



HAL
open science

Lien microstructure-comportement à rupture d'aciers de troisième génération à structure duplex pour application automobile

Quentin Tonizzo

► To cite this version:

Quentin Tonizzo. Lien microstructure-comportement à rupture d'aciers de troisième génération à structure duplex pour application automobile. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2017. Français. NNT : 2017PSLEM073 . tel-02011584

HAL Id: tel-02011584

<https://pastel.hal.science/tel-02011584>

Submitted on 8 Feb 2019

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.

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

LIEN MICROSTRUCTURE-COMPORTEMENT A RUPTURE D'ACIERS DE TROISIEME GENERATION A STRUCTURE DUPLEX POUR APPLICATION AUTOMOBILE

Ecole doctorale n°432

SCIENCE DES METIERS DE L'INGENIEUR

Spécialité Sciences et Génie des Matériaux

Soutenu par Quentin **TONIZZO**
le 04 décembre 2017

Dirigée par Anne-Françoise **GOURGUES-LORENZON** et Matthieu **MAZIÈRE**

COMPOSITION DU JURY :

Mme Véronique AUBIN
CentraleSupélec, Présidente

M. Sébastien ALLAIN
MINES Nancy, Rapporteur

M. Damien FABRÈGUE
INSA Lyon, Rapporteur

M. Benoît TANGUY
CEA Saclay, Examineur

Mme Astrid PERLADE
ArcelorMittal, Examineur

Mme Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON
MINES ParisTech, Examineur

M. Matthieu MAZIÈRE
MINES ParisTech, Examineur



*L'homme n'a point de port, le temps n'a
point de rive ;*

Il coule, et nous passons !

Alphonse de Lamartine

Remerciements

L'ensemble des travaux présentés dans ce manuscrit n'est pas le fruit du travail d'une seule personne mais résulte des nombreuses interactions, échanges, conseils et encouragements que j'ai pu avoir pendant ces trois années de thèse.

Je tiens tout d'abord à remercier Véronique Aubin qui a accepté de présider mon jury, ainsi que mes deux rapporteurs Sébastien Allain et Damien Fabrègue pour avoir pris le temps d'évaluer ce travail, avoir discuté mes résultats et soulevé de nombreuses questions. Je remercie également Benoît Tanguy pour son examen attentif du manuscrit.

La soutenance n'est toutefois que la fin de ce long travail. Avant cela, cette thèse est le fruit d'un partenariat entre le centre des Matériaux de l'école des Mines de Paris et ArcelorMittal. Je remercie chaleureusement mes deux supers directeurs de thèse : Anne-Françoise Gourgues et Matthieu Mazière. Merci pour votre implication, votre enthousiasme, vos idées et votre dynamisme pendant ces trois années ! Anne-Françoise, merci pour ta disponibilité, ton écoute et ton expertise. Matthieu, merci pour ta précieuse aide pour faire tourner Zébulon et pour tes cours de mécanique !

Concernant mon encadrement ArcelorMittal, j'aimerais remercier Astrid Perlade pour avoir initié cette thèse puis pour l'avoir suivie jusqu'à son terme, merci pour ta disponibilité, ton aide et tes encouragements. Je remercie aussi Ian Zuazo qui m'a accompagné sur une partie de ce projet. Merci également à Laurent Chapuis et Patrick Barges pour leur aide lors de mes passages à Maizières.

De nombreuses personnes du Centre des Matériaux m'ont permis d'avancer dans ce projet. J'adresse ma gratitude à tous les personnels qui m'ont aidé, notamment pour les usinages, les essais et la microscopie. Merci également à toutes les personnes croisées avec qui j'ai pu échanger et passer de bons moments. Une dédicace spéciale à la fine équipe : Hayat, Nathan et Ronan (quand présent) avec qui j'ai passé trois supers années ! Merci également aux 4A retardataires pour les nombreuses pauses au bocal et la bonne ambiance qu'ils ont su mettre !

Je remercie ma famille, notamment mes parents, qui m'ont accompagné et supporté dans mes choix. Je tiens aussi à te remercier, Sarah, pour tes encouragements et ta présence à mes côtés. J'ai également une pensée pour les absents qui seraient, je pense, fiers de me voir être arrivé au bout de ce long et passionnant chemin.

Enfin, merci à Pouce, Pythagore, Lipschitz et Newton pour leur soutien sans faille et leurs encouragements tout au long de ces années !

Sommaire

Introduction	1
Chapitre I – Présentation des aciers medium Mn	7
1. Généralités.....	9
1.1. Mécanismes de déformation particuliers de l’austénite	9
1.2. Moyens de contrôle de la stabilité de l’austénite	10
1.2.1. Eléments d’alliage	10
1.2.2. Recuit intercritique	12
1.2.3. Autres moyens de contrôle de la stabilité de l’austénite	16
1.3. Différentes familles d’aciers medium Mn.....	17
2. Aciers medium Mn à microstructure ultrafine	19
2.1. Présentation et origine de la microstructure ultrafine.....	19
2.2. Comportement élastoplastique	22
2.2.1. Evolution des grandeurs mécaniques classiques	22
2.2.2. Instabilités plastiques de type bande de Lüders	23
2.2.3. Instabilités plastiques de type bandes de Portevin – Le Châtelier.....	25
2.3. Evolution microstructurale pendant la déformation	25
2.4. Endommagement et comportement à rupture	28
2.5. Conclusion.....	29
3. Aciers medium Mn à microstructure bimodale.....	31
3.1. Présentation et origine de la microstructure bimodale	31
3.2. Comportement élastoplastique	32
3.3. Endommagement et comportement à rupture	36
3.4. Conclusion.....	39
4. Synthèse comparative entre les aciers medium Mn à microstructure UFG et les medium Mn à microstructure bimodale.....	40
Chapitre II – Cadre d’étude	43
1. Matériaux	45
1.1. Compositions chimiques et élaboration	45
1.2. Etude microstructurale de la famille UFG	47
1.2.1. Morphologie de la microstructure	47

1.2.2. Fraction volumique d'austénite retenue	49
1.2.3. Microdureté	50
1.3. Etude microstructurale de la famille DT	50
1.3.1. Morphologie de la microstructure	50
1.3.2. Fraction volumique et composition des phases	52
1.3.3. Microdureté	55
1.4. Synthèse	55
2. Méthodes de caractérisation mécanique.....	57
2.1. Essais de traction uniaxiale	58
2.2. Essais de traction sur éprouvettes à double entaille	59
2.3. Essais de déchirure ductile	59
2.4. Essais de résilience.....	60
2.5. Nomenclature des éprouvettes	61
3. Synthèse	62

Chapitre III – Comportement plastique et à rupture d'un acier medium Mn à

microstructure UFG.....	65
1. Comportement élastoplastique en traction uniaxiale.....	67
1.1. Caractéristiques mécaniques et influence de la température de recuit	67
1.2. Etude du vieillissement statique	73
1.3. Sensibilité du comportement élastoplastique envers la température d'essai	75
1.4. Mécanismes physiques d'endommagement et de rupture	77
1.4.1. Après rupture à température ambiante	77
1.4.2. Influence de la température d'essai sur l'endommagement et la rupture	79
1.5. Synthèse	82
2. Comportement mécanique sous sollicitations complexes	83
2.1. Résultats expérimentaux	83
2.2. Mécanismes physiques d'endommagement et de rupture	85
2.3. Synthèse	87
3. Comportement en déchirure et sous sollicitations dynamiques : étude de la ténacité et de la résilience	88
3.1. Comportement en déchirure	88
3.1.1. Résultats expérimentaux.....	88
3.1.2. Interprétation globale de l'allure des courbes	92
3.1.3. Etude des énergies d'amorçage et de propagation	92
3.2. Comportement sous sollicitations dynamiques	93
3.2.1. Résultats expérimentaux.....	93

3.2.2. Interprétation	95
3.3. Synthèse	99
4. Synthèse des travaux sur la famille UFG	100
4.1. Rappel des principaux résultats	100
4.2. Possibles scénarios de rupture	101
4.3. Points clés à retenir et potentielles applications industrielles	101

Chapitre IV – Comportement plastique et à rupture d’un acier medium Mn à microstructure bimodale 103

1. Comportement mécanique à température ambiante	105
1.1. Comportement élastoplastique en traction uniaxiale.....	105
1.1.1. Caractéristiques mécaniques	105
1.1.2. Stabilité de l’austénite retenue	108
1.1.3. Sensibilité du comportement élastoplastique envers la vitesse de sollicitation.....	109
1.2. Comportement en déchirure ductile	110
1.3. Analyse physique de la rupture à température ambiante.....	113
1.3.1. Etude des faciès de rupture.....	113
1.3.2. Etude de l’endommagement.....	116
1.4. Synthèse	117
2. Comportement mécanique à basse température	119
2.1. Résultats mécaniques	119
2.2. Analyse physique de la rupture à basse température.....	121
2.2.1. Etude de l’endommagement.....	121
2.2.2. Etude des faciès de rupture.....	123
2.2.3. Potentielles origines du clivage dans la ferrite δ	124
2.2.4. Modes de rupture des nuances de la famille DT	127
2.3. Synthèse	128
3. Comportement sous sollicitations dynamiques : étude de la résilience.....	129
3.1. Résultats expérimentaux	129
3.2. Interprétation	131
3.3. Synthèse	133
4. Synthèse des travaux sur la famille DT.....	134
4.1. Rappel des principaux résultats.....	134
4.2. Points clés à retenir	135
4.3. Avantages et inconvénients de la famille DT vis-à-vis de la famille UFG et potentielles applications industrielles	135

Conclusion et perspectives..... 137

Références 143

Introduction

Les réglementations européennes environnementales : un défi pour l'industrie automobile

Un rapport de la Commission Européenne datant de 2007 mettait en avant l'importance des véhicules dans la part des émissions de gaz à effet de serre, et notamment de CO₂, qui représentaient alors près de 20% des émissions globales de CO₂ dans l'Union Européenne, avec une moyenne de 150 grammes de particules de CO₂ émises par kilomètre [Rapport, 2007]. Depuis 2009, le règlement No 443/2009 a pour objectif « (d')établir des normes de performance en matière d'émissions pour les voitures particulières neuves immatriculées dans la Communauté [...] visant à réduire les émissions de CO₂ des véhicules légers » [Règlement-1, 2009]. Pour un véhicule neuf, les limites maximales d'émission de CO₂ sont limitées aujourd'hui à 130 g.km⁻¹ et ne devront pas dépasser 95 g.km⁻¹ à partir de 2020. En cas de dépassement, les amendes fixées aux constructeurs automobiles sont très lourdes : 95 € par gramme de CO₂ par voiture au-dessus de la limite imposée. A ce règlement, s'ajoutent les normes Euro qui imposent aux constructeurs automobiles des limites maximales sur trois polluants gazeux : monoxyde de carbone (CO), oxyde d'azote (NO_x) et hydrocarbures (HC), ainsi que sur les émissions de particules (Tableau 1).

Norme Euro 6					Règlement n°443/2009
CO (mg.km ⁻¹)	NO _x (mg.km ⁻¹)	HC + NO _x (mg.km ⁻¹)	Particules (mg.km ⁻¹)	Nombre de particules (#.km ⁻¹)	CO ₂ (g.km ⁻¹)
500	80	170	4,5	6,0 × 10 ¹¹	130 puis 95 (2020)

Tableau 1 : Détail des limites d'émission imposées par la norme Euro 6 et le règlement n°443/2009 pour les voitures neuves commercialisées dans l'Union Européenne [Règlement-1, 2009], [Règlement-2, 2012]

Vers une nouvelle génération d'aciers automobiles

Avec ces normes de plus en plus drastiques et la volonté croissante de proposer des voitures moins consommatrices en essence, les constructeurs automobiles cherchent donc à réduire toujours plus le poids de leurs véhicules. Dans ce contexte les aciéristes mondiaux doivent s'adapter pour proposer des aciers plus résistants et/ou plus légers, tout en gardant un prix compétitif. Ainsi ArcelorMittal, premier producteur mondial d'aciers, cherche à développer une nouvelle gamme d'aciers THR (Très Haute Résistance, appelés aussi Advanced High Strength Steels en anglais), dits de troisième génération, visant soit une résistance en traction (R_m) supérieure à 1000 MPa et un allongement uniforme (A_g) de 30% (Figure 1, ⊗), soit un R_m de 800 MPa, un A_g de 30% et une densité 5 à 10% plus faible que les aciers actuels proposés aux constructeurs automobiles (Figure 1, ⊙). La première génération d'aciers THR, représentée en bleu sur la Figure 1, se compose d'une matrice ferrito-bainitique (cubique centrée) et de phases carburées (typiquement, aciers DP et TRIP), et présente une très bonne combinaison résistance/ductilité (R_m×A_g autour de 25000 MPa%). Elle correspond à la gamme d'aciers communément utilisée aujourd'hui. La deuxième génération se caractérise par une matrice austénitique (cubique à faces centrées) stable à température ambiante qui apporte des propriétés mécaniques spectaculaires (allongement supérieur à 50% et résistance mécanique de l'ordre de

1500 MPa, i.e. produit $R_m \times A_g$ supérieur à 50000 MPa%) grâce à un maillage mécanique pendant la mise en forme (aciers TWIP et Triplex, en vert sur la Figure 1). Cependant, dans ces aciers, la stabilisation de l'austénite est assurée par de fortes teneurs en C, Mn et parfois Al, les rendant onéreux et difficiles à élaborer en l'état actuel des connaissances, en plus d'être sensibles à la rupture différée en présence d'hydrogène.

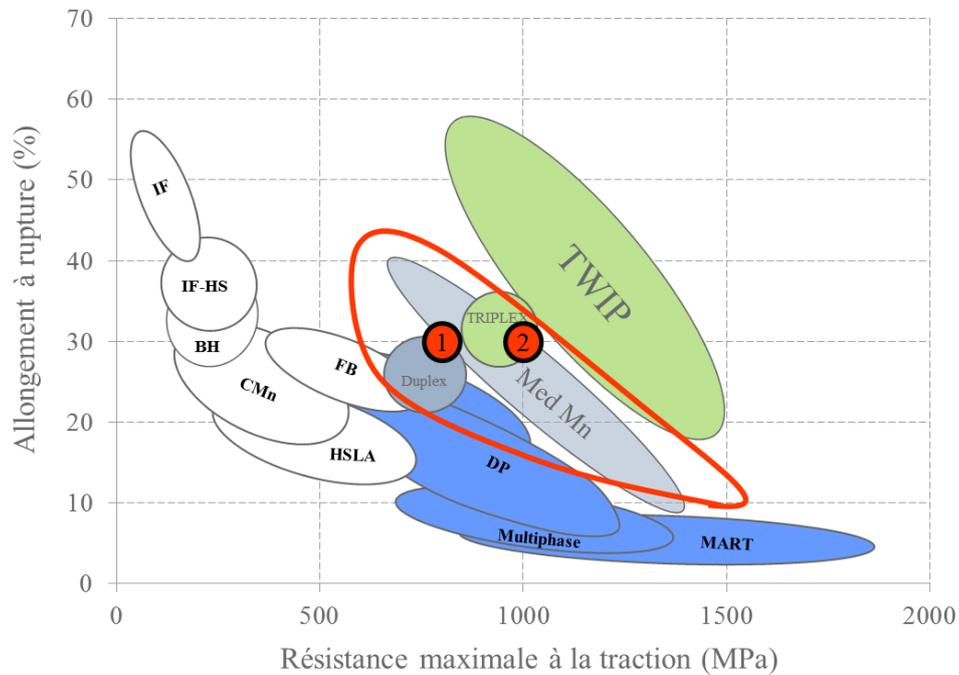


Figure 1 : Gamme de résistance et de ductilité en traction de différents type d'aciers, adapté de [Perlade, 2014]

La troisième génération actuellement à l'étude se présente, vis-à-vis de ces propriétés, comme un compromis entre la première et la deuxième générations (région entourée en rouge sur la Figure 1). Composés d'une structure duplex austénite-ferrite, ces aciers appelés « aciers medium Mn » possèdent 5 à 8% de Mn et moins de 8% d'Al [Lee, 2015]. La teneur en C doit être inférieure à 0,3%. En effet, la visée première de ces matériaux est une utilisation dans la caisse en blanc des véhicules (Figure 2), ce qui nécessite de bonnes propriétés en matière de soudabilité, or une teneur à 0,3% est déjà limite pour un soudage par points conventionnel.

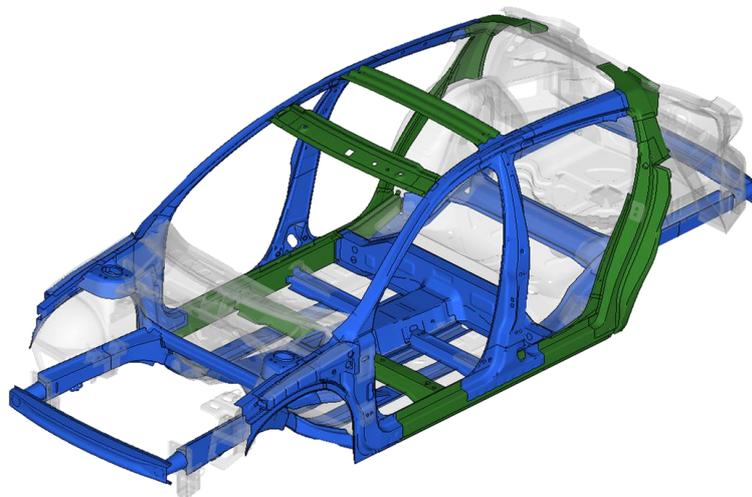


Figure 2 : Caisse en blanc d'un véhicule [Perlade, 2014]

Le projet ANR MATETPRO « MeMnAl Steels » : comprendre et développer les aciers automobiles à très haute résistance de demain

Ce projet, lancé en 2014 sous l'impulsion d'ArcelorMittal et cofinancé par l'Agence Nationale de la Recherche, cherche à comprendre les mécanismes physiques qui gouverneront le développement de ces nouveaux aciers, notamment ceux qui contrôlent leur microstructure et leurs propriétés mécaniques. Le projet a été structuré en deux thèmes principaux : genèse des microstructures et relation microstructure-propriétés mécaniques. Le premier thème cherche à développer des outils thermodynamiques et cinétiques afin de prévoir les phases présentes et leur fraction volumique, à l'aide de modèles *ab-initio* et d'approches CALPHAD (CALculations of PHase Diagrams). Le second thème cherche à relier le comportement mécanique macroscopique au comportement microscopique en s'intéressant à deux nuances d'aciers. La première nuance vise un R_m de 1000 MPa et un allongement à rupture de 30% (Ⓜ, Figure 1). La seconde, enrichie en aluminium, vise un R_m de 800 MPa et un allongement à rupture de 30% et aussi une densité de 10% inférieure à celle des aciers pour automobile classiques (Ⓛ, Figure 1). La combinaison de ces deux thèmes a pour but, *in fine*, d'établir une cartographie des capacités de cette nouvelle génération d'aciers, d'estimer les limites de leur comportement, de définir les principales étapes du procédé d'élaboration afin d'accélérer les développements industriels futurs. Ce projet a regroupé 4 doctorants et 1 post-doctorant, au travers de 7 laboratoires de recherche européens : le Centre des Matériaux MINES ParisTech (Evry), le SIMaP (Grenoble), le MSSMat (Paris), l'UMET (Lille), l'IMN2P (Marseille), le CEMES (Toulouse) et le RWTH (Aix-la-Chapelle, Allemagne).

Cette thèse s'inscrit dans le thème intitulé « lien microstructure-propriétés mécaniques ». Elle a été menée en parallèle d'une autre thèse qui s'est intéressée aux mécanismes de déformation plastique propre à ces nouveaux aciers. L'objet des travaux rapportés ici cherche, plus précisément, à caractériser et comprendre les mécanismes d'endommagement, et, à l'aide de l'approche locale de la rupture, d'étudier la rupture ductile de ces nouvelles nuances. Dans ce cadre, le Chapitre I présentera l'état de l'art des aciers medium Mn, en se focalisant tout d'abord sur quelques généralités propres à ces aciers puis en s'intéressant plus précisément à deux sous-familles d'aciers medium Mn différant par leur microstructure : les aciers medium Mn à microstructure ultrafine, et les aciers medium Mn à microstructure bimodale. Le Chapitre II décrira les deux familles de matériaux étudiées et les méthodes mises en œuvre pour les caractériser microstructuralement et mécaniquement. Le Chapitre III abordera le comportement mécanique d'une famille d'aciers medium Mn à microstructure ultrafine (correspondant à la cible Ⓜ sur la Figure 1) sous différents modes de sollicitations mécaniques. A partir des éprouvettes rompues, l'endommagement et le comportement à rupture seront ensuite étudiés. De façon similaire, le Chapitre IV présentera le comportement mécanique d'une famille d'aciers medium Mn à microstructure bimodale (correspondant à la cible Ⓛ sur la Figure 1). L'accent sera mis sur le lien entre la microstructure et les modes de rupture de cette famille d'aciers.

Chapitre I

Présentation des aciers medium Mn

Sommaire

1. Généralités.....	9
1.1. Mécanismes de déformation particuliers de l'austénite	9
1.2. Moyens de contrôle de la stabilité de l'austénite	10
1.2.1. Eléments d'alliage	10
1.2.2. Recuit intercritique.....	12
1.2.3. Autres moyens de contrôle de la stabilité de l'austénite	16
1.3. Différentes familles d'aciers medium Mn.....	17
2. Aciers medium Mn à microstructure ultrafine	19
2.1. Présentation et origine de la microstructure ultrafine.....	19
2.2. Comportement élastoplastique	22
2.2.1. Evolution des grandeurs mécaniques classiques	22
2.2.2. Instabilités plastiques de type bande de Lüders	23
2.2.3. Instabilités plastiques de type bandes de Portevin – Le Châtelier.....	25
2.3. Evolution microstructurale pendant la déformation.....	25
2.4. Endommagement et comportement à rupture	28
2.5. Conclusion.....	29
3. Aciers medium Mn à microstructure bimodale	31
3.1. Présentation et origine de la microstructure bimodale	31
3.2. Comportement élastoplastique	32
3.3. Endommagement et comportement à rupture	36
3.4. Conclusion.....	39
4. Synthèse comparative entre les aciers medium Mn à microstructure UFG et les medium Mn à microstructure bimodale.....	40

Ce chapitre est une introduction sur les aciers medium Mn. Il s'intéresse tout d'abord à l'une des originalités de ces aciers : la présence d'austénite retenue à température ambiante. Il se focalise ensuite sur les connaissances actuelles, en termes de comportements élastoplastique et à rupture, de deux familles particulières : les aciers medium Mn à microstructure ultrafine (UFG) et les aciers medium Mn à microstructure bimodale.

1. Généralités

1.1. Mécanismes de déformation particuliers de l'austénite

Les mécanismes classiques de déformation plastique des alliages métalliques, et notamment des aciers, sont le plus souvent associés au glissement des dislocations. Cependant, les aciers possédant de l'austénite retenue (γ_r) peuvent présenter d'autres modes de déformation. En effet, cette austénite peut subir des transformations particulières mécaniquement induites, par opposition aux transformations de phase thermochimiques. Ce sont les effets TRIP (TRansformation Induced Plasticity) et TWIP (TWinning Induced Plasticity). L'effet TRIP est dû à une transformation de l'austénite retenue en martensite, pendant la déformation. La transformation en elle-même est adoucissante mais une fois celle-ci terminée, la microstructure martensitique obtenue étant plus dure, un écrouissage apparent se crée et la contrainte d'écoulement augmente. L'effet TWIP est dû à l'apparition progressive de macles pendant la déformation, les joints de macles formés venant faire obstacle au mouvement des dislocations. Comme leur nombre augmente avec la déformation, un pseudo effet Hall-Petch apparait expliquant le fort taux d'écrouissage [Gutierrez-Urrutia, 2011]. Appliqués aux aciers automobiles, ces deux effets permettent de fortement améliorer la combinaison résistance – ductilité, par rapport à des aciers automobiles classiques de type DP (Dual Phase) ou HSLA (High Strength Low Alloy).

L'apparition de ces deux mécanismes est contrôlée par l'énergie de défaut d'empilement (EDE) de l'austénite. Les plans denses de l'édifice cristallin suivent un empilement précis et périodique (ABAB dans les structures hexagonales compactes, ABCABC dans les structures cubiques à faces centrées) qui peut parfois être interrompu, ABCABC devenant ABCBC par exemple. On parle alors de défaut d'empilement et une énergie γ est associée. Suivant la valeur de cette énergie, le mécanisme de déformation dans l'austénite sera différent [Aydin, 2013], [Lee, 2010]. Ainsi pour des EDE inférieures à 15 mJ.m^{-2} , l'effet TRIP est couramment observé. L'austénite métastable se transforme en martensite amenant un effet durcissant. A l'inverse, pour des EDE entre à $20\text{-}30 \text{ mJ.m}^{-2}$, l'effet TWIP est favorisé. Au-delà de ces valeurs, le glissement de dislocations redevient le mécanisme de déformation prépondérant [Lee, 2014-a]. La valeur de l'EDE de l'austénite permet d'expliquer sa stabilité. Sa valeur dépend de deux paramètres : la température et la composition chimique de la phase austénitique. Pour une composition chimique fixée, l'EDE augmente avec la température [Rémy, 1978]. L'effet de la composition chimique est présenté dans la sous partie 1.2.1.

1.2. Moyens de contrôle de la stabilité de l'austénite

1.2.1. Eléments d'alliage

Il est bien connu que l'austénite est chimiquement stabilisée par certains éléments fortement γ -gènes comme le nickel, le manganèse et le carbone. Dans l'industrie automobile, pour des raisons d'optimisation des coûts, le carbone est majoritairement utilisé et le manganèse peut être utilisé pour certaines pièces de la caisse en blanc. A l'inverse, l'aluminium et le silicium sont deux éléments α -gènes.

Furakawa *et al.* ont étudié l'effet du **carbone** sur un medium Mn Fe-xC-5Mn à effet TRIP ($0,01 < x < 0,4$, en masse%¹) [Furakawa, 1994]. Ils ont mis en évidence l'effet stabilisateur du carbone sur l'austénite et ont observé que la fraction volumique d'austénite retenue augmentait avec la concentration en carbone jusqu'à 0,3%C. Au-delà de 0,3%C, pour une vitesse de refroidissement élevée ($1000 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), la fraction volumique d'austénite continue à augmenter (atteignant plus de 40%). A l'inverse pour un refroidissement très lent ($0,03 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), la fraction d'austénite retenue diminue en raison de la formation de cémentite aux joints de grains austénitiques primaires. Cette formation de carbures est aussi constatée par Baligheid et Satya Prasad dans leur étude sur l'effet de l'**aluminium** et du **carbone** sur les propriétés mécaniques d'aciers Fe-xC-yAl ($0,05 < x < 0,5\%$ et $9 < y < 13\%$) après laminage à chaud (taux de réduction de 60%) [Baligheid, 2007]. Ils ont montré que l'ajout de carbone améliorerait l'aptitude à la mise en forme à chaud et les propriétés en traction. Il faut néanmoins rappeler que dans notre contexte particulier, où les aciers seront principalement utilisés pour la structure de la caisse en blanc (Introduction, Figure 1), il sera nécessaire d'avoir un acier soudable. Il est donc difficilement envisageable de dépasser 0,3% de carbone. De plus, les variations des teneurs en aluminium dans la gamme 9-13% semblent avoir peu d'effet sur la mise en forme à chaud mais modifient les propriétés mécaniques à température ambiante : la résistance mécanique augmente tandis que la ductilité diminue.

Suh *et al.* ont aussi étudié l'effet de l'**aluminium** (jusqu'à 3%) sur un medium Mn Fe-0,12C-5Mn-xAl-0,5Si [Suh, 2010]. Ils ont montré que l'ajout d'aluminium ouvrait le domaine intercritique, qui correspond au domaine biphasé $\alpha + \gamma^2$ (augmentation d'Ac₁ et Ac₃). En revanche, ils ont observé que l'augmentation de la teneur en aluminium entraînait une perte d'homogénéité de la taille des grains avec la formation de grains grossiers de ferrite et de fins grains d'austénite retenue. En effet, selon eux, l'augmentation de la teneur en Al à 3%, par rapport à 1%, favoriserait la recristallisation de la ferrite aux dépens de la transformation inverse en austénite. En effet comme l'ajout d'aluminium élève Ac₁, la ferrite sera stable à des températures plus élevées, où sa cinétique de recristallisation sera suffisamment rapide par rapport à la vitesse de chauffage pour que la ferrite recristallise presque complètement avant que l'austénite ne se forme. Récemment, l'aluminium est devenu très intéressant pour une autre application : la diminution de la densité des aciers. Il est communément accepté qu'une augmentation de 1% en masse d'aluminium entraîne un abaissement de la densité d'environ 1,5% [Fromeyer, 2006]. Deux facteurs se combinent pour expliquer cette diminution : l'aluminium, d'une part augmente le paramètre de maille de l'acier et d'autre part possède une masse atomique plus faible que le fer. Toutefois, dans des proportions trop élevées, l'aluminium peut compliquer fortement l'étape de coulée continue, en bouchant notamment les tuyauteries [Vermeulen, 2002]. Dans ce contexte Suh *et al.* ont montré qu'il était

¹ Dans la suite du manuscrit, toutes les proportions seront données en pourcentage massique sauf mention du contraire.

² Le domaine intercritique est délimité par le point Ae₁, en dessous duquel l'acier est 100% ferritique, et le point Ae₃, au-dessus duquel l'acier est 100% austénitique.

possible de conserver les cinétiques de transformation et les propriétés mécaniques finales, en ajustant les proportions de carbone et manganèse, afin de diminuer la proportion d'aluminium [Suh, 2013]. L'aluminium présente un autre effet indésirable. Il abaisse, en effet, le module d'Young d'environ 2% par 1% d'aluminium ajouté, en raison de la diminution de l'énergie réticulaire et de la plus grande distance entre les atomes de fer et d'aluminium [Chen, 2017].

Le **silicium** est également souvent ajouté, dans l'objectif de bloquer la précipitation de la cémentite, ce qui stabilise indirectement la phase austénitique par rétention du carbone dans la solution solide. Furakawa a étudié l'effet d'une addition de silicium dans des aciers Fe-0,1C-5Mn-(0-2)Si sur leur propriétés mécaniques [Furakawa, 1989]. Il observe que le silicium améliore la ductilité et la résistance du matériau, en augmentant la capacité d'écroutissage de la ferrite (le silicium bloque la cinétique de restauration de la ferrite en limitant le glissement dévié).

Enfin, le **manganèse**, possède un effet stabilisateur γ -gène. Il élargit également le domaine intercritique en abaissant fortement Ac_1 sans trop abaisser Ac_3 . Comme l'ont rapporté Lee *et al.* [Lee, 2015], Hong *et al.* ont étudié des aciers medium Mn Fe-(4/6/8)Mn-0,1C laminés à chaud puis recuits 6 heures à une température entre 600 et 675 °C (Figure I-1). Ils ont montré qu'entre 600 °C et 650 °C, l'augmentation de la teneur en manganèse, pour une température de recuit donnée, entraînait une augmentation de la fraction volumique d'austénite retenue. En revanche, pour un recuit à 675 °C, ils ont observé qu'une trop grande teneur en manganèse faisait chuter la fraction volumique d'austénite retenue.

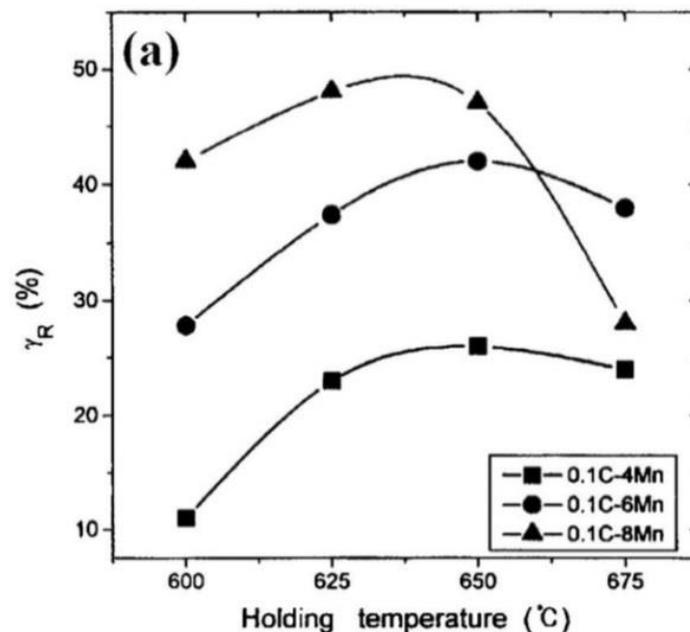


Figure I-1 : Evolution de la fraction volumique d'austénite retenue en fonction de la température de recuit pour différentes teneurs en Mn lors de recuits de 6 heures, d'après [Lee, 2015]

Comme évoqué précédemment, les valeurs de l'EDE dans l'austénite dépendent de sa composition chimique. Dans le cas du carbone, une augmentation entraîne un accroissement des valeurs de l'EDE [Aydin, 2013]. Dans le cas du manganèse, peu de données expérimentales existent. La synthèse de ces résultats, à température ambiante, a été faite par Aydin *et al.* et est présentée sur la Figure I-2. L'évolution générale est la même pour les trois études réalisées sur des binaires Fe-Al, à savoir une diminution de l'EDE puis une augmentation, quand la teneur en manganèse augmente. Dans le cas de l'étude de Lee *et al.*, l'EDE a été calculée à l'aide de l'équation d'Olson et Cohen [Olson, 1976], avec le modèle des solutions régulières [Lee, 2000], tandis que les résultats de Schumann et Lee sont déduits d'analyses expérimentales. Les modèles

de Lee et Schumann présentent une évolution similaire, différente de celle donnée par Volosevich¹. Lee *et al.* avancent que l'écart sur les valeurs d'EDE entre leur modèle et celui de Schumann peut être lié au taux d'impuretés présentes dans l'alliage binaire ou encore à la taille des grains d'austénite. Toutefois selon Lee *et al.*, ces deux modèles semblent plus cohérents que celui de Volosevich qu'ils remettent en question. En effet, Volosevich *et al.* ont aussi mesuré l'EDE dans des ternaires Fe-Mn-C en utilisant la même méthode expérimentale que pour le binaire Fe-Mn et les résultats de ce modèle impliqueraient qu'une augmentation de la teneur en carbone diminuerait la stabilité de l'austénite, ce qui n'est pas en accord avec l'effet reconnu γ -gène du carbone. Nous raisonnerons donc à partir des résultats de Lee et Schumann. Il apparaît alors que dans le cas des medium Mn (teneur en manganèse comprise entre 5 et 8%), une augmentation de la teneur en manganèse entraînera une diminution de l'EDE dans l'austénite à température ambiante. Jiang *et al.* ont étudié l'évolution de l'EDE dans des ternaires Fe-Mn-Si, à l'aide de mesures de diffraction des rayons X (DRX) [Jiang, 1998]. Ils ont montré qu'une augmentation de la teneur en Mn entraînait un accroissement de l'EDE. Enfin, l'aluminium tend à augmenter l'EDE, tandis que le chrome et le nickel la diminuent [Dumay, 2008].

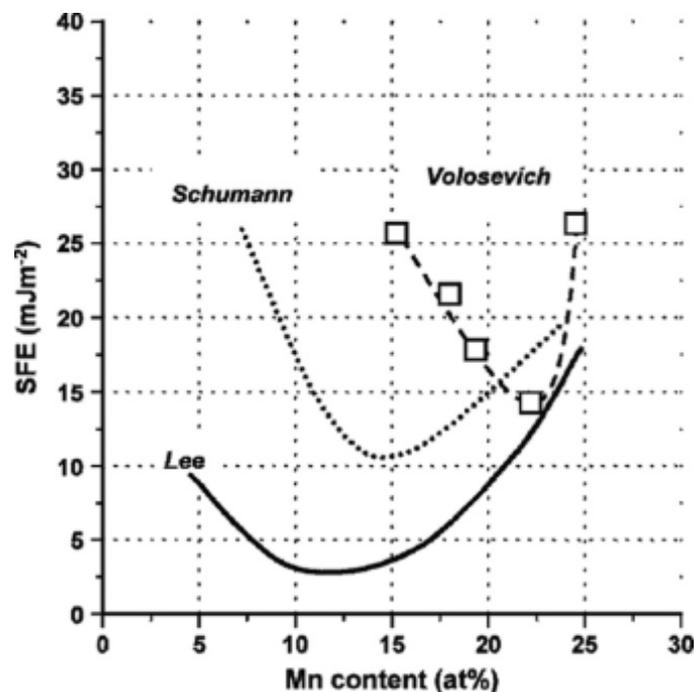


Figure I-2 : Variation de l'EDE de l'austénite à température ambiante en fonction de la teneur en Mn dans le binaire Fe-Mn d'après [Aydin, 2013]

1.2.2. Recuit intercritique

L'une des particularités du procédé de mise en œuvre des aciers de première et troisième générations est la présence d'un recuit intercritique, dans le domaine biphasé $\alpha + \gamma$, après laminage à froid. Dans le cas des TRIP, ce recuit permet de former un mélange de bainite et d'austénite retenue. Pour les DP, il sert à former de l'austénite qui se transformera en martensite lors du refroidissement. Dans le cas des aciers de troisième génération medium Mn, l'objectif est d'obtenir une microstructure finale de ferrite et d'austénite retenue. La Figure I-3 présente un schéma d'élaboration complet, à partir de coulées du laboratoire (masse : 60kg), pour simuler des coulées

¹ L'article de Schumann, maintes fois cité dans la littérature, est introuvable.

industrielles. La grande majorité des études présente les mêmes étapes [Lee, 2013-a], [Lee, 2014-a], [Suh, 2013] :

- laminage à chaud (LAC, ①)
- laminage à froid (LAF, ③)
- recuit intercritique (RIC, durée de quelques minutes à plusieurs heures suivant l'étude, ④)

Un refroidissement lent (②) est parfois aussi réalisé entre le laminage à chaud et le laminage à froid, afin de simuler le transitoire thermique imposé par le bobinage à chaud réalisé en production industrielle.

Classiquement, pendant le laminage à chaud, l'acier est complètement austénitique. En fin de laminage à chaud, en fonction de la vitesse de refroidissement, une microstructure ferritique et/ou martensitique est obtenue. Au cours du laminage à froid, ces deux phases vont être fortement déformées et vont s'enrichir en dislocations. De plus, s'il restait un peu d'austénite en fin de laminage à chaud, celle-ci va se transformer en martensite lors du laminage à froid. Ainsi, en fin de laminage à froid, les microstructures sont principalement martensitiques et/ou ferritiques et sont fortement déformées.

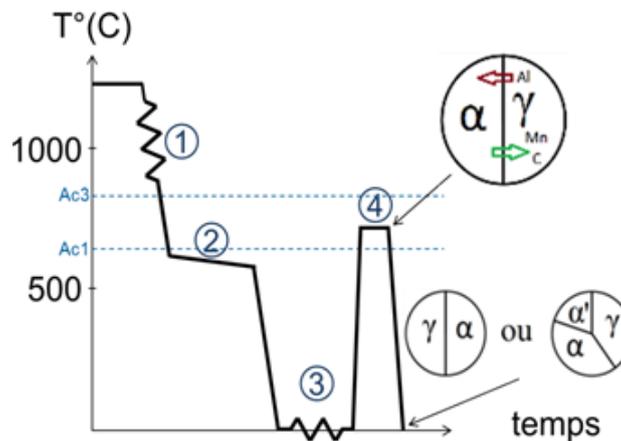


Figure I-3 : Schéma synthétique d'élaboration des medium Mn, 1 : LAC, 2 : refroidissement lent, 3 : LAF, 4 : RIC

Pendant le recuit intercritique, la structure devient biphasée austénite-ferrite. La martensite se transforme en partie en austénite par germination et croissance (phénomène de transformation inverse) et en partie en ferrite par recristallisation. La ferrite présente en fin de laminage à froid est supposée recristalliser. En parallèle, les éléments d'alliage diffusent suivant leur affinité avec ces deux phases : manganèse et carbone vers l'austénite, aluminium vers la ferrite. Lee *et al.* ont mis en évidence sur un acier medium Mn Fe-0,05C-6,15Mn-0,04Al-1,4Si qu'en fin de laminage à froid, la répartition en C et Mn était très homogène [Lee, 2011-a]. La partition de ces deux éléments, dans l'austénite, ne se faisait que lors du recuit intercritique (Figure I-4). Ils ont aussi montré que les concentrations en manganèse et en carbone dans l'austénite diminuaient avec l'augmentation de la température de recuit de 640 °C à 680 °C. Dans une autre étude, Lee *et al.* ont étudié l'effet de la température de recuit sur un acier medium Mn Fe-0,3C-6Mn pour des températures allant de 600 °C à 680 °C (Ac_1 et Ac_3 respectivement mesurés à 580 °C et 720 °C par dilatométrie) [Lee, 2013-a]. A l'aide du logiciel ThermoCalc[®] (base de données non précisée), ils ont confirmé qu'à l'équilibre une augmentation de la température de recuit entraînait une diminution de la concentration en manganèse dans l'austénite. En revanche, la teneur en carbone dans l'austénite augmente avec la température en partant d'une basse température de recuit, en raison de la dissolution de la cémentite mais au-delà d'une température critique, cette teneur diminue à nouveau en raison de l'augmentation de la fraction volumique d'austénite (Figure I-5).

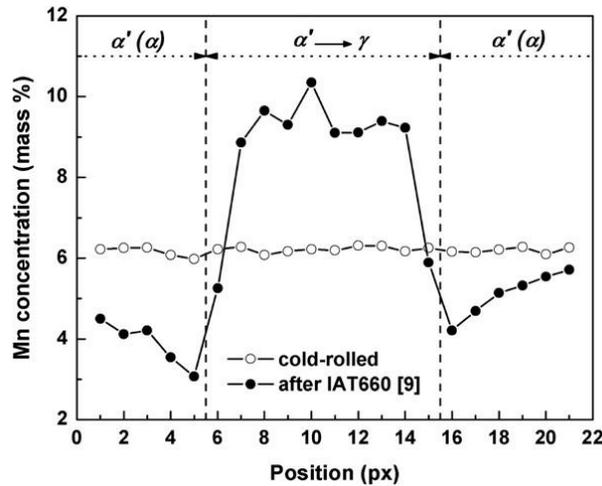


Figure I-4 : Répartition du manganèse à travers un grain d'austénite et deux grains de ferrite UFG, avant et après recuit intercritique (la zone centrale correspond à un grain d'austénite, d'environ 250 nm, formé à partir d'un seul « grain » martensitique fortement déformé avant recuit ; mesure MET-EDS, pas de 25 nm) [Lee, 2011-a]

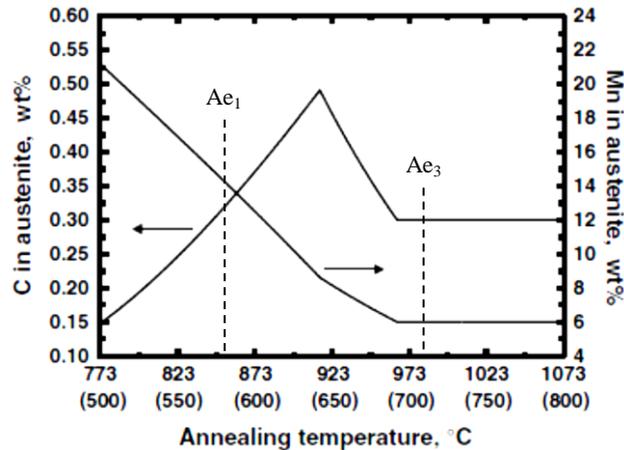


Figure I-5 : Teneurs en carbone et manganèse dans l'austénite¹ en fonction de la température dans un acier Fe-0,3C-6Mn, calculées avec le logiciel ThermoCalc®, d'après [Lee, 2013-a]

Dans plusieurs études, Lee et De Cooman se sont intéressés à l'effet de la température de recuit sur l'évolution microstructurale [Lee, 2013-a], [Lee, 2014-a], [Lee, 2014-b]. Tout d'abord, pour des températures de recuit intercritique excessivement faibles (proches d' A_{c1}), de la cémentite se forme, déstabilisant l'austénite et faisant diminuer son EDE. Ces précipités ont une tendance à la rupture fragile et peuvent aussi être fragilisants pour le matériau, ils doivent donc être impérativement évités. Après recuit à des températures un peu plus élevées, la fraction volumique d'austénite retenue est faible. L'austénite est donc très riche en carbone et en manganèse, ce qui la rend très stable. A l'inverse, pendant des recuits à températures très élevées (proches d' A_{c3}), la fraction volumique d'austénite est élevée mais la quantité de carbone et de manganèse dans l'austénite va diminuer (principalement par conservation de masse). Ainsi pendant le refroidissement, l'austénite est moins stabilisée, le point M_s devient supérieur à la température ambiante, entraînant la formation de martensite "thermique". Cette martensite fraîche, assez riche en carbone, doit aussi être évitée, car elle durcit le matériau avant toute déformation, compliquant la mise en forme et pouvant mener à une rupture précoce. L'EDE de l'austénite et *in fine* la fraction volumique d'austénite retenue, varient fortement en fonction de la température de

¹ Ici, A_{e1} est inférieur à 500 °C, du fait de la chimie très riche en éléments γ -gènes sans contrepartie en éléments α -gènes, le domaine intercritique est donc très bas

recuit comme le montre la Figure I-6. Enfin, la taille des grains d'austénite tend à augmenter avec la température de recuit, tandis que celle des grains de ferrite reste inchangée [Lee, 2014-b].

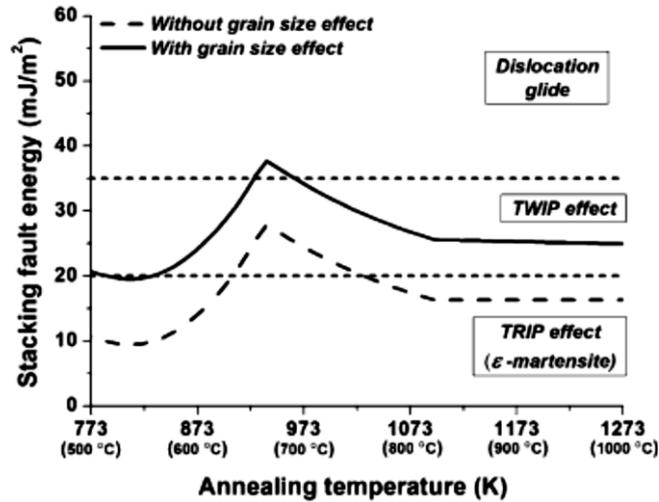


Figure I-6 : Variations de l'EDE à température ambiante en fonction de la température de recuit pour un acier 0,3C-10Mn-3Al-2Si ("with grain size effect" correspond à la prise en compte de la taille des grains, dans le calcul du point M_s et par conséquent dans le développement du modèle) [Lee, 2014-b]

Ces différentes études ont permis de mettre en évidence l'importance de la température à laquelle le recuit intercritique est effectué. En effet, la température de recuit contrôle la fraction volumique d'austénite retenue, sa teneur en éléments d'alliage et sa stabilité à température ambiante. Il existe donc une température de recuit optimale, propre à chaque nuance, pour laquelle l'austénite retenue présente le meilleur compromis fraction volumique / stabilité, résumé sur la Figure I-7. Il est donc important de contrôler finement la température de recuit pour obtenir une microstructure finale avec une austénite retenue susceptible d'avoir un effet TRIP progressif, qui conduira à une amélioration des propriétés mécaniques de l'acier.

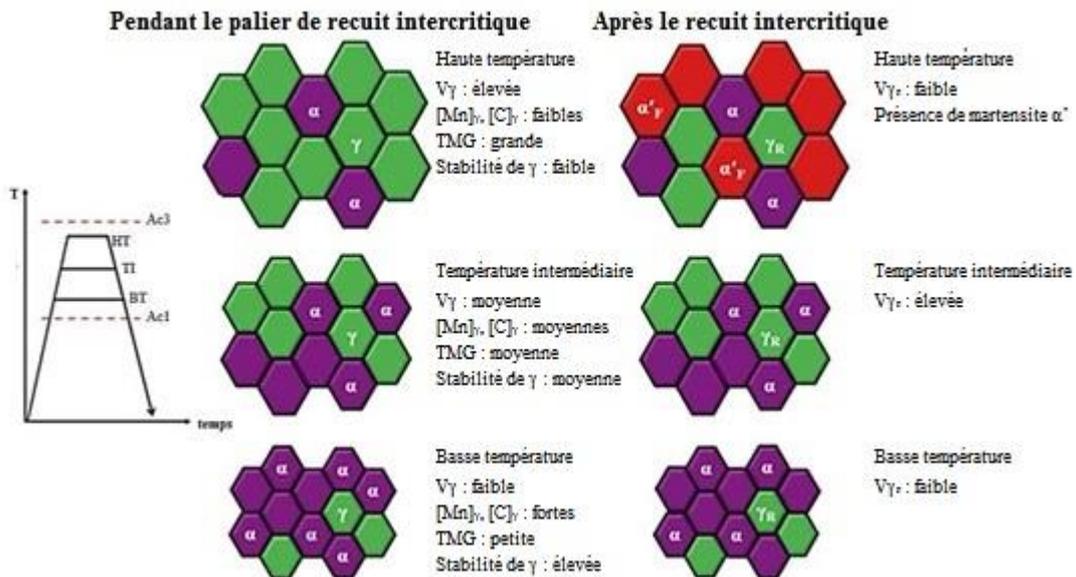


Figure I-7 : Schéma simplifié de l'évolution microstructurale en fonction de la température de recuit, adapté de [Lee, 2014-b] (V_γ : fraction volumique d'austénite, TMG : Taille Moyenne des Grains, α'_F : martensite formée lors du refroidissement)

Une grande variété de propriétés mécaniques peut donc être attendue, en fonction de la température de recuit choisie. Plusieurs exemples d'études sont présentés dans le Tableau I-1. Les températures de recuit choisies ainsi que la durée du maintien y sont précisées, accompagnées des principaux résultats mécaniques obtenus.

Auteur	Chimie (pds%)	Température de recuit (°C)	Durée de recuit	σ_y (MPa)	Rm (MPa)	R _{ult} (MPa)	A _g (%)	R _{ult} × A _g (MPa%)
[Lee, 2014-a]	0,3C-10Mn-3Al-2Si	700	10 min	1200	1250	1210	15	20 570
		800	10 min	870	1150	1020	57	66 300
		900	10 min	650	-	1150	17	19 550
[Suh, 2013]	0,08C-5.1Mn-2.1Al-0,5Si	700	2 min	800	810	690	22	18 630
		760	2 min	620	1020	900	14	15 300
[Lee, 2013-a] Ac ₁ = 580 °C Ac ₃ = 720 °C	0,3C-6Mn	620	1 h	910	1010	890	16	19 580
		640	1 h	900	-	1270	35	44 450
		660	1 h	720	-	1250	11	13 750
[Wang, 2013]	0,2C-5Mn	650	6 h	650	1150	980	30	34 300

Tableau I-1 : Résultats mécaniques obtenus (lus sur les courbes expérimentales), en fonction des conditions de recuit intercritique, pour différentes études sur des aciers medium Mn (σ_y : limite d'élasticité, Rm : résistance maximale, R_{ult} : résistance à rupture, A_g : allongement maximum réparti)

La synthèse de ces études montre qu'une augmentation de la température de recuit s'accompagne d'une diminution de la limite d'élasticité, d'une hausse puis d'une perte de ductilité tandis que la résistance mécanique augmente. Ces observations seront reprises plus en détail dans la partie 3.2.

1.2.3. Autres moyens de contrôle de la stabilité de l'austénite

La stabilité de l'austénite peut être augmentée par un affinement de la taille de grains, qui vient alors abaisser le point M_s. Les aciers de type medium Mn possèdent le plus souvent une très fine microstructure avec des grains d'austénite retenue de taille inférieure au micromètre (en coupe). L'austénite a donc une tendance à être "naturellement" stabilisée. L'ajout de molybdène

favorise aussi la diminution de taille de grains [Chiou, 2004]. Cependant, certaines études rappellent qu'une taille de grain trop fine peut aussi inhiber les effets TRIP [Leal, 1981], [Jeong, 1993] et TWIP [Ueji, 2008].

Il est bon de noter que l'austénite peut aussi être stabilisée mécaniquement, en contrôlant la quantité de dislocations en son sein. En effet, les dislocations peuvent ralentir voire bloquer la cinétique de transformation de l'austénite en martensite [Breedis, 1965]. Cependant Lee *et al.* ont étudié cet aspect sur un medium Mn Fe-0,05C-6,15Mn-0,04Al-1,4Si et ont constaté que cette stabilisation mécanique ne pouvait avoir lieu [Lee, 2011-b]. En effet, soit la martensite recristallise en premier en ferrite puis cette ferrite donne l'austénite ; soit la martensite se transforme directement en austénite mais suivant une transformation de phases reconstructive, entraînant donc une perte de la mémoire des défauts cristallins. Dans les deux cas, l'austénite formée lors du recuit ne possède pas une densité de dislocations suffisamment élevée pour être mécaniquement stabilisée par les dislocations contenues en son sein.

Enfin, Ryu *et al.* ont comparé deux aciers TRIP (L-Al : 0,12C-4,6Mn-1,1Al-0,55Si et H-Al : 0,12C-5,8Mn-3,1Al-0,47Si) qui présentent la même fraction volumique d'austénite retenue (30%, notée V_γ dans la suite), la même taille et même morphologie de grains austénitiques et pourtant deux comportements TRIP différents, donc deux stabilités de l'austénite différentes [Ryu, 2010]. Ils montrent ainsi qu'un autre facteur concernant la stabilité de l'austénite doit être pris en compte : la répartition des déformations entre les différentes phases. Ce point sera repris dans la section 3.

1.3. Différentes familles d'aciers medium Mn

Les premières études des aciers medium Mn remontent au début des années 70, quand Miller étudia des nuances Fe-0,1C-6Mn ayant subi un recuit intercritique et présentant un bon compromis résistance/ductilité [Miller, 1972]. Miller montra que ces propriétés mécaniques inhabituelles pour l'époque (R_m entre 900 et 1200 MPa, pour des allongements à rupture allant jusqu'à 30%), résultaient de la très fine microstructure obtenue et de la présence d'une quantité importante d'austénite retenue à température ambiante (autour de 30% dans certains cas). Cependant, comme expliqué précédemment, d'autres éléments d'alliage sont présents dans les nuances actuellement étudiées et les températures de recuit peuvent varier d'une nuance à l'autre. En conséquence, il est possible d'obtenir une grande diversité de microstructures, comme le montre la Figure I-8. La micrographie a) met en évidence une structure de grain ultra fine (appelée, dans la suite du manuscrit, UFG pour UltraFine Grained) duplex {ferrite (noire) + austénite (claire)}, avec une taille de grains submicrométrique, orientée dans le sens de laminage. Sur les micrographies b) et c), une structure en bandes très marquée apparaît avec la ferrite en blanc et l'austénite en jaune pâle. La distribution des grains est bimodale, avec d'une part l'UFG et d'autre part des grains de ferrite de plusieurs micromètres d'épaisseur.

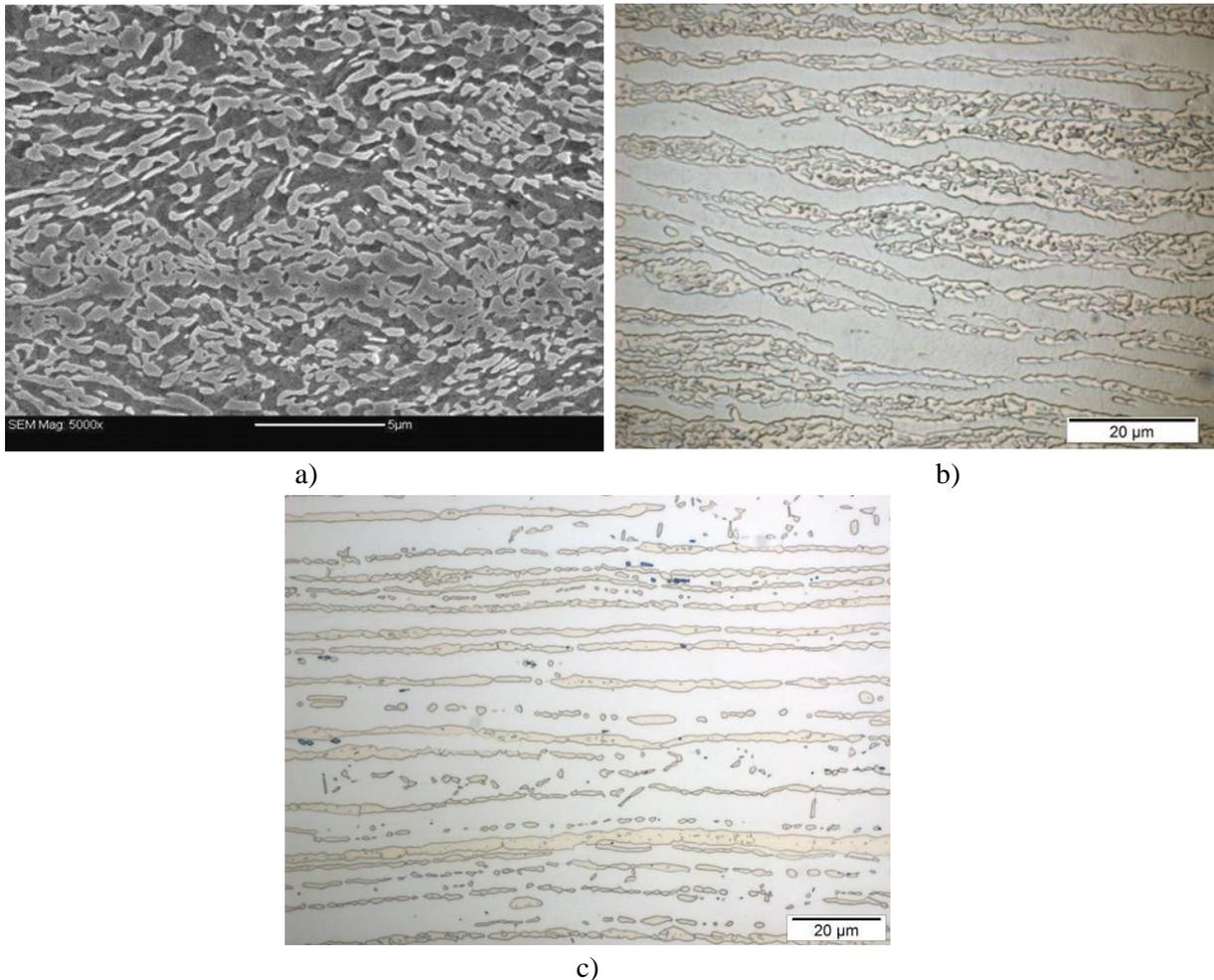


Figure I-8 : Exemple de diversité de microstructures pour des aciers medium Mn perpendiculairement au plan de laminage [Perlade, 2015], a) cliché MEB d'un acier Fe-0,2C-5Mn-2Al ; b) cliché au microscope optique d'un acier Fe-0,3C-6,5Mn-6Al ; c) cliché au microscope optique d'un acier Fe-0,2C-8,5Mn-7,5Al

Comme expliqué en introduction, ces différentes familles d'aciers medium Mn présentent un fort potentiel pour de futures applications automobiles. La suite de ce Chapitre va donc chercher à présenter plus en détail leurs caractéristiques. Ainsi, la partie 2 sera consacrée à une étude plus approfondie des medium Mn à microstructure UFG. La partie 3 se focalisera sur les medium Mn à microstructure bimodale.

