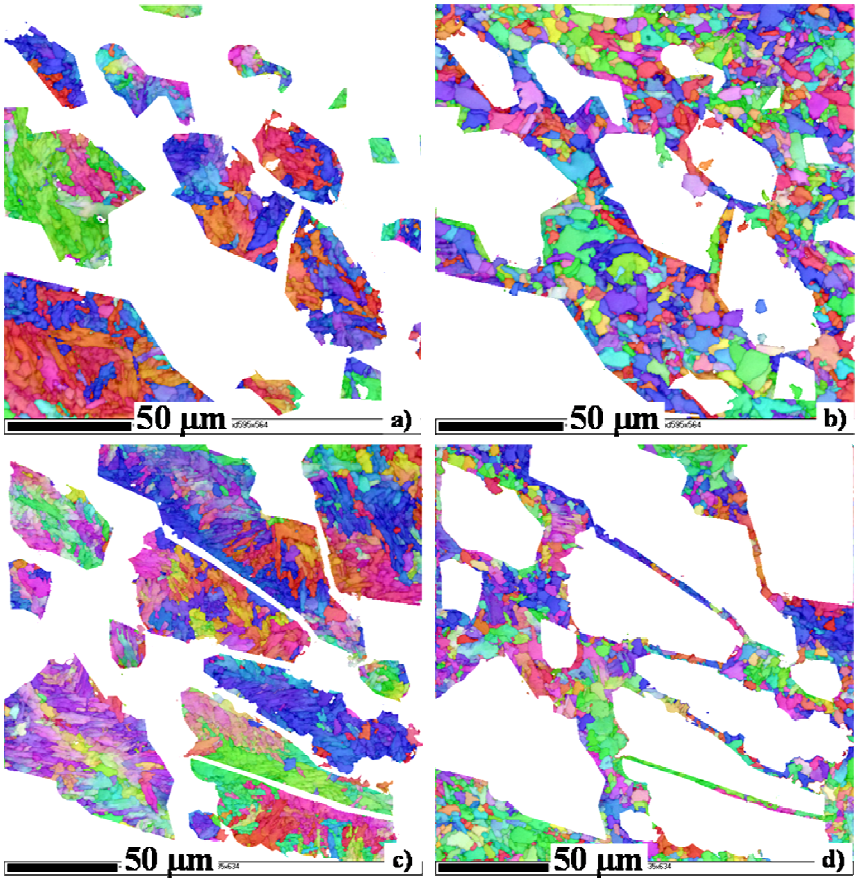


Figure III.19 : Domaines bainitiques (a, c) et ferritiques (b, d) des échantillons déformés à 770°C, 1s^{-1} (a, b), et à 800°C, 10s^{-1} (c, d).

III.4.2.3. Utilité de la constitution des domaines bainitiques

Nous avons déterminé la **proportion** de **joints** dans les **domaines de ferrite équiaxe et bainitique**. Puis nous avons tracé les courbes de **répartition des angles de désorientation** des différents domaines ainsi que celles obtenues avec les données des cartographies entières. L'objectif est de **démontrer l'utilité de séparer les données** issues des grains de ferrite équiaxe et de ferrite bainitique.

Répartition des joints de grains (> 4°) entre les domaines ferritique et bainitique

La **proportion de joints** de grains présents dans le **domaine de ferrite équiaxe** varie de 43% pour l'échantillon déformé à 800°C et 0.1 s^{-1} à 66 % pour celui déformé à 770°C et 10 s^{-1}, avec une **moyenne de 57%** sur la totalité des échantillons déformés au-dessous de T_{nr} puis refroidis immédiatement après déformation.

Répartition des angles de désorientation des joints de grains du domaine de ferrite équiaxe

La figure III.20 illustre la répartition des angles de désorientation des joints des domaines de ferrite équiaxe (noté D_ferrite), de ferrite bainitique (noté D_bainite) et de la cartographie entière (notée Total) pour les deux échantillons déformés à 770°C, $1s^{-1}$ et 800°C, $10s^{-1}$, dont les dépouillements après analyse EBSD ont été présentés précédemment. On constate que la répartition des angles de désorientation des domaines de ferrite équiaxe diffère fortement de celle des domaines bainitiques. En effet, les domaines de ferrite équiaxe présentent une plus faible proportion de joints faiblement désorientés (d'angle inférieur à 15°), et donc une plus forte proportion de joints fortement désorientés dont les joints non-endotaxiques et ceux proches de 50°. Au-delà d'environ 52°, les proportions de joints entre les deux domaines sont similaires.

De plus, de fortes divergences sont observées entre la répartition des angles de désorientation de la cartographie entière et celle liée au domaine bainitique. Elles sont beaucoup plus importantes que dans le cas des échantillons des catégories 1 et 2 présenté dans le paragraphe III.4.1. De fait la proportion de joints des domaines de ferrite équiaxe représente plus de la moitié de la totalité des joints supérieurs à 4° de la cartographie. La répartition des angles de désorientation des cartographies entières est fortement influencée par les joints présents dans les domaines de ferrite équiaxe.

Ainsi, **cette étude montre la nécessité de travailler dans les domaines bainitiques** des cartographies EBSD réalisées sur les échantillons présentant une microstructure ferrito-bainitique. L'objectif est d'éliminer les informations parasites dues à la ferrite et de ne considérer que l'information liée aux désorientations entre variants bainitiques voisins appartenant aux mêmes grains parents. La validité de la formation des domaines bainitiques ne contenant que des variants bainitiques issus de mêmes grains parents peut être assurée par l'absence (ou la quasi-absence) de joints non-endotaxiques sur les courbes de répartition des angles de désorientation.

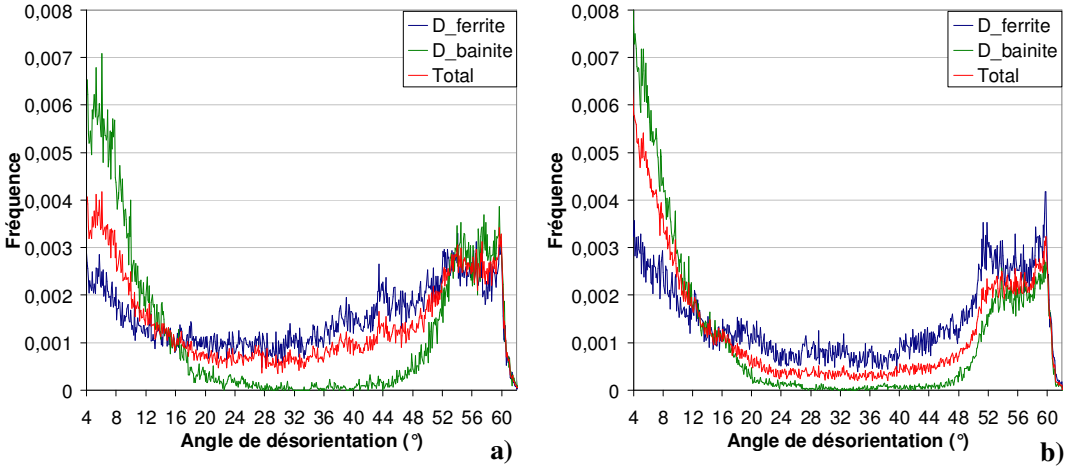


Figure III.20 : Répartition des angles de désorientation minimale d'échantillons de la catégorie 3 issue des domaines ferritique (noté D_ferrite, en bleu), bainitique (noté D_bainite, en vert) et de la cartographie entière (noté Total, en rouge): a) 770°C, $1s^{-1}$, b) 800°C, $10s^{-1}$

La présence de ferrite équiaxe influence-t-elle les microtextures de ferrite bainitique ?

La forte quantité de ferrite équiaxe dans les microstructures des échantillons de la catégorie 3, en particulier au niveau aux anciens joints de grains austénitiques, nous a amené à nous interroger sur la possibilité qu'une partie (ou la totalité) des variants de ferrite bainitique se soit formée à partir des grains de ferrite équiaxe déjà présents. Dans ce cas, nos données sur les désorientations entre variants bainitiques seraient faussées. Elles ne seraient qu'une image de la répartition des angles de désorientation entre grains de ferrite équiaxe.

Nous supposons par la suite (chapitre IV) qu'un critère d'auto-accommodation entre variants bainitiques voisins peut être responsable de la sélection des désorientations entre variants observée notamment sur les répartitions des angles de désorientation. Or la ferrite équiaxe se forme sans la déformation de transformation observée dans les microstructures martensitiques ou bainitiques (la transformation est juste accompagnée d'une faible dilatation). Cela implique d'autres critères (si besoin) pour expliquer la répartition des grains de ferrite équiaxe voisins. Ainsi si les grains de ferrite équiaxe permettent à des variants de bainite de croître de façon privilégiée, on risque alors de ne plus retrouver les regroupements entre variants bainitiques obtenus sans la présence parasite de ferrite équiaxe.

Pour répondre à cette question, nous avons recherché des variants de ferrite bainitique qui auraient été formés au niveau de grains de ferrite équiaxe présents sur les mêmes coupes métallographiques. Nous avons utilisé les fonctionnalités de dépouillement EBSD suivantes (figures III.21) :

- Aux fonctions d'orientation cristalline et d'indice de qualité, nous avons ajouté l'identification des joints de grains présentant une désorientation supérieure à 10°. Le but est d'identifier les grains de ferrite équiaxe présentant une faible désorientation (inférieure à 10°) avec un variant de ferrite bainitique voisin.
- La cartographie des désorientations locales avec les joints de grains présentant une désorientation supérieure à 10° est un outil complémentaire de celui présenté précédemment. Il nous permet de confirmer qu'un grain de ferrite équiaxe avec de faibles désorientations internes (de coloration bleue sur la cartographie) présente une faible désorientation (inférieure à 10°) avec un variant de bainite possédant de plus fortes désorientations internes (coloration vert-jaune-rouge).

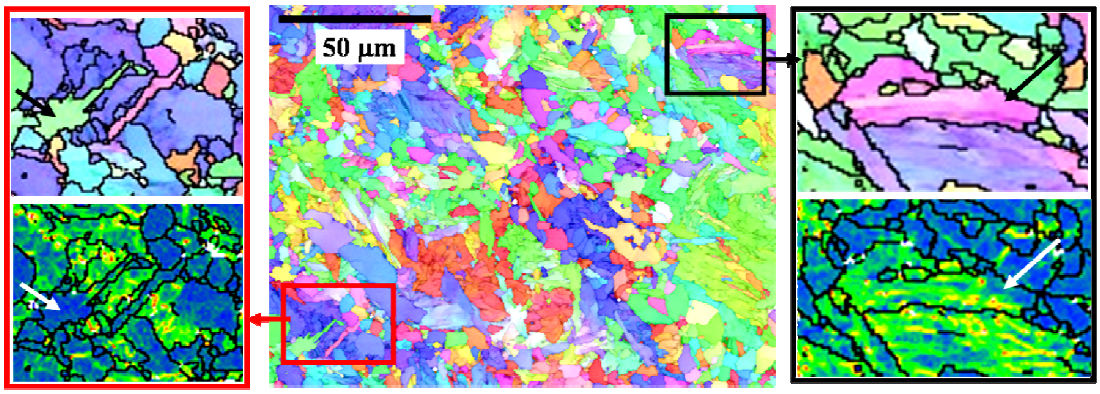


Figure III.21 : Echantillon déformé à 770°C, 1s^{-1} : au centre, cartographie de l'orientation cristalline avec l'indice de qualité et en encarts des zones de faibles désorientations entre un grain de ferrite équiaxe et un variant de ferrite bainitique (flèches). Les joints en noir présentent une désorientation supérieure à 10°.

Sur certaines cartographies, on observe des zones où des variants de ferrite bainitique ont probablement été formés à partir de grains de ferrite équiaxe ou du moins qui ont une orientation proche de celle du grain α équiaxe voisin. (Néanmoins une coïncidence est toujours possible et le variant de bainite peut avoir germé ailleurs). Cependant, à partir de nos analyses en 2D, nous ne pouvons pas quantifier la proportion de variants de bainite formés à partir des grains de ferrite équiaxe. En effet, des variants de bainite pourraient avoir germé sur des grains de ferrite équiaxe situés hors du plan de coupe. De plus, cette identification n'est pas évidente car la caractérisation d'après les faibles désorientations locales dans les grains de ferrite équiaxe peut être rendue difficile par des désorientations internes dues aux déformations de transformation des variants bainitiques voisins**. Il est fort probable qu'une partie des données sur la répartition des angles de désorientation dans le domaine bainitique soit influencée par la présence de variants bainitiques formés sur des grains de ferrite équiaxe.**

III.5. Répartition des angles de désorientation

Cette étude poursuit **deux objectifs** principaux :

1. Déterminer **l'influence de différents paramètres** comme la microstructure austénitique avant transformation (déformée, déformée puis recristallisée, non déformée), la température de transformation bainitique et la taille de grains austénitiques **sur la répartition des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques**,

2. **Comparer** les **répartitions des angles de désorientation** entre variants issus des domaines bainitiques avec :
    - celles obtenues à partir des **relations d'orientation classiques** de KS ou NW et de la **relation de Kelly**,
    - celles issues de la **littérature** (§I.6.4).

Nous cherchons ainsi à déterminer s'il existe une sélection des désorientations entre variants voisins qui s'exprimerait par une répartition non aléatoire des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques.

III.5.1. Influence de la microstructure austénitique

Pour étudier l'influence de la microstructure austénitique sur la répartition des angles de désorientation entre variants, nous avons considéré exclusivement les échantillons issus de la **campagne de torsion**. Ces échantillons se divisent en trois groupes :

- les échantillons déformés dans le domaine austénitique au-dessous de T_{nr} puis refroidis immédiatement après la déformation,
- l'échantillon déformé dans le domaine austénitique au-dessus de T_{nr}, la déformation a été suivie d'un palier de recristallisation avant le refroidissement,
- l'échantillon non déformé ayant subi le même traitement d'austénitisation.

III.5.1.1. Influence des paramètres de torsion : échantillons déformés au-dessous de T_{nr}

Lors des essais de torsion au-dessous de T_{nr}, les deux paramètres ayant subi des variations sont la **température de déformation** (770°C et 800°C) et la **vitesse de déformation** (0.1, 1 et $10s^{-1}$). Nous rappelons que les échantillons issus de ces essais présentent une microstructure ferrito-bainitique après refroidissement et qu'un dépouillement particulier a été appliqué aux analyses EBSD pour obtenir les domaines bainitiques formés uniquement des variants bainitiques (§III.4.2).

La variation des paramètres de déformation influence par exemple la **contrainte maximale** observée dans l'austénite à $\varepsilon = 0.7$. Ainsi, pour une même vitesse de déformation, le fait de diminuer de 30°C, de 800°C à 770°C, la température de déformation implique une augmentation d'environ 20 MPa, soit 10%, de la contrainte à $\varepsilon = 0.7$. De même, pour une même température de déformation, le fait d'augmenter la vitesse de déformation d'un facteur 10 engendre une augmentation d'environ 10% de la contrainte déterminée à $\varepsilon = 0.7$.

Par ailleurs, l'étude des **textures globales** par diffraction des rayons X (§II.5.5.2) a montré que les mêmes composantes de texture étaient présentes pour les échantillons déformés à 800°C, $1s^{-1}$, et à 770°C pour des vitesses de déformation de 1 et $10s^{-1}$. Les textures globales sont quasiment identiques pour les échantillons déformés à la même vitesse de déformation (même intensité de texture). L'échantillon déformé à 770°C et $10s^{-1}$ présente un décalage d'une composante vers une position plus stable ainsi qu'une texture légèrement plus intense d'environ 7% par rapport à l'échantillon déformé à la même température pour une vitesse de déformation plus faible ($1s^{-1}$).

Ainsi, les paramètres de déformation, température et vitesse de déformation, influencent de façon comparable les propriétés mécaniques, alors que seule la vitesse de déformation semble avoir un effet sur les textures globales. **Quelle est donc l'influence de ces paramètres sur les microtextures ?**

Les figures III.22 et III.23 présentent respectivement l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur la répartition des angles de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques.

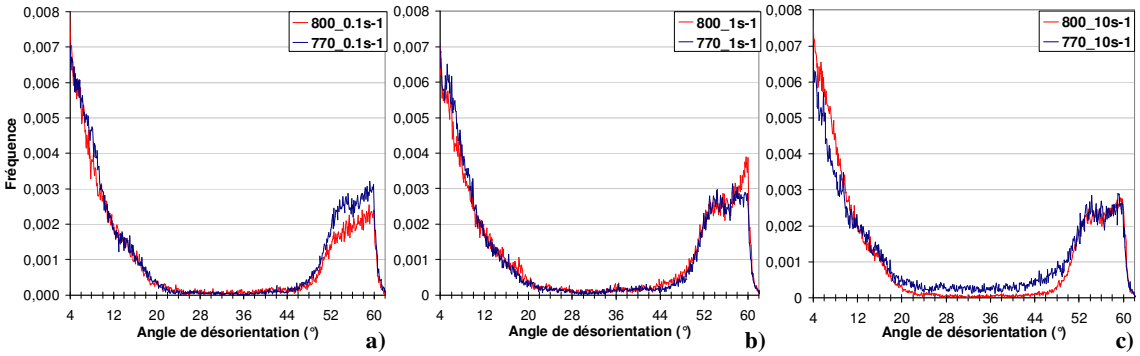


Figure III.22 : Influence de la température de déformation (800°C ou 770°C) sur la répartition des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques pour une même vitesse de déformation : a) 0.1 s^{-1}, b) 1 s^{-1}, c) 10 s^{-1}.

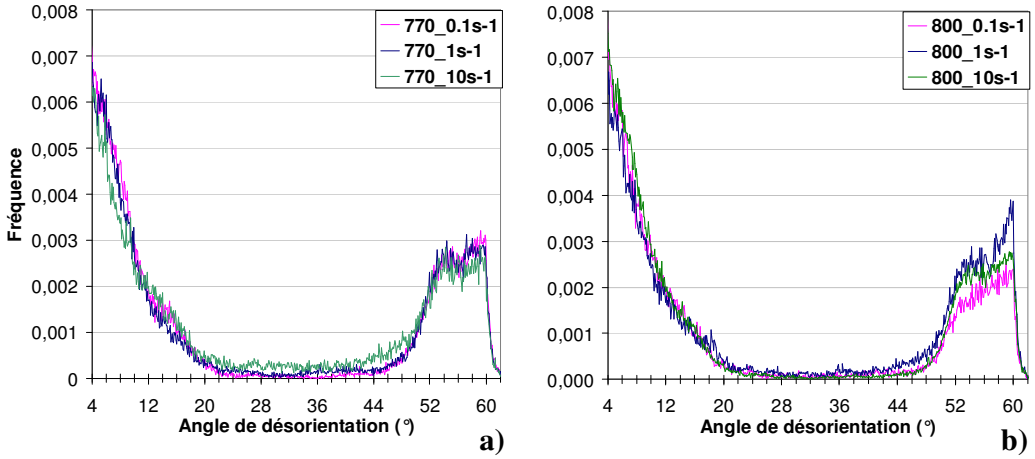


Figure III.23 : Influence de la vitesse de déformation (0.1 (en rose), 1 (en bleu) ou 10s^{-1} (en vert)) sur la répartition des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques pour une même température de déformation : a) 770°C, b) 800°C

L'allure des courbes et par conséquent la répartition des angles de désorientation des variants des domaines bainitiques illustrée par les figures III.22 et III.23 est **similaire**. En effet, ces courbes présentent :

- une forte proportion de joints faiblement désorientés avec des épaulements perceptibles vers 4-8° et 12°,
- une très faible proportion d'angles vers 20°,
- une quasi-absence de joints non-endotaxiques,
- une forte proportion de joints fortement désorientés au-delà de 52°.

On considère donc que **les paramètres de déformation n'influencent pas de façon notable la répartition des angles de désorientation**.

En effet, trois échantillons présentent des distinctions qui ne sont pas considérées comme représentatives d'une répartition des angles de désorientation évolutive en fonction des paramètres de déformation mais principalement dues à des effets d'échantillonnage :

- l'échantillon déformé à 800°C, 1s^{-1} présente un fort pic à 60°, et cela uniquement sur une des analyses EBSD réalisées (figure III.24.a),

- l'échantillon déformé à 800°C, 0.1s^{-1} possède une plus faible proportion de joints fortement désorientés (>50°) principalement sur une des analyses EBSD (figure III.24.b). Néanmoins la hauteur du pic aux forts angles de désorientation ne varie pas de façon monotone en fonction des paramètres de déformation. En effet, le pic aux forts angles de désorientation est faible pour l'échantillon déformé à 800°C, 0.1s^{-1} mais il n'est pas plus important pour l'échantillon déformé à 800°C et 10s^{-1} que pour celui déformé à 800°C et 1s^{-1} (figure III.23.b). Il ne s'agit donc pas d'une influence de la vitesse de déformation sur la proportion des angles de désorientation supérieurs à 50°. De même, la variation de la température de déformation ne peut expliquer cette observation car aux autres vitesses de déformation la proportion des angles de désorientation supérieurs à 50° est similaire pour les échantillons déformés à 800°C et à 770°C.

- l'échantillon déformé à 770°C, $10s^{-1}$ présente une proportion non nulle de joints non endotaxiques car les analyses réalisées sur cet échantillon ont mis en évidence une forte proportion de ferrite équiaxe qu'il est difficile d'éliminer totalement.

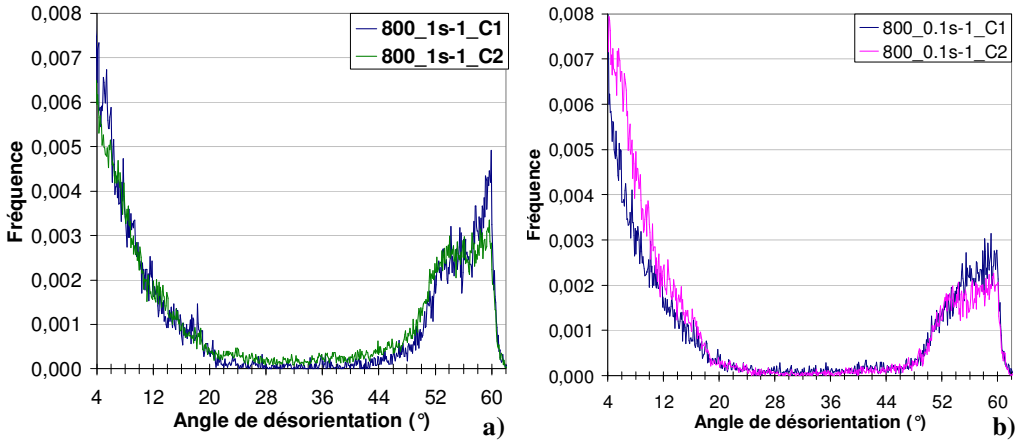


Figure III.24 : Répartition des angles de désorientation des échantillons déformés à : a) 800°C, $1s^{-1}$, b) 800°C, $0.1s^{-1}$ obtenues à partir des deux analyses EBSD (C1 et C2) réalisées par échantillon.

Cette étude montre une influence non négligeable non pas des paramètres de déformation sur la répartition des angles de désorientation mais des **effets d'échantillonnage**. « Seulement » **deux analyses EBSD** ont été réalisées **par échantillon déformé au-dessous de T_{nr}**. Le nombre de cartographies n'a pas été limité par le temps de réalisation des analyses EBSD ($^1/_2$ journée pour une cartographie d'environ **200*200µm²** pour un pas de **0.3µm**) mais par le dépouillement relativement long. Ainsi entre **15 et 25 anciens grains austénitiques** (identifiés avec la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ c'est-à-dire de surface suffisamment importante) ont été étudiés **par échantillon.** Les zones associées à ces grains ont représenté la majorité des données permettant de construire les courbes de répartition des angles de désorientation. Cela peut paraître faible en termes de représentativité au sens statistique néanmoins l'allure des courbes est similaire pour tous les échantillons et elle est considérée comme représentative des échantillons déformés au-dessous de T_{nr}. De plus, aucune évolution monotone de la répartition des angles de désorientation n'a été observée par rapport aux paramètres de déformation.

Par ailleurs, il nous faudrait déterminer s'il s'agit réellement d'effets d'échantillonnage liés à la zone cartographiée ou si ces différences sont dues aux effets de coupe 2D sur une morphologie 3D non isotrope.

En conclusion de ces observations, **nous considérerons donc par la suite un résultat moyen des échantillons déformés au-dessous de T_{nr}** afin d'illustrer la répartition des angles de désorientation de ces échantillons présentant une microstructure ferrito-bainitique.

III.5.1.2. Influence de la microstructure austénitique avant transformation

La figure III.25.a illustre la répartition des angles de désorientation des trois types d'échantillons de la campagne de torsion :

- déformés dans l'austénite au-dessous de T_{nr} et refroidis immédiatement après déformation (notés Aust_déf (en rouge)),
- déformé dans l'austénite au-dessus de T_{nr} et refroidi après un palier de recristallisation (noté Aust_ReX (en vert)),
- non déformé et refroidi après le traitement d'austénitisation (noté non_déf (en bleu)).

Respectivement **5 et 3 cartographies** d'environ **200*200µm²** avec un pas de **0.3µm** ont été réalisées sur les échantillons **non-déformé** et **recristallisé**. Environ **15 et 20-25 anciens grains austénitiques par cartographie**, respectivement pour les échantillons **non-déformé** et **recristallisé,** ont été localisés et identifiés par la méthode de la figure de pôles $\{001\}_{\alpha}$. Ces zones représentent la majeure partie des données des domaines bainitiques.

On constate que les courbes de répartition des angles de désorientation des variants des domaines bainitiques des échantillons **recristallisé** et **non déformé** sont similaires avec :

- une forte proportion de joints faiblement désorientés,
- un épaulement aux environs de 4-8°,
- une très faible proportion de joints désorientés d'environ 20°,
- l'absence de joints non-endotaxiques,
- une fréquence élevée des angles supérieurs à 50° avec deux pics à environ 53° et 60° et un creux vers 56°.

L'échantillon non déformé présente cependant une proportion légèrement plus élevée de joints fortement désorientés, avec en particulier un pic plus haut à 60°.

Par contre, l'allure de la courbe de répartition des angles de désorientation des échantillons **déformés au-dessous de T_{nr}** présente des différences :

- l'épaulement aux faibles angles de désorientation est moins marqué,
- la difficulté d'éliminer la totalité des données liées aux grains de ferrite implique la présence faible mais non nulle de joints non-endotaxiques,
- la fréquence des angles supérieurs à 50° est plus constante sans la présence de pics marqués à 53° et 60°.

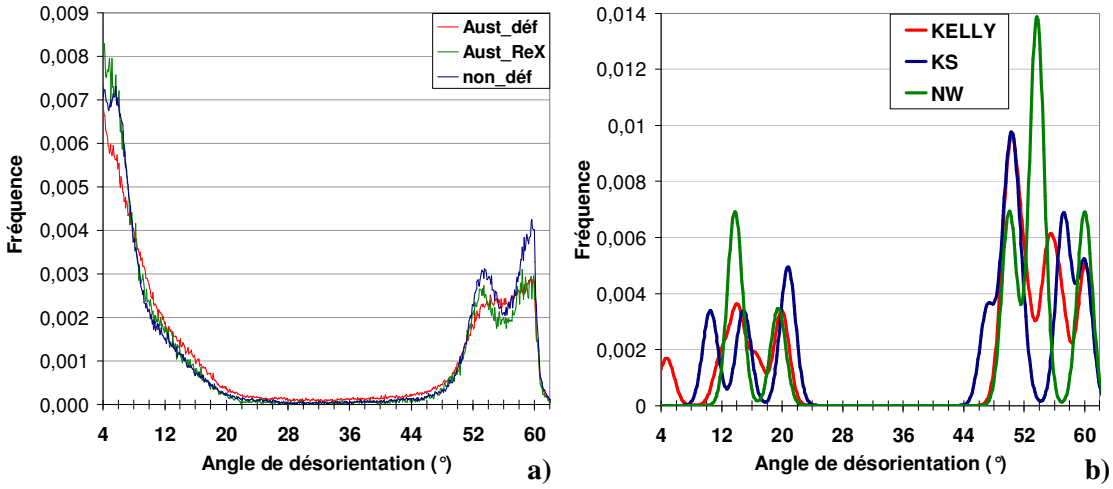


Figure III.25 : Répartition des angles de désorientation a) expérimentale des 3 types d'échantillons de la campagne de torsion, b) selon les relations d'orientation de KS, NW et Kelly. (Gaussiennes de largeur 1° à mi-hauteur).

Les échantillons **non déformé** et **recristallisé** présentent une microstructure (presque) totalement bainitique, les caractéristiques permettant de les différencier sont les suivantes :

- La **taille de grain austénitique** : l'austénite déformée et recristallisée présente une taille de grain d'environ 30 µm et l'austénite non déformée une taille comprise entre 50 et 100 µm. Une faible taille de grains parents influence la propension à former des grains de ferrite équiaxe. C'est le cas de l'échantillon recristallisé qui présente au niveau du méplat une faible proportion de grains de ferrite équiaxe. La taille de grain austénitique joue également sur le nombre de paquets qui peuvent être formés dans un ancien grain parent ([MOR03], [PAN06]).

- La **texture globale** : l'échantillon recristallisé présente une texture non isotrope (§II.5.5.2) avec des composantes de texture héritées de la phase mère déformée par torsion puis recristallisée. La texture de l'échantillon non déformé n'a pas été mesurée mais rien ne laisse supposer qu'elle soit comparable à celle de l'échantillon recristallisé.

- La **microtexture** : avec une possible sélection des désorientations entre variants, par exemple au niveau des joints de grains (§I.6.1).

La répartition des angles de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques de ces deux échantillons est similaire, avec une proportion légèrement supérieure de joints fortement désorientés, en particulier vers 60°, pour l'échantillon non déformé. Cela implique qu'aucun des paramètres cités précédemment n'a d'effet notable sur l'allure globale de la courbe de répartition des angles de désorientation ou alors que des effets antagonistes se compensent.

Quant aux **échantillons déformés au-dessous de T_{nr},** ils se différencient par la forte présence de **ferrite équiaxe**. Le domaine « ferritique » comprend plus de la moitié des joints de grains supérieurs à 4°. Les textures globales de ces échantillons présentent des composantes de texture similaires à celles de l'échantillon recristallisé avec cependant une intensité plus élevée.

Afin de comprendre quelle pourrait être l'influence d'une croissance des variants de bainite à partir des grains de ferrite équiaxe, nous avons comparé la répartition des angles de désorientation sur la moyenne des domaines de ferrite équiaxe et bainitique (figure III.26) des échantillons déformés au-dessous de T_{nr}. Ainsi, l'influence de la ferrite équiaxe peut expliquer la faible proportion de joints faiblement désorientés. Cependant aux forts angles de désorientation, les deux histogrammes présentent des différences. Dans le domaine de ferrite équiaxe, on observe deux pics vers 53° et 60°, le creux étant déplacé vers 58°, alors que dans le domaine bainitique la proportion d'angle entre 53 et 56° est constante puis la fréquence augmente pour atteindre un maximum à 60°. Ainsi l'absence de pic vers 53° ne peut pas être expliquée par ces observations.

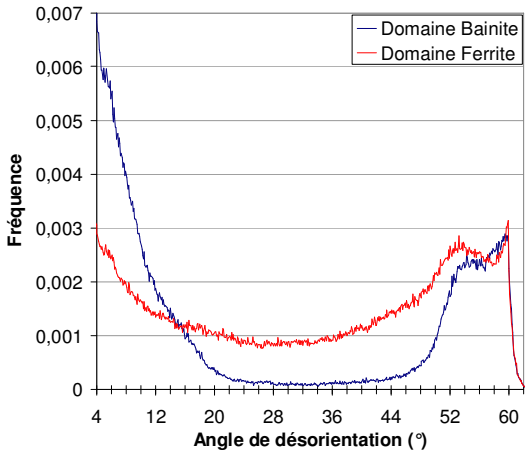


Figure III.26 : Répartition des angles de désorientation sur la moyenne des domaines de ferrite équiaxe et bainitique des échantillons déformés dans le domaine austénitique au-dessous de T_{nr}.

III.5.1.3. Comparaison des distributions expérimentales avec les répartitions théoriques issues des relations d'orientation de KS, NW et Kelly et celles provenant de la littérature

La répartition expérimentale des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques des échantillons **recristallisé** et **non-déformé** (figure III.25.a) est similaire (même allure) à la distribution des angles de désorientation obtenue sur de la bainite supérieure par Gourgues [GOU00]. En particulier, on constate :

- l'absence de joints avec un angle proche de 20° ou 50°,
- une forte proportion de joints faiblement désorientés (<15°),
- une fréquence élevée des joints fortement désorientés (> 52°) avec des pics vers 53° et 60°, et un creux vers 56°.

La figure III.25 permet aussi de comparer les répartitions expérimentales des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques des trois types d'échantillons de la campagne de torsion aux **répartitions théoriques** obtenues à partir des relations d'orientation de KS, NW et Kelly.

Ces **histogrammes théoriques** ont été construits de la façon suivante [GOU00] :

- pas d'hypothèse de sélection de variants, c'est-à-dire que tous les variants sont présents avec la même équiprobabilité et sont repartis de façon aléatoire,
- ils sont basés sur un calcul algébrique des désorientations entre variants issus d'un même grain parent selon une relation donnée, puis sur le calcul des probabilités d'apparition des différents angles de désorientation qui peuvent être communs à plusieurs couples de variants, sans prise en compte d'effets de morphologie (pseudo-sélection de variants),
- la courbe de distribution des angles est représentée par des gaussiennes de largeur à mi-hauteur égale à 1°,
- aucun joint de faible désorientation autre que les joints entre variants n'est considéré.

Ainsi en comparant les courbes des figures III.25.a et III.25.b, on constate des **similitudes** qui permettent d'expliquer partiellement la répartition des angles de désorientation :

- l'épaulement vers 4-8° peut être lié aux couples de variants faiblement désorientés qui forment les « blocs » observés dans certaines microstructures martensitiques et bainitiques formées à « basse » température (§I.6.3),
- une forte proportion d'angles supérieurs à 52°,
- un pic à 60° commun aux trois relations d'orientation considérées.

Cependant, on remarque aussi de fortes **différences** entre les courbes de répartition des angles de désorientation expérimentales et celles des répartitions théoriques comme l'absence de joints désorientés d'environ 20° et 50° sur les courbes expérimentales alors que ces angles sont prédits par les trois relations d'orientation.

Si nous considérons maintenant plus précisément les angles supérieurs à 50° sans tenir compte des angles vers 60°, on constate que seules les relations de NW et de Kelly prévoient un pic vers 53° (soit à 53.7° pour NW et à 52.3° pour la relation de Kelly). De plus, le creux observé vers 56° n'apparaît que sur la répartition théorique issue de la relation de NW, les relation de KS et de Kelly prévoyant des angles vers 57°, et, entre 55° et 56.8° respectivement.

Ces observations montrent qu'**aucune des trois relations d'orientation considérées ne décrit de manière satisfaisante la répartition expérimentale des angles de désorientation** entre variants des domaines bainitiques si l'on suppose que les variants sont répartis de façon aléatoire.

III.5.1.4. Bilan sur l'influence de la microstructure austénitique sur la répartition des angles de désorientation des variants des domaines bainitiques

Nous pouvons conclure que la microstructure de l'austénite n'a pas d'effet notable sur la répartition des variants des microstructures (presque) totalement bainitiques pour l'acier et les conditions de transformation considérées. Pour les microstructures ferrito-bainitiques, la répartition des angles de désorientation diffère de celle rencontrée sur les microstructures totalement bainitiques. Cependant nous ne pouvons pas indiquer si la déformation de l'austénite a induit directement ces différences ou si ces dernières sont dues totalement ou partiellement à la présence de ferrite équiaxe. Pour pouvoir déterminer l'effet de la ferrite équiaxe, il faudrait étudier la microtexture 3D de ces échantillons pour quantifier la proportion de variants de bainite formés à partir des grains de ferrite.

III.5.2. Echantillons obtenus après transformation bainitique isotherme

La répartition des angles de désorientation entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents a aussi été étudiée sur les échantillons présentant une transformation bainitique isotherme (quasi) complète. **Deux à trois analyses** EBSD d'une superficie comprise entre **200*200µm^2 et 250*250µm^2** avec un pas de **0.3µm** ont été réalisées **par échantillon**. La méthodologie suivie pour caractériser ces cartographies a été présentée dans le paragraphe §III.4.1. Elle permet d'éliminer les données concernant les anciens joints de grains austénitiques et de n'étudier que les joints entre variants bainitiques issus de mêmes grains parents qui forment les domaines bainitiques.

Plusieurs **études sur la répartition des angles de désorientation** ont été effectuées à partir des domaines bainitiques issus de transformations isothermes:

1. **Effets d'échantillonnage** étudiés à partir de plusieurs cartographies réalisées sur un même échantillon.
2. Influence de la **température de transformation bainitique** : 530°C, 560°C et 580°C.
3. Influence de la **taille de grain austénitique**.
4. Influence du **processus de transformation** : refroidissement continu (échantillons de la campagne de torsion) contre transformation isotherme.
5. Comparaison par rapport aux **répartitions théoriques** des relations d'orientation de KS, NW et Kelly et aux **données de la littérature**.

III.5.2.1. Discussion des effets d'échantillonnage

La figure III.27 montre que les courbes de répartition des angles de désorientation issues d'analyses EBSD réalisées sur un même échantillon peuvent présenter des différences, en particulier au niveau de la hauteur du pic à 60°. Néanmoins à part cette différence, l'allure des courbes est similaire avec :

- une forte proportion de joints faiblement désorientés, en particulier un épaulement marqué vers 4-8° et de plus faibles épaulements vers 10-12° et 14-16°,
- une très faible proportion de joints désorientés d'environ 20 et 50°,
- l'absence de joints non-endotaxiques,

- une forte présence de joints désorientés de plus de 52° avec deux pics marqués vers 53° et 60° et un creux vers 56°.

Par ailleurs, la hauteur du pic à 60° semble influencer principalement l'épaulement observé vers 4-8°.

Les effets d'échantillonnage sont principalement observés au niveau de la hauteur du pic à 60°. En particulier, le pic à 60° varie d'environ un facteur 2 pour l'échantillon 560_L. Cela implique qu'une évolution monotone même non négligeable de la hauteur de ce pic, lors de la variation d'un paramètre, ne peut pas être considérée comme représentative d'une réelle évolution de la microtexture si elle est similaire aux effets d'échantillonnage. Comme évoqué précédemment, il nous faudrait déterminer s'il s'agit réellement d'effets d'échantillonnage ou d'un effet morphologique des variants de forme non isotrope.

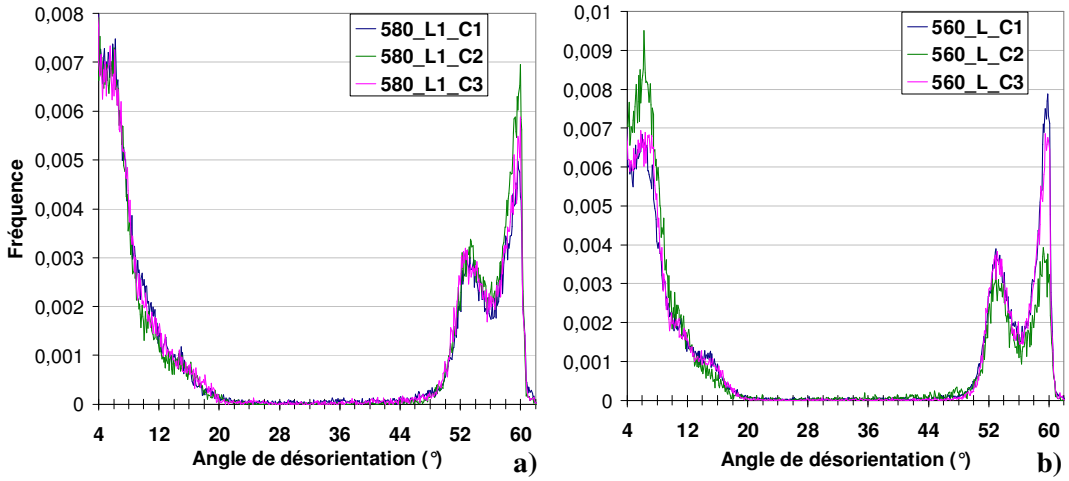


Figure III.27 : Répartitions des angles de désorientation obtenues à partir de différentes analyses EBSD réalisées sur les échantillons : a) 580_L1, b) 560_L.

III.5.2.2. Influence de la température de transformation et de la taille de grain austénitique

La taille de grain austénitique est liée à la température d'austénitisation, or cette dernière a fluctué entre environ 1000 et 1070°C selon les simulations sur la machine Gleeble. Cela a eu pour conséquence une variation de la taille de grain austénitique. Ainsi pour étudier l'influence de la **température de transformation bainitique** sur la répartition des angles de désorientation, il faut considérer des échantillons ayant des tailles de grains austénitiques similaires :

- entre 30 et 45 µm pour 580_L2 et 530_L (figure III.28.a),
- entre 60 et 100 µm pour 580_L1, 560_L et 530_30s. (figure III.28.b).

Suivant le même raisonnement, l'effet de la **taille de grain austénitique** a été étudié sur les échantillons :

- 530_30s et 530_L (figure III.29.a),
- 580_L1 et 580_L2 (figure III.29.b).

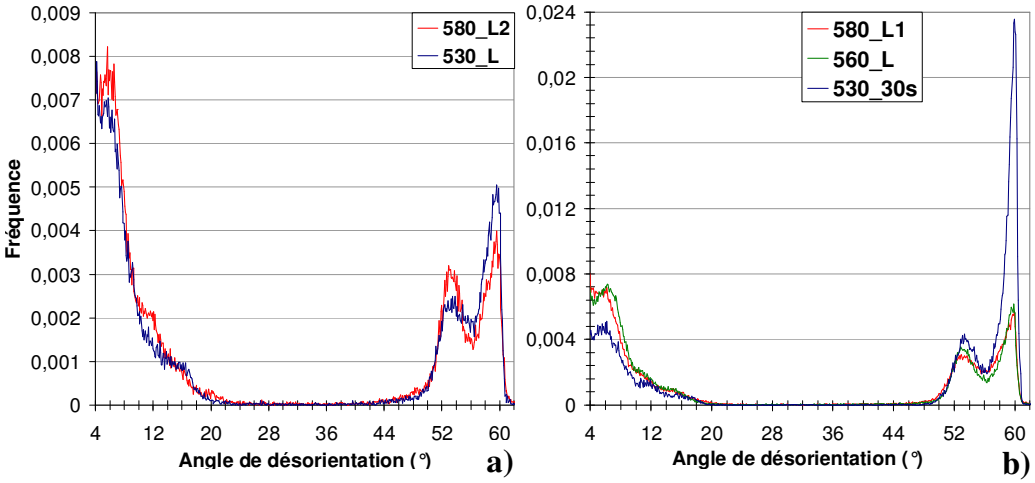


Figure III.28 : Influence de la température de transformation sur la répartition des angles de désorientation des échantillons présentant une taille de grains austénitiques comprise entre a) 30 et 40 µm, b) 50 et 100 µm.

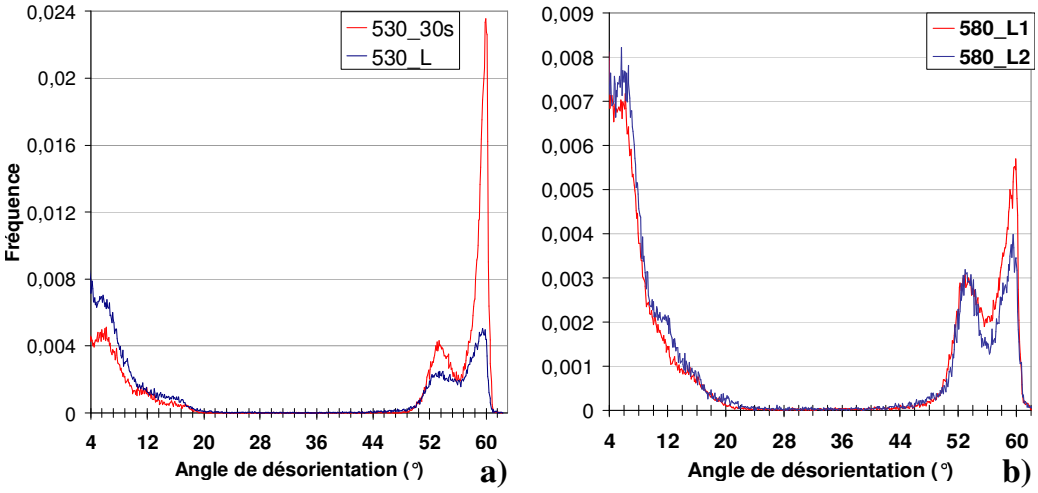


Figure III.29 : Influence de la taille de grain austénitique sur la répartition des angles de désorientation des échantillons transformés à : a) 530°C, b) 580°C.