2. Aciers medium Mn à microstructure ultrafine

2.1. Présentation et origine de la microstructure ultrafine

La principale caractéristique microstructurale de ces aciers est la grande finesse de leurs grains ferritiques et austénitiques, ceux-ci ayant une taille inférieure au micromètre. Elle est observée dans la très grande majorité des articles consacrés aux medium Mn. Cette microstructure UFG est même parfois directement présentée comme une caractéristique intrinsèque de tous les aciers medium Mn, omettant notamment l'existence d'une microstructure bimodale pour certains aciers medium Mn [Luo, 2011], [Grajcar, 2012], [Lee, 2013-a], [Zhan, 2014]. Selon Miller, l'origine de cette UFG s'explique par la succession du laminage à froid d'une microstructure martensitique puis du recuit intercritique, conduisant à une structure biphasée {austénite retenue (γ)-ferrite (α)}; la finesse initiale de cette structure entraîne que chacune des phases empêche l'autre de croître et de coalescer [Miller, 1972]. Toutefois, cette explication seule ne suffit pas. En effet, les aciers DP présentent également une microstructure biphasée austénite-ferrite pendant le recuit et pourtant, après refroidissement, la microstructure des aciers DP (ferrite/martensite) est plus grossière. Deux autres facteurs viennent s'y ajouter. Premièrement, la température de recuit des aciers medium Mn étant plus basse, la croissance des grains est donc moins rapide. Deuxièmement, le manganèse retarde la recristallisation de la ferrite conduisant également à un affinement de la taille de grain.

Deux structures peuvent communément être formées pendant le recuit intercritique à partir d'une microstructure martensitique en sortie de laminage à froid : une structure lamellaire et une structure à grains austénitiques globulaires [De Moor, 2011], [Luo, 2011]. Ces deux structures germent sur des sites différents [Hara, 2009]. Les grains d'austénite lamellaires germent entre les lattes de martensite et coalescent ensuite. Ils présentent la même orientation que les grains d'austénite primaire. Si on remonte au-dessus d' Ac_3 , la coalescence conduit à une reconstitution des grains d'austénite originaux. On parle alors d'effet mémoire de grain ou de transformation anormale α/γ . L'UFG est ensuite formée pendant le refroidissement, conduisant à une alternance de fines lattes d'austénite, enrichies en éléments γ -gènes, et de lattes de ferrite, appauvries en éléments γ -gènes. Les grains globulaires peuvent, quant à eux, être formés de deux façons : soit par germination aux anciens joints de grains d'austénite primaire, soit par diffusion lors de la dissolution de la cémentite pendant le recuit. Ces différents mécanismes de germination sont schématisés sur la Figure I-9.

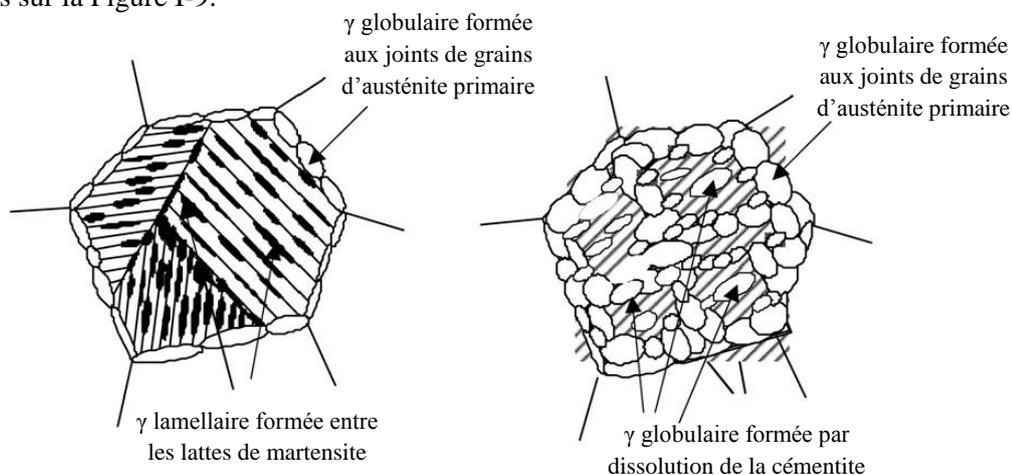


Figure I-9: Explication schématique des différents mécanismes de germination possibles des grains d'austénite pendant un recuit intercritique, à partir d'une microstructure de départ martensitique/bainitique, adapté de [Hara, 2009]

La morphologie des grains γ dépend principalement de la durée du recuit. Luo *et al.* ont étudié l'influence des temps de maintien (de 1 min à 144 h) à une température de recuit intercritique de 650 °C sur un alliage Fe-0,2C-4,7Mn [Luo, 2011]. Pour un faible temps de maintien, ils observent un mélange des structures globulaire (formée aux anciens joints de grains d'austénite) et lamellaire (formée à l'intérieur des anciens grains d'austénite) à température ambiante. Cette microstructure évolue, pour des temps de maintien plus longs, vers une organisation majoritairement lamellaire (dès 12h, comme le montre la Figure I-10). Ils ont montré que la fraction d'austénite augmentait avec la durée de maintien, en suivant une évolution logarithmique sur les 12 premières heures puis un plateau au-delà (Figure I-11). Cette augmentation s'accompagne d'un enrichissement de γ en Mn et d'une taille plus élevée des lattes austénitiques. Selon eux, en s'appuyant sur les études de Kaluba *et al.* [Kaluba, 1998], la germination des lattes d'austénite serait une transformation de type bainitique liée à la diffusion du carbone dans γ , tandis que leur croissance serait contrôlée par la lente diffusion du manganèse dans γ .

Toutefois, Grajcar *et al.* ont observé, sur un acier Fe-0,17C-3Mn-1,5Al-0,2Si contenant 20% d'austénite retenue, qu'une structure de grains globulaires trop grossière (plus de 3 μ m) entraînait sa transformation spontanée en martensite lors du refroidissement, à cause de sa grosse taille de grain et de son appauvrissement en éléments γ -gènes, déstabilisant tous deux l'austénite [Grajcar, 2012].

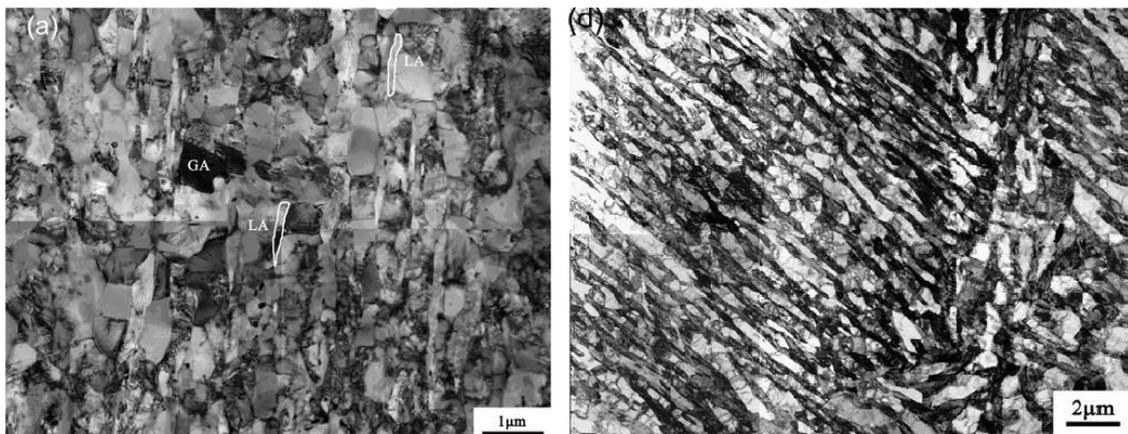


Figure I-10 : Micrographies MET d'un acier Fe-0,2C-4,7Mn obtenue après recuit intercritique à 650 °C, à gauche : recuit pendant 1 min, $V_\gamma = 4,5\%$ mesurée par DRX, à droite : recuit pendant 12 h, $V_\gamma = 36\%$ mesurée par DRX (GA : austénite globulaire, LA : austénite lamellaire) [Luo, 2011]

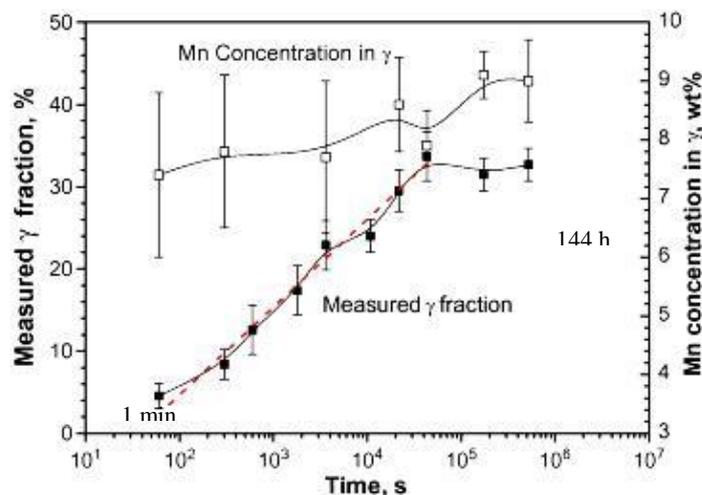


Figure I-11 : Evolution de la fraction volumique d'austénite (analyse DRX) et de la concentration en Mn dans l'austénite (analyse STEM), en fonction du temps de recuit à 650 °C, sur un acier Fe-0,2C-4,7Mn [Luo, 2011]

He *et al.* ont cherché à mesurer les duretés par nano-indentation de chacune des phases austénitique et ferritique dans un acier medium Mn UFG Fe-0,2C-5Mn, recuit à 650 °C, avec une microstructure UFG composée d'austénite retenue et de ferrite, en utilisant une charge de 1 mN. La marque indentée mesurait environ 500 nm pour une taille de grain de quelques micromètres [He, 2013]. Ils ont mesuré une dureté de 3,5 GPa pour la ferrite et de 7,7 GPa pour l'austénite. Cependant, la valeur obtenue sur l'austénite intègre la formation de martensite due à l'indentation. La réelle dureté de l'austénite est donc probablement inférieure à 7,7 GPa mais n'a pas pu être déterminée exactement.

Le Tableau I-2 présente un aperçu des fractions volumiques d'austénite et de la taille moyenne des grains austénitiques, obtenues dans différentes conditions sur des aciers medium Mn.

Auteur	Chimie (pds%)	Température de recuit (°C)	Durée de recuit (-)	Fraction volumique d'austénite V_γ (-)	Taille moyenne de grain austénitique (μm)
[Arlazarov, 2015]	0,1C-4,7Mn	650	10 min	0,21	0,16 (lamellaire)
			30 h	0,38	0,45 (lamellaire)
[Lee, 2013-a]	0,3C-6Mn	670 ($Ac_1 = 580\text{ °C}$ $Ac_3 = 720\text{ °C}$)	1 h	0,70	1,2 (lamellaire)
[Lee, 2014-c]	0,3C-10Mn-3Al-2Si	800	non communiqué	0,67	1,5 (globulaire)
[Suh, 2013]	0,10C-4,5Mn-2,2Al-0,45Si	760	2 min	0,25	0,3 (globulaire)
[Yen, 2015]	0,08C-10,6Mn-0,4Si-0,3Mo	550	2 h	0,48	0,70 (globulaire)
		610	8 min	0,53	0,30 (globulaire)

Tableau I-2 : Résultats microstructuraux obtenus, en fonction des conditions de recuit intercritique, pour différentes études sur des aciers medium Mn

Il est possible de dégager de ce tableau deux sous-familles parmi les aciers medium Mn UFG :

- ceux à haute teneur en éléments d'alliage (riches en carbone et manganèse notamment), où de fortes fractions volumiques d'austénite sont recherchées (plus de 50%), quitte à avoir un grain plus grossier et une moins bonne soudabilité, demandant des procédés d'élaboration complexes ou des outils spécifiques.

- les aciers à plus faible teneur en éléments d'alliage, où une fraction d'austénite retenue autour de 20-30% est recherchée, permettant un procédé d'élaboration simple sur lignes de recuit continu et présentant une meilleure soudabilité.

2.2. Comportement élastoplastique

2.2.1. Evolution des grandeurs mécaniques classiques

Le Tableau I-1 a montré le fort potentiel des aciers medium Mn pour des applications dans le domaine des aciers automobile. Il met aussi en avant la grande sensibilité des propriétés mécaniques à la température de recuit. La Figure I-12 illustre clairement ce dernier point. De nombreux articles expliquent les évolutions des différents paramètres mécaniques en fonction des variations de la température de recuit.

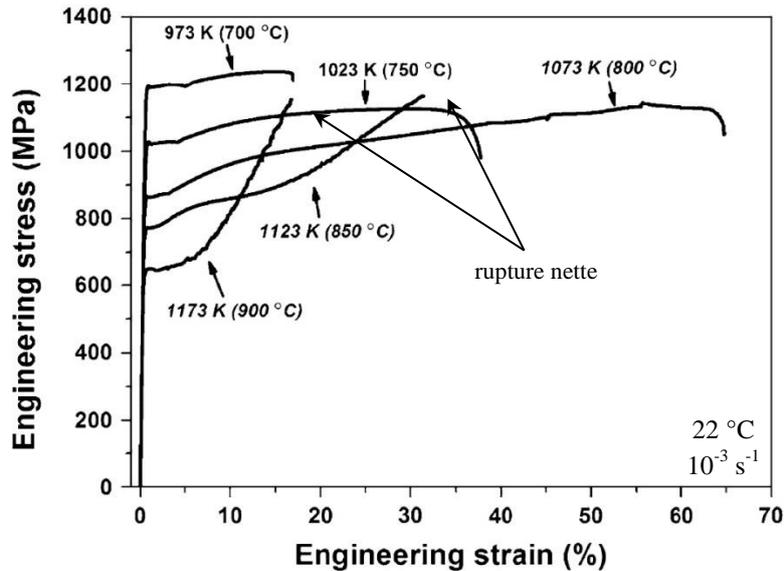


Figure I-12 : Courbes contrainte nominale-déformation nominale en traction uniaxiale, recuit 10 min à différentes températures, sur un acier Fe-0,35C-10Mn-3Al-2Si, d'après [Lee, 2014-a]

Pour Suh *et al.*, l'augmentation de la température de recuit entraîne un adoucissement de la ferrite et une augmentation de la taille moyenne des grains. Ces deux phénomènes combinés expliqueraient ainsi la diminution de la limite d'élasticité avec l'augmentation de la température de recuit [Suh, 2013].

L'augmentation du taux d'écroutissage et l'évolution non monotone de l'allongement à rupture (augmentation puis diminution au-delà d'une température de recuit optimale (800 °C sur la Figure I-12) avec la température de recuit est directement liée à l'évolution de la fraction volumique d'austénite et à sa stabilité. A basse température de recuit, γ_r est trop stable pour subir un effet TRIP, l'écroutissage reste faible (Figure I-12, 700 °C). L'augmentation de la température de recuit fait augmenter la fraction volumique de γ_r et diminuer sa stabilité. Elle peut donc se transformer en martensite pendant la déformation, entraînant une augmentation de l'écroutissage et de l'allongement à rupture (Figure I-12, 800 °C). Enfin, pour des recuits proches de A_{c3} , la fraction volumique de γ_r est très faible (voire nulle), on déforme un mélange de martensite et de ferrite, ce qui explique la faible ductilité et le fort écroutissage (Figure I-12, 900 °C).

Les Figure I-12 et Figure I-13 montrent l'existence d'instabilités plastiques avec la présence d'un plateau de Lüders suivi d'oscillations/décrochements de type Portevin – Le Châtelier (PLC, type A). Ces deux instabilités vont être abordées séparément dans les deux sous-parties suivantes. Ces instabilités doivent être évitées car elles peuvent modifier l'aspect de surface de l'acier et conduire à un affaiblissement du matériau, voire à une rupture prématurée dans certains cas.

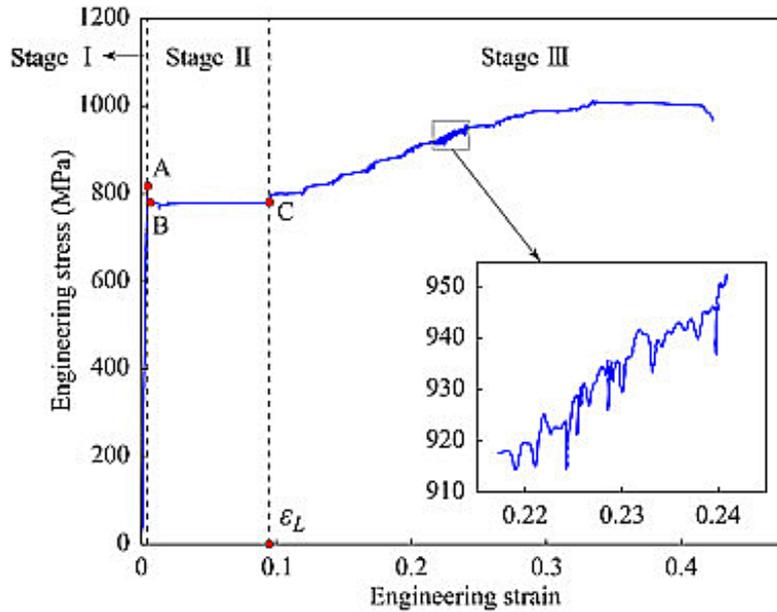


Figure I-13 : Courbe nominale contrainte – déformations pour un acier Fe-0.14C-7Mn-0.23Si avec présence d'un plateau de Lüders et d'un effet PLC [Wang, 2017]

2.2.2. Instabilités plastiques de type bande de Lüders

Le mécanisme de formation de bandes de Lüders, souvent associé au phénomène de vieillissement statique, est bien expliqué pour les aciers bas carbone ferritiques ou ferrito-perlitiques. Sur un matériau écroui, le carbone dissous dans la ferrite diffuse (après un temps plus ou moins long) vers les dislocations. Il forme alors des atmosphères de Cottrell qui vont ancrer les dislocations et empêcher leur mouvement. Il est donc nécessaire d'appliquer ensuite une contrainte plus importante pour désancrer ces dislocations, ce qui explique le crochet puis le plateau de traction.

Bien que très courant dans les aciers medium Mn UFG, l'origine de ce phénomène dans ces aciers est moins bien comprise [Lee, 2011-c], [Ryu, 2013], [Lee, 2014-c] et [Lee, 2015]. Plusieurs facteurs sont souvent avancés : faible taux d'écrouissage, petite taille de grain et ferrite enrichie en carbone et appauvrie en dislocations. Han *et al.* ont observé sur un medium Mn Fe-0,05C-9Mn qu'un recuit intercritique réalisé après un simple laminage à chaud produisait une microstructure lamellaire $\alpha + \gamma$ et s'accompagnait d'un écrouissage continu, en raison de la présence en grandes quantités de dislocations dans les grains de ferrite [Han, 2014]. Cela réduit le contraste de dureté avec les grains d'austénite, permettant une déformation simultanée des grains ferritiques et austénitiques. A l'inverse, pour un recuit intercritique réalisé après laminage à froid, les grains de ferrite (globulaires et beaucoup plus fins : quelques centaines de nanomètres) contiennent peu de dislocations en raison de la recristallisation efficace pendant le recuit. Ils vont donc se déformer facilement, contrairement aux grains d'austénite qui subissent un effet de durcissement par solution solide dû au manganèse et au carbone. Selon les auteurs, la localisation de la déformation résulte en partie de ce phénomène. En 1992, Sakuma *et al.* expliquaient déjà la présence d'un plateau de Lüders sur un acier Fe-0,15C-1,5Mn-1,2Si, par la faible quantité de dislocations mobiles dans les grains de ferrite [Sakuma, 1992].

Lee *et al.* vont aussi dans ce sens [Lee, 2011-c]. Ils associent la présence d'un plateau de Lüders à l'absence de réel écrouissage. Les matériaux à microstructure UFG s'écrouissent faiblement de façon générale en raison de la finesse même de cette microstructure [Wang, 2004]. Cependant dans le cas des aciers, l'effet TRIP est un bon moyen pour augmenter l'écrouissage.

C'est pourquoi, si dans un matériau, la déformation a tendance à se localiser, il est nécessaire d'avoir une austénite suffisamment instable pour qu'elle puisse se transformer par effet TRIP, afin d'éviter cette localisation. En effet, durant cette transformation, la variation de volume va entraîner l'émission de dislocations mobiles. L'augmentation de la densité de dislocations va ainsi permettre d'augmenter l'écrouissage. Ainsi, le plateau de Lüders disparaît quand l'effet TRIP devient suffisamment important pour écrouir le matériau (cas des recuits à 800 et 850 °C sur la Figure I-12). Ils ont montré que l'UFG facilitait aussi la localisation de la déformation : plus la taille de grains diminue, plus le plateau est étendu. La Figure I-12 montre que ce phénomène s'atténue logiquement quand la température de recuit augmente, puisque la stabilité de l'austénite diminue tandis que sa taille augmente.

Han *et al.* ont aussi mis en évidence l'effet important de la taille de grain ferritique sur la présence ou non de bandes de Lüders, en étudiant plusieurs aciers Fe-0.05C-7Mn recuits pour différentes durées [Han, 2016]. En effet, en dessous d'une taille critique de grain, la restauration dynamique dans la ferrite devient très forte dès que le matériau commence à se déformer. Cela entraîne une diminution du nombre de dislocations donc une chute du taux d'écrouissage puisque la majorité des dislocations restantes sont ancrées par les atomes de carbone. Cette corrélation taille de grain – localisation de la déformation avait déjà été constatée par Yu *et al.* dans des aluminiums UFG (Figure I-14) [Yu, 2005].

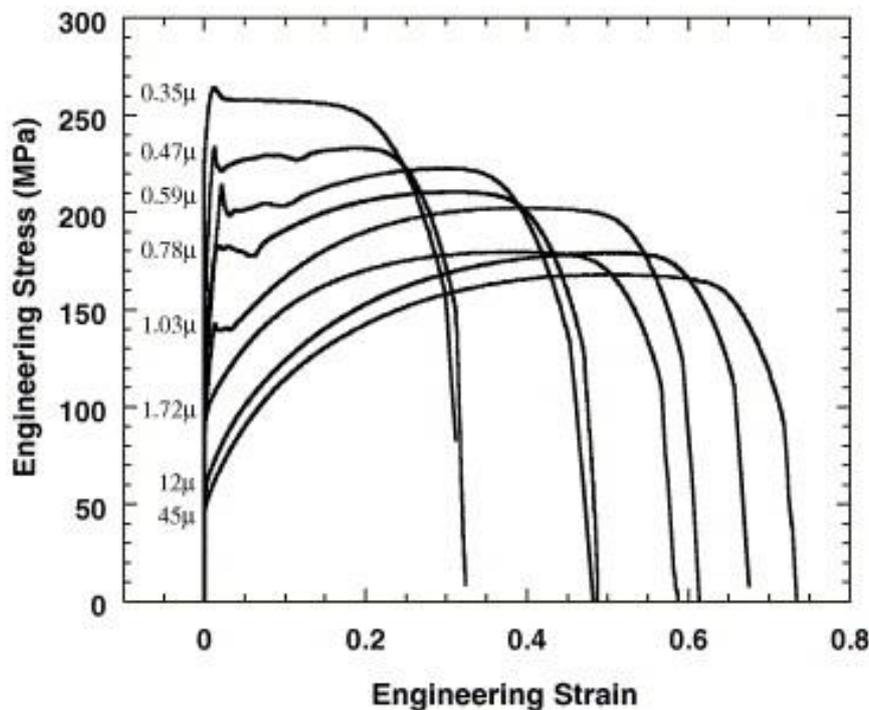


Figure I-14 : Courbes nominales contrainte – déformation pour différentes tailles de grain dans un aluminium commercial (AA1050) [Yu, 2005]

Emadoddin *et al.* ont observé sur un acier Fe-0.3C-1.5Mn-1.1Al-0.3Si que les bandes de Lüders disparaissaient pour de fortes fractions volumiques d'austénite retenue fortement enrichie en carbone [Emadoddin, 2007]. En effet, selon eux, augmenter la quantité d'austénite retenue permet d'augmenter la partition du carbone dans l'austénite et donc de diminuer la quantité de carbone dans la ferrite¹, limitant la formation d'atmosphères de Cottrell. Cela est en accord avec les résultats de Luo et al. qui conseillaient d'augmenter la teneur en carbone afin d'abaisser le point Ae_3 [Luo, 2015]. Ainsi, pour une température de recuit donnée, la fraction volumique

¹ Il faut cependant noter que la teneur en C dans la ferrite est aussi régie par l'équilibre entre α et γ .

d'austénite retenue augmente permettant d'augmenter la partition du carbone entre l'austénite (enrichie) et la ferrite (appauvrie). Enfin, concernant la cinétique de propagation des bandes de Lüders, Wang *et al.* ont montré, sur un acier medium Mn Fe-0.14C-7Mn-0.23Si, que la très grande majorité de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ avait lieu pendant la propagation de la bande de Lüders et que cette propagation se faisait à vitesse constante [Wang, 2017]. De plus, Lee *et al.* ont montré que plus la bande se propageait vite, plus le plateau était court [Lee, 2011-c].

En conclusion, les instabilités plastiques de type bandes de Lüders présentes dans les aciers medium Mn UFG semblent trouver leur origine dans la finesse même de la microstructure. Les grains de ferrite sont pauvres en dislocations, rendant leur écrouissage très faible et favorisant un phénomène de localisation plastique. Une première solution pour limiter ce phénomène pourrait être de favoriser l'effet TRIP pour augmenter la densité de dislocations dans la ferrite et donc améliorer son écrouissage et *in fine* l'écrouissage global du matériau.

2.2.3. Instabilités plastiques de type bandes de Portevin – Le Châtelier

L'origine du vieillissement dynamique (bandes PLC) dans ces aciers n'est toujours pas comprise. Cet effet ne se manifeste pas normalement à température ambiante en raison du trop faible coefficient de diffusion du carbone en interstitiel. Dans le cas des aciers haut Mn (typiquement aciers TWIP), Lee *et al.* ont proposé une explication au vieillissement dynamique. Pour de faibles valeurs d'EDE de l'austénite, au contact des fautes d'empilement, les atomes de carbone vont s'associer aux atomes de manganèse pour former des complexes C-Mn venant interagir avec les dislocations [Lee, 2011-d]. Ils ont constaté que ce vieillissement dynamique apparaissait pour des déformations plus faibles quand la température de recuit augmentait. Selon Lee *et al.* [Lee, 2014-a], ce même phénomène d'interaction entre les dislocations et les complexes Mn-C prendrait aussi place dans les aciers medium Mn. L'ajout d'aluminium peut aussi bloquer cet effet, en diminuant l'activité du carbone dans l'austénite [Abbasi, 2009].

Wang *et al.* ont aussi étudié ce phénomène [Wang, 2017]. En combinant suivi des champs de déformation par corrélation d'images et suivi thermique, ils ont montré que la déformation pour une bande PLC donnée était uniforme (la même quel que soit l'instant) et homogène (la même en tout point de la bande). Ils ont de plus constaté que la déformation, post plateau de Lüders, avait principalement lieu lors des passages successifs des bandes PLC et qu'il n'y avait plus de transformation martensitique. Enfin, ils ont mis en évidence que quand la déformation augmentait, la vitesse de propagation des bandes diminuait et la durée entre le passage de deux bandes PLC augmentait.

2.3. Evolution microstructurale pendant la déformation

Plusieurs études se sont intéressées aux changements microstructuraux au cours de la déformation.

Wang *et al.* ont réalisé des essais interrompus, sur leur acier Fe-0.2C-5Mn déjà mentionné dans le Tableau I-1 [Wang, 2013]. Ils montrent que la fraction d'austénite diminue de façon exponentielle avec l'augmentation de la déformation ($V_\gamma = 40\%$ avant déformation, Figure I-15). Ainsi à 30% de déformation, plus aucune trace d'austénite n'est détectée, traduisant sa transformation complète en martensite. Avant déformation, une microstructure UFG biphasée austénite-ferrite est observée (Figure I-16-a)) avec la présence de nano-macles dans l'austénite (Figure I-16-b)). A 3% de déformation globale (Figure I-17-a)), des fautes d'empilement apparaissent dans l'austénite et les joints de grains "s'épaississent" (*sic*), gênant le déplacement

des dislocations. A 7% de déformation globale (Figure I-17-b)), le nombre de fautes d'empilement diminue et les premières lattes de martensite se forment dans les lattes austénitiques. A 15% de déformation (Figure I-17-c)), la structure lamellaire martensitique est fortement développée. Alors que sur l'ensemble de la déformation, les grains γ subissent d'importantes modifications (réduction de taille et germination de martensite à l'intérieur des grains γ), les grains α sont peu modifiés, excepté un enrichissement en dislocations. Cela confirme la différence de comportement mécanique entre les deux phases.

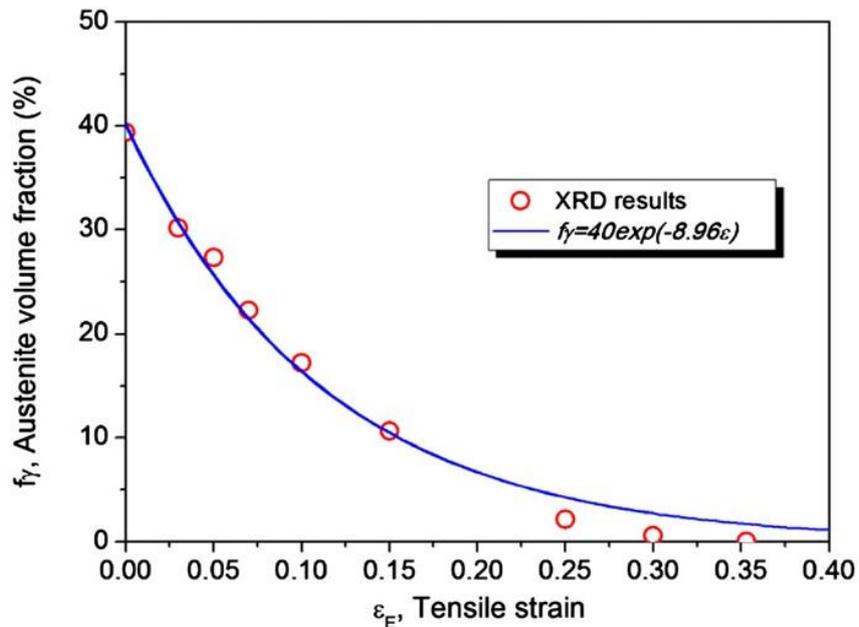


Figure I-15 : Evolution de la fraction d'austénite en fonction de la déformation appliquée sur un acier medium Mn 0.2C-5Mn [Wang, 2013]

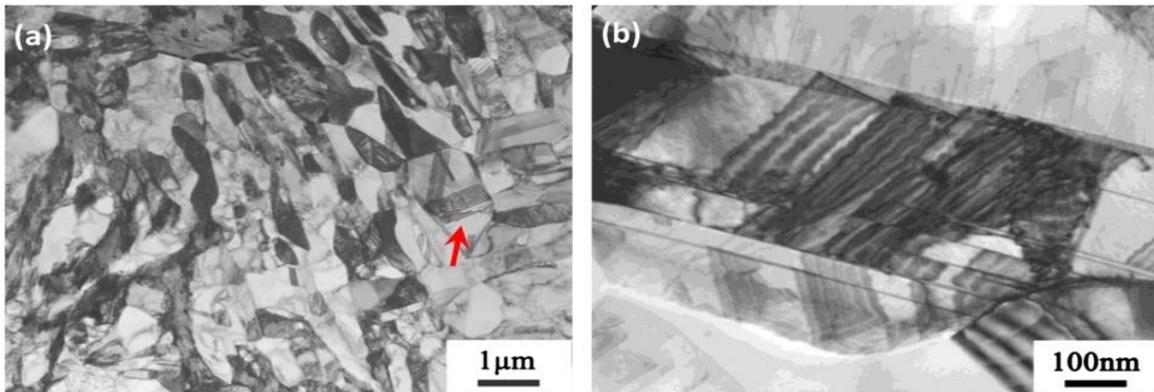


Figure I-16 : Micrographies MET de la microstructure obtenue sur un acier Fe-0.2C-5Mn avant déformation, (b) zoom sur la flèche rouge de (a) (image tournée pour aligner le faisceau avec l'axe [110]) [Wang, 2013]

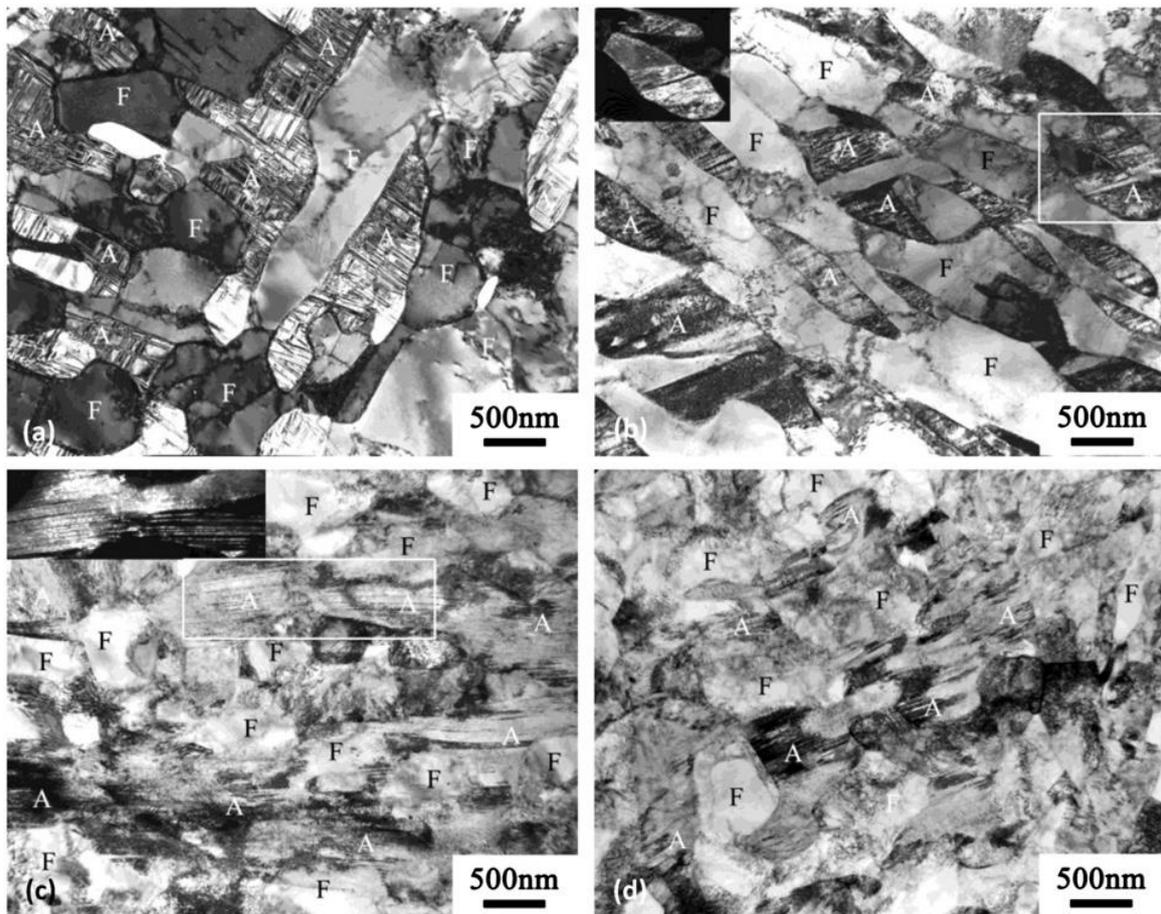


Figure I-17 : Micrographies MET de la microstructure obtenue sur un acier Fe-0.2C-5Mn pour différentes déformations globales : (a) 3%, (b) 7%, (c) 15%, (d) en zone de striction. A désigne un grain austénitique (éventuellement transformé) et F un grain ferritique (inserts : images en champ sombre des zones encadrées dans les images en champ clair) [Wang, 2017]

Yen *et al.* ont observé sur leur acier Fe-0.08C-10.5Mn-0.4Si-0.3Mo, déjà présenté dans le Tableau I-2, qu'en début de déformation, le glissement des dislocations entraînait la formation de défauts d'empilement dans l'austénite [Yen, 2015]. Pour des déformations un peu plus importantes, de la martensite ϵ se formait aux joints de grains austénitiques puis cette martensite ϵ se transformait en martensite α' quand la déformation progressait. Contrairement, aux résultats de Wang *et al.*, ici de la martensite intermédiaire ϵ apparaît avant d'être totalement transformée en martensite α' .

Enfin, il est intéressant de signaler que Lee et De Cooman ont réussi à obtenir un durcissement mécanique en deux temps, avec la succession des effets TWIP puis TRIP sur leur acier Fe-0.3C-10Mn-3Al-2Si [Lee, 2014-a], [Lee, 2014-c]. En début de déformation, des défauts d'empilement se forment puis l'austénite retenue se macle entraînant un effet TWIP. A 10% de déformation, des macles secondaires apparaissent, augmentant le nombre de joints de macles. Au-delà d'une déformation seuil (qui diminue avec la température de recuit), la proportion de joints de macles devient suffisamment élevée pour entraîner la germination de martensite α' à l'intersection entre deux macles, entraînant une soudaine augmentation du taux d'écroutissage. Cette succession des effets TWIP puis TRIP entraîne de remarquables propriétés mécaniques, comme vu dans le Tableau I-1 ([Lee, 2014-a], recuit à 800 °C), où un allongement supérieur à 55% est obtenu pour

une résistance à la traction de 1150 MPa. Ces résultats ont pu être atteints grâce à un contrôle fin de l'EDE (20 mJ.m^{-2}) permettant de mettre à profit les deux effets TWIP et TRIP¹.

2.4. Endommagement et comportement à rupture

Lacroix *et al.* ont étudié l'effet de la stabilité de l'austénite sur la résistance à la rupture de plusieurs medium Mn à effet TRIP et DP, en utilisant des éprouvettes à double entaille avec pré-fissure en fond d'entaille [Lacroix, 2008]. Leurs résultats montrent que les cavités se forment par décohésion aux interfaces entre la matrice ferritique et les îlots martensitiques, avant de coalescer pour donner naissance au chemin de propagation de la fissure. L'endommagement n'apparaît donc qu'une fois l'austénite transformée par effet TRIP et les îlots martensitiques ne se fissurent pas car peu enrichis en C et de petite taille. Ils ont constaté, par observations métallographiques et fractographiques, que la diminution de la connectivité entre les phases secondaires (îlots martensitiques) améliorerait la résistance à la rupture, en rendant la coalescence des cavités plus difficile. De plus, en comparant ces aciers TRIP à des aciers DP, ils ont mis en évidence que l'effet TRIP augmentait fortement la résistance à la propagation de la fissure, grâce à l'apport d'un écrouissage supplémentaire dans la zone de striction en amont de la pointe de fissure.

Jacques *et al.* ont aussi mis en avant le rôle clé de l'effet TRIP sur la résistance à la rupture sur des éprouvettes à double entaille sans pré-fissure ($R_{\text{entaille}} = 1.25\text{mm}$) [Jacques, 2001]. Ils ont comparé deux aciers de type TRIP, l'un (appelé HSi : Fe-0.3C-1.4Mn-1.5Si) ayant un fort effet TRIP, le second (appelé LSi : Fe-0.15C-1.3Mn-0.4Si) ayant un effet TRIP modéré. Ces deux aciers présentent des microstructures UFG similaires, à matrice ferritique, avec un mélange d'austénite retenue et de bainite comme phases secondaires. HSi présente un écrouissage et une limite élastique plus élevés. Concernant l'endommagement, les cavités se forment uniquement dans des zones ferrite/martensite où il ne reste plus d'austénite retenue. Cependant, HSi présente une plus grande sensibilité à l'amorçage de l'endommagement. En effet, les premières décohésions ferrite/martensite apparaissent plus tôt sur HSi que sur LSi. Cette apparition précoce de l'endommagement interfacial (autour de 5% de déformation pour HSi contre 10% pour LSi) provient du fait que l'austénite de HSi est plus riche en carbone (0.95 wt% dans HSi contre 0.73 wt% dans LSi). Par conséquent, la martensite formée pendant la déformation est aussi plus enrichie en carbone que celle de LSi, accroissant encore plus l'écart de dureté avec la ferrite environnante. La décohésion interfaciale se produit donc pour des déformations plus faibles. De plus, HSi contient plus d'austénite résiduelle que LSi (16% contre 6%) et présente une plus grande connectivité entre les phases secondaires (austénite et bainite). Pour de faibles déformations, ils ont observé des décohésions aux interfaces α/α' puis, pour de plus fortes déformations, des ruptures dans α' majoritairement. Or cette martensite formée lors de la déformation percole et va donc former un réseau de phases fragiles, pouvant faciliter la propagation de la fissure, une fois celle-ci amorcée. Malgré son fort potentiel pour augmenter la combinaison résistance/ductilité, l'austénite retenue peut donc aussi être néfaste pour les propriétés à rupture, particulièrement si elle est très enrichie en carbone et forme un réseau de phases secondaires percolées.

Kobayashi *et al.* ont étudié la résistance à la rupture d'un TRIP 0.2C-1.5Mn-1.5Si-1Cr-0.05Nb sur des éprouvettes avec une simple entaille avec pré-fissure en fond d'entaille [Kobayashi, 2014]. Le chrome a été ajouté pour son effet durcissant et le niobium pour son rôle affineur de grains. Leur matériau ne présente pas un aussi bon compromis résistance/ductilité que

¹ Remarque : ce contrôle est possible pour des coulées de laboratoire, mais beaucoup plus difficile à réaliser sur une ligne de production industrielle (notamment car le manganèse a tendance à fortement ségréger).

les aciers medium Mn, l'allongement à rupture est plus faible (15%), mais la résistance mécanique meilleure (1400 MPa). Ils observent une augmentation de la résistance à rupture, comparée à un acier similaire conventionnel sans effet TRIP (SCM420). Ils expliquent cette bonne résistance par la présence d'une matrice relativement douce (car peu enrichie en carbone) et l'apparition d'un effet TRIP qui retarde la germination des cavités aux interfaces entre la matrice et la phase secondaire. De plus, les cavités formées sont espacées et leur coalescence est rendue plus difficile.

L'ensemble de ces études montre que dans le cas d'essais mécaniques sur éprouvettes entaillées, comme la déformation est concentrée en pointe d'entaille (ou de fissure), les gradients de contrainte et de déformation sont très élevés. En conséquence, l'effet TRIP a de fortes chances de se produire juste en amont de la pointe de fissure, ainsi aucun effet TRIP ne se produit ailleurs pendant la propagation. En revanche, l'interprétation est plus difficile pour des essais en traction simple. En effet, au moment de l'amorçage, localement autour de la fissure, le matériau a été soumis aux mêmes déformations et contraintes (sauf si la rupture a lieu dans une bande de localisation). Dans ce cas, deux possibilités se présentent. Soit l'effet TRIP a complètement eu lieu avant l'amorçage, venant faciliter la rupture aux interfaces ferrite/martensite et aucun effet TRIP ne se produit pendant la propagation de la rupture. Soit, tout n'est pas encore transformé par effet TRIP à l'amorçage et la transformation martensitique a aussi lieu pendant la propagation de la fissure. La recherche bibliographique n'a pas permis d'éclaircir correctement ce point.

Lai et al. ont étudié l'influence d'un affinement de la taille de grain sur le comportement à rupture d'un acier DP 0.1C-3.5Mn [Lai, 2015]. Ils ont élaboré deux types d'aciers, l'un à microstructure UFG, l'autre à microstructure grossière présentant une structure en bande (appelé CG dans la suite du paragraphe). Tout d'abord, ils ont observé un effet TRIP sur un des aciers UFG, non présent sur les aciers CG. Cet effet TRIP est dû à la fine taille de grain et à l'enrichissement de l'austénite en éléments γ -gènes (C et Mn) pendant le recuit, de façon similaire aux aciers medium Mn.

Concernant le comportement à rupture, ils ont montré qu'une diminution de la fraction d'austénite résiduelle réduisait la quantité de cavités formées en début d'endommagement. De plus, ils ont observé la germination des cavités aux interfaces ferrite/martensite, dans le cas de la microstructure UFG. A l'inverse, pour la microstructure CG, la taille de grain grossière rend le mécanisme de fissuration par clivage des grains martensitiques prépondérant. D'un point de vue macroscopique, l'acier UFG rompt de façon complètement ductile, tandis que l'acier CG rompt de façon ductile au centre des éprouvettes de traction et en clivage aux extrémités.

2.5. Conclusion

La microstructure des aciers medium Mn UFG peut être globulaire ou lamellaire, cette dernière devenant prépondérante pour des temps de recuit longs. Sa grande finesse est due à la succession d'un laminage à froid et d'un recuit intercritique (à une température relativement basse), ainsi qu'au manganèse qui affine la taille des grains.

Les propriétés mécaniques de ces aciers dépendent fortement de la température de recuit : la résistance maximale augmente avec celle-ci, la limite d'élasticité diminue et la ductilité passe par un maximum. Cette dépendance est liée à la quantité et à la stabilité de l'austénite retenue. Plus la température de recuit augmente, plus la fraction d'austénite retenue augmente mais celle-ci perd alors en stabilité, favorisant l'effet TRIP. Pour des températures de recuit proches d' Ac_3 , l'austénite n'est plus assez stable pour être présente à température ambiante. Elle se transforme directement en martensite lors du refroidissement après le recuit intercritique. De plus, ces aciers UFG présentent souvent des instabilités plastiques de type bande de Lüders et bandes PLC,

notamment pour de basses températures de recuit. La raison de ces instabilités est encore mal comprise. Le plateau de Lüders pourrait avoir pour origine une faible densité de dislocations mobiles dans les grains de ferrite. Ainsi, sous sollicitation, les grains ferritiques se déformeraient plus facilement que ceux austénitiques, entraînant une localisation de la déformation. Dans le cas des bandes PLC, les interactions dislocations/complexes Mn-C pourraient être responsables du phénomène.

Les aciers medium Mn rompent de manière ductile à température ambiante et montrent une bonne résistance à la rupture, notamment lorsqu'ils présentent un effet TRIP, grâce à leur fine structure de grains et à la formation d'îlots martensitiques qui semblent ne pas percoler. Le plus souvent, la fissure s'amorce par décohésion à l'interface entre la matrice ferritique et la phase secondaire martensitique, et non par fissuration de la martensite. Toutefois, la formation des cavités est ralentie pour de plus faibles fractions d'austénite retenue. Il peut donc être nécessaire de trouver un bon équilibre dans les proportions d'austénite retenue afin d'avoir un effet TRIP efficace (augmentation de la combinaison résistance/ductilité), tout en conservant un endommagement faible pour éviter une rupture prématurée de l'acier.

3. Aciers medium Mn à microstructure bimodale

3.1. Présentation et origine de la microstructure bimodale

La section 2 a mis en avant le fort potentiel des aciers medium Mn UFG pour des applications automobiles. Un des aspects négatifs reste toutefois leur sensibilité à la localisation de la déformation, que l'on retrouve aussi dans les métaux nanostructurés. Wang *et al.* ont proposé, en 2004, plusieurs « stratégies » pour obtenir des déformations uniformes dans du cuivre pur nanostructuré [Wang, 2004]. Une des stratégies évoquées était l'obtention d'une microstructure avec une distribution bimodale de la taille des grains, conduisant à une microstructure composite avec des gros grains de cuivre plus ductiles que les fins grains. Dans ce contexte, l'aluminium pour une teneur autour de 6-8% devient un élément d'alliage particulièrement intéressant pour les aciers medium Mn. En effet, en plus de diminuer la densité de l'acier, il permet de durcir la ferrite et d'obtenir cette microstructure bimodale par la formation de grains de ferrite δ stables, plus gros que les grains FG.

Seo *et al.* ont étudié un acier Fe-0.4C-3.5Mn-5.9Al obtenu par laminage à chaud et laminage à froid puis recuit intercritique (50 s à 830 °C) [Seo, 2012]. Après laminage à chaud, ils observent une structure en bandes composée de ferrite δ et de grosses particules mêlant ferrite et lamelles de carbures κ (Figure I-18, (a)). Ces carbures κ correspondent à une phase enrichie en fer, aluminium et carbone (ici également enrichie en Mn), et sont visibles sur la Figure I-18-b). Cette ferrite δ ne subira aucune transformation de phase dans la suite du procédé d'élaboration et sera toujours présente après le recuit intercritique. La microstructure après recuit, quant à elle, se compose d'une structure en bandes (Figure I-18, (c)) avec des zones de grains de ferrite δ grossiers et des zones où de fins grains globulaires austénitiques (V_γ estimée à 30%) sont présents comme seconde phase dans la matrice ferritique. Pendant le recuit, l'austénite se forme par dissolution des carbures κ . La présence des éléments γ -gènes (carbone et manganèse) et d'un maintien final à 400 °C pendant 3 min, ont permis de la stabiliser pour qu'elle soit encore présente à température ambiante. La microstructure finale se caractérise donc par une alternance de bandes de ferrite δ à gros grains et de bandes contenant des fins grains de ferrite α et d'austénite retenue. Les deux types de grains ferritiques ont donc une histoire microstructurale totalement différente. Les grains de ferrite δ sont issus de la solidification et ne sont jamais passés dans le domaine austénitique, tandis que les grains de ferrite α ont été formés pendant le recuit intercritique. Il sera donc important de bien distinguer la ferrite δ de la ferrite α .

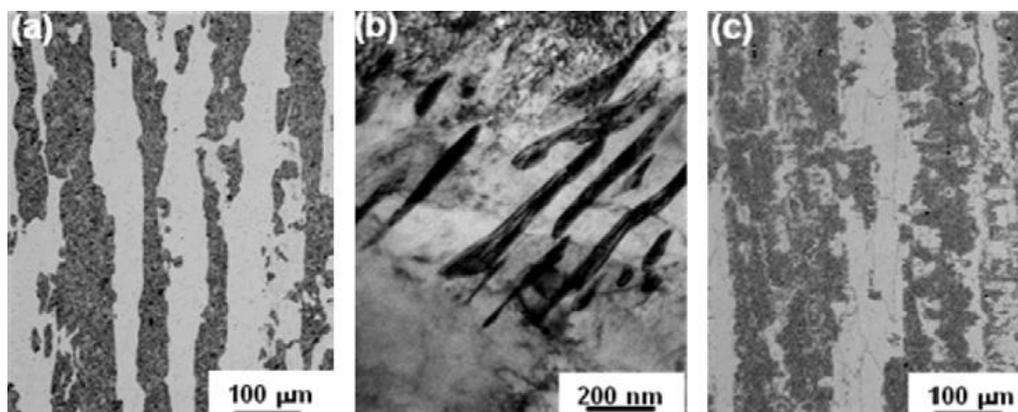


Figure I-18 : Microstructure obtenue sur un acier 0.4C-3.5Mn-5.9Al (a) structure en bandes après laminage à chaud, (b) carbures κ dans les zones sombres de (a), (c) structure en bandes après laminage à froid et recuit intercritique à 830 °C [Seo, 2012]

Toutefois, comme évoqué précédemment, l'ajout d'aluminium pose des difficultés d'un point de vue élaboration industrielle [Vermeulen, 2002]. C'est pourquoi Han *et al.* ont proposé une autre méthode pour créer un acier à microstructure bimodale sans aluminium, à l'aide de deux recuits successifs¹ [Han, 2016]. En raison de l'absence d'aluminium, cet acier n'a pas de ferrite δ et la microstructure finale est plus fine. Après laminage à chaud puis à froid, la microstructure de leur acier Fe-0.05C-7Mn est uniquement composée de martensite fortement déformée. Les auteurs ont ensuite réalisé un premier recuit intercritique à 660 °C, afin de déstabiliser suffisamment l'austénite pour obtenir un mélange de ferrite et de martensite après refroidissement. Ils ont joué sur la durée du maintien à 640 °C pour obtenir différentes tailles de grains, tout en ayant un maintien suffisamment long pour atteindre l'équilibre entre la ferrite α et l'austénite, cette dernière se transformant lors du refroidissement en martensite. A la fin du premier recuit, une microstructure avec 40% de ferrite α globulaire (taille de grains de 1,5 μm pour 14 h de recuit) et 60% de martensite (épaisseur de lattes de 0,4 μm pour 14 h de recuit) est obtenue. Puis, repartant de cette microstructure, ils ont recuit une seconde fois cet acier à 640 °C pendant 5 min. Au cours de ce recuit, la martensite va se transformer en fins grains de ferrite et d'austénite, conduisant après refroidissement à une microstructure bimodale avec des gros grains de ferrite α globulaire et des fins grains de ferrite α et d'austénite retenue.

3.2. Comportement élastoplastique

Choi *et al.* ont étudié l'évolution du comportement mécanique d'aciers medium Mn Fe-0.3C-6Mn-3Al-1.5Si à microstructure bimodale (gros grains de ferrite δ et zones à fins grains ferrite α + austénite retenue) en fonction de la température de recuit [Choi, 2017]. Cet acier a été laminé à chaud puis recuit entre 760 et 880 °C. L'évolution est similaire à celle des aciers medium Mn à microstructure UFG. La limite d'élasticité et l'allongement à rupture diminuent quand la température de recuit augmente tandis que la résistance maximale augmente (Figure I-19). Les interprétations sont similaires à celles proposées dans la sous-partie 2.2.1 pour la microstructure UFG : ces propriétés mécaniques sont contrôlées par la proportion et la stabilité de l'austénite retenue.

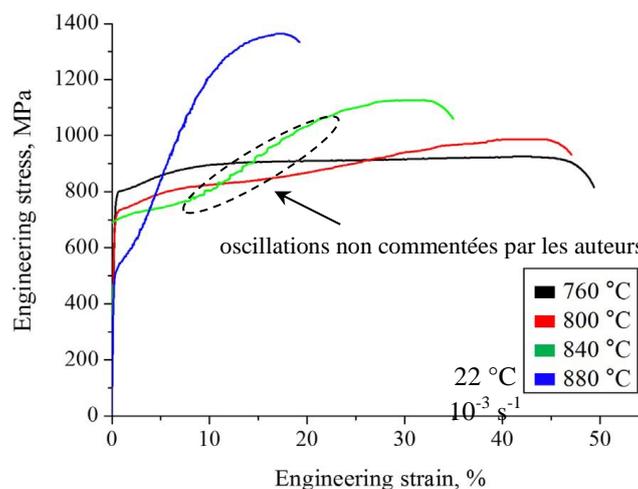


Figure I-19 : Courbes contrainte nominale-déformation nominale pour différentes températures de recuit sur un acier Fe-0,3C-6Mn-3Al-1,5Si à microstructure bimodale [Choi, 2017]

¹ L'enchaînement de deux recuits n'est pas forcément bien adapté non plus à l'outil industriel...

Comme évoqué précédemment, contrairement aux medium Mn à microstructure UFG, la majorité des medium Mn à microstructure bimodale ne présente pas d'instabilités plastiques, en raison de la nature même de cette microstructure. Lee *et al.* ont étudié un acier Fe-0.08C-6Mn-2Al-1.5Si-0.08V, laminé à chaud et à froid puis recuit 3 min à 740 °C [Lee, 2013-b]. Il se compose d'une microstructure bimodale avec des grains grossiers de ferrite α (15 μm , contenant des carbures de vanadium) et des zones UFG α/γ (taille de grain moyenne de 0.5 μm). Ils l'ont comparé à un acier de nuance similaire sans aluminium ni vanadium¹, qui présentait un plateau de Lüders (Figure I-20) et un écrouissage plus faible (Figure I-21) (même épaisseur de tôle et même géométrie d'éprouvettes). Selon les auteurs, cette absence de localisation de la déformation est due à la conjugaison de trois phénomènes venant accroître la capacité d'écrouissage : une microstructure multiphasée bimodale, la présence de précipités nanométriques et la présence d'un effet TRIP. Toutefois, la transition élastoplastique reste brutale, signe que des instabilités locales sont toujours présentes (Figure I-20, courbe en pointillés).

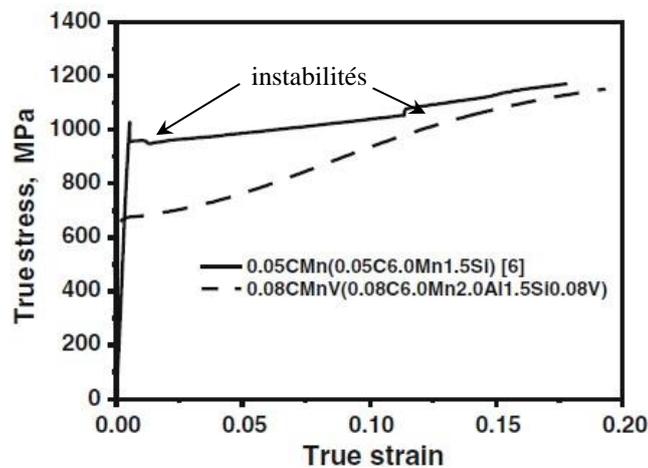


Figure I-20 : Courbes vraies (malgré la présence d'un plateau de Lüders pour l'un des aciers) contrainte-déformation de deux nuances medium Mn avec Al et V (pointillés) ou sans Al et V (traits pleins) d'après [Lee, 2013-b] (les auteurs n'ont pas précisé si la rupture était brutale)

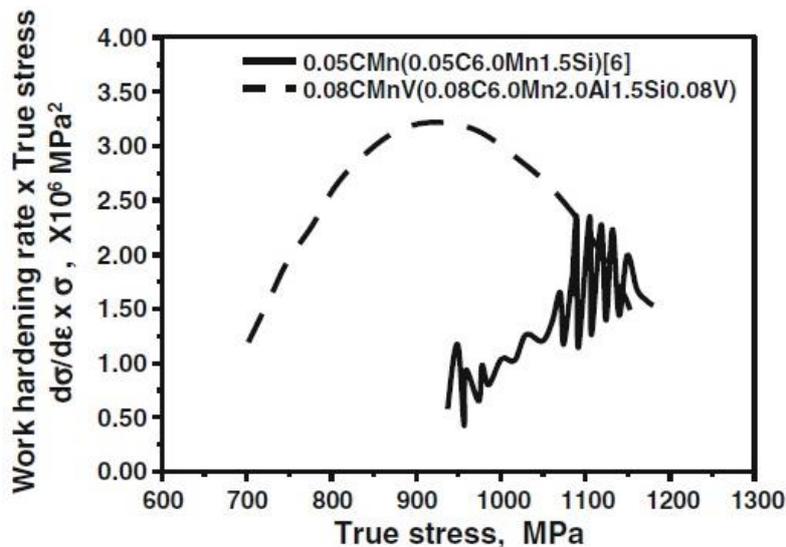


Figure I-21 : Ecrouissage de deux nuances medium Mn avec Al et V (pointillés) ou sans Al et V (traits pleins) [Lee, 2013-b]

¹ Ici, V sert à former des carbures de vanadium, présents dans les gros grains α , qui vont ancrer les dislocations et augmenter la limite d'élasticité. Leur répartition non uniforme ne leur permet pas de participer activement à l'augmentation du taux d'écrouissage.

De même, Azizi-Alizamini *et al.* ont étudié un acier bas carbone Fe-0.17C-0.74Mn-0.04Al, caractérisé par une microstructure bimodale à gros grains ferritiques et UFG martensitique [Azizi-Alizamini, 2007]. Un second acier 100% martensitique avant laminage à froid, laminé à froid puis recuit (chimie non précisée) a servi de comparaison. Il présente des valeurs de limite d'élasticité et de résistance ultime similaires à l'acier à microstructure bimodale. Toutefois, un pseudo plateau de Lüders est présent sur ce second acier, alors qu'il n'est pas constaté sur l'acier à microstructure bimodale (Figure I-22). Pour les auteurs, cette absence de plateau est due à l'effet composite de la microstructure, et s'explique par la forte résistance à la déformation des zones UFG, de manière similaire aux îlots martensitiques présents sur les aciers dual-phase qui empêchent la formation de bandes de Lüders. Cette différence de comportement mécanique des deux phases entraîne une répartition des contraintes différente, empêchant tout phénomène d'instabilité plastique.

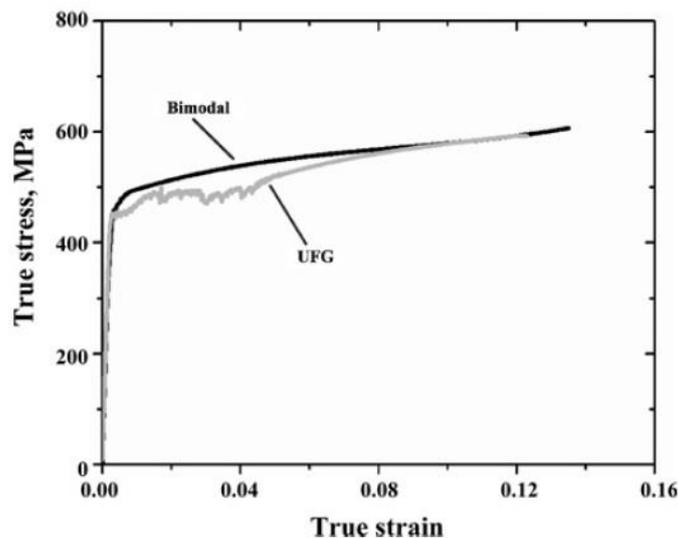


Figure I-22 : Comparaison des courbes contrainte vraie-déformation vraie entre deux aciers de microstructures différentes (gris : microstructure UFG, noir : microstructure bimodale) [Azizi-Alizamini, 2007]

Il faut cependant noter que Suh *et al.* ont observé sur un acier TRIP Fe-0.12C-5.8Mn-3.1Al-0.5Si la présence d'un plateau de Lüders et une quasi-absence d'écrouissage, alors que sa microstructure était bimodale avec de gros grains de ferrite et des régions UFG ferrite austénite (Figure I-23). [Suh, 2010]. Ils ne se sont pas focalisés toutefois sur l'origine et la compréhension de ce phénomène.

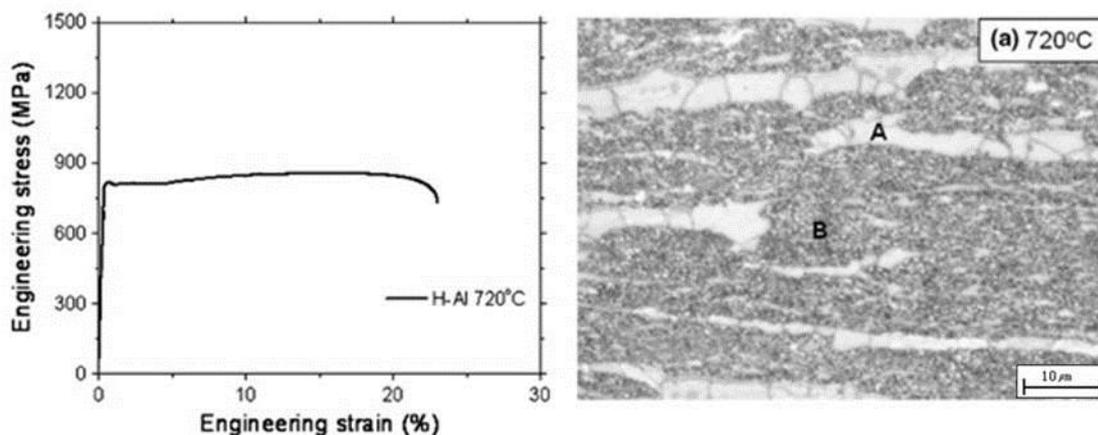


Figure I-23 : Courbe nominale contrainte-déformation, avec plateau de Lüders, et microstructure bimodale associée sur un acier 0.12C-5.8Mn-3.1Al-0.5Si (A : gros grains de ferrite, B : zone UFG) [Suh, 2010]

Ryu *et al.* ont étudié la différence de comportement entre les deux phases ferritique et austénitique pendant la déformation, dans le cas d'un acier Fe-0,12C-5,8Mn-3,1Al-0,47Si [Ryu, 2010]. Cet acier possède une microstructure bimodale en bandes avec d'une part de gros gains de ferrite, d'autre part de fins grains d'austénite dans la matrice ferritique (V_γ estimée à 30% par DRX). Pendant des essais de traction simple in situ dans un MEB, ils ont observé que la déformation dans les gros grains de ferrite était supérieure à la déformation moyenne dans l'éprouvette, tandis que la déformation dans l'austénite γ était inférieure¹. Seo *et al.* ont confirmé cette différence de comportement [Seo, 2012]. Ils ont étudié au MEB deux zones spécifiques de la même éprouvette avant et après déformation de 30%. La première zone concerne un grain de ferrite, tandis que la seconde contient un groupe de grains austénitiques UFG (Figure I-24). A 30% de déformation globale, le grain de ferrite s'est allongé de 37% tandis que la zone de grains austénitiques s'est seulement allongée de 13%, montrant que dans la zone observée, les gros grains de ferrite participent plus fortement à la déformation globale que les zones UFG austénitiques. Enfin, des analyses EBSD, avec une microstructure UFG bien résolue, réalisées sur les mêmes zones avant et après déformation globale de 20%, ont montré une faible diminution de la fraction volumique d'austénite (de 30% à 20%), mettant en évidence sa grande stabilité. Les auteurs ont montré que cette faible transformation de l'austénite en martensite était liée aux valeurs du facteur de Schmid. Pour une valeur inférieure à une valeur critique (estimée à 0,44 par EBSD en utilisant la contrainte macroscopique et vraisemblablement les systèmes de glissement de l'austénite), les grains d'austénite ne sont pas suffisamment bien orientés (par rapport à la direction de déformation) pour se transformer facilement en martensite pendant la déformation. Les auteurs précisent que les mesures EBSD (mesures de surface) sont en accord avec les résultats d'autres publications où des mesures de diffraction des neutrons et diffraction de rayonnement X synchrotron ont montré la dépendance, envers l'orientation cristalline des grains d'austénite retenue, de la transformation martensitique induite par un chargement mécanique.

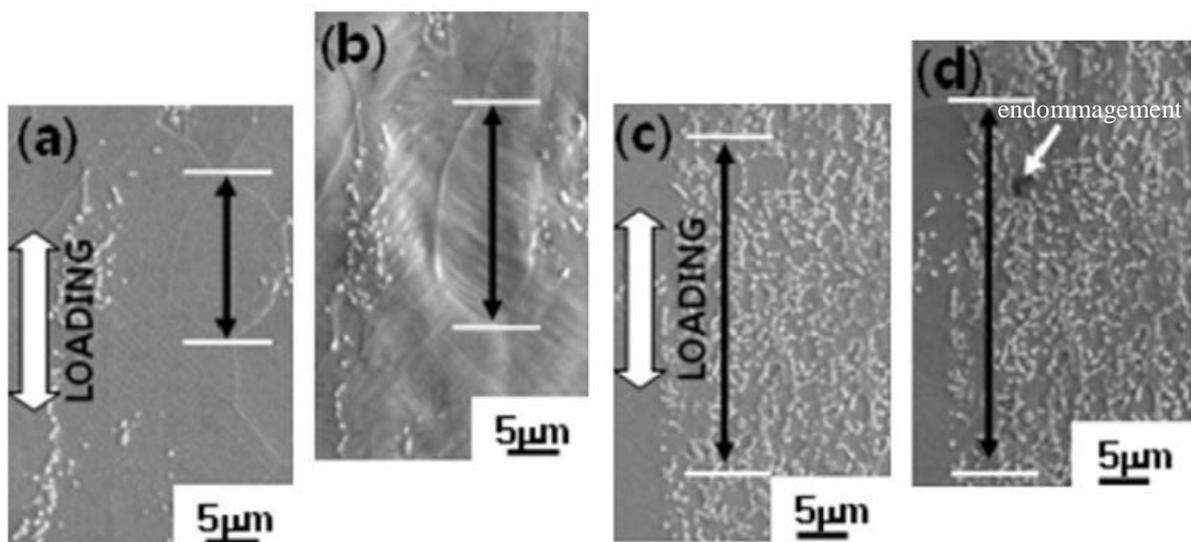


Figure I-24 : Observations au MEB d'un grain de ferrite ((a) : avant déformation, (b) : après 30% de déformation globale), et d'une zone UFG austénitique ((c) : avant déformation, (d) : après 30% de déformation globale), d'après [Seo, 2012]

¹ Dans ce cas, la microstructure bimodale permet d'augmenter la stabilité "apparente" de l'austénite, car celle-ci se déforme moins que l'éprouvette globale. La transformation austénitique a donc lieu pour des déformations globales plus élevées.

3.3. Endommagement et comportement à rupture

Seo *et al.* dans la même étude que précédemment (acier Fe-0.4C-3.5Mn-5.9Al à microstructure bimodale duplex ferrite/austénite) ont constaté par nano-indentation et micro-dureté que la ferrite était moins dure que l'austénite [Seo, 2012]. Ils n'ont pas constaté de fissuration dans la martensite formée pendant la déformation. Ils supposent que la rupture va s'amorcer par la formation de cavités aux interfaces ferrite-austénite (en raison de la différence de déformation des deux phases) ou par la fissuration de la phase secondaire (Figure I-24-d), la flèche en blanc montre une cavité formée dans la ferrite et entourée de grains austénitiques). Ensuite, la fissure se propagerait à travers la matrice ferritique moins dure, conduisant à une rupture ductile globale du matériau, de façon similaire aux mécanismes connus pour les aciers DP. Choi *et al.* ont aussi étudié l'endommagement et la rupture de leur acier medium Mn Fe-0.3C-6Mn-3Al-1.5Si à microstructure bimodale [Choi, 2017]. Ils ont observé la formation de cavités aux interfaces ferrite α /martensite (Figure I-25) en raison du gradient des contraintes liées aux incompatibilités de déformation des deux phases (ferrite molle et martensite dure). D'autres cavités se sont aussi formées autour d'inclusions non-métalliques. L'analyse de l'évolution de l'endommagement à l'aide d'essais interrompus n'a pas mis en évidence de réelle croissance de ces cavités et aucune coalescence n'a eu lieu. En revanche juste avant la rupture, ils ont observé l'apparition de fissures « de clivage » (fissure fragile appelée clivage par les auteurs mais interfaciale et non transgranulaire) dans la direction de sollicitation, soit dans les bandes de ferrite δ , soit aux interfaces entre les bandes de ferrite δ et les bandes à fins grains $\{\alpha + \gamma_r\}$. Toutefois, sur un essai interrompu à une déformation nominale de 41% (juste après le début de la striction), les auteurs ont observé la présence de nombreuses cavités aux interfaces α/α' mais n'ont trouvé aucune trace de clivage. Ces fissures de clivage sont donc la conséquence de l'amorçage de la rupture et non la cause dudit amorçage. La rupture a lieu par localisation de l'écoulement plastique dans de fines zones fortement endommagées. Macroscopiquement, cette rupture se fait en mode « slant » (rupture plate dans la largeur de l'éprouvette et en biseau dans l'épaisseur). Microscopiquement, la rupture est ductile à cupules. L'effet de la température de recuit sur l'endommagement et la rupture est minime. Seule la longueur des fissures de clivage diminue avec l'augmentation de la température de recuit.

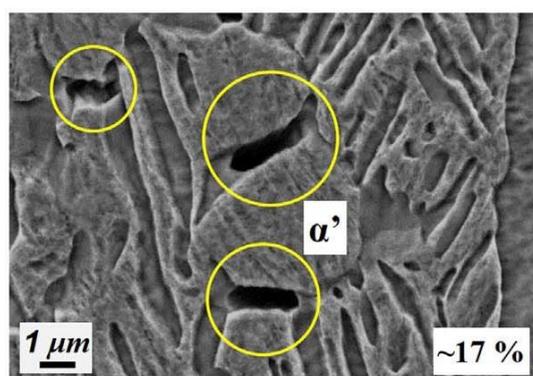


Figure I-25 : Observation de l'endommagement d'un acier bimodal Fe-0.3C-6Mn-3Al-1.5Si recuit à 880 °C et déformé de 17% [Choi, 2017]

En raison d'une résistance élevée et de la présence de ferrite δ grossière, ces aciers medium Mn à microstructure bimodale peuvent présenter une certaine sensibilité à la rupture par clivage, comme cela a été constaté dans l'étude de Choi *et al.*, même si dans leur cas, ce clivage n'était pas néfaste. Aucun autre article évoquant ce sujet pour une microstructure bimodale ferrite-

austénite, n'a été trouvé. Toutefois, certains articles traitent de la rupture d'aciers à microstructure bimodale ferritique.

Zhao *et al.* ont étudié la température de transition ductile-fragile d'un acier Fe-0.15C-1.5Mn-0.01Al-0.3Si possédant une microstructure bimodale à gros grains de ferrite α (environ 5 μm) et UFG ferrite α /cémentite (grains d'environ 0,5 μm), à l'aide d'essais Charpy entre -269 °C et 100 °C [Zhao, 2011]. Ils ont constaté que la température de transition ductile-fragile augmentait avec l'augmentation du temps de recuit (recuit à 600 °C), en raison de l'augmentation de la taille des gros grains de ferrite (de 2,5 μm pour 15 min de recuit, à 5 μm pour 60 min de recuit). Les auteurs ont aussi observé, dans les zones à gros grains ferritiques, que la fissure de clivage changeait de direction de propagation quand elle rencontrait un joint de grains en raison de la forte désorientation entre ces grains ($> 15^\circ$) (Figure I-26, à gauche). A l'inverse, les zones UFG ferrite/cémentite ne forment aucun obstacle à sa propagation car elles cassent facilement (Figure I-26, à droite). En mesurant sur les fractographies la taille des facettes de clivage, d_{eff} , ils estiment qu'elle est liée à la taille des gros grains de ferrite, d_1 , suivant la relation :

$$d_1 = 1.19 \times d_{\text{eff}}$$

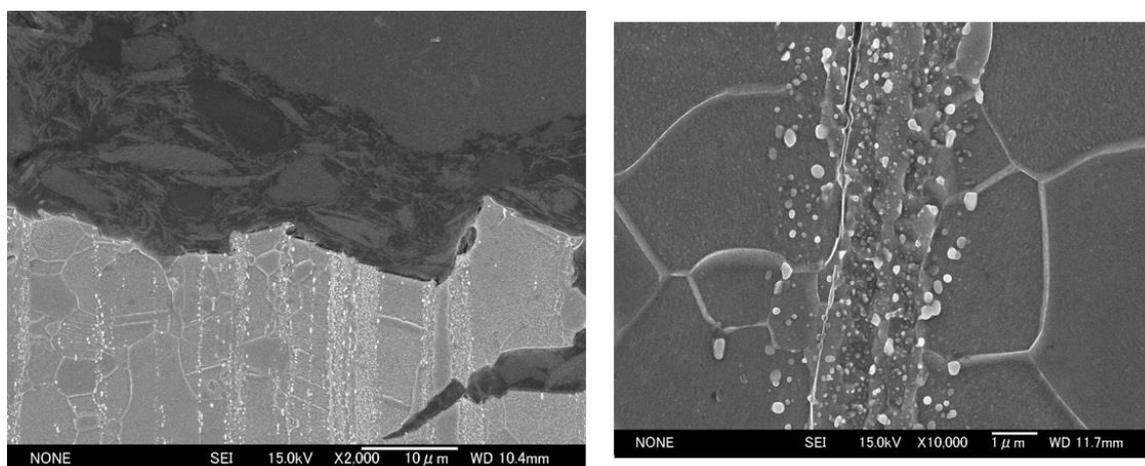


Figure I-26 : Observation en coupe dans l'épaisseur de la propagation de fissures de clivage sur un acier ferritique à microstructure bimodale 0.15C-1.5Mn-0.01Al-0.3Si

Chakrabarti *et al.* ont étudié l'effet de la microstructure (ferrite bimodale ou non) sur la ténacité de brames d'aciers bas carbone obtenues par coulée continue et retraitées thermiquement pour obtenir une taille de grain ferritique plus fine [Chakrabarti, 2009]. Des essais de flexion à -160 °C avec pré-entaille ont notamment été réalisés. A partir de la contrainte à rupture macroscopique, la contrainte à rupture locale au moment de l'amorçage du clivage a été calculée, en utilisant une relation (issue de modélisation par éléments finis) proposée par Wang *et al.* pour des nuances et des essais similaires [Wang, 2002]. L'analyse des fractographies pour la microstructure bimodale a mis en évidence que le clivage s'amorçait dans les gros grains de ferrite (où le clivage peut s'amorcer pour des contraintes plus faibles), et que la propagation était contrôlée par la taille de ces gros grains (Figure I-27, à gauche). Ainsi pour de petites tailles de grains, la fissure de clivage rencontre rapidement un joint de grains pouvant bloquer sa propagation (Figure I-28), tandis que pour des tailles de grains plus élevées, ce n'est plus le cas. Ils nuancent toutefois en précisant qu'il est nécessaire d'avoir suffisamment de gros grains (5% de la surface de la microstructure n'était par exemple pas suffisant) pour que l'amorçage se fasse sur ces grains, sinon l'amorçage se fait dans les zones à grains plus fins, au niveau des grains les plus gros de cette zone ou sur des précipités Nb(C,N) (Figure I-29).

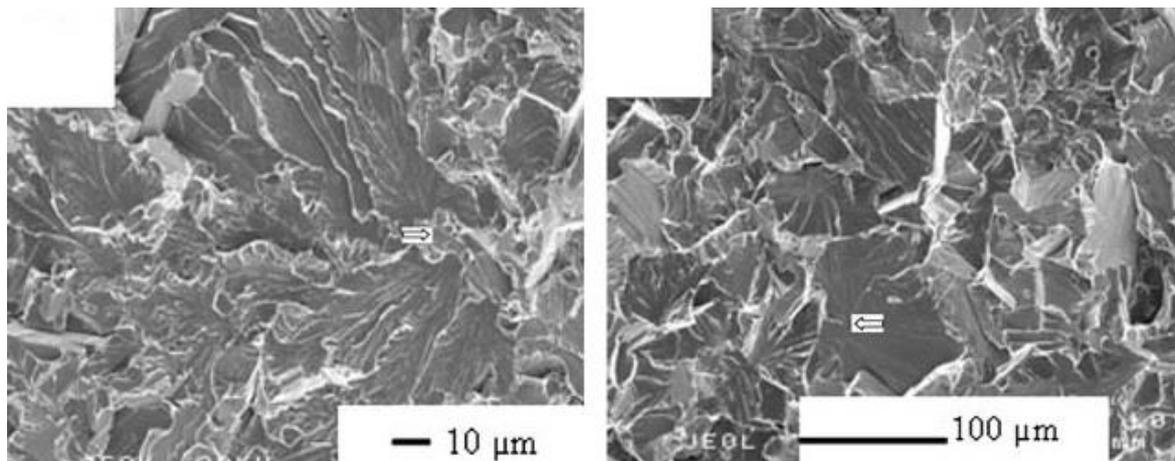


Figure I-27 : Facettes à l'origine de la rupture (obtenues en remontant les faciès en rivière), la flèche indique la zone d'amorçage du clivage, à gauche brame traitée thermiquement, à droite : tôle TMCR [Chakrabarti, 2009]

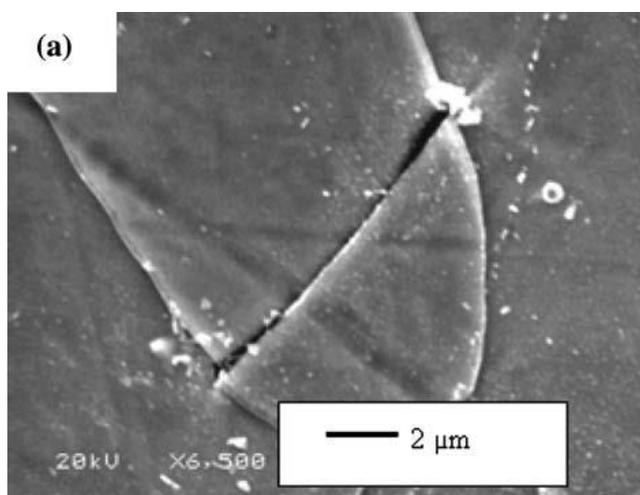


Figure I-28 : Fissure stoppée aux joints de grains [Chakrabarti, 2009]

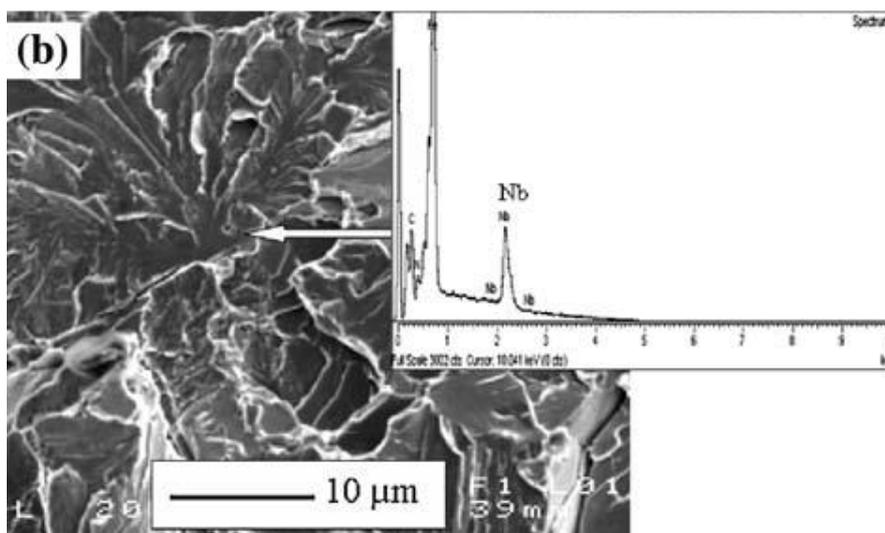


Figure I-29 : Clivage sur un précipité Nb(C,N) [Chakrabarti, 2009]

3.4. Conclusion

En conclusion, la microstructure bimodale classique de cette famille d'aciers medium Mn se compose de bandes de gros grains de ferrite δ et de bandes avec de fins grains $\{\alpha + \gamma_f\}$. La ferrite δ est héritée de la solidification. En fin de laminage à chaud, mêlés à la ferrite, des carbures κ peuvent être présents. Pendant le recuit intercritique, la dissolution de ces carbures entraîne la formation d'une microstructure contenant de la ferrite α et une austénite suffisamment riche en carbone et manganèse pour qu'elle soit stable à température ambiante.

La principale conséquence de cette bimodalité sur le comportement mécanique est l'absence d'instabilités plastiques, notamment l'absence de plateau de Lüders. Plusieurs phénomènes pourraient l'expliquer : un fort effet TRIP libérant suffisamment de dislocations mobiles ou encore un effet composite entraînant une plus importante déformation des gros grains de ferrite qui se déformeraient plus que les zones UFG. Dans les deux cas, il en résulte un meilleur écrouissage.

Enfin, l'endommagement à température ambiante est faible dans les aciers medium Mn à microstructure bimodale. Il se localise principalement aux interfaces ferrite/martensite. Des fissures de clivage peuvent apparaître entre les bandes de ferrite et de bandes des zones à fins grains. Toutefois, ce clivage ne serait qu'une conséquence de l'amorçage de la rupture, qui est globalement ductile.

4. Synthèse comparative entre les aciers medium Mn à microstructure UFG et les medium Mn à microstructure bimodale

Le Tableau I-3 propose une brève synthèse des points communs et des particularités propres aux aciers medium Mn UFG et aux aciers medium Mn bimodaux.

	Medium Mn à microstructure UFG	Medium Mn à microstructure bimodale
Elaboration	<ul style="list-style-type: none"> • laminage à chaud • maintien isotherme (optionnel) • laminage à froid • recuit intercritique 	
Microstructure	$\alpha + \gamma_r$: grains ultrafins ($< 1 \mu\text{m}$)	δ : gros grains (plusieurs dizaines de μm) $\alpha + \gamma_r$: grains fins ($\sim 1-2 \mu\text{m}$)
Instabilités plastiques	bandes de Lüders si γ_r très stable et α pauvre en dislocations	absentes
Effet TRIP	possible, contrôlé par T_{recuit}	
Rupture	<ul style="list-style-type: none"> • endommagement localisé aux interfaces α/γ_r ou α/α' • rupture ductile • résistance à la rupture améliorée par la diminution de la connectivité de la phase secondaire 	<ul style="list-style-type: none"> • endommagement localisé aux interfaces α/γ_r ou α/α' dans les zones à grains fins • rupture ductile • clivage possible entre les bandes δ et les bandes de zones à fins grains, ainsi que dans les gros grains de δ

Tableau I-3 : Éléments de comparaison entre les aciers medium Mn UFG et bimodaux

Même si le domaine des aciers medium Mn présente un fort intérêt et est en plein développement, notamment en Asie, certains aspects n'ont pas pu être tranchés ou n'ont tout simplement pas été encore étudiés dans la littérature. Par exemple, l'origine des instabilités plastiques dans les aciers medium Mn UFG est encore mal comprise. De plus, ces alliages ont été fortement étudiés en traction uniaxiale mais peu d'articles présentent des essais mécaniques sous des sollicitations plus complexes. L'effet de la température de recuit sur le comportement mécanique a été largement étudié mais celui de la température d'essai beaucoup moins. Nous allons donc confronter les propriétés mécaniques et à rupture obtenues sur l'acier medium Mn à microstructure UFG à celles trouvées dans la littérature. Nous présenterons aussi les résultats

obtenus sous des sollicitations mécaniques plus complexes, pour lesquelles les données disponibles sont encore rares.

Concernant les aciers medium Mn à microstructure bimodale, la littérature commence tout juste à en faire état. Les quelques articles existants ont surtout présenté l'origine d'une telle microstructure et les propriétés mécaniques obtenues en traction uniaxiale à température ambiante. En particulier, aucune étude sur le comportement à de plus basses températures d'essai n'a été trouvée, alors même que les normes automobiles attendent des propriétés mécaniques spécifiques à -50 °C par exemple.

Cette thèse s'intéresse à deux nuances, chacune appartenant à l'une des deux familles évoquées précédemment. Pour chaque nuance, les propriétés mécaniques et le comportement à rupture obtenus en traction uniaxiale, en fonction de la température de recuit, seront comparés aux résultats rapportés dans la littérature. L'effet de la température d'essai sera systématiquement exploré. Enfin, des essais sous sollicitations plus complexes permettront d'enrichir les connaissances du comportement mécanique de ces deux nuances, notamment à l'aide d'essais de déchirure ductile et de résilience. Dans le cas de la nuance medium Mn bimodale, une étude plus approfondie des modes de rupture en fonction de la microstructure sera aussi effectuée.

Chapitre II

Cadre d'étude

Sommaire

1. Matériaux	45
1.1. Compositions chimiques et élaboration	45
1.2. Etude microstructurale de la famille UFG	47
1.2.1. Morphologie de la microstructure	47
1.2.2. Fraction volumique d'austénite retenue	49
1.2.3. Microdureté	50
1.3. Etude microstructurale de la famille DT	50
1.3.1. Morphologie de la microstructure	50
1.3.2. Fraction volumique et composition des phases	52
1.3.3. Microdureté	55
1.4. Synthèse	55
2. Méthodes de caractérisation mécanique.....	57
2.1. Essais de traction uniaxiale	58
2.2. Essais de traction sur éprouvettes à double entaille	59
2.3. Essais de déchirure ductile	59
2.4. Essais de résilience	60
2.5. Nomenclature des éprouvettes	61
3. Synthèse	62

Ce chapitre présente tout d'abord les deux familles d'aciers medium Mn étudiées au cours de cette thèse et leurs caractéristiques microstructurales. Les méthodes mises en place pour caractériser mécaniquement ces aciers seront ensuite présentées. Le résultat des études microstructurales permettra d'aider à interpréter les résultats mécaniques évoqués dans les chapitres suivants.

1. Matériaux

1.1. Compositions chimiques et élaboration

Deux compositions d'aciers Fe-C-Mn-Al ont été développées par ArcelorMittal. La première appartient à la famille des medium Mn UFG et la seconde appartient à celle des medium Mn à microstructure bimodale dans la suite de ce mémoire. Elles seront appelées respectivement UFG (pour Ultra Fine Grained) et DT (pour Duplex TRIP). Les compositions massiques de ces alliages sont données dans le Tableau II-1. Ces deux alliages sont des matériaux modèles, ce qui explique leur chimie simple, sans microalliage.

	C	Mn	Al	P	S	N	O
UFG	0,2	5	2,5	0,012	0,004	< 0,001	< 0,010
DT	0,3	6,7	5,9	0,003	0,003	< 0,001	< 0,010

Tableau II-1 : Composition chimique (en poids%) des deux familles d'aciers étudiées

Ces deux aciers ont été élaborés par ArcelorMittal suivant le même procédé que celui présenté dans le Chapitre I, Figure I-3. Ils sont issus de coulées VIM (four de fusion par induction sous vide) de laboratoire de 60 kg réparties en quatre lingots de 15 kg. Après découpe et dégrossissage pour atteindre une épaisseur de 30 mm, chaque coupon a été laminé à chaud.

La microstructure de la famille UFG après laminage à chaud se caractérise par un mélange de bainite et de martensite. Ensuite, les coupons UFG ont subi un maintien isotherme simulant le transitoire thermique imposé par le bobinage à chaud réalisé en production industrielle. Après ce maintien, ils ont été laminés à froid, conduisant à des largets ayant une épaisseur finale de 1,2 mm. En fin de laminage à froid (LAF), ces aciers présentent une microstructure mêlant ferrite α et martensite fortement déformée. Finalement, les largets ont été recuits, dans un four Nabertherm sous atmosphère d'argon, dans le domaine intercritique pour permettre d'obtenir de l'austénite retenue à température ambiante, après refroidissement. Pour faire varier les caractéristiques de cette austénite retenue (fraction volumique et stabilité), trois températures de recuit différentes ont été choisies : 740, 760 et 780 °C.

Pour la famille DT, après laminage à chaud, la microstructure est composée de ferrite δ et de martensite. Cette ferrite δ s'est formée pendant la solidification en raison de la forte teneur en aluminium. Elle ne se transformera plus dans la suite du procédé d'élaboration. Comme pour la famille UFG, les coupons de la famille DT ont subi un maintien isotherme simulant le bobinage. Lors des premiers essais de production en laboratoire, les coupons ont rompu pendant le LAF.

Afin d'éviter cette rupture prématurée, les coupons restant de la famille DT ont été soumis, avant le LAF, à un premier recuit intercritique de 5 min à 850 °C. Après le LAF, la microstructure des largets DT se compose de ferrite δ et de martensite fortement déformée. Enfin, comme pour la famille UFG, un recuit intercritique final a été réalisé dans un four Nabertherm, sous atmosphère d'argon. Les deux températures choisies ont été : 850 et 900 °C.

Un plus large écart entre les températures de recuit est possible pour la famille DT (50 °C, contre 20 °C d'écart sur la famille UFG) en raison des plus fortes teneurs en aluminium et manganèse qui élargissent le domaine intercritique.

Le détail complet des conditions d'élaboration est disponible dans le Tableau II-2.

		UFG	DT
Laminage à chaud	Température de départ (°C)	1250	1200
	Température de fin (°C)	900	950
	Refroidissement jusqu'à température de maintien isotherme	à l'air	60 °C.s ⁻¹
	Epaisseur finale (mm)	2,8	4,8
Maintien isotherme	Température (°C)	680	450
	Durée (h)	5	5
	Refroidissement jusqu'à Tamb	10 °C.s ⁻¹	30 °C.h ⁻¹
Recuit intermédiaire	Température (°C)	aucun	850
	Durée (min)		5
Laminage à froid	Epaisseur finale (mm)	1,2	1,2
Recuit intercritique	Température (°C)	740 – 760 - 780	850 - 900
	Durée (s)	120	136
	Refroidissement	à l'air jusqu'à 400 °C puis trempe à l'eau	50 °C.s ⁻¹

Tableau II-2 : Détail des paramètres d'élaboration des deux aciers étudiés

Dans la suite du manuscrit, les différentes nuances seront dénommées par le nom de leur famille (UFG ou DT) suivi de la température à laquelle le recuit a été effectué. Ainsi UFG 760 désignera la nuance UFG recuite à 760 °C. En cours de thèse, à notre demande, ArcelorMittal nous a réapprovisionnés en UFG 760. Le recuit a été un peu plus court que pour le premier UFG 760

reçu en début de thèse, conduisant à des propriétés mécaniques intermédiaires entre une nuance UFG 740 et une nuance UFG 760. Ce nouvel approvisionnement a donc été considéré comme une nuance à part entière, qui a été appelée UFG 760 bis. Au total, six nuances ont donc été étudiées : quatre de la famille UFG et deux de la famille DT.

En raison du laminage, les nuances peuvent présenter une microstructure différente d'un plan principal à un autre. Dans la suite du manuscrit, la direction de laminage sera appelée RD, la direction transverse TD et la direction normale ND (Figure II-1).

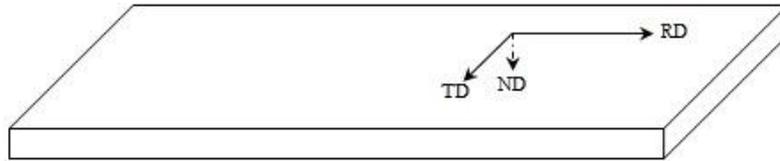


Figure II-1 : Dénomination des différentes directions sur un laminé

Enfin, la densité a été mesurée par la méthode des trois pesées, à 7,44 et 7,06 respectivement pour la famille UFG et la famille DT. Un acier DP classique a une densité autour de 7,8, ce qui donne une diminution de densité de 5% et 9,5% respectivement pour la famille UFG et pour la famille DT. La réduction de densité recherchée sur la famille DT (environ 10%) est donc bien atteinte.

1.2. Etude microstructurale de la famille UFG

1.2.1. Morphologie de la microstructure

La microstructure finale découlant du procédé d'élaboration de la famille UFG, présentée dans la partie précédente, se compose d'une très fine structure de grains de ferrite et d'austénite retenue, d'une taille de l'ordre du micromètre (Figure II-2). Pour la nuance recuite à 780 °C, de la martensite isotherme est aussi formée en raison de l'instabilité de l'austénite qui se transforme dès le refroidissement, après recuit intercritique (Figure II-2-d)). La microstructure est la même dans les trois plans du laminé.

La Figure II-3 montre que les anciens paquets de martensite issus du LAF (délimités en rouge) sont bien visibles dans la microstructure finale. Cela s'explique par le fait que pendant le recuit intercritique, l'austénite germe entre les lattes de martensite. Ainsi, à l'intérieur d'un paquet, les grains d'austénite formés pourraient présenter la même orientation morphologique et une certaine percolation. Ensuite, après refroidissement à température ambiante, l'austénite retenue (ou la martensite) conserverait cette orientation héritée du LAF. Cette observation suggérerait qu'une certaine anisotropie morphologique est « intrinsèque » aux aciers medium Mn UFG, puisqu'il est nécessaire d'avoir en fin de LAF de la martensite pour former la microstructure UFG. Ces aciers auraient donc une certaine anisotropie morphologique en plus d'une possible anisotropie de texture cristalline.

Des analyses par spectrométrie en dispersion d'énergie des rayons X (EDS) ont été réalisées sur un MEB LEO 1450 VP à pointe tungstène sous une tension d'accélération de 15 kV, après polissage à la silice colloïdale. Elles mettent en évidence la présence d'inclusions, principalement des sulfures de manganèse et des oxydes complexes d'aluminium (Figure II-4). Toutefois, dans le plan de coupe, leur nombre reste faible et les inclusions semblent assez éloignées les unes des autres.

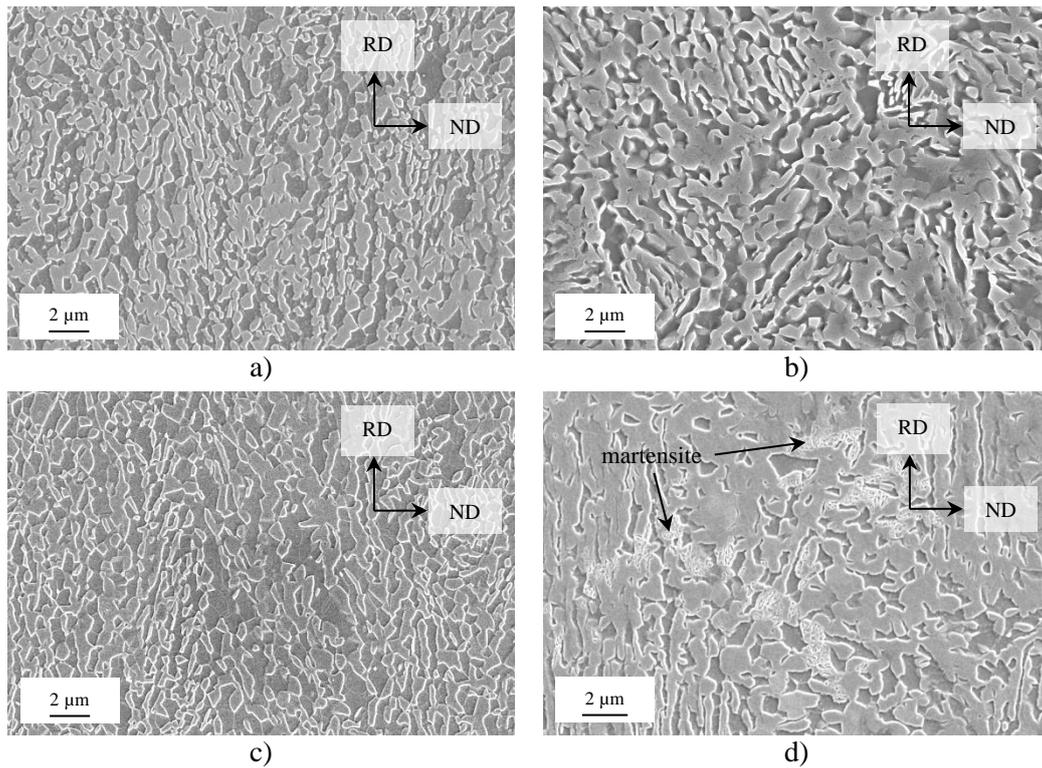


Figure II-2 : Microstructures finales après recuit intercritique, observées au MEB-FEG après une attaque au Nital (gris foncé : ferrite α , gris clair : austénite retenue ou martensite), pour la nuance UFG, a) UFG 740, b) UFG 760 bis, c) UFG 760, d) UFG 780

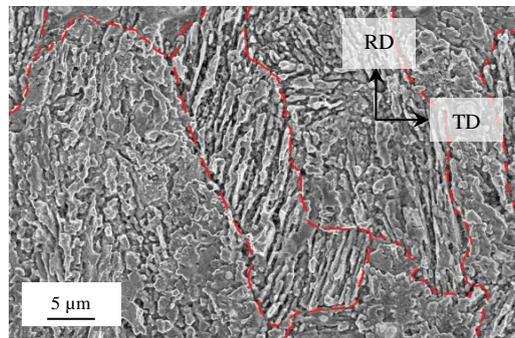


Figure II-3 : Microstructure observée au MEB-FEG, après attaque profonde au Nital sur la nuance UFG 760 bis (en rouge : délimitation entre d'anciens paquets de martensite issus du laminage à froid)

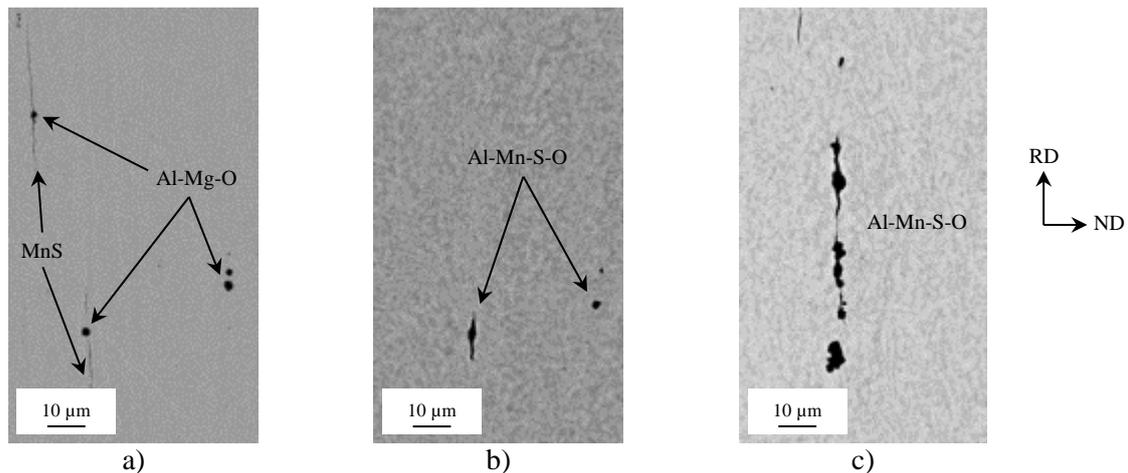


Figure II-4 : Clichés MEB avec la nature des inclusions identifiées en EDS pour la nuance UFG, a) UFG 740, b) UFG 760, c) UFG 780

1.2.2. Fraction volumique d'austénite retenue

Afin d'estimer la fraction volumique d'austénite retenue à température ambiante, des mesures de diffraction des rayons X ont été réalisées par ArcelorMittal sur chacune des nuances non déformées. Les échantillons ont été prélevés dans le plan du larget (plan RD/TD) et ont été polis électrolytiquement avant analyse. Pour chaque échantillon, quatre mesures dans quatre zones différentes (surface d'analyse de $3,14 \text{ mm}^2$) ont été réalisées en utilisant la raie $K\alpha$ d'une source de cobalt, à une tension de 35 kV, une intensité de 40 mA et pour 2θ variant entre 48 et 56° (utilisation du pic (110) de la ferrite cubique centrée et du pic (111) de l'austénite cubique à faces centrées, méthode de mesure standard utilisée par ArcelorMittal sur des aciers non déformés), avec un pas de $0,017^\circ$ et un temps de comptage par position de 1,77 s. Les résultats (et leur écart type associé) sont présentés dans le Tableau II-3. Ils sont cohérents avec la littérature : la fraction d'austénite retenue augmente légèrement avec la température de recuit (de 740 à 760°C) avant de chuter en raison de la trop grande instabilité de l'austénite formée pendant le recuit intercritique (à 780°C), vis-à-vis de la transformation martensitique, lors du refroidissement suivant le recuit.

	UFG 740	UFG 760 bis	UFG 760	UFG 780
Fraction volumique de γ_r à 25°C	$0,37 \pm 0,011$	$0,38 \pm 0,008$	$0,39 \pm 0,006$	$0,06 \pm 0,003$

Tableau II-3 : Valeur moyenne de la fraction volumique d'austénite retenue pour quatre mesures par DRX sur la famille UFG, en fonction de la température de recuit (incertitude : écart type sur les 4 mesures)

En raison de la trop grande finesse des grains, aucune mesure à la microsonde de Castaing n'a pu être réalisée car la résolution spatiale requise n'est pas accessible par cette méthode. Des tentatives d'analyses au microscope électronique en transmission (MET) ont été réalisées au cours de ce projet ANR, mais de réelles difficultés ont été rencontrées pour amincir les échantillons et obtenir des lames minces exploitables. Toutefois, par conservation de la masse, il est tout de même possible d'estimer une borne supérieure de la composition en carbone de l'austénite retenue sur les nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760. En effet en supposant que, pendant le recuit intercritique, tout le carbone diffuse dans l'austénite, alors à température ambiante, l'austénite retenue, issue de l'austénite du recuit (les métallographies ont montré qu'il n'y avait pas de

martensite sur ces trois nuances), contient tout le carbone également. Cela donne 0,54, 0,52 et 0,51 pds% de carbone respectivement dans l'UFG 740, l'UFG 760 bis et l'UFG 760.

1.2.3. Microdureté

Pour chaque nuance, douze mesures de microdureté Vickers ont été effectuées sur un microduromètre Buehler avec une charge de 100 g. Pour une indentation, la surface sollicitée recouvrait environ 0,03 mm² et englobait donc suffisamment de grains pour avoir un résultat pertinent. Pour chaque nuance, 10 mesures ont été faites et la moyenne de ces mesures est présentée dans le Tableau II-4 (avec leur écart type associé). Ces mesures montrent que la dureté des nuances UFG est très proche d'une nuance à une autre. Même l'UFG 780 qui possède de la martensite ne présente pas une dureté sensiblement plus élevée.

	UFG 740	UFG 760 bis	UFG 760	UFG 780
Dureté (HV _{0,1})	281 ± 5	281 ± 5	281 ± 5	290 ± 9

Tableau II-4 : Moyennes des mesures de microdureté Vickers sur les nuances UFG 740, UFG 760 bis, UFG 760 et UFG 780

1.3. Etude microstructurale de la famille DT

1.3.1. Morphologie de la microstructure

Les observations au MEB-FEG, dans le plan RD/ND, révèlent une microstructure finale en bandes, orientées suivant RD, mêlant gros grains de ferrite δ et zones à fins grains de ferrite α et d'austénite retenue (FG $\{\alpha + \gamma_r\}$) (Figure II-6-a) et b)). Dans le plan RD/TD, les grains de ferrite δ ont une forme ellipsoïdale, mesurant entre 20 et 40 μm en longueur et autour de 10 μm en largeur (Figure II-6-c) et d)). Les régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$ montrent des grains équiaxes de l'ordre du micromètre (Figure II-6-c) et d)). La Figure II-6-e) et la Figure II-6-f) montrent une micrographie du DT 900, obtenue par attaque profonde au Kalling#1, dans les deux plans RD/ND et TD/ND. Elles révèlent qu'à la fois les bandes de ferrite δ et les bandes FG sont continues au travers des deux plans. Les régions de ferrite δ et les régions FG auraient donc des formes de nappes (structure à deux dimensions continues dans l'espace) et percoleraient probablement toutes les deux. Aucun précipité κ n'a été observé. Cela s'explique par des teneurs suffisamment fortes en carbone et manganèse empêchant la décomposition $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$.

Ces micrographies montrent que la microstructure est similaire pour les deux températures de recuit. Toutefois, les particules γ_r semblent un peu plus fines sur le DT 850. Pour vérifier cette observation, des mesures d'épaisseur des particules d'austénite retenue ont été réalisées sur des clichés MEB à l'aide du logiciel d'analyse d'images ImageJ (Figure II-5-a)). Pour chaque nuance, 90 mesures ont été effectuées. Les résultats donnent une épaisseur moyenne des particules d'austénite retenue de 0,90 μm ($\pm 0,47$) pour la nuance DT 850 et de 1,51 ($\pm 0,50$) pour la nuance DT 900. La Figure II-5-b) donne pour chaque nuance la fréquence cumulée des épaisseurs mesurées, confirmant ainsi la plus grande finesse des particules d'austénite du DT 850.

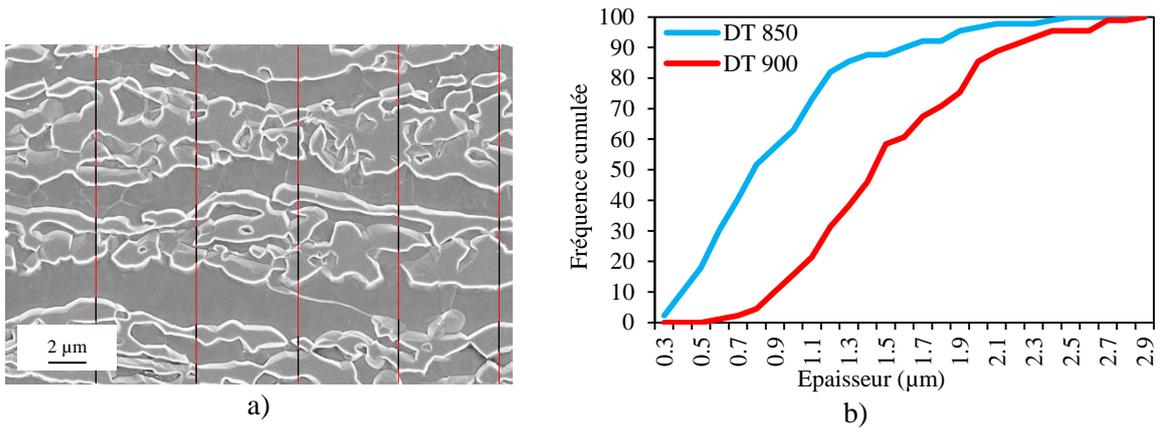


Figure II-5 : a) exemple de mesure d'épaisseur des particules d'austénite retenue (traits noirs) sur DT 850 le long de plusieurs axes (traits rouges) perpendiculaire à RD et séparés entre eux de 5 μm, b) fréquence cumulée de l'épaisseur des particules d'austénite retenue pour chaque nuance

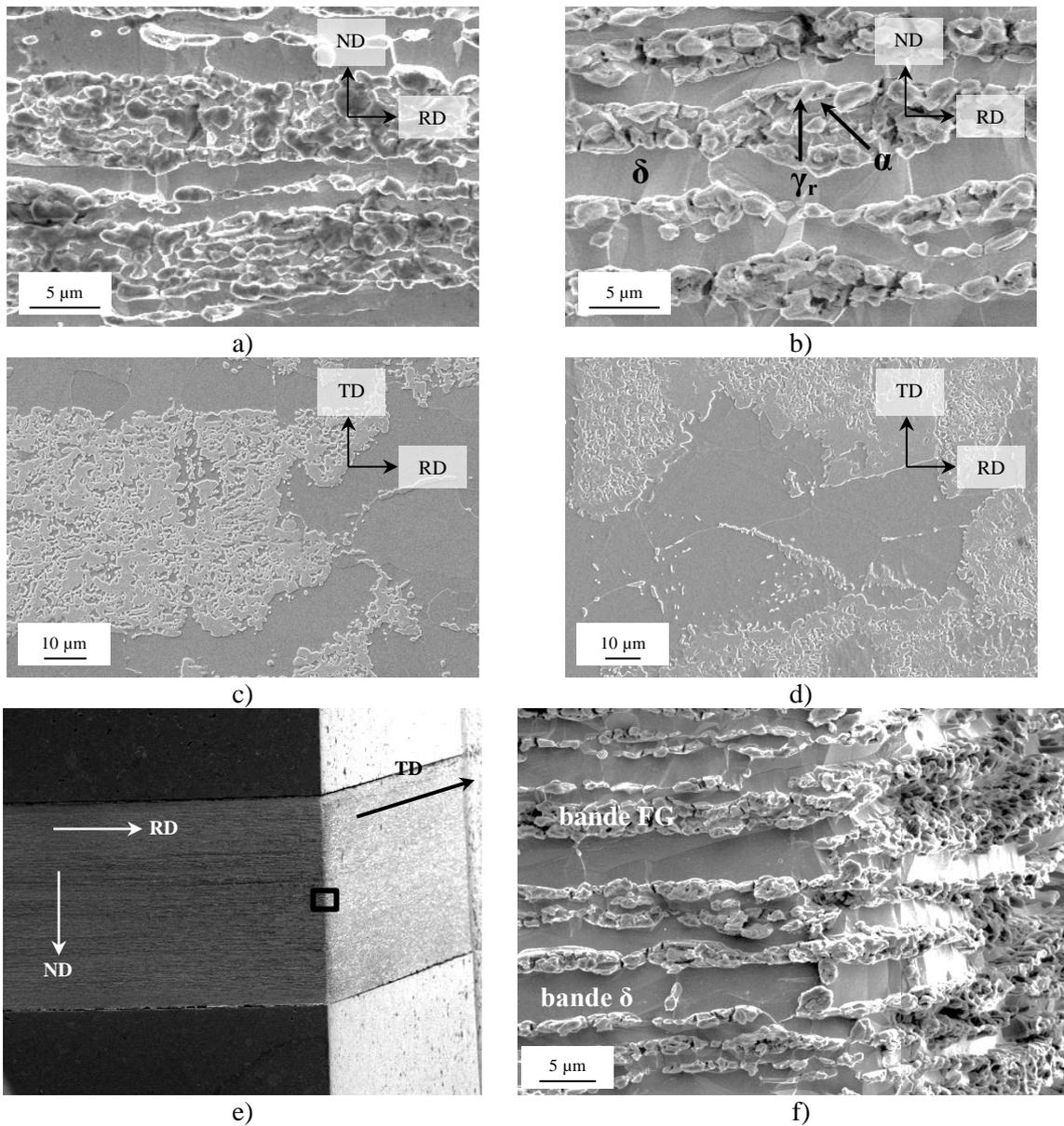


Figure II-6 : Microstructures finales après recuit intercritique, observées au MEB-FEG après une attaque au Nital, pour la nuance DT, a) DT 850 plan RD/ND, b) DT 900 plan RD/ND, c) DT 850 plan RD/TD, d) DT 900 plan RD/TD ; e) micrographie MEB obtenue après une attaque Kalling#1 profonde permettant d'observer les deux plans RD/ND et TD/ND, f) vue agrandie de la zone indiquée par le carré noir sur le cliché e)

Des analyses par spectrométrie en dispersion d'énergie des rayons X (EDS) ont été réalisées sur un MEB LEO 1450 VP à point tungstène à une tension d'accélération de 15 kV, après polissage à la silice colloïdale. Elles mettent en évidence la présence d'un faible nombre d'inclusions : des nitrures d'aluminium enrichis en carbone (Figure II-7). Ces nitrures sont très gros et on peut remarquer qu'ils n'ont été ni déformés ni cassés par les étapes de laminage. De plus, malgré le calmage à l'aluminium, aucun oxyde d'aluminium n'a été observé.

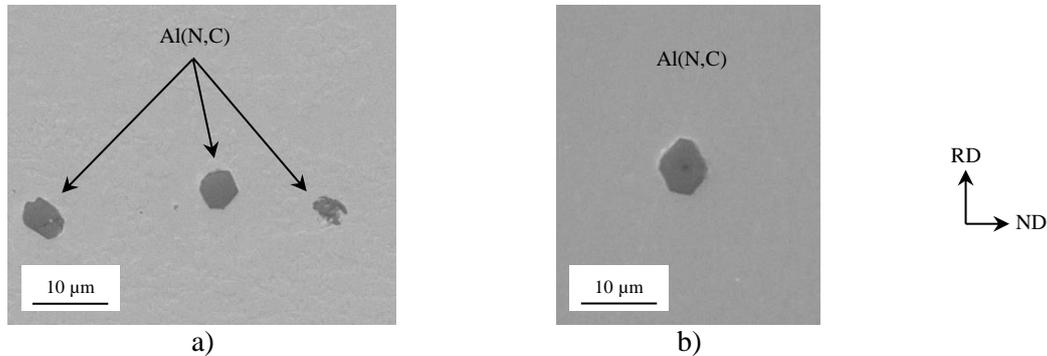


Figure II-7 : Clichés MEB avec la nature des inclusions identifiées en EDS pour la nuance DT, a) DT 850, b) DT 900

1.3.2. Fraction volumique et composition des phases

Pour chaque nuance, trois micrographies MEB, représentant une surface d'analyse totale d'environ $3000 \mu\text{m}^2$, ont été seuillées avec le logiciel d'analyse d'images ImageJ. Elles ont permis d'estimer une fraction de ferrite δ de 35% ($\pm 2\%$) dans les deux nuances. De plus, des mesures DRX avec une source de cobalt $K\alpha$ ont été réalisées sur les matériaux dans leur état de réception (mêmes conditions de mesure que pour la famille UFG). Les résultats donnent 33% ($\pm 1\%$) d'austénite retenue pour les deux nuances à température ambiante. La combinaison des résultats de DRX et d'analyse d'images permet d'en déduire que les phases δ et γ sont présentes dans les mêmes proportions : environ un tiers, le tiers restant correspond donc à la ferrite α . De ce fait, dans les régions FG, la fraction volumique de α est sensiblement égale à celle de γ_r . Enfin, les régions FG sont homogènes et uniformes en taille et en fraction de phases qu'elles soient proches ou loin de la ferrite δ .