Les courbes des figures III.28 et III.29 présentent une allure relativement similaire à celle décrite dans le paragraphe précédent, cependant certaines variations monotones sont observées.

Les courbes des figures III.28 montrent que, pour une même taille de grains austénitiques, une plus faible température de transformation induit principalement une hauteur plus importante du pic à 60° qui s'accompagne d'un plus faible épaulement vers 4-8°. Cependant, cette variation du pic vers 60° n'est pas significative pour une faible taille de grains parents car elle est comparable à celle due aux effets d'échantillonnage. Quant aux échantillons présentant une taille de grains austénitiques plus grande, la différence de hauteur des pics à 60° entre 580_L1 et 560_L est d'environ 10% alors que le pic à 60° de l'échantillon 530_30s est 4 fois plus élevé que celui de 580_L1 ou de 560_L! Cette **variation significative** pourrait impliquer

un **changement de microstructure** entre une bainite formée à « haute » température et une bainite formée à « basse » température (§I.6.2).

Quant à l'influence de la taille de grain austénitique, la figure III.29.b montre que la hauteur du pic vers 60° est plus élevée (environ 30%) pour l'échantillon 580_L1 présentant une taille de grains parents plus grande. Cette variation fonction de la taille de grain n'est donc pas significative car inférieure à celle observée lors de l'étude des effets d'échantillonnage. Cette même conclusion avait été faite quant aux échantillons non déformé et déformé puis recristallisé de la campagne de torsion (§III.5.1). Quant aux échantillons transformés à 530°C, la figure III.29.a montre que la taille de grain influence de façon significative la hauteur des pics à environ 53° (d'un facteur 2 environ) et surtout à 60° (facteur 5). L'augmentation des pics vers 53° et 60° correspond à une plus faible proportion de joints désorientés de moins de 18° avec principalement une baisse de l'épaulement vers 4-8°. Ainsi, on peut supposer que seul l'échantillon transformé à 530°C et possédant une taille de grain austénitique comprise entre 50 et 100 µm (530_30s) présente une microstructure caractéristique d'une bainite formée à « basse » température.

III.5.2.3. Influence du type de transformation : refroidissement continu contre transformation isotherme pour des microstructures bainitiques

La figure III.30 présente la répartition des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques d'échantillons ayant subi un refroidissement continu ou une transformation isotherme. Les échantillons sont classés selon la taille de grains austénitiques obtenue lors du traitement d'austénitisation :

- entre 30 et 40 µm pour l'échantillon déformé et recristallisé de la campagne de torsion et les échantillons 580_L2 et 530_L transformés de façon isotherme (figure III.30.a),
- entre 50 et 100 µm pour l'échantillon non déformé de la campagne de torsion et les échantillons 580_L1, 560_L et 530_30s issus de transformations isothermes (figure III.30.b).

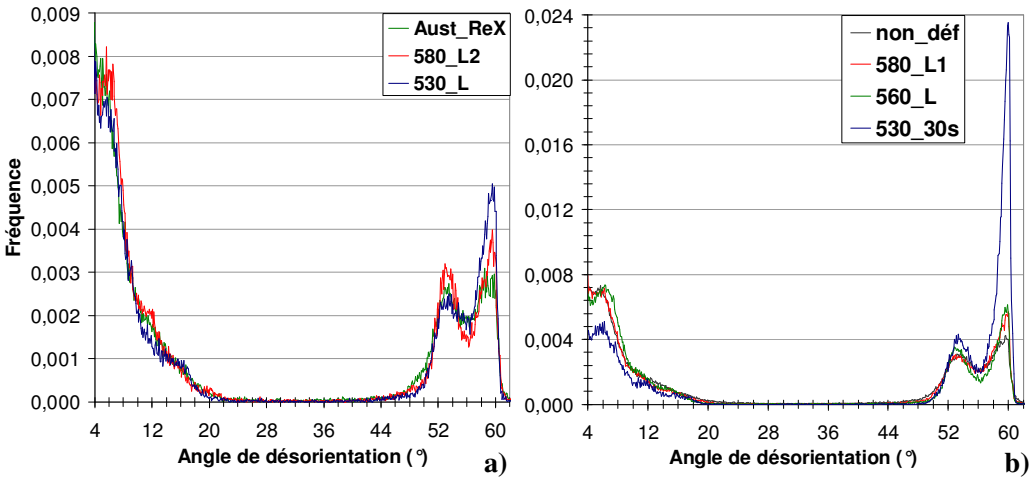


Figure III.30 : Répartition des angles de désorientation des variants des domaines bainitiques d'échantillons issus de refroidissement continu ou de transformation isotherme avec une taille de grains austénitiques comprise entre : a) 30 et 40 µm, b) 50 et 100 µm

La figure III.30 montre que l'allure des courbes de répartition des angles de désorientation des variants des domaines bainitiques des échantillons obtenus par refroidissement continu ou par transformation isotherme est similaire. Cependant, on constate que le pic à 60° est plus faible pour les échantillons transformés par refroidissement continu sans que cela corresponde à un épaulement vers 4-8° plus important. On constate plutôt une proportion supérieure de joints avec des angles proches de 50° et un creux moins marqué vers 56°.

Si l'on considère l'étude de l'influence de la température de transformation réalisée sur les échantillons transformés de façon isotherme, nous avons constaté que la hauteur du pic à 60° diminuait, en général, avec la baisse de la température de transformation. Cependant ces variations ne sont pas, dans tous les cas, considérées comme significatives au vu des effets d'échantillonnage. Nous pouvons donc juste faire l'hypothèse qu'un pic à 60° plus faible pour les échantillons transformés par refroidissement continu pourrait impliquer une température de transformation plus élevée que celles testées lors de la campagne d'essais sur la machine Gleeble. La transformation de phase bainitique débuterait ainsi à une température supérieure à 580°C lors du refroidissement continu.

III.5.2.4. Comparaison des distributions expérimentales avec les répartitions théoriques des relations d'orientation de KS, NW et Kelly et celles issues de la littérature

L'allure des courbes de répartition des angles de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques des échantillons provenant de transformation isotherme est similaire à celle obtenue pour les échantillons de la campagne de torsion, c'est-à-dire que les angles présentant de forte fréquence d'apparition sont identiques. Ainsi les mêmes constatations faites dans le paragraphe III.5.1 sont applicables aux échantillons transformés de façon isotherme. Par conséquent, aucune des trois relations d'orientation considérées (KS, NW et Kelly) ne peut décrire correctement les répartitions expérimentales d'angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques si l'on considère une répartition aléatoire des variants.

Par ailleurs, la courbe associée à l'échantillon 530_30s présente de fortes similitudes avec la distribution d'angles de désorientation observée par Gourgues [GOU00] (§I.6.3) sur des microstructures de bainite inférieure et de martensite, avec en particulier un pic à 60° fortement marqué. Cependant le pic vers 53° est moins marqué sur l'échantillon de bainite inférieure observé par Gourgues. Cela confirme néanmoins que l'échantillon 530_30s devrait être classé avec les microstructures bainitiques formées à « basse » température [GOU00] (§I.6.2).

III.6. Etude des couples Axe/Angle de désorientation entre variants bainitiques

Le premier objectif de cette partie est de définir une **méthode** permettant d'obtenir les fréquences d'apparition des **couples axe/angle** minimal de désorientation entre variants issus d'un même grain parent selon la **relation d'orientation de Kelly**. Le deuxième objectif est d'appliquer cette méthode aux domaines bainitiques des différents échantillons afin de :

- Comparer les données expérimentales aux **prédictions du modèle** du chapitre IV.
- Etudier **l'influence** de différents **paramètres** sur la répartition des couples axe/angle de façon similaire au §III.5.
- Comparer les résultats issus des **répartitions des seuls angles** de désorientation et des couples axe/angle.
- Comparer les répartitions expérimentales à celles obtenues de façon théorique (sans sélection de variants) selon les **relations d'orientation de Kelly, KS et NW**.

L'ensemble vise à étudier une éventuelle sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale qui s'exprimerait par une répartition non équiprobable des couples axe/angle. Au passage, on statuera sur la nécessité d'un tel dépouillement, par rapport au simple dépouillement des histogrammes des seuls angles de désorientation.

III.6.1. Méthodologie

La répartition des angles de désorientation nous donne des informations sur les variants voisins issus de mêmes grains parents. Cependant certains angles comme 50° et 60° correspondent à plusieurs couples axe/angle minimal de désorientation selon les relations de KS et de Kelly ([GOU00], tableau III.2). Ainsi l'étude des couples axe/angle minimal de désorientation permet de déterminer de façon plus précise les proportions des différents couples de variants voisins. Par ailleurs, nous avons considéré la relation d'orientation de Kelly (§I.4) qui est utilisée dans le modèle de sélection de variants du chapitre IV afin de pouvoir comparer directement les résultats expérimentaux et ceux issus du modèle.

Les désorientations entre les 24 variants issus d'un même grain d'austénite peuvent être définies à l'aide de 16 couples axe/angle minimal de désorientation, selon la relation de Kelly, donnés dans le tableau III.2. En effet, certains couples présentent une multiplicité supérieure à 1 car, pour un même angle minimal de désorientation, ils possèdent des axes de rotation de la même famille. Ces axes ne diffèrent que par un élément de symétrie du cube et ne peuvent donc pas être distingués par la méthode de caractérisation utilisée.

Angle (°)	Axe réel			Axe approché	Offset (°)	Couple V_1-
	u	v	w			
4.7	0,000	0,753	0,658	$<011>_\alpha$	3,8	V_2
11.9	0,692	0,205	0,692	$<313>_\alpha$	1,5	V_{10}
14.1	0,564	0,062	0,824	$<203>_\alpha$	3,6	V_3 ; V_5
16.6	0,685	0,246	0,685	$<313>_\alpha$	1,0	V_7
19.9	0,983	0,000	0,184	$<401>_\alpha$	3,4	V_4
19.9	0,989	0,150	0,000	$<410>_\alpha$	5,4	V_{22}
49.3	0,605	0,605	0,518	$<111>_\alpha$	4,1	V_{20}
50.0	0,564	0,679	0,471	$<343>_\alpha$	3,8	V_{18} ; V_{19}
50.5	0,698	0,671	0,251	$<331>_\alpha$	1,7	V_{16} ; V_{17}
50.8	0,639	0,639	0,428	$<332>_\alpha$	0,1	V_{21}
52.3	0,208	0,650	0,731	$<133>_\alpha$	3,5	V_6 ; V_8
55.0	0,710	0,664	0,233	$<331>_\alpha$	1,9	V_9 ; V_{11}
55.3	0,006	0,707	0,707	$<011>_\alpha$	0,3	V_{24}
56.8	0,665	0,721	0,197	$<331>_\alpha$	3,0	V_{14} ; V_{15}
60.0	0,003	0,704	0,710	$<011>_\alpha$	0,3	V_{12} ; V_{13}
60.3	0,533	0,533	0,657	$<334>_\alpha$	2,2	V_{23}
L'offset représente l'angle entre l'axe réel et l'axe approché						

Tableau III.2 : Couples axe/angle minimal de désorientation entre variants issus d'un même grain parent selon la relation d'orientation de Kelly. L'axe réel <uvw> est normé à 1 ; l'axe approché (indice≤4) est désorienté par rapport à l'axe réel d'un angle (en degré) noté « offset ».

Obtention de la fréquence d'apparition des joints présentant les désorientations théoriques entre variants issus d'un même grain parent selon la relation de Kelly

Afin d'obtenir dans les domaines bainitiques la proportion de joints entre variants voisins respectant la relation d'orientation de Kelly, nous avons utilisé la **composante** des joints de type **CSL** (pour Coincidence Site Lattice) en y apportant des **modifications** quant à :

- la **liste des joints** considérés : les joints CSL sont remplacés par les désorientations entre variants selon la relation de Kelly,
- la **déviation** à appliquer : le critère de Brandon est remplacé par une déviation fixe identique pour tous les couples axe/angle.

Par ailleurs, il faut noter que les variants désorientés de 4.7° ne peuvent pas être pris en compte avec cette méthode à cause de la forte incertitude sur l'axe de rotation pour un angle aussi faible et des désorientations internes très denses dans les microstructures bainitiques qui contribuent à la forte proportion de joints faiblement désorientés. Ainsi les joints qui seraient considérés ne correspondraient pas uniquement à ceux séparant le couple de variants faiblement désorienté mais aussi aux autres joints faiblement désorientés présents dans les lattes de bainite.

Choix de la tolérance angulaire : 3, 5 ou 7°

Afin de choisir une tolérance optimale dans le « critère de Brandon modifié » pour les différents couples axe/angle minimal de désorientation, les trois angles suivants ont été étudiés dans la composante CSL modifiée : 3, 5 et 7°.

Les figures III.31.a à III.31.c montrent les joints sélectionnés par la composante CSL modifiée pour une tolérance de 3 à 7° sur une cartographie de l'échantillon non déformé de la campagne de torsion. Sur cette cartographie, les joints associés au domaine bainitique sont en noir et ceux appartenant au domaine des anciens joints de grains austénitiques sont en gris. La figure III.31.d montre les joints de grains avec une désorientation supérieure à 10° avec le même code de représentation. Cette cartographie permet de comparer les proportions de joints considérés avec la composante CSL modifiée avec la quasi-totalité des joints qui peuvent être pris en compte, le plus faible angle considéré étant de 11.9°.

La figure III.31.a montre que peu de joints sont considérés avec 3° de tolérance angulaire, cela peut être dû à différentes raisons :

- la relation d'orientation de Kelly n'est pas la « bonne » relation d'orientation. En effet si l'on s'écarte de 2° de la relation d'orientation entre l'austénite et la ferrite bainitique suivie par le matériau, les désorientations entre variants peuvent s'en écarter de 4°,
- la relation d'orientation n'est pas strictement suivie, pour les raisons évoquées dans le §I.2.3,
- des désorientations internes trop importantes occulteraient partiellement la relation d'orientation. Par exemple la relation d'orientation suivie en début de formation par un variant seraient altérée par la déformation de transformation d'un variant voisin.

Sur la figure III.31.c, on constate que la proportion de joints pris en compte avec une tolérance de 7° a fortement augmenté par rapport à celle obtenue pour une déviation de 3° (nombre de pixels « joint » 6 fois plus élevé). La figure III.31.c comprend presque tous les joints supérieurs à 10° représentés sur la figure III.31.d. Cependant, avec une déviation de cet ordre de grandeur, il se produit probablement des recouvrements entre plusieurs couples axe/angle. Cela pourrait expliquer la baisse des effectifs attribués aux couples avec un angle de 52.3° et vers 55°, ainsi que la hausse du couple $50.8°<332>_{\alpha}$ (figure III.32). De plus, la plus forte proportion du couple avec un angle de 11.9° (figure III.32) peut être partiellement due aux joints faiblement désorientés vers 4-8°.

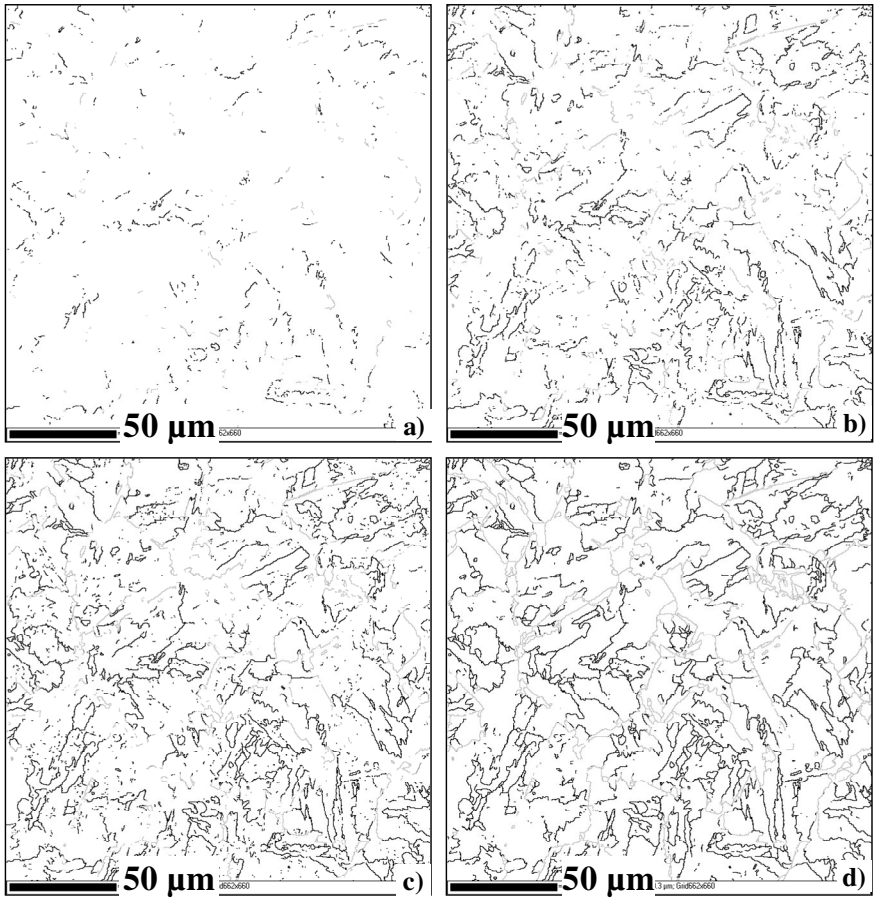


Figure III.31: Cartographie EBSD des joints de type Kelly des domaines bainitiques (noir) obtenus sur l'échantillon non déformé pour une tolérance angulaire de a) 3°, b) 5° c) 7°, et d) cartographie EBSD des joints désorientés de plus de 10°. En gris sont représentés les joints provenant du domaine des anciens joints de grains austénitiques.

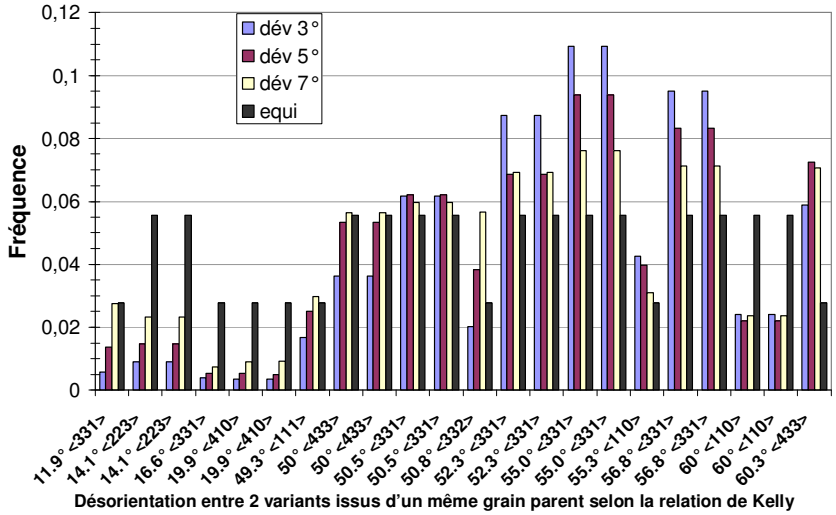


Figure III.32 : Répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants du domaine bainitique d'une analyse EBSD réalisée sur l'échantillon non déformé de la campagne de torsion, selon la relation d'orientation de Kelly avec trois angles de tolérance (« dév ») : 3, 5 ou 7°. La répartition équiprobable (notée 'Equi') correspond à une répartition aléatoire des 24 variants présents avec une même proportion. Les paires axe/angle sont désignées à l'aide des indices de Miller approchés.

Ainsi **nous avons choisi une tolérance angulaire de 5**° afin de pouvoir considérer une quantité de joints suffisamment importante sans qu'il y ait trop de recoupement entre les données attribuées aux couples axe/angle proches.

III.6.2. Répartition des couples axe/angle de désorientation selon la relation de Kelly

Nous allons, dans cette partie, étudier l'**influence** de différents **paramètres** comme la microstructure austénitique, la température de transformation et la taille de grain austénitique sur la **répartition des couples axe/angle** minimal de désorientation selon la relation de Kelly.

III.6.2.1. Influence de la microstructure de l'austénite avant transformation

De la même manière que dans le paragraphe III.5.1, nous ne considérerons dans cette étude sur l'influence de la **microstructure austénitique** que les échantillons issus de la **campagne de torsion**.

Discussion sur les effets d'échantillonnage

Sur la figure III.24 du paragraphe III.5.1, nous avions constaté une plus forte proportion de joints désorientés d'environ 60° sur l'analyse EBSD « 800°C_1s^{-1}_C1 » que sur l'analyse « 800°C_1s^{-1}_C2 ». La figure III.33.a montre que cette distinction entre ces deux analyses s'observe également lorsque l'on considère la répartition des couples axe/angle minimal entre variants des domaines bainitiques selon la relation de Kelly. Cependant, on constate que la **variation** de la fréquence d'apparition est **uniquement visible** sur les joints désorientés de **60.3**° selon un axe **<433>$_\alpha$**, alors que les joints 60° <110>$_\alpha$ sont présents en proportion équivalente sur les deux zones analysées.

De plus, l'échantillon déformé à 800°C, 0.1s^{-1} présentait une plus faible proportion de joints fortement désorientés (> 54°) sur une des deux analyses EBSD réalisées sur cet échantillon, ce que l'on retrouve sur la figure III.33.b.

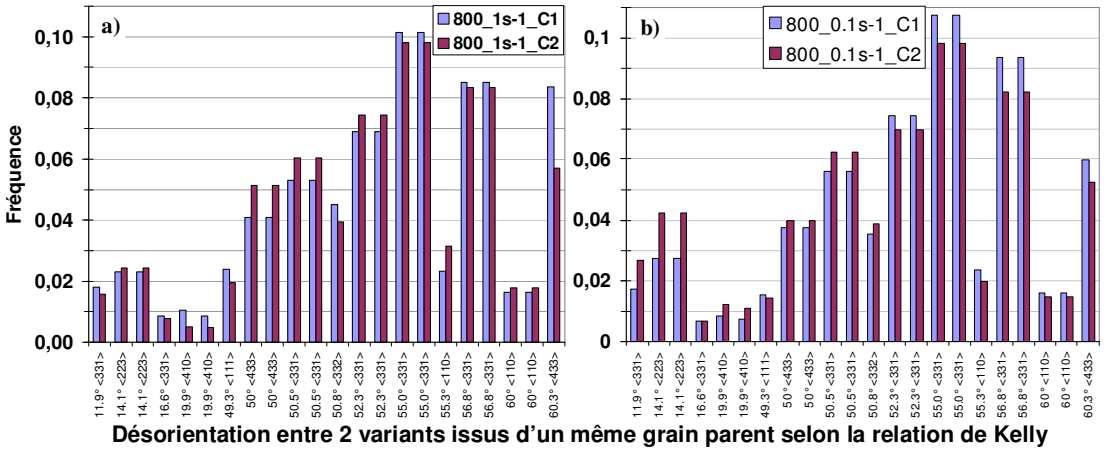


Figure III.33 : Répartition des couples axe/angle de désorientation selon la relation de Kelly pour deux analyses réalisées sur les échantillons déformés à : a) 800°C, 1s^{-1}, b) 800°C, 0.1s^{-1}

Ainsi, seront considérés comme significatifs les changements monotones observés sur plusieurs couples axe/angle liés à des regroupements particuliers (par exemple, les « paquets » selon Morito et coll. [MOR03], §I.6.2) ou les variations de fréquence modifiant de façon notable le classement des couples de variants (et non pas les permutations entre couples axe/angle présentant des fréquences proches).

Ces résultats montrent un premier aperçu de l'importance de l'étude axe/angle qui permet d'affiner l'étude des microtextures. En effet, les courbes de répartition des seuls angles de désorientation montrent un pic vers 60°, on constate dans cette étude que seul un des deux couples avec un angle proche de 60° contribue majoritairement à la forte proportion de joints désorientés de 60°, d'où l'importance d'étudier également l'axe de rotation des joints.

De plus il faudrait vérifier l'influence de l'effet de coupe sur les effets d'échantillonnage. Par exemple, il faudrait étudier comment sont situés les joints $60.3°<433>_{\alpha}$. Ces joints pourraient être associés à des cristaux parallèles coupés selon une « direction longue » ou au contraire à des cristaux coupés à 90°, ce qui influence fortement la longueur de joints mesurée [CAB05].

Influence des paramètres de déformation des échantillons déformés au-dessous de T_{nr}

Nous rappelons que lors des essais de torsion dans le domaine austénitique au-dessous de la température de non-recristallisation, T_{nr}, les deux paramètres ayant subi des variations sont la température de déformation (770°C et 800°C) et la vitesse de déformation (0.1, 1 et 10 s^{-1}).

Les figures III.34 et III.35 présentent respectivement l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur la répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques, selon la relation d'orientation de Kelly.

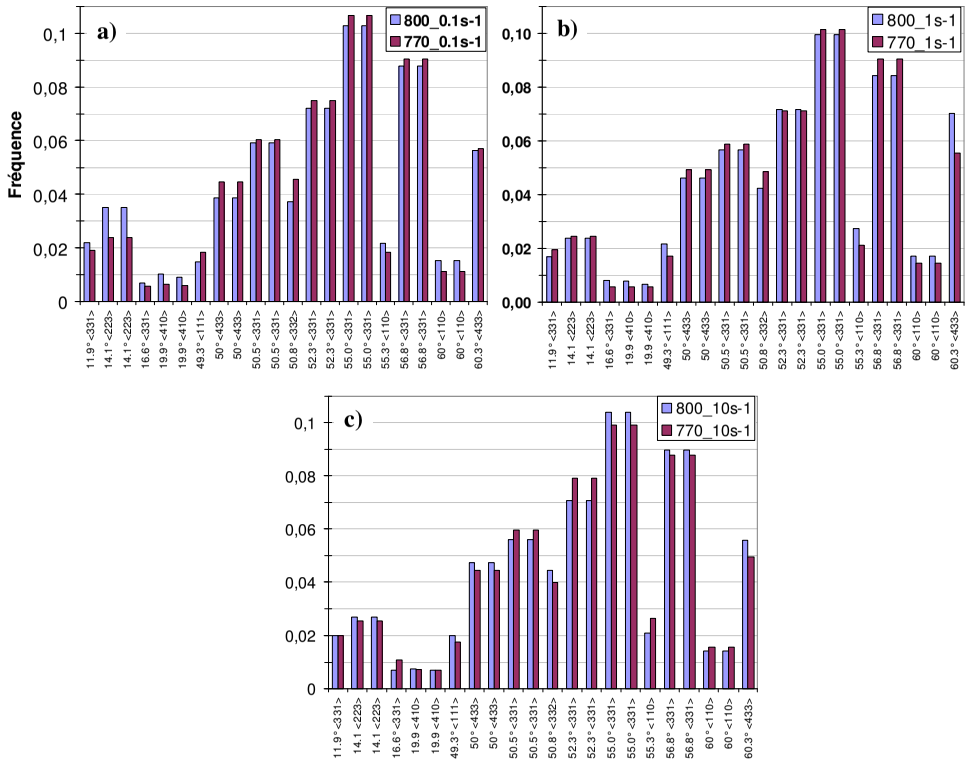


Figure III.34 : Influence de la température de déformation sur la répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques selon la relation de Kelly pour une même vitesse de déformation : a) 0.1 s^{-1}, b) 1 s^{-1}, c) 10 s^{-1}.

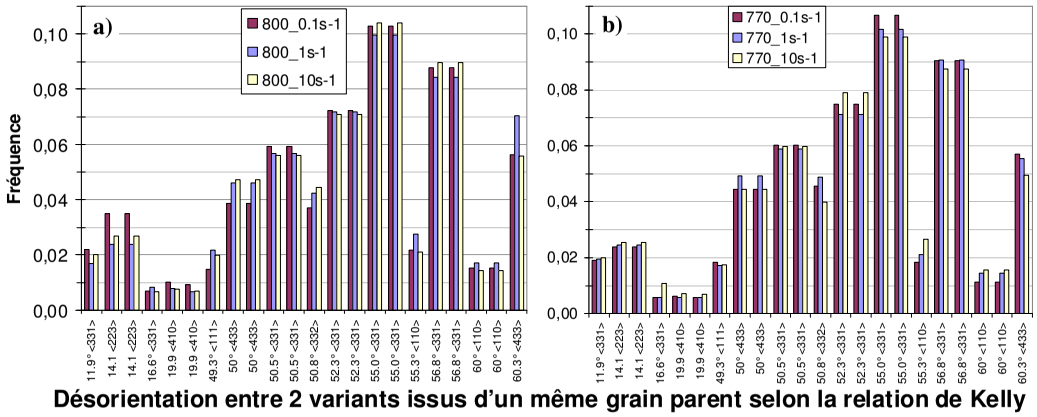


Figure III.35 : Influence de la vitesse de déformation sur la répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques selon la relation de Kelly pour une même température de déformation : a) 800°C, b) 770°C.

Les histogrammes des répartitions expérimentales des couples axe/angle de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques des différents échantillons déformés au-dessous de T_{nr} sont similaires et ne présentent **pas d'évolution monotone de la proportion de certains couples de variants en fonction de la variation d'un paramètre de déformation**.

Ainsi **nous considérerons par la suite un résultat moyen pour l'ensemble des échantillons déformés au-dessous de T_{nr}** afin d'illustrer la répartition des couples axe/angle minimal de désorientation des variants issus des domaines bainitiques des échantillons déformés et non recristallisés avant transformation.

Influence de la microstructure austénitique avant transformation

La figure III.36 présente la répartition des couples axe/angle minimal de désorientation des variants issus des domaines bainitiques, selon la relation de Kelly, des trois types d'échantillons de la campagne de torsion :

- déformés dans l'austénite au-dessous de T_{nr} et refroidis immédiatement après déformation (notés Aust_déf),
- déformé dans l'austénite au-dessus de T_{nr} et refroidi après un palier de recristallisation (noté Aust_ReX),
- ayant subi le même traitement d'austénitisation puis refroidi directement sans déformation (noté non_déf).

On constate que la répartition des couples axe/angle est similaire pour les trois types d'échantillons. Ainsi la distinction qui était visible entre les courbes de répartition des angles de désorientation des échantillons non déformé et recristallisé par rapport aux échantillons déformés, au niveau des joints désorientés de plus de 50°, ne l'est plus sur l'histogramme de la figure III.36. **La microstructure de l'austénite avant déformation ne présente donc pas d'influence visible sur la répartition des couples axe/angle de désorientation pour l'acier et les conditions de transformation considérés.**

La figure III.36 indique également la **répartition théorique** des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants issus d'un même grain d'austénite, selon la relation de Kelly, dans le cas d'une répartition aléatoire de variants présents dans une même proportion (notée "Equi"). On constate que certains couples de variants ont une probabilité faible par rapport à la répartition équiprobable :

- ceux avec un angle de désorientation aux environs de 16.5° et 20°,
- le couple $60°<110>_{\alpha}$,
- dans une moindre mesure, le couple $14.1°<223>_{\alpha}$.

Contrairement à d'autres couples qui apparaissent à une fréquence double ou presque par rapport à la répartition équiprobable : $60.3°<433>_{\alpha}$ et $55° <331>_{\alpha}$.

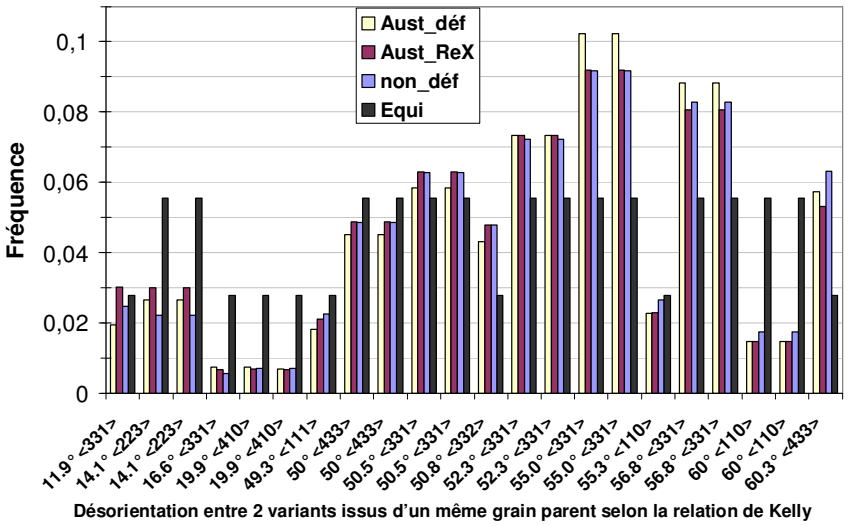


Figure III.36 : Répartition des couples axe/angle de désorientation selon la relation de Kelly pour les 3 types d'échantillons de torsion non déformé, recristallisé et déformé. Les barres noires représentent la répartition équiprobable.

Interrogations :

1- Les couples 55°<331>$_\alpha$ et 56.8°<331>$_\alpha$ et dans une moindre mesure 52.3°<331>$_\alpha$ font partie de ceux qui sont les plus présents alors que les courbes de répartition des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques présentent deux pics vers 53° et 60° et un creux aux environs de 56°. La répartition des seuls angles de désorientation paraît à première vue en désaccord avec les histogrammes axe/angle qui montrent une forte fréquence de couples avec un angle proche de 56°.

2- Les courbes de répartition des angles de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques présentent un pic important vers 60°. L'analyse des couples axe/angle montre une probabilité du couple 60.3° <433>$_\alpha$ trois fois supérieure à la répartition équiprobable ce qui paraît en accord avec les courbes de répartition des angles de désorientation. Cependant le couple 60° <110>$_\alpha$ est cinq fois moins présent que dans le cas équiprobable ce qui le range parmi les couples les moins fréquemment observés. Le pic d'angle 60° regrouperait donc à la fois des joints sur-représentés et des joints sous-représentés par rapport à une répartition équiprobable.

Ces questions seront étudiées plus en détail dans le paragraphe §III.6.3.

III.6.2.2. Echantillons à transformation bainitique isotherme

La répartition des couples axe/angle de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques a également été étudiée sur les échantillons présentant une transformation bainitique isotherme (quasi) complète.

Les mêmes points que ceux présentés dans le §III.5.2 ont été considérés en termes de répartition des couples axe/angle de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques, selon la relation de Kelly :

1. **Effets d'échantillonnage** à partir de plusieurs cartographies EBSD réalisées sur un même échantillon.
2. Influence de la **température de transformation** : 530°C, 560°C et 580°C.
3. Influence de **la taille de grain austénitique** : entre 30 et 40 µm ou entre 50 et 100 µm.
4. Influence du **processus de transformation** : refroidissement continu (échantillons de la campagne de torsion) ou transformation isotherme.

Discussion des effets d'échantillonnage

L'étude de la répartition des angles de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques de différentes analyses EBSD réalisées sur les échantillons transformés à 560°C (560_L) et à 580°C (580_L1) avait montré que les effets d'échantillonnage étaient principalement observés au niveau du pic vers 60° (§III.5.2).

La figure III.37 montre la répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants des domaines bainitiques des cartographies EBSD réalisées sur les mêmes échantillons (560_L et 580_L1). On constate sur les cartographies de l'échantillon transformé à 560°C, une variation principalement au niveau du couple $60.3°<433>_{\alpha}$. Pour l'échantillon transformé à 580°C (580_L1), en plus des couples vers 60°, la fréquence d'autres couples avec de forts angles de désorientation présente des variations : $55°<331>_{\alpha}$, $55.3°<110>_{\alpha}$ et $56.8°<331>_{\alpha}$.

Les effets d'échantillonnage impliquent de fortes variations sur la fréquence d'apparition de certains couples axe/angle. Par exemple, pour l'échantillon 560_L, la variation de la fréquence d'apparition du couple $60.3°<433>_{\alpha}$ présente environ un facteur 1.5. Ainsi, les constatations sur les effets d'échantillonnage observés sur les échantillons issus de transformation isotherme sont similaires à celles obtenues sur les échantillons de la campagne de torsion. Par conséquent, de la même manière, ne seront considérés comme significatifs que des écarts importants pour certains couples axe/angle liés à des regroupements particuliers ou des changements « non négligeables » sur le classement des couples de variants.

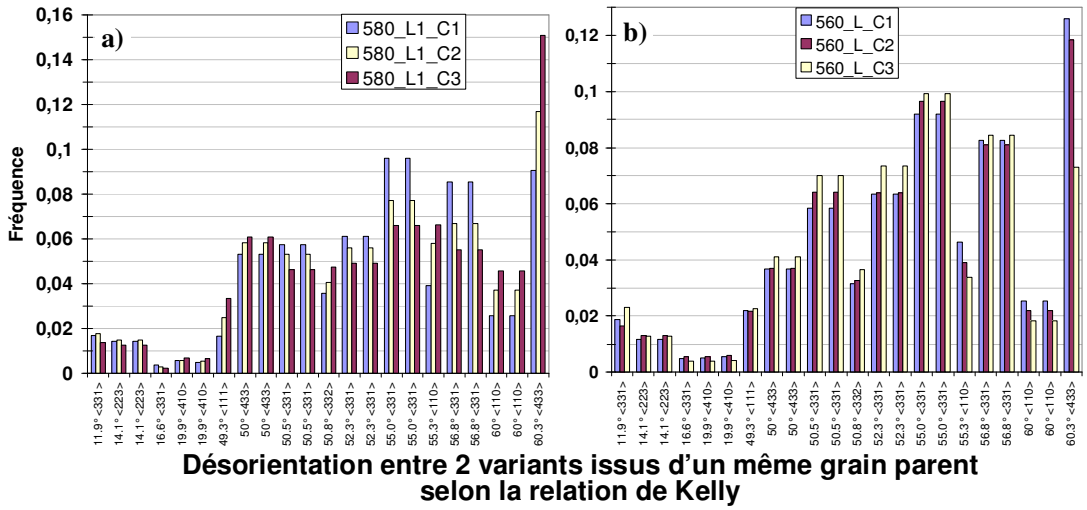


Figure III.37 : Répartition des couples axe/angle de désorientation obtenue à partir de différentes analyses EBSD réalisées sur les échantillons transformés à : a) 580°C : 580_L1, et b) 560°C : 560_L.

Influence de la température et de la taille de grain austénitique

Les regroupements d'échantillons étudiés pour déterminer l'influence de la température de transformation bainitique ou de la taille de grains austénitiques sont les mêmes que ceux considérés dans le §III.5.2.

Ainsi pour étudier l'**influence** de la **température de transformation bainitique** sur la répartition des couples axe/angle de désorientation, il faut considérer des échantillons présentant des tailles de grains parents du même ordre de grandeur, soit :

- entre 30 et 40 µm pour 580_L2 et 530_L (figure III.38.a),
- entre 50 et 100 µm pour 580_L1, 560_L et 530_30s. (figure III.38.b).

De même, l'effet de la **taille de grains austénitiques** a été étudié sur des groupes d'échantillons présentant une même température de transformation isotherme :

- 580_L1 et 580_L2 (figure III.39.a),
- 530_L et 530_30s (figure III.39.b).

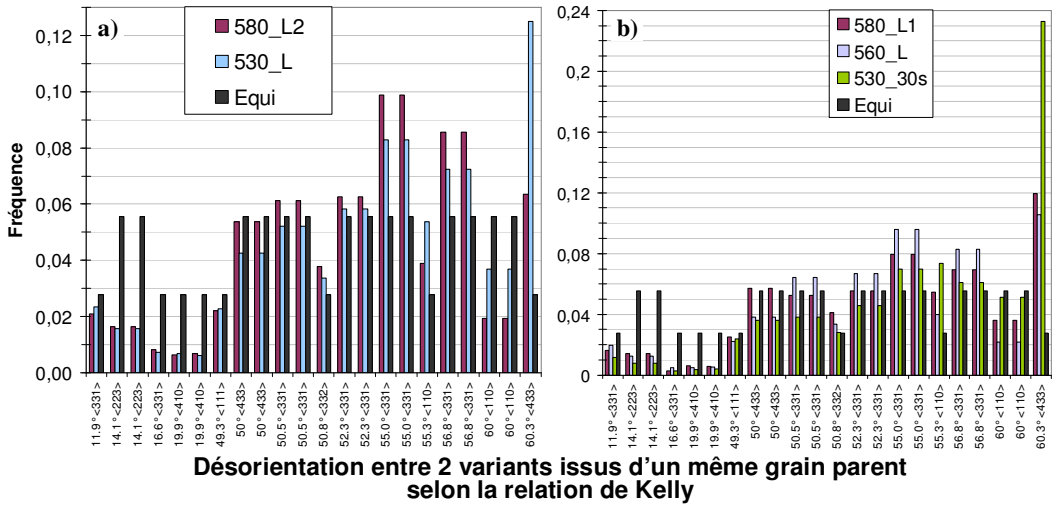


Figure III.38 : Influence de la température de transformation sur la répartition des couples axe/angle de désorientation des échantillons avec une taille de grain austénitique comprise entre a) 30 et 40 µm, b) 50 et 100 µm

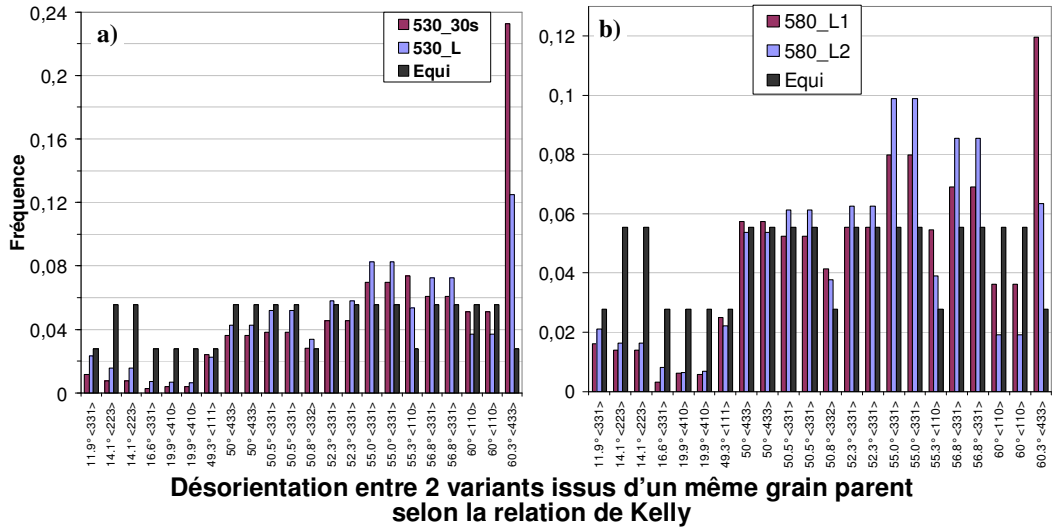


Figure III.39 : Influence de la taille de grain austénitique sur la répartition des couples axe/angle de désorientation des échantillons transformés à : a) 530°C, b) 580°C.

La figure III.38.a montre que, pour une taille de grains austénitiques comprise entre 30 et 40µm, la proportion des couples axe/angle : 55.3°<110>$_\alpha$, 60°<110>$_\alpha$ et 60.3°<433>$_\alpha$ issus des variants possédant des plans d'habitat faiblement désorientés (regroupés autour d'un même pôle $\{111\}_\gamma$), formant les regroupements en « paquets » de 6 variants, que nous qualifierons de « joints de blocs »[6], est plus élevée lorsque la température de transformation est faible. Ainsi, l'échantillon transformé à 580°C présente une plus forte proportion des autres couples axe/angle avec un angle supérieur à 50°. Quant aux couples de variants faiblement désorientés, la température de transformation a peu d'influence sur leur fréquence d'apparition.

[6] Le couple 4.7°<110>$_\alpha$ fait aussi partie des désorientations possibles entre variants d'un même « paquet » (joints de « sous-blocs »), cependant il n'a pas pu être étudié expérimentalement.

Les échantillons de la figure II.38.b, possédant une taille de grains austénitiques entre 50 et 100 µm, ne présentent pas cette tendance monotone pour le classement des couples axe/angle fortement désorientés. Cependant si l'on considère que les échantillons transformés à 560°C (560_L) et 580°C (580_L1) représentent un même type de microstructure bainitique formé à « haute » température et qu'on les compare à l'échantillon transformé à 530°C (530_30s). Alors on retrouve la même tendance que sur les échantillons avec une plus faible taille de grains parents, c'est-à-dire **une plus forte proportion de couples de variants avec des plans d'habitat faiblement désorientés pour l'échantillon transformé à plus basse température**.