Des cartographies à la microsonde de Castaing (EPMA) ont été réalisées sur le DT 850 et le DT 900, afin de quantifier les teneurs en manganèse et aluminium dans différentes régions microstructurales. Les analyses ont été faites sous une tension d'accélération de 15 kV, un courant de sonde de 100 nA, un pas de $0.2 \mu\text{m}$ et un temps de comptage par pixel de 200 ms. Les Figure II-8 et Figure II-9 présentent respectivement la cartographie d'une zone dans le plan RD/TD du DT 850 et du DT 900. Comme attendu, la ferrite δ est enrichie en aluminium et appauvrie en manganèse, à l'inverse de l'austénite. Malgré la faible taille des grains de ferrite α , de l'ordre de la résolution spatiale des analyses EPMA, il semblerait également (et logiquement) que la ferrite α soit enrichie en aluminium et appauvrie en manganèse.

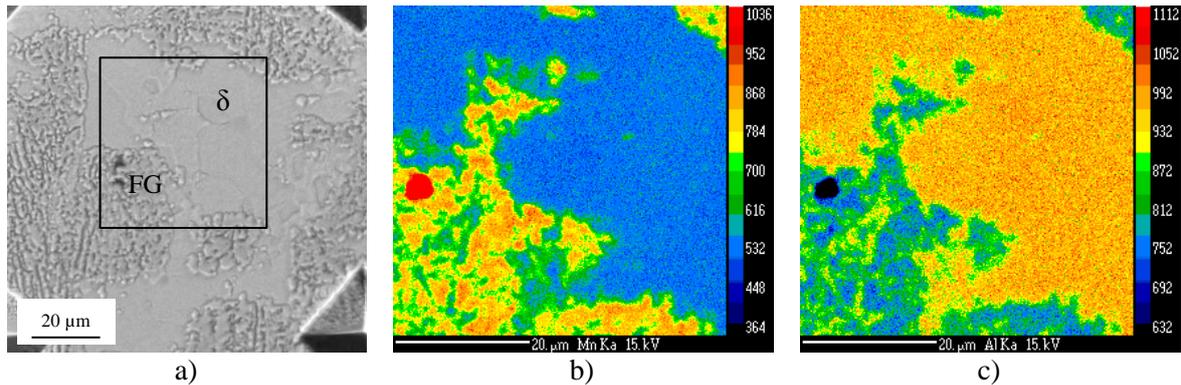


Figure II-8 : Cartographie EPMA dans le plan RD/TD sur le DT 850, a) image MEB, b) distribution du manganèse dans le cadre noir de a), c) distribution de l'aluminium dans le cadre noir de a)

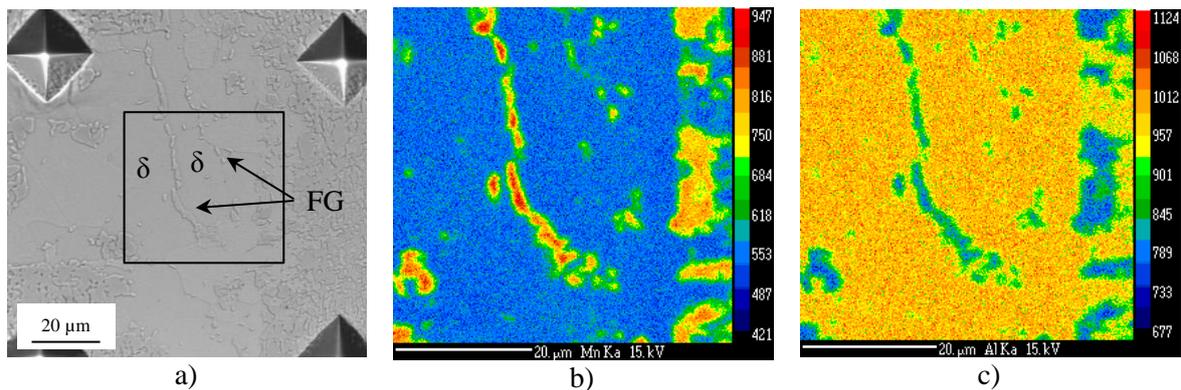


Figure II-9 : Cartographie EPMA dans le plan RD/TD sur le DT 900, a) image MEB, b) distribution du manganèse dans le cadre noir de a), c) distribution de l'aluminium dans le cadre noir de a)

En complément des deux cartographies, des profils ont été réalisés, avec un pas de 1 μm , afin d'estimer quantitativement la composition chimique en manganèse et en aluminium dans les différentes phases des deux nuances (Tableau II-5). Concernant δ , les mesures dans le plan RD/TD montrent qu'aucun gradient n'est détecté à l'intérieur des grains analysés. De plus, la composition moyenne de δ est quasiment identique pour les deux nuances. Sur le DT 900, des mesures supplémentaires ont été faites dans le plan RD/ND, afin d'étudier la distribution en manganèse et en aluminium dans l'épaisseur de la tôle (Figure II-10). Les teneurs mesurées dans les grains de δ sont en accord avec celles obtenues dans le plan RD/TD. Ces résultats montrent que la phase δ est chimiquement homogène et identique pour les deux nuances DT, et qu'elle n'est pas affectée par la température de recuit finale.

L'estimation de la teneur en éléments d'alliage dans γ_r est plus compliquée, en raison de la fine taille de grains des zones FG qui est d'environ 1 μm , soit le même ordre de grandeur que le pas de mesure. Toutefois, comme le montre la Figure II-9, γ_r est enrichie en manganèse et appauvrie en aluminium. Ainsi sur la Figure II-10, les maxima en manganèse, associés aux minima en aluminium, correspondent aux grains de γ_r . La teneur en éléments d'alliage de substitution dans γ_r , sur le DT 900, a donc été estimée en prenant la valeur moyenne de ces différents points. Ce raisonnement est plus difficile à appliquer aux grains de ferrite α car les maxima en aluminium et les minima en manganèse sont moins marqués. Malgré tout, connaissant les proportions des trois phases (un tiers chacune) ainsi que la composition en manganèse et en aluminium des phases δ et γ_r dans le DT 900, il est possible, par conservation de la masse, de calculer la composition de sa phase α . Ce raisonnement implique aussi de supposer que la composition en aluminium et en manganèse est homogène dans chacune des phases. Cette hypothèse ne semble pas trop exagérée puisqu'elle est vérifiée par les mesures EPMA dans la ferrite δ . Les résultats donnent alors une

composition moyenne de la ferrite α de 6,7 Mn et 6,5 Al, soit une composition similaire à celle de la ferrite δ (un peu plus élevée en manganèse dans la ferrite α).

	Région microstructurale	Mn	Al
DT 850	δ (plan RD/TD)	$5,5 \pm 0,06$	$6,3 \pm 0,04$
DT 900	δ (plan RD/TD)	$5,7 \pm 0,04$	$6,3 \pm 0,03$
	δ (plan RD/ND)	$5,8 \pm 0,04$	$6,2 \pm 0,04$
	grains γ_r (plan RD/ND)	$7,6 \pm 0,24$	$5,2 \pm 0,14$

Tableau II-5 : Résultats des pointés EPMA donnant les teneurs en manganèse et aluminium dans δ et γ_r

A partir des mesures EPMA et sachant qu'il y a 35% de ferrite δ dans les deux nuances, il est également possible d'estimer la teneur moyenne en aluminium et manganèse dans les zones FG (sans tenir compte des phases en présence) par conservation de la masse. Les résultats de ce calcul sont donnés dans le Tableau II-6.

	Région microstructurale	Mn	Al
DT 850	FG $\{\alpha + \gamma_r\}$	7,3	5,7
DT 900	FG $\{\alpha + \gamma_r\}$	7,2	5,7

Tableau II-6 : Estimation, par conservation de la masse, de la composition moyenne dans les régions FG

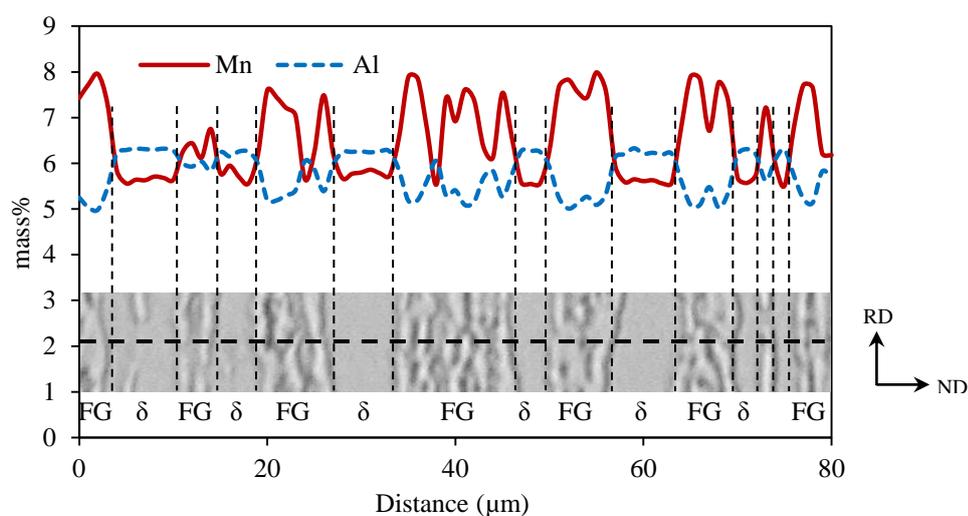


Figure II-10 : Mesures microsonde quantitatives sur le DT 900 à travers des bandes successives de ferrite δ et de zones FG, dans le plan RD/ND

Concernant le carbone, en supposant qu'il diffuse totalement dans l'austénite pendant le recuit intercritique, alors il sera également présent dans les 35% d'austénite retenue à température ambiante, soit une concentration d'environ 0,9 pds% de carbone dans l'austénite retenue pour les deux nuances DT 850 et DT 900.

1.3.3. Microdureté

Des mesures de microdureté Vickers ont été effectuées sur un microduromètre Buehler avec une charge de 10 g, dans les deux régions microstructurales : ferrite δ et zones FG $\{\alpha + \gamma_r\}$. Dans les régions FG, une indentation « recouvre » une surface d'environ $50 \mu\text{m}^2$, ce qui assure une vraie valeur moyenne prenant en compte la dureté de la ferrite α et la dureté de l'austénite retenue. Pour chaque nuance et chaque région microstructurale, 10 mesures ont été faites, lors d'une même campagne de mesure, et la moyenne de ces mesures est présentée dans le Tableau II-7. L'analyse de ces résultats montre que les régions FG sont plus dures que les grains de ferrite δ , en raison de la plus grande dureté des grains d'austénite retenue (riche en carbone). Chaque région microstructurale de la nuance DT 850 est plus dure que celle correspondante sur la nuance DT 900. Ce résultat est surprenant concernant la ferrite δ , puisqu'elle est microstructuralement et chimiquement identique sur les deux nuances. Concernant les régions FG, une hypothèse pourrait être un effet Hall-Petch, notamment des grains d'austénite retenue qui semblent un peu plus gros sur le DT 850 que sur le DT 900 (Figure II-6-a) et b)). Cette hypothèse n'a toutefois pas été plus explorée.

	DT 850	DT 900
Ferrite δ	241 \pm 4	229 \pm 4
FG $\{\alpha + \gamma_r\}$	257 \pm 7	244 \pm 8

Tableau II-7 : Moyennes des mesures de microdureté Vickers sur les nuances DT 850 et DT 900 dans les deux régions microstructurales (10 indentations par nuance et région microstructurale)

1.4. Synthèse

Dans la gamme des températures de recuit explorées, la synthèse des caractérisations microstructurales met en avant la plus grande robustesse, vis-à-vis du procédé d'élaboration, des aciers medium Mn à microstructure bimodale. En effet, les proportions finales de phases sont les mêmes que le recuit soit effectué à 850 °C ou 900 °C. Au contraire, sur les aciers UFG, une variation de la température de recuit de 40 °C change complètement la microstructure : austénite retenue et ferrite après un recuit à 740 °C, contre martensite et ferrite après un recuit à 780 °C. Toutefois, la structure en bandes et la présence de nombreux « amas de grains » de ferrite δ , dans les aciers DT, sont susceptibles de dégrader leurs propriétés mécaniques.

Par certains aspects morphologiques, la microstructure de la famille UFG (mise à part la nuance UFG 780) se rapproche de la microstructure des zones FG de la famille DT : mélange d'austénite retenue et de ferrite α , fine taille de grains, austénite qui percole. La famille UFG pourrait donc être une sorte de matériau modèle pour caractériser et comprendre le comportement

des zones FG de la famille DT. Plusieurs arguments nuancent toutefois ce raisonnement. Premièrement ces deux microstructures n'ont pas la même histoire. En effet, celle des nuances UFG est formée à partir de la martensite de fin de LAF. Pendant le recuit intercritique, l'austénite va germer entre les lattes de martensite, conduisant à la microstructure UFG après recuit. De plus, l'austénite retenue est héritée de l'austénite primaire. Dans le cas des nuances DT, le recuit intermédiaire a pu modifier la microstructure avant LAF et la texture du matériau. Deuxièmement, la taille des grains de la famille UFG est légèrement plus faible que celle des zones FG de la famille DT. Cette différence de taille explique probablement la plus grande dureté de la famille UFG (effet Hall-Petch). Troisièmement, leur composition chimique est différente, puisque la teneur en éléments d'alliage des zones FG (estimée à environ 7,3%Mn et 5,7%Al, Tableau II-6) est supérieure à la chimie nominale de la famille UFG (5%Mn et 2,5%Al).

2. Méthodes de caractérisation mécanique

L'objectif initial de cette thèse était d'étudier l'endommagement et le comportement à rupture des aciers medium Mn, en mêlant à la fois approche expérimentale et approche numérique pour élaborer *in fine* un critère de rupture. Pour cela, il a fallu étudier dans un premier temps le comportement élastoplastique dans une large gamme de sollicitations (essais de traction uniaxiale, essais quasi-statiques de traction sur éprouvettes à double entaille, essais de cisaillement et essais de déchirure ductile) afin de déterminer une loi de comportement pour chaque nuance. Toutefois, les premiers résultats ont montré que le comportement à rupture réel était assez éloigné du comportement à rupture purement ductile attendu en début de thèse, notamment en raison des variations de stabilité de l'austénite retenue. J'ai alors fait le choix d'orienter ma thèse sur une analyse physique de la rupture pour comprendre les mécanismes de rupture de ces aciers en fonction de la microstructure. J'ai donc préféré, aux dépens de la modélisation numérique, étendre l'étude expérimentale sur un domaine de températures plus large et réaliser des essais de résilience Charpy, afin de caractériser au mieux les modes de rupture en fonction des conditions d'essai. Dans ce manuscrit, il a été choisi de présenter les résultats issus des essais de traction sur éprouvettes lisses et à double entaille, des essais de déchirure ductile et des essais de résilience. Les essais de cisaillement, destinés à la modélisation numérique, ne seront pas abordés.

La géométrie des différentes éprouvettes utilisées est présentée sur la Figure II-11. Toutes les éprouvettes ont été usinées par électroérosion au fil en pleine épaisseur de larget ($\approx 1,2$ mm).

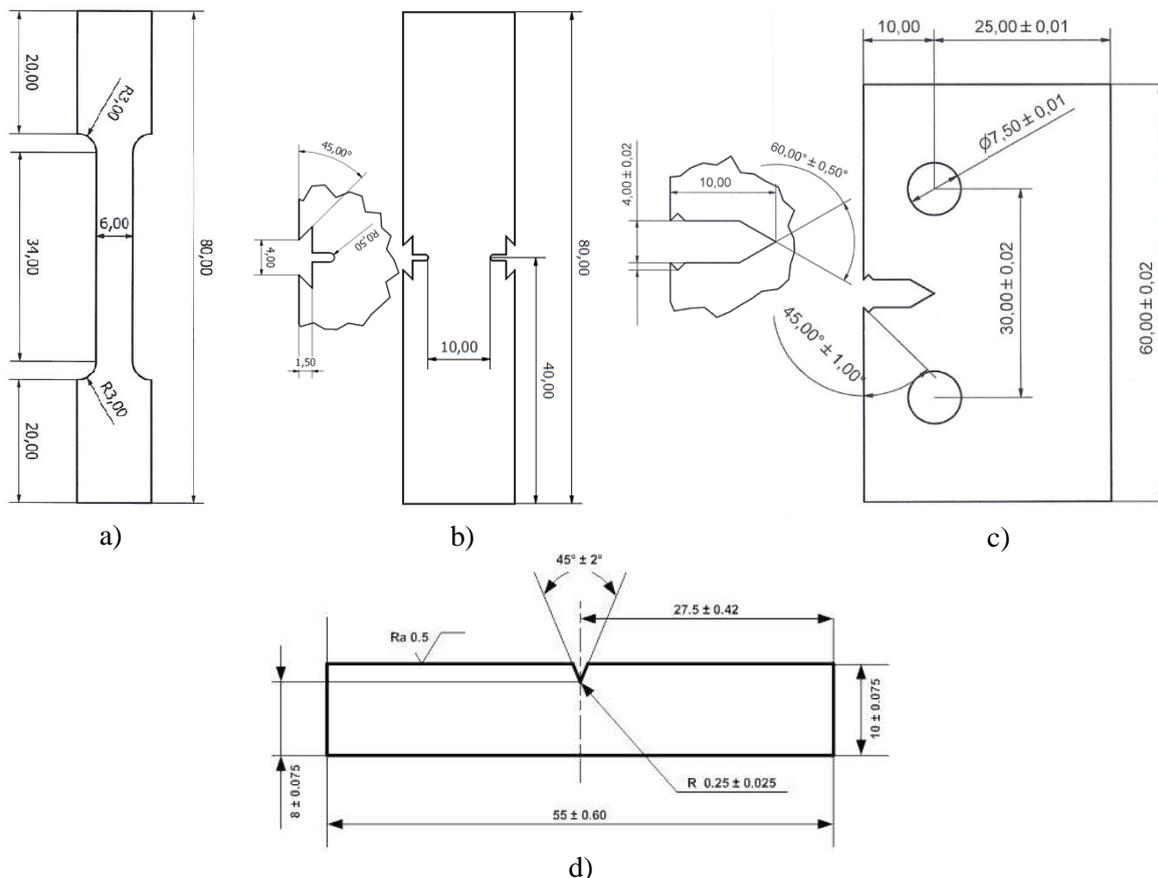


Figure II-11 : Géométrie des différentes éprouvettes (cote en mm), a) éprouvette lisse (essais de traction uniaxiale), b) éprouvette à double entaille (essais de traction sous sollicitations complexes), c) éprouvette Kahn (essais de déchirure ductile), d) éprouvette Charpy (essais de résilience)

2.1. Essais de traction uniaxiale

Les essais de traction uniaxiale à température ambiante ont pour but de déterminer les caractéristiques mécaniques des matériaux étudiés. Les éprouvettes ont été prélevées dans deux directions différentes du plan RD/TD : RD et TD. Les essais ont été pilotés en imposant une vitesse de déplacement de traverse constante : $1 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, correspondant à une vitesse de déformation initiale de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Le suivi des déformations a été assuré par un extensomètre MTS avec une longueur de jauge initiale de 25 mm. Des essais supplémentaires ont été réalisés à des vitesses de déformation initiales de $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $7,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ afin de tester la sensibilité du comportement élastoplastique envers la vitesse de sollicitation. Dans le cas des nuances UFG, les essais ont été réalisés sur une machine servohydraulique MTS, avec une cellule de force de 100 kN. Dans le cas des nuances DT, ces essais ont été réalisés sur une machine servohydraulique INSTRON 8500, avec une cellule de force de 250 kN. Même si les machines d'essai ne sont pas les mêmes, les deux nuances pourront être comparées. En effet, des essais de calibration réalisés par les responsables de ces machines de traction ont montré que les courbes force-déplacement vérin obtenues sur chacune d'elles étaient très proches les unes des autres. Deux essais ont été réalisés pour chacune des directions de prélèvement afin de vérifier la reproductibilité des courbes contrainte-déformation obtenues.

Sur certaines nuances, des essais de traction supplémentaires à -50 , -20 , 50 et $150 \text{ }^\circ\text{C}$ ont été réalisés, afin de modifier la stabilité de l'austénite retenue (Tableau II-8). Ces essais ont été effectués sur une machine servohydraulique MTS, avec une cellule de force de 100 kN, en utilisant une enceinte climatique (pour les essais à -50 et $-20 \text{ }^\circ\text{C}$, le refroidissement a été assuré par pulvérisation d'azote liquide). Le contrôle de la température a été réalisé au moyen d'un thermocouple soudé sur un congé de l'éprouvette. Pour chaque essai, le suivi des déformations a été assuré par un extensomètre MTS avec une longueur de jauge initiale de 25 mm, résistant à la température imposée dans l'enceinte climatique. Les objectifs de ces essais à différentes températures sont doubles : d'une part, modifier la stabilité de l'austénite (toutes choses égales par ailleurs) et étudier les changements de comportement mécanique induits par ces variations de stabilité (principalement sur les nuances UFG), d'autre part, étudier la transition ductile fragile (principalement sur les nuances DT).

		Température d'essai ($^\circ\text{C}$)				
		-50	-20	T_{amb}	50	150
Nuance	UFG 740	-	-	oui	-	-
	UFG 760 bis	oui	-	oui	oui	oui
	UFG 760	-	-	oui	-	-
	UFG 780	-	-	oui	-	-
	DT 850	oui	oui	oui	-	-
	DT 900	oui	-	oui	-	-

Tableau II-8 : Résumé des différentes températures d'essai choisies pour chaque nuance

En plus du suivi extensométrique, un dispositif de corrélation d'images numériques a aussi été utilisé pour certains essais, afin d'avoir des mesures locales au niveau des zones déformées et d'observer de potentielles instabilités plastiques. Les éprouvettes ont préalablement été recouvertes d'un mouchetis aléatoire réalisé à l'aide de deux aérosols de peinture acrylique, le premier blanc créant un fond homogène sur toute l'éprouvette, le second noir conduisant au mouchetis final. Pendant la déformation, deux caméras GigE Manta G-419, ayant une résolution de 4,2 Mpx, ont enregistré l'évolution du mouchetis, à une fréquence de cinq images par seconde. Les clichés ont ensuite été dépouillés à l'aide du logiciel Vic3D. Une taille d'imagemette de 21×21 px, avec un pas de 7 px, a été utilisée sur l'image initiale, puis le logiciel a calculé, à partir de ces imagettes initiales, les champs locaux de déplacement au cours de la déformation.

2.2. Essais de traction sur éprouvettes à double entaille

Les essais de traction sur éprouvettes à double entaille servent à compléter les résultats des essais de traction uniaxiale. Ils permettent d'étudier la sensibilité du matériau à la présence d'une entaille.

Ces essais ont été réalisés, à température ambiante, sur une machine servohydraulique INSTRON 8500, avec une cellule de force de 50 kN. Les essais ont été pilotés en imposant une vitesse de déplacement de traverse constante : 0.5 mm.min^{-1} . Le suivi de l'ouverture de chaque entaille a été assuré par deux extensomètres clip MTS. Les éprouvettes ont été prélevées dans deux directions du plan RD/TD : RD et TD. Chaque éprouvette a tout d'abord été sollicitée en traction dans son domaine élastique, afin de vérifier, via la réponse des deux extensomètres, le bon alignement du montage par rapport à l'axe de traction de la machine. L'écart moyen mesuré n'ayant jamais été inférieur à 5%, la valeur moyenne des mesures des deux extensomètres a donc été choisie pour traduire l'ouverture d'entaille. Deux essais ont été réalisés pour chacune des directions de prélèvement afin de vérifier la reproductibilité des courbes contrainte nette-ouverture d'entaille obtenue.

2.3. Essais de déchirure ductile

Les essais de déchirure ductile ont été réalisés, à température ambiante, sur des éprouvettes dites « Kahn » (Figure II-11-b)) et suivent la norme ASTM B871-01 qui définit les tests de déchirure pour des alliages d'aluminium [ASTM, 2002]. Ils ont été faits sur une machine de traction servohydraulique MTS, équipée d'une cellule de force de 100 kN et d'un dispositif anti-flambement, à une vitesse de déplacement du vérin de 2 mm.min^{-1} . Le suivi des déformations a été assuré par un extensomètre clip. Cependant, ce suivi n'a pas fonctionné jusqu'à la rupture complète de l'éprouvette car pour de grandes ouvertures d'entaille (au-delà de 7 mm), l'extensomètre clip ne tenait plus entre les lèvres de l'éprouvette. En plus du suivi extensométrique, un enregistrement vidéo, avec une prise d'image toutes les 250 ms a été employé pour suivre la propagation de la fissure. Les éprouvettes ont été prélevées dans deux directions du plan RD/TD : RD (avec une propagation de la fissure suivant TD) et TD (avec une propagation de la fissure suivant RD).

Le principal objectif des essais sur éprouvettes Kahn est d'étudier la résistance à l'amorçage et à la propagation d'une fissure dans le matériau. En effet, à partir de la courbe force appliquée-ouverture d'entaille, il est possible d'estimer l'énergie unitaire de déchirure E_{tot} , c'est-à-

dire l'énergie nécessaire à la formation et à la propagation d'une fissure dans le matériau. Elle correspond à l'aire sous la courbe, divisée par la surface initiale de la section à travers laquelle se propage la fissure (ici : 25mm × 1.24mm). Il est donc possible d'y accéder directement en étudiant les courbes contrainte nette (force appliquée/section initiale)-ouverture d'entaille (Figure II-12). De plus, cette énergie unitaire de déchirure se décompose en:

- une énergie d'amorçage E_{am} , calculée avant le maximum de la courbe force appliquée-ouverture d'entaille, traduisant l'énergie nécessaire pour amorcer la formation de la fissure
- une énergie de propagation E_{prop} , calculée après le maximum de la courbe force appliquée-ouverture d'entaille, traduisant l'énergie nécessaire pour que la fissure se propage (jusqu'à rupture du matériau).

Comme le suivi de l'ouverture d'entaille n'a pas pu être mené jusqu'à la rupture complète, les valeurs calculées d' E_{prop} et E_{tot} ne sont donc qu'une borne inférieure des valeurs réelles.

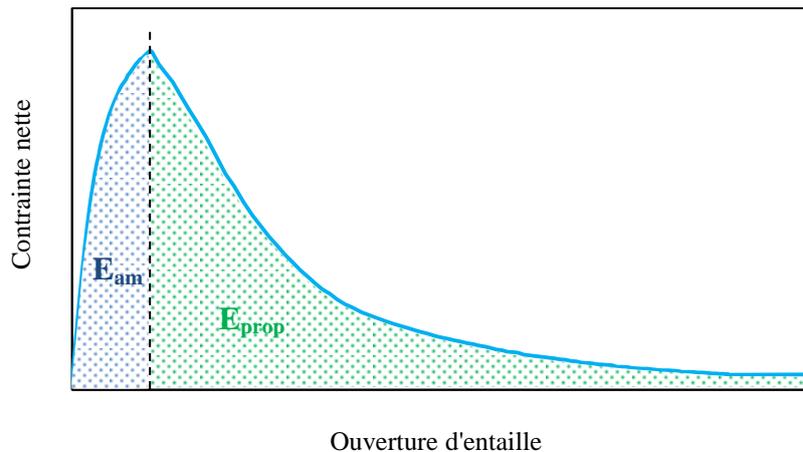


Figure II-12 : Courbe schématique contrainte nette-ouverture d'entaille et définition graphique de l'énergie d'amorçage (E_{am}) et de l'énergie de propagation (E_{prop})

L'hypothèse est faite ici que l'amorçage de la fissure se produit lorsque la contrainte nette est maximale. Cette convention permet d'avoir une référence identique pour tous les essais, permettant de séparer l'énergie d'amorçage de l'énergie de propagation. Cette hypothèse reste cohérente avec l'analyse des images vidéo. En effet, pour chaque essai, la valeur de l'ouverture d'entaille correspondant à l'image à partir de laquelle la fissure devient visible, à l'œil sur la vidéo, est proche de la valeur de l'ouverture d'entaille correspondant au maximum de la contrainte nette sur les courbes expérimentales (écart inférieur à 0,2 mm – la fissure est visible après atteinte de la contrainte nette maximale).

2.4. Essais de résilience

Les essais de résilience ont été réalisés chez ArcelorMittal R&D, à Maizières-lès-Metz, sur un mouton Charpy non instrumenté. Seules les nuances UFG 760 bis, DT 850 et DT 900 ont été testés, dans une gamme de température allant de -80 °C à la température ambiante. Certaines éprouvettes prélevées sur les nuances DT 850 et DT 900 ont flambé au lieu de rompre, en raison de leur faible épaisseur, à température ambiante. En conséquence, pour la nuance UFG 760 bis, une fois usinées, les éprouvettes ont été soudées deux à deux sur une des faces (soudure par point aux extrémités des faces) afin de doubler leur épaisseur et d'assurer une rupture à température

ambiante, sans flambement. Avant d'être rompue, chaque éprouvette a été immergée pendant 10 min dans un bain d'éthanol à la température d'essai voulue, afin d'assurer une homogénéité thermique de toute l'éprouvette. En raison, de la faible quantité de matière disponible, tous les essais n'ont pas pu être doublés. Les éprouvettes ont été prélevées dans le sens RD, signifiant que l'entaille est suivant TD.

Les résultats obtenus ont ensuite été décrits à l'aide d'une loi en tangente hyperbolique et de quatre paramètres ajustables [Tanguy, 2001] :

$$E_{abs} = A + B \tanh\left(\frac{T - T_T}{C}\right)$$

avec $A + B$ correspondant au niveau d'énergie du plateau ductile, $A - B$ au niveau d'énergie du plateau fragile, $2C$ à l'écart en température entre ces deux plateaux ; enfin, T_T correspond à la température de transition ductile-fragile (Figure II-13).

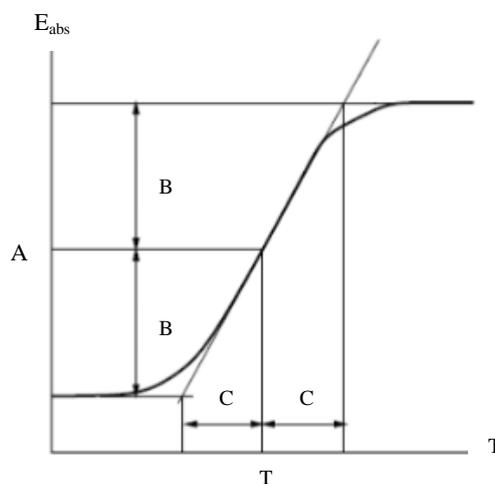


Figure II-13 : Loi en tangente hyperbolique et ses paramètres associés, adapté de [Tanguy, 2001]

2.5. Nomenclature des éprouvettes

Afin de faciliter la dénomination des éprouvettes dans la suite du manuscrit, une lettre a été associée à chaque géométrie d'éprouvette :

- éprouvette de traction uniaxiale : L
- éprouvette à double entaille : E
- éprouvette Kahn : K
- éprouvette Charpy : C

Ainsi, les éprouvettes sont dénommées suivant la nomenclature :

Famille – Température de recuit – Géométrie d'éprouvette – Direction de prélèvement-Numéro de l'éprouvette

Par exemple : UFG 760 L TD1 désigne l'éprouvette numéro 1 utilisée pour un essai de traction uniaxiale, prélevée dans le sens TD sur la nuance medium Mn à microstructure UFG recuite à 760 °C.

3. Synthèse

Ce chapitre a présenté les deux familles d'aciers étudiées au cours de cette thèse : la famille UFG à microstructure ultrafine et la famille DT à microstructure bimodale, ainsi que les méthodes utilisées pour les caractériser mécaniquement.

L'étude microstructurale de ces deux familles a mis en évidence la forte dépendance de la microstructure de la famille UFG envers la température de recuit : mélange de ferrite et d'austénite retenue pour des recuits entre 740 et 760 °C, mélange de ferrite et de martensite avec des traces d'austénite retenue pour un recuit à 780 °C. A l'inverse, la microstructure de la famille DT est peu sensible à la température de recuit.

Ce chapitre permet déjà d'entrevoir les principales difficultés qui risquent d'être rencontrées sur chacune de ces deux familles :

- pour la famille UFG : une grande variabilité microstructurale et mécanique est attendue en fonction de la température de recuit ;

- pour la famille DT : la différence de dureté entre le DT 850 et le DT 900 laisse supposer des différences de comportement mécanique entre ces deux nuances, alors que leurs microstructures semblent identiques.

Chapitre III

Comportement plastique et à rupture d'un acier medium Mn à microstructure UFG

Sommaire

1. Comportement élastoplastique en traction uniaxiale.....	67
1.1. Caractéristiques mécaniques et influence de la température de recuit	67
1.2. Etude du vieillissement statique	73
1.3. Sensibilité du comportement élastoplastique envers la température d'essai	75
1.4. Mécanismes physiques d'endommagement et de rupture	77
1.4.1. Après rupture à température ambiante	77
1.4.2. Influence de la température d'essai sur l'endommagement et la rupture	79
1.5. Synthèse	82
2. Comportement mécanique sous sollicitations complexes	83
2.1. Résultats expérimentaux	83
2.2. Mécanismes physiques d'endommagement et de rupture	85
2.3. Synthèse	87
3. Comportement en déchirure et sous sollicitations dynamiques : étude de la ténacité et de la résilience	88
3.1. Comportement en déchirure	88
3.1.1. Résultats expérimentaux.....	88
3.1.2. Interprétation globale de l'allure des courbes	92
3.1.3. Etude des énergies d'amorçage et de propagation	92
3.2. Comportement sous sollicitations dynamiques	93
3.2.1. Résultats expérimentaux.....	93
3.2.2. Interprétation	95
3.3. Synthèse	99
4. Synthèse des travaux sur la famille UFG	100
4.1. Rappel des principaux résultats.....	100
4.2. Possibles scénarios de rupture.....	101
4.3. Points clés à retenir et potentielles applications industrielles	101

Dans ce chapitre, le comportement élastoplastique des quatre nuances de la famille UFG est caractérisé à l'aide de divers essais. En parallèle, l'endommagement et les modes de rupture sont étudiés puis interprétés en fonction de la microstructure. L'effet de la température de recuit sur les propriétés mécaniques et à rupture est exploré et corrélé aux variations de stabilité de l'austénite retenue. Un scénario de rupture est proposé, adapté à la microstructure initiale.

1. Comportement élastoplastique en traction uniaxiale

1.1. Caractéristiques mécaniques et influence de la température de recuit

Le comportement mécanique de la famille UFG a été étudié en traction uniaxiale, à température ambiante. Les courbes contrainte nominale - allongement relatif sont présentées sur la Figure III-1.

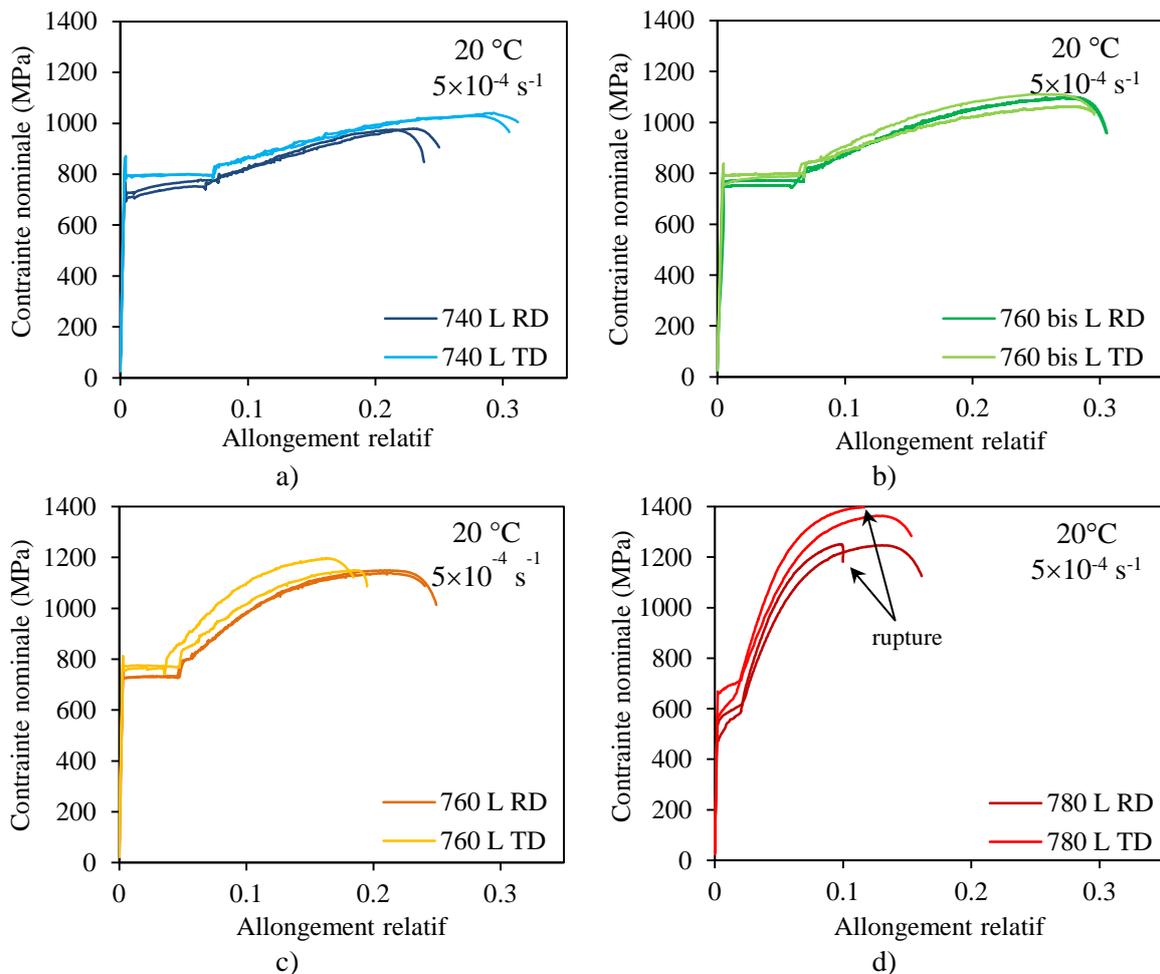


Figure III-1 : Courbes contrainte nominale - allongement relatif de la nuance a) UFG 740, b) UFG 760 bis, c) UFG 760, d) UFG 780 pour différentes directions de prélèvement

Pour chaque essai, la résistance à la traction (R_m) et l'allongement maximum réparti correspondant (A_g), ainsi que l'allongement à rupture¹ (A_{ult}) ont été déduits des courbes nominales de traction. La résistance ultime du matériau, traduisant la ductilité à rupture, a aussi été caractérisée, via le calcul de la réduction d'aire à rupture, Z_{rup} :

$$Z_{rup} = \Delta S / S_0 \times 100$$

où S est le produit : largeur à rupture \times épaisseur à rupture (mesurées à la loupe binoculaire), S_0 : largeur initiale \times épaisseur initiale et $\Delta S = S_0 - S$.

De plus, pour estimer l'anisotropie en déformation du matériau, un coefficient de Lanfkord *post mortem* (r_{pm}) a été calculé pour chaque éprouvette rompue à partir de la formule :

$$r_{pm} = \epsilon_{lar} / \epsilon_{ep}$$

où ϵ_{lar} est la déformation vraie dans la largeur de l'éprouvette en dehors de la zone de striction et ϵ_{ep} la déformation vraie dans l'épaisseur en dehors de la zone de striction. L'ensemble de ces grandeurs mécaniques et cinématiques a été rassemblé dans le Tableau III-1.

La limite d'élasticité a aussi été estimée à partir des courbes expérimentales. Toutefois, dans le cas des nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760, un crochet de traction, suivi d'un plateau de Lüders est observé. Il a donc été défini une limite basse et une limite haute pour ces nuances, comme schématisé sur la Figure III-2.

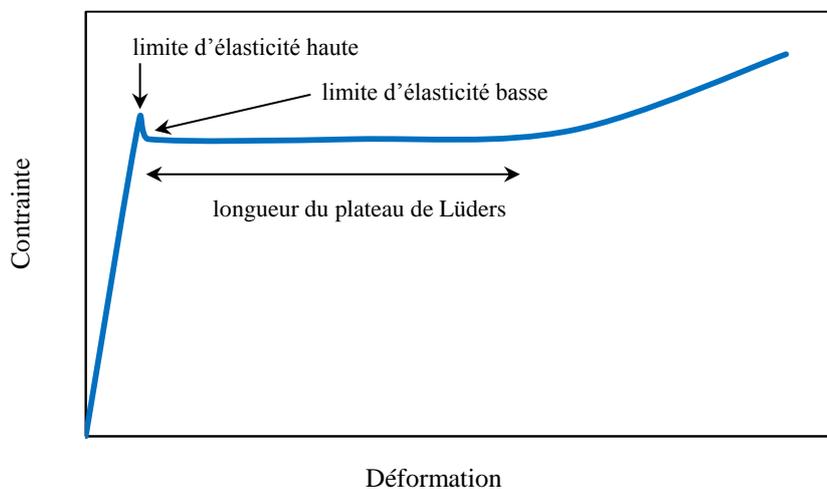


Figure III-2 : Courbe schématique avec la présence d'un crochet de traction, définition de la limite d'élasticité haute et de la limite d'élasticité basse

¹ L'allongement à rupture est donné à titre indicatif mais il dépend fortement de la géométrie de l'éprouvette. Il a de plus été calculé à partir de la courbe expérimentale, il dépend donc également de la façon dont l'éprouvette va strictionner.

	R_{p0,2} (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{ult} (%)	Z_{rup} (%)	r_{pm} (-)	R_m × A_g (MPa%)
UFG 740 L RD1	695-770	975	21	24	48	1,04	20 480
UFG 740 L RD2	715-765	980	19	22	43	1,07	18 620
UFG 740 L TD1	750-860	1040	26	29	37	0,98	27 040
UFG 740 L TD2	770-850	1030	28	31	39	0,99	28 840
UFG 760 bis L RD1	740-760	1100	27	30	45	1,01	29 700
UFG 760 bis L RD2	755-820	1100	28	31	44	1,02	30 800
UFG 760 bis L TD1	785-840	1060	28	30	37	1,01	29 680
UFG 760 bis L TD2	750-810	1110	25	30	41	1,01	27 750
UFG 760 L RD1	720-770	1150	21	25	36	1,02	24 150
UFG 760 L RD2	720-770	1140	21	25	40	1,02	23 940
UFG 760 L TD1	760-790	1200	16	18	31	1,02	19 200
UFG 760 L TD2	770-810	1150	19	20	38	1,03	21 850
UFG 780 L RD1	480	1250	10	10	22	0,99	12 500
UFG 780 L RD2	530	1250	13	16	28	1,03	16 250
UFG 780 L TD1	560	1310	11	12	11	1,20	14 410
UFG 780 L TD2	660	1270	13	15	25	1,02	16 510
UFG 740 L moy	730-810	1010	24	27	42	1,02	24 240
UFG 760 L bis moy	760-805	1090	28	30	42	1,01	30 520
UFG 760 L moy	740-785	1160	19	22	36	1,02	22 040
UFG 780 L moy	560	1270	12	13	22	1,06	15 240
Cible mécanique	-	1000	30	-	-	-	30 000

Tableau III-1 : Caractéristiques mécaniques et cinématiques en traction uniaxiale (en vert : cible mécanique atteinte, en orange : proche de la cible mécanique, en rouge : cible mécanique non atteinte)

Ces résultats mettent en avant la forte sensibilité de cette famille vis-à-vis de la température de recuit. Alors que la nuance UFG 740 a un comportement très ductile et s'érouit faiblement, la nuance UFG 780 se rapproche du comportement mécanique des aciers DP. Ainsi, une différence de 40 °C sur la température de recuit entraîne une augmentation de la résistance mécanique de 260 MPa et une diminution de moitié de l'allongement à rupture (de 27% à 13%). Industriellement, cela imposerait un contrôle très précis de la température sur une ligne de recuit continu.

Une seconde disparité est observée. Comme expliqué dans le Chapitre II, deux éprouvettes ont été testées pour une même condition d'essai mécanique afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Or les courbes ne sont pas confondues, un écart de plusieurs pourcents est parfois même observé par exemple sur l'UFG 760 L TD (courbes en orange clair sur la Figure III-1-c)). Cet écart s'explique probablement par le fait que, par souci d'économie de la matière disponible, les éprouvettes n'ont pas nécessairement été prélevées côte à côte sur le larget et certaines zones du larget ont peut-être été un peu plus chaudes que d'autres lors du recuit, entraînant des hétérogénéités microstructurales.

Un des forts enjeux pour cette famille d'aciers est donc d'arriver, probablement via l'ajout d'autres éléments d'alliage, à élargir le domaine intercritique pour augmenter la robustesse de ces aciers vis-à-vis des paramètres de recuit continu.

Les résultats obtenus sont cohérents avec les évolutions rapportées dans le Chapitre I. La limite d'élasticité diminue avec l'augmentation de la température de recuit. A l'inverse, l'érouissage et la résistance ultime augmentent. Enfin, la ductilité augmente avant de diminuer. Pour une description en détail, le lecteur est invité à se reporter au Chapitre I, section 2.2.1., qui explique l'évolution des grandeurs mécaniques usuelles en fonction de la température de recuit.

Comme l'ensemble de ces variations est directement lié à la stabilité de l'austénite retenue, des mesures DRX, avec une source $K\alpha$ de cobalt, ont été réalisées sur une éprouvette rompue, à 1 cm de la zone rompue dans la longueur du fût (zone supposée en dehors de la striction finale) pour chacune des quatre nuances. Les résultats sont présentés dans le Tableau III-2, dans lequel sont aussi rappelés les fractions volumiques d'austénite retenue sur matériau non déformé et l'allongement à rupture atteint.

	UFG 740	UFG 760 bis	UFG 760	UFG 780
Matériau non déformé	0,37	0,38	0,39	0,06
Matériau déformé (hors zone de striction)	0,15	0,05	0,04	0
A_{ult} (%)	22	31	25	10

Tableau III-2 : Fraction volumique d'austénite retenue mesurée par DRX, avant et après déformation, et allongement à rupture sur la famille UFG, en fonction de la température de recuit

Malgré le faible érouissage observé sur l'UFG 740, plus de la moitié de γ_r s'est transformée en martensite lors de la déformation. L'effet TRIP est encore plus marqué sur les nuances 760 et 760 bis, qui présentent la même fraction volumique initiale de γ_r que l'UFG 740, mais pour lesquels plus de 90% de l'austénite retenue s'est transformée pendant la déformation.

Un effet TRIP est donc bien présent sur ces trois nuances, même si celui-ci n'est pas explicitement visible sur les courbes expérimentales.

Les trois nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760 présentent toutes un plateau de Lüders, d'allongement respectif moyen de 7, 6 et 4,5%. La longueur du plateau de Lüders diminue donc bien comme attendu avec l'augmentation de la température de recuit [Lee, 2011-c]. La Figure III-3 montre l'avancée de la bande de Lüders sur l'UFG 760 L TD1, observée en analyse d'image. Elle part du congé inférieur et remonte l'éprouvette jusqu'au congé supérieur. Comme expliqué dans le Chapitre I, section 2.2.2., de nombreux auteurs ont avancé que l'effet TRIP était un moyen efficace pour supprimer le plateau de Lüders, car il permettait la réémission de dislocations mobiles dans le matériau et donc un plus fort écrouissage [Sakuma, 1992], [Han, 2014]. Ici, la combinaison des résultats mécaniques, des mesures DRX et de la corrélation d'images ne confirment pas directement cette hypothèse. La transformation martensitique est trop tardif et n'empêche pas la formation d'une bande de Lüders. Avancer que l'effet TRIP permet de supprimer le plateau de Lüders n'est donc pas suffisant. Il est donc aussi nécessaire que cet effet TRIP débute dès la sortie du domaine élastique pour éviter la formation de bandes de Lüders.

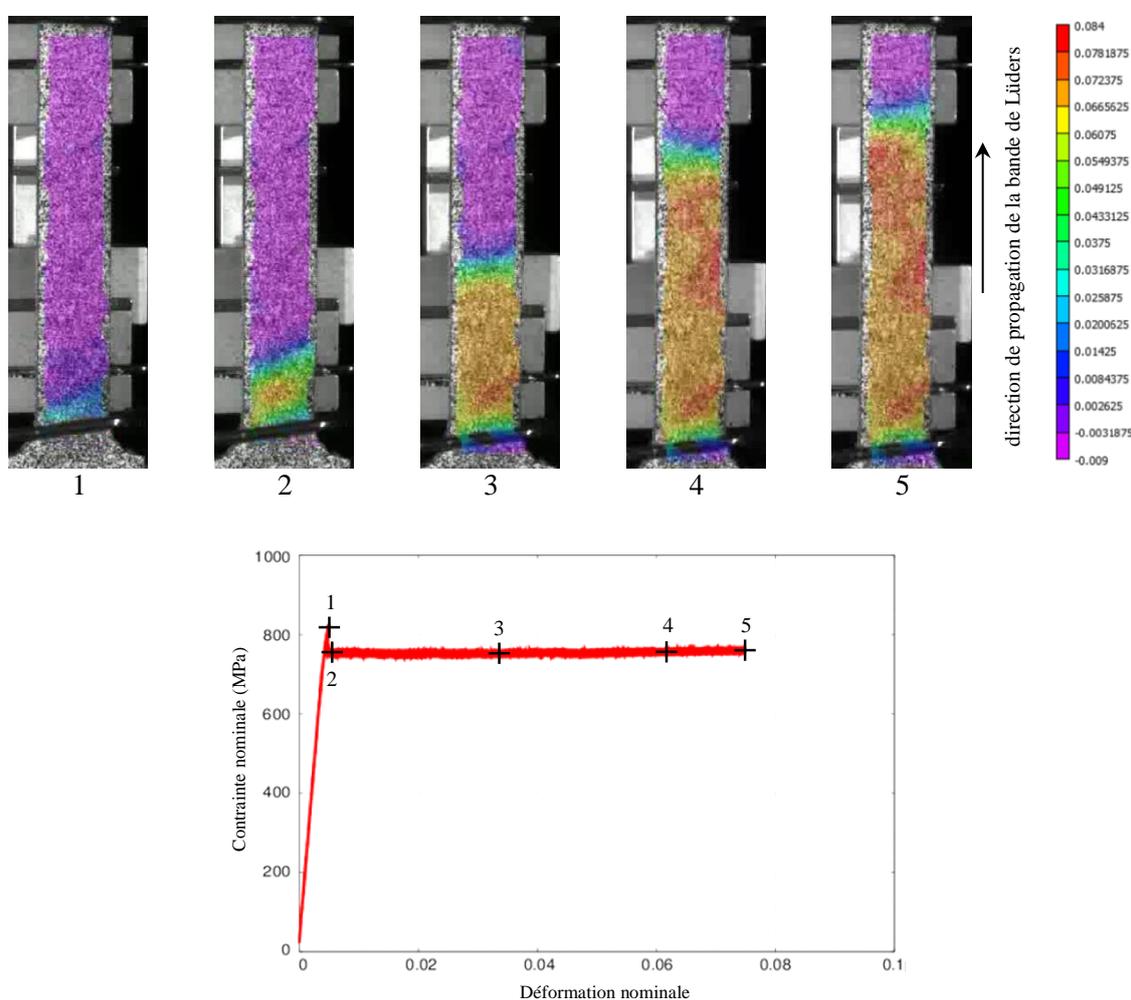


Figure III-3 : Mise en évidence de la propagation de la bande de Lüders par corrélation d'images sur la nuance UFG 760 L TD 1 (en violet : région avant passage de la bande de Lüders, en orange : région après passage de la bande de Lüders)

La nuance UFG 780 ne présente pas le classique plateau de Lüders mais un pseudo plateau où la contrainte augmente légèrement. L'analyse par corrélation d'images n'a pas mis en évidence

de quelconque localisation de la déformation, suggérant que ce plateau n'est pas du type d'un plateau de Lüders.

Comme attendu, des instabilités de type Portevin – Le Châtelier sont aussi observées, principalement sur les nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760. La Figure III-4 est un diagramme présentant, en fonction du temps, le profil de la vitesse de déformation le long d'une droite parallèle à l'axe de traction (TD ici) et à mi-largeur de l'éprouvette. Il montre tout d'abord la propagation de la bande de Lüders (1), puis les passages successifs de 13 bandes PLC (2) qui ne se propagent pas sur toute la longueur de l'éprouvette, contrairement à la bande de Lüders. Enfin, la striction finale apparaît (3) conduisant à la rupture qui a ici eu lieu 10 mm en dessous du congé supérieur. La compréhension de l'origine de ces bandes est en dehors du projet de cette thèse mais est étudiée par Michael Callahan, doctorant au MSSMat et membre de ce projet ANR. L'étude du vieillissement statique (plateau de Lüders) sera toutefois rapidement abordée dans la section suivante.

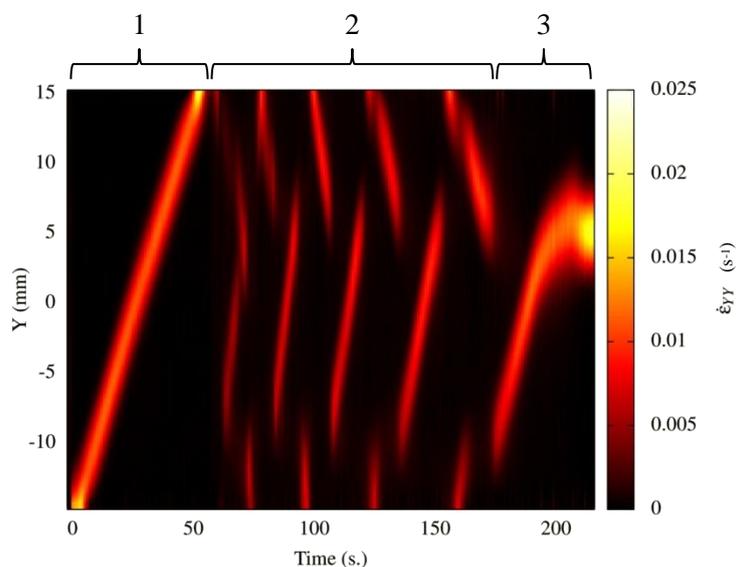


Figure III-4 : Diagramme spatio-temporel décrivant l'évolution de la vitesse de déformation axiale absolue en fonction du temps et de la position dans l'éprouvette le long d'une génératrice, 1 : propagation de la bande de Lüders, 2 : propagation de 13 bandes PLC successives, 3 : striction finale (vitesse de déformation : 5.10^{-4} s^{-1})

A température ambiante, comme le montre la Figure III-5, pour chaque nuance, des écarts de comportement mécanique pour des essais à différentes vitesses de sollicitation (vitesses de déformation initiale dans la gamme $7,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) sont observés. L'effet PLC est beaucoup plus marqué sur l'éprouvette sollicitée à la vitesse de déformation initiale la plus faible ($7,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$). Le comportement élastoplastique de cette famille d'aciers semble présenter une légère sensibilité négative à la vitesse de déformation dans la gamme de vitesses étudiée. Des essais supplémentaires, à d'autres vitesses et également pour d'autres températures d'essai, permettraient de confirmer ce point.

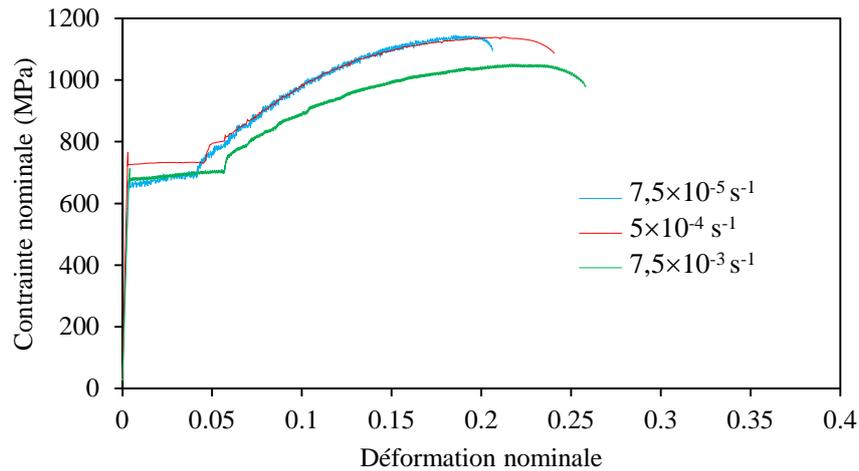


Figure III-5 : Courbes contrainte nominale - déformation nominale sur l'UFG 760 en fonction de la vitesse de sollicitation imposée

Enfin, par rapport aux cibles mécaniques fixées lors de la conception de cet acier ($R_m = 1000 \text{ MPa}$ et $A_g = 30\%$), seul le 760 bis s'en approche, mais la chimie de ces nuances n'a pas encore été optimisée.

1.2. Etude du vieillissement statique

Des essais de traction simple supplémentaires ont été réalisés pour étudier plus en détail le vieillissement sur la nuance UFG 760 bis. L'éprouvette UFG 760 bis L TD3 a servi d'éprouvette de référence. Trois autres éprouvettes ont subi une prédéformation et/ou un traitement thermique supplémentaire. La prédéformation permet *a priori* de désancrer les dislocations des solutés. Pour être sûr que ce désancrage est total, le matériau est prédéformé jusqu'en sortie du plateau de Lüders. Pendant le traitement thermique (vieillissement), il est possible d'ancrer de nouveau des dislocations sur les solutés.

L'historique thermomécanique (« préconditionnement ») appliqué à chaque éprouvette est présenté dans le Tableau III-3. Les courbes contrainte nominale - allongement relatif sont présentées sur la Figure III-6.

	Prédéformation	Vieillissement	Présence d'un plateau de Lüders post préconditionnement	Longueur du plateau de Lüders
UFG 760 bis L TD3 (référence)	-	-	-	5,8 %
UFG 760 bis L TD15	fin du plateau de Lüders	-	non	-
UFG 760 bis L TD8	-	250 °C 30 min	oui	4,1 %
UFG 760 bis L TD7	fin du plateau de Lüders	250 °C 30 min	oui	5,2 %

Tableau III-3 : Historique du traitement thermique et/ou de la prédéformation subis par les différentes éprouvettes de la nuance UFG 760 bis afin d'étudier l'effet d'un vieillissement statique sur le palier de Lüders

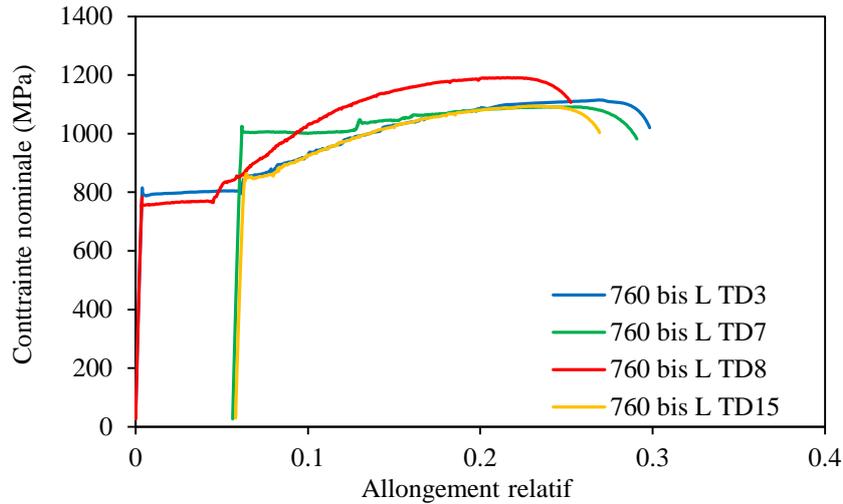


Figure III-6 : Courbes contrainte nominale - allongement relatif sur l'UFG 760 bis pour différentes éprouvettes prédéformées et/ou traitées thermiquement avant l'essai

Après prédéformation sans vieillissement (échantillon TD15), redéformer le matériau n'entraîne pas l'apparition d'un nouveau plateau de Lüders. Cela montre qu'aucun réancrage des dislocations n'a eu lieu à la température ambiante, une fois celles-ci désancrées (*i.e.* une fois hors du plateau de Lüders). En parallèle, un simple vieillissement à 250 °C pendant 30 min (échantillon TD8) ne permet pas d'ancrer plus de dislocations, signe que tous les sites d'ancrage sont déjà saturés. Le plateau est même plus court et le matériau s'écroute un peu plus mais cet écart est probablement lié à l'inhomogénéité des largets reçus. Enfin, la succession d'une prédéformation et d'un vieillissement (échantillon TD7) entraîne un réancrage des dislocations de façon similaire au vieillissement statique classique.

En première approche, le vieillissement statique observé sur cette famille UFG pourrait donc être rapproché de celui observé sur les aciers ferrito-perlitiques [Marais, 2012]. Toutefois, le résultat de l'essai sur l'échantillon TD7 (prédéformation puis vieillissement) n'est pas cohérent avec l'étude de M. Callahan, qui a étudié le comportement plastique de la famille UFG en parallèle de cette thèse [Callahan, 2017]. Par un suivi en continu de l'aimantation à saturation, il a observé, dans un premier temps, que la grande majorité de l'austénite qui va se transformer pendant la déformation en martensite, se transforme pendant le passage de la bande de Lüders, confirmant ainsi des observations déjà été faites par Wang [Wang, 2017]. Ensuite, la faible quantité restante d'austénite susceptible de se transformer se transforme lors des passages successifs des bandes PLC.

Ainsi, sur un matériau prédéformé puis vieilli comme l'UFG 760 bis TD7, l'apparition d'un second plateau de Lüders n'était pas spécialement attendue. Deux explications sont alors possibles :

- soit deux plateaux de Lüders d'origine différente se manifestent. Le premier serait alors lié à la transformation de l'austénite en martensite. Ensuite si le matériau subi un vieillissement, un second plateau de Lüders apparaîtrait, qui serait cette fois-ci lié à un ancrage classique des solutés
- soit le matériau présente un plateau de Lüders « classique ». La transformation de l'austénite en martensite n'impacterait alors pas ce plateau mais en serait une conséquence.

Pour éclaircir ces deux possibilités, une solution est de faire des essais à différentes températures afin de modifier la stabilité de l'austénite retenue et étudier alors la présence ou non

d'un palier de Lüders. La prochaine section présentera ces essais en température puis les métallographies de la sous-section 1.4.2. permettront de conclure sur le type du plateau de Lüders observé ici.

1.3. Sensibilité du comportement élastoplastique envers la température d'essai

Comme expliqué dans le Chapitre II, section 2.1., des essais supplémentaires ont été réalisés sur la nuance UFG 760 bis à -50, +50 et +150 °C. La Figure III-7 présente les courbes contrainte nominale - allongement relatif en fonction de la température imposée au cours de l'essai. Les caractéristiques mécaniques associées à ces essais sont regroupées dans le Tableau III-4.

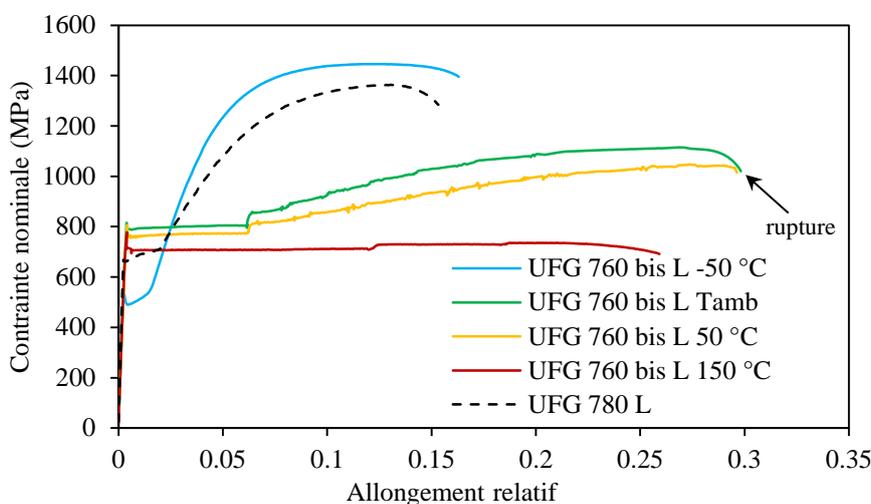


Figure III-7 : Courbes contrainte nominale - allongement relatif sur l'UFG 760 bis en fonction de la température d'essai, en pointillés : comparaison avec l'UFG 780 rompu à température ambiante (éprouvettes prélevées dans le sens TD)

	R_{p0,2} (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{ult} (%)	Z_{rup} (%)
UFG 760 bis L -50 °C	480-520	1410	12	16	57
UFG 760 bis L Tamb	760-805	1090	28	30	42
UFG 760 bis L 50 °C	760-805	1047	27	30	34
UFG 760 bis L 150 °C	690-780	735	20	26	20

Tableau III-4 : Evolution des caractéristiques mécaniques en traction uniaxiale (selon TD) en fonction de la température d'essai

Ces résultats mettent en avant l'important effet de la température d'essai sur les propriétés mécaniques de cette famille d'aciers. Une fois encore, cette variation des propriétés mécaniques est liée à la stabilité de l'austénite retenue. A -50 °C, la nuance UFG 760 bis se rapproche du

comportement de la nuance UFG 780 à la température ambiante (Figure III-7, courbe noire en pointillés) qui possède une microstructure initiale principalement ferrito-martensitique. Cela s'explique par le fait que l'austénite est fortement déstabilisée à cette température et peut se transformer en martensite soit thermodynamiquement si le point M_s est supérieur à -50 °C , soit par transformation mécaniquement induite (effet TRIP). Pour départager ces deux hypothèses, un échantillon non déformé a été immergé pendant 30 min dans un mélange d'éthanol et d'azote liquide à -60 °C . La microstructure obtenue étant purement un mélange de ferrite et d'austénite retenue, sans trace de martensite, le point M_s est inférieur à -60 °C et la transformation de l'austénite en martensite est donc à -50 °C uniquement due à un effet TRIP.

Sur l'UFG 760 bis rompu à -50 °C , l'importante chute de la limite d'élasticité (presque 300 MPa par rapport à la température ambiante) confirme également cela. Elle résulte probablement d'une transformation précoce de l'austénite en martensite dans le domaine élastique par effet SAM (Stress-Assisted Martensite). Enfin, un crochet de traction est toujours présent mais le plateau de Lüders est beaucoup moins marqué, confirmant qu'un effet TRIP déclenché en sortie du domaine élastique permet de diminuer la localisation de la déformation en début d'écoulement plastique.

Pour des températures supérieures à la température ambiante, l'écroutissage chute fortement, notamment à 150 °C , où le matériau ne semble plus s'écrourir et où il perd même en ductilité. Il est probable qu'aucun effet TRIP n'ait lieu à ces températures, l'austénite étant trop stable. Cela montre que cette nuance utilise déjà sa « capacité maximale de déformation » à température ambiante, et qu'il ne semble pas possible d'augmenter la ductilité de cette nuance en modifiant la température d'essai. Enfin, la Figure III-8 montre une micrographie dans le plan de laminage (RD/TD) après attaque Nital d'un échantillon UFG 760 bis non déformé mais qui a été immergé dans de l'azote liquide pendant 30 min. Même si de la martensite est visible, une forte fraction d'austénite résiduelle est encore observée, mettant en évidence sa grande stabilité thermodynamique.

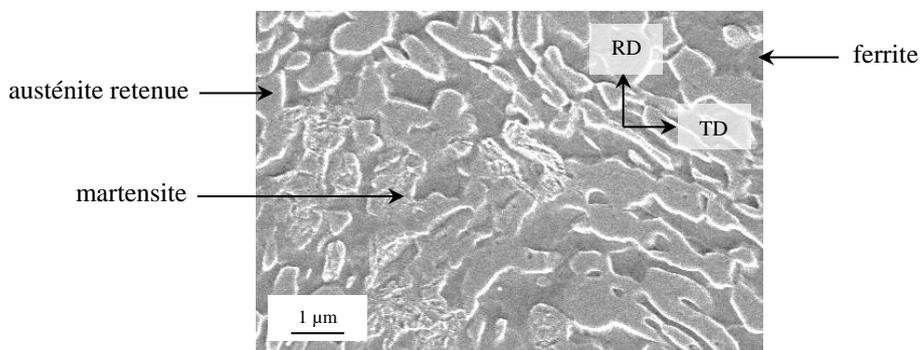


Figure III-8 : Microstructure observée au MEB-FEG, après attaque Nital, sur la nuance UFG 760 bis immergée pendant 30 min dans l'azote liquide (ferrite : gris sombre, austénite retenue : gris, martensite : aiguilles en gris clair, échantillon non déformé)

Ces essais montrent qu'il est possible de modifier fortement la stabilité de l'austénite en faisant varier la température d'essai. De plus, le fait qu'un plateau de Lüders soit observé sur l'éprouvette sollicitée à 150 °C , alors que l'absence d'écroutissage suggère qu'aucun effet TRIP n'a eu lieu, plaide en faveur d'un plateau de Lüders « classique ». Les observations métallographiques de la sous-section 1.4.2. permettront de totalement conclure.

1.4. Mécanismes physiques d'endommagement et de rupture

1.4.1. Après rupture à température ambiante

Dans un premier temps, les faciès de rupture des éprouvettes rompues, à température ambiante, ont été étudiés. L'observation du profil des éprouvettes rompues au microscope binoculaire sur la Figure III-9 montre que la rupture évolue depuis une rupture en biseau dans l'épaisseur (appelée rupture slant dans la suite du manuscrit) vers une rupture nette et plate, quand la température de recuit augmente. La Figure III-9 suggère également que la striction dans l'épaisseur est faible. Pour les éprouvettes ayant rompu en biseau, cela peut sembler logique. Pour l'UFG 780 à rupture plate, c'est cohérent avec la faible valeur de Z_{rup} (22% en moyenne) et suggère une potentielle fragilité de la nuance. Ces observations restent toutefois à tempérer sur l'UFG 740 puisque la Figure III-10-a) montre qu'à mi largeur, la striction est plus marquée.

Les faciès de rupture des éprouvettes ont ensuite été observés avec un MEB LEO 1450 P à pointe tungstène, sous une tension d'accélération de 10 kV et un courant de sonde de 50 pA. Les fractographies macroscopiques mettent en évidence un fort délaminage sur les échantillons ayant subi un recuit à 740°C. Les fissures de délaminage partent de chaque extrémité de l'éprouvette pour se rejoindre au centre (Figure III-10-a, b) et c)). Ce délaminage s'atténue progressivement quand la température de recuit augmente et n'est plus observé sur l'UFG 780 (Figure III-10-d)).

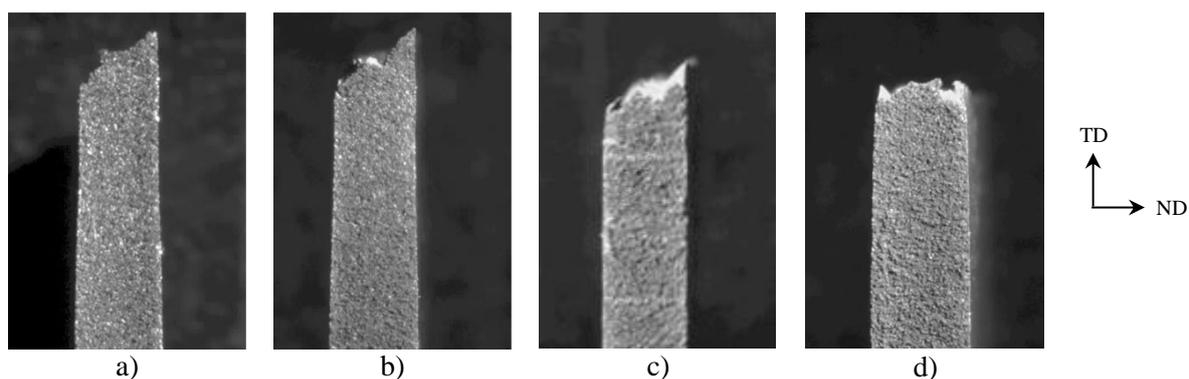


Figure III-9 : Observation à la loupe binoculaire de l'orientation de la surface de rupture dans l'épaisseur (sollicitation suivant TD¹, petit côté des éprouvettes, aucune préparation métallographique)

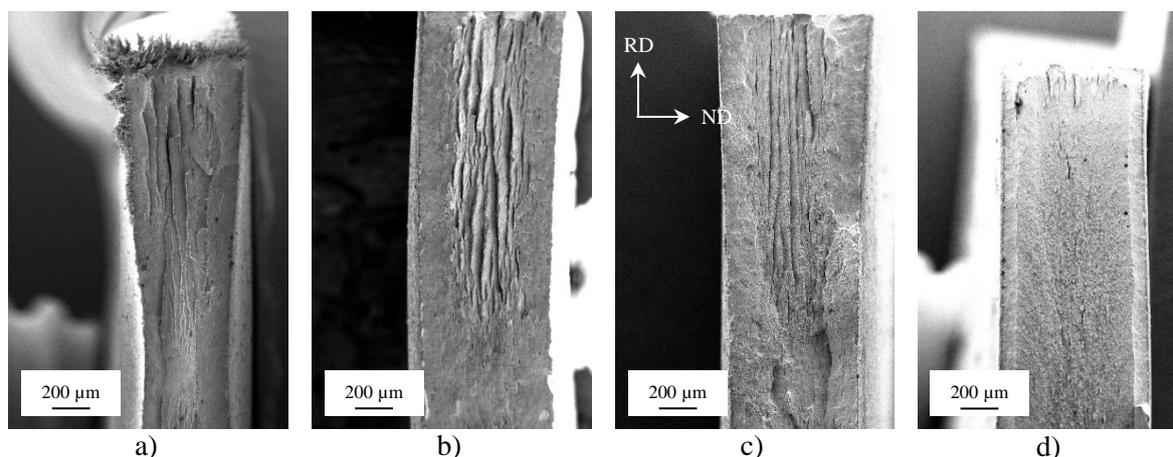


Figure III-10 : Faciès de rupture à l'échelle macroscopique, observés au MEB, sur les nuances a) UFG 740, b) UFG 760 bis, c) UFG 760, d) UFG 780 (sollicitation suivant TD)

¹ L'orientation de la surface de rupture, pour les éprouvettes sollicitées suivant RD, est similaire à celle observée sur les éprouvettes sollicitées suivant TD.

A plus fort grandissement, la présence de cupules micrométriques sur les éprouvettes rompues montre que la rupture est ductile pour chacune des trois nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760 (Figure III-11-a, b) et c)). Des inclusions sont parfois également observées au fond des cupules. Sur l'UFG 780, environ un quart de la surface de rupture présente une rupture ductile (Figure III-11-d)). Sur les trois quarts restants de la surface, des facettes sont observées. Elles forment le fond de cavités très peu déformées qui délimitent des « objets » d'une taille qui semble être légèrement inférieure au micromètre (Figure III-12-b)), soit la taille d'un grain UFG. Cela suggère une potentielle rupture aux interfaces ferrite-martensite dans ces zones.

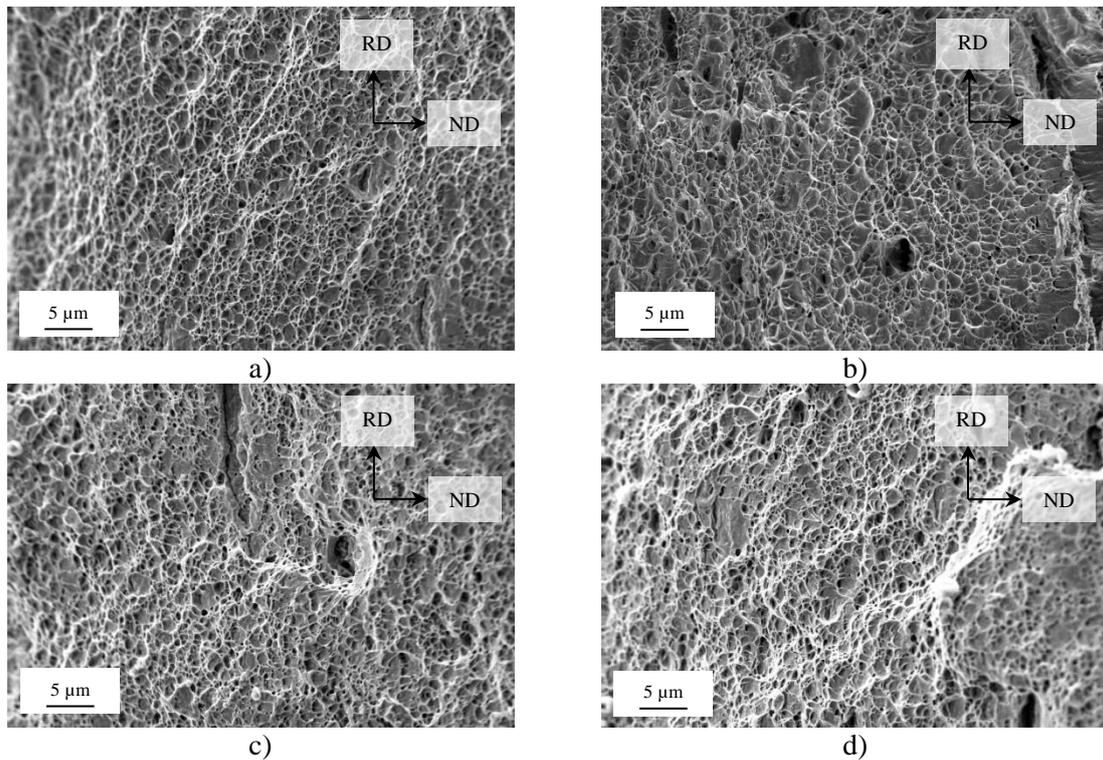


Figure III-11 : Faciès de rupture observés au MEB sur éprouvettes lisses (solicitation suivant TD), mise en évidence de la rupture ductile sur les nuances a) UFG 740, b) UFG 760 bis, c) UFG 760, d) UFG 780

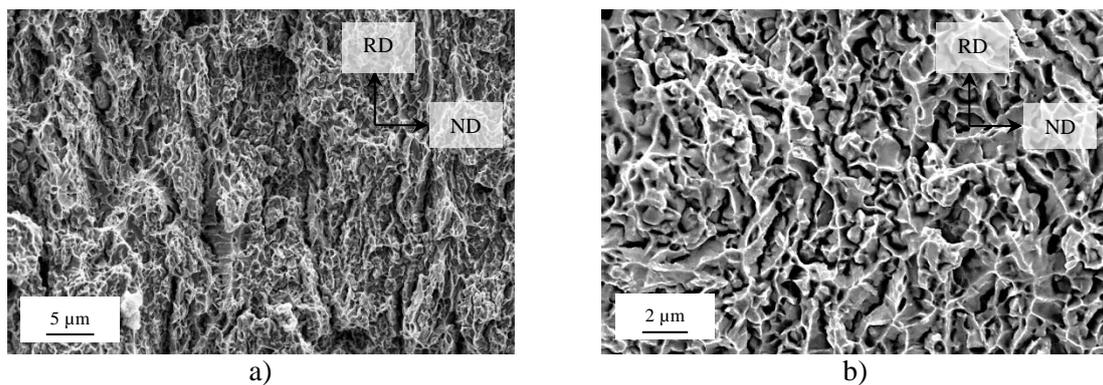


Figure III-12 : Faciès de rupture observé au MEB sur éprouvettes lisses (solicitation suivant TD), à deux grandissements différents, nombreuses facettes pouvant mettre en évidence une potentielle rupture interfaciale dans certaines régions de la nuance UFG 780

Dans un second temps, pour chaque nuance, une demi-éprouvette rompue (solicitée suivant RD) a été sectionnée à mi-largeur (plan RD/ND), afin d'étudier l'endommagement dans l'épaisseur du larget. Après polissage et attaque Nital, les échantillons ont été observés sur un MEB-FEG, sous une tension d'accélération de 5 kV et un courant de sonde de 50 pA. Pour ces

quatre nuances, aucun endommagement dans le volume n'est observé. Cette absence d'endommagement généralisé est une caractéristique de nombreux aciers THR. Lorsque l'on regarde localement près de la surface de rupture, pour les nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760, quasiment aucune cavité n'est observée. Seules quelques cavités sont présentes autour des inclusions (Figure III-13-b)). Cependant, ces inclusions sont trop éloignées les unes des autres pour que les cavités puissent coalescer entre elles. Ces inclusions n'ont donc pas conduit directement à la rupture finale des éprouvettes. Sur la nuance UFG 780, le nombre de cavités est un peu plus important. Ces cavités sont observées aux interfaces ferrite-martensite et sont de taille submicrométrique (Figure III-14). Cela confirme l'hypothèse de rupture interfaciale dans certaines régions de l'UFG 780.

L'UFG 780 se rapproche du comportement des aciers DP mais avec une plus grande fraction volumique de martensite. Ainsi, dans le cas d'un acier DP classique, l'endommagement se localise aux interfaces ferrite-martensite, puis en raison de la plus faible fraction de martensite (typiquement un DP 780 a autour de 20% de martensite [Daloz, 2007]), le matériau peut se déformer globalement davantage avant de rompre. Plus de cavités peuvent se former et croître, pour évoluer vers une rupture finale ductile. Dans le cas de l'UFG 780, la fraction de martensite est plus élevée, le matériau se déforme moins ; la décohésion aux interfaces ferrite-martensite, plus importante, conduit à une rupture finale mêlant rupture ductile et décohésions interfaciales.

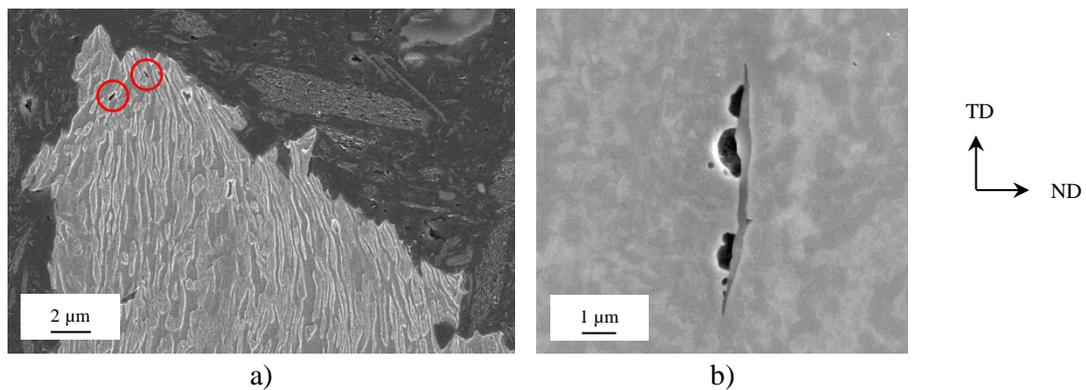


Figure III-13 : Micrographies MEB sur éprouvettes lisses de la nuance UFG 740 (solicitation suivant TD), a) vue générale après attaque Nital (cercles rouges : zones avec cavité), b) cavités formées autour d'une inclusion (sulfure de manganèse)

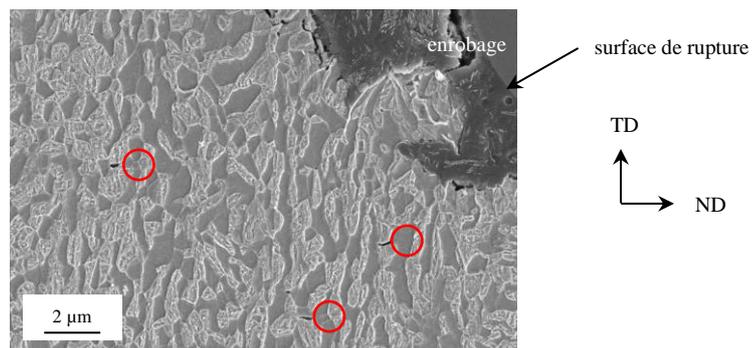


Figure III-14 : Micrographie MEB sur éprouvette lisse de la nuance UFG 780 (solicitation suivant TD, cercles rouges : zones avec cavité)

1.4.2. Influence de la température d'essai sur l'endommagement et la rupture

Pour les éprouvettes rompues au-dessus de la température ambiante (50 et 150 °C), l'observation des faciès de rupture à l'œil met en avant une forte striction et une rupture slant. Au MEB, le délaminage est moins marqué qu'à température ambiante (Figure III-15-b), c) et d)). La

rupture est complètement ductile (Figure III-16). Pour l'éprouvette rompue à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, la rupture macroscopique est plate sans délaminage, et similaire à celle de l'UFG 780, rompu à température ambiante (Figure III-15-a)). Microscopiquement, la rupture est complètement interfaciale (Figure III-17-a)). De plus, quelques fines facettes de clivage, associées aux grains de ferrite α , sont présentes (Figure III-17-b)). En remontant les rivières, il apparaît que le clivage s'amorce aux joints de grains et non au cœur du grain. Ces facettes de clivage pourraient alors être une conséquence de l'amorçage de fissures interfaciales. Ce clivage ne serait donc pas nécessairement lié à des défauts internes des grains de ferrite α .

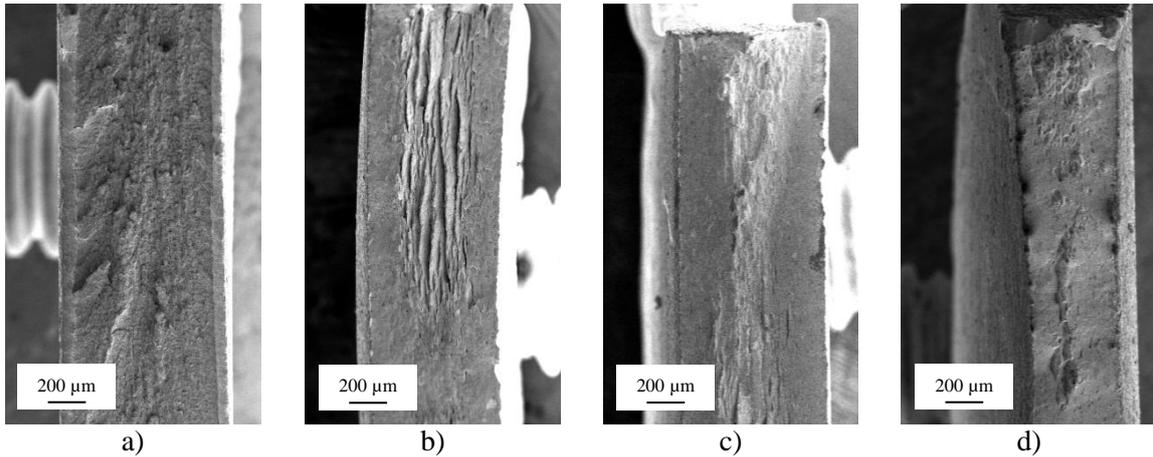


Figure III-15 : Faciès de rupture à l'échelle macroscopique sur éprouvettes lisses (solicitation suivant TD), observés au MEB sur la nuance UFG 760 bis en fonction de la température d'essai, a) $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) $22\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, d) $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (plan RD/ND)

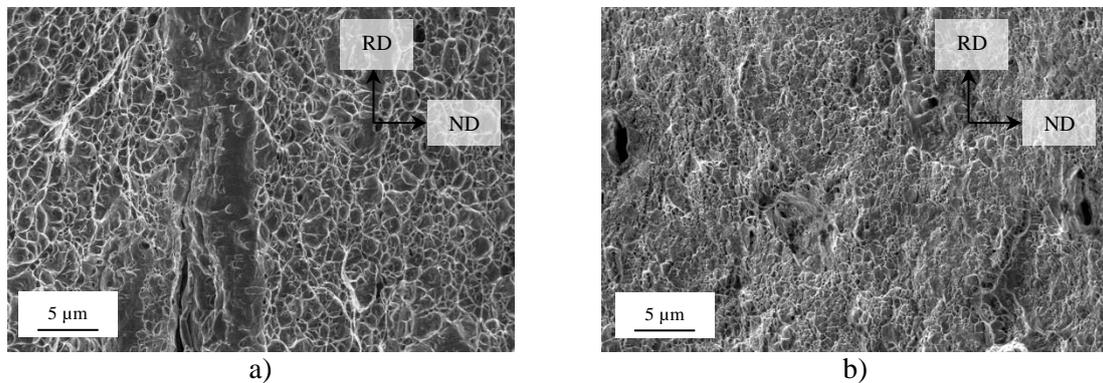


Figure III-16 : Faciès de rupture observés au MEB sur éprouvettes lisses (solicitation suivant TD), sur la nuance UFG 760 bis, a) rupture à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) rupture à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

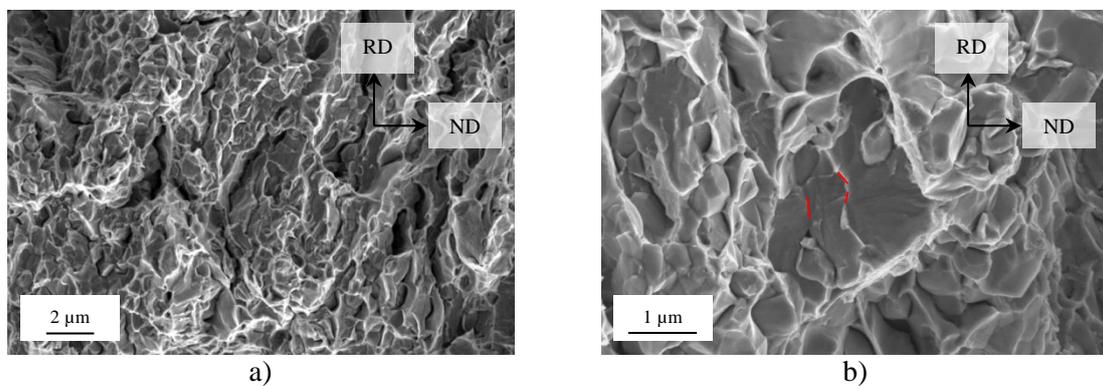


Figure III-17 : Faciès de rupture observés au MEB sur éprouvettes lisses (solicitation suivant TD), sur la nuance UFG 760 bis rompu à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, a) vue générale, b) trois facettes de clivage (en rouge : zone d'amorçage du clivage)

Concernant l'endommagement, à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, de petites cavités sont observées, localisées aux interfaces ferrite-martensite (Figure III-18-a)). Elles semblent plus nombreuses qu'à température ambiante. A ces cavités s'ajoutent quelques fissures de l'ordre du micromètre parallèles à la surface rompue qui correspondent à des fissures secondaires qui se sont partiellement propagées mais qui n'ont pas conduit à la rupture globale de l'éprouvette. A $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, quasiment aucune cavité n'est observée (Figure III-18-b)). Il en est de même à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figure III-18-c)). Toutefois, en comparaison des éprouvettes rompues à température ambiante et à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, la structure en bandes de l'éprouvette rompue à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ est beaucoup plus fine et orientée dans la direction de sollicitation, probablement en raison de la plus grande striction lors de cet essai, comme l'a montré la réduction d'aire à rupture (Tableau III-4).

Enfin, l'observation des micrographies montre qu'il n'y aucune trace de martensite sur l'éprouvette rompue à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, même près de la surface de rupture. Combiné à la Figure III-7, cela montre que l'austénite retenue n'apporte aucun écrouissage au matériau. De plus, la présence d'un plateau de Lüders sans effet TRIP confirme que pour ces nuances, l'origine de ce plateau est une origine « classique », à savoir un ancrage des dislocations sur les solutés.

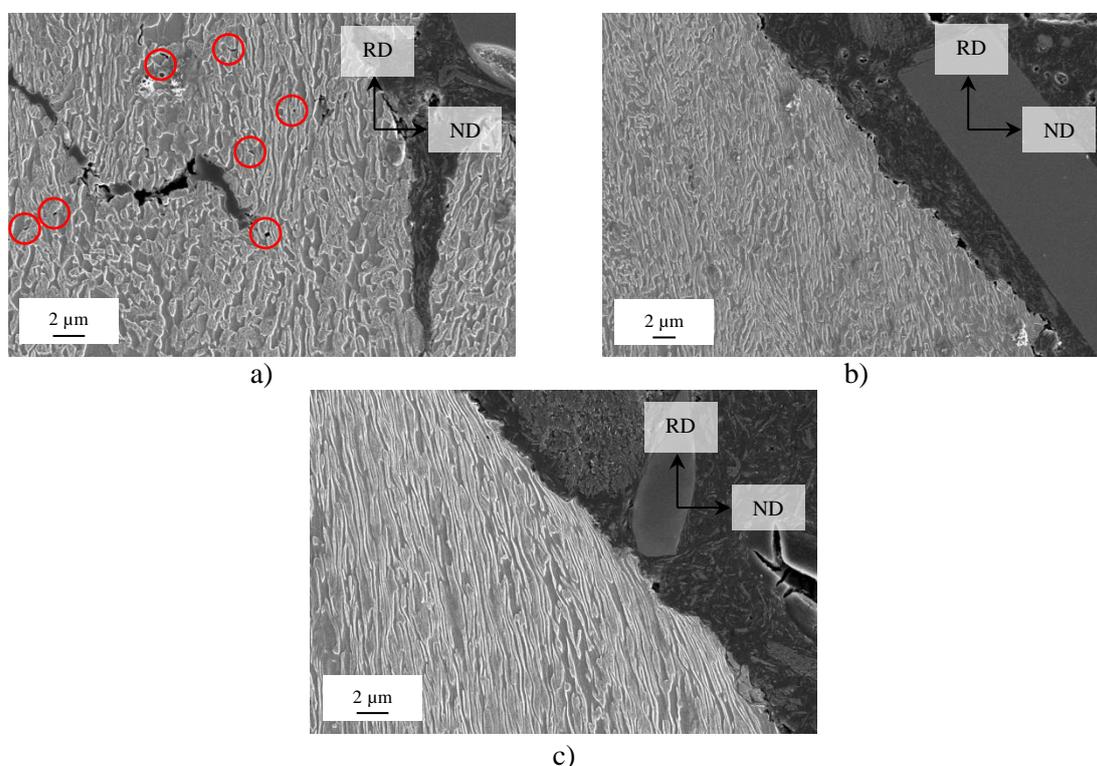


Figure III-18 : Micrographie MEB sur éprouvettes lisses (sollicitation suivant TD) sur la nuance UFG 760 bis sollicitée à a) $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (cercle rouge : zone avec cavité), b) $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

L'étude combinée des faciès de rupture et de l'endommagement montre que contrairement aux nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760, la rupture sur l'UFG 780 ne s'amorce pas sur une inclusion. Elle débute par une microfissure interfaciale qui va ensuite se propager et casser un joint interphase puis cette microfissure va s'émousser, former une cavité qui va croître de manière ductile.

Ce mode de rupture se retrouve sur l'UFG 760 bis, à plus basse température. En effet, l'amorçage de la rupture s'y fait également aux interfaces ferrite-martensite. Avec la diminution de la température, le nombre de facettes interfaciales à l'intérieur des cupules ductiles pourrait alors augmenter car la microfissure pourrait se propager sur une plus grande distance de cette manière.

La formation des cupules ductiles serait donc retardée et elles auraient moins la possibilité de croître. En dessous d'une température seuil, la formation des cupules ductiles n'aurait alors plus lieu et la rupture serait exclusivement interfaciale. L'étude, dans la section 3.2. de ce chapitre, des éprouvettes Charpy rompues permettra d'aborder et d'illustrer ce dernier point plus en détail.

1.5. Synthèse

Les essais de traction simple ont mis en évidence la sensibilité de la famille UFG à la température de recuit, en raison des variations de stabilité de l'austénite formée pendant le recuit intercritique. La perte de ductilité et l'augmentation de la résistance, quand la température de recuit augmente, sont cohérentes avec la littérature. En présence d'austénite retenue (nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760), deux phénomènes d'instabilités plastiques ont été observés : propagation d'une bande de Lüders puis de plusieurs bandes PLC. L'apparition de la bande de Lüders semble correspondre à un phénomène de vieillissement statique classique. A partir de ces essais, deux sous-familles se distinguent :

- celle avec la nuance UFG 780, qui présente une microstructure principalement ferrite/martensite et dont la martensite est présente avant déformation ;
- celle avec les nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760, qui présente une microstructure ferrite/austénite retenue avant déformation puis ferrite/martensite/austénite retenue après déformation (et ferrite/martensite sous la surface de rupture).

Cette distinction est importante lorsque l'on s'intéresse à l'endommagement et au comportement à rupture. En effet, alors que les interfaces ferrite/martensite de la nuance UFG 780 rompent, celles-ci ne rompent pas sur les nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760. Plus précisément, l'UFG 780 ressemble à un « super-DP ». A température ambiante un mélange de rupture interfaciale, amorcée aux interfaces ferrite/martensite, et de rupture ductile est observé. Cette rupture interfaciale, déjà présente à température ambiante, pourrait être amplifiée à plus basse température : les microfissures vont se propager sur une certaine distance sans s'émousser en cavités de rupture ductile, conduisant, en-dessous d'une certaine température, à une rupture complètement interfaciale. En raison de la faible quantité de matière disponible, il n'a pas été possible de confirmer ce raisonnement.

Les trois autres nuances, une fois déformées, sont des quasi-DP dont les interfaces ferrite/martensite ne rompent pas. Deux principales hypothèses pourraient expliquer ce résultat : l'effet TRIP pourrait diminuer les incompatibilités de déformation à l'interface ou bien il existe un effet d'histoire sur les interfaces ferrite/martensite (ex-austénite retenue) dans ces trois nuances.

Enfin, en plus de l'important effet de la température de recuit, ces essais ont également montré que la température d'essai modifiait grandement le comportement mécanique et à rupture de la famille UFG (cf. l'UFG 760 bis L rompu à -50 °C qui se rapproche de l'UFG 780 L rompu à température ambiante).

2. Comportement mécanique sous sollicitations complexes

L'objectif de ces essais est d'étudier l'influence de la triaxialité des contraintes sur le mode de rupture et de caractériser la sensibilité du matériau à la présence d'une entaille, à température ambiante.

2.1. Résultats expérimentaux

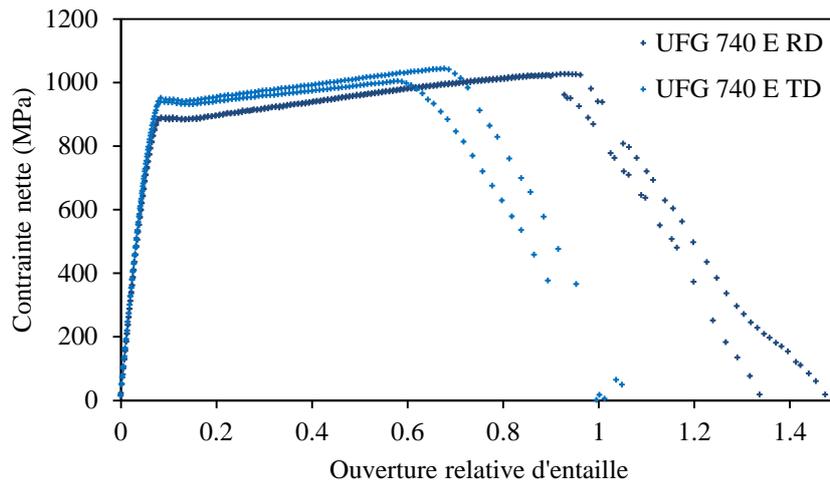
Les courbes contrainte nette (charge appliquée divisée par la section initiale du ligament) - ouverture relative d'entaille (ouverture supplémentaire de l'entaille pendant la déformation divisée par l'ouverture d'entaille initiale de 1 mm) sont présentées sur la Figure III-19. Le Tableau III-5 présente les caractéristiques mécaniques moyennes de chaque nuance. R_{max} et e_{max} sont respectivement la contrainte nette maximale et l'ouverture relative d'entaille correspondante, e_{rup} désigne l'ouverture relative d'entaille finale. E_{rup} correspond à la réduction d'épaisseur au niveau de la zone d'amorçage, ici en fond d'entaille, et est calculée suivant la formule :

$$E_{rup} = \Delta E / E_0 \times 100$$

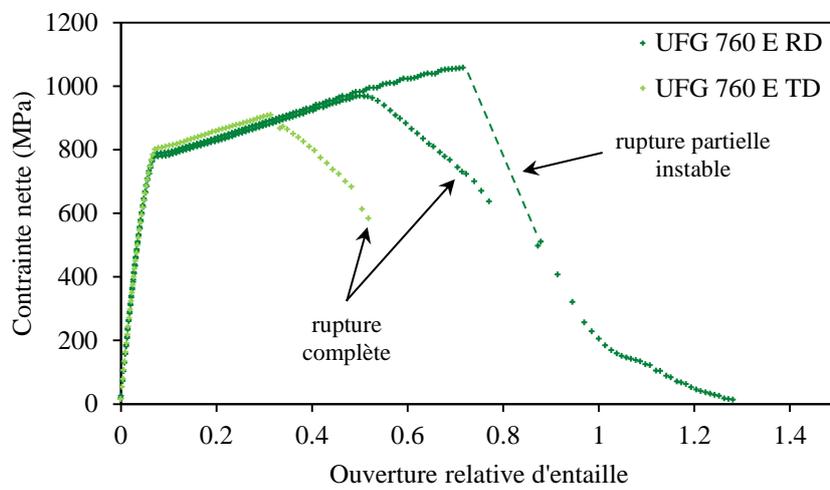
avec E l'épaisseur en fond d'entaille à rupture, E_0 l'épaisseur initiale en fond d'entaille et $\Delta E = E_0 - E$.

	R_{max} (MPa)	e_{max} (%)	e_{rup} (%)	E_{rup} (%)	R_m (MPa)	$\frac{R_{max}}{R_m}$
UFG 740 E moy	1030	19	31	33	1010	1,02
UFG 760 E moy	980	13	25	26	1160	0,84
UFG 780 E moy	930	10	17	18	1270	0,73

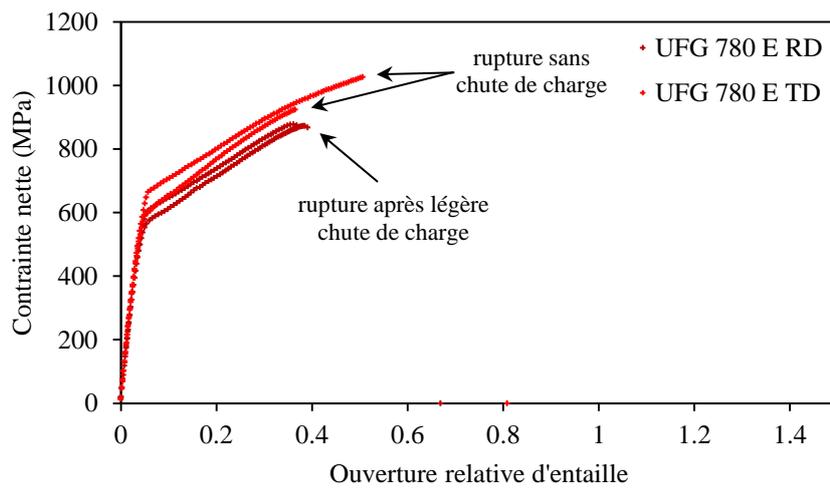
Tableau III-5 : Caractéristiques mécaniques moyennes sur l'ensemble des éprouvettes à double entaille pour chaque nuance et comparaison avec le R_m obtenu en traction uniaxiale simple



a)



b)



c)

Figure III-19 : Courbes contrainte - ouverture relative d'entaille de la nuance a) UFG 740, b) UFG 760, c) UFG 780 sur éprouvettes à double entaille ($R=0.5\text{mm}$), en fonction de la direction de prélèvement

L'allongement à rupture, la contrainte ultime et donc la réduction d'épaisseur en fond d'entaille chutent quand la température de recuit s'élève, tandis que le taux d'écrouissage

augmente. Aucune réelle anisotropie liée à la direction de prélèvement n'apparaît pour le comportement élastoplastique, quelle que soit la température de recuit. Les taux d'écroissage sont très proches. En revanche, la rupture des éprouvettes prélevées suivant RD a lieu pour une ouverture d'entaille plus élevée que pour les éprouvettes prélevées suivant TD, excepté pour les recuits à 780°C. Une fois encore, une certaine dispersion est observée entre les deux éprouvettes sollicitées et rompues dans les mêmes conditions.

La diminution de la réduction d'épaisseur en fond d'entaille, ainsi que la chute de la contrainte nette maximale atteinte, comparée au R_m , montre que l'UFG 760 et l'UFG 780 sont sensibles à la présence d'une entaille. De plus, une évolution depuis une rupture stable (recuits à 740 °C) vers une rupture instable (rupture nette pour les recuits à 780 °C) est observée. Les éprouvettes issues des largets recuits à 760 °C présentent un comportement intermédiaire, avec dans deux cas une rupture stable en début de propagation de fissure puis instable sur la fin, et dans un cas l'inverse (rupture instable en début de propagation de fissure puis stable sur la fin).

2.2. Mécanismes physiques d'endommagement et de rupture

Chaque essai a été filmé avec une prise d'image toutes les 500 ms. L'étude des vidéos montre que la fissure part en même temps (à 500 ms près) des deux fonds d'entaille, donc de chacune des extrémités de l'éprouvette pour se rejoindre au centre de l'éprouvette, confirmant le bon alignement de l'éprouvette sur la machine de traction et rendant pertinent le calcul de E_{rup} .

L'observation des surfaces rompues à l'œil nu n'a pas montré de lien entre le type de rupture (fin stable ou fin instable) et la forme de la surface rompue (slant, en biseau dans la largeur ou plate).

Observées au MEB-FEG, les fractographies révèlent une évolution similaire à celle des éprouvettes lisses. Une transition depuis une rupture avec délaminage ductile vers une absence de délaminage est clairement visible (Figure III-20). Toutefois, pour une température de recuit donnée, le délaminage est moins marqué sur les éprouvettes entaillées que sur les éprouvettes lisses.

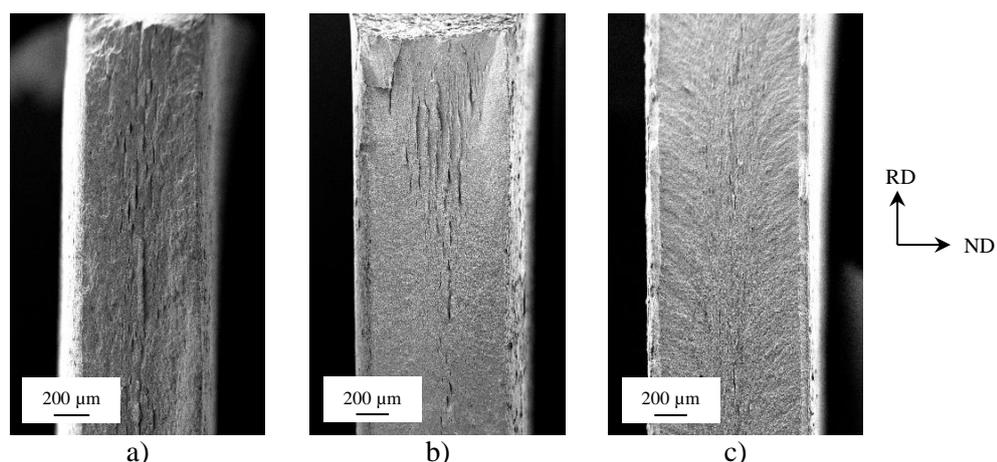


Figure III-20 : Faciès de rupture à l'échelle macroscopique sur éprouvettes entaillées (sollicitation suivant TD), observés au MEB, sur la nuance a) UFG 740, b) UFG 760, c) UFG 780

Microscopiquement, les faciès de rupture se rapprochent aussi de ceux des éprouvettes lisses mais la croissance des cupules ductiles est faible et à l'intérieur de ces cupules, de petites particules et quelques « facettes » sont observées (Figure III-21). Un amorçage de la rupture aux interfaces est

donc supposé, puis cette rupture devient ductile. Sur la nuance UFG 780, des facettes de clivage sont aussi observées (Figure III-21-b)) en raison de la plus grande triaxialité des éprouvettes entaillées par rapport aux éprouvettes lisses.

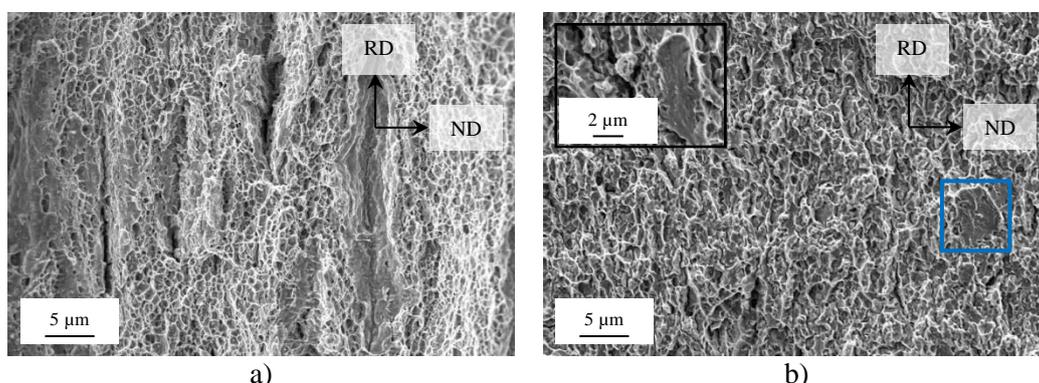


Figure III-21 : Faciès de rupture sur éprouvettes entaillées (solicitation suivant TD) observés au MEB sur la nuance a) UFG 740, b) UFG 780 (médaillon et cadre bleu : deux facettes de clivage)

Les essais mécaniques ont montré que sur la nuance UFG 740 et sur une des éprouvettes de la nuance UFG 760, la fin de rupture était stable, contrairement aux deux autres éprouvettes du UFG 760 et à la nuance UFG 780. La Figure III-22 compare les faciès de rupture de deux éprouvettes de la nuance UFG 760, l'une à fin de rupture stable, l'autre instable. Sur l'éprouvette ayant une fin de rupture stable (Figure III-22-a)), les cupules sont plus grosses, signe que la déformation plastique s'est davantage développée et que les cupules ont eu davantage la possibilité de croître par déformation plastique que sur les éprouvettes lisses. A l'inverse, sur l'éprouvette ayant une fin de rupture instable, la présence de facettes lisses à l'intérieur des cupules ductiles montre que la rupture était initialement interfaciale puis a évolué vers une rupture ductile (Figure III-22-b)), de manière similaire à la nuance UFG 780.

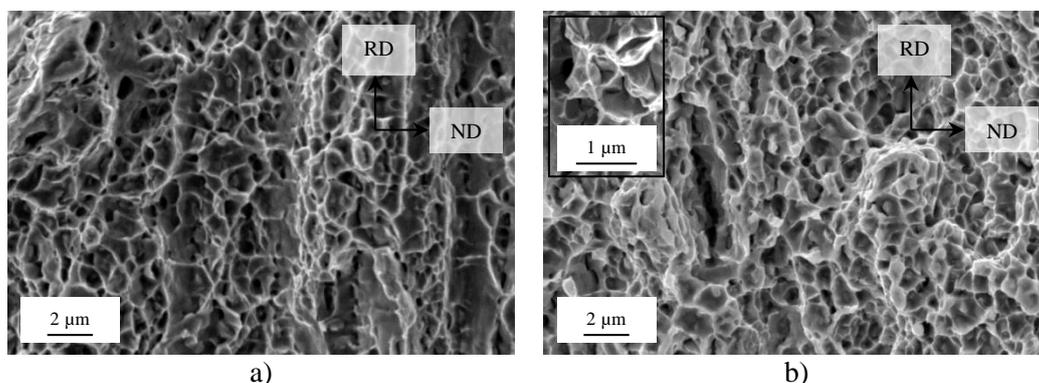


Figure III-22 : Faciès de rupture sur éprouvettes entaillées (solicitation suivant TD) observés au MEB a) UFG 760 RD à fin de rupture stable, b) UFG 760 RD à fin de rupture instable (médaillon : facettes lisses dans une cupule)

L'étude de l'endommagement à mi-largeur des éprouvettes montre la présence d'un nombre important de cavités, aux interfaces ferrite-martensite, sur les éprouvettes à rupture stable (Figure III-23-a)). Il y a notamment plus de cavités que sur les éprouvettes de traction simple. A l'inverse, quasiment aucune cavité n'est observée sur les éprouvettes à rupture instable (Figure III-23-b)). Le scénario de rupture suivant peut alors être proposé :

- 1) formation de microfissures interfaciales
- 2) localisation de la déformation à partir de ces microfissures
- 3) rupture à partir de cette zone de déformations localisées

Le caractère moins stable de la rupture est alors lié à un passage plus précoce de 1) à 2) : dans l'éprouvette à rupture stable, la déformation peut davantage se développer, permettant la formation et la croissance de cavités. L'éprouvette à fin de rupture stable est donc plus tolérante à la localisation de la déformation lorsque les premières microfissures interfaciales se forment, comparée aux éprouvettes à rupture instable, pour lesquelles l'apparition des premières microfissures va conduire rapidement à la rupture globale.

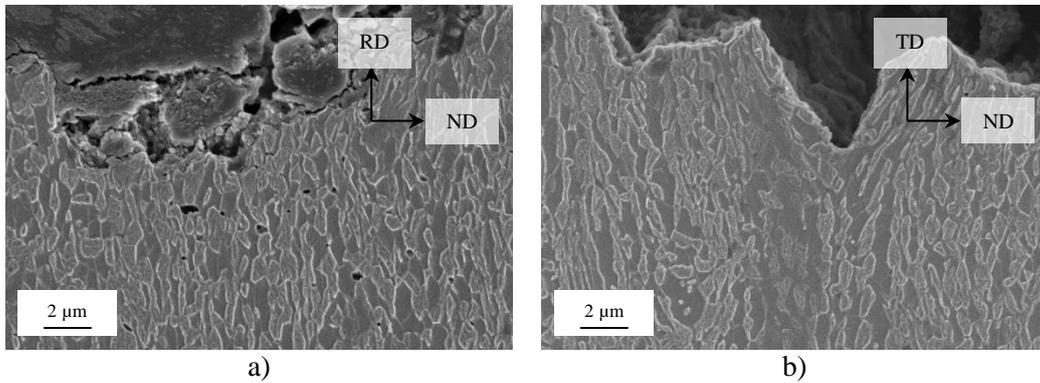


Figure III-23 : Micrographies MEB sur éprouvettes entaillées en coupe longitudinale, a) UFG 760 E RD à fin de rupture stable, nombreuses cavités, b) UFG 760 E TD à fin de rupture instable, absence de cavités sous la surface de rupture

2.3. Synthèse

Les essais sur éprouvettes entaillées ont montré la sensibilité de la famille UFG à la présence d'une entaille. Ils ont également confirmé les variations de propriétés mécaniques liées à la variation de la température de recuit. Une transition depuis une rupture stable à basse température de recuit, vers une rupture instable à plus haute température de recuit est observée, la nuance UFG 760 présentant un comportement intermédiaire. Sur toutes les éprouvettes, la rupture est ductile. Toutefois, des zones d'endommagement interfacial (ferrite/martensite) ainsi que des zones clivées sont localement observées sur les éprouvettes à rupture stable, signe de l'existence d'une compétition entre la rupture interfaciale et la rupture par clivage. Les éprouvettes à rupture instable ne semblent pas présenter de microfissuration purement interfaciale (très peu de cavités observées en endommagement).

Il semble donc intéressant de s'intéresser désormais à la problématique de fissuration stable, ainsi qu'à la compétition entre rupture interfaciale et rupture par clivage. La fissuration stable sera abordée dans la section 3.1. à l'aide d'éprouvettes Kahn. L'effet de la température d'essai sur les changements de mécanismes de rupture sera abordé dans la section 3.2. à l'aide d'éprouvettes Charpy.

3. Comportement en déchirure et sous sollicitations dynamiques : étude de la ténacité et de la résilience

Dans un premier temps, les essais de déchirure vont permettre d'estimer les énergies nécessaires pour amorcer une fissure puis pour la faire propager, afin d'une part d'évaluer la ténacité globale du matériau, d'autre part d'étudier la stabilité de la propagation de la fissure. En effet, l'éprouvette Kahn favorise l'amorçage et la propagation d'une fissure stable, ce qui est notamment intéressant pour la nuance UFG 780 qui présente une rupture en traction instable, autant sur éprouvettes entaillées que sur éprouvettes lisses. Dans un second temps, les essais de résilience vont permettre d'étudier la compétition entre rupture fragile interfaciale et rupture par clivage, de déterminer les modes de rupture en fonction de la température d'essai ainsi qu'une température de transition entre la rupture fragile et la rupture ductile.