Quant à l'influence de la taille de grain austénitique, les figures III.39.a et III.39.b montrent que les échantillons présentant une taille de grains parents plus élevée possèdent une plus forte proportion de couples axe/angle liés au regroupement par paquets, par conséquent les autres couples axe/angle fortement désorientés sont moins fréquemment observés. On observe, par ailleurs, une plus forte proportion de couples axe/angle avec un faible angle de désorientation pour l'échantillon 530_L avec une faible taille de grains austénitiques par rapport à 530_30s.

Influence du processus de transformation : refroidissement continu (échantillons de la campagne de torsion) ou transformation isotherme

La figure III.40 montre les histogrammes de répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques selon la relation de Kelly d'échantillons transformés par refroidissement continu ou par transformation isotherme. Ces échantillons sont classés par taille de grains parents. On constate que la proportion de couples axe/angle liés aux désorientations entre variants formant les « paquets » (joints de blocs) est plus faible pour les échantillons obtenus par refroidissement continu. Cet effet est plus marqué pour les échantillons présentant une taille de grains parents comprise entre 50 et 100µm. Cette tendance pourrait être reliée à une température de début de transformation bainitique plus élevée que 580°C dans les échantillons transformés par refroidissement continu.

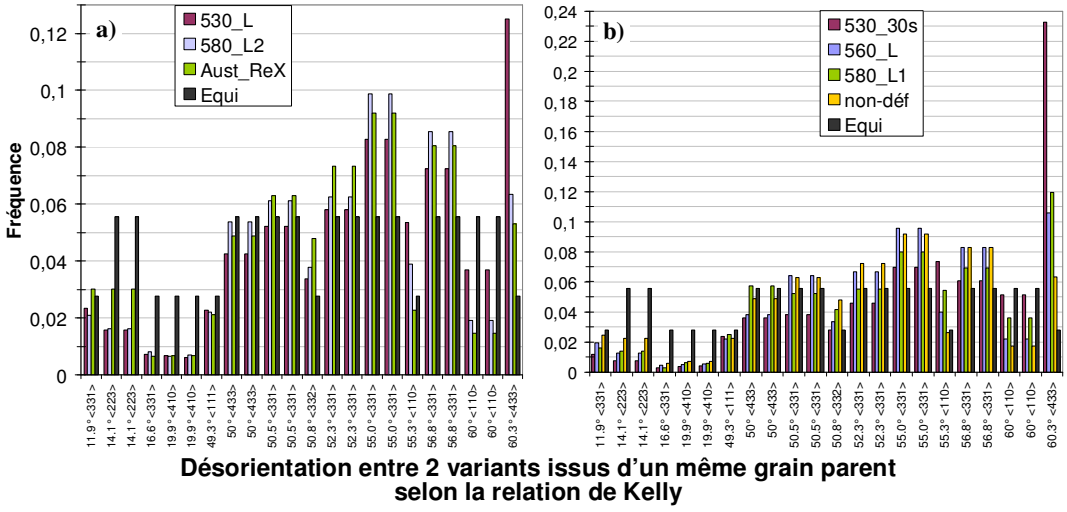


Figure III.40 : Répartition des couples axe/angle minimal de désorientation, selon la relation de Kelly, des variants des domaines bainitiques d'échantillons issus de refroidissement continu ou de transformation isotherme avec une taille de grains austénitiques comprise entre : a) 30 et 40 µm, b). 60 et 100 µm

Bilan de l'étude sur l'influence de différents paramètres par rapport à la répartition des couples axe/angle

A partir **des échantillons de la campagne de torsion**, nous n'avons pas observé d'influence notable des paramètres de déformation sur la répartition des couples axe/angle de désorientation. De même, les différents états microstructuraux de l'austénite considérés avant transformation n'ont pas révélé d'effets significatifs sur les histogrammes des couples axe/angle. Contrairement aux courbes de répartition des seuls angles de désorientation, la présence de ferrite équiaxe sur les échantillons obtenus après déformation de l'austénite au-dessous de T_{nr} n'influence pas de façon significative les histogrammes de répartition des couples axe/angle.

Les échantillons obtenus après **transformation isotherme** ont montré qu'une **taille de grain austénitique** plus petite s'accompagne d'une baisse de la fréquence d'apparition des couples axe/angle formant les « paquets » (joints de blocs). De plus, une **température de transformation** bainitique plus basse implique une plus forte proportion des couples axe/angle formant les joints internes aux « paquets ». Cet effet est fortement marqué pour les échantillons avec une taille de grains parents comprise entre 50 et 100 µm. Cette évolution marque alors la transition entre une microtexture de bainite formée à « haute » température (580_L1, 560_L) et à « basse » température (530_30s). De plus, on constate que les échantillons obtenus par refroidissement continu présentent une plus faible proportion de joints internes aux « paquets » que ceux obtenus après transformation isotherme. Ainsi, selon un raisonnement similaire à celui adopté par rapport à la hauteur du pic vers 60° pour les répartitions des seuls angles de désorientation, nous supposons que la température de début de transformation bainitique lors du refroidissement continu est supérieure à 580°C.

Par ailleurs, les fortes variations observées entre les histogrammes des couples axe/angle obtenus à partir d'analyses réalisées sur un même échantillon ont montré la nécessité de mieux comprendre l'origine des effets d'échantillonnage. Sont-ils dus à une répartition de joints non homogène ou à un effet de coupe 2D d'une microstructure 3D non isotrope ? On pourrait alors, par exemple, savoir s'il existe un réel effet significatif de la taille de grain austénitique sur les microtextures.

III.6.3. Discussion sur les répartitions : angle et axe+angle

Dans cette partie, nous revenons entre autres sur les interrogations introduites dans le §III.6.2.1 liées à des observations qui paraissent divergentes entre la répartition des seuls angles de désorientation et celle des couples axe/angle selon la relation de Kelly.

III.6.3.1. Proportion des couples $60°<110>_{\alpha}$ et $60.3°<433>_{\alpha}$

Les courbes de répartition des **seuls angles** de désorientation entre variants issus des domaines bainitiques des échantillons obtenus par refroidissement continu ou par transformation isotherme montrent un **pic élevé vers 60°.** Or les histogrammes de répartition des **couples axe/angle** minimal de désorientation selon la relation de Kelly montrent une forte fréquence du couple $60.3°<433>_{\alpha}$ mais une proportion du couple $60°<110>_{\alpha}$ largement inférieure à l'équiprobabilité pour tous les échantillons, à l'exception de 530_30s.

Nous avons donc décidé de comparer les données issues de la composante CSL modifiée du logiciel Channel 5 d'HKL Technology à celles de la composante Angle/Axe du logiciel OIM de TSL, avec une tolérance angulaire de 5°. L'objectif est de vérifier s'il y a ou non calcul correct des déviations et/ou sensibilité au logiciel de dépouillement, puisque nous avons accès à deux logiciels différents. Ainsi, nous obtenons les résultats suivants pour l'échantillon non déformé lors de la campagne de torsion, après avoir divisé par 2 les proportions liées au couple $60°<110>_\alpha$ de par sa multiplicité double :

- OIM : $60.3° <433>_\alpha \approx \mathbf{2.8} * 60° <110>_\alpha$,
- Channel 5 : $60.3° <433>_\alpha \approx \mathbf{6.5} * 60° <110>_\alpha$.

La figure III.41 montre les joints sélectionnés par Channel 5 et OIM pour les couples $60°<110>_\alpha$ et $60.3°<433>_\alpha$ avec une tolérance angulaire de 5°. On constate que les cartographies obtenues avec OIM présentent plus de joints que celles issues de Channel 5. Cependant les joints supplémentaires sont principalement discontinus et de faible longueur (« poussière de joints »).

Des résultats similaires à ceux obtenus sur l'échantillon « non déformé » sont constatés pour l'échantillon recristallisé après déformation par torsion et pour l'échantillon déformé à 800°C et $10s^{-1}$, c'est-à-dire un rapport d'environ 3 avec OIM et d'environ 8 avec Channel 5. Ainsi pour les deux logiciels, on observe une proportion non équivalente des deux couples axe/angle considérés, mais l'écart est beaucoup plus important en utilisant la composante CSL modifiée sous Channel 5. **Il y a donc probablement à la fois une tendance « réelle » et un artéfact lié à la méthode de calcul par les logiciels**.

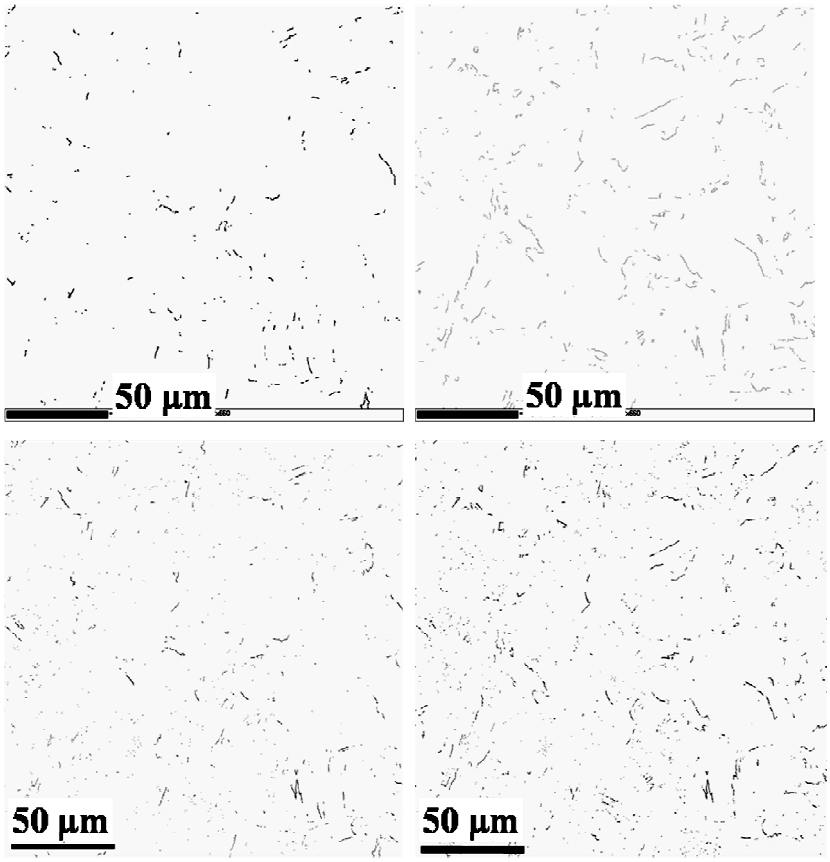


Figure III.41 : Cartographies des joints désorientés d'environ 60° de l'échantillon non déformé de la campagne de torsion : haut : Channel 5, bas : OIM, gauche : $60°<110>_\alpha$, droite : $60.3°<433>_\alpha$

Ainsi et malgré les artéfacts logiciels, on considère que de la même manière que certains couples axe/angle sont faiblement représentés par rapport à une distribution aléatoire comme les variants désorientés d'environ 20°, le couple axe/angle 60°<110>$_\alpha$ est peu observé dans les microstructures bainitiques obtenues à « haute » température. Cependant, sa fréquence d'apparition approche d'une répartition équiprobable pour l'échantillon 530_30s transformé à « basse » température avec une taille de grains austénitiques comprise entre 50 et 100 µm.

III.6.3.2. Répartition des couples axe/angle avec un angle de désorientation proche de 53° et 56°

Sur les courbes de répartition des angles de désorientation entre variants des domaines bainitiques des échantillons présentant une microstructure totalement bainitique, on observe un pic vers 53° et un creux vers 56°. Or ces configurations ne se retrouvent pas de façon évidente dans les proportions des couples angle/axe de désorientation selon la relation d'orientation de Kelly. En effet, hormis le couple 60.3°<433>$_\alpha$, les couples les plus fréquents pour les échantillons obtenus par refroidissement continu sont 55°<331>$_\alpha$ et 56.8°<331>$_\alpha$ et dans une moindre mesure 52.3°<331>$_\alpha$, contre 55.3°<110>$_\alpha$, 55°<331>$_\alpha$ et 56.8°<331>$_\alpha$ pour ceux obtenus par transformation isotherme.

Ainsi nous avons cherché à savoir quels joints étaient réellement pris en compte pour les couples 55°<331>$_\alpha$, 56.8°<331>$_\alpha$ et 52.3°<331>$_\alpha$. A l'aide d'une analyse EBSD de l'échantillon non déformé, nous avons étudié l'influence de la tolérance angulaire sur le recoupement entre différents couples axe/angle et sur l'angle de désorientation réel des joints considérés (figure III.42). Ainsi, on constate à l'aide de la figure III.42.d que la déviation tolérée permet d'atteindre des angles de désorientation suffisamment éloignés pour les couples à 55-57° de désorientation pour englober des joints de grains avec des désorientations entre 52.5° et 54.5°. De même, une partie des joints considérés sur la cartographie liée au couple 52.3°<331>$_\alpha$ présentent des désorientations entre 55 et 57°.

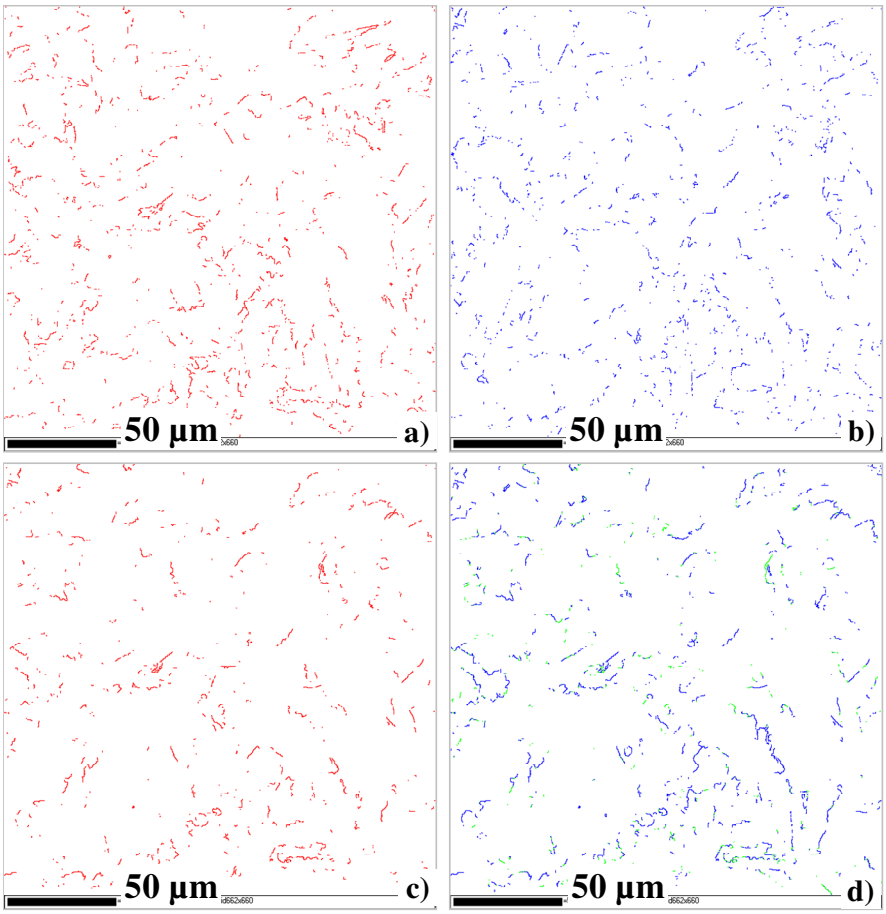


Figure III.42 : Cartographie de l'échantillon non déformé. Haut : Joints de grains définis par un angle minimum de désorientation compris entre : a) 52.5° et 54.5 ; b) 55° et 57°, Bas : Joints de grains des couples axe/angle suivants avec 5° de déviation c) 52.7° <331>$_\alpha$, d) 55° <331>$_\alpha$ et 56.8° <331>$_\alpha$

Cette étude montre que le pic à 53° ne vient probablement pas d'une rotation de 52.3° autour de l'axe réel associé mais qu'il correspond sans doute à un autre axe de rotation, peut être plus proche de celui du couple avec un angle de 55.0°. Cela impliquerait que la relation de Kelly n'est pas forcément la mieux adaptée pour décrire les microstructures étudiées. C'est ce que nous allons tester dans la partie suivante. Par ailleurs, nous constatons que lorsque l'axe de rotation considéré est proche de l'axe réel des joints alors la tolérance angulaire restant pour l'angle est plus élevée. Cela expliquerait la présence de joints désorientés d'environ 52.5° - 54.5° sur la cartographie des couples 55° <331>$_\alpha$ et 56.8° <331>$_\alpha$.

Nous pouvons conclure de ces études que la donnée des angles de désorientation est **nettement insuffisante** pour décrire les couples de variants voisins : il y a superposition de données aux grands angles de désorientation qui fausserait l'analyse si on ne regardait que les angles. En particulier pour le pic vers 60° où le seul couple 60.3°<433>$_\alpha$ est fortement présent. Quant au pic vers 53°, il ne correspond apparemment pas au couple 52.3° <331>$_\alpha$, l'axe de rotation n'est probablement pas le « bon » axe de rotation : il s'agirait donc d'un autre couple (au moins) axe/angle de désorientation.

III.6.4. Comparaison des résultats obtenus avec la relation de Kelly et avec les relations d'orientation classiques de KS et NW

Les répartitions des couples axe/angle de désorientation entre variants issus d'un même grain parent selon les relations de KS et NW (bien que non strictement suivies) décrivent-elle mieux les répartitions des seuls angles de désorientation, en particulier au niveau du pic à 53° et du creux vers 56° ?

Les figures III.43 et III.44 présentent les histogrammes de répartition des couples axe/angle de désorientation selon les relations d'orientation classiques de KS et de NW des variants des domaines bainitiques d'échantillons obtenus par refroidissement continu ou par transformation isotherme, respectivement.

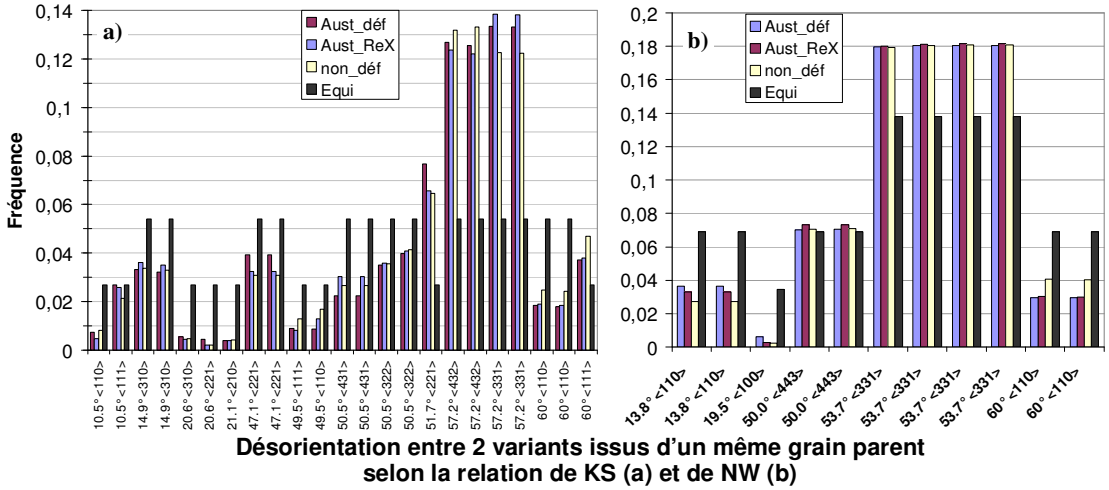


Figure III.43 : Répartition des couples axe/angle selon les relations d'orientation de KS (a) et de NW (b) des échantillons transformés par refroidissement continu.

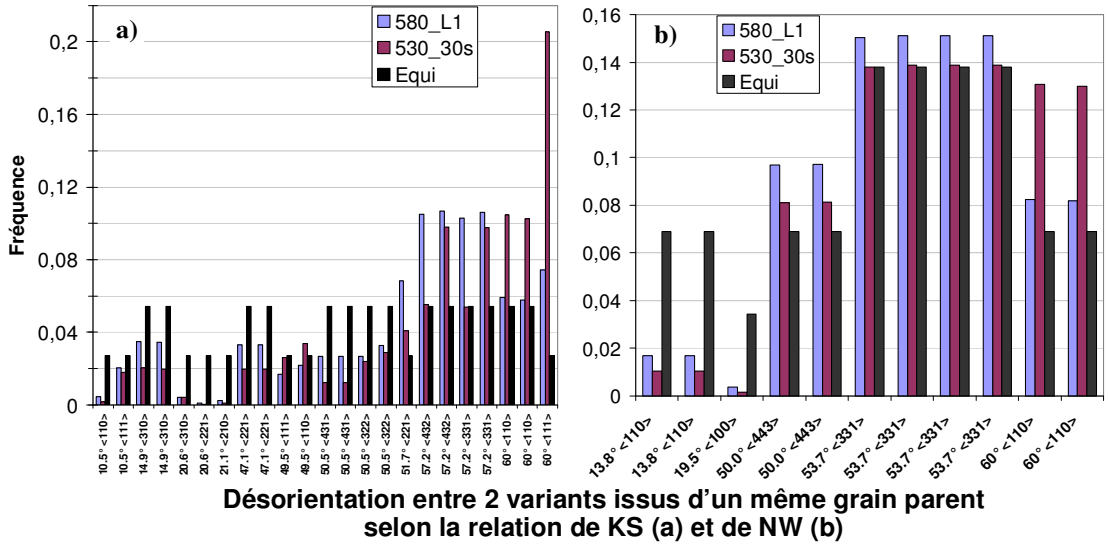


Figure III.44 : Répartition des couples axe/angle selon les relations d'orientation de KS (a) et de NW (b) des échantillons 580_L1 et 530_30s obtenus par transformation bainitique isotherme

Quelle que soit la relation d'orientation choisie, les figures III.43 et III.44 montrent que les joints désorientés d'environ 20° sont toujours prévus mais quasiment absents expérimentalement.

De plus, sur les figures III.43.a et III.44.a, on constate que pour un même angle certains types de joints présentent des proportions différentes selon l'axe de rotation considéré :

- le couple $10.5°<110>_{\alpha}$ est peu fréquent alors que la proportion du couple $10.5°<111>_{\alpha}$ est proche de l'équiprobabilité,
- il existe au moins un facteur 2 entre la fréquence du couple $60°<110>_{\alpha}$ et celle du couple $60° <111>_{\alpha}$.

Pour des angles proches mais donnés par des relations d'orientation différentes, avec des axes de rotation différents, on observe des fréquences relatives différentes :

- le couple $50.5°<431>_{\alpha}$ de la relation de KS est peu fréquent alors que le couple $50°<443>_{\alpha}$ de la relation de NW présente une proportion équiprobable,
- le couple $51.7°<221>_{\alpha}$ de la relation de KS présente une proportion deux fois supérieure à celle donnée par une répartition aléatoire alors que la proportion du couple $53.7°<331>_{\alpha}$ de la relation de NW est légèrement supérieure à l'équiprobabilité. Cela pourrait impliquer que le pic vers 53° serait mieux décrit par un axe de rotation proche de l'axe réel du couple de la relation de KS.

Par ailleurs, on observe des différences entre la répartition des couples axe/angle de désorientation entre les échantillons obtenus par refroidissement continu ou par transformation isotherme selon les relations d'orientation de KS et de NW, comme par exemple :

- au niveau de la fréquence d'apparition du couple $60°<110>_{\alpha}$ qui est faible (inférieure à l'équiprobabilité) pour les échantillons de la campagne de torsion mais égale voire deux fois supérieure à l'équiprobabilité pour les échantillons 580_L1 et 530_30s,
- pour le couple $60°<111>_{\alpha}$ de la relation de KS, faiblement présent sur la figure III.43.a (refroidissement continu) mais largement représenté sur la figure III.44.a (transformation isotherme).

Les résultats du dépouillement permettent de statuer sur **l'utilité de cette méthode de quantification** des proportions des différents couples en termes de paires axe/angle, pour pouvoir les comparer aux prédictions du modèle. Les différentes études réalisées dans cette partie confirment que quelle que soit la relation d'orientation utilisée, **la donnée de l'axe est bien indispensable** pour l'étude de la répartition des variants bainitiques voisins. Sur ce point, les relations de KS et NW mènent à des résultats similaires à ceux obtenus avec les relations de Kelly. Avec un axe de rotation inadéquat, c'est-à-dire désorienté trop fortement par rapport à l'axe de désorientation réel des joints, et même avec le « bon » angle, le couple axe/angle étudié présente une fréquence faible (c'est le cas des couples $60°<110>_{\alpha}$ et $52.7°<331>_{\alpha}$ de la relation de Kelly). De même, lorsque l'axe de rotation est proche de l'axe réel une plus forte tolérance sur l'angle est permise. De cette manière nous pouvons par exemple supposer que les joints formant le pic vers 53° pourraient être décrits par un axe proche de celui du couple de la relation de KS avec un angle de 51.7°, et non pas par l'axe proche de $<331>_{\alpha}$ de la relation de Kelly. **Il ne faut donc pas conclure quant à la fréquence de tel ou tel couple de variants à partir du seul histogramme des angles de désorientation.**

III.7. Etude d'un échantillon de martensite

Un échantillon a été trempé à l'eau après un traitement d'austénitisation identique à celui réalisé sur les autres échantillons (1070°C pendant 5 minutes) afin d'étudier par EBSD une microstructure de martensite en lattes obtenue à partir d'une taille de grain austénitique comprise entre 50 et 100 µm. L'étude de la répartition des angles de désorientation, ainsi que des couples axe/angle de désorientation nous a permis de comparer les résultats obtenus sur une microstructure martensitique à ceux observés sur une microstructure bainitique obtenue à « haute » (échantillon 580_L1) ou à « basse » température (échantillon 530_30s). De plus, nous pourrons déterminer à l'aide du modèle (chapitre IV) si l'accommodation entre variants est plus efficace dans les microstructures martensitiques.

III.7.1. Méthode de caractérisation des cartographies EBSD

L'échantillon présentant une microstructure totalement martensitique, nous avons employé la méthode de dépouillement décrite dans le §III.4.1, appliquée aux échantillons des catégories 1 et 2 présentant une microstructure totalement bainitique. L'objectif est de ne pas tenir compte lors de l'analyse des désorientations dues aux anciens joints de grains austénitiques. Le domaine ainsi formé sera nommé : « le domaine martensitique » (figure III.45).

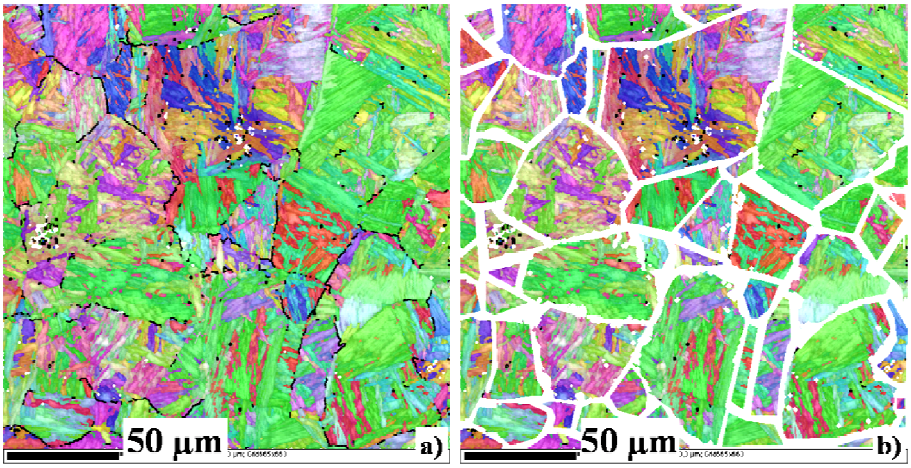


Figure III.45 : Cartographie EBSD réalisée sur l'échantillon martensitique a) joints non-endotaxiques en noir, b) domaine martensitique

III.7.2. Répartition des angles de désorientation

La figure III.46.a illustre la répartition des angles de désorientation des échantillons martensitique (noté Mart) et bainitiques « haute » et « basse » température, respectivement 580_L1 et 530_30s. La répartition des angles de désorientation de la microstructure martensitique présente :

- un épaulement vers 4-6°. Sa proportion est respectivement inférieure et supérieure à celle de la microstructure bainitique « haute » et « basse » température,
- une faible proportion de joints vers 12 -16°,
- l'absence de joints désorientés de 20°,
- l'absence de joints non-endotaxiques,

- la forte présence de joints avec un angle de désorientation supérieur à 48° avec un premier pic vers 53° et un deuxième pic fortement marqué à 60°. Le pic à 60° présente une hauteur largement supérieure à celle relevée sur l'échantillon 580_L1 et proche de celle relevée sur l'échantillon 530_30s.

III.7.3. Répartition des couples axe/angle de désorientation selon la relation de Kelly

La figure III.46.b représente la répartition des couples axe/angle de désorientation entre variants issus des domaines martensitiques et bainitiques, selon la relation d'orientation de Kelly, des échantillons martensitique et bainitiques 580_L1 et 530_30s. L'histogramme de répartition des couples axe/angle de désorientation de la martensite montre que :

- les couples axe/angle avec de faibles angles de désorientation présentent une fréquence d'apparition inférieure à une répartition aléatoire, tout comme 580_L1 et 530_30s,
- les joints fortement désorientés (>49.3°) sont présents avec une proportion proche de l'équiprobabilité sauf ceux vers 50° qui sont 25 à 33% moins présents que selon une répartition aléatoire. Quant aux joints à 55.3° $<110>_{\alpha}$ et à 60.3° $<433>_{\alpha}$ leur proportion est respectivement 2 et 8 fois supérieure à celle observée lors d'une répartition aléatoire.

Il faut rappeler que les joints désorientés de 55.3°$<110>_{\alpha}$ et de 60.3°$<433>_{\alpha}$ sont avec le couple axe/angle 60°$<110>_{\alpha}$ les joints formés entre les variants de « paquets » possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_{\gamma}$. Nous constatons donc que les trois couples les plus fréquents dans les microstructures martensitiques sont ceux associés aux joints internes aux « paquets ». Ces couples axe/angle sont également fortement présents et dans des proportions proches dans la microstructure bainitique formée à « basse » température. Contrairement aux microstructures bainitiques formées à « haute » température, où les fréquence d'apparition sont globalement plus faibles, même si le couple 60.3°$<433>_{\alpha}$ reste le couple le plus fréquent.

L'étude plus précise des cartographies EBSD décrite dans la partie suivante nous permettra de déterminer si les regroupements de variants en « paquets » et « blocs » [MOR03] sont observés dans la microstructure martensitique du matériau étudié ici, comme le laisserait présager la forte proportion des couples axe/angle, 55.3°$<110>_{\alpha}$ et 60.3°$<433>_{\alpha}$ et la présence en proportion équiprobable du couple 60°$<110>_{\alpha}$.

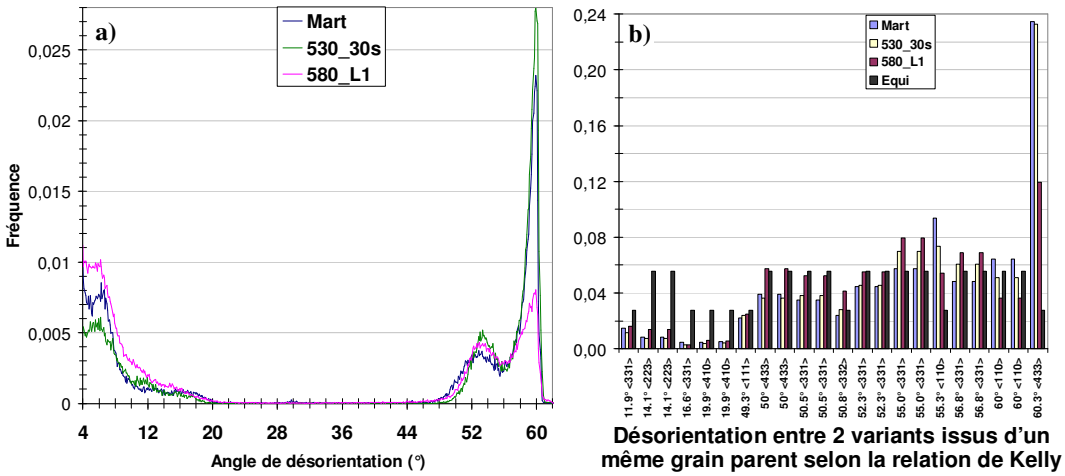


Figure III.46 : Répartition des angles de désorientation (a), et des couples axe/angle de désorientation (b) selon la relation de Kelly des échantillons martensitique (« Mart ») et bainitiques formés à « haute » et à « basse » température, soit 580_L1 et 530_30s

III.8. Etude des regroupements de variants

Les **objectifs** de cette partie sont d'étudier plus précisément les variants de bainite voisins en termes d'éventuels regroupements de deux variants et plus. Le but est de confronter nos résultats expérimentaux aux prédictions du modèle et aux données issues de la littérature sur les regroupements observés dans les microstructures de martensite en lattes et de bainites formées à « haute » ou à « basse » température (§I.6.2).

En effet, Morito et coll. [MOR03, MOR06] ont étudié les regroupements en « paquets » des variants possédant un plan dense parallèle à un même plan dense de l'austénite, en considérant la relation d'orientation de KS. Ils ont calculé (§I.6.4) les déformations de transformation associées à certaines configurations de ces variants par groupes de 2, 3 ou 6. Ils ont ainsi montré qu'un critère d'auto-accommodation pourrait expliquer la présence des groupes de 6 variants, c'est-à-dire des « paquets » complets. L'application d'un critère d'auto-accommodation aux microstructures **bainitiques** formées à **« haute » température** n'a pour l'instant été réalisé que sur des **couples** de variants par Lambert [LAM04] et Gourgues [GOU03].

Nous allons donc étudier les regroupements de 2 variants et plus des microstructures formées à « basse » et à « haute » température afin de :

- déterminer s'il existe des **regroupements spécifiques** à ces deux types de microtextures,
- comparer ces regroupements aux données obtenues à partir des courbes de **répartition des seuls angles** de désorientation et des histogrammes de **couples axe/angle**,
- confronter ces regroupements expérimentaux aux **prédictions du modèle**. Ces regroupements de plus de 2 variants mènent-ils à une auto-accommodation des déformations de transformation ? Obtient-on de meilleurs niveaux d'accommodation qu'avec les couples de variants ?

III.8.1. Méthodologie

Pour les microstructures complètement transformées en bainite ou martensite, nous avons utilisé parmi les subsets des anciens grains austénitiques, obtenus après le traitement des différentes cartographies pour l'obtention des domaines bainitiques ou martensitiques, ceux qui présentaient trois zones de Bain relativement complètes. Puis à l'aide de la fonction 'Virtual Chamber' du logiciel Channel 5, nous avons 'tourné' la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ associée au subset jusqu'à placer l'orientation de l'ancien grain d'austénite en position (φ_1, Φ, φ_2) = (0, 0, 0) par rapport au repère de l'échantillon, c'est-à-dire que nous nous plaçons dans le repère de l'ancien grain d'austénite. Il ne nous reste plus qu'à identifier les différents variants présents dans l'ancien grain austénitique à l'aide de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ théorique des variants selon la relation d'orientation de Kelly. En effet, nous pouvons sélectionner un pixel sur la cartographie EBSD et son orientation apparaît sur la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ associée au subset de la zone entière. Un exemple de dépouillement est présenté sur la figure III.47.

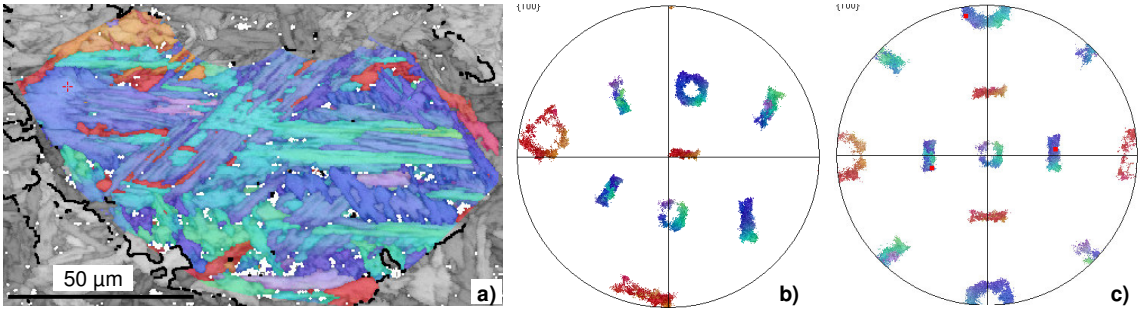


Figure III.47 : Exemple de dépouillement pour l'étude des regroupements de variants sur une microstructure totalement transformée, a) cartographie EBSD du subset ou de l'ancien grain austénitique considéré, b) figure de pôles $\{001\}_\alpha$ initiale, c) figure de pôles $\{001\}_\alpha$ dans le repère de l'austénite

Pour les microstructures partiellement transformées en bainite puis interrompues par transformation martensitique, une fois le subset d'un ancien grain d'austénite obtenu, nous avons fait l'hypothèse que les **variants de martensite**, présentant une plus forte densité de dislocations, possédaient un **indice de qualité inférieur** à celui des variants de bainite. Ainsi nous avons utilisé la composante d'indice de qualité afin d'éliminer les pixels possédant un indice de qualité inférieur à un seuil fixe pour garder principalement des variants de bainite (figure III.48). Cette technique avait été utilisée par Cabus [CAB05] sur une microstructure ferrito-martensitique pour laquelle la coupe du domaine de l'indice de qualité était plus évidente grâce à la présence de deux maxima sur l'histogramme d'indice de qualité, chacun représentatif d'un type de microstructure. Ici seul un pic irrégulier est observé, ce qui rend notre méthode plus imprécise. Puis nous identifions les variants selon la méthode décrite précédemment en utilisant la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ dans le repère de l'austénite et celle obtenue avec la relation d'orientation de Kelly.

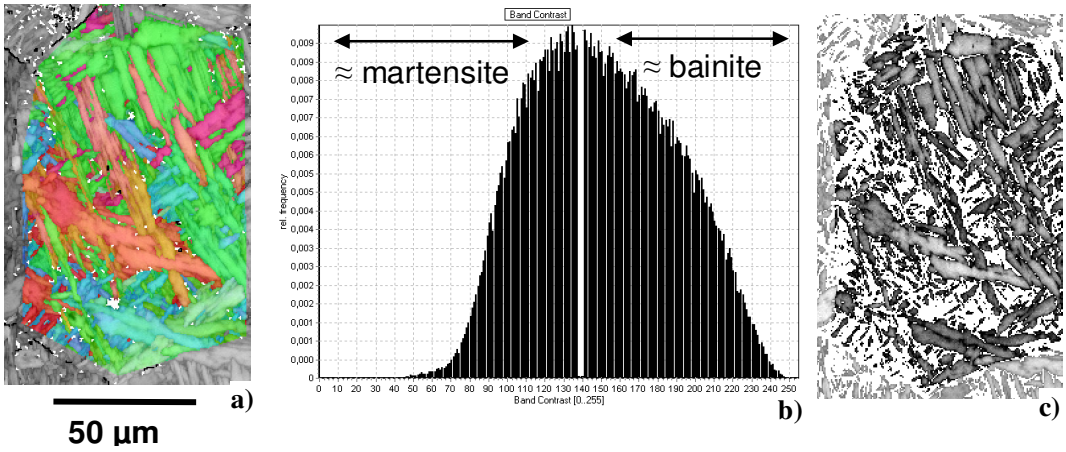


Figure III.48 : Exemple de dépouillement pour l'étude des regroupements de variants sur une microstructure partiellement transformée, a) cartographie EBSD du subset de l'ancien grain austénitique considéré, b) histogramme de l'indice de qualité, c) cartographie en indice de qualité constituée principalement de variants bainitiques.

III.8.2. Regroupements possibles avec une nomenclature liée à la relation de Kelly

Les différents regroupements de variants issus d'un même grain austénitique selon la relation de KS font l'objet d'une étude de Kalwa et coll. [KAL86] présentée dans le paragraphe I.6.2. Ainsi les 24 variants issus d'un même grain parent peuvent être regroupés par :

- 8 : variants présents dans une même zone de Bain,
- 6 : variants partageant un même plan dense $\{111\}_\gamma$,
- 4 : variants présentant une même direction dense $<110>_\gamma$.

Dans cette étude, Kalwa et coll. considèrent la relation d'orientation de KS entre l'austénite mère et les variants de phase fille. Dans nos travaux, nous considérons la relation d'orientation de Kelly, avec un plan d'habitat proche de $\{557\}_\gamma$. Le tableau III.2 présente la nomenclature utilisée pour nommer les couples de variants selon leur désorientation. Le regroupement par 8 variants s'obtient à partir de la figure de pôles $\{001\}_\alpha$ (variants regroupés dans les « rectangles » sur la figure III.49.a). Les groupements par 6 et 4 variants avec la relation d'orientation considérée sont les suivants : les variants d'un groupe de 6 possèdent des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$ (variants regroupés dans les cercles sur la figure III.49.b) et ceux d'un groupe de 4 présentent une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ (tableau III.3).

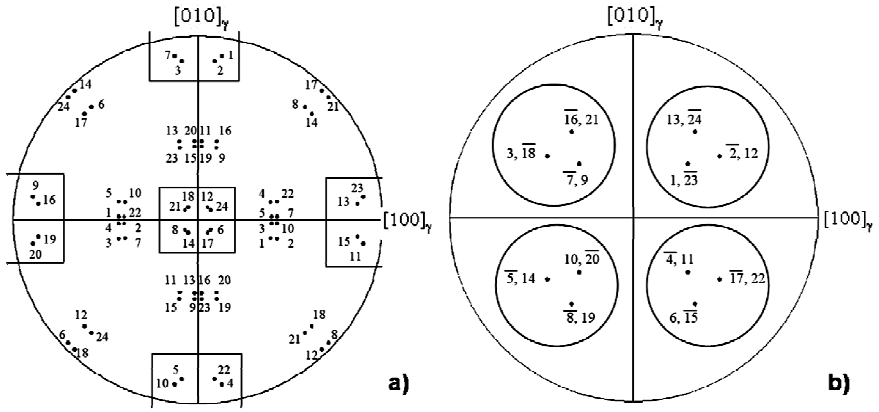


Figure III.49 : Illustration des regroupements de variants a) par groupes de 8 issus d'une même zone de Bain, b) par groupes de 6 possèdant des plans d'habitat proches d'un même plan {111}γ. Les barres sur (b) se rapportent au sens des normales au plan d'habitat.

Groupes de 4 variants	Variants proches de la relation de macle	Variants faiblement désorientés (11.9°)
V_1-V_{23}-V_{10}-V_{20}	V_1-V_{23} ; V_{10}-V_{20}	V_1-V_{10} ; V_{20}-V_{23}
V_2-V_{12}-V_3-V_{18}	V_2-V_{12} ; V_3-V_{18}	V_2- V_3 ; V_{12}-V_{18}
V_4-V_{11}-V_7-V_9	V_4-V_{11} ; V_7-V_9	V_4-V_7 ; V_9-V_{11}
V_5-V_{14}-V_{17}-V_{22}	V_5-V_{14} ; V_{17}-V_{22}	V_5-V_{22} ; V_{17}-V_{14}
V_6-V_{15}-V_{13}-V_{24}	V_6-V_{15} ; V_{13}-V_{24}	V_6-V_{24} ; V_{13}-V_{15}
V_8-V_{19}-V_{16}-V_{21}	V_8-V_{19} ; V_{16}-V_{21}	V_8-V_{21} ; V_{16}-V_{19}

Tableau III.3 : Description des désorientations entre variants de groupes de 4 possédant une direction <111>α proche d'une même direction <110>γ

Afin de pouvoir comparer certains regroupements de variants illustrés sur les cartographies des figures suivantes aux données présentées précédemment sur les couples axe/angle, le tableau III.4 permet de convertir un couple V_x-V_y en couple V_1-V_n correspondant à la même désorientation (angle + axe).

V	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**	**14**	**15**	**16**	**17**	**18**	**19**	**20**	**21**	**22**	**23**	**24**
2	1	10	22	7	14-15	5-3	16-17	14-15	3-5	16-17	23	24	9-11	6-8	6-8	9-11	20	21	18-19	18-19	4	12-13	12-13
3		1	3-5	4	16-17	2	14-15	12-13	22	18-19	20	8	9-11	21	24	9-11	23	6-8	16-17	12-13	7	14-15	18-19
4			1	3-5	24	10	21	20	7	23	16-17	14-15	18-19	12-13	18-19	12-13	14-15	16-17	9-11	6-8	2	9-11	6-8
5				1	18-19	22	12-13	16-17	2	14-15	9-11	21	23	6-8	6-8	20	9-11	24	12-13	14-15	10	18-19	16-17
6					1	6-8	7	14-15	21	12-13	3-5	20	3-5	23	9-11	2	22	9-11	16-17	4	12-13	18-19	10
7						1	6-8	23	4	20	18-19	16-17	16-17	18-19	12-13	14-15	12-13	14-15	9-11	24	3-5	9-11	21
8							1	18-19	24	16-17	22	9-11	2	9-11	20	3-5	3-5	23	12-13	10	18-19	14-15	4
9								1	9-11	10	6-8	22	21	3-5	2	6-8	24	3-5	7	12-13	18-19	4	16-17
10									1	9-11	14-15	18-19	12-13	16-17	14-15	18-19	16-27	12-13	23	6-8	3-5	20	6-8
11										1	21	3-5	6-8	2	3-5	24	6-8	22	4	14-15	12-13	7	18-19
12											1	12-13	4	18-19	14-15	7	10	16-17	6-8	3-5	9-11	24	2
13												1	16-17	10	4	18-19	14-15	7	3-5	9-11	6-8	2	23
14													1	14-15	18-19	10	7	12-13	24	3-5	20	6-8	22
15														1	7	12-13	16-17	4	22	9-11	24	3-5	20
16															1	16-17	12-13	10	3-5	23	21	22	9-11
17																1	4	14-15	6-8	22	23	21	3-5
18																	1	18-19	21	2	9-11	6-8	3-5
19																		1	2	20	6-8	3-5	9-11
20																			1	18-19	14-15	10	14-15
21																				1	16-17	16-17	7
22																					1	16-17	14-15
23																						1	12-13
24																							1

Tableau III.4 : Correspondance d'un couple V_x-V_y en un couple V_1-V_n présentant la même désorientation (angle + axe). Les données des cases vides s'obtiennent par symétrie par rapport à la diagonale du tableau.

III.8.3. Choix des échantillons

Les **échantillons** transformés de façon 'isotherme' dans le domaine bainitique puis **interrompus par transformation martensitique** ont été élaborés afin d'étudier les éventuels regroupements des premiers variants formés. On fait alors l'hypothèse que sur une coupe en 2D, on aura davantage affaire à des variants qui se seront développés « ensemble » et non à l'intersection (avec le plan de coupe) de variants ayant germé (en 3D) indépendamment les uns des autres. Deux types d'échantillons ont ainsi été étudiés :

- transformation presque isotherme vers 500°C avec un palier d'environ 1 seconde (échantillons 500_1s_E1 et 500_1s),
- transformation entre 530 et 570°C, la variation de température étant due à un undershoot (minimum de température au refroidissement), avec un palier variant entre 1 et 1.5 seconde, (échantillons 525-565_1s et 530-570_1.5s).

Après l'étude des répartitions des angles et des couples axe/angle de désorientation, nous avons constaté des différences entre les échantillons complètement transformés vers 580-560°C et celui transformé à 530°C pour une taille de grain austénitique comprise entre 50 et 100 µm. En effet, l'échantillon 530_30s présente une répartition des angles et de couples axe/angle de désorientation proche de celle de l'échantillon martensitique. Cet échantillon est considéré représentatif d'une microstructure bainitique « basse » température. Ainsi nous avons fait l'hypothèse que les regroupements de variants de bainite des échantillons 500_1s_E1 et 500_1s_E2 devaient être classés dans la catégorie des microstructures bainitiques « basse » température.

Par ailleurs, nous avons également étudié des échantillons transformés complètement en bainite de façon isotherme et l'échantillon martensitique afin de déterminer les regroupements de plusieurs variants observés sur les microstructures « haute » et « basse » température.

III.8.4. Microstructures bainitiques « haute » température

III.8.4.1. Transformations bainitiques interrompues

Les regroupements de variants observés sur les échantillons après traitement interrompu, 525-565_1s et 530-570_1.5s (figure III.50), sont principalement des groupes de 2 et 3 variants et quelques regroupements par 4 variants :

Groupes de 2 :
- majoritairement des variants faiblement désorientés présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ [V_{12}-V_{18}, V_9-V_{11}, V_{13}-V_{15}],
- des variants proches de la relation de macle [V_2-V_{12}, V_5-V_{14}], possédant un même plan d'habitat,
- en moindre mesure des variants formant les « blocs » [V_1-V_2, V_{14}-V_{17}], c'est-à-dire des variants faiblement désorientés possédant des plans d'habitat faiblement désorientés.

Groupes de 3 :
- certains variants particuliers des groupes de 6 variants, c'est-à-dire ceux proche de la relation de macle et les variants faiblement désorientés ("blocs") [V_1-V_2-V_{12}, V_5-V_{14}-V_{19}],
- les 3 variants les plus faiblement désorientés d'une même zone de Bain, c'est-à-dire ceux formant les "blocs" et ceux faiblement désorientés possédant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$,
- 3 variants présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ [V_7-V_9-V_{11}].

.

Groupes de 4 :
- les variants possédant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ [V_8-V_{16}-V_{19}-V_{21}]
- un mixte entre les différents regroupements avec les variants proches de la relation de macle, ceux formant les « blocs » et les 2 variants faiblement désorientés présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$.

Les variants non identifiés sur la cartographie III.50.b sont considérés comme de la martensite (après comparaison avec la cartographie présentant uniquement les pixels possédant un indice de qualité supérieur à une valeur seuil).

Par ailleurs, le **code couleur des joints de grains** représentés sur les cartographies où sont identifiés les variants est le suivant :
- en vert, désorientation de 4 à 8°,
- en bleu, désorientation de 8 à 20°,
- en noir, désorientation entre 20 et 45° (joints non-endotaxiques),
- en rouge, désorientation entre 45 et 60°.

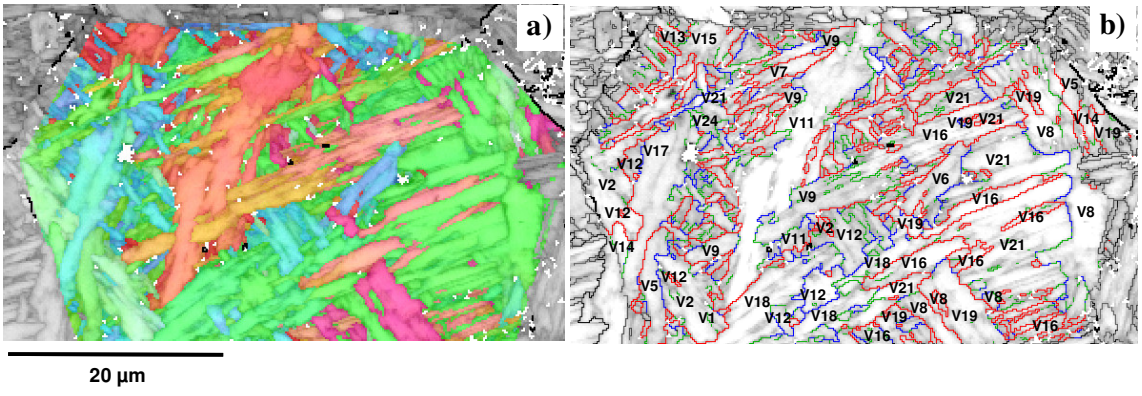


Figure III.50 : Regroupement de variants observés sur l'échantillon 530-570_1.5s a) orientations cristallines des variants bainitiques et martensitiques de l'ancien grain austénitique considéré, b) identification des variants sur une cartographie des joints de grains

III.8.4.2. Transformations bainitiques complètes

Sur les échantillons complètement transformés en bainite (figure III.51), on retrouve les regroupements par 2 et 3 variants observés sur les échantillons après traitement interrompu, avec par exemple :

Groupes de 2 : - variants faiblement désorientés présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ [V_4-V_7, V_6-V_{24}],
- des variants proches de la relation de macle [V_2-V_{12}, V_1-V_{23}, V_9-V_{18}], possédant un même plan d'habitat

Groupes de 3 : - certains variants particuliers des groupes de 6 variants, c'est-à-dire ceux proche de la relation de macle et les variants faiblement désorientés ("blocs") [V_1-V_2-V_{12}, V_3-V_7-V_{18}],
- les 3 variants les plus faiblement désorientés d'une même zone de Bain, c'est-à-dire ceux formant les « blocs » et ceux faiblement désorientés possédant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ [V_{13}-V_{15}-V_{23}],
- 3 variants présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$.

Quant aux regroupements avec plus de variants, des groupes de 4 présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ ont principalement été observés : [V_1-V_{10}-V_{20}-V_{23}, V_2-V_3-V_{18}-V_{12}].

Aucun groupe complet de 6 variants possédant un plan d'habitat proche d'un même plan $\{111\}_\gamma$ n'a été observé.

Les regroupements de variants présentant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ et les groupes de 3 variants issus de « paquets » fortement présents peuvent expliquer la forte proportion du couple $60.3°<443>_\alpha$ (et du pic à 60°). De plus, ce couple est formé de variants morphologiquement parallèles (même plan d'habitat et direction de croissance proche) ce qui implique une forte longueur de joint selon la coupe 2D réalisée.

Les groupements observés expliquent la forte proportion de joints faiblement désorientés des microstructures bainitiques formées à « haute » température avec la forte présence des deux couples axe/angle les plus faiblement désorientés :
- joints de « sous-bloc » dans des groupes de trois variants : $4.7°<110>_\alpha$,
- joints faiblement désorientés avec une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$: $11.9°<331>_\alpha$.

Ces couples peuvent être également morphologiquement avantagés de par leurs plans d'habitat faiblement désorientés ou des directions $<111>_\alpha$ proches.

Par ailleurs, le couple $49.3°<111>_\alpha$ fait partie des couples axe/angle des variants possédant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$. Ce couple axe/angle présente une probabilité légèrement inférieure à l'équiprobabilité. Néanmoins, on constate sur la cartographie de la figure III.51.b que les couples de variants présentant cette désorientation sont moins présents que les variants faiblement désorientés ou proches de la relation de macle. Cela est peut être dû à un effet morphologique, les plans d'habitat des variants concernés étant désorientés d'environ 90°. Cette observation pourrait expliquer la faible proportion de joints désorientés d'environ 50° sur les courbes de répartition des angles de désorientation.

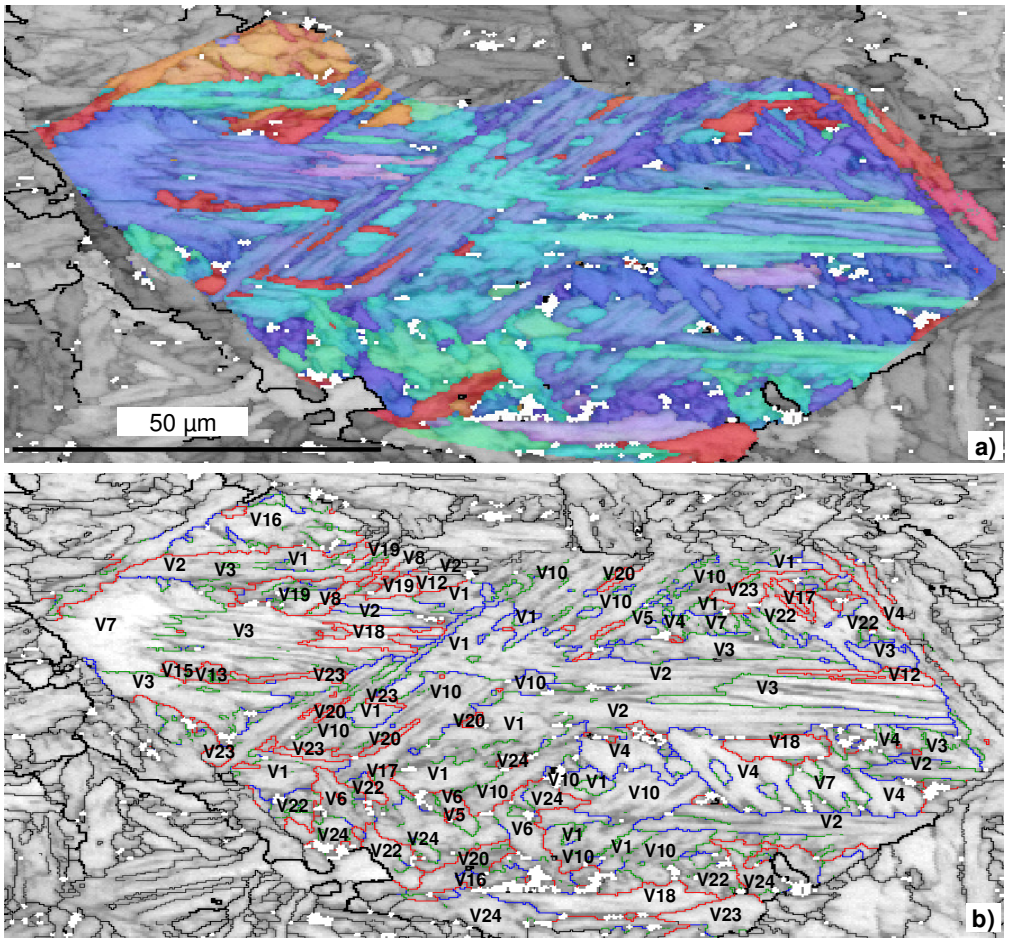


Figure III.51 : Regroupement de variants observés sur l'échantillon 560_L a) orientations cristallines des variants bainitiques de l'ancien grain austénitique considéré, b) identification des variants sur une cartographie des joints de grains

III.8.5. Microstructures « basse » température

III.8.5.1. Transformations bainitiques interrompues

L'étude des cartographies des échantillons 500_1s_E1 et 500_1s_E2, présentant un palier de transformation bainitique isotherme d'environ 1 seconde, montre principalement des regroupements de 2 ou 3 variants (figure III.52) :

Groupes de 2 : - variants proches de la relation de macle [V_{15}-V_6],
- variants faiblement désorientés formant les « blocs » [V_4-V_{22}, V_1-V_2],
- quelques rares cas de variants faiblement désorientés possédant une direction <111>$_\alpha$ proche d'une même direction <110>$_\gamma$ [V_4-V_7],

Groupes de 3 : - variants possédant des plans d'habitat proches d'un même plan {111}$_\gamma$ [V_5-V_8-V_{14}], [V_{15}-V_{17}-V_{22}]

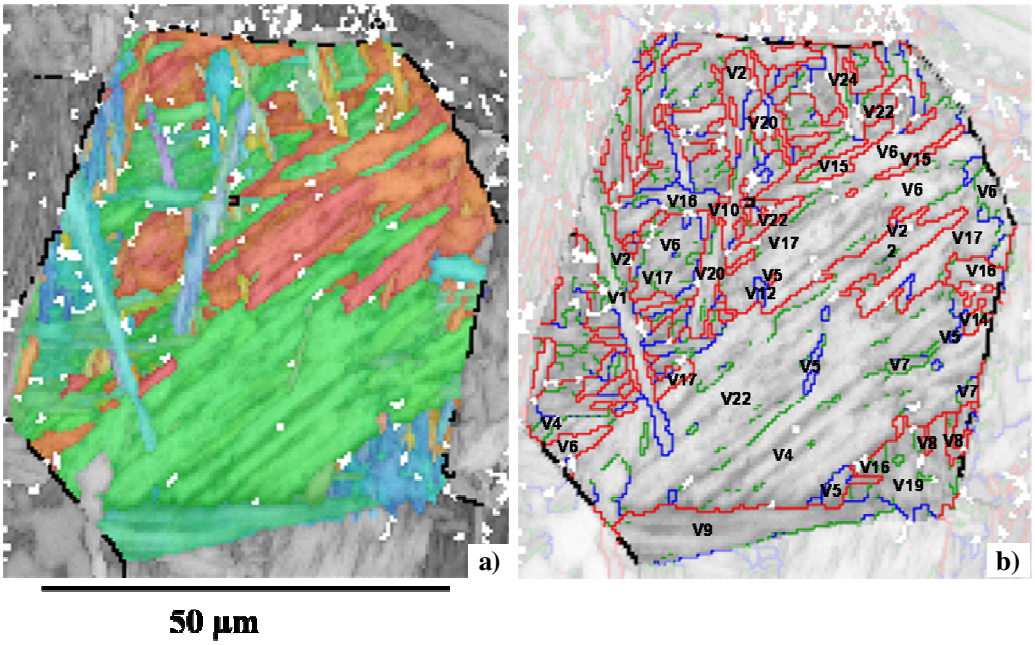


Figure III.52 : Regroupement de variants observés sur l'échantillon 500_1s_E1
a) orientations cristallines des variants bainitiques et martensitiques de l'ancien grain austénitique considéré, b) identification des variants sur une cartographie des joints de grains

III.8.5.2. Transformation bainitique complète à « basse » température

L'étude de l'échantillon, 530_30s, transformé à 530°C avec un palier isotherme de 30s présentant une microstructure totalement bainitique, montre les regroupements de variants suivants (figure III.53) :

Groupes de 2 : - des « blocs » de variants faiblement désorientés avec des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$,
- **majoritairement** des variants proches d'une relation de macle [V_1-V_{23}].

Groupes de 3 : - variants possédant des plans d'habitat faiblement désorientés avec des variants proches de la relation de macle,
- quelques rares cas de groupes de variants possédant une direction $<111>_\alpha$ proche d'une même direction $<110>_\gamma$ ou issus d'une même zone de Bain (« blocs » et directions $<111>_\alpha$ proches).

Principalement des **groupes de 4 à 6 variants** possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$ [V_3-V_9-V_{16}-V_{18}-V_{21}, V_5-V_8-V_{10}-V_{14}-V_{19}-V_{20}]

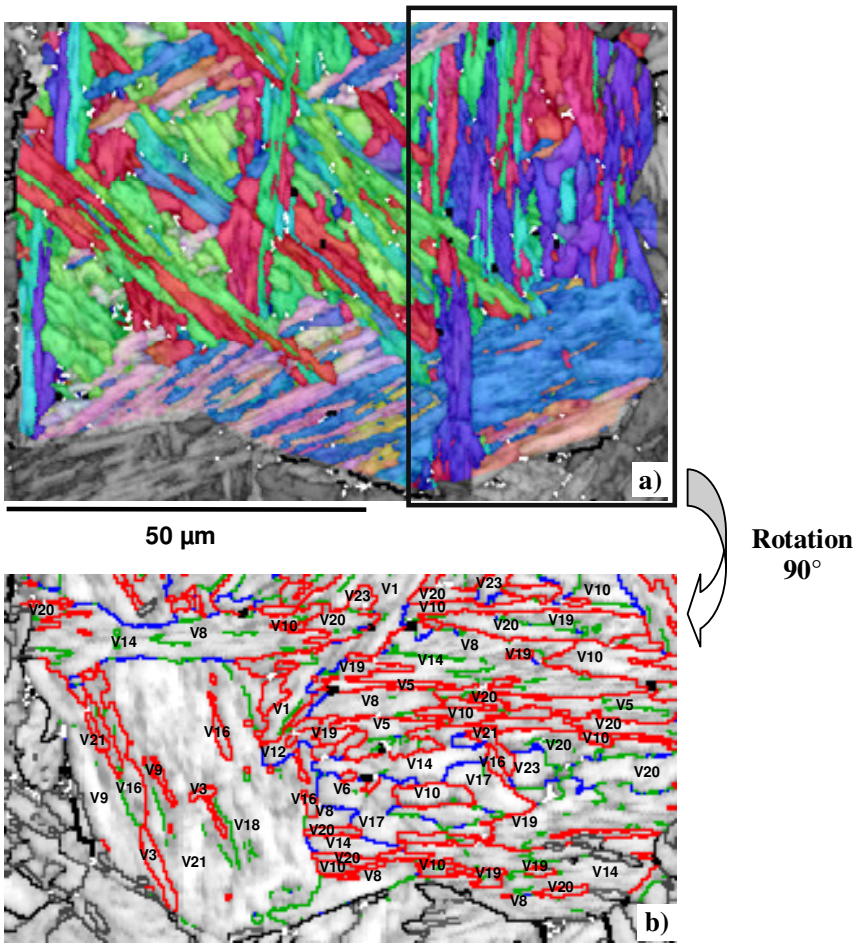


Figure III.53 : Regroupement de variants observés sur l'échantillon 530_30s a) orientations cristallines des variants bainitiques de l'ancien grain austénitique considéré, b) identification des variants reportée sur une cartographie des joints de grains (zone encadrée en (a) et tournée de 90°)

Bilan sur les microtextures de bainite « basse » température

Sur la figure III.53.b, on observe des regroupements de variants de morphologie parallèle qui rappelle celle des regroupements en « paquets » avec des variants possédant des plans d'habitats faiblement désorientés observés par Furuhara [FUR06] sur une microstructure bainitique « supérieure » formée à « basse » température (350°C) ou par Morito [MOR03] sur les microstructures de martensite en lattes.

Les couples axe/angle associés à ces variants de « paquets » sont effectivement plus fortement présents sur la microstructure bainitique de l'échantillon 530_30s formé à « basse » température que sur les échantillons formés de façon isotherme à 560, 580°C et les échantillons obtenus par refroidissement continu.

Néanmoins la présence, même faible, de groupes de variants (incomplets) possédant une direction $<111>_{\alpha}$ proche d'une même direction $<110>_{\gamma}$, qui sont fortement représentés dans les microstructures bainitiques « haute » température, montre un point commun entre ces deux microstructures, même si la microtexture de la bainite « basse » température se rapproche davantage de celle de la martensite en lattes.

III.8.5.3. Transformation martensitique

L'échantillon martensitique présente principalement des groupes de 4 à 6 variants possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$ (figure III.54). Cependant, les groupes complets de 6 variants ne sont pas observés systématiquement. On observe fréquemment la subdivision des « paquets » en « blocs » de deux variants faiblement désorientés, déjà mentionnée dans la littérature (§I.6.2). De plus, quelques groupes de 2 variants proches de la relation de macle ou faiblement désorientés formant des « blocs » sont également observés, cela étant probablement dû à l'effet de coupe 2D. Les autres variants du paquet étant **probablement** au voisinage de ces variants en 3D. Ces observations sont en accord avec la forte proportion des couples axe/angle correspondant aux variants internes aux « paquets » (joints de blocs).

La figure III.54.b montre une morphologie comparable à celle des microstructures de martensite en lattes décrites précédemment, c'est-à-dire formées de paquets de variants parallèles (de par la faible désorientation de leur plan d'habitat). Ces paquets sont plus ou moins imbriqués les uns dans les autres à cause de l'effet de coupe 2D.

Par comparaison des microtextures étudiées, nous pouvons confirmer que la microtexture de la bainite « basse » température est plus proche de celle de la martensite en lattes que de celle de la bainite « haute » température, à cause de la forte présence de groupements de variants en « paquets », même si ces derniers ne sont pas forcément complets et avec une présence moins systématique de « blocs » complets, formés des deux variants les plus faiblement désorientés.

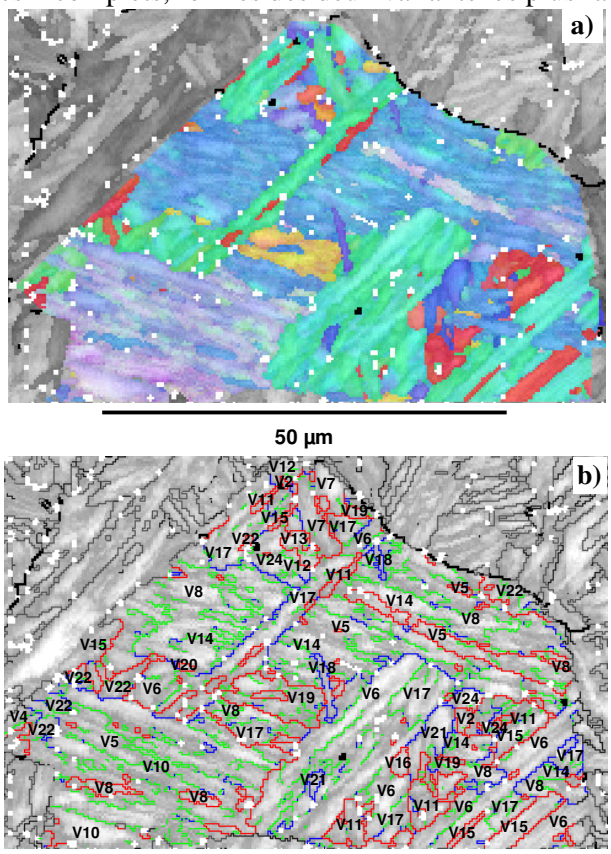


Figure III.54 : Regroupements de variants observés sur l'échantillon martensitique
a) orientations cristallines des variants martensitiques de l'ancien grain austénitique considéré,
b) identification des variants sur une cartographie des joints de grains

III.9. Conclusion

L'étude expérimentale de la sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale a été réalisée selon deux **méthodes semi-automatiques** qui nous ont renseigné sur les **couples** de variants voisins et selon une technique **manuelle** permettant d'obtenir des **regroupements de deux variants ou plus** au sein d'un ancien grain austénitique. Les conclusions de ce chapitre portent à la fois sur les résultats obtenus et sur l'utilité et/ou la nécessité de l'utilisation de ces différentes méthodes.

Principaux résultats obtenus

« Existence d'une sélection des désorientations entre variants à l'échelle des microtextures »

Les courbes de répartition des seuls angles de désorientation ont confirmé une **répartition non aléatoire** des variants après comparaison avec les **répartitions théoriques** (sans sélection de variants) obtenues avec les relations d'orientation de KS, NW et Kelly, comme rapporté dans la littérature (§I.6.3). De même, les histogrammes de répartition des couples axe/angle de désorientation présentent des fréquences différentes de celles obtenues, selon les relations d'orientation considérées, sans sélection de variants.

« Influence des principaux paramètres étudiés : microstructure γ, taille de grain γ, température de transformation »

A cause de la formation de ferrite au cours du refroidissement des échantillons déformés au-dessous de T_{nr}, puis refroidis immédiatement après la déformation, il nous est difficile de conclure sur **l'influence de la microstructure austénitique** avant transformation sur la sélection de variants voisins bainitiques. En effet, la présence de ferrite ne nous permet pas d'étudier le facteur « austénite déformée » seul, et elle a probablement influencé la formation des variants de bainite.

Les histogrammes de répartition des couples axe/angle de désorientation ont montré qu'une diminution de la **taille de grain austénitique,** pour une même température de transformation, induisait une plus faible proportion des joints internes aux « paquets ».

Cependant, nous avons principalement constaté une forte influence de la **température de transformation** sur la répartition des angles et des couples axe/angle de désorientation des échantillons transformés de façon isotherme, avec une taille de grain austénitique comprise entre 50 et 100 µm. En effet, l'échantillon bainitique transformé à 530°C (530_30s) possède plus de similitudes en termes de microtexture avec la microstructure martensitique en lattes qu'avec les microstructures bainitiques formées à 560 (560_L) et 580°C (580_L1). La **microstructure bainitique** dite **« basse » température** est en particulier constituée d'un pic très élevé vers 60° qui correspond principalement au couple $60.3°\langle 433\rangle_{\alpha}$ et d'une forte proportion des joints issus de variants possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_{\gamma}$ ou joints internes aux « paquets » selon la nomenclature utilisée par Morito et coll. [MOR03].

« Eléments à comparer aux prédictions du modèle »

On retiendra deux **approches** sur les répartitions de variants voisins pour la comparaison aux prédictions du modèle : les répartitions de couples axe/angle et les regroupements (de 2 variants ou plus) obtenus manuellement à partir de pointés sur des cartographies EBSD.

Pour tous types de microstructures, ces méthodes ont montré une faible proportion des joints désorientés d'environ 20°.

Les **microstructures bainitiques « haute » température** présentent une forte proportion de joints faiblement désorientés sur la répartition des seuls angles de désorientation et dans les regroupements de variants. Cependant, on constate une forte proportion des joints fortement désorientés sur les histogrammes de répartition des couples axe/angle de désorientation. La fréquence maximale est obtenue par le couple $60.3°<433>_{\alpha}$ qui est également fortement présent dans les regroupements de variants.

Les **microstructures « basse » température** sont principalement constituées de « paquets » de variants. Les couples associés sont des suivants : $4.7°<110>_{\alpha}$, $55.3°<110>_{\alpha}$, $60.3°<433>_{\alpha}$ et $60°<110>_{\alpha}$.

Quelques remarques sur l'utilisation des différentes méthodes de dépouillement

« L'importance de l'axe de rotation »

L'étude des **couples axe/angle** de désorientation a montré l'importance de considérer **l'axe de rotation** en plus de l'angle pour déterminer les variants voisins au sein d'anciens grains austénitiques. Nous avons ainsi pu distinguer la contribution de différents couples axe/angle possédant le même angle de désorientation. Par exemple, le couple $60.3°<433>_{\alpha}$ participe principalement au pic élevé observé vers 60°, le couple $60°<110>_{\alpha}$ ayant une contribution inférieure surtout dans les microstructures « haute » température.

Cependant nous avons aussi constaté l'importance du choix de la relation d'orientation, en ce qui concerne les axes de rotation considérés. En effet, même avec le « bon » angle de désorientation, certains couples sont présents en « faibles » proportions, comme le couple $52.3°<331>_{\alpha}$ par rapport au fort pic vers 53° car l'axe de rotation est probablement « trop » éloigné de l'axe réel du couple $52.3°<331>_{\alpha}$. D'une manière similaire, certains couples sont fortement présents car leur axe de rotation est pertinent, ce qui implique une tolérance large sur l'angle. Ce qui est possiblement le cas du couple $55.0°<331>_{\alpha}$, fortement présent malgré le « creux » vers 56° de l'histogramme des seuls angles de désorientation.

De même la faible proportion des couples axe/angle correspondant aux joints faiblement désorientés, ainsi que le peu de joints qui ressortent pour une tolérance de 3° pourraient laisser supposer que les axes de rotation considérés dans la relation de Kelly ne sont pas les plus pertinents par rapport aux microtextures étudiées. Ceci implique que la relation d'orientation entre les phases n'est pas exactement celle décrite par le calcul, ce qui n'est pas nécessairement surprenant.

« Etude des regroupements »

L'étude manuelle des regroupements de variants est fastidieuse mais prometteuse car elle apporte en plus des voisinages entre variants des informations sur la morphologie de ces configurations. Une étude plus poussée, en considérant les désorientations entre les plans d'habitat, permettrait d'écarter ou confirmer la présence de **pseudo-sélection de variants** [CAB05]. Cette pseudo-sélection de variants pourrait par exemple toucher le couple $49.3°<111>_{\alpha}$ présent dans les regroupements de variants possédant une direction $<111>_{\alpha}$ proche d'une même direction $<011>_{\gamma}$. En effet, cet angle est peu présent sur les courbes de répartition des angles de désorientation et la désorientation entre les plans d'habitat de ces variants est d'environ 90°.

« Effets d'échantillonnage »

Lors de l'étude des répartitions des angles et des couples axe/angle de désorientation nous avons constaté de fortes variations sur les résultats obtenus à partir de plusieurs cartographies EBSD réalisées sur un même échantillon. Il nous faudrait donc déterminer si ces variations sont dues à de réels **effets d'échantillonnage ou** à des **effets de coupes 2D** sur une microstructure 3D non isotrope. Ainsi nous pourrions qualifier de significatives certaines évolutions monotones comprises dans l'intervalle d'incertitude des effets d'échantillonnage (par exemple, l'effet de la taille de grain austénitique dans le §III.5.2.2.).

CHAPITRE IV : Modélisation de la sélection de variants

L'analyse cristallographique des microstructures bainitiques objet du chapitre III a confirmé la répartition non aléatoire des variants issus de mêmes grains austénitiques. Ainsi certains couples de variants sont quasiment absents comme ceux désorientés d'environ 20° alors que cet angle est prédit par la théorie en l'absence de toute sélection de variants. D'autres couples sont fortement présents comme par exemple $60.3°\langle 433\rangle_{\alpha}$. De plus, l'étude des regroupements de variants a montré la présence privilégiée de certaines configurations de variants qui varient en fonction de la température de transformation. Cette sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale peut indiquer un rôle de l'auto-accommodation entre variants lors de la formation des microstructures bainitiques. L'objectif de ce chapitre est d'utiliser au mieux un modèle d'accommodation pour en comparer les prédictions avec les observations expérimentales.

IV.1. Présentation du modèle de sélection de variants à l'échelle locale

Lors de la transformation de phase de l'austénite en bainite, chaque variant bainitique a sa propre déformation qui va se coupler avec celle des autres variants. En effet, la transformation bainitique s'accompagne d'une déformation avec une forte composante de cisaillement combinée à une légère dilatation (§I.3.5). Cette déformation libre engendre également une relaxation plastique dans l'austénite restante (§I.3.5). La formation de variants particuliers peut ainsi être favorisée afin de minimiser l'énergie totale du système d'où une texture globale modifiée et *in fine* une anisotropie des propriétés du produit fini.

Le modèle de sélection de variants est composé de deux parties :

- ⇨ La **première partie** vise à déterminer **les déformations provenant de la transformation de phase**. Pour cela, on utilise la théorie phénoménologique de la transformation martensitique dans une version à deux cisaillements à réseau invariant afin de rendre compte des caractéristiques cristallographiques de la microstructure bainitique, comme le plan d'habitat.

- ⇨ La **deuxième partie** du modèle utilise une **approche auto-cohérente classique** de l'accommodation entre variants afin d'étudier l'influence de différentes configurations de lattes de bainite sur l'énergie du système.

IV.2. Théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMC) appliquée à une microstructure bainitique

IV.2.1. Rappels sur la PTMC (§I.4)

Les modèles les plus connus de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique ou PTMC (pour Phenomenological Theory of Martensite Crystallography) ont été développés dans les années 50 [WEC53, BOW54] pour décrire les caractères géométriques de la transformation martensitique. Selon ces modèles, la déformation macroscopique, notée F, peut être décrite comme la résultante de trois opérations :

- la déformation homogène de Bain [BAI24], notée B,
- un cisaillement hétérogène à réseau invariant (ou LIS pour Lattice Invariant Shear), représenté par le tenseur S. Ce cisaillement est obtenu par une succession de micromaclages et/ou de glissements sur des plans parallèles,
- une rotation de corps rigide, notée R.

Au final, la **transformation à plan invariant** s'exprime par le produit suivant :

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{R}}.\underline{\underline{B}}.\underline{\underline{S}} \qquad \text{Eq.IV.1}$$

Rappelons que cette théorie est dite « phénoménologique » car elle ne décrit pas la chronologie exacte de la transformation mais elle rend compte de l'état initial et de l'état final.

La théorie phénoménologique à **un seul LIS** a permis d'expliquer avec succès les caractéristiques cristallographiques des microstructures de martensite maclée. Mais elle ne permet pas de décrire la cristallographie des martensites avec des sous-structures de dislocations comme la martensite en lattes. Pour y arriver des **aménagements** de la PTMC doivent être réalisés comme l'**ajout d'un second cisaillement à réseau invariant** proposé par Ross et Crocker [ROS70] et appliqué par Kelly [KEL92]. Ainsi la théorie de Kelly décrit correctement les caractéristiques cristallographiques de la martensite en lattes obtenues par Sandvik et Wayman [SAN83] (§I.4 / Tableau I.4).

Par ailleurs, les caractéristiques cristallographiques des microstructures bainitiques dans les aciers bas carbone faiblement alliés sont proches de celles de la martensite en lattes. En particulier, toutes deux présentent une sous-structure dense de dislocations, et ne montrent aucune trace de maclage. De plus, le plan d'habitat observé dans la microstructure bainitique de l'acier étudié est probablement proche de $\{557\}_\gamma$ [LAM04], le même que celui observé par Sandvik et Wayman dans la martensite en lattes. Ainsi **nous avons décidé d'appliquer la théorie phénoménologique de la martensite en lattes développée par Kelly pour étudier la sélection de voisinage préférentiel de certains variants lors de la transformation bainitique,** bien que les microtextures de bainite formées à « haute » température diffèrent de celles observées sur la martensite en lattes (§I.6.2, §III.7).

La PTMC à deux cisaillements hétérogènes à réseau invariant s'écrit alors, en grandes déformations :

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{R}}.\underline{\underline{B}}.\underline{\underline{S_2}}\,\underline{\underline{S_1}} \qquad \text{Eq.IV.2}$$

où S_1 et S_2 sont les deux cisaillements à réseau invariant tels que : $S_1 = (hhl)[1\text{-}10]_\gamma$ où $(hhl)_\gamma$ varie de $(00\text{-}1)_\gamma$ à $(110)_\gamma$ et $S_2 = (hll)[0\text{-}11]_\gamma$ (§I.4).

IV.2.2. Développement du modèle de PTMC à deux cisaillements

IV.2.2.1. Variables d'entrée/sortie et formulation

Le **tenseur de Bain** est fixé par les paramètres de maille de la phase mère et de la phase fille, ainsi que par le choix d'une **correspondance** (c'est-à-dire d'un variant). On choisit ici comme variant de référence (numéro 1) celui de Bowles et Mackenzie [BOW54].

Les **cisaillements hétérogènes à réseau invariant** s'expriment de la façon suivante :

$$\underline{\underline{S_i}} = \underline{\underline{I}} + \frac{g_i}{|d_i|.|p_i|}.d_i \otimes p_i \qquad \text{où i = 1 ou 2} \qquad \text{Eq.IV.3}$$

La version à 2 LIS développée par Kelly implique 2 degrés de liberté supplémentaires qui sont les éléments du second système de cisaillement, soit le plan et la direction de cisaillement, et l'amplitude de cisaillement du second système, g_2. Pour les deux systèmes de cisaillement, les directions sont fixées par Kelly et celui-ci propose plusieurs possibilités pour les plans de cisaillement. Quant à l'amplitude de cisaillement du système S_2, elle fera l'objet d'une étude paramétrique car aucune donnée expérimentale ne permet d'évaluer ce paramètre. Il sera fixé, après une méthode d'essais/erreurs, par rapport aux sorties associées afin de se rapprocher au maximum d'un plan d'habitat proche de $(557)_\gamma$.

Par ailleurs, l'amplitude du premier système de cisaillement est une sortie du modèle, ainsi que la déformation macroscopique et la rotation de corps rigide, donc également la relation d'orientation entre la phase mère et la phase fille.

IV.2.2.2. Développement du modèle

La transformation du réseau de structure cubique à faces centrées en structure cubique centrée, proposée par Bain, se traduit par une dilatation η_1 du réseau selon $[1\text{-}10]_\gamma$ et $[110]_\gamma$ et une contraction η_2 selon $[001]_\gamma$. La déformation B exprimée dans le repère (x,y,z) de la figure IV.1 s'écrit donc :

$$B = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_2 \end{pmatrix}_{repère\,\gamma} \qquad \text{Eq.IV.4}$$

Avec $\eta_1 = \sqrt{2}.\eta_2$ et $\eta_2 = a_\alpha / a_\gamma \approx 2{,}86$ Å / 3,59 Å $\approx 0{,}79$, pour l'acier étudié [LAM01].

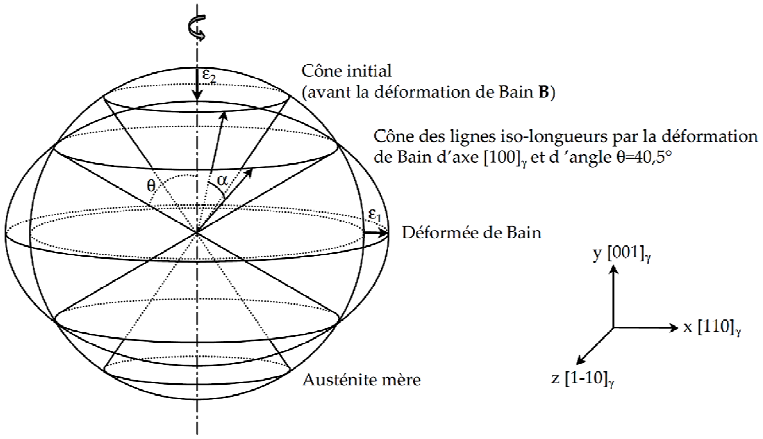


Figure IV.1 : Déformation sphère → ellipsoïde illustrant le mécanisme de la transformation à ligne invariante [LAM01]

La matrice de correspondance du repère γ avec le repère α, exprimée dans le repère $<001>_\alpha$ de la phase fille, s'écrit :

$$ {}_\alpha C_\gamma = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \qquad \text{Eq.IV.5} $$

La déformation macroscopique doit laisser au moins une ligne de norme invariante non nulle. Cette condition nécessaire s'exprime de la manière suivante :

$$ Det\left({}^t\underline{\underline{F}}.\underline{\underline{F}} - \underline{\underline{I}}\right) = 0 \qquad \text{Eq.IV.6} $$

L'équation précédente permet de déterminer l'amplitude du cisaillement g_1 de S_1. Parmi les deux solutions obtenues, on retient celle dont la valeur absolue est la plus faible.

L'existence d'un plan invariant par la transformation de phase se traduit par la présence d'au moins deux vecteurs de normes invariantes et tels que l'angle entre eux est constant par $B.S_2.S_1$. Une condition suffisante à la conservation de la norme par $B.S_2.S_1$ est d'une part la conservation de la norme par $S_2.S_1$ et d'autre part la conservation de la norme par B.

Le lieu géométrique des vecteurs vérifiant la conservation de la norme par l'une de ces transformations est un cône. Ainsi, le lieu géométrique des vecteurs de norme invariante par $S_2.S_1$ et B correspond à l'intersection de deux cônes de même sommet (figure IV.2).

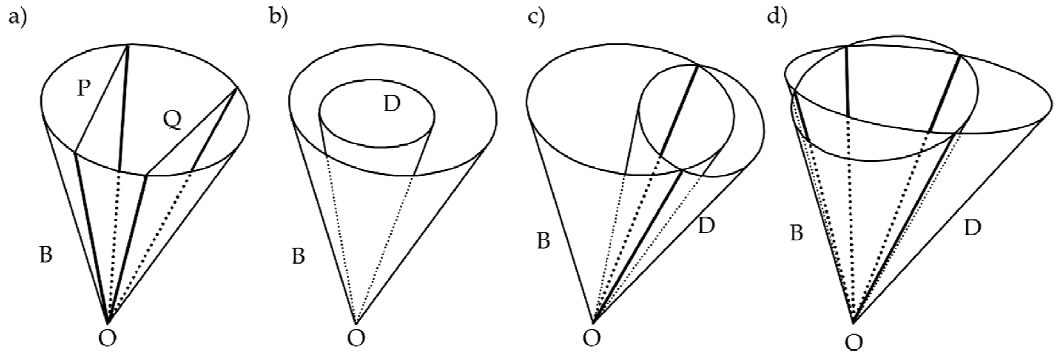


Figure IV.2 : Illustrations schématiques des lieux des lignes iso-longueurs (en gras sur les figures). Le cône de Bain est noté B. a) Dans la théorie classique à un seul cisaillement, le cône de Bain est intercepté par le plan invariant P et le second plan non déformé Q. b), c), d) Le cône du double cisaillement est noté D. Dans la théorie à deux cisaillements hétérogènes, le lieu des lignes iso-longueurs est à l'intersection des cônes B et D. Dans les configurations b), c) et d), on obtient respectivement 0, 2 ou 4 lignes iso-longueurs. [ROS70]

Parmi les solutions possibles (4 au maximum), deux vecteurs non colinéaires sont tels que l'angle entre eux est constant par $B.S_2.S_1$ et donc par F. Cette paire de vecteurs, $\vec{u}_1$ et $\vec{u}_2$ définit le plan invariant par F. La normale *h* au plan invariant est donnée par :

$$\vec{h} = \frac{\vec{u}_1 \wedge \vec{u}_2}{\left|\vec{u}_1 \wedge \vec{u}_2\right|} \qquad \text{Eq.IV.7}$$

La déformation macroscopique s'écrit sous la forme :

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{I}} + m.d \otimes h \qquad \text{Eq.IV.8}$$

avec *d* la direction de cisaillement macroscopique engendré par la transformation, *m* l'amplitude de la déformation et *h* la normale au plan invariant. Les paramètres *m* et *d* sont encore inconnus.