3.1. Comportement en déchirure

3.1.1. Résultats expérimentaux

Les courbes contrainte nette (charge appliquée rapportée à la section initiale du ligament) - ouverture d'entaille, issues de la rupture des éprouvettes Kahn, sont présentées sur la Figure III-24¹. L'aire sous la courbe, permettant d'accéder à l'énergie d'amorçage (E_{am}) et à l'énergie de propagation (E_{prop}), a été calculée à l'aide de la méthode des trapèzes. Pour chaque nuance, la moyenne des énergies déduites de ces calculs est rapportée dans le Tableau III-6, avec la contrainte nette maximale atteinte lors de la déformation. L'ensemble des résultats, éprouvette par éprouvette, est disponible dans le Tableau III-7. La Figure III-25 synthétise graphiquement les résultats du Tableau III-6. Enfin, le Tableau III-8 donne quelques éléments de comparaison avec des aciers de type DP, TWIP ou TRIP².

¹ La direction indiquée dans le nom d'une éprouvette Kahn désigne la direction de sollicitation. Ainsi UFG 740 K RD désigne l'éprouvette sollicitée suivant RD et dont la fissure s'est propagée suivant TD.

² Remarque : l'étude des faciès de rupture ayant montré des résultats similaires à ceux observés sur éprouvettes lisses et entaillées, il a été choisi de ne pas les présenter dans le manuscrit. L'endommagement n'a pas été en revanche étudié dans le cas des éprouvettes Kahn.

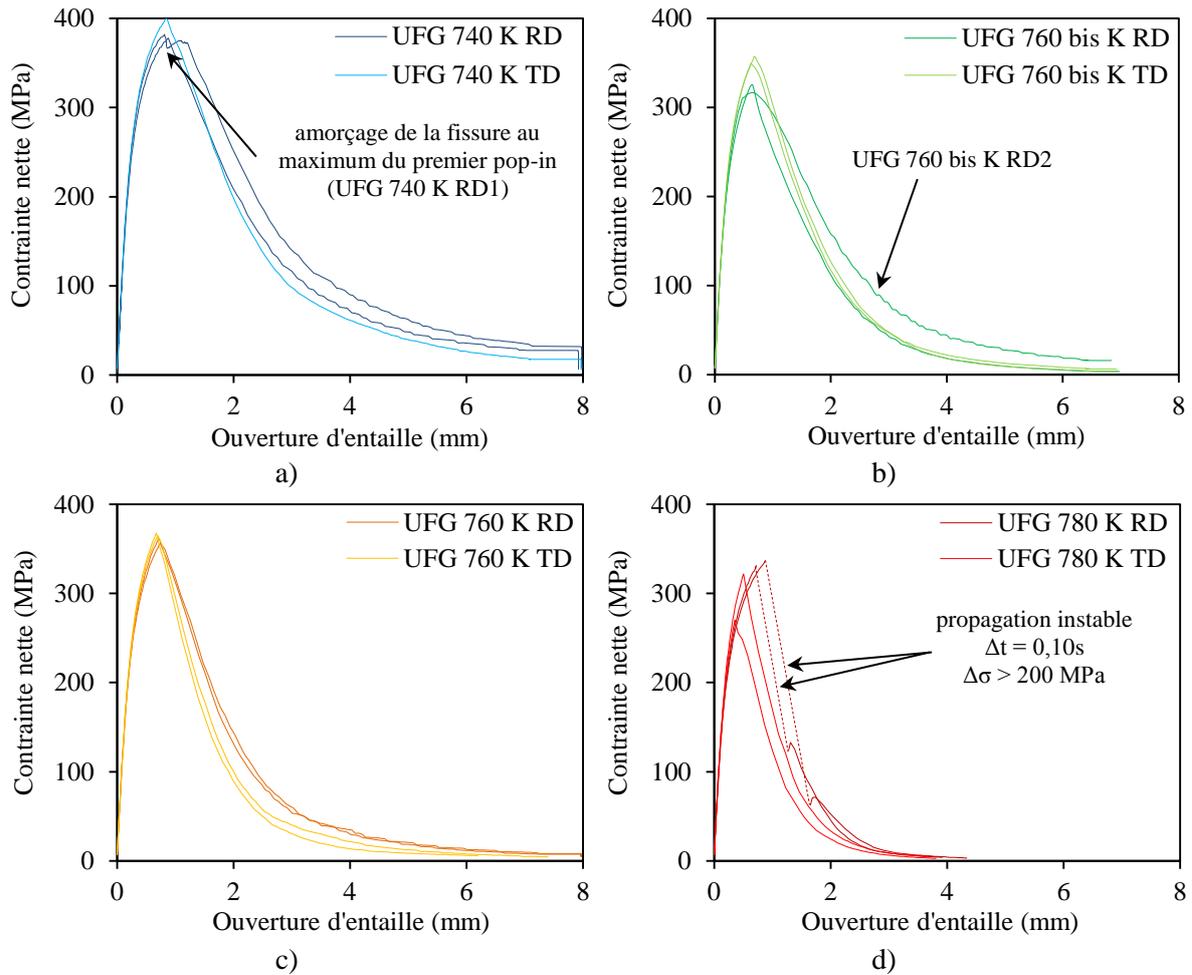


Figure III-24 : Courbes contrainte nette - ouverture d'entaille de la nuance a) UFG 740, b) UFG 760 bis, c) UFG 760, d) UFG 780 pour les deux directions de prélèvement

	R_{max} (MPa)	E_{am} (J.mm ⁻²)	E_{prop} (J.mm ⁻²)	E_{tot} (J.mm ⁻²)	Rm (MPa)	$\frac{R_{max}}{Rm}$
UFG 740 K moy	385	0,23	0,76	0,99	1010	0,38
UFG 760 K bis moy	345	0,16	0,47	0,63	1090	0,32
UFG 760 K moy	350	0,18	0,42	0,60	1160	0,30
UFG 780 K moy	315	0,14	0,21	0,35	1270	0,25

Tableau III-6: Comparaison de la contrainte nette maximale moyenne atteinte (R_{max}) et des énergies de déchirure moyenne des éprouvettes Kahn, entre les différentes nuances UFG (pour l'UFG 780, les valeurs d' E_{prop} et E_{tot} ne sont qu'une estimation dépendant du raccord choisi, cf. Figure III-26)

	R_{\max} (MPa)	E_{am} (J.mm ⁻²)	E_{prop} (J.mm ⁻²)	E_{tot} (J.mm ⁻²)
UFG 740 K RD1	375	0,24	0,71	0,95
UFG 740 K RD2	385	0,22	0,86	1,08
UFG 740 K TD1	400	0,24	0,66	0,90
UFG 760 bis K RD1	320	0,14	0,59	0,73
UFG 760 bis K RD2	335	0,15	0,41	0,56
UFG 760 bis K TD1	355	0,15	0,46	0,61
UFG 760 bis K TD2	360	0,18	0,44	0,62
UFG 760 K RD1	345	0,18	0,48	0,66
UFG 760 K RD2	355	0,18	0,43	0,61
UFG 760 K TD1	355	0,17	0,41	0,58
UFG 760 K TD2	355	0,17	0,35	0,52
UFG 780 K RD1	335	0,21	<i>0,21</i>	<i>0,42</i>
UFG 780 K RD2	330	0,17	<i>0,21</i>	<i>0,38</i>
UFG 780 K TD1	320	0,10	0,22	0,32
UFG 780 K TD2	270	0,06	0,20	0,26

Tableau III-7 : Comparaison de la contrainte nette maximale atteinte (R_{\max}) et des énergies de déchirure des éprouvettes Kahn, entre les différentes nuances UFG (éprouvette RD : propagation de la fissure dans le sens TD, et inversement)

	R_{max} (MPa)	E_{am} (J.mm ⁻²)	E_{prop} (J.mm ⁻²)	E_{tot} (J.mm ⁻²)	Rm (MPa)	$\frac{R_{max}}{Rm}$
DP 600 [Daloz, 2007]	240	0,30	0,65	0,95	635	0,38
DP 780 [Daloz, 2007]	280	0,19	0,61	0,80	830	0,34
TRIP [Lacroix, 2008]	-	0,13 ¹	0,13	0,26	-	-
TWIP [Lorthios, 2011]	320	0,44	1,15	1,59	1120	0,29

Tableau III-8 : Synthèse de quelques résultats de la littérature obtenus sur éprouvettes Kahn (ou similaires) pour d'autres types d'aciers THR

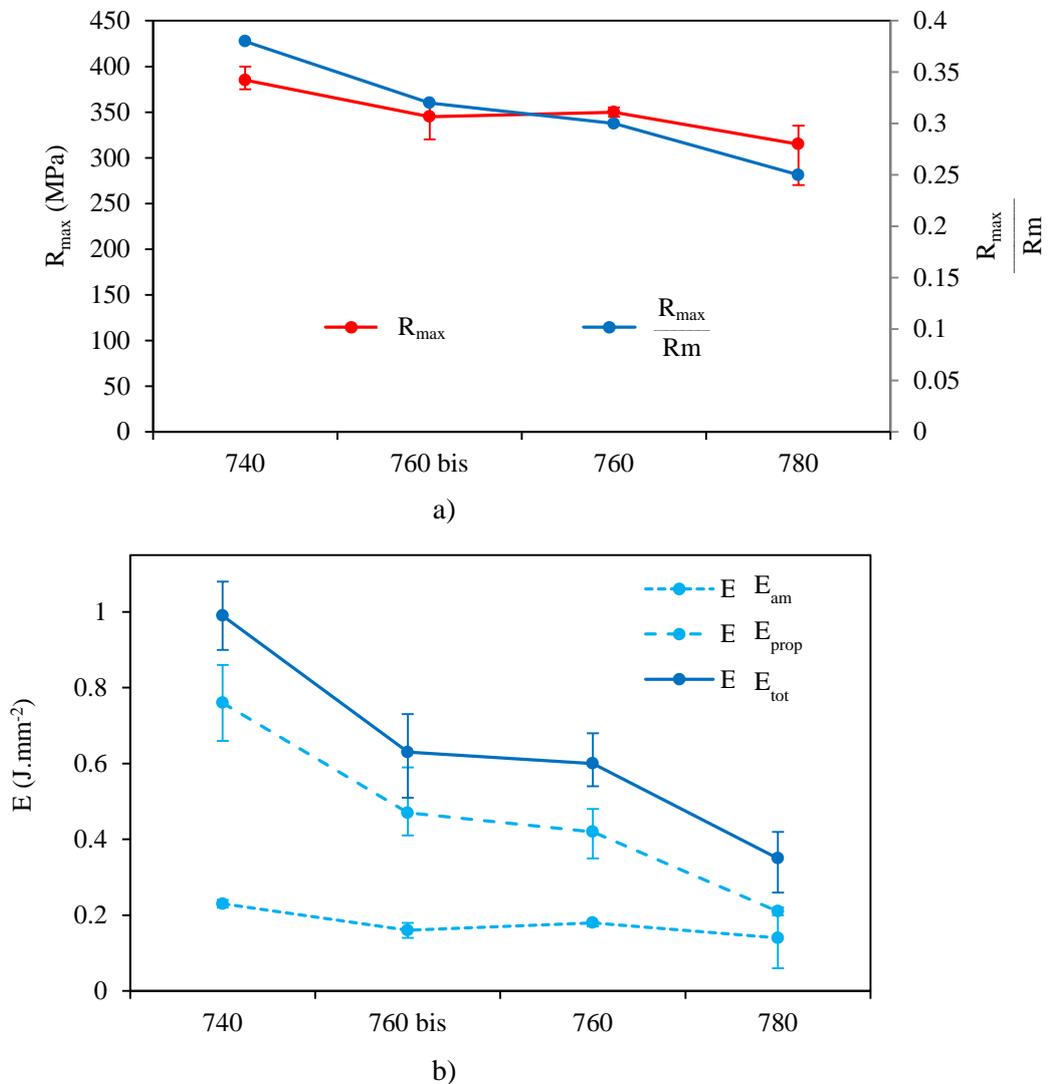


Figure III-25 : Synthèse graphique du Tableau III-6 (barre d'erreur : écart maximum par rapport à la moyenne)

¹ Les valeurs d' E_{am} et E_{tot} sont données à titre indicatif car l'amorçage ne se fait pas dans les mêmes conditions que sur une éprouvette Kahn (présence d'une pré-fissure dans l'entaille).

3.1.2. Interprétation globale de l'allure des courbes

Toutes les courbes, excepté pour une éprouvette UFG 740 K RD (appelée UFG 740 K RD1) et pour une éprouvette UFG 760 bis K RD (appelée UFG 760 bis K RD2), ont un sommet « pointu » suivi d'une rapide chute de la contrainte nette. C'est le signe d'une propagation brutale en début de fissuration. Pour toutes ces éprouvettes, l'enregistrement vidéo confirme que la fissure s'amorce, en fond d'entaille, au moment où la contrainte maximale est atteinte. L'éprouvette UFG 740 K RD1 présente deux pop-in successifs (Figure III-24-a)). Sur l'enregistrement vidéo, la fissure s'est amorcée juste avant le premier pop-in. L'origine de ces pop-in n'est pas expliquée. Enfin, la courbe relative à l'éprouvette UFG 760 bis K RD présente un sommet arrondi. L'enregistrement vidéo montre que l'amorçage de la fissure a eu lieu au maximum de charge.

La Figure III-24-d) montre que les éprouvettes de l'UFG 780 prélevées selon RD ont une propagation de fissure instable, puisque juste après avoir atteint la contrainte maximale et amorcé la fissure, la contrainte chute fortement et quasiment instantanément (passant de 335 à 62 MPa en 0,10s pour l'éprouvette RD1 et de 330 à 132 MPa en 0,10s pour l'éprouvette RD2, sans aucun point de mesure entre les deux). Malgré le fait que les éprouvettes Kahn favorisent une propagation de fissure stable, seules les éprouvettes UFG 780 prélevées dans le sens TD ont une propagation stable. Ces essais de déchirure ductile confirment ainsi la propension de la nuance UFG 780 à présenter des ruptures instables.

3.1.3. Etude des énergies d'amorçage et de propagation

Il est important de préciser que les valeurs de l'énergie de propagation des éprouvettes UFG 780 prélevées dans le sens RD ne sont qu'une estimation. En effet, en raison de la chute brutale de la contrainte après le maximum, il est nécessaire de raccorder les deux parties de la courbe. La Figure III-26 montre deux raccords possibles : linéaire (traits pointillés bleus) ou triangulaire (traits pointillés verts). Dans le Tableau III-6, l'énergie de propagation de chacune de ces deux éprouvettes a été calculée en utilisant un raccord linéaire (traits pointillés rouges sur la Figure III-24-d)) mais ce n'est qu'un estimateur et rien n'indique que ce soit le raccord le plus pertinent. Par exemple, en utilisant un raccord triangulaire, l'énergie de propagation de l'UFG 780 K RD1 serait de $0,11 \text{ J.mm}^{-2}$ contre $0,21 \text{ J.mm}^{-2}$ pour un raccord linéaire. Pour l'UFG 780 K RD2, l'énergie de propagation passerait de $0,21 \text{ J.mm}^{-2}$ pour un raccord linéaire à $0,16 \text{ J.mm}^{-2}$ pour un raccord triangulaire.

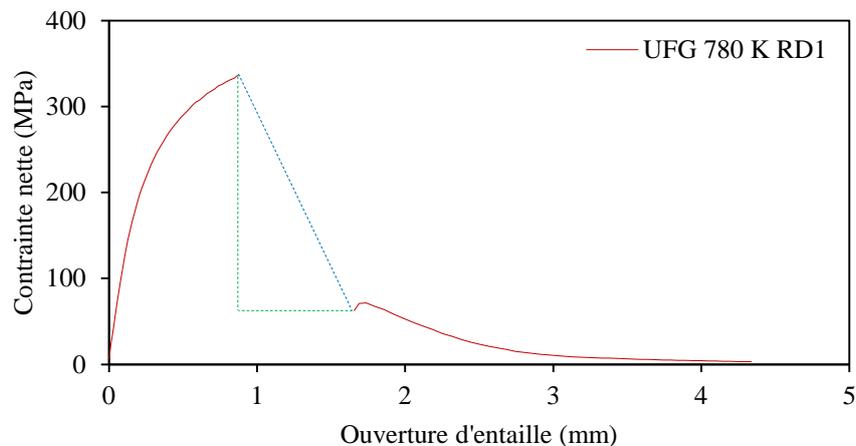


Figure III-26 : Illustration de deux raccords envisageables entre les deux parties de la courbes contrainte nette - ouverture d'entaille pour l'éprouvette UFG 780 K RD1, traits en pointillés bleus : raccord linéaire, traits en pointillés verts : raccord triangulaire

A basse température de recuit, la fissure se forme pour une plus grande ouverture d'entaille (Figure III-25-b)), ce qui traduit une meilleure résistance à l'amorçage de la fissure (confirmée par la valeur de E_{am} plus élevée sur l'UFG 740 que sur l'UFG 780 : respectivement $0,23 \text{ J.mm}^{-2}$ et $0,14 \text{ J.mm}^{-2}$ en moyenne sur les quatre éprouvettes). La propagation de cette fissure est aussi rendue plus difficile pour les basses températures de recuit ($E_{prop} = 0,73 \text{ J.mm}^{-2}$ sur l'UFG 740 contre $E_{prop} = 0,13 \text{ J.mm}^{-2}$ sur l'UFG 780). De plus, les valeurs des contraintes nettes maximales montrent que ces nuances sont très sensibles à la présence d'une entaille. En effet, dans le cas de l'UFG 740, la contrainte nette maximale atteinte est de l'ordre de 385 MPa sur les éprouvettes Kahn, contre 1010 MPa pour l'éprouvette lisse. Cela est encore plus marqué sur la nuance UFG 780 qui présente une contrainte nette maximale de 315 MPa, contre un R_m de 1270 MPa.

Ces tendances sont en accord avec une étude réalisée par Lacroix *et al.* sur la résistance à rupture d'aciers à effet TRIP et DP [Lacroix, 2008]. Ils ont notamment étudié l'amorçage et le chemin de fissure près des entailles d'éprouvettes à double entaille. Ils ont observé que la fissure s'amorçait aux interfaces ferrite-martensite, de manière similaire à la décohésion interfaciale observée, ici, sur les nuances UFG sur éprouvettes lisses et entaillées. Ils expliquent la diminution de l'énergie d'amorçage, quand la température de recuit augmente, par le fait que l'effet TRIP est de plus en plus favorisé. Appliqué à notre étude, une plus grande quantité de martensite est formée sur l'UFG 760 que sur l'UFG 740, le nombre de sites potentiels de germination de cavités, qui conduiront à l'amorçage de la fissure, est donc plus important. Pour l'UFG 780, en raison de la faible teneur en austénite retenue et de la présence de martensite, l'amorçage aux interfaces ferrite-martensite est donc possible très tôt, dès le début de la déformation, ce qui explique la faible valeur d'énergie d'amorçage. L'interprétation de la diminution de l'énergie de propagation est plus compliquée. Pour Lacroix *et al.*, l'effet TRIP apporte un écrouissage supplémentaire en amont de la pointe de fissure, augmentant fortement la résistance à la propagation de la fissure, par rapport à des aciers classiques DP. Cela pourrait expliquer la chute de l'énergie de propagation dans le cas de l'UFG 780, par rapport aux trois autres nuances car celle-ci ne présente quasiment aucun effet TRIP.

Lors de l'analyse des résultats en traction simple, la nuance UFG 780 a été comparée aux aciers DP en raison de son comportement mécanique similaire et d'une microstructure qui s'en rapprochait. Toutefois, le Tableau III-6 montre clairement qu'en ce qui concerne la ténacité, l'UFG 780 ne se rapproche pas des aciers DP de type DP600 ou DP780. En revanche, un DP1200 (i.e. avec une plus grande fraction volumique de martensite) pourrait se rapprocher du comportement de l'UFG 780.

3.2. Comportement sous sollicitations dynamiques

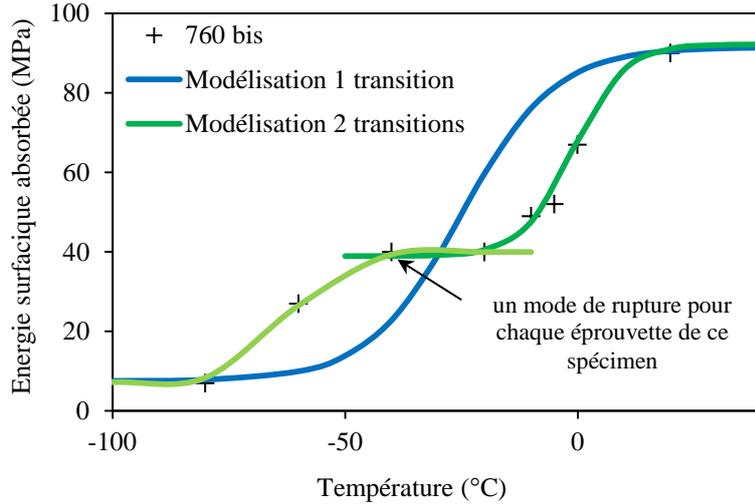
3.2.1. Résultats expérimentaux

Comme précisé dans le Chapitre II, section 2.4., pour la famille d'aciers medium Mn UFG, les essais de résilience Charpy n'ont été effectués que sur l'UFG 760 bis, pour des raisons de disponibilité de matière et de temps (les essais Charpy ont en effet été réalisés en fin d'études, au vu des résultats obtenus sur la famille d'aciers DT et abordés dans le Chapitre IV). L'objectif de ces essais est de déterminer la résilience de cette nuance, c'est-à-dire sa capacité à absorber l'énergie lors d'un choc, en fonction de la température, afin d'estimer notamment une température de transition ductile/fragile. Pour rappel, afin d'assurer une rupture sans flambement à

toutes les températures, deux largets ont été soudés dans le plan RD/TD et les éprouvettes Charpy ont été ensuite usinées, doublant ainsi leur épaisseur (environ 2,4 mm ; cf. Chapitre 2, section 2.4.). Pour simplifier la discussion, l'éprouvette globale sera appelée « spécimen » et les deux éléments composant le spécimen seront appelés « éprouvettes ». Tous les spécimens testés ont rompu. Pour chaque température d'essai, au moins un spécimen a été observé au MEB-FEG. L'ensemble des résultats est présenté dans le Tableau III-9. La Figure III-27 présente la courbe de transition ductile/fragile en fonction de la température d'essai.

	T_{essai} (°C)	Energie surfaique absorbée (J.cm ⁻²)	Type de rupture (macroscopique)	Mécanisme de rupture (microscopique)
UFG 760 bis C RD17	-80	7	plate + quelques fissures de délaminage	interfacial + facettes de clivage
UFG 760 bis C RD16	-60	27	plate + délaminage	interfacial + facettes de clivage
UFG 760 bis C RD15	-40	40	plate + délaminage	<u>1 éprouvette</u> : mixte + facettes de clivage <u>1 éprouvette</u> : ductile
UFG 760 bis C RD6	-20	45	plate + délaminage	mixte + quelques facettes de clivage
UFG 760 bis C RD7	-20	39	plate + délaminage	-
UFG 760 bis C RD8	-20	39	plate + délaminage	-
UFG 760 bis C RD9	-10	47	biseau + délaminage	-
UFG 760 bis C RD10	-10	43	biseau + délaminage	mixte + quelques facettes de clivage
UFG 760 bis C RD11	-10	57	biseau + délaminage	mixte
UFG 760 bis C RD12	-10	47	biseau + délaminage	-
UFG 760 bis C RD13	-5	52	biseau + délaminage	ductile
UFG 760 bis C RD14	-5	52	biseau + délaminage	-
UFG 760 bis C RD3	0	77	biseau + délaminage	ductile
UFG 760 bis C RD4	0	59	slant	-
UFG 760 bis C RD5	0	66	slant	-
UFG 760 bis C RD1	22	88	slant	ductile
UFG 760 bis C RD2	22	92	slant	-

Tableau III-9 : Résultats des essais de résilience Charpy et faciès de rupture associés sur la nuance UFG 760 bis (- : non observé au MEB-FEG, mixte : cupules ductiles développées à partir de microfissures interfaciales)



		A	B	T _T	C
1 transition	-	49,5 J.cm ⁻²	42,5 J.cm ⁻²	-25 °C	20 °C
2 transitions	1 ^{ère} transition	12,8 J.cm ⁻²	5,2 J.cm ⁻²	0 °C	11 °C
	2 ^{ème} transition	4,6 J.cm ⁻²	42,5 J.cm ⁻²	-60 °C	11 °C

Figure III-27 : Evolution de l'énergie surfacique absorbée lors d'essais de résilience Charpy sur la nuance UFG 760 bis, modélisation à l'aide de lois en tanh ($E_{abs} = A + B \tanh\left(\frac{T-T_T}{C}\right)$) dont les paramètres sont donnés dans le tableau à droite (un point correspond à un spécimen)

Deux échantillons non déformés ont été observés après immersion (sans chargement mécanique) à -80 et -40 °C afin de connaître la microstructure initiale, avant l'essai Charpy à ces deux températures. La Figure III-28-a) montre clairement qu'à -80 °C de la martensite est certes présente, mais la grande majorité de l'austénite retenue ne s'est pas transformée en martensite sous le simple effet de la température. A -40 °C, aucune trace de martensite n'est observée (Figure III-28-b)). Pour rappel, dans la section 1.3. de ce chapitre, un échantillon UFG 760 bis non déformé avait été immergé à -60 °C et aucune trace de martensite n'y avait été observée. Le point M_s est donc compris entre -80 et -60 °C sur la nuance UFG 760 bis.

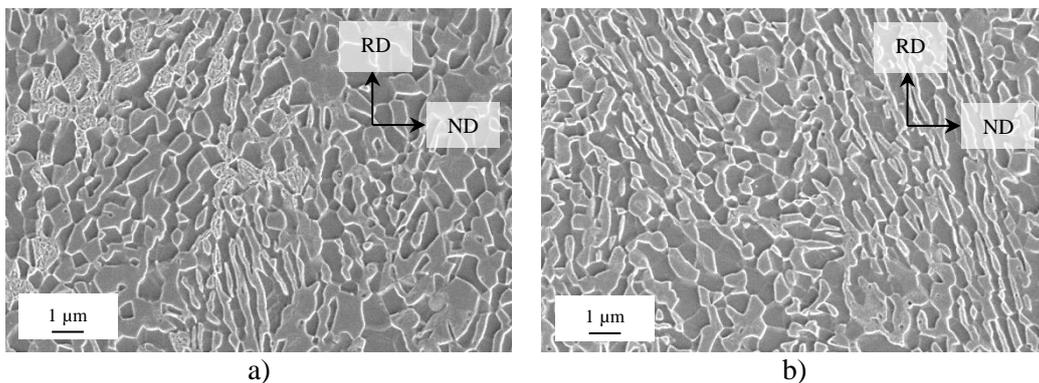


Figure III-28 : Microstructure observée au MEB-FEG, après attaque Nital, sur la nuance UFG 760 bis immergée pendant 15 min a) à -80 °C, b) à -40 °C

3.2.2. Interprétation

La Figure III-27 suggère l'existence d'un plateau apparent sur l'énergie absorbée à rupture entre -20 et -40 °C qui impliquerait, en première approche, la présence de deux transitions

successives, par exemple une première transition rupture interfaciale/rupture ductile entre $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et la température ambiante, puis une seconde transition clivage/rupture interfaciale entre -80 et $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cependant cette hypothèse n'est pas en accord avec les fractographies réalisées au MEB, qui montrent une transition depuis une rupture totalement interfaciale à $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ vers une rupture totalement ductile à température ambiante (Figure III-29).

La transition entre ces deux modes de rupture est douce. En effet, quand la température d'essai diminue, des facettes interfaciales apparaissent au fond des cupules, signe que la rupture s'est amorcée sur des microfissures (Figure III-29-c) et d)). La rupture est alors ductile à fond interfacial. Ces microfissures deviennent de plus en plus nombreuses et se propagent sur de plus grandes distances au fur et à mesure que la température diminue jusqu'à ce que la rupture devienne complètement interfaciale à $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figure III-29-a)), confirmant ainsi l'hypothèse formulée à la fin de la section 1.4.2. de ce chapitre. La longueur de propagation des microfissures semble liée au nombre de facettes dans une cupule : plus la température diminue, plus le nombre de facettes augmente et plus la distance de propagation sera longue.

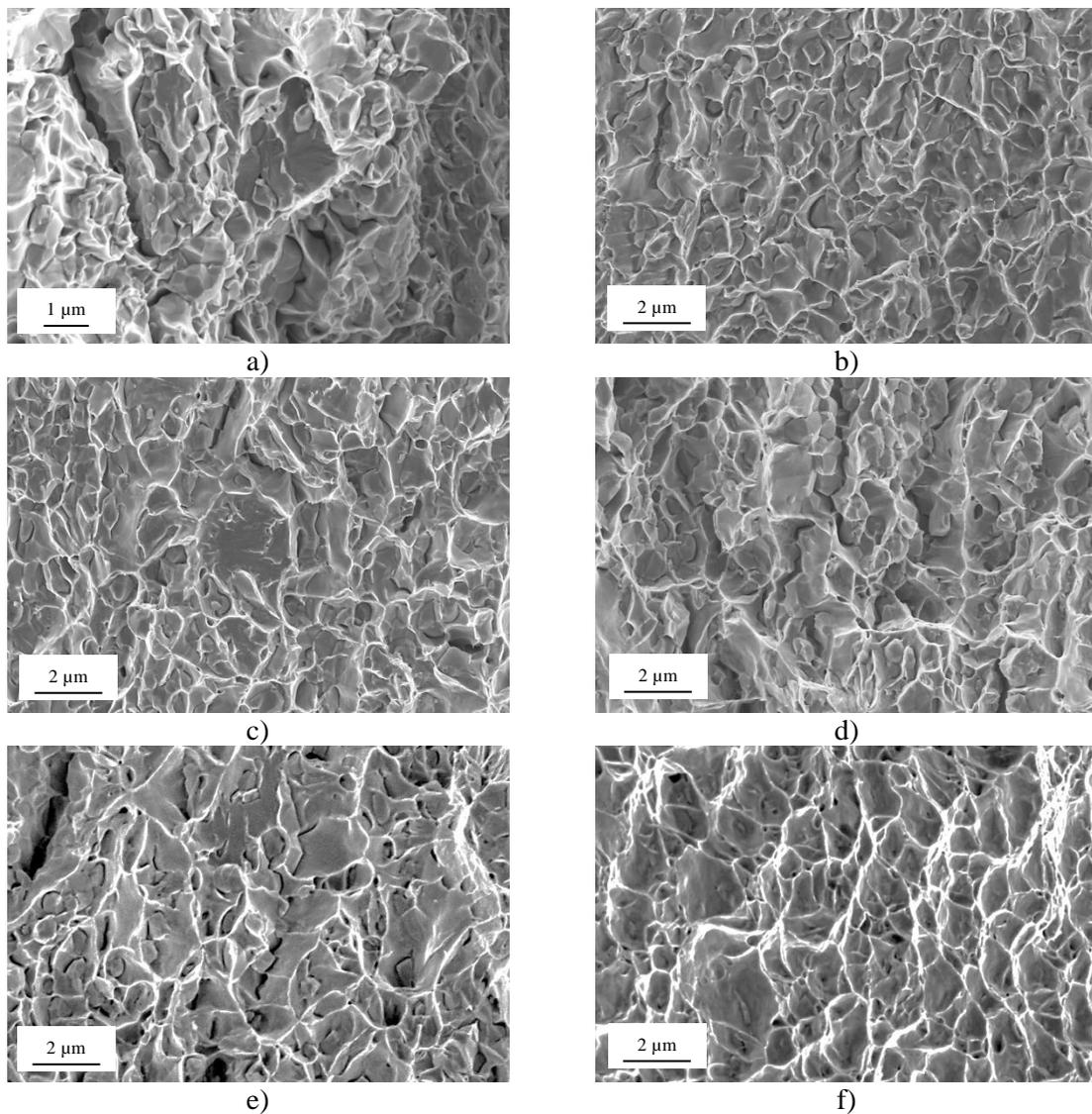


Figure III-29 : Faciès de rupture sur éprouvettes Charpy, observés au MEB, sur la nuance UFG 760 bis pour différentes températures, a) $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, d) $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, e) $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$, f) température ambiante

Comme deux éprouvettes ont été soudées pour former un spécimen, l'énergie déduite de l'essai Charpy ne représente qu'une valeur moyenne de l'énergie absorbée par ces deux éprouvettes. De plus dans certains cas, les deux éprouvettes d'un spécimen ont des modes de rupture différents (Figure III-30). Afin de proposer une grandeur physique propre à chaque éprouvette et non propre à chaque spécimen (permettant ainsi de tenir compte du comportement spécifique de chaque éprouvette), une réduction d'épaisseur à rupture au niveau de l'entaille a été calculée suivant la formule :

$$E_{rup} = \Delta E / E_0 \times 100$$

avec E l'épaisseur en fond d'entaille à rupture, E_0 l'épaisseur en fond d'entaille initiale et $\Delta E = E_0 - E$.

Les épaisseurs initiale et à rupture ont été mesurées pour chaque éprouvette, à l'aide des clichés MEB et du logiciel d'analyse d'images ImageJ. La Figure III-32 met bien évidence la dispersion des réductions d'épaisseur à rupture dans cette zone de transition. Un plateau intermédiaire entre -60 °C et 0 °C est à nouveau clairement visible. Cela va dans le sens de l'existence de deux transitions successives. A l'aide des clichés MEB, il est possible de proposer : une première transition d'une rupture ductile vers une rupture ductile à fond interfacial, puis une seconde transition d'une rupture ductile à fond interfacial vers une rupture totalement interfaciale (Figure III-31).

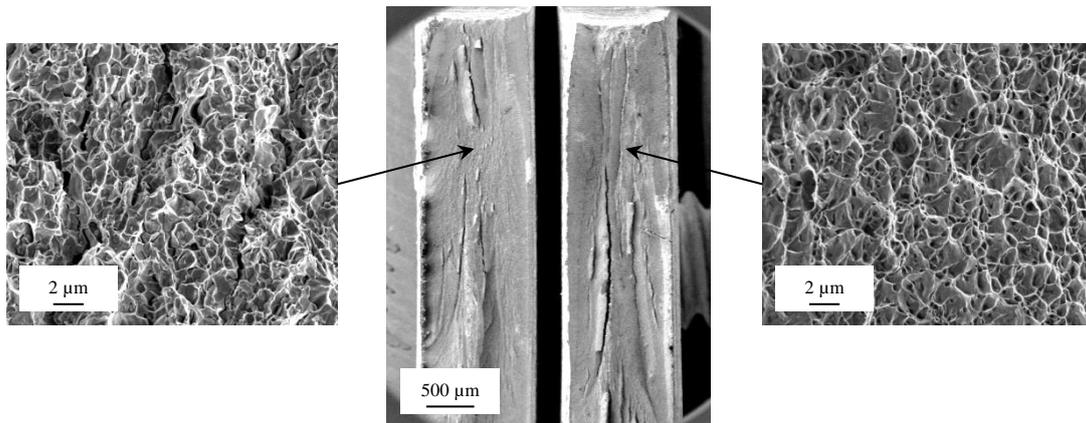


Figure III-30 : Faciès de rupture observés au MEB sur le spécimen UFG 760 bis rompu à -40 °C, à gauche : éprouvette ayant peu strictionné et à rupture majoritairement interfaciale, à droite : éprouvette ayant strictionné et à rupture majoritairement ductile

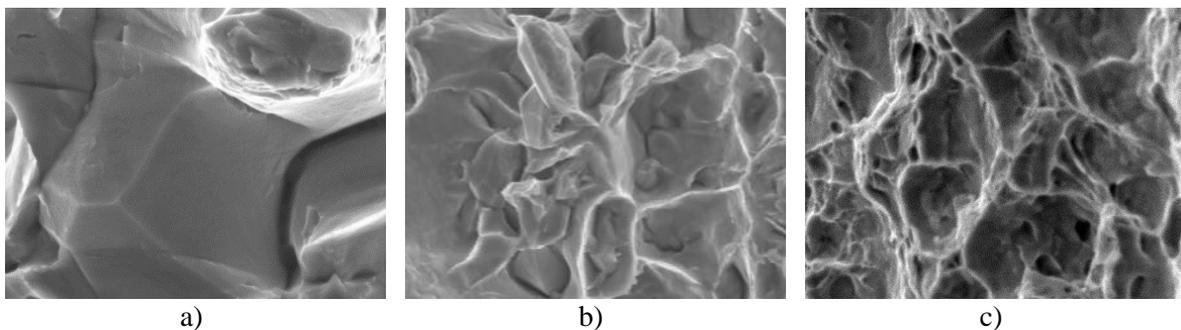


Figure III-31 : Différents modes de rupture observés sur la nuance UFG 760 bis en fonction de la température d'essai, a) rupture interfaciale (-80 °C), b) rupture ductile à fond interfacial (-40 °C), c) rupture ductile (22 °C)

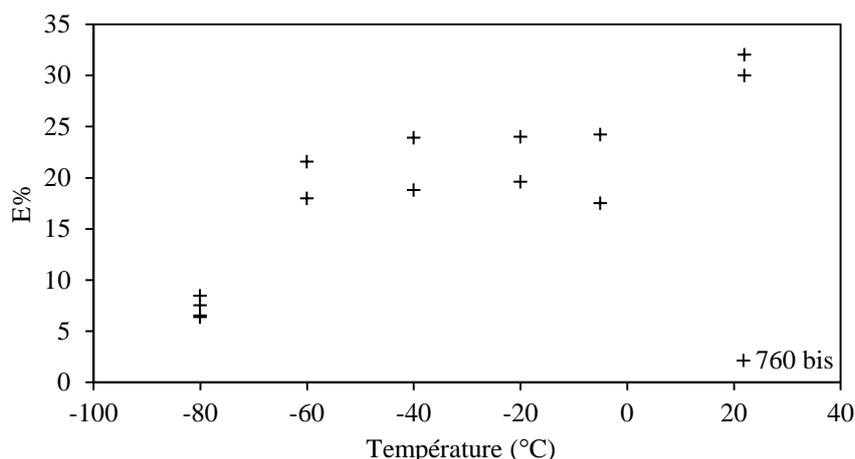


Figure III-32 : Evolution de la réduction d'épaisseur à rupture (au niveau de l'entaille) d'éprouvettes Charpy en fonction de la température sur la nuance UFG 760 bis (les 2 points alignés verticalement représentent le E_{rup} de chacune des deux éprouvettes d'un spécimen)

L'étude plus en détail des fractographies montre l'existence de quelques facettes de clivage sur certaines éprouvettes rompues à partir de -20 °C et en dessous, en plus de la rupture interfaciale (Figure III-33). Toutefois, comme sur l'éprouvette lisse UFG 760 bis sollicitée à -50 °C, en remontant les rivières de clivage, il apparaît que ces facettes s'amorcent à chaque fois aux interfaces ferrite-austénite/martensite et non directement à l'intérieur du grain. Cela suggère que le grain ne clive pas à partir d'un défaut qui lui serait intrinsèque mais que ce clivage est induit par les sévères sollicitations aux interfaces entre ferrite et martensite. Les essais sur éprouvettes lisses et entaillées avaient montré une possible compétition entre rupture interfaciale et clivage. Les résultats obtenus avec les essais Charpy montrent clairement que le mode de rupture dominant à basse température est la rupture interfaciale, le clivage n'étant qu'un mode de rupture secondaire conséquent à cette rupture interfaciale.

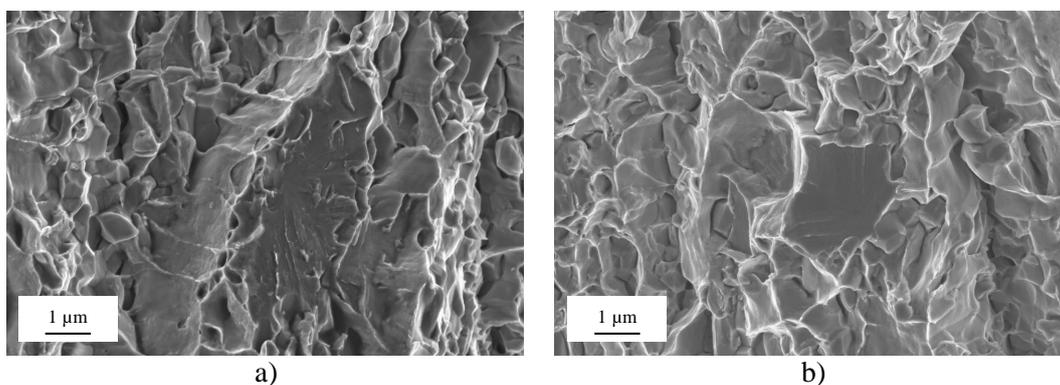


Figure III-33 : Mise en évidence du clivage sur l'UFG 760 bis, a) éprouvette Charpy rompue à -20 °C, b) éprouvette Charpy rompue à -80 °C

La littérature présente peu d'études s'intéressant au comportement sous sollicitations dynamiques d'aciers medium Mn UFG. Ces résultats peuvent tout de même être comparés à ceux obtenus par Han *et al.* qui ont étudié la rupture d'éprouvettes Charpy sur un acier medium Mn Fe-0,1C-7Mn-0,5Si, laminé à chaud puis à froid et recuit à 640 °C pendant 30 min [Han, 2017]. Cet acier possède une microstructure UFG mêlant ferrite (50%) et austénite retenue (50%). Les auteurs ont observé une transition depuis une rupture interfaciale aux joints de grains ferrite/martensite vers une rupture ductile (avec quelques facettes de clivage) et estimé la température de transition autour de -75 °C. Les modes de rupture sont similaires à ceux obtenus sur la nuance UFG 760

bis, mis à part les facettes de clivage observées dès la température ambiante par Han *et al.*, alors qu'elles ne sont visibles qu'à partir de -20 °C sur l'UFG 760 bis. Le mode de rupture ductile à fond interfacial n'a pas été spécifiquement évoqué par les auteurs. La plus large gamme de basses températures investiguée par Han *et al.* (jusqu'à -196 °C), par rapport aux essais réalisés ici (jusqu'à -80 °C) ne montre pas l'existence d'un autre mode de rupture à très basse température. Les auteurs ont aussi montré l'importance du LAF pour augmenter la résistance à la rupture du matériau. En effet, la même nuance, ayant simplement subi un LAC suivi d'un recuit intercritique à 640 °C pendant 30 min, présente une rupture intergranulaire aux anciens joints de grains austénitiques issu du LAC (où ont ségrégré manganèse, carbone et phosphore) et une température de transition de -50 °C. Le LAF permet, en fait, de former de la martensite fortement déformée qui va recristalliser pendant le recuit intercritique et ainsi faire perdre la mémoire de ces anciens joints de grains austénitiques.

3.3. Synthèse

Les essais de déchirure ont confirmé la faible résistance de la famille UFG à la présence d'une entaille. L'UFG 780 a confirmé sa tendance à la rupture instable. Comme pour les autres types d'essais, la température de recuit influence fortement le comportement en déchirure : son augmentation entraîne une diminution des énergies d'amorçage et de propagation. Pour l'énergie d'amorçage, cela s'explique par le fait que plus la martensite est présente pour de plus faibles valeurs de déformation, plus le nombre d'interfaces potentielles sur lesquelles la fissuration peut s'amorcer est important. Pour l'énergie de propagation, les raisons sont un peu moins claires mais semblent être encore une fois liées à la plus grande proportion de martensite quand la température de recuit augmente.

Les essais Charpy ont mis en évidence l'existence de deux transitions successives concernant les mécanismes de rupture : ductile/ductile à fond interfacial puis ductile à fond interfacial/interfacial quand la température diminue.

4. Synthèse des travaux sur la famille UFG

4.1. Rappel des principaux résultats

Ce chapitre a tout d'abord mis en évidence la grande dépendance des propriétés mécaniques de cette famille d'aciers medium Mn, à microstructure UFG, envers la température de recuit. Cela s'explique par la déstabilisation progressive de l'austénite retenue quand la température de recuit augmente, entraînant une perte de ductilité mais un meilleur écrouissage et une plus grande résistance mécanique. L'étude de la résistance à la déchirure a montré que ces aciers étaient très sensibles à la présence d'une entaille. De plus, l'augmentation de la température de recuit s'accompagne d'une forte diminution de la ténacité du matériau à la fois en amorçage et en propagation de fissure. Enfin, sur éprouvettes entaillées, l'augmentation de la température de recuit entraîne une transition depuis une rupture stable vers une rupture instable.

Ce chapitre a confirmé l'existence d'instabilités plastiques, principalement la formation d'une bande de Lüders, comme évoqué dans le Chapitre I. Il a été montré qu'elle était associée à un phénomène de vieillissement statique classique. Cette localisation de la déformation n'a lieu que dans le cas d'une microstructure initiale ferrite-austénite retenue et diminue avec l'augmentation de la température de recuit. L'apparition rapide d'un effet TRIP, dès la sortie du domaine élastique, pourrait permettre de supprimer ce plateau de Lüders. Une légère sensibilité négative à la vitesse de déformation a été constatée.

L'effet de la température d'essai a été étudié sur la nuance UFG 760 bis. A basse température (-50 °C), cette nuance se rapproche de l'UFG 780 en raison de la déstabilisation de l'austénite retenue. Au-dessus de la température ambiante, l'écrouissage diminue fortement sans pour autant que la ductilité augmente. La meilleure combinaison résistance-ductilité est atteinte à température ambiante.

Comme les propriétés élastoplastiques, l'endommagement et la rupture à température ambiante dépendent de la microstructure initiale. Ainsi deux sous familles peuvent être dégagées de ces analyses. D'une part, les trois nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760, qui possèdent une microstructure mêlant austénite retenue et ferrite, présentent un fort délaminage ductile, rompent de façon ductile, avec amorçage sur des inclusions, et ne s'endommagent quasiment pas. D'autre part, la nuance UFG 780, composée majoritairement de ferrite et de martensite avec quelques traces d'austénite retenue, ne délamine pas, présente une rupture majoritairement ductile mais qui a été amorcée par de la fissuration interfaciale, comme le montrent les facettes lisses au fond des cupules. L'endommagement est très faible mais près de la surface rompue des cavités sont observées aux interfaces ferrite-martensite, signes de la décohésion interfaciale. Cette nuance se rapproche du comportement des aciers DP. Ces conditions d'endommagement et de rupture se retrouvent également sur la nuance UFG 760 bis sollicitée à -50 °C, en raison de la déstabilisation plus précoce de l'austénite retenue. Sa microstructure est alors proche de celle de l'UFG 780 à température ambiante.

Enfin, l'étude de la résilience de la nuance UFG 760 bis a mis en évidence l'existence de deux transitions successives. Quand la température d'essai diminue, une première transition depuis une rupture ductile vers une rupture ductile à fond interfacial apparaît. En diminuant encore la température, une seconde transition rupture ductile à fond interfacial/rupture interfaciale se manifeste. Quelques facettes de clivage ont aussi été observées. Il a été montré qu'elles s'amorçaient aux interfaces ferrite/martensite et résultaient donc des sévères sollicitations aux

interfaces ferrite-martensite, plutôt que d'une sensibilité particulière du grain de ferrite à la rupture par clivage.

4.2. Possibles scénarios de rupture

Deux scénarios de rupture sont envisageables. Ils dépendent de la résistance mécanique de l'interface ferrite/seconde phase, et donc, comme pour le comportement élastoplastique, de la stabilité de l'austénite. Pour ces nuances, la seconde phase peut tout d'abord être de la martensite (présente avant déformation : UFG 780, ou formée très rapidement en début de déformation par effet SAM : UFG 760 bis L à -50 °C). Le contraste mécanique avec la ferrite va alors augmenter. La seconde phase peut également être de l'austénite retenue dont une partie pourra se transformer en martensite par effet TRIP (cas des nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760 rompues à température ambiante), entraînant une dilatation et un fort cisaillement local.

Le premier scénario correspond à une rupture ductile classique, amorcée sur des inclusions. Il est observé par exemple sur les éprouvettes lisses et entaillées des nuances UFG 740, UFG 760 bis et UFG 760, rompues à température ambiante, ainsi que sur les éprouvettes Charpy, rompues autour de la température ambiante. Dans ce cas-là, la seconde phase est de la martensite formée par effet TRIP. Aucun réel endommagement n'apparaît et aucune décohésion aux interfaces ferrite/martensite n'est mise en évidence.

Pour le second scénario, la rupture débute par la formation de microfissures aux interfaces ferrite/martensite, clairement visibles en tant qu'endommagement sur l'UFG 780. Ensuite, ces microfissures vont se propager avant de s'émousser pour conduire à une rupture ductile. A l'échelle microscopique, des cupules ductiles à fond facetté sont observées (rupture ductile à fond interfacial). Les essais Charpy ont montré que la distance de propagation des microfissures, corrélée à la taille des fonds de cupules, augmentait quand la température diminuait. Ainsi, à suffisamment basse température (autour de -80 °C sur les éprouvettes Charpy de l'UFG 760 bis), les microfissures amorcées aux interfaces ferrite/martensite ne s'émousent plus. La rupture finale n'est alors plus ductile à fond interfacial mais purement interfaciale.

4.3. Points clés à retenir et potentielles applications industrielles

Les deux points clés les plus importants de ce Chapitre III sont :

- la stabilité de l'austénite (et donc la sensibilité à la température de recuit) qui contrôle le comportement mécanique du matériau
- la résistance à la fissuration des interfaces ferrite/seconde phase, qui contrôle le mode de rupture du matériau (ductile/ductile à fond interfacial/interfacial)

Concernant une éventuelle production industrielle de cette famille d'aciers, les principaux inconvénients sont :

- une forte dépendance des propriétés mécaniques envers la température de recuit
- une sensibilité à la présence d'une entaille ou d'une fissure

Pour rappel, les visées mécaniques fixées par ArcelorMittal étaient un R_m de 1000 MPa et un allongement uniforme de 30%. Le critère de résistance est respecté par les quatre nuances. En revanche, le critère d'allongement n'est jamais atteint. La nuance UFG 760 bis semble la plus prometteuse ($R_m = 1090$ MPa et $A_g = 28\%$) pour de futurs développements.

Chapitre IV

Comportement plastique et à rupture d'un acier medium Mn à microstructure bimodale

Sommaire

1. Comportement mécanique à température ambiante	105
1.1. Comportement élastoplastique en traction uniaxiale.....	105
1.1.1. Caractéristiques mécaniques	105
1.1.2. Stabilité de l'austénite retenue	108
1.1.3. Sensibilité du comportement élastoplastique envers la vitesse de sollicitation.....	109
1.2. Comportement en déchirure ductile	110
1.3. Analyse physique de la rupture à température ambiante.....	113
1.3.1. Etude des faciès de rupture.....	113
1.3.2. Etude de l'endommagement.....	116
1.4. Synthèse	117
2. Comportement mécanique à basse température	119
2.1. Résultats mécaniques	119
2.2. Analyse physique de la rupture à basse température	121
2.2.1. Etude de l'endommagement.....	121
2.2.2. Etude des faciès de rupture.....	123
2.2.3. Potentielles origines du clivage dans la ferrite δ	124
2.2.4. Modes de rupture des nuances de la famille DT	127
2.3. Synthèse	128
3. Comportement à rupture sous sollicitations dynamiques : étude de la résilience	129
3.1. Résultats expérimentaux	129
3.2. Interprétation	131
3.3. Synthèse	133
4. Synthèse des travaux sur la famille DT.....	134
4.1. Rappel des principaux résultats.....	134
4.2. Points clés à retenir	135
4.3. Avantages et inconvénients de la famille DT vis-à-vis de la famille UFG et potentielles applications industrielles	135

Ce chapitre s'intéresse au comportement mécanique et au comportement à rupture des deux nuances de la famille DT¹ à l'aide d'essais mécaniques similaires à ceux du Chapitre III. L'effet de la température d'essai sur le comportement mécanique et le comportement à rupture est principalement étudié ici. Pour chaque région microstructurale, les modes de rupture, en fonction de la température d'essai, sont caractérisés.

1. Comportement mécanique à température ambiante

1.1. Comportement élastoplastique en traction uniaxiale

1.1.1. Caractéristiques mécaniques

Le comportement mécanique de la famille DT a d'abord été étudié en traction uniaxiale, à température ambiante. La Figure IV-1 présente les courbes contrainte nominale - allongement relatif de chaque nuance en fonction de la direction de prélèvement, ainsi qu'une comparaison entre le DT 850 et le DT 900 pour des éprouvettes prélevées dans le sens RD. Comme pour la famille UFG, les différentes grandeurs mécaniques et cinématiques issues de chacun de ces essais sont regroupées dans le Tableau IV-1.

	R_{p0,2} (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{ult} (%)	Z_{rup} (%)	r_{pm} (-)	R_m × A_g (MPa%)
DT 850 L RD1	570	715	23	34	43	1,05	16 450
DT 850 L TD1	620	740	21	28	41	1,01	15 540
DT 900 L RD1	520	745	32	33	30	1,08	23 840
DT 900 L TD1	560	750	28	29	32	1,00	21 000
DT 850 L moy	595	730	22	31	42	1,03	16 060
DT 900 L moy	540	750	30	31	31	1,04	22 500
Cible mécanique	-	800	30	-	-	-	24 000

Tableau IV-1 : Caractéristiques mécaniques et cinématiques en traction uniaxiale (température ambiante, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, en vert : cible mécanique atteinte, en rouge : cible mécanique non atteinte)

¹ Pour rappel, le sigle DT se rapporte à la famille medium Mn basse densité à microstructure bimodale et est une abréviation de Duplex (ferrite + austénite) TRIP.

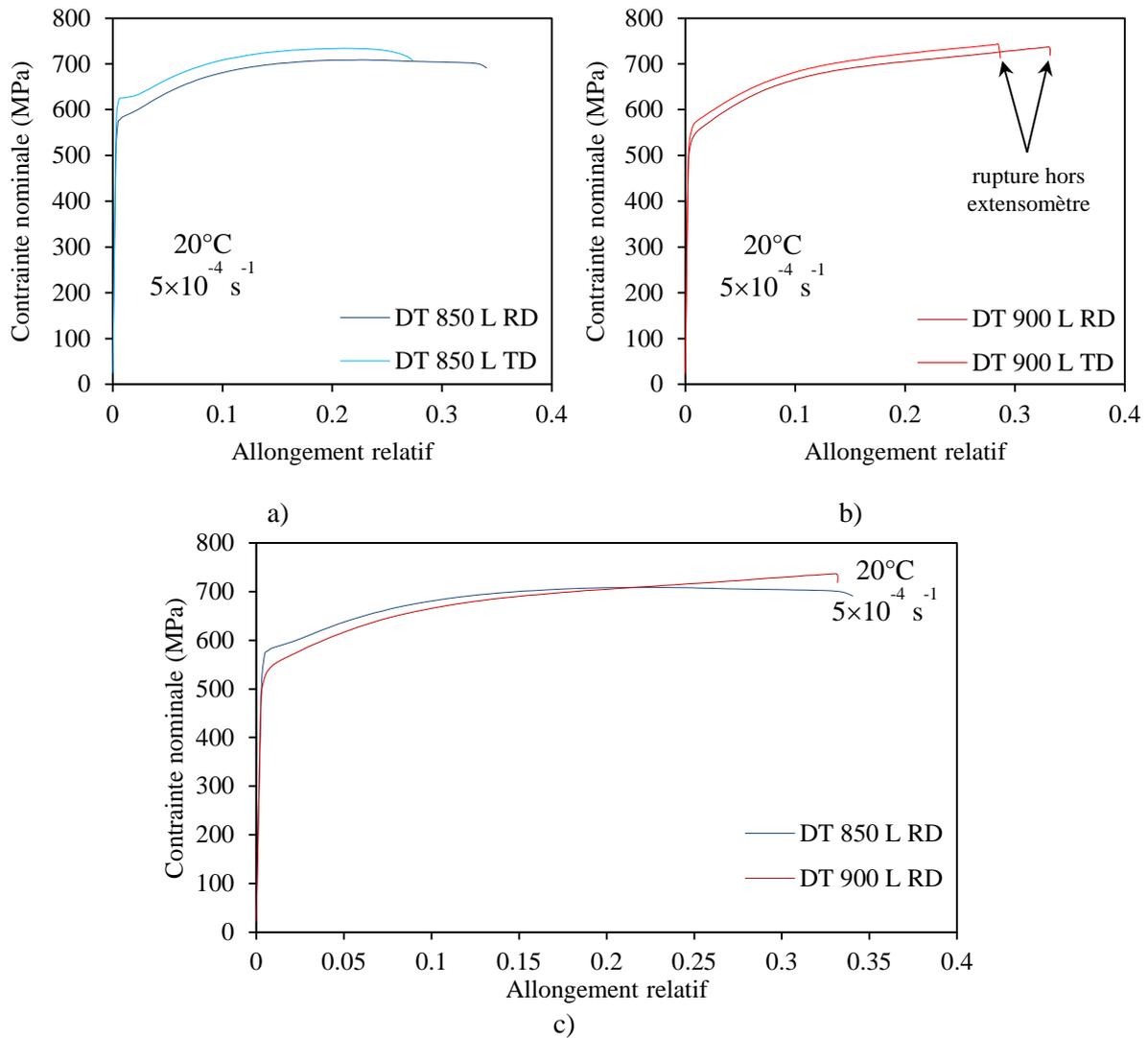


Figure IV-1 : Courbes contrainte nominale - allongement relatif de la nuance a) DT 850, b) DT 900, c) comparaison des deux nuances pour une sollicitation suivant RD

1.1.1.a. Résultats généraux et comparaison avec les données de la littérature

Contrairement à la famille d'aciers UFG, ces résultats mettent en évidence la grande robustesse de cette famille d'aciers vis-à-vis de la température de recuit. En effet, même si, comme pour la famille UFG, la résistance mécanique de la famille DT augmente avec la température de recuit tandis que la limite d'élasticité diminue, les variations sont beaucoup plus minimes. Un écart de seulement 20 MPa est observé entre le R_m moyen du DT 850 et celui du DT 900. De plus, l'allongement à rupture est en moyenne le même. Cette faible sensibilité à la température de recuit s'explique par la présence en plus grande quantité d'aluminium, permettant d'ouvrir le domaine intercritique [Suh, 2010]. Les variations de température de recuit auront donc un impact moindre sur les variations de partition des éléments d'alliage et *in fine* sur la fraction d'austénite formée pendant le recuit, puis d'austénite retenue à température ambiante. De façon cohérente, l'augmentation de la température de recuit entraîne une diminution de la réduction d'aire à rupture (Z_{rup}), puisque R_m augmente et l'allongement à rupture diminue. La plus faible valeur de Z_{rup} pour le DT 900 est en accord avec la rupture nette, sans chute notable de charge, observée sur les courbes expérimentales (Figure IV-1-b)).