Comme la rotation et les deux cisaillements hétérogènes n'induisent pas de changement de volume, on peut écrire l'égalité suivante :

$$\text{Det}\,\underline{\underline{F}} = \text{Det}\,\underline{\underline{B}} \quad \Leftrightarrow \quad \eta_1^2.\eta_2 = 1 + m.\vec{d}\,.\vec{h} \qquad \text{Eq.IV.9}$$

Par ailleurs, la matrice ${}^tF.F = Z$ est connue de manière explicite puisqu'elle ne fait pas intervenir la rotation de corps rigide R. La trace de Z s'exprime sous la forme :

$$\text{tr}(Z) = m^2 + 2.m.\vec{d}\,.\vec{h} + 3 \qquad \text{Eq.IV.10}$$

L'amplitude du cisaillement macroscopique *m* s'obtient à partir des équations Eq.IV.9 et Eq.IV.10 :

$$m = \sqrt{tr(Z) - 2.\eta_1^2.\eta_2 - 1} \qquad \text{Eq.IV.11}$$

Les coordonnées d_i de la direction de cisaillement macroscopique s'expriment en fonction des termes diagonaux de la matrice Z :

$$d_i = \frac{Z_{ii} - m^2.h_i^2 - 1}{2.m.h_i} \qquad \text{Eq.IV.12}$$

A partir de ces données, on peut calculer la rotation de corps rigide, R, et la relation d'orientation entre l'austénite et le variant de phase fille. Cette dernière est proche des relations de Kurdjumov-Sachs et Nishiyama-Wassermann.

Les 24 éléments de symétrie ponctuelle de la structure cubique à faces centrées de l'austénite conduisent à 24 correspondances, et donc à 24 variants, pour lesquels les tenseurs de déformation de transformation ont tous été calculés.

IV.2.3. Validation du programme PTMC

Afin de valider la programmation de la PTMC à deux cisaillements, les principaux calculs de la publication de Kelly [KEL92] ont été refaits. Puis, les résultats obtenus avec notre modèle ont été comparés à ceux issus des travaux de Kelly. Ces calculs permettent, en outre, d'étudier l'influence des paramètres d'entrée, que l'on peut faire varier (voir tableau IV.1), sur les caractéristiques de la déformation macroscopique.

<table>
<tr><th colspan="2">ENTREES</th><th>SORTIES</th></tr>
<tr><td rowspan="2">Fixes</td><td>B : déformation de Bain
d_1 : direction du cisaillement S_1
d_2 : direction du cisaillement S_2</td><td rowspan="2">g_1 : amplitude du cisaillement S_1
F : déformation macroscopique avec
$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{I}} + m.d \otimes h$
où m : amplitude de la déformation
d : direction du cisaillement
h : normale au plan d'habitat
R : rotation de corps rigide
OR : relation d'orientation</td></tr>
<tr><td>Variables</td><td>p_1 : plan de cisaillement de S_1
p_2 : plan de cisaillement de S_2
g_2 : amplitude du cisaillement S_2</td></tr>
</table>

Tableau IV.1 : Récapitulatif des paramètres d'entrée et de sortie du modèle de la PTMC à deux cisaillements.

IV.2.3.1. Influence de l'amplitude du cisaillement de S_2 : g_2

Le premier résultat présenté par Kelly porte sur le paramètre g_2. Les plans de cisaillement des systèmes S_1 et S_2 étant fixés, il a fait varier g_2 à partir d'une valeur nulle dans les domaines positif et négatif. Les valeurs de g_2 considérées comme solution du modèle sont celles pour lesquelles la solution pour le plan d'habitat est proche de $(557)_\gamma$. Kelly a ainsi constaté que si le plan du second cisaillement est compris entre $(311)_\gamma$ et $(3\text{-}1\text{-}1)_\gamma$, que l'on prend des valeurs de g_2 positives qu'on incrémente progressivement, alors les solutions pour le plan d'habitat convergent vers un plan proche de $(557)_\gamma$ pour la gamme complète des systèmes S_1. En effet, **pour chaque plan de cisaillement du second système, S_2, le lieu du plan d'habitat converge vers un plan de type $(hhl)_\gamma$ proche de $(557)_\gamma$ pour une valeur particulière de g_2**

et diverge quand on augmente g_2 au-delà de cette valeur particulière, comme on peut le constater sur la figure IV.4.

De plus, pour un plan de cisaillement S_2 donné, au lieu de convergence du plan d'habitat pour la valeur particulière de g_2, la **même relation d'orientation** est obtenue pour la gamme complète des systèmes de cisaillement S_1.

Un calcul a été réalisé à partir de notre programme dans un cas non publié par Kelly pour le plan de cisaillement p_2 : $(511)_\gamma$ soit $(321)_\alpha$ via la correspondance. Les résultats sont présentés sur la figure IV.4.b et dans le tableau IV.2. On constate, sur la figure IV.4.b, le même type d'évolution pour la solution du plan d'habitat que celui observé par Kelly. En effet lorsque l'on incrémente g_2 dans le domaine positif, la solution pour le plan d'habitat converge vers un plan de type $(hhl)_\gamma$ proche de $(557)_\gamma$ pour la gamme complète des systèmes de cisaillement S_1, puis les solutions pour le plan d'habitat divergent quand on continue à augmenter g_2.

La valeur particulière de g_2 pour obtenir une même solution pour le plan d'habitat est donnée dans le tableau IV.2. Elle se situe entre les solutions obtenues avec les plans de cisaillement de S_2 : $(311)_\gamma$ et $(100)_\gamma$ comme indiqué dans la publication de Kelly. La **solution particulière de g_2** pour laquelle on obtient un même plan d'habitat pour la gamme complète des systèmes de cisaillement S_1 sera notée $\mathbf{g_{2\ conv}}$ par la suite.

Par ailleurs, on peut constater dans le tableau IV.2 une évolution progressive de certains paramètres comme l'angle entre $(111)_\gamma$ et $(101)_\alpha$ ou l'amplitude de la déformation de transformation lorsque l'on considère les plans de cisaillement : $(311)_\gamma$, $(511)_\gamma$ et $(100)_\gamma$ pour le système S_2.

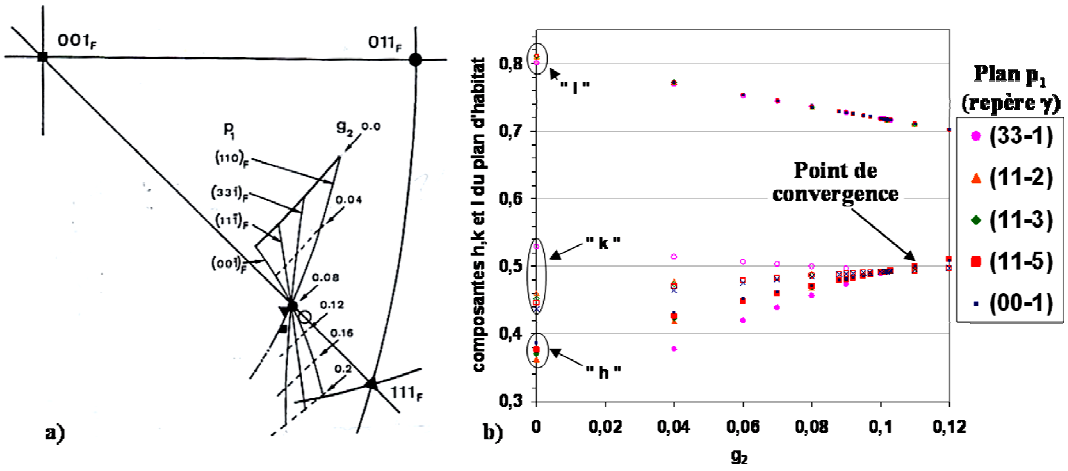


Figure IV.4 : Variation de la solution pour le plan d'habitat pour différents plans p_1 avec : a) S_2 : (100)[0-11]$_\gamma$ [KEL92], b) S_2 : (511) [0-11]$_\gamma$

Paramètres	**Second système de cisaillement à réseau invariant S_2**		
	$(100)_\gamma[0\text{-}11]_\gamma$ (*)	$(511)_\gamma[0\text{-}11]_\gamma$	$(311)_\gamma[0\text{-}11]_\gamma$ (*)
Amplitude de $g_{2\ conv}$	0.0785	0.10195	0.1302
Plan d'habitat	(0.47995, 0.47993, 0.73438) $\approx (223)_\gamma$	(0.49263, 0.49262, 0.71738)	(0.50249, 0.50248, 0.70357) $\approx (557)_\gamma$
Angle entre le plan d'habitat et $(111)_\gamma$	11.99°	10.57°	9.45°
Angle entre $(111)_\gamma$ et $(101)_\alpha$	0.24°	0.21°	0.19°
Angle entre $[1\text{-}10]_\gamma$ et $[11\text{-}1]_\alpha$	2.94°	2.94°	2.94°
Amplitude de la déformation de transformation *m*	0.2359 à 0.5273	0.2677 à 0.5430	0.2998 à 0.5621

Tableau IV.2 : Résultats de la PTMC obtenus par Kelly (*) [KEL92] et par notre programme.

IV.2.3.2. Influence du plan de cisaillement du second système, p_2

Il découle des observations précédentes que si l'on considère la valeur de l'amplitude de cisaillement g_2 qui permet d'obtenir une solution unique du plan d'habitat pour les différents systèmes de cisaillement S_1, soit $g_{2\ conv}$, alors le choix du plan d'habitat et de la relation d'orientation repose sur celui du plan du second cisaillement, p_2.

IV.2.3.3. Influence du plan de cisaillement du premier système, p_1

De plus, nous avons étudié les variations des paramètres *m* (amplitude de la déformation macroscopique) et *d* (direction du cisaillement macroscopique) en fonction du choix du plan d'habitat, c'est-à-dire du plan de cisaillement de S_2 avec pour amplitude de ce cisaillement la valeur particulière $g_{2\ conv}$, et du plan de cisaillement de S_1. Les résultats obtenus par Kelly et nos calculs sont présentés sur les figures IV.5 et IV.6.

La figure IV.5 montre l'évolution de l'amplitude de la déformation macroscopique, *m*, et de l'amplitude du premier cisaillement, g_1, en fonction du plan de cisaillement p_1, et ce, pour différents plans de cisaillement p_2. Pour notre part, nous avons réalisé nos calculs avec les plans de cisaillement p_2 qui donnent comme solution les plans d'habitat $(223)_\gamma$ et $(557)_\gamma$ pour $g_{2\ conv}$, soit $(100)_\gamma$ et $(311)_\gamma$ respectivement. En effet, ce sont les plans d'habitat les plus proches de ceux observés expérimentalement sur notre matériau [LAM04] (§I.3.4).

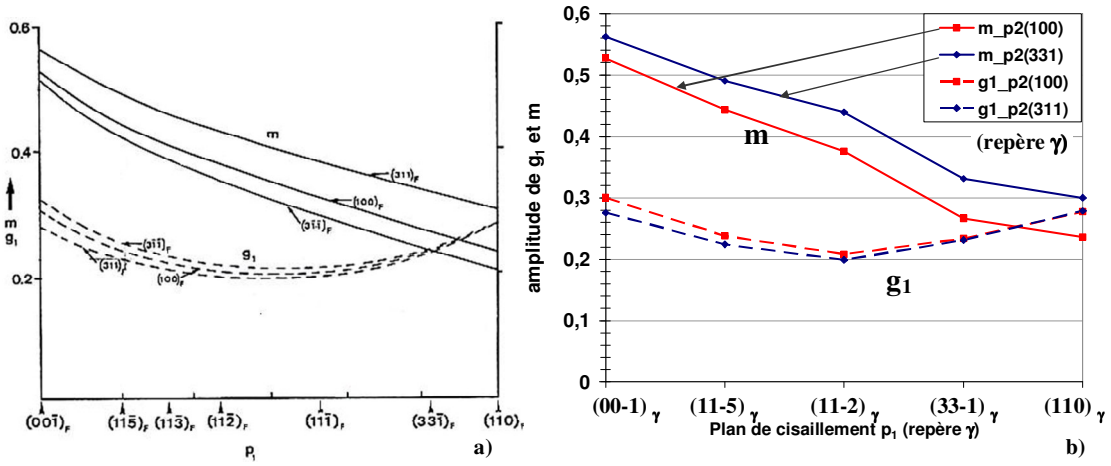


Figure IV.5 : Variation de l'amplitude de la déformation macroscopique m et de l'amplitude du premier cisaillement g_1 en fonction du plan de cisaillement p_1 de S_1, et ce, pour différents plans de cisaillement p_2 en considérant la valeur particulière $g_{2\ conv}$ pour l'amplitude de cisaillement de S_2. Données issues a) de la publication de Kelly [KEL92], b) de notre programme.

On constate sur la figure IV.5 que nos résultats (b) sont similaires à ceux obtenus par Kelly (a). En effet, une différence maximale de 0.01 a été constatée sur l'amplitude de la déformation macroscopique, *m*, ce qui correspond à un écart d'environ 2%. Par ailleurs, l'amplitude de la déformation macroscopique varie fortement en fonction du plan p_1 considéré, d'environ 0.25 à 0.55 si l'on considère le plan p_2 : $(100)_\gamma$. L'influence du choix du plan de cisaillement p_2 sur le paramètre *m* est plus faible avec une variation maximale de 0.06.

La figure IV.6 présente l'évolution de l'amplitude de la déformation macroscopique *m* en fonction de l'angle entre la direction du cisaillement macroscopique, *d*, et la direction « longue » des lattes de martensite $[1\text{-}10]_\gamma$. Nous avons réalisé nos calculs sur les mêmes plans de cisaillement p_2 évoqués précédemment.

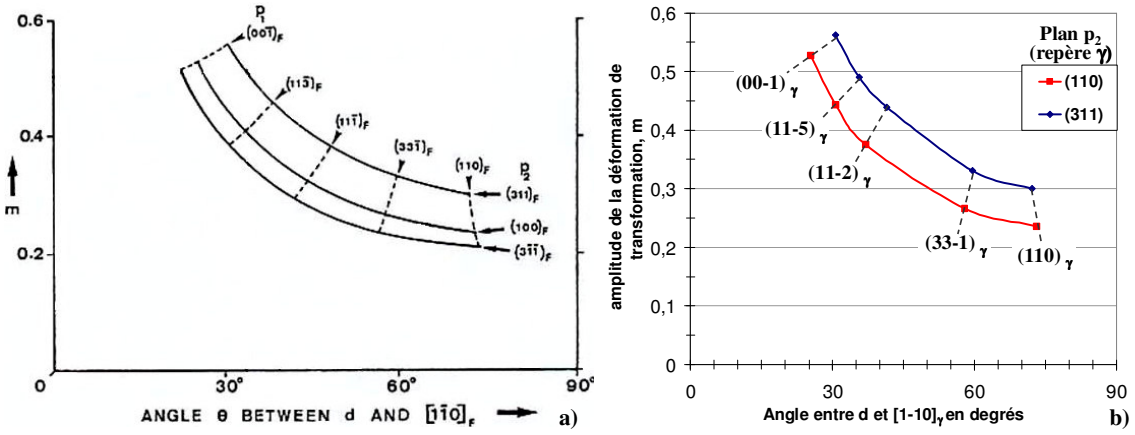


Figure IV.6 : Variation de l'amplitude de la déformation de transformation m en fonction de l'angle entre la direction de cisaillement macroscopique d et la direction longue des lattes de martensite $[1\text{-}10]_\gamma$. Données issues a) de la publication de Kelly [KEL92], b) de notre programme.

Les résultats présentés sur la figure IV.6.b sont similaires à ceux obtenus par Kelly (a), avec un écart inférieur à 2%. On constate que les deux paramètres considérés varient fortement en fonction de p_1. De plus, si l'on considère un plan p_2 donné et la gamme complète des systèmes de cisaillement S_1, on observe que l'amplitude de la déformation macroscopique augmente lorsque la direction de cisaillement macroscopique se rapproche de la direction dense $[1\text{-}10]_\gamma$.

IV.2.3.4. Récapitulatif des paramètres influents de la PTMC

Le choix du second système de cisaillement S_2, donc du plan $\mathbf{p_2}$, sachant que la direction d_2 est fixée par Kelly, avec la valeur particulière pour l'amplitude du cisaillement $\mathbf{g_{2\ conv}}$, permet d'obtenir un même **plan d'habitat** et une même **relation d'orientation** quel que soit le système de cisaillement S_1.

Le choix du plan de cisaillement de $\mathbf{S_1}$ influence fortement l'**amplitude** et la **direction** de la déformation macroscopique.

La relation d'orientation entre l'austénite et la phase fille dépend uniquement du choix de p_2 pour la valeur particulière de $g_{2\ conv}$, c'est-à-dire qu'elle ne varie alors pas avec le plan p_1 étudié. Par ailleurs, on constate que l'angle entre les directions denses ne change pas quel que soit le plan p_2 considéré. Seul l'angle entre les plans denses varie de 0.27° à 0.19° correspondant à p_2 : $(3\text{-}1\text{-}1)_\gamma$ et $(311)_\gamma$ respectivement.

IV.3. Approche auto-cohérente de l'accommodation entre variants

La modélisation micromécanique que nous avons choisie pour représenter l'auto-accommodation s'appuie sur la résolution d'un problème d'Eshelby avec trois inclusions : l'austénite mère, le variant de référence de Bowles et MacKenzie (noté V_1) et un deuxième variant, V_n (n = 1 à 24). Pour résoudre le problème d'Eshelby, nous allons nous placer dans une configuration en petites déformations. Pour limiter le niveau de déformation, nous considérerons uniquement la partie symétrique des tenseurs de déformation de transformation de phase. Et nous appliquerons également un facteur modificateur pour remplir les conditions de petites déformations. De plus, un schéma auto-cohérent a été adopté étant donnée la forte imbrication entre les différentes familles de groupes de lattes et l'austénite non encore transformée au sein d'un paquet de bainite en formation (§I.6.2).

IV.3.1. Développement du modèle

Les phases austénitiques et bainitiques sont considérées élastoplastiques. Les lois de comportement de ces phases ont été obtenues suite à la campagne d'essais de torsion décrite dans le chapitre II.

Dans l'approche auto-cohérente classique, la contrainte homogène en l'absence de contrainte macroscopique appliquée s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}}^{\gamma} = \underline{\underline{C}}.(\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{S}}^{\gamma}).(\underline{\underline{E_L}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_L^{\gamma}) \text{ avec } \underline{\underline{\varepsilon}}_L^{\gamma} = \underline{\underline{\varepsilon}}_p^{\gamma} \text{ dans l'austénite} \qquad \text{Eq.IV.13}$$

$$\underline{\underline{\sigma^i}} = \underset{\approx}{C}.(\underset{\approx}{I} - \underset{\approx}{S^i}).(\underline{\underline{E_L}} - \underline{\underline{\varepsilon_L^i}}) \text{ avec } \underline{\underline{\varepsilon_L^i}} = \underline{\underline{\varepsilon_T^i}} + \underline{\underline{\varepsilon_p^i}} \text{ dans le variant } i \text{ de bainite} \qquad \text{Eq.IV.14}$$

où

- C est le tenseur des modules d'élasticité, considéré comme isotrope et identique pour toutes les phases,
- S^i est le tenseur d'Eshelby de la phase i,
- E_L est la déformation libre de contraintes macroscopiques,
- $\varepsilon_L{}^i$ est la déformation libre de contraintes dans la phase i,
- $\varepsilon_p{}^i$ est la déformation plastique dans la phase i,
- $\varepsilon_T{}^i$ est la déformation de transformation du variant i.

En exprimant que la moyenne des contraintes est nulle, on peut relier la déformation libre macroscopique aux déformations libres de contraintes dans chaque phase par :

$$\left\langle \underset{\approx}{I} - \underset{\approx}{S^i} \right\rangle \underline{\underline{E_L}} = \left\langle (\underset{\approx}{I} - \underset{\approx}{S^i}) : \underline{\underline{\varepsilon_L^i}} \right\rangle \qquad \text{Eq.IV.15}$$

Les données d'entrée du modèle sont :

- Le tenseur des modules d'élasticité qui est choisi isotrope (car l'anisotropie vers 630°C est mal connue).
- Les fractions volumiques de chacune des trois phases.
- Les tenseurs d'Eshelby des trois phases : ils correspondent respectivement à celui d'une sphère pour décrire l'austénite et à celui d'ellipsoïdes aplatis pour la bainite. Ces ellipsoïdes sont parallèles à leurs plans d'habitat respectifs, avec un rapport de forme (objet d'une étude paramétrique) de $^1/_{20}$ pour décrire la morphologie des groupes de lattes de bainite.
- Les déformations libres de transformation de phase qui sont fournies par la PTMC sous la forme du tenseur F de la déformation macroscopique. Par ailleurs, afin de mener les calculs en petites déformations, les tenseurs F_i donnés par la PTMC pour les variants i ont été remplacés par un tenseur f_i calculé de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon_T^i}} = \underline{\underline{f_i}} = a.\left(\underline{\underline{I}} - \frac{1}{2}.\left(\underline{\underline{F_i}} + \underline{\underline{F_i^T}} \right) \right) \qquad \text{Eq.IV.16}$$

Le facteur d'amplification, a, (inférieur à 1) permet de limiter le niveau des déformations et donc des contraintes obtenues afin de respecter les hypothèses de petites déformations.

- Le comportement élastoplastique de chaque phase obtenu à partir des essais de torsion à chaud, présentés dans le chapitre II, à une température de 630°C correspondant à environ 10% d'austénite transformée, et pour une vitesse de déformation donnée.

Déroulement de l'algorithme de convergence du modèle

Une méthode itérative a été utilisée pour équilibrer le système, en l'absence de tout chargement mécanique appliqué, en augmentant progressivement la déformation plastique dans les différentes phases suivant la normale courante à la surface de charge calculée à l'aide d'un critère de von Mises, jusqu'à ce que la contrainte et la déformation dans les phases se correspondent par la loi de comportement de celles-ci [LAM04].

IV.3.2. Version initiale du modèle de Lambert [LAM01] et Gourgues [GOU03]

Dans la version initiale du modèle, les deux variants de phase fille avaient été considérés comme élastiques et une loi élasto-viscoplastique avait été choisie pour l'austénite, par extrapolation de données obtenues à plus haute température et pour des vitesses de déformation inférieures par Gautier et coll. [GAU94]. Ainsi le modèle initial se situe à 550°C avec une vitesse de déformation arbitrairement fixée à 10 s^{-1}. De plus, un unique couple de systèmes de cisaillement était considéré, soit S_1 : (11-5)[1-10]$_\gamma$ et S_2 : (311)[0-11]$_\gamma$ avec pour l'amplitude du second système de cisaillement la valeur particulière $g_{2\ conv}$ afin d'obtenir un plan d'habitat proche de {557}$_\gamma$.

Du fait du **comportement exclusivement élastique de la phase fille**, le niveau de contrainte dans les deux inclusions V_1 et V_n est très élevé et irréaliste ce qui implique un niveau d'énergie élastique stockée colossal qui ne dépend quasiment pas du choix de V_n. Gourgues [GOU03] a donc choisi de raisonner sur la contrainte équivalente dans l'austénite, puisqu'une déformation plastique de l'austénite peut finir par gêner la transformation de celle-ci en bainite [BHA02].

Les résultats obtenus par cette version du modèle sont encourageants car cohérents avec les observations expérimentales. La microtexture de la martensite apporte une auto-accommodation efficace, néanmoins celle de la bainite formée à « haute » température est moins satisfaisante (§I.6.4).

Amélioration à apporter au modèle de base

Des améliorations du modèle initial étaient de toute évidence nécessaires avec l'introduction des **lois de comportement** mécanique des phases de notre matériau et en particulier celle de la bainite précédemment considérée comme uniquement élastique. On a alors pu considérer une déformation plastique dans chaque variant de bainite.

De plus, au vu des calculs réalisés sur différents systèmes de cisaillement de la PTMC, il est désormais évident qu'il nous faut tester la **sensibilité** du modèle micromécanique vis-à-vis du choix de ces systèmes de cisaillement, dans la mesure où ces paramètres ne peuvent être aisément validés expérimentalement et qu'ils influencent fortement les caractéristiques de la déformation macroscopique.

Nous allons aussi tester la **sensibilité** du modèle par rapport aux différents paramètres choisis tels que : la vitesse de déformation, le facteur de forme des ellipsoïdes de bainite ou l'amplificateur, *a*, qui nous permet de travailler dans le domaine des petites déformations.

Par ailleurs, expérimentalement les variants de bainite sont généralement regroupés par 3, 4 ou 6 variants, ce que la version actuelle du modèle ne représente pas. Une **version à plus de deux variants** de bainite permettrait de rendre compte de façon plus réaliste des niveaux d'accommodation qui peuvent être atteints dans les microstructures bainitiques.

IV.3.3. Introduction des lois de comportement issues de la campagne de torsion

La version initiale du modèle micromécanique a été modifiée par l'introduction des lois de comportement de l'austénite et de la bainite obtenues grâce aux essais de la campagne de torsion.

Comme énoncé dans le chapitre II, nous nous plaçons à 10% d'austénite transformée, soit à une température de 630°C pour le comportement mécanique de chacune des phases. La vitesse de déformation a été fixée à 10 s^{-1}, cependant l'influence d'un changement de ce paramètre entre 1 s^{-1} et 10 s^{-1} sera rapportée dans le paragraphe IV.3.3.3. Le facteur d'amplification est quant à lui fixé à 0.5.

IV.3.3.1. Comparaison avec le modèle initial

La figure IV.8 permet de localiser les différents variants par rapport à V_1 ainsi que leur plan d'habitat selon la nomenclature utilisée dans ce modèle, pour un jeu de paramètres (p_2, $g_{2\ conv}$) qui donne un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$.

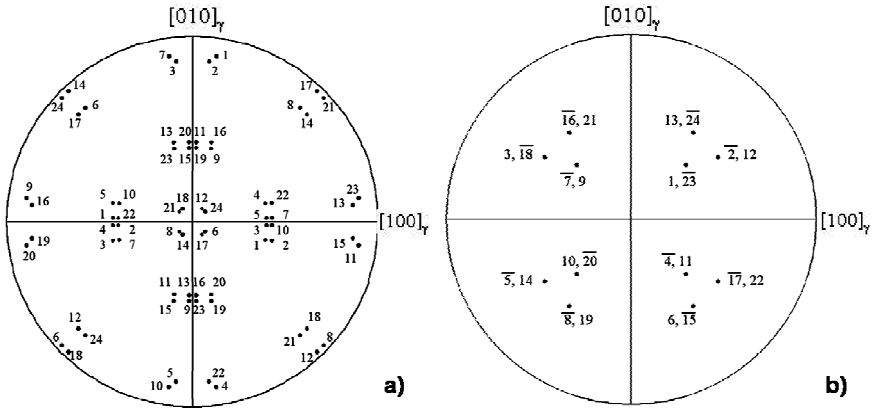


Figure IV.8 : Figure de pôles $\{100\}_\alpha$ (a) et plans d'habitat $\{557\}_\gamma$ (b) des 24 variants de phase fille, dans le repère de l'austénite mère.

L'**introduction des lois de comportement** du matériau étudié a permis d'atteindre des niveaux de contraintes et d'énergie largement **inférieurs** à ceux obtenus avec le modèle initial, comme le montrent les figures IV.9 à IV.11 en ce qui concerne la contrainte équivalente dans l'austénite et l'énergie élastique stockée.

Les **niveaux de contraintes dans l'austénite** sont très différents pour les deux modèles. En effet l'introduction des nouvelles lois de comportement a induit une réduction d'environ un facteur 5 de la contrainte dans l'austénite. Néanmoins les résultats issus des deux versions du modèle présentent des similitudes :

- La figure IV.9 montre que les configurations à deux variants de bainite impliquent une baisse de la contrainte dans l'austénite par rapport à uniquement 10% de variant V_1. De plus, le minimum de contrainte dans l'austénite est obtenu quand les deux variants sont présents en proportions égales, soit 5% de variant V_1 et 5% de variant V_n.

- Le classement des variants selon le niveau d'auto-accommodation de la contrainte dans l'austénite est similaire dans les deux versions du modèle, comme on le montre plus clairement sur les graphes de la figure IV.11.a représentant la contrainte dans l'austénite en fonction du variant V_n considéré, pour une même proportion de variants V_1 et V_n. En effet, le classement des couples de variants selon une contrainte dans l'austénite croissante n'est pas parfaitement identique. Cependant seules des permutations entre couples de variants présentant des niveaux de contrainte dans l'austénite proches sont observées, comme par exemple V_1-V_{22} et V_1-V_7, V_1-V_{23} et V_1-V_{14} ou V_1-V_{12} et V_1-V_{16}.

Sur les figures IV.10 et IV.11.b montrant les **niveaux d'énergie élastique stockée** selon les deux versions du modèle, on constate que :

- Le niveau d'énergie élastique stockée obtenu grâce au modèle avec les nouvelles lois de comportement est inférieur d'un facteur 25 par rapport aux prédictions de l'ancien modèle,
- Contrairement au modèle initial, presque toutes les configurations à 2 variants présentent une auto-accommodation favorable dans la nouvelle version du modèle sauf le couple V_1-V_2 qui oscille autour des données provenant du variant V_1 seul (figure IV.10),
- De façon similaire à l'ancien modèle, le niveau d'énergie élastique stockée varie très faiblement (au maximum de 10%) entre les différents couples de variants et lorsque l'on fait varier la proportion de variant V_n. Cependant la variation du niveau d'énergie était encore plus faible pour l'ancien modèle avec un maximum de 4%,
- Le classement des couples de variants entre les deux modèles est proche sauf pour le couple V_1-V_2 et le variant V_1 pris seul qui présentent une meilleure accommodation dans le modèle initial (figure IV.11.b).

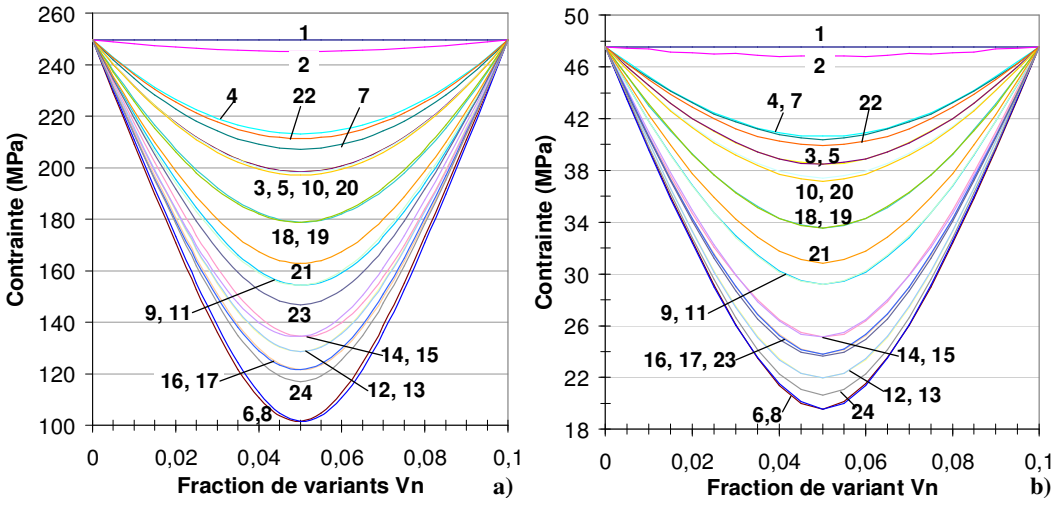


Figure IV.9 : Contrainte équivalente dans l'austénite pour les 24 couples de variants V_1-V_n avec $\{557\}_\gamma$ comme plan d'habitat et p_1 : $(11\text{-}5)_\gamma$ selon a) la modèle initial, et b) le modèle avec les nouvelles lois de comportement

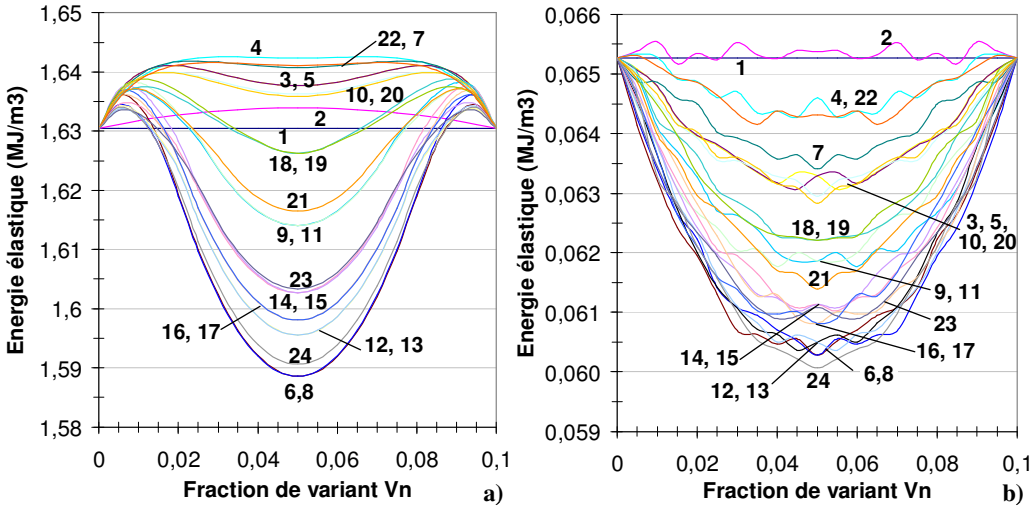


Figure IV.10 : Energie élastique stockée pour les 24 couples de variants V_1-V_n avec $\{557\}_\gamma$ comme plan d'habitat et p_1 : $(11\text{-}5)_\gamma$ selon : a) Modèle initial, b) Modèle avec les nouvelles lois de comportement

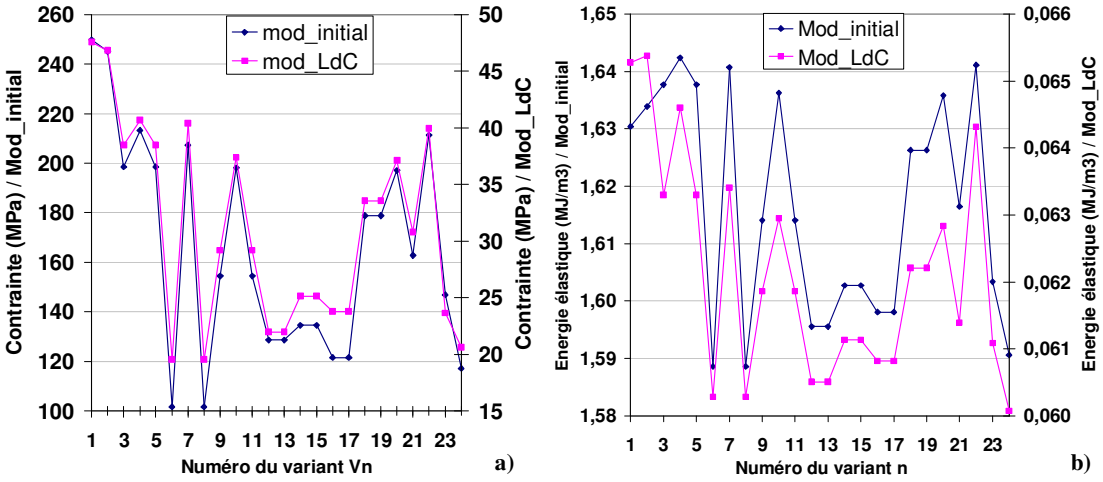


Figure IV.11 : a) Contrainte équivalente dans l'austénite et b) énergie élastique stockée pour 5% de variant V_1 et 5% de variant V_n en fonction du choix de V_n avec $\{557\}_\gamma$ comme plan d'habitat et p_1 : $(11\text{-}5)_\gamma$.

Si on étudie le classement des couples de variants selon leur accommodation pour les critères suivants : contrainte dans l'austénite et énergie élastique stockée, pour la nouvelle version du modèle, on constate que le classement est similaire pour ces deux critères à quelques permutations entre des valeurs de contrainte ou d'énergie voisines. Cela n'est pas exact dans la version initiale du modèle. **Nous allons continuer à étudier le classement des couples de variants selon ces deux critères.**

IV.3.3.2. Etude de sensibilité du modèle par rapport aux paramètres de la PTMC

Compte tenu de l'influence des paramètres d'entrée du modèle de la PTMC à deux cisaillements sur les paramètres caractéristiques de la déformation macroscopique tels que l'amplitude de la déformation de transformation pour le plan de cisaillement de S_1 ou le plan d'habitat pour le second système de cisaillement (p_2 avec $g_{2\ conv}$), nous avons étudié la **sensibilité** des résultats du modèle, c'est-à-dire le classement des couples de variants, par rapport aux **systèmes de cisaillement** proposés par Kelly.

Sensibilité par rapport au choix du plan d'habitat

Rappel : La solution du plan d'habitat est liée au choix du plan de cisaillement de S_2 avec une valeur particulière pour l'amplitude du cisaillement, $g_{2\ conv}$, qui permet d'obtenir un même plan d'habitat et une même relation d'orientation pour la gamme complète des systèmes de cisaillement S_1.

Afin de connaître l'influence du choix du plan d'habitat sur le classement des couples de variants, nous avons considéré :

- le plan de cisaillement de S_1 qui donne une valeur intermédiaire pour l'amplitude de la déformation de transformation, c'est-à-dire le plan $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$,
- les couples (p_2, $g_{2\ conv}$) qui donnent les plans d'habitat proches de $\{557\}_\gamma$ et de $\{223\}_\gamma$, soit ($(311)_\gamma$, 0.1302) et ($(100)_\gamma$, 0.0785) respectivement.

Les résultats présentés sur la figure IV.12 montrent une **faible influence du choix du plan d'habitat** sur les niveaux de contraintes dans l'austénite et d'énergie élastique stockée pour chaque couple de variants, ainsi que sur le classement des variants qui est similaire à quelques permutations près entre des couples ayant des valeurs voisines de contrainte ou d'énergie.

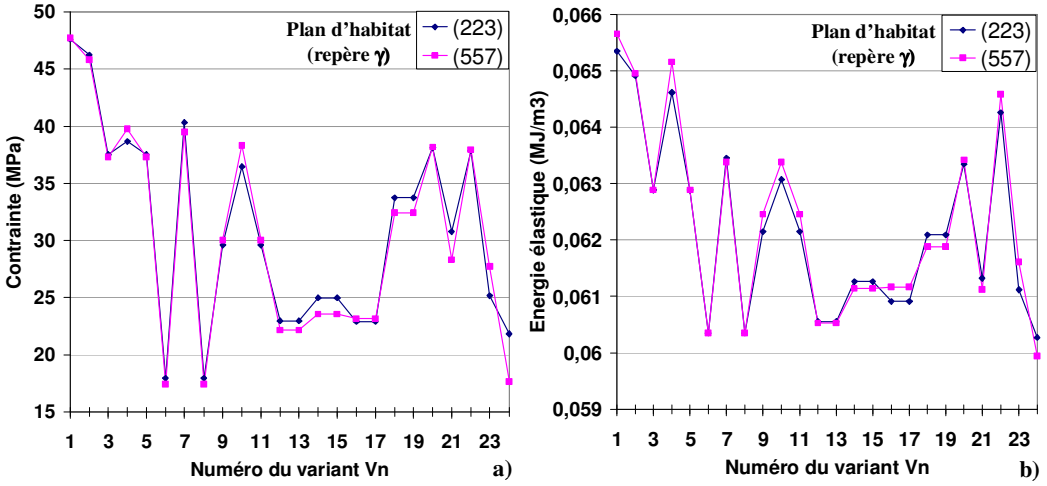


Figure IV.12 : Sensibilité des résultats du modèle au choix du plan d'habitat avec $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$, a) contrainte équivalente dans l'austénite, b) énergie élastique stockée.

Vu le peu d'influence du choix du plan d'habitat sur le classement des couples de variants, **nous n'étudierons par la suite que le cas où $p_2 = (311)_\gamma$ avec $g_{2\ conv}$, c'est-à-dire le plan d'habitat proche de $\{557\}_\gamma$.**

Sensibilité par rapport au choix du plan de cisaillement de S_1

Nous considérons donc le plan d'habitat $\{557\}_\gamma$ et cinq plans de cisaillement différents pour S_1 qui décrivent le panel le plus large en termes d'amplitude de la déformation macroscopique parmi les 7 plans p_1 proposés par Kelly [KEL92].

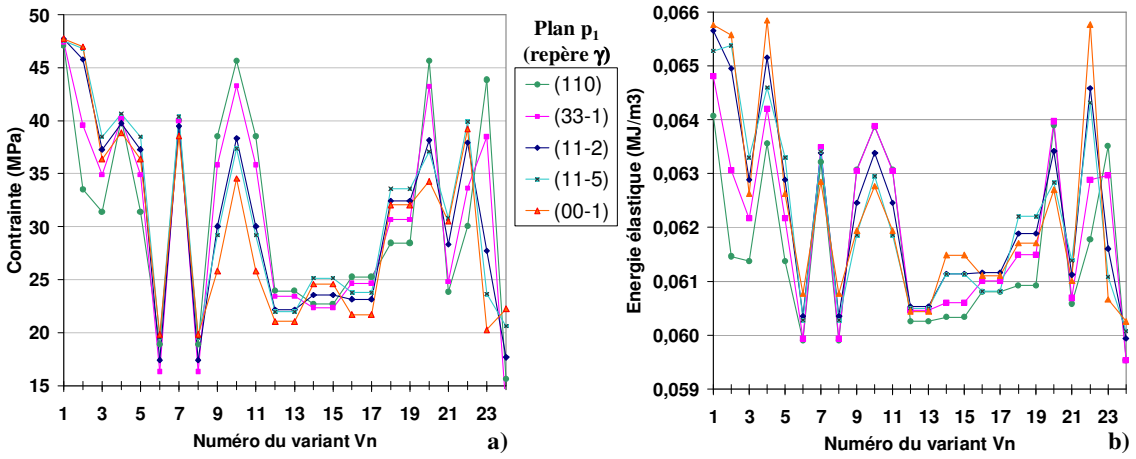


Figure IV.13 : Sensibilité des résultats du modèle au choix du plan de cisaillement p_1 avec comme plan d'habitat $\{557\}_\gamma$, a) contrainte équivalente dans l'austénite, b) énergie élastique stockée.

Que l'on considère l'énergie élastique stockée ou la contrainte dans l'austénite, on constate (figure IV.13) que :

- La sensibilité des résultats au choix du plan p_1 varie selon le couple de variants considéré. Ainsi pour le couple V_1-V_7 le changement de plan p_1 n'a quasiment aucune influence sur la valeur de la contrainte dans l'austénite ou de l'énergie stockée, alors que pour le couple V_1-V_{23}, la contrainte dans l'austénite peut doubler selon le plan p_1 considéré et la variation de l'énergie stockée est elle aussi importante comparée à celle des autres couples de variants.

- Le changement de plan p_1 n'a pas la même influence selon les couples de variants : pour certains couples, comme V_1-V_{14}, quand on passe d'un plan p_1 lié à une forte amplitude de déformation macroscopique à un plan p_1 lié à une faible amplitude de déformation macroscopique, on observe une diminution de la contrainte dans l'austénite et une baisse de l'énergie stockée, alors que l'effet contraire est constaté pour d'autres couples de variants comme V_1-V_{10}.

- Globalement le classement des couples de variants est comparable lorsque l'on fait varier le plan de cisaillement de S_1 sauf pour certains couples de variants, avec en particulier V_1-V_{23} qui présente une excellente accommodation si l'on considère $p_1 = (00\text{-}1)_\gamma$ mais qui se classe parmi les couples de variants présentant une accommodation presque nulle pour $p_1 = (110)_\gamma$. D'autres couples de variants peuvent avoir un classement qui varie de 6 places comme V_1-V_{10} ou V_1-V_{11}.

Ainsi, on en conclut que le **modèle micromécanique est sensible par rapport au plan de cisaillement, p_1**, du premier système S_1, mais seulement pour certains couples de variants :

- surtout les couples V_1-V_2 (variants faiblement désorientés formant les « blocs »), V_1-V_{22} et V_1-V_{23} (variants en quasi relation de macle),
- dans une moindre mesure V_1-V_4, V_1-V_{10}, V_1-V_{14}, V_1-V_{15}, V_1-V_{18}, V_1-V_{19} et V_1-V_{20}.

Cependant, quels que soient les paramètres du modèle, les couples V_1-V_6 et V_1-V_8 présentent une excellente accommodation.

IV.3.3.3. Sensibilité du modèle aux paramètres de la partie micromécanique

Certains paramètres du modèle micromécanique ont été fixés comme la vitesse de déformation ou le facteur de forme des ellipsoïdes de bainite alors que ces données ont été évaluées d'une manière peu précise (faute d'information directe) et ne reposent pas directement sur des données expérimentales. Une valeur a aussi été donnée de façon arbitraire à l'amplificateur de la déformation macroscopique afin de travailler dans le domaine des petites déformations. Nous allons donc étudier l'influence de la valeur de ces paramètres sur l'accommodation des déformations de transformation.