La Figure IV-1-a) montre un léger plateau de contrainte en sortie du domaine élastique sur la nuance DT 850. Toutefois, son étendue reste faible et aucune instabilité plastique marquée de

type Lüders n'apparaît, contrairement à la famille UFG. Comme expliqué dans le Chapitre I, section 3.2., cette absence de localisation de la déformation est due à la microstructure bimodale.

L'allure des courbes des deux nuances de la famille DT est totalement différente de celles de Choi *et al.* [Choi, 2017], ainsi que de celles de Lee *et al.* [Lee, 2013-b]. Concernant l'étude de Choi *et al.*, leur acier est moins riche en aluminium et contient du silicium (Fe-0,3C-6Mn- 3Al-1,5Si, cf. Chapitre I, section 3.2.). Ils observent un réel effet de la température de recuit sur le comportement mécanique de leur acier (évolution similaire aux aciers UFG). De plus, ils observent un effet TRIP pour les nuances recuites au-dessus de 800 °C, alors qu'aucun effet TRIP ne semble avoir lieu sur les nuances DT (la stabilité de l'austénite sera étudiée dans la sous-section 1.1.2. de ce chapitre). Ces différences s'expliquent d'une part, par la plus faible teneur en aluminium diminuant la taille de leur domaine intercritique, d'autre part, par la moins grande stabilité de leur austénite retenue. Concernant l'étude de Lee *et al.* [Lee, 2013-b], leur acier est également moins riche en aluminium et contient du silicium (Fe-0.08C-6Mn-2Al-1.5Si-0.08V). Dans leur cas, la transition élastoplastique est plus brutale et l'acier est moins ductile mais plus résistant. Ces comparaisons montrent la large gamme de comportements mécaniques possibles pour des aciers à microstructure bimodale en fonction de la composition chimique.

L'étude microstructurale de la famille DT dans le Chapitre II (section 1.3.) a montré que les grains de ferrite δ et les zones FG semblaient tous les deux percoler. Mais les fortes valeurs du $R_{p0,2}$ suggèreraient que le « squelette » des zones FG assure l'essentiel de la résistance mécanique (un acier ferrito-perlitique (grains d'une dizaine de micromètres) a un $R_{p0,2}$ beaucoup plus faible, autour de 430 MPa [Perlade, 2001]). La ferrite δ , quant à elle, contribuerait plus à la déformation, sans pouvoir pour autant se déformer autant qu'elle en aurait la capacité. Ce raisonnement est cohérent avec les résultats de Ryu *et al.* [Ryu, 2010] ainsi que ceux de Seo *et al.* [Seo, 2012], où il a été observé que dans le cas d'une microstructure bimodale, la déformation des gros grains de ferrite était supérieure à la déformation moyenne macroscopique, et inversement pour les régions FG.

Enfin, les coefficients de Lankford post-mortem, proches de 1, montrent que l'acier présente une anisotropie en déformation négligeable.

1.1.1.b. Influence de la direction de prélèvement sur le comportement mécanique

Concernant l'effet de la direction de prélèvement, une certaine anisotropie est observée pour les deux nuances. Les éprouvettes prélevées en TD ont de plus faibles allongements ultimes et à rupture pour une résistance globale légèrement plus élevée (cet écart reste toutefois minime, inférieur à 5%) que les éprouvettes prélevées en RD. Cela est probablement lié à la structure en bandes du matériau et à la morphologie des grains de ferrite δ , qui ont une forme d'ellipsoïde dans le plan RD/TD (suivant RD : plusieurs dizaines de micromètres, suivant TD : environ 5 μm) et une épaisseur très fine suivant ND (environ 1 μm). Un simple raisonnement géométrique pourrait permettre d'expliquer la rupture précoce des nuances sollicitées suivant TD. En effet, dans ce cas (Figure IV-2-b)), les bandes seraient sollicitées dans leur largeur, ce qui favoriserait une décohésion des interfaces plus rapides et donc une rupture prématurée. A l'inverse, dans le cas d'une sollicitation suivant RD (Figure IV-1-a)), les bandes seraient sollicitées dans leur longueur, la déformation étant contrôlée par les bandes les plus dures, c'est-à-dire les bandes FG. Ainsi δ se déformerait moins rapidement et la décohésion interfaciale, si elle existe, serait plus tardive (cela suppose que les interfaces δ /FG soient moins sensibles au cisaillement qu'à la décohésion). Ce raisonnement utilisant un effet géométrique impliquerait également que les éprouvettes sollicitées suivant RD soient plus résistantes que celles sollicitées suivant TD, or le contraire est observé. Il ne permet donc pas d'expliquer la résistance légèrement plus élevée des éprouvettes sollicitées suivant TD. Cela met en avant l'importance de la répartition spatiale en 3D des constituants

(grains de ferrite δ et zones FG) pour comprendre le comportement mécanique de ces deux nuances.

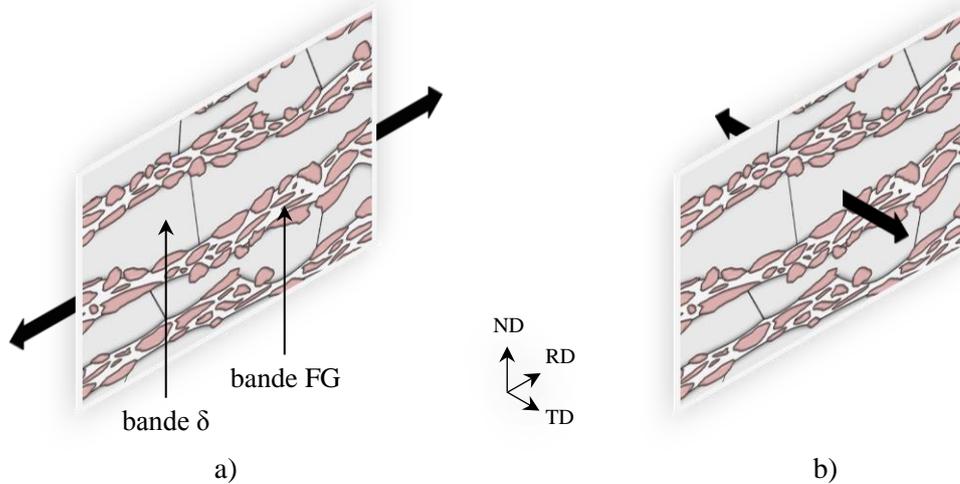


Figure IV-2 : Structure en bandes schématisée dans le plan RD/ND et superposition de la direction de sollicitation, a) microstructure avant déformation dans le sens RD, b) microstructure avant déformation dans le sens TD (en rouge : austénite retenue, en gris clair : ferrite δ , en blanc : ferrite α)

1.1.2. Stabilité de l'austénite retenue

Les Figure IV-1 et Figure IV-3 montrent un faible écrouissage des deux nuances DT 850 et DT 900, traduisant une absence d'effet TRIP donc une très grande stabilité de l'austénite retenue. Cette interprétation est confirmée par les mesures DRX, réalisées avec une source $K\alpha$ de cobalt sur les éprouvettes rompues, à 1 cm de la zone rompue (Tableau IV-2). En effet, la même fraction d'austénite retenue est mesurée avant et après déformation jusqu'à l'allongement maximal réparti. Cette grande stabilité est liée d'une part à la fine taille des grains austénitiques (de l'ordre du micromètre), d'autre part à leur enrichissement en éléments γ -gènes (mesurés à 7,6 pds% pour le manganèse, cf. Chapitre II, Tableau II-5).

Toutefois, la courbe du DT 900 sur la Figure IV-3 semble montrer une reprise de l'écrouissage, au-delà de 15% de déformation vraie, qui aurait pu être due à un effet TRIP tardif. Pour étudier cette hypothèse, deux essais supplémentaires ont été réalisés et interrompus à 12% et 20% de déformation vraie, respectivement. Des mesures DRX ont ensuite été effectuées sur les éprouvettes au centre de la zone utile et dans les deux cas, la fraction volumique d'austénite a été mesurée autour de 31%, signe qu'effectivement aucun effet TRIP tardif n'a lieu. Une seconde hypothèse pourrait être une réorientation des bandes d'austénite retenue qui ne sont pas parfaitement alignées initialement par rapport à la direction de sollicitation et qui pourraient mieux s'aligner pour de grandes déformations. Cette hypothèse n'est pas confirmée par les observations des micrographies MEB (qui seront présentées dans la section 1.3. de ce chapitre, par exemple Figure IV-14). Une troisième hypothèse pourrait être une variation de la texture induite par la déformation, rendant les grains d'austénite retenue plus difficiles à déformer à de plus hautes déformations. Une solution pour vérifier cette dernière hypothèse serait de faire des essais in-situ, couplés à une analyse EBSD. Une dernière hypothèse pourrait être un maillage tardif de l'austénite retenue en fin de déformation. Cette hypothèse n'a toutefois pas été explorée.

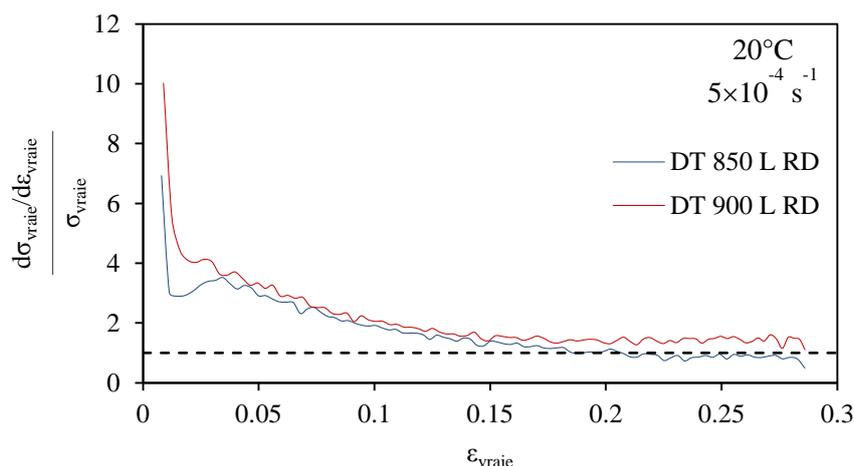


Figure IV-3 : Courbes d'écrouissage des deux nuances DT 850 et DT 900 pour une sollicitation suivant RD (traits pointillés : critère de Considère)

	DT 850	DT 900
Matériau non déformé	0,32	0,33
Matériau déformé (hors zone de striction)	0,30	0,31

Tableau IV-2 : Fraction volumique d'austénite retenue mesurée par DX, avant et après déformation (traction uniaxiale à température ambiante, à $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), sur la famille DT, en fonction de la température de recuit

1.1.3. Sensibilité du comportement élastoplastique envers la vitesse de sollicitation

Des essais de traction simple supplémentaires à température ambiante ont été réalisés sur la même géométrie d'éprouvettes lisses (sens TD) pour la nuance DT 900, afin d'étudier la sensibilité du matériau à la vitesse de sollicitation. Ces essais supplémentaires ont été réalisés à des vitesses de déformation initiale respectives de $7,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (encadrant ainsi la valeur précédente de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Les résultats sont présentés dans la Figure IV-4 et le Tableau IV-3.

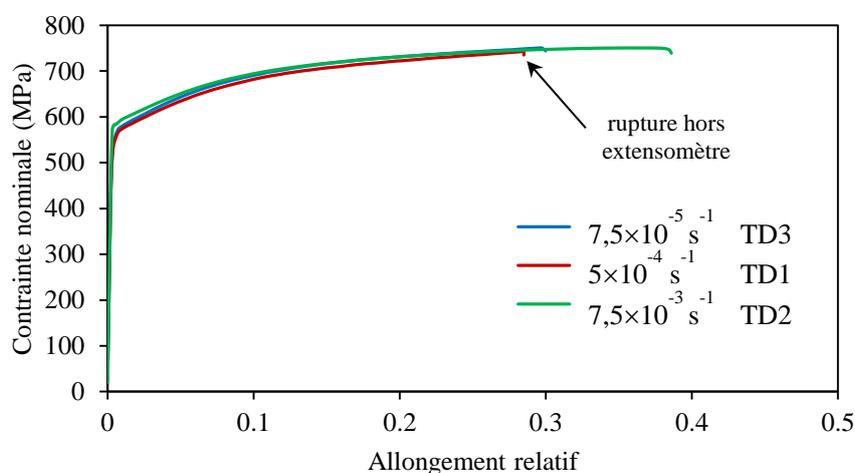


Figure IV-4 : Courbes contrainte nominale - allongement relatif sur la nuance DT 900 en fonction de la vitesse de sollicitation imposée, sollicitation suivant TD

	R_{p0,2} (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{ult} (%)	Z_{rup} (%)	R_{pm} (-)	R_m × A_{ult} (MPa%)
DT 900 L TD3 $7,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	550	760	29	30	32	1,01	21 900
DT 900 L TD1 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (condition standard)	560	750	28	29	32	1,00	20 300
DT 900 L TD2 $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	580	760	35	41	38	1,08	25 080

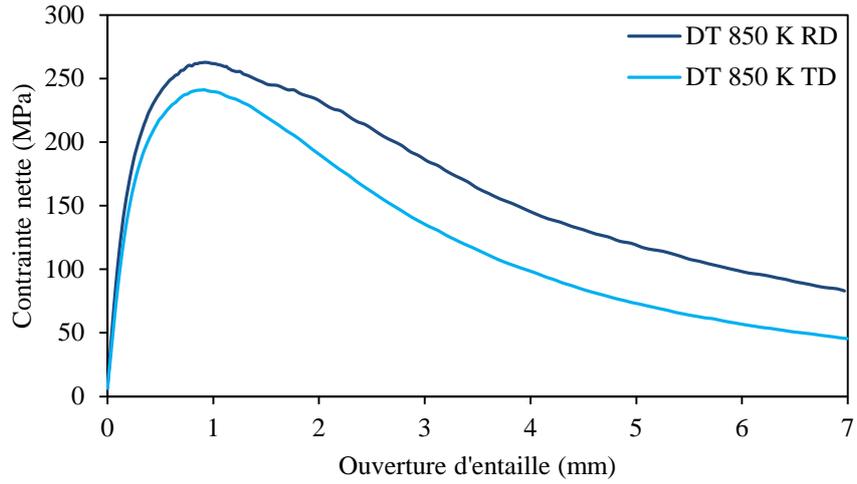
Tableau IV-3 : Caractéristiques mécaniques en traction uniaxiale, en fonction de la vitesse de sollicitation

Aucune sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse ne semble se manifester. Les allures de courbes sont très similaires entre elles, les contraintes atteintes sont les mêmes. Toutefois, pour la vitesse de sollicitation la plus rapide ($7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), l'allongement à rupture est plus élevé que pour les deux autres vitesses et l'écart entre A_{ult} et A_g est plus important. Seule une éprouvette a été testée pour chaque condition, un essai supplémentaire à $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (voire à une vitesse un peu plus élevée encore) aurait permis de vérifier cette tendance. L'observation des modes de rupture macroscopique (présentés dans la section 1.3.) montrera qu'il existe une légère différence quand la vitesse de sollicitation augmente.

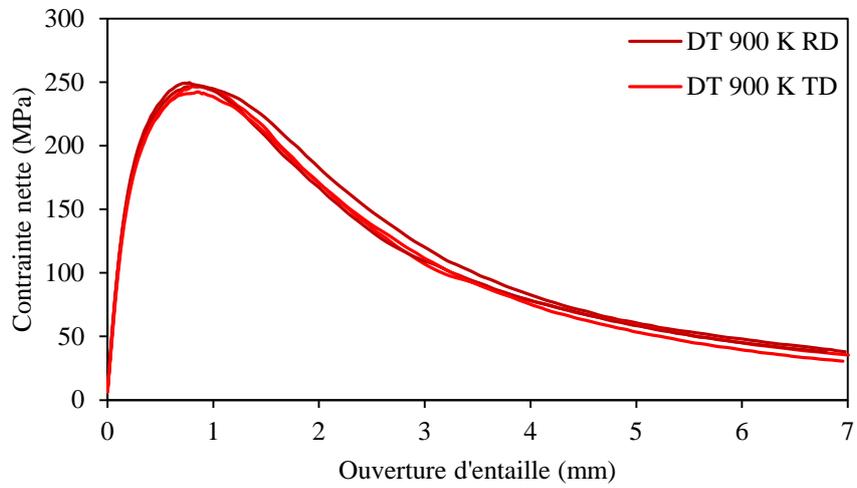
1.2. Comportement en déchirure ductile

Les courbes contrainte nette (charge appliquée rapportée à la section initiale du ligament) - ouverture d'entaille, issues des essais à rupture sur éprouvettes Kahn, sont présentées sur la Figure IV-5¹. La Figure IV-6 compare les résultats des essais de déchirure entre les quatre nuances de la famille UFG et les deux nuances de la famille DT. L'aire sous la courbe, permettant d'accéder à l'énergie d'amorçage (E_{am}) et à l'énergie de propagation (E_{prop}), a été calculée à l'aide de la méthode des trapèzes. Les énergies déduites de ces calculs sont rapportées dans le Tableau IV-4, avec la contrainte nette maximale atteinte lors de la déformation, pour chaque éprouvette sollicitée.

¹ La direction indiquée dans le nom d'une éprouvette Kahn désigne la direction de sollicitation. Ainsi DT 850 K RD désigne l'éprouvette sollicitée suivant RD et dont la fissure s'est propagée suivant TD.



a)



b)

Figure IV-5 : Courbes contrainte nette - ouverture d'entaille de la nuance a) DT 850, b) DT 900 pour les deux directions de prélèvement, c) comparaison entre les quatre nuances UFG et les deux nuances DT pour une propagation de la fissure dans le sens RD (donc une sollicitation suivant TD)

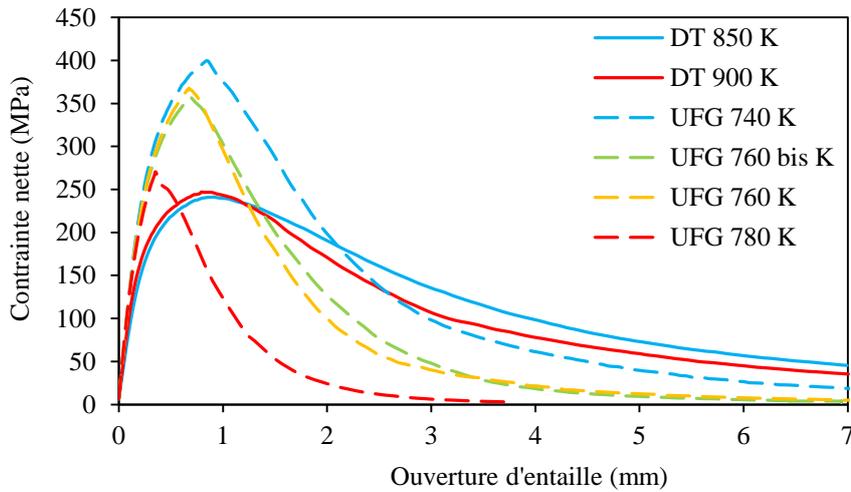


Figure IV-6 : Comparaison des courbes contrainte nette - ouverture d'entaille entre les quatre nuances de la famille UFG (en traits pointillés) et les deux nuances de la famille DT (en traits pleins) (propagation de la fissure suivant RD)

	R_{max} (MPa)	E_{am} (J.mm ⁻²)	E_{prop} (J.mm ⁻²)	E_{tot} (J.mm ⁻²)		
DT 850 K RD1	265	0,19	> 0,99	> 1,18		
DT 850 K TD1	240	0,22	> 0,66	> 0,88		
DT 900 K RD1	245	0,17	> 0,66	> 0,83		
DT 900 K RD2	250	0,15	> 0,65	> 0,90		
DT 900 K TD1	245	0,12	> 0,53	> 0,65		
DT 900 K TD2	240	0,16	> 0,61	> 0,77	Rm (MPa)	$\frac{R_{max}}{Rm}$
DT 850 K moy	255	0,21	> 0,83	> 1,04	730	0,35
DT 900 K moy	245	0,15	> 0,61	> 0,79	750	0,33
UFG 740 K moy	385	0,23	0,73	0,96	1010	0,38
UFG 760 K bis moy	345	0,15	0,49	0,64	1090	0,32
UFG 760 K moy	350	0,18	0,39	0,56	1160	0,30
UFG 780 K moy	315	0,14	0,13	0,27	1270	0,25

Tableau IV-4 : Comparaison de la contrainte nette maximale atteinte (R_{max}) et des énergies de déchirure des éprouvettes Kahn, entre les différentes nuances DT et UFG (éprouvette RD : propagation de la fissure dans le sens TD, et inversement)

	R_{max} (MPa)	E_{am} (J.mm ⁻²)	E_{prop} (J.mm ⁻²)	E_{tot} (J.mm ⁻²)	Rm (MPa)	$\frac{R_{max}}{Rm}$
DP 600 [Daloz, 2007]	239	0,30	0,65	0,95	635	0,37
DP 780 [Daloz, 2007]	280	0,19	0,61	0,80	830	0,34
TRIP [Lacroix, 2008]	-	0,13 ¹	0,13	0,26	-	-
TWIP [Lorthios, 2011]	320	0,44	1,15	1,59	1120	0,29

Tableau IV-5 : Synthèse de quelques résultats de la littérature obtenus sur éprouvettes Kahn (ou similaires) pour d'autres types d'aciers utilisés en automobile

¹ Les valeurs de l'énergie d'amorçage et de l'énergie de déchirure sont données à titre indicatif car l'amorçage ne se fait pas dans les mêmes conditions que sur une éprouvette Kahn (présence d'une pré-fissure dans l'entaille).

Les courbes du DT 900 sont quasiment confondues. Cela montre la très bonne reproductibilité des essais sur éprouvettes Kahn. L'allure des courbes des nuances DT 850 et DT 900 est similaire, de même que les valeurs d' E_{am} et E_{prop} , même si la propagation de la fissure semble toutefois un peu plus stable sur la nuance DT 850. Seule l'éprouvette DT 850 K RD1 s'en écarte un peu. Cet écart est probablement dû aux inhomogénéités microstructurales, d'autant plus que cette éprouvette n'a pas été prélevée dans la même région du larget que les autres éprouvettes Kahn. Ainsi, comme lors des essais de traction uniaxiale, les deux nuances de la famille DT ont des comportements proches concernant la résistance à la déchirure.

La comparaison des énergies totales moyennes montre que la famille DT présente une meilleure résistance à la déchirure que la famille UFG. Les valeurs d' E_{am} sont certes similaires mais les nuances de la famille DT ont une meilleure résistance à la propagation de fissure. En effet, le DT 850 est supérieur à toutes les nuances UFG et le DT 900 présente une énergie de propagation intermédiaire entre l'UFG 740 et l'UFG 760 bis. De plus, la différence d'allure de courbe entre les nuances DT et les nuances UFG montre qu'il faut une contrainte plus forte pour amorcer la rupture sur ces dernières mais que cette amorce se déclenche pour une plus faible ouverture d'entaille (Figure IV-5-c)). Enfin, le rapport R_{max}/R_m montre que les nuances de la famille DT sont à peu près autant sensibles à la présence d'une entaille que les nuances de la famille UFG.

A température ambiante, les deux nuances de la famille DT ont montré de grandes similitudes que ce soit en traction simple ou lors d'essais de déchirure ductile sur éprouvettes Kahn. La section suivante va étudier, à l'aide de fractographies et de coupes d'endommagement, les modes de rupture de ces deux nuances et déterminer ainsi si ces deux nuances ont également un comportement à rupture similaire à température ambiante.

1.3. Analyse physique de la rupture à température ambiante

1.3.1. Etude des faciès de rupture

1.3.1.a. Essais de traction simple

L'observation à l'œil nu des faciès de rupture montre une rupture plate pour toutes les éprouvettes DT 900 testées à $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Pour l'éprouvette DT 850 L RD, la rupture est de type slant et pour l'éprouvette DT 850 L TD, la rupture est en biseau dans la largeur. Sur le DT 900, l'augmentation de la vitesse de sollicitation entraîne une transition depuis une rupture plate (essais à $7,5 \times 10^{-5}$ et $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) vers une rupture slant (essai à $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, corrélé à un allongement à rupture plus élevé).

Les éprouvettes ont ensuite été observées avec un MEB LEO 1450 VP à pointe tungstène, sous une tension d'accélération de 10 kV et un courant de sonde de 50 pA. Comme pour la famille UFG, un fort délaminage dans des plans perpendiculaires à ND est observé, avec des fissures partant des extrémités de l'éprouvette pour se rejoindre en son centre (Figure IV-7-a) et b)). Ce délaminage disparaît pour une plus grande vitesse de déformation (Figure IV-7-c)). La Figure IV-8 montre que ce délaminage est ductile.

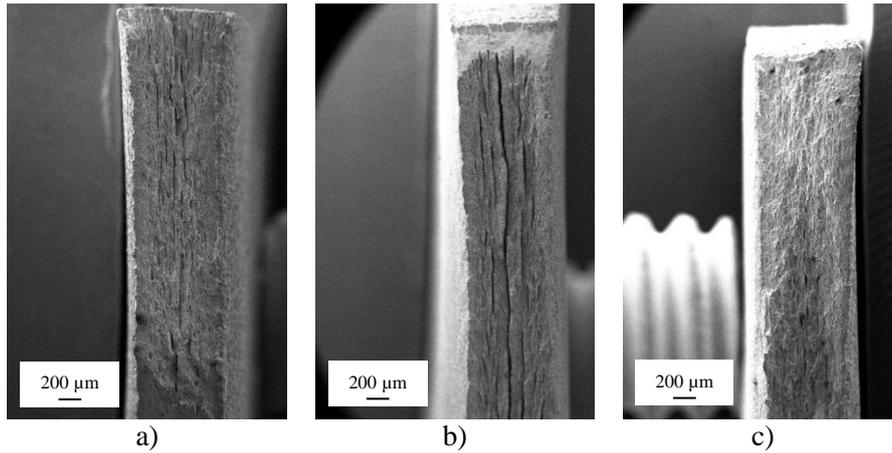


Figure IV-7 : Faciès de rupture macroscopiques sur éprouvettes lisses, observés au MEB, sur les nuances a) DT 850, b) DT 900 sollicitée à $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, c) DT 900 sollicitée à $7,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

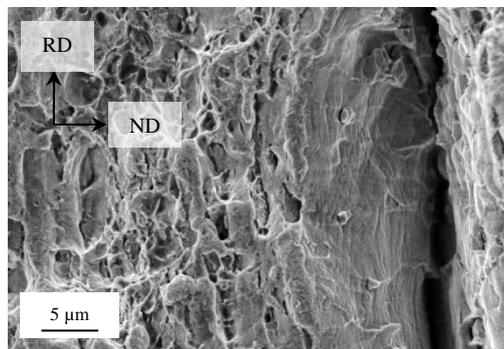


Figure IV-8 : Faciès de rupture observé au MEB sur éprouvettes lisses, mise en évidence du délaminage ductile sur la nuance DT 900

L'étude à l'échelle microscopique des surfaces rompues montre que la rupture est ductile (Figure IV-9). Aucune différence n'est observée en fonction de la direction de sollicitation de l'éprouvette, ni en fonction de la vitesse de sollicitation. Cependant, quelques facettes de clivage sont observées sur le DT 900 (Figure IV-10), alors qu'aucune facette de clivage n'a été remarquée sur le DT 850. La taille de ces facettes est de l'ordre d'une vingtaine de micromètres en longueur, pour environ 5 μm de largeur, ce qui correspond à la taille des grains de ferrite δ . Aucune facette de clivage ayant une taille de quelques micromètres n'a été observée (ces facettes auraient pu être associées à du clivage dans la ferrite α des régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$). Ainsi ce clivage serait uniquement lié aux grains de ferrite δ .

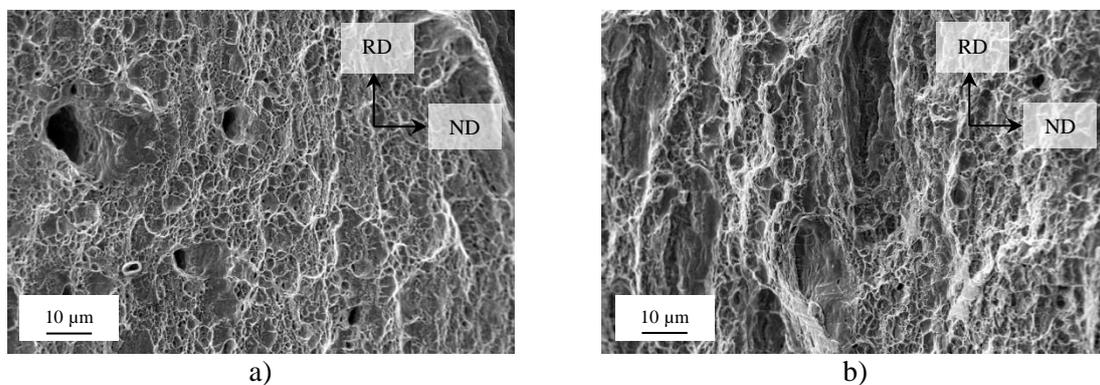


Figure IV-9 : Faciès de rupture observés au MEB sur éprouvettes lisses (prélevées dans le sens TD), mise en évidence de la rupture ductile sur les nuances a) DT 850, b) DT 900

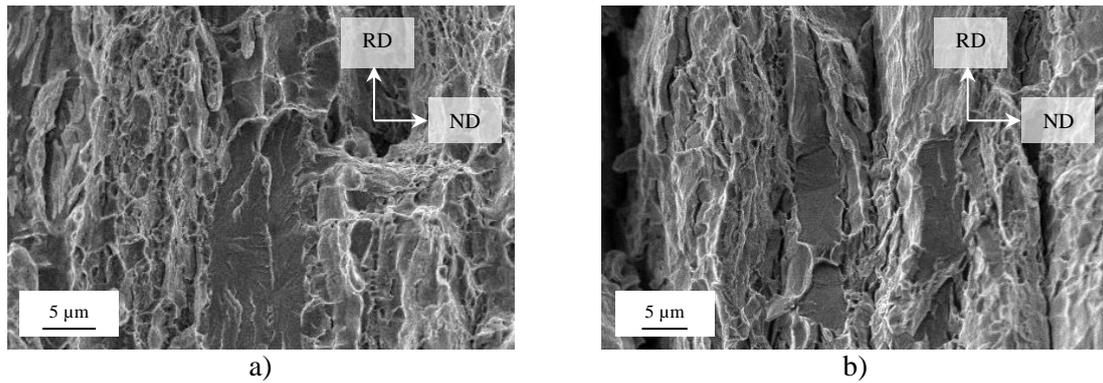


Figure IV-10 : Faciès de rupture observés au MEB sur éprouvettes lisses (prélevées dans le sens TD), mise en évidence de l'existence de facettes de clivage sur la nuance DT 900

1.3.1.b. Essais de déchirure ductile

Comme pour les éprouvettes lisses, l'étude des fractographies des éprouvettes Kahn a été faite sur un MEB LEO 1450 VP. Pour les deux aciers, du délaminage ductile est observé. Il est plus marqué sur les éprouvettes dont la fissure se propage dans le sens RD que sur celles avec une fissure se propageant dans le sens TD (Figure IV-11). A plus fort grandissement, la rupture est majoritairement ductile. Toutefois, des facettes de clivage sont également observées sur les deux nuances mais en plus grand nombre sur le DT 900, avec des tailles similaires aux facettes observées sur éprouvettes lisses (20-40 µm, Figure IV-12). Leur densité en nombre est plus importante que pour les essais de traction simple (environ deux fois plus). La rupture par clivage étant principalement pilotée par la contrainte principale, la première hypothèse pouvant expliquer le plus grand nombre de facettes pourrait être que la contrainte principale atteinte en pointe de fissure sur les éprouvettes Kahn est beaucoup plus élevée que celle atteinte sur les éprouvettes lisses. Cette estimation de la contrainte critique de clivage pourrait être effectuée par des calculs par éléments finis sur les deux géométries d'éprouvettes. Toutefois, cette estimation est très difficile à réaliser car il est impossible de savoir à quel moment précis de l'essai le clivage s'est déclenché. En effet, la seule observable disponible est la courbe macroscopique contrainte-déformation et l'amorce du clivage n'y est pas visible. Dans un second temps, puisque la triaxialité des contraintes tend également à favoriser le clivage, le fait que celle-ci soit plus élevée sur une éprouvette Kahn que sur une éprouvette lisse va dans le sens d'un plus faible nombre de facettes sur ces dernières.

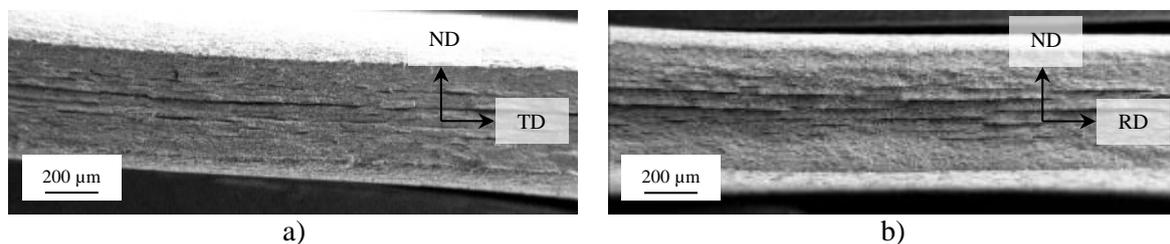


Figure IV-11 : Faciès de rupture à l'échelle macroscopique sur éprouvettes Kahn, observés au MEB, sur les nuances a) DT 900, propagation de la fissure dans le sens TD, b) DT 900, propagation dans le sens RD

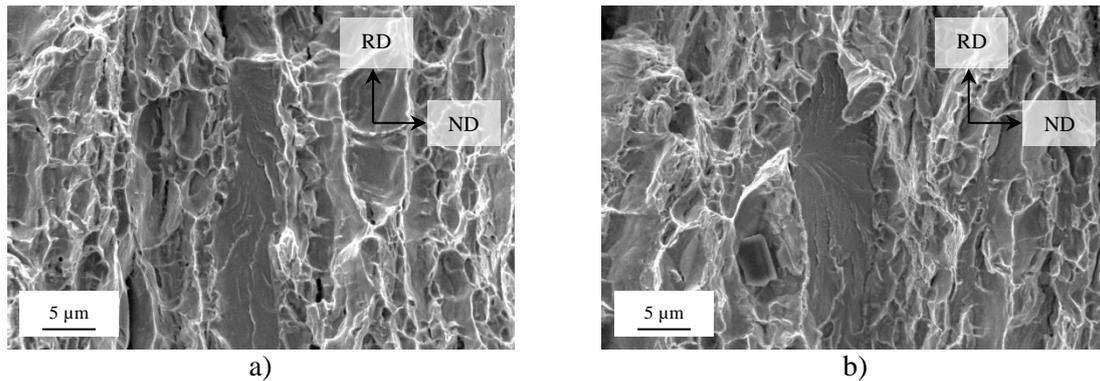


Figure IV-12 : Faciès de rupture à l'échelle microscopique sur éprouvettes Kahn, observés au MEB, sur les nuances a) DT 850, b) DT 900

Comparée à la famille UFG, la famille DT présente des énergies de déchirure similaire à celles des nuances UFG 740 et UFG 760 bis, malgré un mode de rupture assez différent, puisque les nuances DT 850 et DT 900 présentent des facettes de clivage. Cela, associé au fait que la propagation de fissure est stable, laisse à penser que ce clivage ne joue qu'un rôle secondaire, à température ambiante, dans la rupture des éprouvettes Kahn DT.

1.3.2. Etude de l'endommagement

Cette étude s'est focalisée uniquement sur l'endommagement dans les éprouvettes lisses. Elle a été réalisée sur un MEB-FEG FEI Nova NanoSEM 450, sous une tension d'accélération de 5 kV. Le protocole de préparation des échantillons a été le même que pour la famille UFG (cf. Chapitre III, section 1.4.1)

Comme pour la famille UFG, aucun endommagement généralisé dans le volume n'a été observé et ce, pour les deux nuances de la famille DT. Sur chacune, de la martensite est observée sous la surface rompue, signe qu'un effet TRIP local a eu lieu en raison des fortes sollicitations dans cette région (Figure IV-13-a)). Toutefois, en s'éloignant de la surface rompue, au-delà de 50 µm, la martensite n'est plus observée. Près de la surface rompue, deux sortes d'endommagement apparaissent, chacun dans une faible proportion.

Premièrement, des fissures longitudinales sont observées aux interfaces entre les régions FG et la ferrite δ (Figure IV-13-b)), elles peuvent aller jusqu'à 100 µm sous la surface rompue. Comme évoqué dans le Chapitre I, section 3.3. Choi *et al.* ont également observé des fissures longitudinales, soit dans les bandes de ferrite δ , soit aux interfaces entre les bandes de ferrite δ et les zones FG [Choi, 2017]. Ils les ont associées à du clivage (« cleavage-like cracks ») car celui-ci a lieu au niveau de bandes de ferrite orientées dans le plan $\{100\}$ (plan associé au clivage de la ferrite). Leur interprétation reste ambiguë d'autant plus qu'un essai interrompu juste avant la rupture n'a pas permis de mettre en évidence de traces de clivage, mais uniquement des cavités d'endommagement. Ils pensent donc que ces « cleavage-like cracks » sont une conséquence de la rupture du matériau et non une des causes menant à cette rupture. Ici, les fractographies ont montré que les fissures de délaminage étaient clairement ductiles (Figure IV-8). Elles résultent probablement de la différence de déformabilité entre la ferrite δ (molle) et les zones FG (dures, cf. Chapitre II, Tableau II-7). Un cisaillement des interfaces entre ces deux régions microstructurales pourrait alors conduire à cette rupture ductile.

Deuxièmement, dans les zones FG, quelques cavités localisées aux interfaces ferrite/martensite sont visibles (Figure IV-14). Elles se situent sous la surface rompue, dans les 20 premiers micromètres. Ces cavités résultent de la décohésion progressive entre les deux phases de la région FG lors de la déformation. En effet, tant que localement la déformation n'est pas suffisamment

élevée pour que l'austénite retenue se transforme en martensite, les grains de ferrite α et d'austénite vont se déformer de façon similaire. Mais pour de plus grandes déformations, l'austénite retenue va se transformer en martensite. A ce stade, la martensite fraîche est enrichie en carbone et manganèse et a sans doute hérité des dislocations formées préalablement dans l'austénite pendant la déformation, elle est donc très dure. Même si la ferrite s'est également écrouie, il est légitime de penser que la martensite fraîche est plus dure que la ferrite écrouie. En conséquence, sa déformabilité est moindre que celle de la ferrite. Ce contraste de déformabilité explique que parfois une décohésion à l'interface ferrite/martensite va s'amorcer, conduisant à la formation des cavités observées. Ce second type d'endommagement est similaire à celui observé sur les aciers DP, toutefois, le nombre de cavités observés est nettement moins important [Daloz, 2007]. Choi *et al.* ont également observé ce second type d'endommagement aux interfaces ferrite/martensite [Choi, 2017]. Cependant, aucune micrographie avec une vue d'ensemble n'a été présentée et les auteurs n'ont pas mentionné la densité de cavités observées dans leur acier. Ce faible endommagement est confirmé par la très fine bande de localisation formée juste avant la rupture (quelques micromètres, cf. la flèche blanche sur la Figure IV-14-b)).

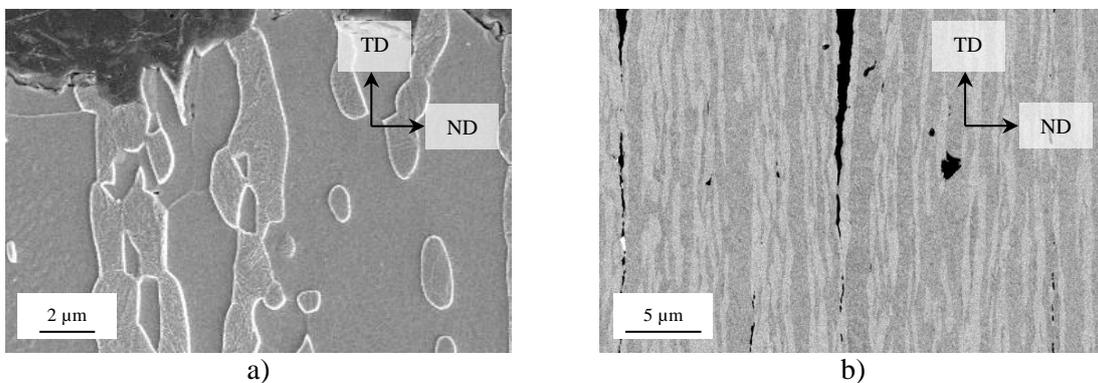


Figure IV-13 : Micrographie MEB, après attaque Nital, sur la nuance DT 900 a) martensite près de la surface rompue, pas d'endommagement, b) fissures longitudinales

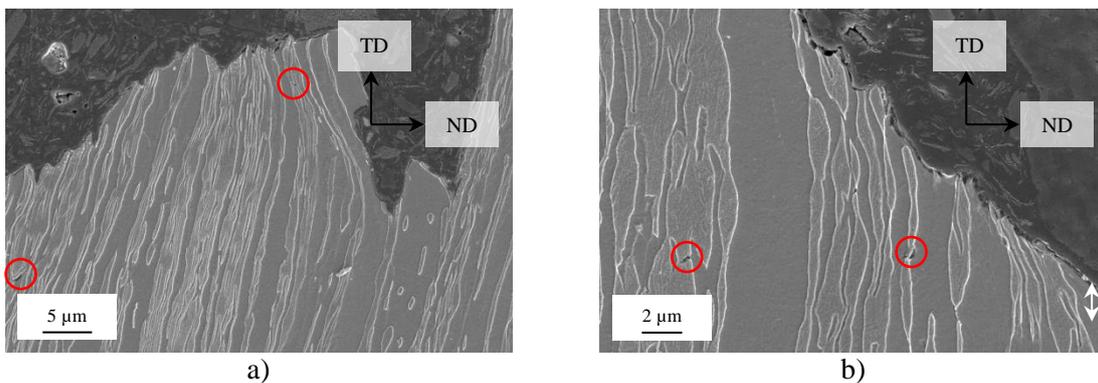


Figure IV-14 : Micrographies MEB, après attaque Nital, sur les nuances a) DT 850, b) DT 900 (cercle rouge : cavité, flèche blanche : fine bande de localisation)

1.4. Synthèse

L'étude des nuances DT 850 et DT 900 en traction uniaxiale et en déchirure ductile montre qu'elles présentent des propriétés mécaniques similaires. Ainsi, contrairement à la famille UFG, cette famille paraît peu sensible à la température de recuit. En traction simple, aucun effet TRIP généralisé n'est mis en évidence, signe de la très grande stabilité de l'austénite retenue issue du

recuit intercritique. En raison de la structure en bandes du matériau, une légère anisotropie est présente. Enfin, cette famille semble beaucoup moins propice à la localisation de la déformation (bande de Lüders et bandes PLC) que la famille UFG. Comparée à la famille UFG, la famille DT présente une meilleure résistance à la déchirure ductile, avec notamment une meilleure résistance à la propagation de la fissure.

L'étude des fractographies sur éprouvettes lisses et éprouvettes Kahn montre que la rupture des deux nuances est essentiellement ductile. Une sensibilité au clivage est toutefois constatée avec la présence de facettes de clivage de plusieurs dizaines de micromètres, associées à la ferrite δ . Cette sensibilité au clivage est principalement présente sur le DT 900. Enfin l'étude de l'endommagement sur éprouvettes lisses montre l'existence de martensite localement près de la surface rompue. Un très léger endommagement est observé dans les premières dizaines de micromètres sous la surface rompue et non dans tout le volume. Il se traduit soit par la présence de fissures longitudinales (associées au délaminage) aux interfaces entre les bandes de ferrite δ et les bandes FG ; soit par l'existence de cavités dans les zones FG aux interfaces ferrite- α /martensite, en raison de la différence de ductilité entre ces deux phases (décohésion interfaciale).

Même si aucune des deux nuances n'atteint la cible mécanique fixée ($R_m = 800$ MPa, $A_{ult} = 30\%$), elles en sont très proches (l'allongement uniforme est même atteint sur le DT 900), alors qu'aucun effet TRIP n'a eu lieu. Cela laisse penser que si on arrivait à déclencher un effet TRIP (en déstabilisant légèrement l'austénite), la cible mécanique serait alors aisément atteinte. De plus, par rapport à la famille UFG, la famille DT présente deux atouts importants pour une production industrielle : une faible sensibilité à la température de recuit et l'absence d'instabilités plastiques, ainsi qu'un inconvénient : la présence de clivage.

A partir de ce constat, il semble intéressant de faire des essais à plus basse température, d'une part pour déstabiliser l'austénite retenue et « forcer » l'apparition d'un effet TRIP, d'autre part pour mieux étudier la sensibilité au clivage des deux nuances de la famille DT et découvrir les mécanismes de rupture mis en jeu à plus basse température.

2. Comportement mécanique à basse température

Afin d'étudier le comportement élastoplastique et à rupture de la famille DT à basse température, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés sur la nuance DT 850 à -20 et -50 °C ainsi que sur la nuance DT 900, à -50 °C. A ces trois essais s'ajoutent deux essais supplémentaires sur le DT 900 (nuance pour laquelle il semble le plus facile de déstabiliser l'austénite retenue), visant à étudier la stabilité thermodynamique de l'austénite retenue :

- essai 1 : immersion pendant 15 min d'une éprouvette lisse dans un bain d'azote liquide et d'éthanol à -60 °C puis rupture de l'éprouvette en traction uniaxiale à température ambiante (appelé DT 900 L -60/Tamb)

- essai 2 : immersion pendant 15 min d'une éprouvette lisse dans un bain d'azote liquide à -196 °C puis rupture de l'éprouvette en traction uniaxiale à température ambiante (appelé DT 900 L -196/Tamb)

Au total, cinq éprouvettes ont donc été testées. Tous les essais ont été réalisés à $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour permettre une comparaison pertinente avec les essais à température ambiante. Aucun essai n'a été doublé afin d'économiser la matière disponible.

2.1. Résultats mécaniques

Les résultats de ces différents essais sont présentés sur la Figure IV-15 et les caractéristiques mécaniques associées dans le Tableau IV-6.

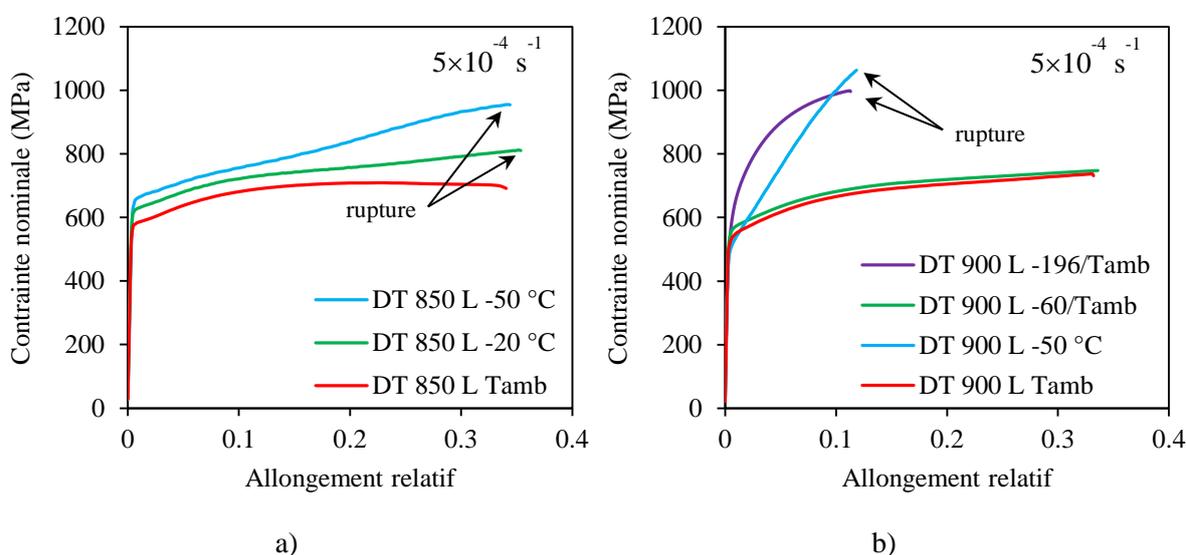


Figure IV-15 : Courbes contrainte nominale - allongement relatif en fonction de la température d'essai sur les nuances a) DT 850, b) DT 900 (éprouvettes prélevées dans le sens RD)

	R_{p0,2} (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{ult} (%)
DT 850 L -50 °C	650	955	34	34
DT 850 L -20 °C	625	810	35	35
<i>DT 850 L Tamb</i>	570	715	23	34
DT 900 L -196/ Tamb	470	1000	11	11
DT 900 L -60/Tamb	560	760	33	33
DT 900 L -50	470	1065	12	12
<i>DT 900 L Tamb</i>	520	745	32	33
Cible	-	800	30	-

Tableau IV-6 : Evolution des caractéristiques mécaniques en traction uniaxiale (en vert : cible mécanique atteinte, en orange : proche de la cible mécanique, en rouge : cible mécanique non atteinte ; les caractéristiques mécaniques de chaque nuance à température ambiante sont rappelées en italique)

Alors qu'à température ambiante, le DT 850 et le DT 900 avaient des comportements mécaniques proches, les deux nuances présentent de fortes différences quand elles sont sollicitées à de plus basses températures.

Sur le DT 850, que ce soit à -20 ou -50 °C, l'allure de la courbe contrainte-déformation est une « amélioration » de celle obtenue à température ambiante : les caractéristiques mécaniques sont meilleures (augmentation du R_m de 200 MPa sans perte de ductilité, la cible mécanique est atteinte dans les deux cas). L'allure de la courbe ressemble fortement à celle obtenue par Lee *et al.* à température ambiante, même si leur medium Mn est différent (présence de silicium et de carbures de vanadium, cf. Chapitre I Figure I-20) [Lee, 2013-b]. L'augmentation de la capacité d'écrouissage avec la diminution de la température d'essai s'explique par la plus forte déstabilisation de l'austénite retenue. L'austénite va ainsi se transformer plus facilement en martensite pendant la déformation par effet TRIP.

Sur le DT 900 sollicité à -50 °C, le très fort écrouissage et la chute de l'allongement à rupture (seulement 11%) montrent qu'ici l'austénite est très fortement déstabilisée. Alors que sur le DT 850 sollicité à -50 °C, la déstabilisation de cette austénite se faisait progressivement, sur le DT 900 sollicité à -50 °C, la cinétique de transformation de l'austénite en martensite par effet TRIP est très rapide et explique l'allure générale de la courbe. Cela est confirmé par des mesures DRX, réalisées avec une source K α de cobalt sur chaque nuance à 1 cm de la zone rompue, qui donnent une fraction volumique d'austénite retenue de 7%, soit une transformation des trois-quarts de l'austénite retenue présente initialement, pour une déformation finale de 12%. La diminution du R_{p0,2} à -50 °C (470 MPa contre 520 MPa à température ambiante) est inhabituelle. Comme pour l'UFG 760 bis, elle pourrait être due à un effet SAM. La plus faible stabilité de l'austénite retenue du DT 900 par rapport à celle du DT 850 pourrait s'expliquer par la plus grande taille des grains austénitiques dans le DT 900 (cf. Chapitre II, Figure II-5-a) et b)). Une autre raison pourrait être une différence de chimie des grains d'austénite retenue (moins d'éléments γ -gènes dans l'austénite

du DT 900 par exemple), mais comme évoqué dans le Chapitre II, il n'a pas été possible de la déterminer précisément.

Concernant les deux essais supplémentaires sur le DT 900, l'essai 1 (immersion à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ puis essai à température ambiante) donne la même courbe contrainte-déformation que pour un essai effectué directement à température ambiante. L'essai 2 (immersion à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ puis essai à température ambiante) révèle un fort écrouissage et une forte résistance, accompagnés d'une chute de la ductilité. La Figure IV-16 montre une micrographie après attaque Nital de la zone FG d'un échantillon DT 900 immergé dans de l'azote liquide. La martensite γ est clairement visible, toutefois de l'austénite résiduelle est encore observée, signe de sa grande stabilité thermique. Ces deux essais révèlent ainsi qu'à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'austénite est thermiquement stable. Son point M_s est donc compris entre -60 et $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ et son point M_f est inférieur à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ainsi, dans le cas de l'essai réalisé à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, la transformation de l'austénite retenue en martensite est uniquement assistée par la sollicitation mécanique.

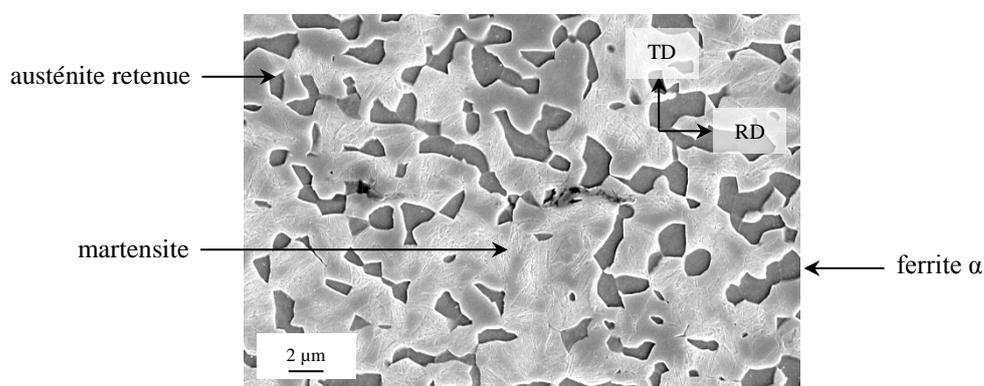


Figure IV-16 : Microstructure observée au MEB-FEG, après attaque Nital, sur la nuance DT 900 immergée pendant 30 min dans l'azote liquide (ferrite α : gris sombre, austénite retenue : gris, martensite : aiguilles en gris clair, échantillon non déformé)

2.2. Analyse physique de la rupture à basse température

Dans la section 1.3. de ce chapitre (analyse physique de la rupture à température ambiante), les faciès de rupture avaient été présentés avant les résultats sur l'endommagement. Ici, le choix a été fait de présenter en premier l'endommagement car il aidera ensuite à l'interprétation des fractographies.

2.2.1. Etude de l'endommagement

Cette étude a été réalisée sur un MEB-FEG FEI Nova NanoSEM 450.

Que ce soit pour l'essai à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou l'essai à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'endommagement de la nuance DT 850 est minime, similaire à celui observé après les essais à température ambiante (Figure IV-17).

En revanche, l'étendue de l'endommagement sur le DT 900 est totalement différente de celle à température ambiante. En effet, macroscopiquement de grandes fissures parallèles à la surface rompue sont mises en évidence (Figure IV-18-a)). Elles semblent se former dans la ferrite δ , avant de se propager dans les zones FG pour rejoindre une autre fissure formée dans une autre bande de ferrite δ (Figure IV-18-b) et c)). Ces grandes fissures pourraient donc correspondre à des fissures de clivage secondaires n'ayant pas conduit à la rupture du matériau. A ces larges fissures s'ajoutent, comme à température ambiante mais en plus grand nombre, la présence de cavités, dans les zones FG, aux interfaces ferrite/martensite ou dans les bandes de martensite, ex-bandes

austénitiques (Figure IV-19). Comme pour la famille UFG, cette décohésion interfaciale est liée à la différence de comportement mécanique entre la ferrite et la martensite fraîche. Aucune fissure longitudinale n'est observée sur le DT 900 rompu à -50 °C, signe de l'absence de délaminage (Figure IV-21-c)). A température ambiante, ce délaminage résultait de la séparation des interfaces entre la ferrite δ et les zones FG et était en compétition avec la décohésion interfaciale ferrite α /martensite fraîche (formée pour des niveaux de déformation élevés). A -50 °C, comme l'austénite retenue est moins stable, elle va se transformer en martensite pour de plus bas niveaux de déformation. Ainsi, on déforme plus tôt des zones FG ferrite α /martensite fraîche. Comme on est à plus faible déformation, la ferrite α n'est pas encore très écrouie et le contraste mécanique entre celle-ci et la martensite fraîche est donc plus important. La décohésion interfaciale serait alors favorisée, aux dépens du délaminage entre les bandes de ferrite δ et les zones FG. A -50 °C, la nuance DT 900 se rapproche en cela de l'endommagement d'un acier DP780 (plus bas Rm), de par le type d'endommagement et la densité en nombre de cavités [Dalloz, 2007].