Sensibilité par rapport à la vitesse de déformation

Lors de l'étude préliminaire de la campagne d'essais de torsion, nous avons considéré la vitesse de croissance des sous-unités de bainite lors de la transformation de phase ainsi que leur longueur afin d'obtenir un ordre de grandeur des vitesses de déformation à appliquer lors des essais de torsion. Nous avons ainsi réalisé des essais de torsion à 1 s^{-1} et 10 s^{-1} afin d'encadrer les vitesses de déformation de la transformation bainitique évaluées entre 1.5 et 8.25 s^{-1} (§II.3.4).

Dans la version initiale du modèle, la vitesse de déformation avait été arbitrairement fixée à 10 s^{-1}, nous avons gardé cette vitesse dans les calculs précédents. Le changement de vitesse de déformation à 1 s^{-1} implique des niveaux de contraintes différents dans l'austénite et la bainite (dans ce cas, inférieurs) et donc un changement des paramètres des lois de comportement de chaque phase.

Pour étudier l'influence de la vitesse de déformation sur l'accommodation des contraintes lors de la transformation de phase, nous avons considéré le plan d'habitat $\{557\}_\gamma$ et le plan de cisaillement de S_1 qui donne une valeur intermédiaire pour l'amplitude de la déformation de transformation, c'est-à-dire le plan $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$.

La figure IV.14 confirme que le choix de la vitesse de déformation influence les valeurs de la contrainte dans l'austénite et ainsi de l'énergie élastique stockée puisqu'elle modifie les lois de comportement des phases (lorsque la vitesse de déformation diminue, la contrainte maximale diminue également). Cependant, le classement des couples de variants est similaire. Ainsi **nous continuerons d'utiliser une vitesse de déformation de 10 s^{-1}** vu que les deux vitesses de déformation étudiées aboutissent à un même classement des couples de variants en fonction de leur accommodation des déformations de transformation.

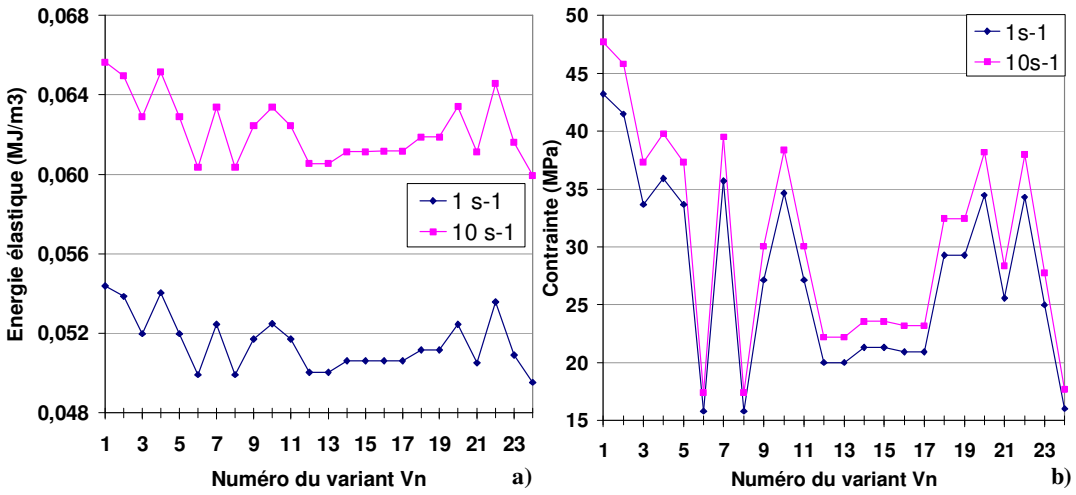


Figure IV.14 : Influence de la vitesse de déformation sur : a) l'énergie élastique stockée, b) la contrainte équivalente dans l'austénite pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$

Sensibilité par rapport au facteur de forme des ellipsoïdes de bainite

Nous considérons les variants en cours de formation sous la forme d'ellipsoïdes aplatis avec un facteur de forme fixé à $^1/_{20}$. Ce dernier a été évalué par rapport aux dimensions des sous-unités des paquets bainitiques. Ainsi les mesures de sous-unités réalisées par Su et coll. [SU06] sur une microstructure de bainite supérieure dans un acier bas carbone faiblement allié induisent un facteur de forme compris entre environ $^1/_{10}$ et $^1/_{30}$, soit une longueur et une épaisseur de sous-unité variant entre 5-10 µm et 0.3-0.9 µm respectivement. De plus, dans leur modèle sur la cinétique de transformation bainitique, Bhadeshia et coll. [BHA80] considèrent des sous-unités sous forme d'ellipsoïdes aplatis de rayon 5 µm et de demi-épaisseur 0.1 µm, soit un facteur de forme de $^1/_{50}$.

Ainsi, nous allons tester la **sensibilité** du modèle par rapport à des **facteurs de forme variant entre $^1/_{10}$ et $^1/_{50}$.** Nous nous plaçons dans le même cadre d'étude que précédemment, soit un plan d'habitat $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$.

Sur la figure IV.15 présentant l'influence du paramètre de forme des ellipsoïdes de bainite sur l'énergie élastique stockée (a) et la contrainte dans l'austénite (b), on constate que :

- Pour un facteur de forme de $^1/_{10}$ les valeurs de l'énergie élastique stockée sont plus élevées que celles liées aux autres facteurs de forme étudiés ($^1/_{20}$, $^1/_{30}$, $^1/_{40}$ et $^1/_{50}$). Néanmoins, le classement des couples de variants en fonction de l'énergie élastique stockée est similaire pour tous les facteurs de forme considérés.

- La sensibilité de la contrainte dans l'austénite au facteur de forme est plus ou moins marquée selon les couples de variants. Elle est, par exemple, plus élevée pour le couple V_1-V_{13} que pour V_1-V_7 qui présente des valeurs de contrainte similaires pour les différents facteurs considérés. Néanmoins, le classement des couples de variants est ici aussi similaire pour les facteurs de forme considérés.

Nous **garderons** donc **la valeur de $^1/_{20}$** dans la suite des calculs.

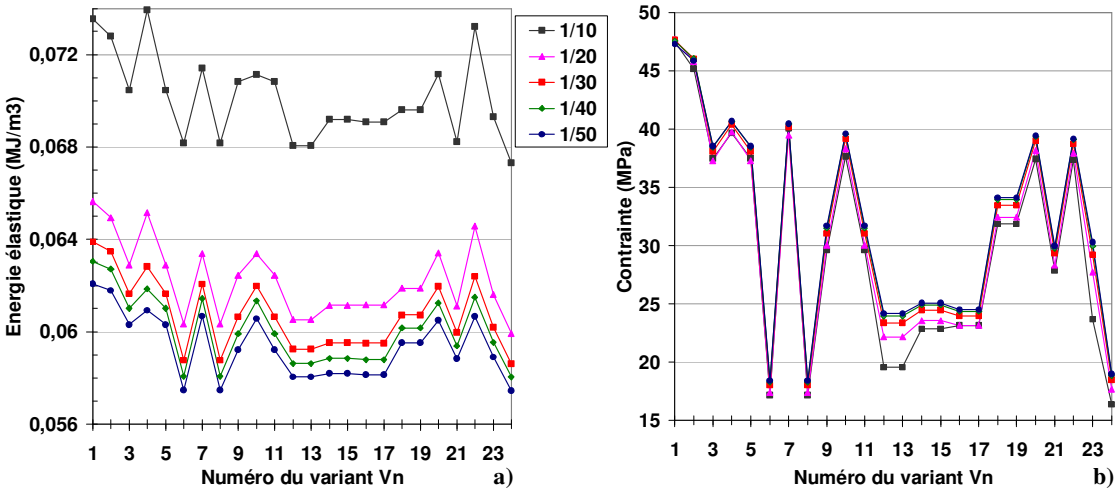


Figure IV.15 : Influence du facteur de forme des ellipsoïdes de bainite sur : a) l'énergie élastique stockée, b) la contrainte équivalente dans l'austénite pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$

Influence du facteur d'amplification de la déformation macroscopique

Les déformations plastiques maximales obtenues dans la bainite pour 10% d'austénite transformée avec des proportions égales de variants bainitiques V_1 et V_n sont de :

- 0.05 pour un amplificateur de 0.3,
- 0.096 pour un amplificateur de 0.5 (paramètre utilisé dans les calculs précédents),
- 0.22 pour un amplificateur de 1.

Si l'on considère que les déformations plastiques maximales tolérées dans le cadre des petites déformations sont de 10%, alors un amplificateur de 0.5 est la limite supérieure. Sans modificateur (c'est-à-dire avec l'amplificateur égal à 1), les déformations plastiques obtenues dans la bainite sont trop élevées pour pouvoir raisonnablement utiliser le cadre des petites déformations et donc le formalisme du problème d'Eshelby.

Cette considération mise à part, nous avons étudié l'influence de l'amplificateur sur l'accommodation des contraintes en se plaçant dans les conditions standard utilisées précédemment, soit le plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$.

La figure IV.16.b montre que le facteur d'amplification a peu d'influence sur le niveau de contrainte dans l'austénite. En effet, le classement des couples de variants est similaire pour les amplificateurs compris entre 0.3 et 1, ce qui paraît normal vu que notre configuration présente 90% d'austénite et que l'on travaille en champs moyens.

Quant au critère portant sur l'énergie élastique stockée, la figure III.16.a montre que les niveaux d'énergie diffèrent selon les amplificateurs considérés. Cependant, le classement des couples de variants est proche pour les amplificateurs de 0.3 et 0.5. Quant au cas où l'amplificateur est égal à 1, on observe que l'énergie stockée pour certaines configurations avec deux variants différents, par exemple V_1-V_4 ou V_1-V_{22}, est supérieure à celle correspondant au variant V_1 seul. Le classement des couples de variants diffère donc par rapport à celui obtenu avec les amplificateurs inférieurs.

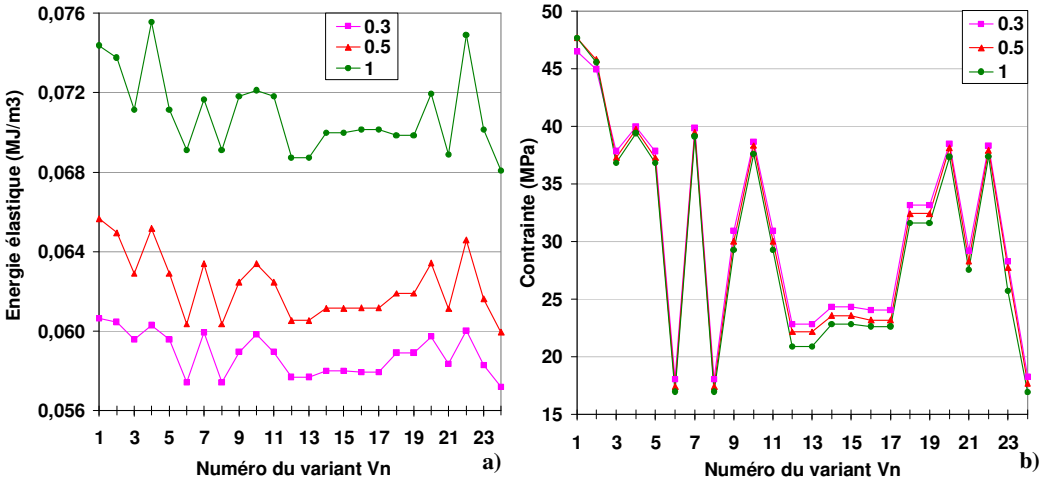


Figure IV.16 : Influence du facteur d'amplification sur a) l'énergie élastique stockée, b) la contrainte équivalente dans l'austénite pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$

Les calculs du modèle micromécanique ayant été réalisés suivant l'hypothèse des **petites déformations**, il est nécessaire d'appliquer un **amplificateur de 0.5** au **maximum**. Par ailleurs, l'accommodation des contraintes est similaire pour les amplificateurs de 0.5 et 0.3, nous **continuerons donc nos calculs avec un facteur amplificateur de 0.5** pour ne pas trop nous éloigner des déformations réelles. De plus, la figure IV.16 montre que l'erreur induite par l'absence de facteur modificateur (amplificateur de 1) est suffisamment importante pour induire un classement différent pour certains couples de variants.

IV.3.3.4. Evolution des paramètres en fonction des itérations

Nous avons étudié le chemin de convergence de paramètres incrémentés dans l'algorithme du modèle, en l'occurrence la convergence de la contrainte dans l'austénite et dans les variants de bainite en fonction de leur déformation plastique.

Nous avons considéré plus particulièrement deux couples de variants qui présentent des degrés d'accommodation différents : élevé pour V_1-V_6, faible pour V_1-V_2. Et nous nous sommes placés dans les conditions standard utilisées précédemment, soit le plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$.

Nous avons constaté que les variants de bainite convergent sur leur loi de comportement **après** l'austénite (en termes de pas de calcul). Ainsi, après la convergence de l'austénite, l'algorithme est suivi, c'est-à-dire que la déformation plastique n'est plus incrémentée, cependant une décharge élastique se produit, comme le montre la figure IV.17, jusqu'à ce que les deux variants de bainite finissent leur convergence.

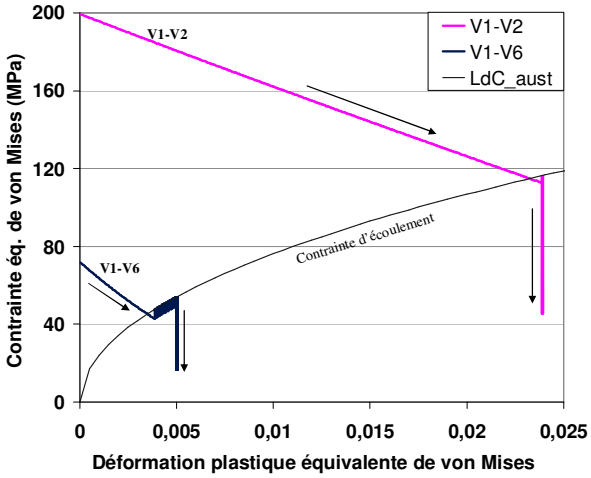


Figure IV.17 : Contrainte équivalente dans l'austénite pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$ et ce pour 2 couples de variants : V_1-V_2 et V_1-V_6. Les flèches indiquent les nombres d'itérations croissants jusqu'à la fin du calcul (extrémités des courbes).

Ce problème de décharge « élastique » dans la phase austénitique est dû à la méthode d'incrémentation de la déformation plastique des phases dans l'algorithme de convergence et non à un phénomène physique. En effet, à chaque itération la déformation plastique dans chacune des phases est incrémentée d'un pas fixe dont seule la direction peut varier jusqu'à la convergence sur la loi de comportement. Cette décharge laisse supposer que la déformation plastique imposée dans l'austénite est trop élevée. Les contraintes obtenues dans l'austénite en sortie du modèle ne peuvent être reliées aux déformations plastiques associées.

IV.3.4. Version du modèle avec convergence simultanée des phases austénitique et bainitique

IV.3.4.1. Modification de l'algorithme de convergence

Après avoir constaté la décharge « élastique » dans l'austénite, nous avons décidé de modifier l'algorithme de convergence afin d'obtenir une convergence quasi 'simultanée' de l'austénite et des deux variants de bainite, c'est-à-dire la convergence des 3 phases séparée par le moins d'itérations possibles.

Pour cela, nous avons modifié le calcul de l'incrément de la déformation plastique dans l'austénite et laissé un incrément fixe pour la déformation plastique dans les deux variants de bainite qui convergent toujours à peu près en même temps.

Le nouvel incrément de déformation plastique dans l'austénite est fonction de l'écart d_γ entre la contrainte dans l'austénite à l'itération t avec la loi de comportement pour la déformation plastique obtenue à cette même itération t et de l'écart dv_1 entre la contrainte dans le variant V_1 à l'itération t avec la loi de comportement pour la déformation plastique obtenue à cette même itération t. Les écarts dv_1 et dv_n étant similaires, nous avons utilisé directement dv_1 au lieu de leur moyenne. Ainsi l'incrément de la déformation plastique de l'austénite varie en fonction de l'avancée de la convergence dans les phases austénitique et bainitique afin d'aboutir à la convergence dans les trois phases à la même itération ou à des itérations proches. Cet incrément peut même prendre des valeurs négatives selon la normale courante à la surface de charge.

IV.3.4.2. Influence du nouvel algorithme

La nouvelle définition de l'incrément de déformation plastique dans l'austénite implique que ce dernier peut diminuer ou augmenter et aussi être négatif afin de compenser des premiers incréments de déformation plastique de valeur élevée, comme le montre la figure IV.18 dans le cas du couple de variants V_1-V_6 pour un plan d'habitat $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$. Cette variation de la déformation plastique ne nous gêne pas car nous ne tenons compte que du résultat final puisque aucune notion de temps n'est liée au nombre d'itérations.

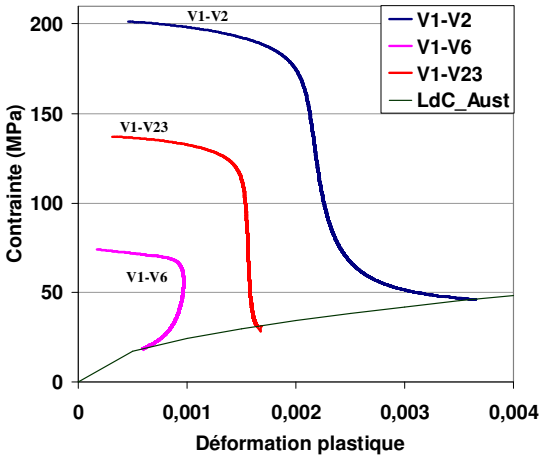


Figure IV.18 : Contrainte équivalente dans l'austénite pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$ et ce pour 3 couples de variants : V_1-V_2, V_1-V_6 et V_1-V_{23}.

La figure IV.19.a indique que les niveaux de déformation plastique dans l'austénite sont bien inférieurs, d'un facteur 10 environ, à ceux obtenus avec l'ancien algorithme de convergence. Quant aux niveaux de contraintes dans l'austénite (figure IV.19.b), ils sont similaires pour les deux modes de convergence, quoique toujours légèrement supérieurs avec le nouvel algorithme. En revanche contraintes et déformations plastiques dans l'austénite se correspondent maintenant puisque le point final de convergence se situe toujours sur la courbe d'écoulement.

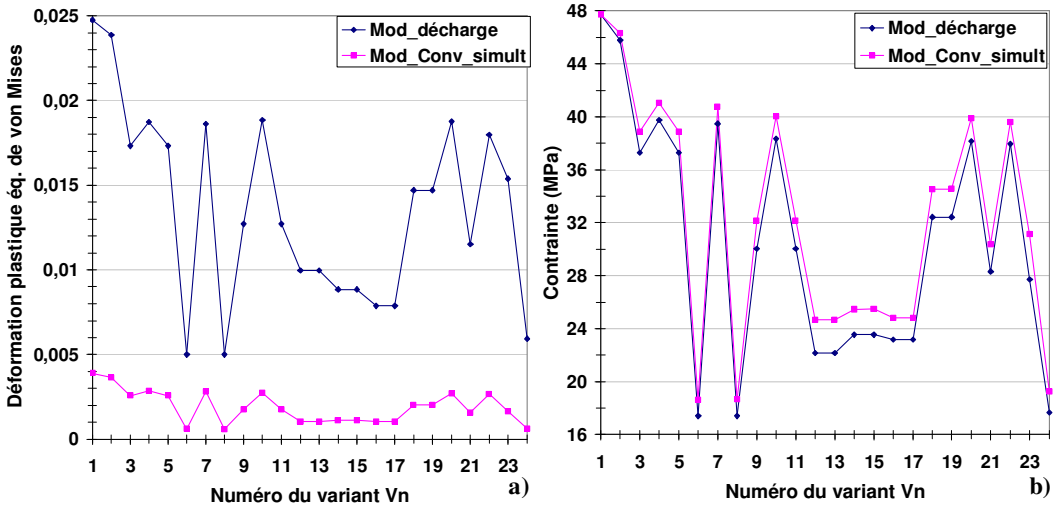


Figure IV.19 : a) Déformation plastique dans l'austénite, b) contrainte équivalente dans l'austénite pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et $p_1 = (11\text{-}2)_\gamma$, un facteur d'amplification de 0.5 et un facteur de forme de $^1/_{20}$. Prédictions obtenues avec le modèle impliquant une décharge « élastique », noté « Mod_Décharge » et celui avec l'algorithme de convergence « simultanée », noté « Mod_Conv_Simult ».

IV.3.4.3. Etude de l'accommodation entre les couples de variants

La figure IV.20.a montre que la variation d'énergie élastique est plus faible avec le nouvel algorithme de convergence de par les niveaux inférieurs de déformation plastique dans l'austénite, donc les niveaux de contraintes supérieurs dans l'austénite.

Cependant les résultats du modèle, avec une convergence quasi simultanée des phases austénitique et bainitiques, en termes d'accommodation entre variants sont similaires à ceux de la version précédente du modèle. En effet, la figure IV.20 indique la même sensibilité du nouveau modèle par rapport au plan de cisaillement p_1 avec en particulier le couple V_1-V_{23} qui varie aux deux extrémités du degré d'accommodation selon le plan p_1 considéré. De plus, d'autres couples comme V_1-V_{10}, V_1-V_{21} ou V_1-V_{24} sont fortement influencés par le choix de p_1, leur classement pouvant varier de 7 à 8 positions.

Malgré cela, le classement des couples de variants entre les deux modèles est similaire pour les critères de la contrainte équivalente dans l'austénite et de l'énergie élastique stockée, à quelques permutations près entre couples de variants présentant des accommodations voisines.

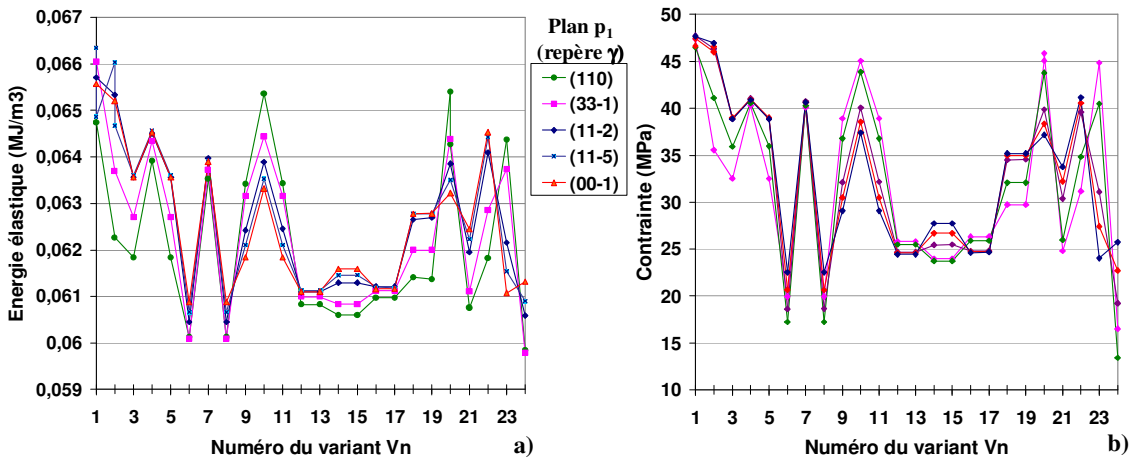


Figure IV.20 : Sensibilité du modèle avec l'algorithme de convergence simultanée au choix du plan de cisaillement p_1 avec un plan d'habitat $\{557\}_\gamma$, a) énergie élastique stockée, b) contrainte équivalente dans l'austénite.

IV.3.5. Calculs directs utilisant les tenseurs de déformation sans effet micromécanique

Avant de faire le bilan des différentes versions du modèle sur le classement des couples de variants selon leur degré d'accommodation des déformations de transformation, nous avons voulu ajouter un calcul simple qui consiste à combiner les tenseurs de déformation macroscopique issus de la PTMC pour chaque couple de variants. En effet, dans la littérature, les études sur l'accommodation des déformations entre variants, utilisant la PTMC, se limitent en général à ce type de calcul (§I.6.4).

Afin de classer les couples de variants, nous avons considéré la norme de la somme des tenseurs de déformation de transformation des variants bainitiques, pris sous forme de vecteurs colonnes avec la notation de Voigt.

La figure IV.21 montre la sensibilité des résultats de ce calcul par rapport au choix du plan de cisaillement p_1. On constate que les courbes sont classées selon l'amplitude de la déformation macroscopique induite par le choix du plan p_1, ce qui n'était pas forcément le cas des résultats du modèle micromécanique. En effet, le plan $p_1 = (110)_\gamma$ implique la plus faible amplitude de déformation macroscopique de transformation et correspond aux couples de variants présentant une meilleure accommodation. Le même type de raisonnement s'applique au plan p_1, $(00\text{-}1)_\gamma$, qui induit une amplitude de déformation maximale.

Par ailleurs, la figure IV.21 montre que le couple V_1-V_{23} est ici indépendant du choix du plan p_1, néanmoins la position de ce couple dans le classement des variants varie d'une configuration plus ou moins accommodante. Ce n'est pas le cas des autres couples de variants, comme V_1-V_7, qui présente ici une forte variabilité que l'on n'a pas observée dans les prédictions du modèle micromécanique.

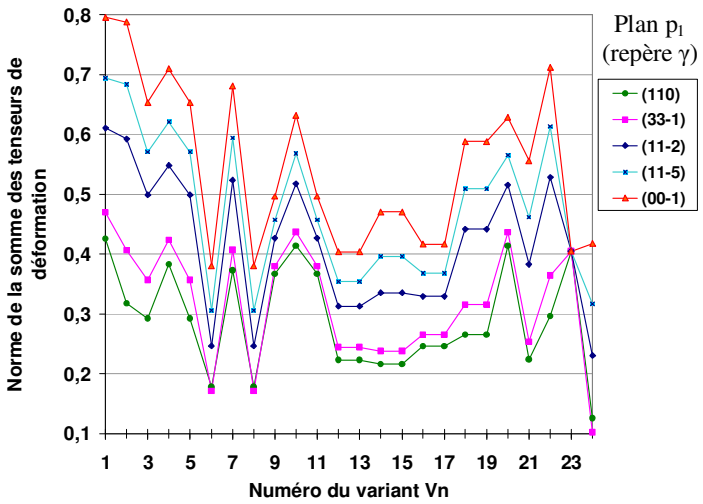


Figure IV.21 : Norme de la somme des tenseurs de déformation de transformation des variants V_1 et V_n avec n = 1 à 24. Pour une amplitude de déformation macroscopique variant de 0.3 pour $p_1 = (110)_\gamma$ à 0.56 pour $p_1 = (00\text{-}1)_\gamma$.

Par ailleurs, le classement des couples de variants selon ce calcul simple est semblable aux classements obtenus avec les critères de contrainte équivalente dans l'austénite ou d'énergie élastique stockée du modèle micromécanique.

IV.3.6. Bilan des modèles à deux variants de bainite

Comparaison des résultats donnés par les différents modèles

Même si les différentes améliorations du modèle (lois de comportement, algorithme de convergence) ont peu influencé le classement des couples de variants selon leur capacité d'accommodation des déformations de transformation, les différentes évolutions ont abouti à une évaluation plus « réaliste » de l'énergie élastique stockée. Les calculs simples réalisés au paragraphe précédent aboutissent à un classement similaire des couples de variants sans tenir compte, entre autres, de la morphologie aciculaire des variants. C'est pourquoi nous considérons que la dernière version du modèle avec l'algorithme de convergence simultanée est celle qui correspond au mieux à la réalité physique du problème.

Classement des couples de variants selon leur degré d'accommodation des déformations de transformation

Le tableau IV.3 récapitule le classement de couples de variants obtenus pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et pour les différents plans de cisaillement p_1.

Degré d'accommodation	Couple de variants	Axe / angle de désorientation	Désorientation entre les normales des plans d'habitat V_1 et V_n
le plus élevé	V_1-V_6, V_1-V_8	52.3°<133>$_\alpha$	75.4°
	V_1-V_{12}, V_1-V_{13}	60°<110>$_\alpha$	16.3°
	V_1-V_{24}	55.4°<110>$_\alpha$	163.7°
	V_1-V_{16}, V_1-V_{17}	50.5°<133>$_\alpha$	117°
	V_1-V_{14}, V_1-V_{15}	56.8°<133>$_\alpha$	104.6°
moyen	V_1-V_{21}	50.8°<233>$_\alpha$	63°
	V_1-V_9, V_1-V_{11}	55.0°<133>$_\alpha$	60.3°
	V_1-V_{18}, V_1-V_{19}	50.0°<334>$_\alpha$	104.6°
	V_1-V_5, V_1-V_3	14.1°<023>$_\alpha$	75.4°
le plus faible	V_1-V_{20}	49.3°<111>$_\alpha$	89.4°
	V_1-V_{22}	19.9°<014>$_\alpha$	63°
	V_1-V_{10}	11.9°<133>$_\alpha$	40.6°
	V_1-V_2	4.7°<011>$_\alpha$	163.7°
	V_1-V_7	16.6°<133>$_\alpha$	119.7°
	V_1-V_4	19.9°<014>$_\alpha$	119.7°
	V_1	-	-
variable	V_1-V_{23}	60.3°<334>$_\alpha$	180°

Tableau IV.3 : Récapitulatif du classement des couples de variants issus du modèle micromécanique

Globalement le tableau IV.3 montre que les couples de variants présentant une meilleure accommodation sont ceux qui sont fortement désorientés (de plus de 50°) et ceux correspondant à des joints faiblement désorientés présentent peu d'accommodation. Cependant aucune tendance monotone n'est observée par rapport à la désorientation entre les plans d'habitat des deux variants et leur classement selon le degré d'accommodation.

IV.4. Confrontation du modèle avec les observations expérimentales sur les couples de variants

IV.4.1. Comparaison avec la répartition des angles de désorientation

Rappel des résultats expérimentaux

Les courbes de répartition des angles de désorientation obtenues dans le chapitre III sur les échantillons bainitiques montrent :

- une forte proportion de joints faiblement désorientés avec un épaulement marqué vers 4-8° et des épaulements plus faibles vers 10-12° et 14-16°,
- la quasi-absence de joints désorientés d'environ 20°,
- une très faible fréquence des angles vers 50°,
- une forte proportion de joints désorientés de plus de 50°, avec deux pics vers 53° et 60° et un creux vers 56°.

Confrontation avec les résultats du modèle

Le modèle de sélection de variants ne permet pas d'expliquer la forte proportion de joints faiblement désorientés (<20°), observée en particulier sur les microstructures bainitiques formées à « haute » température. La très faible proportion de joints désorientés d'environ 20° peut être expliquée par la faible accommodation des couples de variants avec un angle de désorientation proche de 20°.

Cependant, la faible proportion de joints désorientés d'environ 50° n'est pas facilement compréhensible après l'étude du classement des couples de variants. En effet, les couples de variants avec un angle de désorientation proche de 50° sont répartis entre une forte ($50.5°<133>_\alpha$), une moyenne ($50.8°<233>_\alpha$ et $50.0°<334>_\alpha$) et une faible accommodation ($49.3°<111>_\alpha$).

Le pic vers 53° pourrait être lié au couple présentant la meilleure accommodation, soit $52.3°<133>_\alpha$. Quant au creux vers 56°, il est difficile d'en rendre compte car les couples de variants désorientés d'environ 55-57° présentent une bonne accommodation.

Le pic à 60° pourrait être expliqué par le couple $60°<110>_\alpha$ présentant une forte accommodation ou le couple $60.3°<433>_\alpha$ en considérant alors le système de cisaillement S_1 impliquant une accommodation élevée pour ce couple.

IV.4.2. Comparaison avec la répartition des couples axe/angle de désorientation

Taille de grains austénitiques comprise entre 30 et 40 µm

Le tableau IV.4 récapitule le classement des couples axe/angle minimal de désorientation obtenu avec les échantillons présentant une taille de grains austénitiques comprise entre 30 et 40 µm, c'est-à-dire :

- l'échantillon déformé par torsion puis recristallisé (noté Aust_ReX),
- les échantillons transformés de façon isotherme à 580°C (580_L2) et 530°C (530_L) pour une température d'austénitisation inférieure à 1070°C.

On constate que pour les trois échantillons considérés les couples de variants les plus faiblement présents sont ceux avec des angles compris entre 14 et 20° qui sont peu accommodants. Par ailleurs, le couple $11.9°<331>_{\alpha}$ est plus fortement présent dans l'échantillon obtenu par refroidissement continu, alors qu'il correspond également à une faible accommodation.

Les couples de variants les plus présents sont fortement désorientés (>50°). De plus, on constate une proportion croissante, lorsque la température de transformation diminue, des couples $60.3°<433>_{\alpha}$ et $55.4°<110>_{\alpha}$, qui correspondent à des variants possédant des plans d'habitat identiques ou proches d'un même plan $\{111\}_{\gamma}$. Le couple $55.4°<110>_{\alpha}$ est fortement accommodant quel que soit le plan p_1 considéré alors que le degré d'accommodation du couple $60.3°<433>_{\alpha}$ dépend fortement du plan p_1 choisi. Par ailleurs, le couple $60°<110>_{\alpha}$ qui correspond également à un joint entre variants possédant des plans d'habitat faiblement désorientés est peu présent malgré une bonne accommodation, avec toutefois une proportion croissante lorsque la température de transformation diminue.

Quant aux autres couples présentant une forte accommodation, ces derniers sont plus fortement présents dans les microstructures « haute » température ($52.3°<331>_{\alpha}$ et $56.8°<331>_{\alpha}$) que « basse » température, de même pour le couple $50.8°<332>_{\alpha}$ présentant une accommodation moyenne.

Aust_ReX		**580_L2**		**530_L**	
60.3° <433>$_\alpha$	**13,4**	60.3° <433>$_\alpha$	**15,7**	60.3°<433>$_\alpha$	**27,2**
50.8° <332>$_\alpha$	**12,1**	55.0° <331>$_\alpha$	**12,2**	55.3°<110>$_\alpha$	**11,7**
55.0° <331>$_\alpha$	**11,6**	56.8° <331>$_\alpha$	**10,6**	55.0°<331>$_\alpha$	**9,0**
56.8° <331>$_\alpha$	**10,2**	55.3° <110>$_\alpha$	**9,6**	56.8°<331>$_\alpha$	**7,9**
52.3° <331>$_\alpha$	**9,2**	50.8° <332>$_\alpha$	**9,4**	50.8°<332>$_\alpha$	**7,3**
50.5° <331>$_\alpha$	**7,9**	52.3° <331>$_\alpha$	**7,8**	52.3°<331>$_\alpha$	**6,3**
11.9° <331>$_\alpha$	**7,6**	50.5° <331>$_\alpha$	**7,6**	50.5°<331>$_\alpha$	**5,7**
50° <433>$_\alpha$	**6,2**	50° <433>$_\alpha$	**6,7**	11.9°<331>$_\alpha$	**5,1**
55.3° <110>$_\alpha$	**5,8**	49.3° <111>$_\alpha$	**5,5**	49.3°<111>$_\alpha$	**5,0**
49.3° <111>$_\alpha$	**5,3**	11.9° <331>$_\alpha$	**5,2**	50° <433>$_\alpha$	**4,6**
14.1° <223>$_\alpha$	**3,8**	60° <110>$_\alpha$	**2,4**	60° <110>$_\alpha$	**4,0**
60° <110>$_\alpha$	**1,9**	14.1° <223>$_\alpha$	**2,0**	14.1°<223>$_\alpha$	**1,7**
19.9° <410>$_\alpha$	**1,7**	16.6° <331>$_\alpha$	**2,0**	16.6°<331>$_\alpha$	**1,6**
19.9° <410>$_\alpha$	**1,7**	19.9° <410>$_\alpha$	**1,7**	19.9°<410>$_\alpha$	**1,5**
16.6° <331>$_\alpha$	**1,7**	19.9° <410>$_\alpha$	**1,6**	19.9°<410>$_\alpha$	**1,3**

Tableau IV.4 : Récapitulatif des proportions (en pourcentage) des couples axe/angle minimal de désorientation obtenues à partir d'échantillons présentant une taille de grains austénitiques comprise entre 30 et 40 µm.

Taille de grains austénitiques comprise entre 50 et 100 µm

Le tableau IV.5 récapitule les fréquences d'apparition des couples axe/angle de désorientation entre variants des domaines bainitiques des échantillons présentant une taille de grains austénitiques comprise entre 50 et 100 µm :

- échantillons déformés par torsion et refroidis directement après la déformation (microstructure ferrito-bainitique), notés Aust_déf,
- échantillon non déformé de la campagne de torsion, microstructure bainitique obtenue par refroidissement continu, noté non_déf,
- échantillons transformés en bainite de façon isotherme à 580°C (580_L1), 560°C (560_L) et 530°C (530_30s),
- échantillon trempé à l'eau froide afin d'obtenir une microstructure de martensite en lattes, noté mart.

Comme pour les échantillons avec une taille de grains austénitiques plus petite, les couples les moins fréquents sont ceux présentant des angles de désorientation compris entre 14 et 20° qui sont parmi les plus faiblement accommodants.

Le couple axe/angle le plus présent est 60.3°<433>$_\alpha$, avec une proportion plus élevée pour les microstructures formées à « basse » température. On rappelle que l'accommodation de ce couple est fortement liée au système de cisaillement S_1.

On constate que, pour l'échantillon martensitique, les joints les plus fréquents sont ceux formés par les variants possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$ (à l'exception du couple 4.7°<110>$_\alpha$ non étudié expérimentalement) ou variants formant les « paquets ». Ces variants correspondent à des couples axe/angle fortement accommodants quel que soit le plan p_1 considéré sauf pour 60.3°<433>$_\alpha$. Il en est de même pour la

microstructure bainitique « basse » température, avec néanmoins une proportion plus faible du couple 60°<110>$_\alpha$ par rapport à d'autres couples fortement désorientés (55.0°<331>$_\alpha$, 56.8°<331>$_\alpha$) qui présentent une accommodation élevée ou moyenne.

Les microstructures bainitiques formées à « haute » température présentent de fortes proportions de joints fortement désorientés correspondant aux couples axe/angle les mieux classés comme 52.3°<331>$_\alpha$ et 56.8°<331>$_\alpha$. De même, le couple 50.5°<331>$_\alpha$ est plus fortement présent dans les microstructures « haute » température que « basse » température.

Aust-déf		**non_déf**		**580_L1**		**560_L**		**530_30s**		**mart**	
60.3° <433>$_\alpha$	**14,8**	60.3° <433>$_\alpha$	**15,6**	60.3° <433>$_\alpha$	**26,3**	60.3° <433>$_\alpha$	**24,8**	60.3° <433>$_\alpha$	**43,4**	60.3° <433>$_\alpha$	**42,4**
55.0° <331>$_\alpha$	**13,2**	50.8° <332>$_\alpha$	**11,9**	55.3° <110>$_\alpha$	**12,0**	55.0° <331>$_\alpha$	**11,2**	55.3° <110>$_\alpha$	**13,7**	55.3° <110>$_\alpha$	**17,0**
56.8° <331>$_\alpha$	**11,4**	55.0° <331>$_\alpha$	**11,4**	50.8° <332>$_\alpha$	**9,1**	56.8° <331>$_\alpha$	**9,7**	55.0° <331>$_\alpha$	**6,5**	60° <110>$_\alpha$	**5,8**
50.8° <332>	**11,1**	56.8° <331>	**10,2**	55.0° <331>	**8,8**	55.3° <110>	**9,3**	56.8° <331>	**5,7**	55.0° <331>	**5,2**
52.3° <331>	**9,5**	52.3° <331>	**9,0**	56.8° <331>	**7,6**	50.8° <332>	**7,9**	50.8° <332>	**5,2**	56.8° <331>	**4,4**
50.5° <331>	**7,6**	50.5° <331>	**7,8**	50° <433>	**6,3**	52.3° <331>	**7,8**	60° <110>	**4,8**	50.8° <332>	**4,4**
55.3° <110>	**5,9**	55.3° <110>	**6,6**	52.3° <331>	**6,1**	50.5° <331>	**7,5**	49.3° <111>	**4,5**	52.3° <331>	**4,0**
50° <433>	**5,8**	11.9° <331>	**6,1**	50.5° <331>	**5,8**	49.3° <111>	**5,2**	52.3° <331>	**4,3**	49.3° <111>	**4,0**
11.9° <331>	**5,0**	50° <433>	**6,0**	49.3° <111>	**5,5**	11.9° <331>	**4,6**	50.5° <331>	**3,6**	50° <433>	**3,5**
49.3° <111>	**4,7**	49.3° <111>	**5,6**	60° <110>	**4,0**	50° <433>	**4,5**	50° <433>	**3,4**	50.5° <331>	**3,2**
14.1 <223>	**3,4**	14.1 <223>	**2,7**	11.9° <331>	**3,6**	60° <110>	**2,6**	11.9° <331>	**2,2**	11.9° <331>	**2,6**
19.9 <410>	**1,9**	60° <110>	**2,2**	14.1 <223>	**1,5**	14.1 <223>	**1,5**	19.9 <410>	**0,8**	19.9 <410>	**1,0**
60° <110>	**1,9**	19.9 <410>	**1,8**	19.9 <410>	**1,4**	19.9 <410>	**1,2**	19.9 <410>	**0,7**	19.9 <410>	**0,9**
16.6° <331>	**1,9**	19.9 <410>	**1,8**	19.9 <410>	**1,3**	19.9 <410>	**1,1**	14.1 <223>	**0,7**	16.6° <331>	**0,8**
19.9 <410>	**1,8**	16.6° <331>	**1,4**	16.6° <331>	**0,7**	16.6° <331>	**1,1**	16.6° <331>	**0,5**	14.1 <223>	**0,8**

Tableau IV.5 : Récapitulatif des proportions (en pourcentage) des couples axe/angle minimal de désorientation de microstructures obtenues à partir de grains austénitiques compris entre 50 et 100 µm.

L'étude de la fréquence d'apparition des couples axe/angle minimal de désorientation des microstructures obtenues à « haute » ou « basse » température ne permet pas de trancher si une des deux microstructures est mieux expliquée par le critère d'auto-accommodation, malgré une plus forte proportion du couple 11.9°<331>$_\alpha$ dans les microstructures bainitiques formées à « haute » température qui présente une faible accommodation. En effet, la forte proportion de joints faiblement désorientés des microstructures de bainite supérieure observée expérimentalement et dans la littérature ([GOU00], [ZAJ05]) sur les histogrammes des seuls angles de désorientation ne transparaît pas sur les histogrammes de répartition des couples

axe/angle de désorientation. Il est vrai que nous ne pouvons pas tenir compte expérimentalement du couple de variants le plus faiblement désorienté qui présente une accommodation faible, néanmoins nous nous attendions à une proportion plus élevée des joints désorientés d'environ 12°. Les axes de rotation considérés dans la relation d'orientation de Kelly ne permettent peut-être pas de tenir compte des joints faiblement désorientés observés sur les courbes de répartition des seuls angles de désorientation.

Par ailleurs, il faut noter la très forte proportion de joints entre variants possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$ dans les microstructures de martensite en lattes et de bainite formées à « basse » température, soit entre 62 et 65% des joints étudiés, et la forte fréquence d'apparition du couple $60.3°<433>_\alpha$ observée pour tous les échantillons. Cette dernière pourrait être expliquée par un critère d'auto-accommodation si l'on considérait le système de cisaillement S_1 pour lequel le couple $60.3°<433>_\alpha$ est le plus accommodant. Ce plan p_1 correspond à une amplitude de déformation macroscopique maximale (en l'occurrence 0.56 pour le plan d'habitat $\{557\}_\gamma$).

IV.5. Modèle de sélection de variants à plus de deux variants de bainite

Les groupements ont été réalisés à partir des données de la littérature [KAL86] et des observations expérimentales du chapitre III. Ainsi les regroupements par 3, 4, 6 et 8 variants considérés sont présentés sur le tableau IV.6 suivant :

	nom	Variants	Désorientations
3 variants	3V_p1	V1 V2 V23	**Bloc** $4.7°<011>_\alpha$, désorientation proche de la relation de **macle** : $60.3°<433>_\alpha$ et $60°<110>_\alpha$
	3V_p2	V1 V2 V24	**Bloc**, $55.3° <110>_\alpha$ et $60° <110>_\alpha$
	3V_p3	V1 V12 V13	$60° <110>_\alpha$
	3V_p4	V1 V23 V24	'**macle**', $55.3° <110>_\alpha$ et $60° <110>_\alpha$
	3V_D	V1 V23 V10	'**macle**', $11.9° <331>_\alpha$ et $49.29° <111>_\alpha$
	3V_B1	V6 V14 V24	$14.1 <223>_\alpha$, $11.9° <331>_\alpha$ et $19.9°<410>_\alpha$
	3V_B2	V6 V12 V24	$14.1 <223>_\alpha$, $4.7° <110>_\alpha$ et $11.9°<331>_\alpha$
	3V_Al1	V12 V15 V4	-
	3V_Al2	V13 V14 V18	-
4 variants	4V_p1	V1 V2 V12 V24	2 **blocs** (même paquet)
	4V_p2	V1 V2 V13 V24	2 couples de variants proches de la relation de **macle** (même paquet)
	4V_D	V1 V23 V10 V20	Pôles $\{111\}_\alpha$ proches d'un même pôle$\{110\}_\gamma$
	4V_B1	V6 V17 V12 V24	2 **blocs** les plus faiblement désorientés d'une même zone de Bain

	nom	Variants	Désorientations
4 variants	4V_B2	V8 V14 V12 V24	2 **blocs** les plus fortement désorientés d'une même zone de Bain
	4V_Mix1	V4 V9 V11 V15	**Bloc** + '**macle'** + Pôles $\{110\}_\gamma$ proches
	4V_Mix2	V6 V9 V11 V15	**Bloc** + '**macle'** + Pôles $\{110\}_\gamma$ proches
	4V_Mix3	V7 V9 V11 V15	**Bloc** + '**macle'** + Pôles $\{110\}_\gamma$ proches
	4V_Al1	V5 V12 V15 V22	-
	4V_Al2	V 14 V15 V18 V21	-
6 variants	6V_P	V1 V2 V12 V13 V23 V24	Plans $\{557\}_\gamma$ proches d'un même pôle $\{111\}_\gamma$
	6V_Al1	V4 V8 V14 V15 V18 V21	-
	6V_Al2	V5 V6 V10 V13 V17 V23	-
8 variants	8V_B	V6 V8 V12 V14 V17 V18 V21 V24	1 zone de Bain
	8V_Al1	V1 V4 V12 V14 V15 V18 V21 V24	-
	8V_Al2	V1 V13 V4 V9 V13 V17 V20 V23	-
P pour « **paquet** » : variants avec des plans d'habitat proches d'un même pôle $\{111\}_\gamma$, **D** pour « **direction** » : pôles $\{111\}_\alpha$ proche d'un même pôle $\{110\}_\gamma$, **B** pour « **Bain** » : variants d'une même zone de Bain, **Mix** pour 'mixte' : **regroupement mixte** avec des variants d'un paquet et d'autres avec des pôles $\{111\}_\alpha$ proches d'un même pôle $\{110\}_\gamma$, **Al** pour « **aléatoire** » : prise aléatoire de variants.			

Tableau IV.6 : Groupements de variants étudiés en termes d'accommodation des déformations de transformation

Les calculs sur l'accommodation des différents groupes de variants ont été réalisés pour un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$ et en considérant des plans p_1 associés à une amplitude de déformation de transformation macroscopique minimale et maximale afin d'étudier l'influence du plan p_1 sur le classement des groupes de variants. Par ailleurs, le plan p_1 correspondant à l'amplitude de déformation macroscopique minimale étant le plan associé au maclage, nous avons également considéré le plan p_1 induisant une déformation de transformation légèrement supérieure (0.33 contre 0.30).

Sur la figure IV.22 présentant la contrainte équivalente dans l'austénite (a) et l'énergie élastique stockée (b) pour les différents groupes de variants étudiés, on constate que :

- Les groupes de variants présentant une plus **forte accommodation** sont ceux possédant des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_\gamma$, et ce quel que soit le plan p_1 considéré, avec néanmoins une plus faible accommodation pour les groupes de 3 et 4 variants comprenant des variants faiblement désorientés.

- Le plan p_1 joue principalement sur le classement des variants possédant un pôle $\{111\}_\alpha$ proche d'un même pôle $\{110\}_\gamma$. Ces regroupements sont les moins accommodants lorsque l'on considère les plans p_1 liés à une amplitude de déformation

macroscopique minimale et ils présentent une meilleure accommodation (« moyenne ») pour le plan p_1 associé à la déformation de transformation maximale.

- Les groupes comprenant des variants faiblement désorientés issus d'une même zone de Bain présentent systématiquement une faible accommodation.

De plus, on rappelle que les niveaux de contrainte dans l'austénite et d'énergie élastique stockée pour les **couples** de variants étaient compris entre respectivement **13 et 48 MPa**, et **0.060 et 0.066 MJ/m^3**, quel que soit le plan p_1 considéré. Ainsi, le groupe de 6 variants formant les « paquets », ainsi que le groupe de 3 variants des paquets désorientés de $60°<110>_\alpha$ présentent une meilleure accommodation que celle observée sur les couples de variants, quel que soit le plan p_1 considéré. D'autres groupes de variants (formés de variants des « paquets ») présentent une meilleure accommodation que l'accommodation optimale observée pour les couples de variants mais pour un plan p_1 donné. On constate également que quel que soit le regroupement de plus de 2 variants et le plan p_1 considérés, les niveaux de contraintes dans l'austénite et d'énergie élastique stockée sont inférieurs aux niveaux les plus élevés obtenus avec les couples de variants.

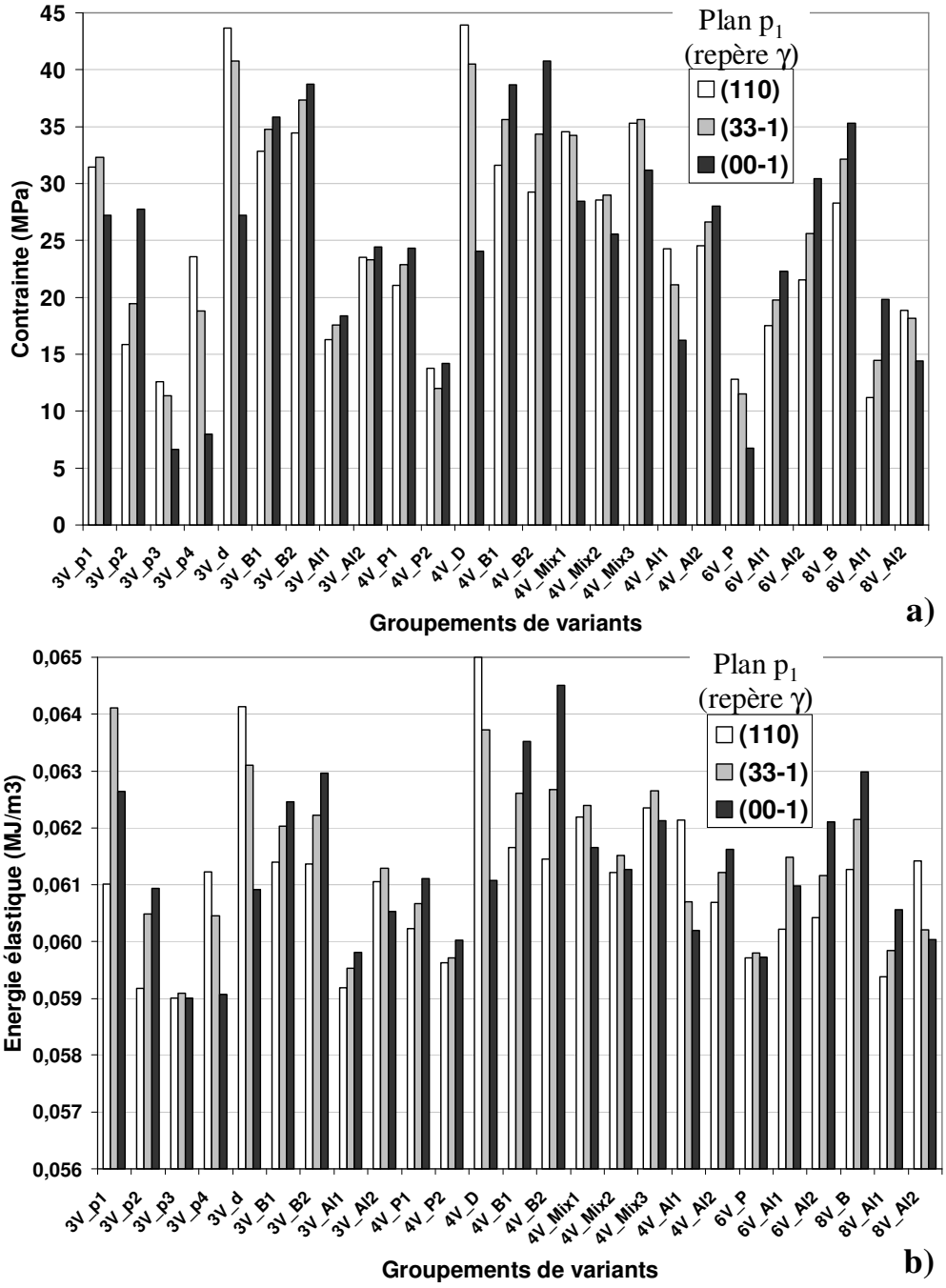


Figure IV.22 : Répartition des couples axe/angle minimal de désorientation entre variants des regroupements présentés au tableau IV.6.

IV.6. Confrontation du modèle avec les groupements de variants observés expérimentalement

IV.6.1. Microstructures formées à « haute » température

L'étude des regroupements de variants dans d'anciens grains austénitiques sur des microstructures partiellement et totalement transformées en bainite pour des températures de transformation supérieures à 560°C a donné les résultats suivants :

- les microstructures **partiellement transformées en bainite** (essais interrompus par transformation martensitique) montrent principalement des regroupements de 2 ou 3 variants bainitiques. Les groupes de **2 variants** sont composés de variants proches de la relation de macle ($60.3°<433>_{\alpha}$), de variants faiblement désorientés possédant un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$ et de variants de « bloc » faiblement désorientés présentant des plans d'habitat également faiblement désorientés. Les groupes de **3 variants** sont composés de variants proches de la relation de macle et/ou faiblement désorientés : soit avec des plans d'habitat proches d'un même plan $\{111\}_{\gamma}$, soit possédant un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$, soit les variants les plus faiblement désorientés d'une même zone de Bain.

- Quant aux échantillons **totalement transformés en bainite**, ils présentaient également des groupements de **4 variants** possédant un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$, faiblement désorientés appartenant à une même zone de Bain ou des regroupements « mixtes » avec des variants proches de la relation de macle et des variants faiblement désorientés (variants de « bloc » ou possédant un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$).

Les résultats du modèle micromécanique de sélection de variants montrent que les couples de variants faiblement désorientés sont très peu accommodants et que l'accommodation des déformations de transformation du couple $60.3°<433>_{\gamma}$, proche de la relation de macle, dépend fortement du plan de cisaillement p_1 considéré. En effet ce couple de variants présente une forte accommodation seulement lorsque le plan p_1 considéré correspond à une amplitude élevée de la déformation de transformation.

Les regroupements à plus de 2 variants observés dans ces microstructures formées à « haute » température présentent des accommodations très faibles ou moyennes selon le plan p_1 considéré. En effet, le groupe composé de 3 variants dont deux proches de la relation de macle et deux variants de « bloc » est bien moins accommodant que le groupe complet formé de 6 variants, probablement à cause de la présence des variants faiblement désorientés, peu accommodants. De plus, les variants faiblement désorientés issus d'une même zone de Bain présentent peu d'accommodation quel que soit le plan p_1 considéré. Quant aux variants possédant un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$, leur degré d'accommodation varie d'une valeur minimale par rapport aux autres groupes à moyenne selon le plan p_1 considéré. Le plan p_1 correspondant à une amplitude maximale de la déformation de transformation mène à une accommodation moyenne par rapport aux autres groupes de plus de 2 variants.

IV.6.2. Microstructures formées à « basse » température

La microtexture de la **bainite formée à 530°C** de façon isotherme présente une répartition des angles et des couples axe/angle qui diffère de celle des bainites formées à plus haute température. En effet, dans la microstructure formée à 530°C, le couple $60.3°<433>_{\alpha}$ est largement dominant comme le montrent les échantillons partiellement transformés. Quant aux échantillons totalement transformés, les groupements sont quasiment tous reliés à des variants partageant des plans d'habitat faiblement désorientés, avec en général 4 variants et plus par groupe. Dans de rares cas, des groupes de 3 variants possédant un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$ ont aussi été observés, ce regroupement possédant des variants proches de la relation de macle.

Si l'accommodation du couple $60.3°<433>_{\alpha}$ est fortement liée au plan p_1 considéré, ce n'est pas le cas des groupements de variants possédant des plans d'habitat faiblement désorientés qui présentent une forte accommodation quel que soit le plan de cisaillement p_1 considéré (excepté pour les groupes de 3 variants comprenant un couple de variants faiblement désorientés). Ainsi le regroupement par « **paquets** » des **microstructures bainitiques** formées à **« basse » température** peut être expliqué par un **critère d'auto-accommodation** de la déformation de transformation entre variants.

De même, la microstructure de **martensite en lattes** est composée de regroupements de variants en « **paquets** ». De plus, on observe plus régulièrement la présence de « **blocs** » formés de deux variants faiblement désorientés que dans la microstructure bainitique formée à « basse » température. Par ailleurs, les joints de blocs présentant une désorientation proche de la relation de macle sont les plus présents, largement plus fréquents que les désorientations $55.4°<110>_{\alpha}$ et $60.0°<110>_{\alpha}$. Ainsi, la microstructure martensitique formée de « paquets » peut être également expliquée par un **critère d'accommodation** des déformations de transformation entre variants et cela sans avoir forcément à faire un choix pour le plan de cisaillement p_1. Néanmoins les groupes de 3 et 4 variants observés présentent majoritairement des **joints proches de la relation de macle** qui sont meilleurs en accommodation pour le plan p_1 correspondant à une forte amplitude de la déformation de transformation.

IV.7. Conclusion

L'étude sur la **sensibilité** de la première partie du modèle aux **paramètres d'entrée de la PTMC** a montré que le choix du plan du second système de cisaillement pour une valeur particulière de l'amplitude de cisaillement, notée $g_{2\ conv}$, permet de fixer le plan d'habitat et la relation d'orientation. Quant au choix du plan du premier système de cisaillement, il influence fortement l'amplitude de la déformation macroscopique.

Nous avons également étudié la **sensibilité** des résultats aux paramètres du **modèle micromécanique** comme par exemple les paramètres de la PTMC, le facteur de forme des ellipsoïdes ou la vitesse de déformation. Nous avons constaté que seul le plan de cisaillement p_1 avait une forte influence sur le classement des couples de variants.

Les principaux regroupements de variants des **microstructures bainitiques** formées à **« haute » température** comprenant principalement des variants faiblement désorientés ($4.7°<110>_\alpha$ et $11.9°<133>_\alpha$) et ceux proches de la relation de macle ($60.3°<433>_\alpha$) présentent respectivement une faible accommodation et une accommodation fortement fonction du plan p_1 considéré. Ainsi, si l'on considère le plan p_1 correspondant à une amplitude élevée de la déformation de transformation, soit 0.56, l'accommodation du couple $60.3°<433>_\alpha$ est maximale par rapport aux autres couples de variants et celle liée aux variants possédant un pôle $\{111\}_\alpha$ au voisinage d'un même pôle $\{110\}_\gamma$ est moyenne et non très faible comme c'est le cas pour les plans p_1 liés à une faible amplitude de la déformation macroscopique. Cependant, l'étude de la répartition des **couples axe/angle** de désorientation sur les microstructures totalement transformées montre de nombreux joints fortement désorientés présentant une forte accommodation. Ainsi les groupements de variants ne présentent pas d'accommodation considérable, mais peut être est-ce le cas des différents groupes entre eux qui ne seraient alors pas répartis de façon aléatoire**.**

Les microtextures de **bainite** formées à **« basse » température** et de la **martensite en lattes** peuvent être expliquées par un critère d'auto-accommodation de la déformation de transformation vu la forte accommodation liée aux groupements de variants possédant un plan d'habitat proche d'un même plan $\{111\}_\gamma$ ou regroupement en « **paquets** » selon la nomenclature de Morito et coll. [MOR03] et ce quel que soit le plan p_1 considéré. Néanmoins si l'on considère les premiers couples de variants bainitiques formés, désorientés de $60.3°<433>_\alpha$, et la forte fréquence d'apparition de ce couple de désorientation dans les joints de paquets, on serait peut être alors amené à choisir le plan de cisaillement p_1 correspondant à une forte amplitude de la déformation de transformation afin de considérer une forte accommodation pour le couple $60.3°<433>_\alpha$ et les groupes de 3 ou 4 variants possédant cette désorientation par rapport aux autres couples axe/angle possibles comme $60°<110>_\alpha$ ou $55.4°<110>_\alpha$.

Les microstructures « haute » et « basse » température présentent une problématique semblable quant au choix du plan du premier système de cisaillement, p_1. En effet, le plan p_1 lié à une amplitude maximale de la déformation macroscopique mène à une meilleure accommodation du couple $60.3°<433>_\alpha$ et par conséquent des groupes où il est présent, comme celui de 4 variants possédant un pôle $\{111\}_\alpha$ au voisinage d'un même pôle $\{110\}_\gamma$. Or ce couple est le plus fréquemment observé quelle que soit la microstructure, nous considérons donc que cette valeur particulière de p_1 est la plus représentative des microstructures étudiées, c'est-à-dire celle qu'il faut considérer pour l'étude de l'accommodation des groupes de variants.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les deux objectifs majeurs fixés lors de ces travaux de thèse sur l'étude de la sélection des désorientations entre variants à l'échelle des microtextures étaient les suivants :

- Réaliser une étude expérimentale des distributions de variants au sein des anciens grains d'austénite, selon des méthodes semi-automatiques portant sur l'identification de joints de grains (couples de variants) et selon une démarche manuelle, prometteuse même si elle fournit moins de données (moindre représentativité statistique des résultats) car elle permet d'étudier des groupements de plus de deux variants.
- Améliorer un modèle micromécanique existant afin d'obtenir des champs de contraintes et de déformation plus réalistes, ce qui nous a autorisé à comparer les prédictions du modèle aux données expérimentales.

Bilan de l'étude expérimentale sur la répartition des variants au sein d'anciens grains austénitiques à l'aide de l'analyse EBSD

L'étude de l'effet de l'état de l'austénite avant transformation sur la sélection des désorientations entre variants à l'échelle locale a été biaisée par la formation d'une microstructure ferrito-bainitique pour les échantillons déformés par torsion puis refroidis directement. La présence de ferrite a pu influencer la formation ultérieure des variants de bainite au cours du refroidissement et donc nous ne pouvons trancher sur l'effet seul de l'état déformé de l'austénite. Les autres états de l'austénite testés (non déformé ou déformé puis recristallisé) n'ont **pas montré d'effet notable de ce paramètre** sur la répartition des variants pour l'acier et les conditions de transformation considérées.

Les essais de transformation isotherme nous ont permis de confirmer la **distinction** entre les microstructures **bainitiques** formées à **« haute »** et **« basse » température** à partir, en premier lieu, de la distribution des seuls angles de désorientation entre variants voisins.

L'étude de la répartition des couples axe/angle a montré **l'importance** de considérer **l'axe de rotation** en plus de l'angle de désorientation. Par exemple, il existe deux couples axe/angle avec un angle proche de 60° qui pourraient expliquer le pic élevé observé sur les courbes de répartition des seuls angles de désorientation. Nous avons constaté qu'un seul de ces couples ($60.3°<433>_{\alpha}$) contribuait majoritairement à la forte proportion de joints désorientés de 60°. Cette méthode est en revanche sensible à la relation d'orientation considérée, de par la variation des axes de rotation considérés pour des angles proches.

Les microstructures de **bainite** formées à **« haute » température, soit entre environ 560 et 580°C,** présentent une forte proportion de joints faiblement désorientés sur les courbes de répartition des seuls angles de désorientation ainsi que dans les regroupements de variants. Cependant les couples axe/angle fortement désorientés sont les plus présents, avec en particulier le couple $60.3°<433>_{\alpha}$, proche de la relation de macle. Ce couple est le plus fréquent dans les histogrammes de paires axe/angle et il est aussi largement présent au sein des groupements de variants. Par ailleurs, on confirme qu'aucun groupe de plus de 3 variants d'un même « paquet », selon la nomenclature de Morito et coll. [MOR03], n'est observé sur les microtextures bainitiques formées à « haute » température. La faible fréquence des paires

axe/angle avec de faibles angles de désorientation (12° à 16°) selon la méthode de la « composante CSL modifiée » peut être due aux **axes de rotation** des couples axe/angle de la relation d'orientation utilisée, qui seraient trop éloignés des axes de désorientation réels.

Quant aux microtextures de **bainite** formées à **« basse » température** et de **martensite en lattes**, elles sont principalement composées de groupes de plus de 4 variants formant les « paquets », avec une forte proportion de joints $60.3°<433>_{\alpha}$.

Modélisation micromécanique de la sélection de variants

Le modèle de sélection de variants utilisé dans ces travaux est une version améliorée d'un modèle existant à l'aide de l'implémentation des lois de comportement élastoplastiques pour les phases austénitique et bainitique et d'un algorithme de convergence « quasi » simultanée de la relaxation des contraintes de transformation pour toutes les phases. Ce modèle nous permet ainsi d'obtenir des niveaux de déformation et de contrainte plus adéquats et réalistes qu'avec la version antérieure à notre étude.

L'étude de sensibilité aux paramètres d'entrée du modèle a montré une influence majeure quant au choix du plan du premier système de cisaillement, p_1, après avoir fixé le second système de cisaillement ainsi qu'une valeur spécifique pour l'amplitude du cisaillement, $g_{2\,conv}$ (c'est-à-dire après avoir fixé un plan d'habitat et une relation d'orientation). On a donc gardé différentes valeurs de ce paramètre p_1 lors de l'étude du classement des couples de variants car on ne peut pas déterminer ce paramètre expérimentalement. Dans ces conditions d'utilisation, nous avons pu faire les comparaisons suivantes avec l'expérience.

La forte proportion de joints **faiblement désorientés** des microstructures bainitiques formées à **« haute » température**, visible sur les courbes de répartition des seuls angles de désorientation ou parmi les groupements de variants, ne peut **pas** être expliquée par un critère **d'auto-accommodation** au sens du modèle utilisé ici. Même les groupements de 3 ou 4 variants comprenant des variants peu désorientés et d'autres proches de la relation de macle ne présentent qu'une accommodation faible ou moyenne selon le paramétrage du modèle considéré. C'est le cas des regroupements de variants possédant chacun un pôle $\{111\}_{\alpha}$ proche d'un même pôle $\{110\}_{\gamma}$ qui sont très faiblement ou moyennant accommodants selon le plan p_1 considéré, avec une meilleure accommodation pour le plan p_1 lié à une forte amplitude de la déformation macroscopique de transformation. De plus, le couple $60.3°<433>_{\alpha}$ fortement présent n'est accommodant que si l'on considère le plan p_1 (premier cisaillement hétérogène de la PTMC) correspondant à une forte amplitude de la déformation de transformation. Par ailleurs, nous avons relevé des fréquences élevées de couples de variants **fortement désorientés** sur les histogrammes de répartition des **couples axe/angle**, ces couples présentant une **accommodation** forte ou moyenne. Ainsi une fraction non négligeable des groupements de variants observés expérimentalement semble peu accommodante mais une possible accommodation entre les groupes peut avoir lieu lors de la formation des microstructures bainitiques à « haute » température. **Il faut néanmoins rechercher un autre critère d'auto-accommodation entre variants, voire un critère autre qu'un critère d'auto-accommodation mécanique, pour expliquer les variants des premiers regroupements formés**.

Les microtextures de **bainite « basse » température** et de **martensite en lattes** sont principalement constituées de groupes de plus de 3 variants formant les « **paquets** ». Ces groupes présentent une forte accommodation et ce, quel que soit le plan de cisaillement p_1

considéré. Le critère d'auto-accommodation permet dont d'expliquer ces microstructures qui seraient également insensibles au choix du système de cisaillement S_1. Néanmoins, les microstructures partiellement transformées en bainite ainsi que la forte proportion de joints proches de la relation de macle pourraient induire un choix spécifique pour le plan p_1 correspondant à une forte accommodation du couple $60.3°<433>_\alpha$, ce qui conforterait le critère d'auto-accommodation de ces microstructures.

Ainsi, nous considérons que le choix du plan p_1 lié à une amplitude maximale de la déformation de transformation permet de mieux comprendre les microstructures étudiées et qu'il nous faudrait considérer comme plus significatif le classement des couples de variants obtenu avec cette valeur particulière de p_1.

Perspectives

Une étude en 3D des microstructures bainitiques, par analyses EBSD de coupes sériées réalisées manuellement ou préférentiellement par FIB, nous permettrait de déterminer la réelle morphologie des paquets de lattes de bainite et leur imbrication. L'objectif est de mieux comprendre la répartition des variants bainitiques au sein d'un ancien grain austénitique et d'améliorer les hypothèses sur la morphologie des variants et sur l'identité des premiers regroupements entre variants dans le modèle micromécanique.

De plus, ce « détour » par l'étude de la morphologie 3D nous permettrait de déterminer les effets de coupe potentiellement interprétés comme des effets d'échantillonnage, afin d'améliorer l'étude des microstructures 2D.

La connaissance de la morphologie de ces microstructures nous permettrait également d'envisager d'autres types de modélisation que les approches par champs moyens. En effet, le modèle à champs moyens considère une contrainte homogène par phase. Ce type de modèle ne rend donc pas compte des concentrations de contrainte aux interfaces interphase. Une détermination en 3D de la microtexture des paquets de bainite pourrait donc à terme faciliter le développement de modèles par éléments finis ou par méthode de champs de phase, permettant de prendre en compte l'hétérogénéité des contraintes et des déformations dans la microstructure en cours de transformation.

Entre-temps, même en conservant une modélisation en champs moyens, d'autres améliorations pourraient être réalisées sur le modèle micromécanique afin de mieux expliquer les microtextures « haute » température :

- tenir compte de l'anisotropie élastique de l'austénite et de la bainite à haute température, en trouvant néanmoins les données expérimentales adéquates,
- définir un nouvel algorithme de convergence avec une amplitude croissante de la déformation de transformation, au lieu d'une amplitude constante de cette déformation et d'une amplitude croissante de la déformation « plastique » par phase ; une tentative en ce sens n'a pu être menée à terme faute de temps pour fiabiliser la programmation de l'algorithme,
- introduire de nouvelles lois de comportement. En effet, le niveau d'énergie élastique obtenu est très faible (environ $0.06 MJ/m^3$ soit environ 0.4 J/mol), les lois de comportement sans seuil utilisées ne sont donc pas bien adaptées à notre problème car elles décrivent mal les premiers stades de la déformation. Il nous faudrait réaliser des essais de traction à chaud pour déterminer le domaine élastique de notre matériau en petites déformations et en tenir compte dans une nouvelle loi de comportement.

ANNEXE A

L'annexe A compile différents modèles de sélection de variants (initialement) réalisés dans l'objectif de prédire des textures à l'échelle globale en accord avec les textures observées expérimentalement.

A.1. Systèmes de glissement et réaction de dislocations

Ce modèle, initialement proposé par Haslam et coll. [HAS73] puis développé par l'équipe de Jonas, repose sur la présence de dislocations dans l'austénite avant la transformation de phase. Il est par conséquent uniquement applicable dans le cas d'une austénite déformée et non recristallisée avant transformation.
A partir du modèle de plasticité cristalline de Bishop et Hill (B-H) et de la relation d'orientation de KS, cette approche établit une correspondance entre les 24 systèmes de glissement de la structure CFC de l'austénite, nommés selon la notation de B-H, et les axes de rotation des 24 variants issus de la relation de KS. En effet, pour chaque variant KS, un axe de rotation de type $<112>_\gamma$ (tableau I.1) est perpendiculaire à une direction de glissement et repose dans le plan de glissement associé, comme le montre le tableau A.5 qui présente les 12 premiers systèmes de glissement, les 12 autres correspondant aux vecteurs de Burgers opposés, notés de la même manière mais avec un signe moins, par exemple aIII pour le vecteur de Burgers $[1\text{-}10]_\gamma$ et -aIII pour $[\text{-}110]_\gamma$.

Plan	$a(111)_\gamma$			$b(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma$			$c(\bar{1}11)_\gamma$			$d(1\bar{1}1)_\gamma$		
axe	I	II	III	I	II	III	I	II	III	I	II	III
Burgers : $<110>_\gamma$	$[01\bar{1}]$	$[\bar{1}01]$	$[1\bar{1}0]$	$[0\bar{1}1]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$	$[0\bar{1}1]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}01]$	$[110]$
KS : $<112>_\gamma$	$[2\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}2\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[\bar{2}\bar{1}1]$	$[1\bar{2}1]$	$[112]$	$[211]$	$[\bar{1}\bar{2}1]$	$[\bar{1}1\bar{2}]$	$[\bar{2}\bar{1}1]$	$[121]$	$[1\bar{1}2]$

Tableau A.1 : Systèmes de glissement définis selon la notation de Bishop et Hill avec les axes de rotation des variants KS associés.

Pour chaque orientation de l'austénite, l'activité des systèmes de glissement $\{111\}<1\text{-}10>_\gamma$ est calculée selon un modèle de plasticité cristalline qui varie selon les auteurs et le mode de déformation appliqué au matériau. Les calculs réalisés sur les textures globales prennent implicitement en compte les désorientations internes des grains d'austénite déformés. Les variants sélectionnés sont ceux qui correspondent aux systèmes de glissement les plus actifs. Cependant, les résultats obtenus à partir de ce modèle indiquent que des variants supplémentaires sont nécessaires pour compléter les textures prédites [DAV81].

Ainsi, un second critère a été ajouté par Sum et Jonas [SUM99] à partir des réactions coplanaires entre dislocations glissiles : les réactions ont lieu lorsque deux dislocations de vecteurs de Burgers différents localisées dans un même plan de glissement ou sur des plans de glissement parallèles présentant du glissement dévié se combinent pour produire un nouveau

vecteur, ce dernier peut être lié à une dislocation glissile initialement éliminée par le critère de cisaillement. Ce modèle a été appliqué avec succès à différents chemins de déformation de l'austénite : déformation plane par laminage, traction et compression axisymétrique, cisaillement simple ([WIT00], [WIT01]). Néanmoins, l'étude de Godet et coll. [GOD03] a montré des limitations de ce modèle car des désaccords subsistent entre les variants observés expérimentalement et ceux prédits par ce critère.

A.2. Interaction entre système de glissement et contrainte appliquée

Higo et coll. [HIG74] ont étudié la sélection de variants après une transformation martensitique sous charge, par traction ou compression uniaxiale, dans des monocristaux Fe-17.7Cr-13.6Ni. Leur modèle s'appuie sur le processus de double cisaillement, proposé par Bogers et Burgers [BOG64], afin d'expliquer la transformation d'un réseau CFC en un réseau CC. Ainsi, Higo et coll. ont constaté que la fréquence d'apparition des variants, au niveau des bandes de déformation, est principalement liée à la direction et au sens de la contrainte appliquée. Ils considèrent non pas des dislocations parfaites mais des dislocations partielles de Shockley. Ils expliquent leurs résultats en supposant que le premier cisaillement $^1/_6\{111\}_\gamma<11\text{-}2>_\gamma$ est celui qui est affecté par la contrainte appliquée lors de la transformation de phase, le second cisaillement se produirait alors spontanément et de manière à compléter la transformation. Les variants de martensite privilégiés par traction ou par compression sont donc ceux qui présentent un facteur de Schmid positif ou négatif respectivement quant au premier système de glissement $\{111\}_\gamma<11\text{-}2>_\gamma$.

A.3. Interactions entre les systèmes de glissement et l'orientation des plans d'habitat

Bokros et Parker [BOK63] ont étudié le mécanisme de réaction en chaîne pendant la transformation martensitique dans des monocristaux de Fe-Ni, et ce avec ou sans déformation préalable de l'austénite. La surface du monocristal non déformé présente des traces dues aux 24 variants tandis que celle du monocristal déformé montre un réseau très régulier de traces composé de seulement quelques variants. Les variants privilégiés dans les monocristaux déformés sont ceux dont les plans d'habitat de type $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$ sont presque perpendiculaires aux plans de glissement du système $\{111\}_\gamma<1\text{-}10>_\gamma$ actifs lors de la pré-déformation de l'austénite, cependant les variants dont les plans d'habitat sont perpendiculaires à la direction de glissement active sont absents (figure A.2.a). Ce comportement est supposé résulter de la formation d'une sous-structure anisotrope de dislocations durant la déformation de l'austénite. Par ailleurs, Bokros et Parker ont observé que des groupes de quatre variants dont la normale au plan d'habitat est proche d'une même direction $[110]_\alpha$ se forment de façon privilégiée par « couplage parallèle » qu'ils expliquent par les interactions entre la contrainte de cisaillement induite dans l'austénite environnante lors de la formation d'un variant et l'orientation des plans d'habitat des autres variants (figure A.2.b).

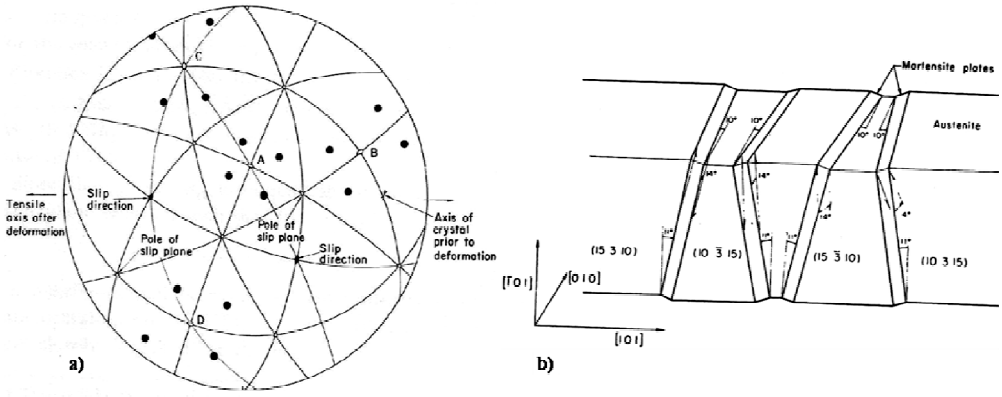


Figure A.2 : a) Représentation stéréographique des plans d'habitat d'un échantillon prédéformé, b) Illustration schématique du cisaillement coopératif lors du couplage parallèle [BOK63]

Borik et Richman [BOR67] ont appliqué ce modèle à un acier polycristallin (0.3C-12Cr-6Ni) laminé à 93% dans le domaine austénitique puis ayant subi une transformation martensitique partielle. La martensite présente également un plan d'habitat de type $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$. Le critère d'exclusion proposé par Bokros et Parker a été constaté, c'est-à-dire que seuls les variants dont les plans d'habitat n'étaient pas perpendiculaires aux directions de glissement actives ont été identifiés. Par ailleurs, Davis et Bateman [DAV81] ont rapporté des erreurs systématiques entre les textures produites dans un alliage Fe-30Ni par ce modèle et les textures expérimentales.

A.4. Interaction entre la déformation de transformation et une contrainte appliquée ou interne

Les modèles présentés dans ce paragraphe sont basés sur les interactions entre une contrainte appliquée ou un champ de contrainte interne [KAT01] et les déformations de transformation, évaluées de différentes façons :

- déformation homogène permettant le passage d'une structure cristalline à une autre ([FUR87], [HUM07]),
- de façon à rendre compte des relations d'orientation observées : changement de structure cristalline et rotation de corps rigide [KAT01],
- de manière à expliciter la déformation à plan invariant : changement de structure cristalline et cisaillement à réseau invariant [HAN04],
- déformation de transformation « complète » selon la PTMC [KUN06].

Le modèle proposé par Furubayashi [FUR87] ou « modèle de la déformation de Bain » ne considère que les trois variants issus de la déformation de Bain (cf. §I.2.1) où « l'axe de compression » de chaque variant est parallèle à un axe de type $<001>_\gamma$ de l'austénite. L'hypothèse majeure peut être formulée de la manière suivante : lors d'une compression uniaxiale, les variants de Bain favorisés sont ceux dont « l'axe de compression » est le moins désorienté par rapport à la direction de la contrainte appliquée. Les textures prédites avec ce modèle sont en bon accord avec les textures expérimentales obtenues après transformation martensitique d'un alliage Fe-Ni laminé [FUR87]. Par ailleurs, Yasuda et coll. [YAS99] ont appliqué ce modèle avec succès à un alliage Cu-40Zn préalablement déformé par laminage, après une transformation de phase diffusionnelle, en supposant que les variants privilégiés induisent une réduction des contraintes résiduelles de la phase parente. Ce modèle donne de bons résultats bien qu'il ne considère que la déformation de Bain, soit la déformation

homogène du réseau, alors que la déformation de la transformation martensitique est composée d'une forte composante de cisaillement et d'une légère dilatation.

Humbert et coll. [HUM07] ont étudié la transformation martensitique sous charge d'un acier inoxydable. Cette transformation est décomposée en deux étapes avec la formation d'une phase martensitique HC intermédiaire. A chaque étape est associée une déformation de transformation liée à la déformation homogène qui permet de changer de structure cristalline. L'énergie d'interaction entre la déformation de transformation d'un variant et la contrainte appliquée est calculée sous la forme :

$$U = ½ \, . \, \sigma.\varepsilon \qquad \text{Eq.A.1}$$

où ε est la partie symétrique du tenseur de déformation du réseau et σ est la contrainte appliquée. Les variants sélectionnés sont ceux dont l'énergie d'interaction est supérieure à une valeur seuil qui est un paramètre du modèle. Il existe ainsi deux paramètres (un par transformation) qui permettent de moduler la sélectivité des variants lors des transformations de phase. En considérant une forte sélectivité lors de la première transformation, les variants sélectionnés sont en accord avec les observations expérimentales. Quant à la seconde transformation supposée moins sélective, des différences systématiques constatées entre le modèle et les observations expérimentales sont considérées comme probablement dues à une mauvaise évaluation de la contrainte locale.

Kato et coll. [KAT01] proposent d'expliciter la formation préférentielle de variants sur des dislocations de type coin ou vis, dans un alliage de titane, par l'énergie d'interaction entre la déformation de transformation d'un variant et les champs de contrainte autour des dislocations. La déformation de transformation choisie est composée d'une déformation homogène qui permet de passer d'une structure CC à une structure HC et d'une rotation de corps rigide afin d'obtenir la relation d'orientation de Burgers. Kato et coll. déterminent les champs de contrainte autour des dislocations vis ou coin selon une théorie élastique dans un milieu infini isotrope. Leur modélisation permet de prédire avec succès la sélection de variants observée expérimentalement.

Han et coll. [HAN04] ont étudié la transformation martensitique sous charge d'un acier austénitique métastable, et ils ont proposé un modèle pour prédire la cinétique de transformation ainsi que le comportement mécanique de cet acier. Ils ont ainsi supposé que la probabilité qu'un site de germination soit actif pour un variant donné est fonction de l'énergie d'interaction entre la contrainte appliquée et la déformation de transformation considérée à plan invariant et suivant une relation d'orientation de KS. La déformation de transformation est composée de la déformation de Bain et d'un cisaillement à réseau invariant selon $(-101)_\gamma[101]_\gamma$. Les prédictions du modèle sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. Suivant le même calcul de l'énergie d'interaction, Lee et coll. [LEE05] ont étudié la sélection de variants martensitiques après transformation sous charge dans un acier austénitique métastable par analyse EBSD. Les variants observés par analyse EBSD sont ceux qui présentent une énergie d'interaction favorable.

Le modèle de Patel et Cohen [PAT53] repose sur les interactions entre la contrainte appliquée et les déformations de la transformation martensitique constituées d'une forte composante de cisaillement et d'une légère dilatation, respectivement parallèle et normale au plan d'habitat. Ainsi, le critère appliqué est le suivant :

$$U = \tau.\gamma_0 + \sigma.\varepsilon_0 \qquad \text{Eq. A.2}$$

où τ et σ sont respectivement les composantes de la contrainte appliquée dans le plan d'habitat et selon sa normale, γ_0 et ε_0 sont les composantes de cisaillement et de dilatation de la déformation de transformation. Ce critère a permis à Patel et Cohen de prédire l'évolution des températures de début de transformation martensitique en accord avec les observations expérimentales. Ce modèle a récemment été utilisé dans les travaux de Kundu et Bhadeshia ([KUN06], [KUN07]) afin de modéliser la sélection de variants lors de transformations martensitiques sous charge dans des aciers inoxydables. Ainsi, ils considèrent qu'un variant est favorisé quand l'énergie d'interaction s'ajoute à la force motrice de la transformation de phase. Ils mettent en avant l'importance du choix des caractéristiques cristallographiques du matériau étudié afin d'obtenir la déformation de transformation adéquate par la PTMC et ainsi de pouvoir modéliser des textures, de façon qualitative, en accord avec les observations expérimentales.

A.5. Anisotropie de la phase parente

Humbert et coll. [HUM02] ont construit un modèle basé sur l'anisotropie élastique d'une austénite texturée dans lequel ils postulent que la sélection de variants se déroule au tout début de la transformation par sélection des germes de ferrite dans chaque grain parent. De par l'anisotropie élastique du polycristal, la germination des premiers volumes de ferrite dans l'austénite implique des énergies d'amplitudes différentes. Ainsi, les variants privilégiés sont ceux qui imposent au polycristal un travail élastique minimal lié à la déformation de transformation. Le travail élastique est exprimé de la manière suivante :

$$W^* = ½.\ \varepsilon^B.C^*.\varepsilon^B \qquad \text{Eq.A.3}$$

où ε^B est le tenseur de la déformation de Bain et C* est le tenseur des constantes élastiques effectives de la phase mère. Ce dernier est pris égal au tenseur de Hill en tenant compte de l'anisotropie de l'austénite et de sa texture cristallographique. Une valeur seuil du travail élastique est alors utilisée pour déterminer les variants sélectionnés. Les textures prédites sont en bon accord avec les textures expérimentales même si quelques différences persistent. Humbert et Gey [HUM03] ont appliqué une version améliorée de ce modèle à un alliage de zirconium en utilisant une évaluation plus précise de la densité d'énergie de déformation à l'aide de la méthode de l'inclusion équivalente de Mura.

Kestens et coll. [KES02] considèrent les mêmes critères de base sur l'anisotropie élastique de l'austénite pour expliquer la sélection de variants en début de transformation de phase martensitique dans un matériau où l'on ne présuppose pas une déformation préalable de l'austénite. Par ailleurs, cette théorie a été implémentée dans un code par éléments finis où les orientations des cristaux sont assignées aux éléments du maillage. Ainsi, l'élément central est considéré comme le germe de ferrite soumis à la déformation de transformation prise égale à la déformation de Bain et il est entouré d'éléments considérés comme des grains d'austénite auxquels sont attribués des orientations cristallographiques issues de mesures expérimentales. Puis, l'énergie élastique est calculée pour chacun des trois variants de Bain après l'équilibre des contraintes et le variant sélectionné est celui qui induit une énergie élastique minimum. La source de l'anisotropie élastique locale de l'ensemble germe/matrice austénitique peut être de plusieurs natures : anisotropie élastique de l'austénite (tenseur des constantes élastiques), anisotropie liée aux conditions aux limites du calcul par éléments finis ou à la géométrie des éléments du maillage.

Bate et Hutchinson [BAT00] ont proposé un modèle au concept différent, applicable à des transformations displacives à partir d'une austénite texturée, reposant sur le fait que les champs de déformation de variants issus de grains parents voisins peuvent interagir en début de transformation afin de réduire l'énergie induite par la transformation dans l'austénite. Les variants sont ici considérés comme des boucles circulaires de dislocations dans un milieu élastique uniforme et isotrope et l'énergie d'interaction est calculée selon la théorie des dislocations de Blin. Ainsi, l'interaction entre deux variants peut être représentée par un produit scalaire normalisé dont le résultat varie entre +1 et -1 quand les déformations sont identiques ou opposées, respectivement. Bate et Hutchinson ont constaté que deux paramètres majeurs influençaient les résultats de leur modèle : le choix de la déformation de transformation et un paramètre lié au type d'interaction entre les déformations de transformation. Ainsi, la déformation de transformation proposée par Wayman permet d'obtenir des résultats comparables aux observations expérimentales si l'on considère que les déformations de transformation entre variants voisins sont presque exactement opposées.

A.6. Facteurs géométriques

Les facteurs géométriques proposés comme critères de sélection de variants sont soit liés à la forme des grains d'austénite déformés ([DAV81], [BUT97]), soit à la géométrie des échantillons [HUM88] ou encore à l'effet de coupe 2D sur les mesures de texture [CAB05].

Ainsi, Davies et Bateman [DAV81] considèrent une transformation martensitique après laminage dans le domaine austénitique. Leur critère repose sur l'hypothèse que les lattes de martensite dont le plan d'habitat est parallèle, ou presque, au plan de laminage sont privilégiées par rapport à celles dont le plan d'habitat en est perpendiculaire. Pour cela, ils considèrent que la phase austénitique est constituée d'un agrégat de grains ellipsoïdaux orientés et ils calculent l'aire définie par l'intersection d'un ellipsoïde avec le plan d'habitat d'un variant. L'aire interceptée est alors proportionnelle au facteur de poids du variant. Cette méthode appliquée à un alliage Fe-30Ni laminé en considérant un plan d'habitat de type $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$ aboutit à une texture globale présentant des différences avec la texture expérimentale. D'une façon similaire, Butrón-Guillén et coll. [BUT97] utilisent un critère fondé sur la forme en « crêpe » des grains d'austénite après déformation par laminage. Ainsi, ils supposent que la croissance des variants issus de grains d'austénite présentant un axe $<111>_\gamma$ parallèle à la direction de laminage est privilégiée.

Humbert et coll. [HUM88] proposent un critère, applicable lors d'une transformation martensitique, fondé sur les paramètres géométriques de l'échantillon ayant subi une déformation par laminage dans la phase parente. Ce critère est lié aux déformations de transformation et au changement de volume dus à la transformation martensitique. Ainsi, deux critères géométriques de sélection de variants ont été proposés : les variants sélectionnés sont soit ceux qui induisent une déformation maximale, calculée à partir de la PTMC selon la direction normale de la tôle, dont l'épaisseur est faible et contient peu de grains rendus fortement anisotropes lors de la déformation par laminage, soit ceux qui produisent une déformation minimale dans le plan de la tôle. Ces critères ne sont pas équivalents : le premier repose sur le fait que l'épaisseur offre le moins de résistance à la déformation à cause du faible nombre de grains dans cette direction et le second permettrait de préserver une forte cohésion du polycristal. La comparaison entre les résultats des simulations et les textures expérimentales tend à rejeter le premier critère tandis que les textures prédites par le second sont en bon accord avec les observations expérimentales.

Le modèle de Cabus [CAB05] souligne l'importance de la morphologie 3D des microstructures sur l'étude des textures en 2D. En effet, la forme complexe, non-convexe et non-équiaxe de la bainite peut impliquer, même en l'absence de sélection de variants, une inhomogénéité dans la distribution des variants sur coupes due à l'orientation morphologique des paquets selon la surface étudiée de l'échantillon et à un couplage entre l'orientation morphologique et l'orientation cristalline des variants. Cabus étudie de façon privilégiée la microstructure bainitique et fait l'hypothèse d'une morphologie en forme de « cigare » ou « doigt » pour les variants de bainite. On peut constater sur la figure A.2.a que selon l'orientation du doigt de bainite par rapport à la surface analysée, deux variants de même volume apportent des contributions différentes lors de la mesure de la texture. Ainsi son modèle de « pseudo-sélection de variants » permet de pondérer chacun des variants en fonction du plan de coupe dans lequel l'échantillon est analysé sans introduire pour autant d'autre critère de 'sélection de variants' : tous les variants sont équiprobables en 3D dans son calcul. Ce modèle appliqué à une texture austénitique de laminage similaire à celle obtenue dans les travaux de Butrón-Guillén [BUT97] selon une coupe dans le plan de laminage prédit avec succès la texture martensitique observée. Cette dernière ne présente pas toutes les composantes de texture prédites par la relation d'orientation de KS et avait initialement été supposée être formée par sélection de variants (figure A.2.b et A.2.c).

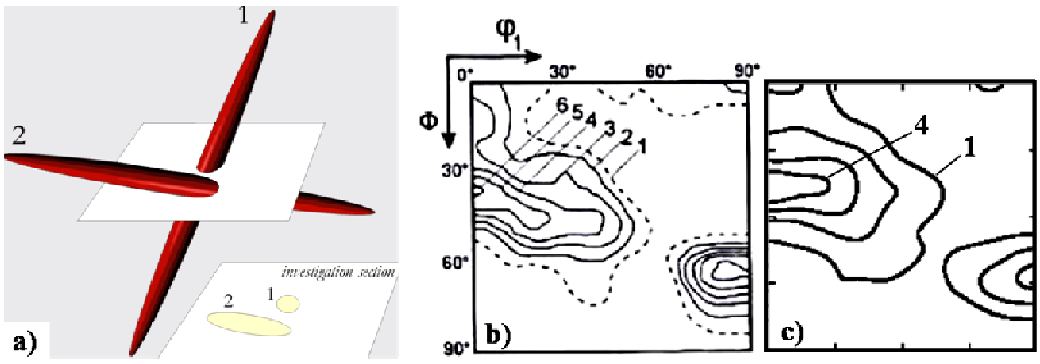


Figure A.2 : a) Schéma de l'intersection de deux doigts de bainite et du plan d'investigation [CAB05], b) Texture expérimentale de la martensite d'après [BUT97], c) Texture obtenue en transformant une texture type d'austénite déformée par le modèle de pseudo-sélection de variants pour une coupe dans le plan de laminage [CAB05].

A.7. Modèles à plusieurs critères

Certains auteurs comme Bruckner et Gottstein [BRU01] ou Butrón-Guillén et coll. [BUT97] ont proposé des modèles avec plusieurs critères de sélection afin de prédire des textures similaires aux textures expérimentales.

Ainsi Butrón-Guillén et coll. [BUT97] utilisent trois critères afin de prédire les textures cristallographiques obtenues à partir d'une austénite déformée par laminage et non-recristallisée avant transformation. Ces critères sont liés à :

i. la morphologie des grains d'austénite déformés (cf. §A.6),
ii. l'activité des systèmes de glissement (cf. §A.1),
iii. l'interaction entre les contraintes résiduelles induites par laminage et la déformation de transformation.

Ainsi les deux premiers critères permettent de sélectionner des variants. En effet, le critère de forme permet de sélectionner des variants présents dans des systèmes de glissement non activés et donc non considérés par le premier critère mais néanmoins observés expérimentalement. Quant au troisième critère, il permet d'éliminer les variants qui impliquent une augmentation de l'énergie stockée dans la matrice. Les textures ainsi obtenues en réalisant une bonne combinaison de ces trois critères sont en accord avec les textures expérimentales mais ce modèle présente de nombreux paramètres à fixer.

De leur côté, Bruckner et Gottstein [BRU01] ont étudié les textures cristallographiques obtenues après les transformations diffusionnelles $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ dans un acier bas carbone microallié laminé à froid puis recuit. Une forte sélection de variants a été observée lors de la transformation de phase au chauffage, le modèle proposé utilise deux critères :

- l'interaction entre les contraintes résiduelles et les déformations de transformation,
- l'activité des systèmes de glissement (cf. §A.1),

Le premier critère est appliqué à la globalité de la texture ferritique initiale composée de composantes de texture issues de grains restaurés et de grains recristallisés, mêmes si les contraintes résiduelles dans l'austénite après recristallisation doivent être faibles, alors que le second n'est appliqué qu'aux composantes de texture provenant de grains restaurés. Les prédictions du modèle sont alors en bon accord avec les textures expérimentales.

A.8. Critère « chimique »

Ryde et coll. [RYD99] ont proposé un modèle permettant d'expliquer la « mémoire de texture » après un cycle complet de transformation de phase $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$. L'acier étudié est un acier IF au titane, où ils supposent que des couronnes de ferrite seraient stabilisées à haute température dans des zones à forte concentration en titane (proches des particules de TiC). Ces couronnes de ferrite joueraient le rôle de germe pour générer au refroidissement des orientations de ferrite similaires à celles de la texture initiale, ces sites de germination étant plus rapidement efficaces que d'autres sites comme les joints de grains.

ANNEXE B

Origine de la ferrite observée sur les échantillons déformés dans le domaine austénitique au-dessous de T_{nr}

Objectif : Valider l'utilisation des courbes de torsion obtenues dans le domaine austénitique au-dessous de T_{nr}. En effet, pour pouvoir utiliser ces données, il faut que seule l'austénite ait été déformée, dans le cas contraire on ne pourrait pas exploiter directement les courbes de torsion. Il nous faut donc déterminer si la ferrite a été formée pendant et/ou après la déformation par torsion.

Méthode : Nous avons étudié des cartographies EBSD réalisées au milieu des méplats c'est-à-dire dans une zone fortement déformée. Deux exemples de dépouillement sont présentés sur les figures B.1 et B.2.

1. Nous avons cherché à différencier la ferrite équiaxe de la ferrite bainitique : pour cela, nous avons utilisé deux techniques :
   - Tracer les joints de grains entre variants issus d'un même grain d'austénite en prenant en compte la relation d'orientation de Kelly (§I.4). Il faut préciser que lorsque l'on considère cette relation, les variants les plus proches présentent une désorientation d'environ 4.7° que nous n'avons pas pu représenter.
   - Tracer les joints de grains « non endotaxiques» (§III.4.1) présentant un angle de désorientation compris entre 25 et 45° qui ne correspondent à aucun joint entre variants issus d'un même grain parent selon les relations de KS, NW ou Kelly.

En effet, les grains de ferrite adjacents ne sont pas supposés présenter nécessairement de relation d'orientation entre eux [DEY05], alors que l'on s'attend à observer des joints de grains typiques d'une relation d'orientation entre les variants de ferrite bainitique voisins issus d'un même grain d'austénite.

2. Après avoir différencié la ferrite équiaxe de la ferrite bainitique, nous avons utilisé la cartographie des désorientations locales[7] (cf §III.2) pour déterminer si la ferrite équiaxe identifiée avait été déformée ou non lors de l'essai de torsion.

Résultats : Après étude des cartographies EBSD, nous avons constaté que les grains de ferrite équiaxes (identifiés) présentaient peu de déformations internes (ces dernières pouvant avoir été induites par les déformations de transformation des variants bainitiques voisins). Nous en concluons que la ferrite s'est formée **APRES** les essais de torsion lors du refroidissement.

[7] Cette fonction détermine les désorientations entre un pixel et ses voisins sans tenir compte des fortes désorientations (>5°) dues aux joints de grains

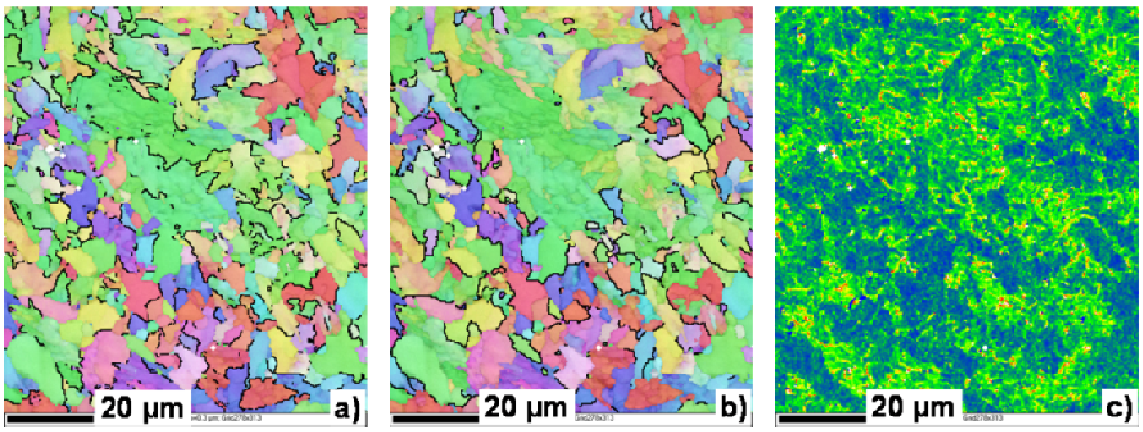


Figure B.1 : Echantillon déformé à 800°C, à 1 s^{-1}, a) Joints de grains entre variants issus d'un même grain parent selon la relation de Kelly (sauf 4.7°), b) Joints de grains « non endotaxiques», e) Cartographie des désorientations locales

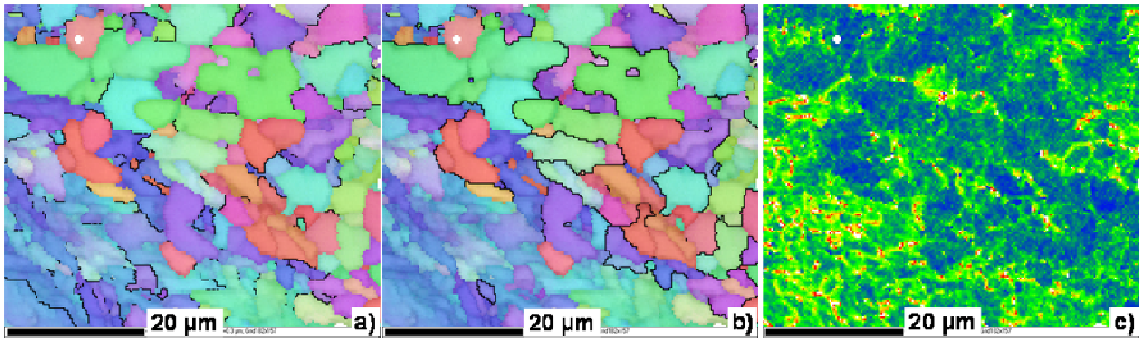


Figure B.2 : Echantillon déformé à 770°C et à 10 $s^{-1,}$ a) Joints de grains entre variants issus d'un même grain parent selon la relation de Kelly (sauf 4.7°), b) Joints de grains « non endotaxiques», e) Cartographie des désorientations locales

ANNEXE C

Mesures de textures cristallographiques par diffraction des rayons X

Principe des mesures

La diffraction des rayons X s'appuie sur la propriété, mise en évidence par Laüe puis appliquée par Bragg, que les plans réticulaires agissent comme des miroirs à l'égard du faisceau X avec un angle d'incidence θ identique à l'angle de réflexion, mais seulement pour des valeurs particulières de cet angle θ qui satisfont la condition de Bragg : $2d_{\{hkl\}}\sin\theta = n\lambda$ où n est un entier, d est la distance interréticulaire et λ est la longueur d'onde du faisceau.

On étudie les variations d'intensité d'une famille de plans {hkl} en fonction de l'orientation des grains. Pour un échantillon parfaitement isotrope cette intensité est constante, sinon les variations d'intensité sont proportionnelles au nombre de grains ayant une orientation donnée.

L'ensemble des orientations (et donc des plans {hkl}) constituant la texture est accessible en utilisant un goniomètre de texture permettant l'application d'un système d'angle de rotation α et ψ (cf. figure C.1)

- Une rotation polaire ψ autour de la normale de l'échantillon.
- Une rotation azimutale α autour de la droite d'intersection entre le plan de l'échantillon et le plan défini par les faisceaux de rayons X.

En modifiant la position de l'échantillon par rapport au dispositif fixe d'émission-détection, on mesure les intensités diffractées des plans {hkl} dans chaque direction représentée par un couple (ψ, α). Cependant, en pratique il est difficile de mesurer l'intensité diffractée lorsque ψ > 80-85° : les figures de pôle sont donc incomplètes, d'où la nécessité absolue de mesurer plusieurs figures de pôles pour une analyse quantitative.

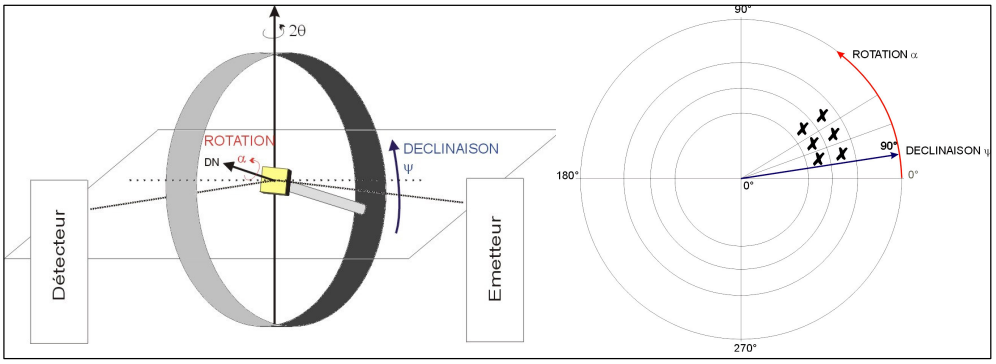


Figure C.1 : Schéma de principe de mesures par diffraction X

Conditions expérimentales

Les mesures de texture par diffraction des rayons X ont été effectuées au LPMTM. Les trois figures de pôles $\{110\}_\alpha$, $\{200\}_\alpha$, $\{211\}_\alpha$ incomplètes sont mesurées à l'aide d'un goniomètre quatre cercles INEL muni d'une anticathode de Cobalt. Les mesures sont réalisées par pas de 5° en azimut et de 2.5° en déclinaison, variant de 0 à 80°. Les figures de pôles brutes sont corrigées du bruit de fond et de la défocalisation, puis sont normalisées. Les fonctions de distribution des orientations sont ensuite calculées à l'aide de la méthode harmonique avec un développement jusqu'à l_{max}=22.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[AAR56] Aaronson H.I., Wells C., Trans. AIME, (1956), Volume 206, pp 1216-1223

[AAR90] Aaronson H.I., Reynolds W.T., Shiflet G.J., Spanos G., "Bainite viewed three different ways", Metallurgical Transactions, (1990), volume 21A, No. 6, pp 1343-1380.

[ALL39] Allen N.P., Pfeil L.B., ISI Special Rep. (1939), Volume 24, pp 369-390, London

[BAI24] Bain E.C., Dunkirk N.Y., "The nature of martensite", Transaction AIME, (1924), Volume 70, pp 25-46

[BAR05] Barberis P., Montheillet F., Chauvy C., "Variant selection in Zr alloys: How many variants generated from one beta grain?", Solid State Phenomena, (2005), Volume 105, pp 133-138

[BAT00] Bate P., Hutchinson B., "The effect of elastic interactions between displacive transformations on textures in steels", Acta Materalia, (2000), Volume 48, pp 3183-3192

[BEN88] Benrong S., Xiuzhen Z., Ronglin Z., Fuyu S., "Effect of hot deformation on CCT curve", Thermec 88, ISIJ, Tokyo, (1988), pp. 412- 419

[BHA01] H.K.D.H. Bhadeshia, "Worked examples in the geometry of crystals", 2nde ed. 2001, première édition publiée en 1987 par 'the institute of Materials', London

[BHA02] Bhadeshia H.K.D.H., "Bainite in steels", 2nd Edition, IOM Communications, London, (2002)

[BHA79] Bhadeshia H.K.D.H., Edmonds D.V, Metall. Trans., (1979), Volume 10A, pp. 895-907

[BHA80] Bhadeshia H.K.D.H., Edmonds D.V., "The mechanism of bainite formation in steels", Acta Metallurgica, (1980), Volume 28, pp 1265-1273

[BHA84] Bhadeshia H.K.D.H., "Solute-drag, kinetics and the mechanism of the bainite reaction in steels", Int. Conf. on Phase Transformations in ferrous alloys, Marder A. and Goldstein J.I., eds. A.S.M., Cleveland, Ohio, USA (1984), pp 335-340.

[BOG64] Bogers A.J., Burgers W.G., "Partial dislocations on the {110} planes in the b.c.c. lattice and the transition of the f.c.c. into the b.c.c. lattice", Acta Metallurgica, (1964), Volume 12, pp 255

[BOK63] Bokros J.C., Parker E.R., "The mechanism of the martensite burst transformation in Fe-Ni single crystals", Acta Metallurgica, (1963), Volume 11, pp 1291-1301

[BON72] Bonev I., "On the terminology of the phenomena of mutual crystal orientation", Acta Crystal., (1972), Volume A28, pp 508-512.

[BOR67] Borik F., Richman R. H., "Preferred transformation in strain-hardened austenite", Transactions of the metallurgical society of AIME, (1967), Volume 293, pp 675-680

[BOR88] F. Boratto, R. Barbosa, S. Yue and J. J. Jonas: Thermec 88, ISIJ, Tokyo, (1988), 383.

[BOU98] Bouyne E., Flower H.M., Lindley T.C., Pineau A., "Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel", Scripta Materalia, (1998), Volume 39, No. 3, pp 295-300

[BOW54] Bowles J.S., Mackenzie J.K., "The crystallography of martensite transformations I", Acta Metallurgica, (1954), Volume 2, pp 130-137

[BRA90] Bramfitt B.L., Speer J.G., "A perspective on the morphology of bainite", Metallurgical Transactions A, (1990), Volume 21A, pp 817-829

[BRU01] Brückner G., Gottstein G., "Transformation textures during diffusional $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ phase transformations in ferritic steels", ISIJ International, (2001), Volume 41, No. 5, pp 468-477

[BUT97] Butrón-Guillèn M. P., Da Costa Viana C. S., Jonas J. J., "A variant selection model for predicting the transformation texture of deformed austenite", Metallurgical and Materials Transactions A, (1997), Volume 28A, pp 1755-1768

[CAB05] Cabus C., "Etude et modélisation des textures de transformations de phases dans les aciers destinés à l'emboutissage », thèse de doctorat de l'université Paris XIII, (2005).

[CAY06] Cayron C., Artaud B., Briottet L., "Reconstruction of parent grains from EBSD data", Materials Characterization, (2006), Volume 57 , pp 386-401

[CHO02] Cho J.-Y., Suh D.-W., Kang J.-H., Lee H.-C., "Orientation distribution of proeutectoïd ferrite nucleated at prior austenite grain boundaries in vanadium-added steel", ISIJ International, (2002), Volume 42, No. 11, pp 1321-1323

[DAV30] Davenport A.T., Bain E.C, Transactions of metallurgical society AIME, (1930), Volume 90, pp 117-154

[DAV74] Davenport A.T., "The crystallography of upper bainite", Republic steel research Rep. on Project 12051 (1974), pp 1-35.

[DAV81] Davis G. J., Bateman R. M., "The influence of variant selection in the inheritance of texture during phase transformation", ICOTOM 6, (1981), pp 132-148

[DEY05] Dey S.R., Hazotte A., Bouzy E., Naka S., « Development of widmanstätten laths in a near-γ TiAl alloy", Acta Materialia, (2005), Volume 53, pp 3783-3794.

[EST84] Estrin Y., Mecking H., "A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one parameter models", Acta Metallurgica, (1984), Volume 32, No.1, pp 57-70

[FIE57] Fields D.S. Jr., Backofen W.A., "Determination of strain-hardening characteristics by torsion testing", Proc. ASTM, (1957), Volume 57, pp. 1259-1272

[FUJ95] Fujiwara K., Okagushi S., Ohtani H., "Effect of hot deformation on bainite structure in low carbon steels", ISIJ International, (1995), Volume 35, No. 8, pp 1006-1012

[FUR01] Furuhara T., Maki T., "Variant selection in heterogeneous nucleation on defect in diffusional phase transformation and precipitation", Materials Science & Engineering A, (2001), Volume 312, pp 145-154

[FUR06] Furuhara T., Kawata H., Morito S., Maki T., "Crystallography of upper bainite in Fe-Ni-C alloys", Materials Science & Engineering A, (2006), Volume 431, pp 228-236

[FUR08] Furuhara T., Kawata H., Morito S., Miyamoto G., Maki T., "Variant selection in grain boundary nucleation of upper bainite", Metallurgical and Materials Transactions A, (2008), Volume 39A, pp 1003-1013

[FUR87] Furubayashi E., Miyaji H., Nobuki M., "A simple model of predicting the transformation textures in thermomechanically processed steels", Transactions ISIJ, (1987), Volume 27, pp 513-519

[GAF04] Gaffard V., "Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steel weldments", these de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (ParisTech), (2004)

[GAU94] Gauthier E., Denis S., Liebaut Ch., Sjöström S., Simon S., "Mechanical behaviour of Fe-C alloys during phase transformation", Journal de Physique IV, (1994), Volume 4, pp 279-284

[GAU94] Gautier E., Denis S., Liebaut C., Sjöström, Simon A., « Mechanical behaviour of Fe-C alloys during phase transformations », Journal de Physique IV, (1994), Volume 4, pp. 279-284

[GER07] Germain L., Gey N., Humbert M., "Reliability of reconstructed β-orientation maps in titanium alloys", Ultramicroscopy, (2007), Volume 107, pp 1129-1135

[GEY02] Gey N., Humbert M., "Characterization of the variant selection occurring during the α→β→α phase transformation of a cold rolled titanium sheet", Acta Materalia, (2002), Volume 50, pp 277-287

[GEY99] Gey N., Humbert M, Fundenberger J.J., "Comparison between indirect methods to determine high-temperature textures of parent phases", Z. Metallkd., (1999), Volume 90, pp 738-743

[GLA03] Glavicic M.G., Kobryn P.A., Bieler T.R., Semiatin S.L., "A method to determine the orientation of the high-temperature beta phase from measured EBSD data for the low-temperature alpha phase In Ti-6Al-4V", Materials Science & Engineering A, (2003), Volume 346A, pp 50-59

[GLA04] Glavicic M.G., Kobryn P.A., Semiatin S.L., "Validation of an automated EBSD method to deduce the β-phase texture in Ti-6AL-4V with a colony-α microstructure", Materials Science & Engineering A, (2004), Volume 385, pp 372-376

[GOD03] Godet S., Kim B.-K., Szpunar J., Jonas J.J., Delannay F., "Microtextural study of variant selection by EBSD in a bainitic steel containing retained austenite", Journal de Physique IV, (2003), volume 112, pp 309-312

[GOM02] Gomez M., Medina S.F., Quispe A., Valles P., « Static recrystallization and induced precipitation in a low Nb microalloyed steel", ISIJ International, (2002), Volume 4, No. 4, pp. 423-431

[GOU00] Gourgues A.-F., Flower H.M., Lindley T.C., "Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, and martensite steel microstructure", Materials Science and Technology, (2000), Volume 16, pp 26-40

[GOU03] Gourgues A.-F., "Microstructure induced by the bainitic transformation in steels during welding: effect on the resistance to cleavage cracking", Thermec' 2003, Leganés, Madrid, Spain, Trans. Tech. Publications Ltd.

[GOU07] Gourgues-Lorenzon A.-F., "Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations", International Materials Reviews, (2007), Volume 52, No.2, pp 65-128

[GRE40] Greninger A.B., Troiano A.R., Trans. AIME (1940), Volume 140, pp 307-336

[GRE49] Greninger A.B., Troiano A.R., "The mechanism of martensite formation", Metals Transactions, (1949), Volume 185, pp 5-15

[HAB56] Habraken L.J., Rev. Met. (1956), Volume 53, pp 930

[HAN04] Han H. N., Lee C. G., Oh C.-S., Lee T.-H., Kim S.-J., "A model for deformation behaviour and mechanically induced martensitic transformation of metastable austenitic steel", Acta Materalia, (2004), Volume 52, pp 5203-5214

[HAS73] Haslam K., Coleman T., Dulieu D., Dillamore I.L., « Texture formation in the rolling of steel plate », 3è colloque européen sur les textures de déformation et de recristallisation des métaux et leurs applications industrielles, 1973, pp 369-381

[HEH57] Hehemann R.F., Luhan V.J., Troiano A.R., Trans. ASM, (1957), Volume 49, pp 409-426

[HEH72] Hehemann R.F., Kinsman K.R., Aaronson H.I., "Debate on the bainite reaction", Metallurgical Transactions, (1972), Volume 3, No.5, pp 1077-1094

[HIG74] Higo Y., Lecroisey F., Mori T., "Relation between applied stress and orientation relationship of α' martensite in stainless steel single crystals", Acta Metallurgica, (1974), Volume 22, pp 313-323

[HIL57] Hillert M., Jernkontorets Ann., (1957), Volume 141, pp 757-764

[HIL95] Hillert M., "The nature of bainite", ISIJ International, (1995), Volume 35, No. 9, pp 1134-1140

[HUM02] Humbert M., Gardiola B., Esling C., Flemming G., Hensger K.E., "Modelling of the variant selection mechanism in the phase transformation of HSLA steel produced by compact strip production", Acta Materalia, (2002), Volume 50, pp 1741-1747

[HUM03] Humbert M., Gey N., "Elasticity-based model of the variant selection observed in the β to α phase transformation of the Zircalloy-4 sample", Acta Materalia, (2003), Volume 51, pp 4783-4790

[HUM07] Humbert M., Petit B., Bolle B., Gey N., « Analysis of the γ-ε-α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C", Materials Science & Engineering A, (2007), Volume 453-455, pp 508-527

[HUM88] Humbert M., Wagner F., Liu W.P., Esling C., Bunge H.J., "Simulation of the martensitic transformation of Fe30Ni rolled sheets", 8th Int. Conf. on Textures of Materials (ICOTOM 8), (ed. J.S. Kallend and G. Gottstein), the Metallurgical Society, 1988, pp 743-749

[HUM94] Humbert M., Moustahfid H., Wagner F., Philippe M.J., "Evaluation of the high temperature texture of the β phase of a TA6V sample from the individual orientations of grains of the low temperature α phase", Scripta Metallurgica et Materalia, (1994), Volume 30, pp 377-382

[JUN06] Jun H.J., Kang J.S., Seo D.H., Kang K.B., Park C.G., "Effects of deformation and boron on microstructure and continuous cooling transformation in low carbon HSLA steels", Materials Science & Engineering A, (2006), Volume 422, pp. 157-162

[KAL86] Kalwa G., Schnabel E., Schwaab P., "Grain structure of bainitic and martensitic steels", Materials Technology, (1986), Volume 57, No.5, pp 207-215

[KAT01] Kato M., Onaka S., Fujii T., "Energy consideration for variant selection in precipitation on dislocations", Science and Technology of Advanced Materials, (2001), Volume 2, pp 375-380

[KAW06] Kawata H., Sakamoto K., Moritani T., Morito S., Furuhara T., Maki T., "Crystallography of ausformed upper bainite structure in Fe-9Ni-C alloys", Materials Science & Engineering A, (2006), Volume 438-440, pp 140-144

[KEL65] Kelly P.M., "The martensite transformation in steels with low stacking fault energy", Acta Metallurgica, (1965), Volume 13, pp 635-646

[KEL90] Kelly P.M., Jostsons A., Blake, R.G., "The orientation relationship between lath martensite and austenite in low carbon, low alloy steels", Acta Metallurgica et Materialia, (1990), Volume 38, No. 38, pp 1075-1081

[KEL92] Kelly P.M., "Crystallography of lath martensite in steels", Materials Transactions, JIM, (1992), Volume 33, No. 3, pp 235-242

[KES02] Kestens L., Decocker R., Petrov R., "Orientation selection during phase transformation in low carbon steels", Materials Science Forum, (2002), Volume 408-412, pp 1173-1178

[KIM00] Kim M.-C., Oh Y.J., Hong J.H., "Characterization of boundaries and determination of effective grain size in Mn-Mo-Ni low alloy steel from the view of misorientations", Scripta Materalia, (2000), Volume 43, pp 205-211

[KIT06] Kitahara H., Ueji R., Tsuji N., Minamino Y., "Crystallography features of lath martensite in low-carbon steel", Acta Materalia, (2006), Volume 54, pp 1279-1288

[KO52] Ko T., Cottrell S.A., JISI (1952), Volume 172, pp 307-313

[KUN06] Kundu S., Bhadeshia H.K.D.H., "Transformation texture in deformed stainless steel", Scripta Materalia, (2006), Volume 55, pp. 779-781

[KUN07] Kundu S., Hase K., Bhadeshia H.K.D.H., "Crystallographic texture of stress-affected bainite", Proceedings of the royal society A, (2007), Volume 463, pp 2309-2328.

[KUR30] Kurdjumov G., Sachs G., « Über den mechanismus der stahlhärtung", Z. Phys., (1930), Volume 64, pp 325.

[LAA91] Laasraoui A., Jonas J.J., "Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates", Metallurgical Transactions A, (1991), Volume 22A, pp. 1545-1558

[LAM01] Lambert-Perlade A., « Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage », thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (ParisTech), (Mai 2001)

[LAM04] Lambert-Perlade A., Gourgues A.F., Pineau A., "Austenite to bainite phase transformation in the heat-affected zone of a high strength low alloy steel", Acta Materialia, (2004), Volume 52, pp 2337-2348

[LEE05] Lee S. H., Kang J.-Y., Han H. N., Oh K. H., Lee H.-C., Suh D.-W., Kim S.-J., "Variant selection in mechanically-induced martensitic transformation of metastable austenitic steel", ISIJ International, (2005), Volume 45, pp 1217-1219

[LEE79] Lee J.K., Aaronson H.I., Acta Metallurgica, (1979), Volume 23, pp 799-808 et pp 809-820

[LUO06] Luo C.P., Liu J., "Crystallography of lath martensite and lower bainite in alloy steels", Materials Science & Engineering A, (2006), Volume 438-440, pp 149-152

[LUO87] Luo C.P., Weatherly G.C., "The invariant line and precipitation in a Ni-45wt% Cr alloy", Acta Metallurgica, (1987), Volume 35, No. 8, pp 1963-1972

[MAC94] Maccagno T.M., Jonas J.J., Yue S., McCrady B.J., Slobodian R., Deeks D., "Determination of recrystallization stop temperature from rolling mill logs and comparison with laboratory simulation results", ISIJ International, (1994), Volume 34, No. 11, pp 917-922

[MAT04] Matsuda H., Bhadeshia H.K.D.H., "Kinetics of the bainite transformation", The Royal Society, (2004), Volume 460, pp 1707-1722

[MEH39] Mehl R.F., Hardenability of alloy steels, ASM, Cleveland, Ohio, USA, (1939), pp 1.

[MEH48] Mehl R.F., JISI (1948), Volume 159, pp 113-129

[MIY09] Miyamoto G., Shibata A., Maki T., Furuhara T., "Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis", Acta Materalia, (2009), Volume 57, pp 1120-1131

[MON84] Montheillet F., Cohen M., Jonas J.J., "Axial Stresses and texture development during the torsion testing of Al, Cu and α-Fe", Acta Metallurgica, (1984), Volume 32, No. 11, pp 2077-2089

[MON96] Montheillet F., « Métallurgie en mise en forme », Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques, (1996), M600

[MOR02] Moritani T., Miya jima N., Furuhara T., Maki T., "Comparison of interphase boundary structure between bainite and martensite in steel", Scripta Materalia, (2002), Volume 47, pp 193-199

[MOR03] Morito S., Tanaka H., Konishi R., Furuhara T., Maki T., "The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys", Acta Materalia, (2003), Volume 51, pp 1789-1799

[MOR05] Morito S., Saito H., Ogawa T., Furuhara T., Maki T., "Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels", ISIJ International, (2005), Volume 45, No. 1, pp 91-94

[MOR06] Morito S., Huang X., Furuhara T., Maki T., Hansen N., "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels", Acta Materalia, (2006), Volume 54, No. 19, pp 5323-3790

[MOU97] Moustahfid, H., N. Gey, Humbert M., Philippe M.J., "Study of the β-α phase transformation of a Ti-64 sheet induced from a high-temperature β state and a high-temperature α+β state", Metall. Mater. Trans., (1997), Volume 28A, pp 51-61

[MUR98] Murry G., "Transformations dans les aciers", Techniques de l'ingénieur, dossier M1-115, (1998)

[NEM74] Nemoto M., "High voltage electron microscopy", Academic Press, New York, NY, (1974), pp 230-234.

[NIS34] Nishiyama Z., « X-Ray investigation of the mechanism of the transformation from the face-centered cubic lattice to body-centered cubic", Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ. 23 (1934), pp 638

[OHM71] Ohmori Y., Ohtani H., Kunitake T., "The bainite in low carbon low alloy high strength steels", Transactions ISIJ, (1971), Volume 11, pp 250-259

[OHM71b] Ohmori Y., "The crystallography of the lower bainite transformation in a plain carbon steel", Transactions ISIJ, (1971), Volume 11, pp 95-101

[OHM89] Ohmori Y., "Crystallographic analysis of lower bainite transformation", Materials Transactions, JIM, (1989), Volume 30, No. 7, pp. 487-497

[OHM91] Ohmori Y., Maki T., "Bainitic transformation in view of displacive mechanism", Materials Transactions, JIM, (1991), Volume 32, No. 8, pp 631-641

[OHT90] Ohtani H., Okagushi S., Fujishiro Y., Ohmori Y., "Morphology and properties of low-carbon bainite", Metallurgical Transactions A, (1990), Volume 21A, pp 877-888

[OKA90] Oka M., Okamoto H., Ishida K., "Transformation of lower bainite in hypereutectoid steels", Metallurgical Transactions A, (1990), Volume 21A, pp 845-851

[OMH89] Ohmori Y., "Crystallographic analysis of lower bainite transformation in Fe-0.7%C alloy", Materials Transactions, JIM, (1989), Volume 30, No. 7, pp 487-497

[OUC82] Ouchi C., Sampei T., Kozasu I., « The effect of the rolling condition and chemical composition on the onset temperature of the γ-α transformation after hot rolling », Transactions ISIJ, (1982), Volume 22, pp. 214-222

[PAN08] Pancholi V., Krishnan M., Samajdar I.SI, Yadav V., Ballal N.B., "Self-accommodation in the bainitic microstructure of ultra-high-strength steel", Acta Materalia, (2008), Volume 56, No. 56, pp 2037-2050

[PAT53] Patel J. R., Cohen M., "Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation", Acta Metallurgica, (1953), Volume 1, pp 531-538

[PET04] Petrov R., Kestens L., Houbaert Y., « Characterization of the microstructure and transformation, behaviour of strained and nonstrained austenite in Nb-V-alloyed C-Mn steel », Materials Characterization, (2004), Volume 53, pp 51-61

[PHI98] Philibert J., Vignes A., Bréchet Y., Combrade P., "Métallurgie : du minerai au matériau », Masson, (1998)

[POK94] Pokorny J., Pokorny A., « Métallographie », Techniques de l'ingénieur, dossier M90, 1994

[RAY90] Ray R.K., Jonas J.J., « Transformation textures in steels », Int. Mater. Rev., (1990), Volume 35, pp 1.

[REG04] Réglé H., Maruyama N., Yoshinaga N., "Texture of multiphased steel sheets", Proc. Int. Conf. on 'Advanced high strength sheet steels for automotive applications', (ed. M.A. Baker), 239-246; 2004, Warrendale, PA, AIST

[ROS70] Ross N.D.H., Crocker A.G., "A generalized theory of martensite crystallography and its application to transformations in steels", Acta Metallurgica, (1970), Volume 18, pp 405-417

[RYD99] Ryde L., Artymowicz D., Hutchinson W. B., "Transformation textures and texture memory in low carbon steels", Proc. 12th Int. Conf. on 'Textures of Materials', (ed. J. A. Szpunar), 1031-1036; 1999, Ottawa, NRC Research Press

[SAM88] Samuel F.H., Barbosa R., Boratto F., Yue S., Jonas J.J., « Laboratory of flow stresses during strip rolling using high strain rate torsion testing », Thermec 88, ISIJ, Tokyo, (1988), pp. 721-727

[SAN82] Sandvik B.P.J., "The bainite reaction in Fe-Si-C Alloys: The primary stage", Metallurgical Transactions A, (1982), Volume 13A, pp 777-787

[SAN83a] Sandvik B.P.J., Wayman C.M., "Characteristics of lath martensite: Part I. Crystallography and substructural features", Metallurgical Transactions A, (1983), Volume 14A, pp 809-822

[SAN83b] Sandvik B.P.J., Wayman C.M., "Characteristics of lath martensite: Part II. The martensite-austenite interface", Metallurgical Transactions A, (1983), Volume 14A, pp 823-834

[SAN83c] Sandvik B.P.J., Wayman C.M., "Characteristics of lath martensite: Part II. Some theoretical considerations", Metallurgical Transactions A, (1983), Volume 14A, pp 835-844

[SER89] Servant C., Cizeron G., "Contribution to the crystallography of the bainite transformation in a high strength low alloy steel 40 NSCD 7-7-3 (AISI 300M)", Acta Metallurgica, (1989), Volume 37, No. 2, pp 465-476

[SON07] Sonderegger B., Mitsche S., Cerjak H., "Martensite laths in creep resistance martensitic 9-12% Cr steels – Calculation and measurements of misorientations", Materials Characterization, (2007), Volume 58, pp 874-882

[SRI68a] Srinivasan G.R., Wayman C.M., Acta Metallurgica, (1968), Volume 16, pp 609-620

[SRI68b] Srinivasan G.R., Wayman C.M., Acta Metallurgica, (1968), Volume 16, pp 621-636

[SU06] Su T.J., Aeby-Gautier E., Denis S., "Morphology changes in bainite formed under stress", Scripta Materialia, (2006), Volume 54, pp 2185-2189

[SUH02] Suh D.-W., Kang J.-H., Oh K.H., Lee H.-C., "Evaluation of the deviation angle of ferrite from the Kudjumov-Sachs relationship in a low carbon steel by EBSD", Scripta Materalia, (2002), Volume 46, pp 375-378

[SUH06] Suh T.J., Aeby-Gautier E., Denis S., "Morphology changes in bainite formed under stress", Scripta Materalia, (2006), Volume 54, pp 2185-2189

[SUM99] Sum M., Jonas J.J., " A dislocation reaction model for variant selection during the austenite-to-martensite transformation", Textures and microstructures, (1999), Volume 31, pp 187-215

[SWA96] Swallow E., Bhadeshia H.K.D.H., "High resolution observations of displacements caused by bainitic transformation", Materials Science and Technology, (1996), Volume 12, pp 121-125

[TU08] Tu M.-Y., Hsu C.-A., Wang W.-H., Hsu Y.-F., "Comparison of microstructure and mechanical behaviour of lower bainite and tempered martensite in JIS SK5 steel", Materials Chemistry and Physics, (2008), Volume 107, pp 418-425

[UED01a] Ueda M., Yasuda Y., Umakoshi Y., "Effect of grain boundary character on the martensitic transformation in Fe-32at.%Ni bicrystals", Acta Materalia, (2001), Volume 49, pp 3421-3432

[UED01b] Ueda M., Yasuda Y., Umakoshi Y., "Stress-induced martensitic transformation in Fe-Ni bicrystals", Acta Materalia, (2001), Volume 49, pp 4251-4258

[UED03] Ueda M., Yasuda Y., Umakoshi Y., "Controlling factor for nucleation of martensite at grain boundary in Fe-Ni bicrystals", Acta Materalia, (2003), Volume 51, pp 1007-1017

[VOC48] Voce E. , "The relationship between stress and strain for homogeneous deformation" , J. Inst. Metals, (1948), Volume 74 , pp. 537-562

[WAN03] Wang S.C., Aindow M., Starink M.J., "Effect of self-accommodation on α/α boundary populations in pure titanium", Acta Materalia, (2003), Volume 51, pp 2485-2503

[WAS33] Wasserman G., Arch. Eisenhüttenwes, (1933), Volume 16, pp 647

[WAY69] Wayman C.M., Srinivasan G.R., "The mechanism of phase transformation in crystalline solids", Inst. of Metals, London (1969)

[WEC53] Wechsler M.S., Lieberman D.S., Read T.A., Trans. AIME J. Met., (1953), Volume 197, pp 1503-1515.

[WEC59] Wechsler M.S., "On the theory of martensitic transformations. The generalized lattice invariant shear and the degeneracy of solutions for the cubic to tetragonal transformation", Acta Metallurgica, (1959), Volume 7, pp 793-802

[WIT00] Wittridge N.J., Jonas J.J., "The austenite-to-martensite transformation in Fe-30%Ni after deformation by simple shear", Acta Materalia, (2000), Volume 48, pp 2737-2749

[WIT01] Wittridge N.J., Jonas J.J., Root J.H., "A dislocation-based model for variant selection during the γ-to-α' transformation", Metallurgical and Materials Transactions A, (2001), Volume 32A, pp 889-901

[YAS08] Yaso M., Morito S., Ohba T., Kubota K., "Microstructure of martensite in Fe-C-Cr steel", Materials Science and Engineering A, (2008), Volume 481-482, pp770-773

[YAS99] Yasuda H. Y., Sakata T., Umakoshi Y., "Variant selection in transformation texture from the β to α in Cu-40 mass% Zn alloy", Acta Metallurgica, (1999), Volume 47, No.6, pp 1923-1933

[ZAJ05] Zajac S., Schwinn V., Tacke K.-H., "Characterization and quantification of complex bainitic microstructure in high and ultra-high strength linepipe steels", Materials Science Forum, (2005), Volume 500-501, pp 387-394

[ZHA06] Zhang M.-X., Kelly P.M., "Crystallography of carbide-free bainite in a hard bainitic steel", Materials Science & Engineering A, (2006), Volume 438-440, pp 272-275