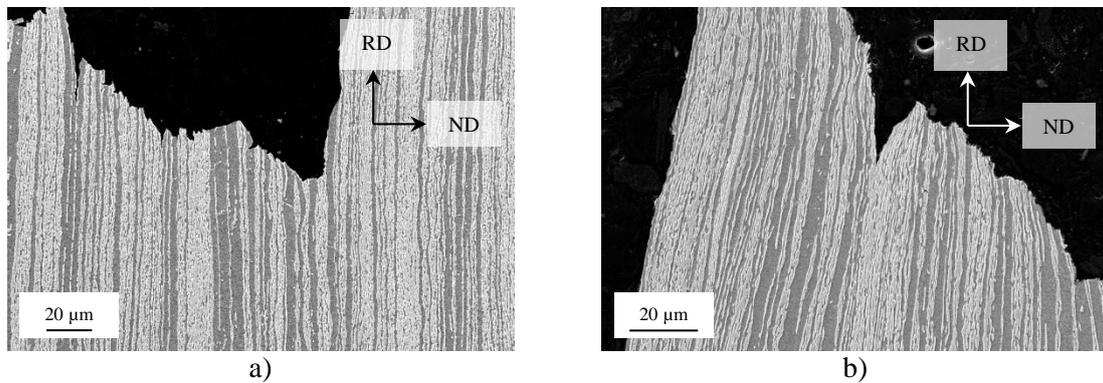


Figure IV-17 : Micrographies MEB sur la nuance DT 850 a) rupture à -50 °C, b) rupture à -20 °C

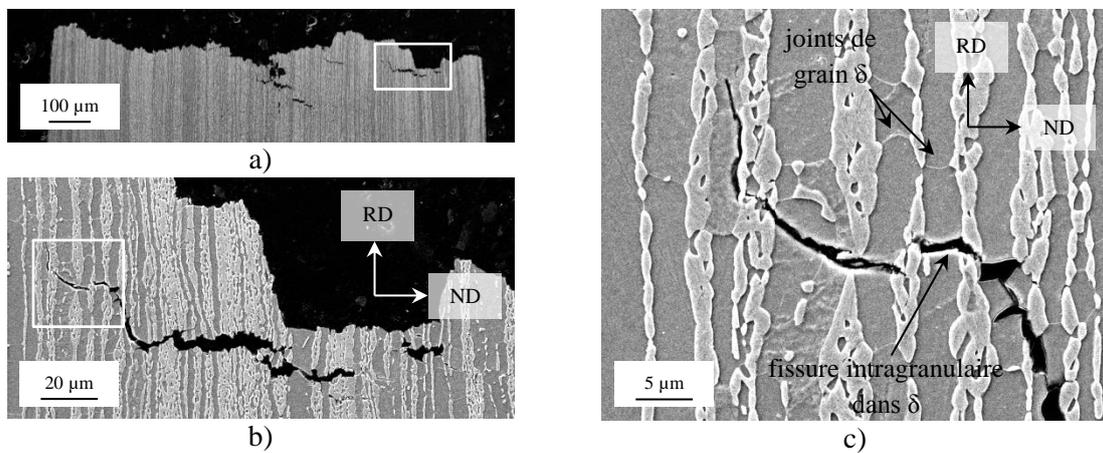


Figure IV-18 : Micrographies MEB sur la nuance DT 900 rompue à -50 °C a) vue générale, b) et c) mise en évidence des larges fissures de clivage

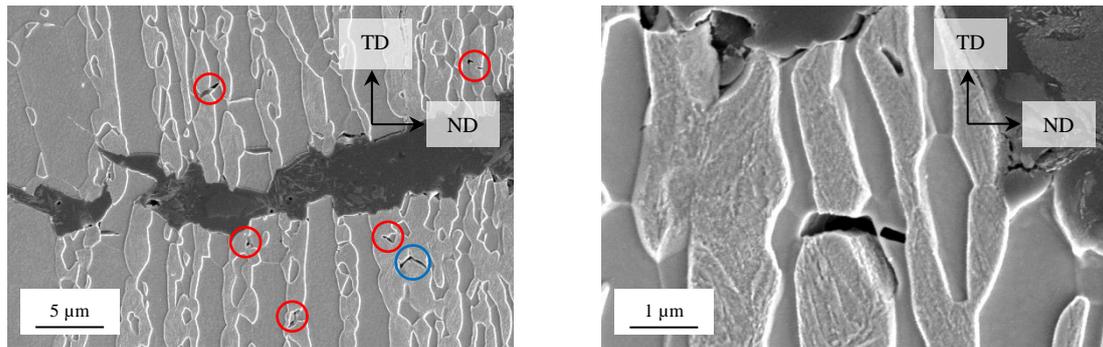


Figure IV-19 : Micrographies MEB sur la nuance DT 900 rompue à -50 °C a) cercle rouge : cavités aux interfaces ferrite/martensite, cercle bleu : cavité dans la martensite, b) cavité dans une bande de martensite et petite fissure de clivage dans la ferrite

2.2.2. Etude des faciès de rupture

2.2.2.a. Observations à l'échelle macroscopique

L'observation directement à l'œil des faciès de rupture montre une rupture plate pour les cinq éprouvettes, exceptée celle du DT 850 rompue à -20 °C, où la rupture est en slant.

Les éprouvettes ont ensuite été observées sur un MEB LEO 1450 VP. Macroscopiquement, du délaminage est toujours observé sur la nuance DT 850 que ce soit après sollicitation à -20 ou -50 °C, mais le nombre de fissures est moins important et leurs profondeurs plus faibles qu'à température ambiante (Figure IV-20-a) et b)). Les fissures de délaminage partent toujours des extrémités pour se rejoindre à mi largeur de l'éprouvette. A l'inverse, sur le DT 900 rompue à -50 °C, plus aucun délaminage n'apparaît (Figure IV-20-c)). Cela est cohérent avec l'étude de l'endommagement, puisque sur le DT 900 rompue à -50 °C aucune fissure longitudinale n'a été observée.

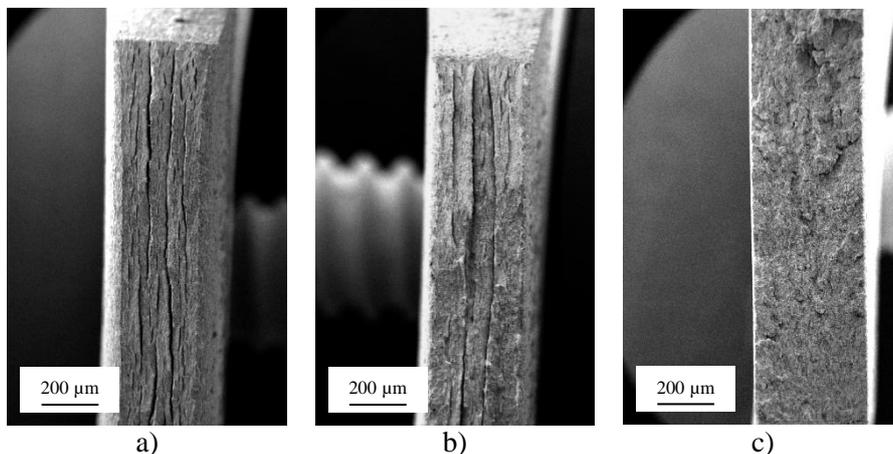


Figure IV-20 : Faciès de rupture sur éprouvettes lisses, observés au MEB, sur les nuances a) DT 850 rompue à -20 °C, b) DT 850 rompue à -50 °C, c) DT 900 rompue à -50 °C

2.2.2.b. Observations à l'échelle microscopique

A plus fort grandissement, sur le DT 850 rompue à -20 °C, la rupture est majoritairement ductile mais quelques facettes de clivage sont observées (Figure IV-21-a)) en quantité similaire au cas du DT 900 rompue à température ambiante. A -50 °C, le nombre de facettes de clivage augmente encore, ce qui paraît logique puisque la température d'essai a diminué. Malgré tout, la rupture est toujours principalement ductile (Figure IV-21-b)). En revanche, le DT 900 rompue à -50 °C ne présente plus aucune trace de rupture ductile, mais un comportement complètement fragile (Figure IV-21-c)). Sur cette éprouvette, deux types de rupture sont observés. Le premier

correspond à des facettes de clivage de l'ordre de la dizaine de micromètres (comme à température ambiante), vraisemblablement associées aux grains de ferrite δ . Le second mode de rupture se caractérise par des facettes lisses, sans « rivière de clivage ». Ces facettes ont une taille de 1 ou 2 micromètres, c'est-à-dire la même taille que les grains des zones FG. Ce second mode de rupture est donc associé aux régions FG. Il pourrait s'agir de rupture interfaciale (entre la ferrite α et la martensite fraîche) ou de rupture intergranulaire (entre les ex-joints austénitiques ou entre les joints de grains de ferrite α). Dans la sous-section précédente (2.2.1.), il a été montré que l'endommagement dans les zones FG résultait de la décohésion interfaciale. La rupture est donc, *a priori*, interfaciale dans les zones FG, sur le DT 900 rompu à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Enfin, l'analyse de l'éprouvette rompue à température ambiante après immersion dans l'azote liquide (essai 2) montre des facettes de clivage associées à la rupture des grains de ferrite δ (Figure IV-21-d)). En revanche, pour les régions FG, la forme des cupules (ductile mais avec des facettes interfaciales au fond des cupules) montre qu'elles se sont formées par une microfissure interfaciale puis ont évolué vers une rupture ductile. La rupture est donc mixte dans ces régions.

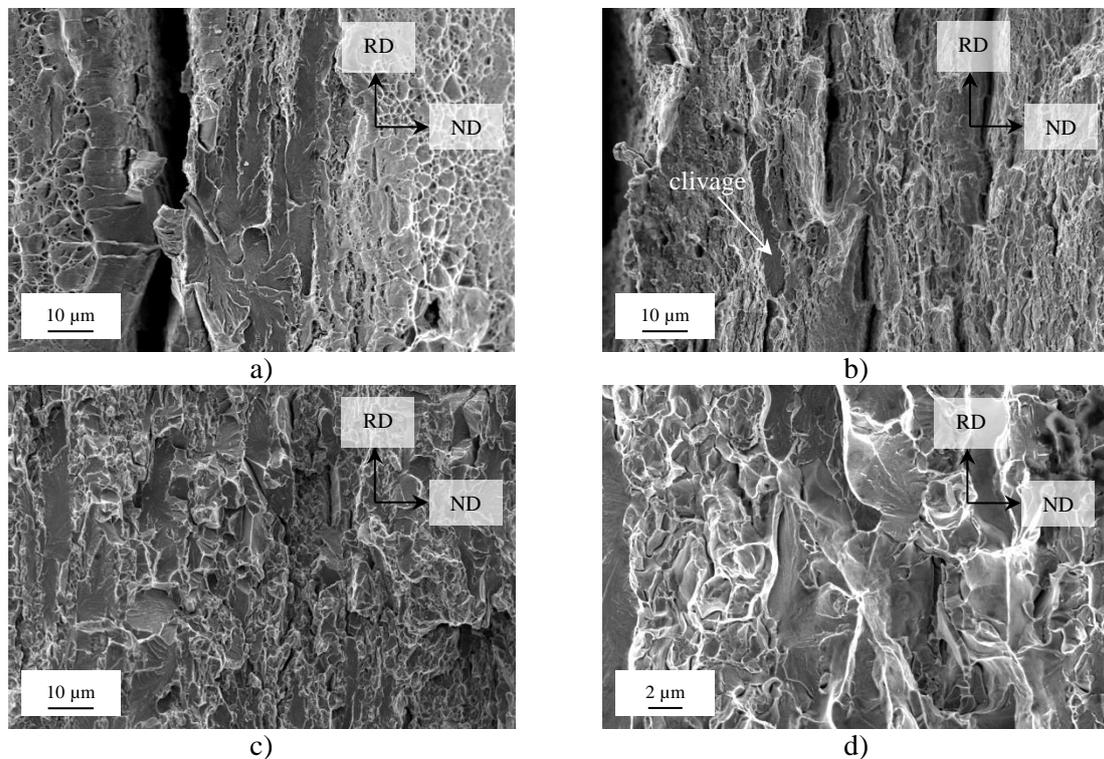


Figure IV-21 : Faciès de rupture sur éprouvettes lisses (prélevées dans le sens TD), observés au MEB, sur les nuances a) DT 850 rompue à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) DT 850 rompue à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) DT 900 rompue à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, d) DT 900 rompue à température ambiante après immersion dans l'azote liquide

2.2.3. Potentielles origines du clivage dans la ferrite δ

Que ce soit sur le DT 850 ou le DT 900 et peu importe la température d'essai, il n'a pas été observé de facette de clivage avec une taille de l'ordre du micromètre (taille d'un grain de ferrite α dans les régions FG). Cela implique que le clivage n'est associé qu'à la ferrite δ . Ce résultat n'est pas du tout intuitif. En effet, les mesures de microdureté Vickers à température ambiante ont montré que la ferrite δ était plus molle que les régions FG (Chapitre II, Tableau II-7). Elle devrait donc se déformer plus facilement. La contrainte subie par les grains de ferrite δ devrait être alors inférieure à la contrainte macroscopique. Or, à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, la contrainte vraie macroscopique à rupture est de 1190 MPa pour le DT 900, ce qui implique que la contrainte critique de clivage de la ferrite δ serait inférieure ou égale à 1190 MPa. C'est une valeur très faible, puisque la contrainte

critique de clivage est par exemple autour de 2000 MPa dans un acier ferrito-bainitique [Tankoua, 2014]. Pour étudier l'état de déformation dans la ferrite δ du DT 900 rompu à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, des cartographies EBSD ont été réalisées, dans le plan RD/ND, chez ArcelorMittal, sur un MEB-FEG JEOL 7001 F sous une tension d'accélération de 10 kV, avec une inclinaison de 70° et divers pas (précisés dans les légendes des cartographies respectives). Les échantillons ont préalablement été polis à l'OPU (silice colloïdale, pH de 9,8). La correction de la cartographie brute a été réalisée de manière automatique en retirant les « wild peaks » puis en retirant les 0 solutions en itérant aux six premiers voisins. Sur la cartographie de la Figure IV-22, la texture cube tourné est clairement illustrée (ce que confirme une cartographie IPF selon ND, non reproduite ici). Cette texture est caractéristique des aciers ferritiques laminés et indiquerait donc que la ferrite δ n'a pas recristallisé au cours du recuit intercritique. De plus, de fortes rotations cristallines locales sont clairement observables (cadres blancs sur la Figure IV-22-b), traduisant une accumulation des dislocations géométriquement nécessaires dans ces zones et donc une incompatibilité de déformation entre les grains de ferrite δ adjacents. La Figure IV-23 montre une cartographie autour d'une fissure intragranulaire de clivage. Une macule dans la ferrite δ est observée (Figure IV-23-c)), confirmée par la désorientation relative de 60° par rapport à un axe $\langle 111 \rangle$; cela montre qu'à cet endroit les dislocations ne peuvent même plus se déplacer facilement et que le maclage mécanique est activé.

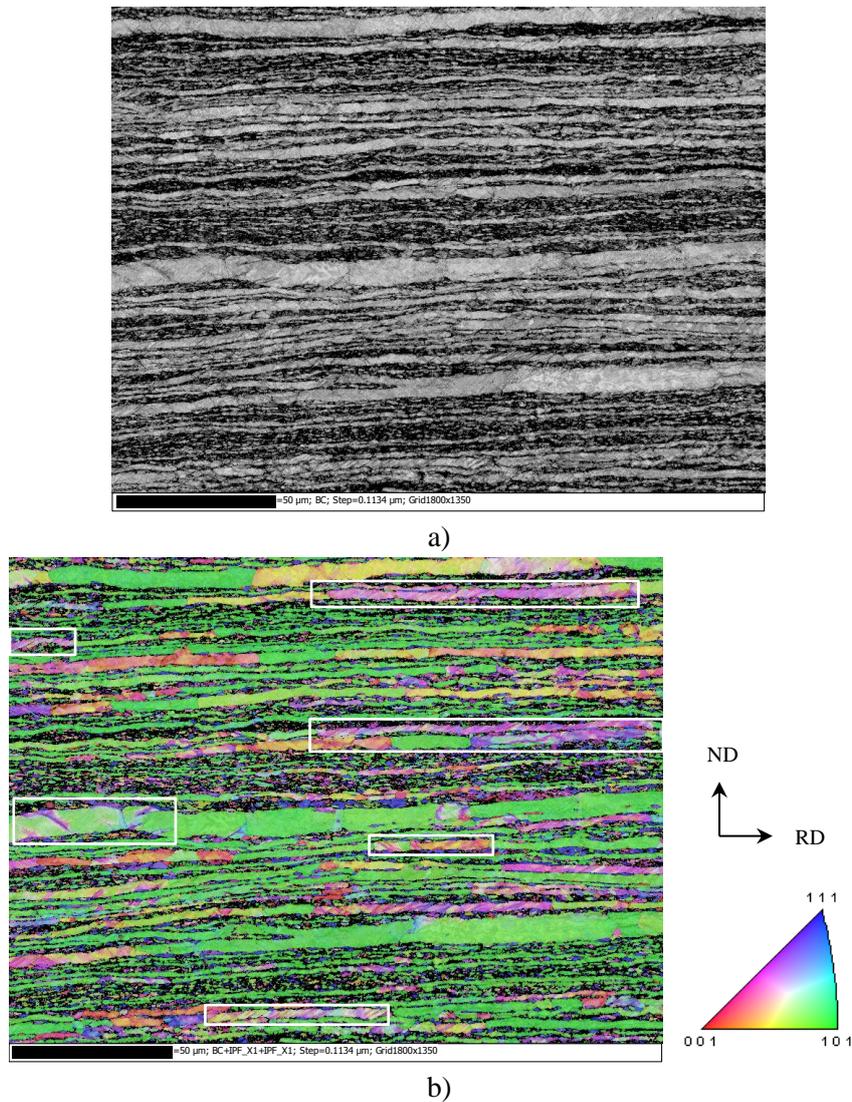
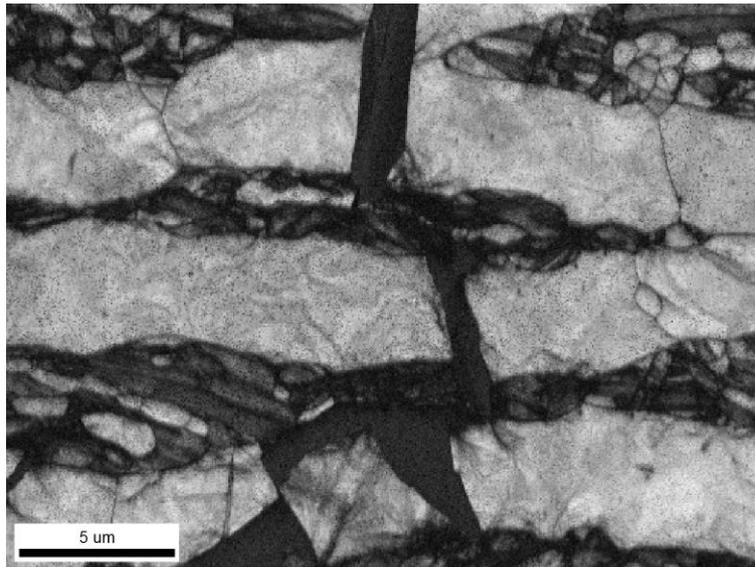
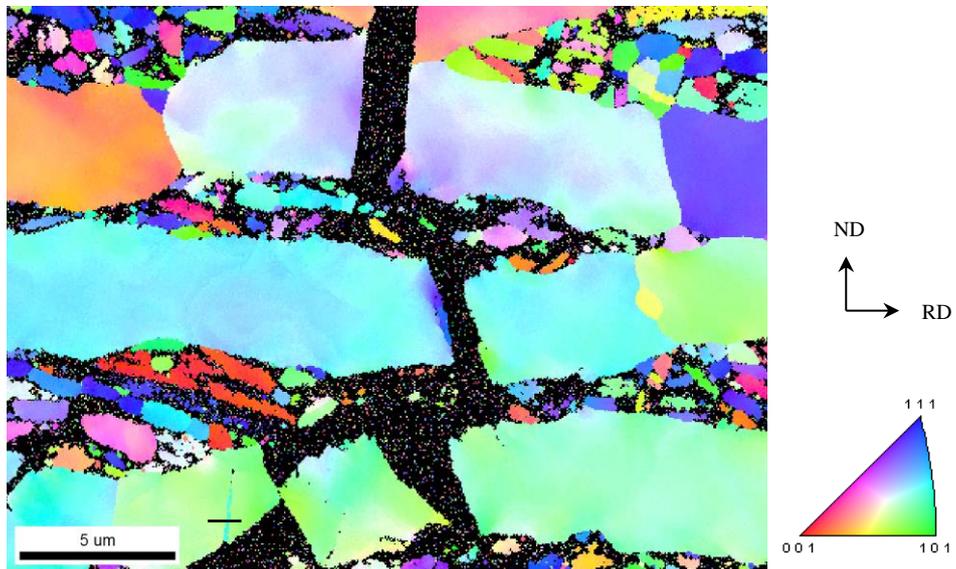


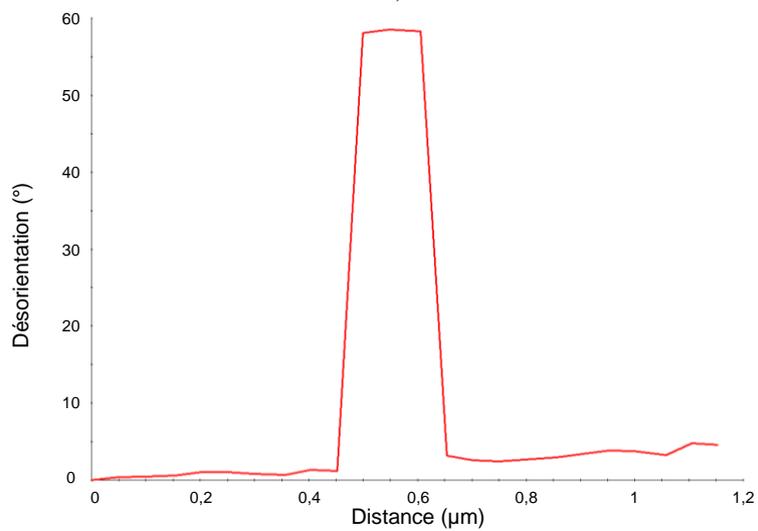
Figure IV-22 : Cartographie EBSD dans le plan RD/ND sur le DT 900 rompu à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, pas de 113 nm, a) image en indice de qualité, b) IPF suivant la direction de sollicitation superposée à l'image en indice de qualité (cadre blanc : zone avec de fortes rotations cristallines)



a)



b)



c)

Figure IV-23 : Cartographie EBSD dans le plan RD/ND sur le DT 900 rompu à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, pas de 49 nm, a) image en indice de qualité, b) IPF suivant la direction de sollicitation, c) profil de désorientation suivant le trait noir horizontal de b) (en bas, à droite de l'échelle dans b)) mettant en évidence de l'existence d'une macule dans la ferrite δ

Ces deux cartographies montrent qu'à -50 °C , la ferrite δ peut être localement difficilement déformable et que le glissement des dislocations – quand il a lieu – est très localisé. La répartition des contraintes entre la ferrite δ et les zones FG en serait alors modifiée. Ainsi, les grains de ferrite δ pourraient être soumis à une contrainte locale éventuellement supérieure à la contrainte macroscopique. Les contraintes critiques de clivage pourraient donc être localement atteintes, permettant au clivage de se déclencher dans ces grains.

Une approche micromécanique serait intéressante pour vérifier cette hypothèse. Elle passerait par une étude séparée des régions FG et des régions de ferrite δ , à l'aide de deux matériaux modèles (on pense alors, en première approche, aux nuances de la famille UFG comme matériau modèle des régions FG, puisqu'elles partagent des points communs avec les zones FG de la famille DT). Il serait ainsi possible d'accéder au comportement mécanique de chacun des constituants. Ces résultats seraient finalement incorporés dans un modèle micromécanique tenant compte de la distribution spatiale de ces deux constituants. Il serait ainsi possible de connaître la répartition des contraintes et des déformations entre les deux phases.

L'essai sur l'éprouvette DT 900 L -196/Tamb suggère également que la modification du comportement des zones FG (via le passage à -196 °C et la transformation partielle de l'austénite retenue en martensite) participe au déclenchement du clivage de la ferrite δ à température ambiante. Cela va à nouveau dans le sens d'un clivage lié à la répartition des contraintes entre la ferrite δ et les régions FG et plaide donc en faveur d'une approche micromécanique pour mieux comprendre ce phénomène.

2.2.4. Modes de rupture des nuances de la famille DT

Cette étude a mis en évidence le comportement fragile de la famille DT à plus basse température. Cette fragilité, atteinte dès -50 °C pour le DT 900, semble nouvelle par rapport aux informations disponibles dans la littérature, où il avait été uniquement évoqué une sorte de délaminage par clivage de la ferrite δ à température ambiante ([Choi, 2017]).

De plus, l'étude du DT 900 rompu à -50 °C montre qu'il existe deux modes de rupture fragile sur ce matériau, à cette température : une rupture par clivage dans les grains de ferrite δ et une rupture interfaciale dans les zones FG. Chaque région microstructurale présente donc ses propres mécanismes de rupture. Les régions à gros grains de ferrite δ ont une transition depuis une rupture par clivage à basse température vers une rupture ductile à grandes cupules à plus haute température. Pour les régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$, une transition depuis une rupture interfaciale vers une rupture ductile est observée. Sur le DT 850 rompu à -50 °C , un mélange de clivage et de petites cupules ductiles est observé. Cela signifie que les grains de ferrite δ ont déjà un comportement fragile alors que les grains des régions FG ont encore un comportement ductile. Ce constat, associé aux résultats de l'éprouvette DT 900 L -196/Tamb, montre que la température de transition ductile/fragile de la région à gros grains de ferrite δ dépend également du comportement des zones FG. Les températures de transition ductile/fragile de chaque région microstructurale sont donc liées par le couplage mécanique entre ces zones au sein du même matériau.

Dans les grains de ferrite δ , la transition ductile/fragile est liée à la sensibilité de la ferrite δ au clivage. Dans les régions FG, cette transition est liée à la stabilité de l'austénite. Tant que l'austénite est stable et que peu de martensite est formée, la rupture sera ductile car ce seront principalement des grains de ferrite et d'austénite qui interviendront dans l'amorçage de la rupture. A l'inverse, quand l'austénite est trop instable, sa transformation en martensite va entraîner des décohésions interfaciales, pendant la déformation, qui mèneront à une rupture interfaciale. L'essai réalisé à température ambiante, après immersion de l'éprouvette dans l'azote liquide (essai 2), confirme ce raisonnement. En effet, la rupture est mixte (Figure IV-21-d)) et la métallographie associée montre que toute l'austénite ne s'est pas transformée en martensite (Figure IV-16).

2.3. Synthèse

L'objectif des essais à basse température était d'approfondir, d'une part, le comportement mécanique de la famille DT en explorant l'évolution de la stabilité de l'austénite retenue dans les régions FG, en fonction de la température d'essai, d'autre part d'étudier les mécanismes de rupture.

L'austénite retenue dans le DT 850 et le DT 900 est thermodynamiquement très stable. A température ambiante, elle peut subir un effet TRIP très localisé, dans les 20 premiers micromètres sous la surface rompue en raison des fortes sollicitations locales (Figure IV-13-a)). A -50 °C , l'austénite retenue est toujours stable thermiquement, mais elle ne l'est plus mécaniquement et peut se transformer partiellement par effet TRIP en martensite. L'effet TRIP est plus précoce sur le DT 900, signe d'une plus grande instabilité de son austénite retenue. Une des raisons pourrait être la plus grande taille des grains austénitiques dans le DT 900. Enfin, à -196 °C , l'essai 2 sur le DT 900 montre que l'austénite retenue est thermodynamiquement instable et se transforme spontanément en martensite. Toutefois cette transformation n'est que partielle et le point M_f est inférieur à -196 °C .

L'observation des fractographies et l'étude de l'endommagement ont montré que chacune des deux régions microstructurales possédait ses propres mécanismes de rupture et sa propre température de transition ductile/fragile. Dans la ferrite δ , une transition depuis une rupture par clivage vers une rupture ductile se manifeste. Elle dépend de la sensibilité des grains de ferrite δ au clivage. Dans les régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$, une transition depuis une rupture interfaciale vers une rupture ductile est observée. Elle dépend de la stabilité des grains d'austénite retenue, de façon similaire aux observations réalisées sur les nuances UFG 740, 760 bis et 760. Deux raisons semblent expliquer le clivage dans la ferrite δ . D'une part, les analyses EBSD ont montré qu'à basse température, certains grains de ferrite pouvaient être difficilement déformables, entraînant sans doute une augmentation de la contrainte locale, celle-ci pouvant dépasser la contrainte critique de clivage et donc déclencher le clivage. D'autre part, l'essai sur le DT 900 L -196/Tamb semble montrer que le déclenchement du clivage dépend également de la répartition des contraintes et des déformations entre les zones FG (la transformation partielle de l'austénite en martensite à -196 °C a mené au clivage de la ferrite δ à température ambiante).

La cible mécanique a pu être atteinte pour les deux nuances à -50 °C (ainsi qu'à -20 °C pour le DT 850) grâce au déclenchement de l'effet TRIP. Il semble donc souhaitable d'avoir un effet TRIP à température ambiante, peut-être via une modification contrôlée de la chimie permettant de déstabiliser correctement l'austénite (plusieurs d'articles évoquent des aciers avec une teneur autour de 1,5% de silicium en masse [Lee, 2013-b], [Choi, 2017]). Toutefois, la présence d'un effet TRIP semble également favoriser la rupture fragile.

Il semble désormais intéressant d'étudier plus en détail les différents modes de rupture, leur domaine de température associé. Dans ce contexte, l'essai Charpy présente le double avantage de permettre d'estimer les différentes températures de transition et de se rapprocher des conditions de crash, il sera développé dans la section suivante.

3. Comportement à rupture sous sollicitations dynamiques : étude de la résilience

La section 2 a mis en évidence l'existence de modes de rupture propres à chaque région microstructurale. Les essais Charpy abordés ici ont pour objectif d'estimer d'une part la température de transition ductile/fragile de chaque région, par observation des faciès de rupture, d'autre part une température globale de transition ductile/fragile, déterminée à l'aide des énergies surfaciques absorbées, permettant de déterminer *in fine* quelle région microstructurale contrôle la rupture globale du matériau.

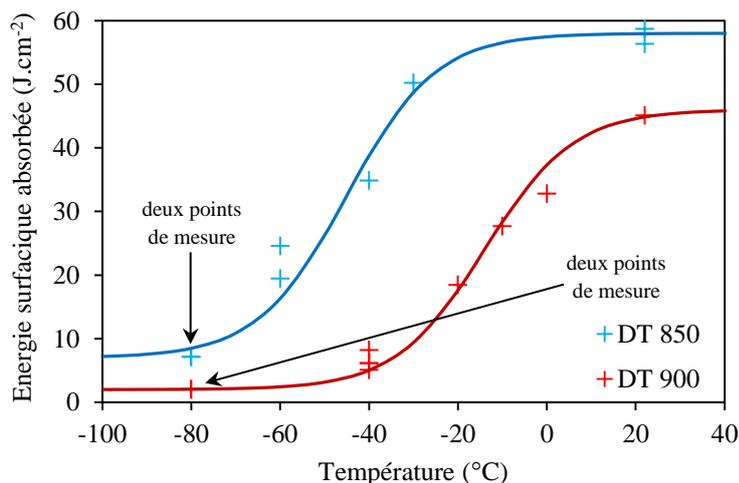
3.1. Résultats expérimentaux

Les énergies surfaciques absorbées ainsi que les faciès aux échelles macroscopique (observation à l'œil nu) et microscopique (observation au MEB-FEG) sont synthétisés dans le Tableau IV-7. Contrairement aux essais Charpy réalisés sur la nuance UFG 760 bis de la famille DT, ici les éprouvettes n'ont pas été soudées entre elles, raison pour laquelle certaines éprouvettes ont flambé (notamment sur le DT 850) quand la température n'était pas suffisamment basse. En contrepartie, l'énergie absorbée par éprouvette était directement accessible. Elle est présentée sur la Figure IV-24 en fonction de la température.

	T_{essai} (°C)	Energie surfacique absorbée (J.cm ⁻²)	Type de rupture (macroscopique)	Mécanismes de rupture (microscopique)
DT 850 C RD10	-80	7	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 850 C RD11	-80	7	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 850 C RD8	-60	25	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 850 C RD9	-60	19	plate	mixte (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 850 C RD6	-40	35	slant	ductile
DT 850 C RD7	-40	<i>non rompue</i>		
DT 850 C RD4	-30	<i>non rompue</i>		
DT 850 C RD5	-30	50	slant	ductile

	T_{essai} (°C)	Energie surfaccique absorbée (J.cm ⁻²)	Type de rupture (macroscopique)	Mécanismes de rupture (microscopique)
DT 850 C RD3	-20	<i>non rompue</i>		
DT 850 C RD2	0	<i>non rompue</i>		
DT 850 C RD1	22	<i>non rompue</i>		
DT 850 C RD12	22	59	slant	ductile
DT 850 C RD13	22	56	slant	ductile
DT 900 C RD3	-80	2	plate	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD4	-80	2	plate	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD5	-40	5	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD6	-40	8	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD7	-40	6	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD8	-40	6	plate + délaminage	interfacial (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD9	-20	18	plate + délaminage	ductile (FG) + facettes de clivage (δ)
DT 900 C RD10	-10	28	plate + délaminage	ductile
DT 900 C RD11	0	33	slant	ductile
DT 900 C RD1	22	45	slant	ductile
DT 900 C RD2	22	<i>non rompue</i>		
DT 900 C RD13	22	52	slant	ductile

Tableau IV-7: Résultats des essais de résilience Charpy et faciès de rupture associés sur les nuances DT 850 et DT 900 (les éprouvettes non rompues ont flambé)



	DT 850	DT 900
A	32,5 J.cm ⁻²	24 J.cm ⁻²
B	25,5 J.cm ⁻²	22 J.cm ⁻²
T_T	-45 °C	-13 °C
C	20 °C	20 °C

Figure IV-24 : Evolution de l'énergie surfacique absorbée lors d'essais de résilience Charpy sur les nuances DT 850 et DT 900, modélisation à l'aide d'une loi en tanh ($E_{abs} = A + B \tanh\left(\frac{T-T_T}{C}\right)$) dont les paramètres sont donnés dans le tableau à droite

3.2. Interprétation

Les essais Charpy confirment les résultats observés sur les éprouvettes lisses : le comportement fragile du DT 900 se manifeste pour des températures plus élevées que pour le DT 850. Il présente des plateaux fragile et ductile inférieurs à ceux du DT 850. Le lissage à l'aide de la loi en tangente hyperbolique semble pertinent puisqu'il est très proche des points expérimentaux, notamment dans le domaine de transition (malgré le nombre limité d'essais réalisés du fait de la faible quantité de matière disponible). Il donne une température de transition ductile/fragile globale de -45 °C pour le DT 850 et de -13 °C pour le DT 900 (Figure IV-24).

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes Charpy confirme les différents modes de rupture associés à chaque région microstructurale et qui avaient déjà été décrits à partir des observations sur éprouvettes lisses. La transition depuis une rupture interfaciale vers une rupture ductile dans les régions FG se fait progressivement. En effet, sur les quatre éprouvettes DT 900 rompues à -40 °C, la rupture est totalement interfaciale dans les zones FG, alors que sur l'éprouvette rompue à -20 °C, la rupture se traduit par des cupules ductiles avec des facettes au fond de ces cupules dans les régions FG (Figure IV-25). A -20 °C, la rupture s'est amorcée par microfissuration aux interfaces ferrite/martensite, ces microfissures se sont propagées puis se sont émoussées pour conduire à une rupture finale ductile (Figure IV-25-a)). Quand la température d'essai diminue, l'émoussement a lieu pour des distances de propagation interfaciale plus longues, jusqu'à ce que finalement la fissure ne s'émousse plus et que la rupture soit totalement interfaciale, comme à -80 °C. Ce mécanisme de rupture fragile des zones FG est identique à celui observé sur les nuances UFG (cf. Chapitre III, section 3.2.). La transition ductile/fragile des régions FG se situe donc entre -40 et -20 °C. Cette transition est similaire sur le DT 850, à ceci près que la température de transition a été estimée autour de -60 °C.

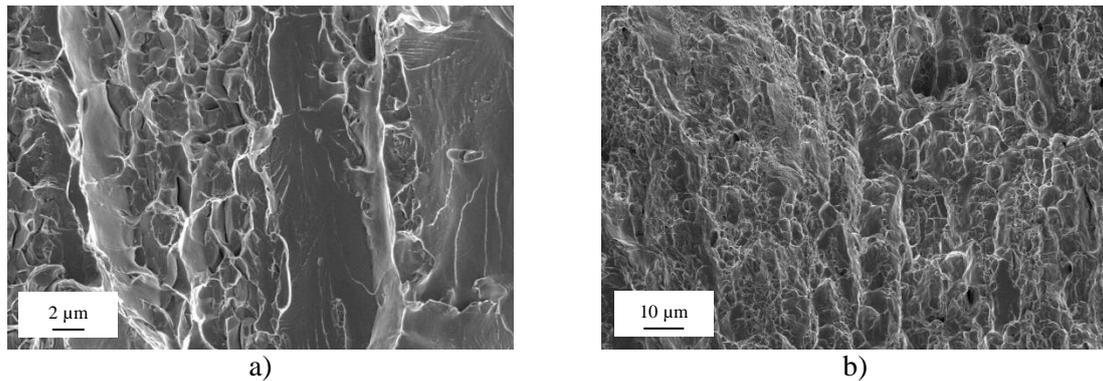


Figure IV-25 : Faciès de rupture sur éprouvettes Charpy, observés au MEB, sur la nuance DT 900 a) rupture interfaciale des régions FG à -40 °C, b) rupture ductile des régions FG à -20 °C

A l'inverse, la transition ductile/fragile des grains de ferrite δ est plus douce. Sur le DT 900, pour les éprouvettes rompues de 0 à -20 °C, un mélange de rupture fragile par clivage et de rupture ductile est observé, avec une augmentation de la fraction de facettes de clivage quand la température diminue (Figure IV-26-b) et c)). Ce n'est qu'à -40 °C et en dessous que la rupture des gros grains δ est totalement fragile (Figure IV-26-a)). La température de transition des grains de ferrite δ a donc été déterminée comme la température pour laquelle il y a à peu près autant de surfaces clivées que de surfaces ductiles (les cupules dans δ étant faciles à identifier du fait de leur grande taille, par rapport à elle des cupules des zones FG). Elle a été estimée respectivement à -40 °C et -20 °C pour le DT 900 et le DT 850.

Enfin, la Figure IV-26-d) montre qu'à température ambiante, la rupture du DT 900 est complètement ductile. Aucune facette de clivage n'a été observée, alors que sur les éprouvettes lisses du DT 900, quelques-unes étaient observées. Plusieurs raisons peuvent l'expliquer. Premièrement, la température autour de l'entaille de l'éprouvette Charpy peut localement atteindre jusqu'à 100 °C, au moment de l'impact [Tanguy, 2005]. Les atomes subissent alors une température supérieure à la température ambiante, affectant leur sensibilité au clivage. Une autre raison pourrait être un plus fort effet TRIP pour les essais Charpy en raison de l'augmentation de la tension hydrostatique du fait de la présence de l'entaille. Toutefois, cela est peu probable puisque cette augmentation signifie une augmentation de la triaxialité, or une plus forte triaxialité augmente le risque de rupture par clivage.

Le Tableau IV-8 résume les températures de transition ductile/fragile associées à chaque région microstructurale, ainsi que la température de transition globale. Il en ressort que pour les deux nuances, la température de transition des grains de ferrite δ est la plus proche de la température de transition ductile/fragile globale. En conséquence, dans le cas des éprouvettes Charpy, l'énergie à rupture semble être contrôlée par les grains de ferrite δ .

Enfin, comme pour les éprouvettes lisses, aucune facette de clivage de seulement quelques micromètres n'a été observée, même sur les éprouvettes Charpy rompues à -80 °C. Cela confirme que, dans les conditions d'étude, seule la ferrite δ est sensible au clivage.

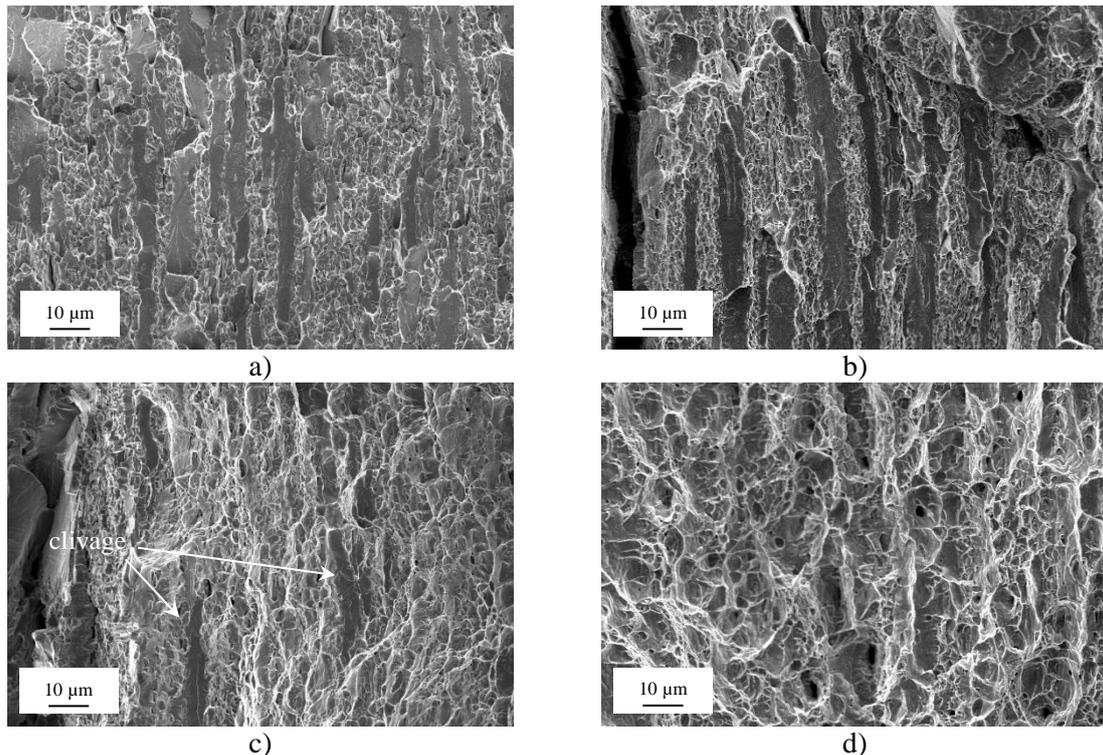


Figure IV-26 : Faciès de rupture sur éprouvettes Charpy, observés au MEB, sur la nuance DT 900 a) clivage des grains δ à -40 °C , b) mélange de clivage et de rupture ductile dans les grains δ à -20 °C , c) mélange de clivage et de rupture ductile dans les grains δ à 0 °C , d) rupture totalement ductile à 22 °C

	grains de ferrite δ	régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$	T_T globale
DT 850	-40 °C	-60 °C	-45
DT 900	-20 °C	$-40 < T < -20\text{ °C}$	-13

Tableau IV-8 : Température de transition ductile/fragile pour chaque région microstructurale de chaque nuance, déterminée par analyse des fractographies, et température de transition ductile/fragile globale estimée à partir des énergies de rupture

3.3. Synthèse

Les essais Charpy ont permis de confirmer que chaque région microstructurale possède ses propres mécanismes de rupture et sa propre température de transition ductile/fragile. Pour les gros grains de ferrite δ , une transition douce d'une rupture par clivage vers une rupture ductile a lieu. Elle se fait respectivement autour de -40 et -10 °C sur le DT 850 et le DT 900. Les régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$ présentent, quant à elles, une transition brutale d'une rupture interfaciale vers une rupture ductile. Elle intervient respectivement, autour de -60 et -30 °C sur le DT 850 et le DT 900. La comparaison de ces températures de transition à la température de transition ductile/fragile globale montre que l'énergie à rupture semble contrôlée par les gros grains de ferrite δ .

4. Synthèse des travaux sur la famille DT

4.1. Rappel des principaux résultats

La plus grande robustesse vis-à-vis du procédé d'élaboration de la famille DT (et notamment vis-à-vis de la température de recuit), avait déjà été évoquée dans le Chapitre II pour la microstructure, à température ambiante. Elle est confirmée ici pour les propriétés mécaniques, puisqu'à température ambiante le DT 850 et le DT 900 présentent des comportements mécaniques similaires. Cette faible sensibilité à la température de recuit s'explique par les plus grandes teneurs en aluminium (augmentation d' Ac_3) et en manganèse (abaissement d' Ac_1 sans trop abaisser Ac_3) dans les nuances de la famille DT, par rapport à la famille UFG. L'effet de la température de recuit sur le comportement en déchirure ductile est également peu marqué : le DT 850 semble certes résister mieux à la propagation d'une fissure que le DT 900 mais la différence est peu importante.

Les essais de traction simple à plus basses températures ont mis en avant la grande dépendance des propriétés mécaniques de la famille DT, vis-à-vis de la stabilité de l'austénite retenue. A température ambiante, celle-ci est très stable et ne peut subir qu'un effet TRIP très localisé, sous la zone de propagation de la fissure, en raison des fortes sollicitations locales. A -50 °C , elle est toujours thermodynamiquement stable, mais ne l'est plus mécaniquement. Elle peut se transformer par effet TRIP en martensite, sans pour autant que la transformation soit totale. Elle est plus déstabilisée sur le DT 900 que sur le DT 850. La seule différence microstructurale identifiée a été une plus grande taille des grains austénitiques du DT 900, ce qui va bien dans le sens d'une austénite retenue moins stable. Une seconde différence pourrait être une teneur moins élevée en éléments γ -gènes dans l'austénite retenue du DT 900 mais ce point n'a pas pu être vérifié. Enfin, à -196 °C , elle est thermodynamiquement instable et se transforme spontanément en martensite. Toutefois cette transformation n'est encore que partielle. Le point M_f est donc inférieur à -196 °C .

L'étude des faciès de rupture et de l'endommagement montre le fort lien entre la microstructure bimodale et le comportement à rupture. A température ambiante, la rupture est ductile pour les deux nuances mais quelques facettes de clivage, associées aux grains de ferrite δ , sont observées sur le DT 900. Près de la surface rompue, quelques cavités sont présentes aux interfaces ferrite-martensite. A ces cavités s'ajoutent des fissures longitudinales entre les bandes de ferrite δ et les bandes FG, qui sont liées au délaminage. A plus basse température, l'endommagement mêle cavités aux interfaces ferrite-martensite et grandes fissures transversales, liées au clivage de la ferrite δ . Les observations révèlent que chacune des deux régions microstructurales possède ses propres mécanismes de rupture et sa propre température de transition ductile/fragile :

- pour la ferrite δ : une transition depuis une rupture par clivage vers une rupture ductile, liée à la sensibilité des grains de ferrite δ au clivage ;

- pour les régions FG $\{\alpha + \gamma_r\}$: une transition depuis une rupture interfaciale vers une rupture ductile, liée à la stabilité des grains d'austénite retenue.

Enfin, les essais Charpy ont permis d'estimer les températures de transition pour chaque région microstructurale de chaque nuance et ont montré concernant l'énergie globale, que la transition en résilience était contrôlée par la rupture des gros grains de ferrite δ . Toutefois, l'ensemble du comportement élastoplastique et du comportement à rupture semble plus ou moins directement être piloté par la stabilité de l'austénite retenue. Pour mieux comprendre le rôle de chacune des régions microstructurales dans la rupture globale du matériau, une approche micromécanique pourrait être intéressante.

4.2. Points clés à retenir

Les trois points clés les plus importants de ce Chapitre IV sont :

- la faible sensibilité envers la température de recuit mais la forte sensibilité envers la température d'essai ;
- la stabilité de l'austénite retenue qui contrôle le comportement élastoplastique et le comportement à rupture ;
- l'existence de mécanismes de rupture propres à chacune des deux régions microstructurales

4.3. Avantages et inconvénients de la famille DT vis-à-vis de la famille UFG et potentielles applications industrielles

Par comparaison à la famille UFG, il ressort de cette étude que la famille DT présente plusieurs avantages, à savoir :

- une très faible sensibilité des propriétés mécaniques à la température de recuit ;
- l'absence d'instabilités plastiques ;
- une plus faible sensibilité à la présence d'une entaille.

Toutefois, la famille DT a aussi un gros inconvénient : ses deux nuances sont sensibles au clivage. Ce problème est intrinsèque à cette famille en raison de la chimie riche en aluminium qui favorise la formation de ferrite δ , capable de cliver. Toutefois, cette famille est élaborée à partir d'une chimie très simple (seulement trois éléments d'alliage), il existe donc plusieurs leviers d'amélioration. Concernant la ferrite δ , le principal problème est sa sensibilité au clivage et sa grosse taille de grain. En diminuant sa taille de grain (par microalliage ou en élargissant les bandes FG), il pourrait être possible de diminuer la sensibilité de ces grains au clivage. Concernant les régions FG, jouer sur la stabilité de l'austénite retenue est à double tranchant. Si sa déstabilisation à température ambiante augmente, l'effet TRIP est favorisé, ce qui va modifier le chargement sur la ferrite δ . Si la stabilité de l'austénite retenue est amplifiée, l'endommagement interfacial devrait diminuer, mais les propriétés élastoplastiques seront alors moins intéressantes. Une autre idée pourrait être d'améliorer la cohésion de l'interface ferrite α /austénite retenue (et future martensite).

Conclusion et perspectives

Les exigences environnementales et les demandes pour des voitures moins consommatrices en carburant ont conduit les aciéristes à imaginer de nouveaux aciers THR, dits de troisième génération. Parmi cette nouvelle génération, les aciers medium Mn à microstructure duplex (ferrite-austénite retenue) présentent un fort intérêt en raison de leur bonne combinaison résistance-ductilité (avec un produit $R_m \times A_g$ autour de 30-40 000 MPa%). Dans ce contexte, cette thèse s'est intéressée à deux familles medium Mn, élaborées par laminage puis recuit intercritique. Les nuances de la famille UFG (0,2C-5Mn-2Al) ont une microstructure composée de ferrite α et d'austénite retenue (et/ou martensite), avec une taille de grain inférieure au micromètre. Les nuances de la famille DT (0,3C-6,7Mn-5,9Al) ont une microstructure bimodale, composée de gros grains de ferrite δ et de régions FG mêlant austénite retenue et ferrite α (taille de grain de l'ordre du micromètre).

Résultats principaux

L'étude des quatre nuances de la famille UFG a mis en évidence une forte sensibilité à la température de recuit puisqu'une augmentation de 40 °C entraîne une augmentation de la résistance mécanique de 25% et une chute de l'allongement à rupture de 50%. Cette dépendance est liée à la diminution de la stabilité de l'austénite quand la température de recuit augmente ; elle est cohérente avec les résultats de la littérature. Des instabilités plastiques sont observées : bande de Lüders et effets de type « PLC ». Il a été montré que la bande de Lüders était associée à un phénomène de vieillissement statique classique et qu'elle pouvait être supprimée par un effet TRIP dès la sortie du domaine élastique.

Cette thèse a également permis d'enrichir les connaissances sur le comportement de cette famille sous des sollicitations plus complexes (éprouvettes entaillées) ainsi qu'en conditions de déchirure ductile (éprouvettes Kahn). Deux points principaux en ressortent : d'une part la forte sensibilité de ces nuances à la présence d'une entaille avec une transition depuis une rupture stable vers une rupture instable quand la température de recuit augmente, d'autre part, la chute de la ténacité pour des températures de recuit plus élevées.

Pour bien interpréter l'endommagement et le comportement à rupture à température ambiante, il a été nécessaire de séparer les quatre nuances en deux sous-familles, en fonction de leur microstructure initiale : d'une part, les nuances recuites à 740 et 760 °C avec une microstructure purement duplex, d'autre part la nuance recuite à 780 °C avec une microstructure ferrite-martensite et des traces d'austénite retenue. Dans le premier cas, une rupture ductile classique a lieu, elle s'amorce sur les inclusions et aucun endommagement préalable n'est observé. Dans le second cas, l'amorce de la rupture s'est faite par microfissuration des interfaces ferrite/martensite, ces microfissures ont fini par s'é mousser pour conduire à une rupture finale ductile. Comme l'ont montré les essais Charpy, plus la température d'essai diminue, plus les microfissures se propagent sur de longues distances, jusqu'à ce qu'elles ne s'é moussent plus et que la rupture finale soit complètement interfaciale. Deux transitions successives ont été ainsi mises en évidence : ductile/ductile à fond interfacial, puis à de plus basses températures, ductile à fond interfacial/interfacial. De l'ensemble de ces travaux, deux phénomènes ont été mis en avant pour la famille UFG:

- la stabilité de l'austénite retenue qui contrôle le comportement élastoplastique ;
- la résistance de l'interface ferrite/second phase qui contrôle le mode macroscopique de rupture et les mécanismes physiques de rupture du matériau.

L'étude des deux nuances de la famille DT a montré leur plus grande robustesse vis-à-vis de la température de recuit, principalement en raison de leur plus large domaine intercritique. Que ce soit en traction uniaxiale ou lors d'essais de déchirure ductile, les nuances DT 850 et DT 900 ont des comportements similaires à température ambiante et aucun effet TRIP généralisé n'est observé. En revanche, une fois sollicitées à plus basses températures, l'effet TRIP se manifeste et les deux nuances ont des comportements élastoplastiques différents, avec un effet TRIP plus marqué et apparaissant pour des déformations plus faibles sur le DT 900. La taille légèrement moins fine des grains austénitiques du DT 900 peut expliquer cette différence. Une autre possibilité pourrait être une différence de composition chimique des grains austénitiques entre les deux nuances, mais celle-ci n'a pas pu être mesurée. Ainsi, comme pour la famille UFG, la stabilité de l'austénite retenue pilote le comportement mécanique. A partir des essais et des micrographies sur le DT 900, le point M_s a été estimé en dessous de -60 °C et le point M_f en dessous de -196 °C . L'austénite retenue du DT 850 étant un peu plus stable que celle du DT 900, les points M_s et M_f du DT 850 sont sans doute inférieurs à ceux du DT 900.

Cette thèse a également éclairci le comportement à rupture des nuances medium Mn à microstructure bimodale : chacune des deux régions microstructurales possède ses propres mécanismes de rupture et sa propre température de transition. Les gros grains de ferrite δ présentent une transition depuis une rupture par clivage vers une rupture ductile, tandis que les zones FG $\{\alpha + \gamma_r\}$ présentent une transition depuis une rupture interfaciale vers une rupture ductile. En cela, les zones FG se rapprochent du comportement des nuances UFG. Le comportement à rupture semble être contrôlé par la stabilité de l'austénite retenue mais également par la répartition des contraintes et des déformations entre les zones FG et la ferrite δ .

De l'ensemble de ces travaux, trois phénomènes sont à retenir pour la famille DT :

- une faible sensibilité envers la température de recuit ;
- la stabilité de l'austénite retenue qui contrôle le comportement élastoplastique et semble également contrôler en partie le comportement à rupture ;
- l'existence de mécanismes de rupture propres à chaque région microstructurale.

Perspectives

Un nouveau protocole pour les essais Charpy sur aciers THR

En raison de leur très grande résistance, les aciers THR peuvent présenter un risque de fragilité à basse température. Dans ce contexte, les essais Charpy sont un moyen simple et rapide pour caractériser leur transition ductile/fragile. Cependant, le flambement des éprouvettes Charpy sur les nuances DT à température ambiante a montré les limites de ce type d'essai sur des tôles minces d'aciers THR, car ceux-ci sont également très ductiles à température ambiante. L'idée de souder deux éprouvettes entre elles pour doubler leur épaisseur et ainsi l'éviter est intéressante. Toutefois, les résultats sur la nuance UFG 760 bis ont montré que pour des températures d'essai dans la zone de transition, une différence de modes de rupture pouvait être observée entre les deux éprouvettes d'un même spécimen (cf. l'UFG 760 bis rompue à -40 °C). A l'inverse, pour des températures où la rupture est ductile, aucune différence du mode de rupture n'était observée entre les deux éprouvettes d'un même spécimen. A partir de ce constat, une solution pourrait être de ne souder que les éprouvettes susceptibles de flamber, c'est-à-dire celles dont la rupture sera ductile. Les éprouvettes rompues dans la zone de transition (mélange de rupture ductile et fragile) ne seraient pas soudées mais rompues individuellement. En effet, dans ce cas, la déformation à rupture est moins élevée, ce qui de fait évite le flambement. Dans le cas de l'UFG 760 bis, il

n'aurait fallu, par exemple, souder que les éprouvettes sollicitées au-dessus de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dans le cas du DT 850, cela reviendrait à souder uniquement les éprouvettes rompues entre la température ambiante et $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ (dont la rupture est effectivement ductile), puisque les éprouvettes rompues en dessous de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ont toutes cassé sans flamber. Ce protocole pourrait ainsi être appliqué aux aciers THR mais également être élargi à d'autres matériaux très déformables à température ambiante mais potentiellement fragiles à plus basses températures.

Compléments d'étude à court terme

Comme ces deux familles semblent sensibles à la présence d'une entaille, il pourrait être intéressant de les tester en expansion de trou. Cela permettrait de comparer leur résistance à l'amorçage d'une fissure ainsi que leur capacité de mise en forme, à celles des aciers actuellement utilisés dans l'industrie automobile. Une expertise plus détaillée de l'endommagement des éprouvettes Kahn (cas de propagation stable des fissures) serait également utile.

Les travaux rapportés dans ce manuscrit ont de plus clairement montré que la stabilité de l'austénite retenue contrôlait le comportement mécanique des deux familles étudiées. Dans le cas des aciers DT, à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, la plus faible stabilité de l'austénite du DT 900 n'a pu être reliée qu'à sa plus grande taille de grains par rapport au DT 850. Il serait intéressant d'évaluer d'une part, au STEM-EDX, les teneurs en manganèse et en aluminium dans l'austénite retenue des deux nuances, d'autre part la teneur en carbone, par exemple en diffraction des électrons en faisceau convergent (CBED). En effet, ces trois éléments sont susceptibles de modifier la stabilité de l'austénite retenue.

Développement produit

A température ambiante, les deux familles étudiées au cours de cette thèse n'atteignent pas encore les cibles de propriétés mécaniques fixées par ArcelorMittal. Elles présentent en outre des inconvénients : sensibilité à la température de recuit pour la famille UFG et sensibilité au clivage de la ferrite δ pour la famille DT. Toutefois, ce sont des matériaux modèles aux chimies très simples et ces inconvénients devraient pouvoir être résolus. Ainsi à long terme, il devrait être possible pour les aciéristes d'optimiser ces nuances pour leur permettre d'atteindre les cibles mécaniques tout en corrigeant les inconvénients soulevés au cours de cette thèse.

Pour la famille UFG, diminuer sa sensibilité à la température de recuit passe par un élargissement du domaine intercritique. Le silicium, à la fois α -gène et peu coûteux, peut être envisageable. Il est d'ailleurs intéressant de noter que la majorité des nuances UFG évoquées dans le Chapitre 1 en contiennent. Il a de plus été vu que l'austénite retenue avait une orientation morphologique héritée de la martensite du laminage à froid. Une idée pourrait alors être de modifier la microstructure de la martensite en fin de laminage à froid, pour optimiser à la fois la forme des grains d'austénite retenue et leur connectivité, afin que la capacité de l'austénite retenue à se transformer par effet TRIP soit moins sensible à la température de recuit.

Dans le cas de la famille DT, pour mieux comprendre l'origine du clivage dans les grains de ferrite δ , une approche micromécanique serait intéressante. Elle permettrait de mieux comprendre la répartition des contraintes et des déformations entre les deux régions microstructurales, ainsi que leur rôle dans la rupture finale. L'idée serait alors de travailler à partir de deux matériaux modèles, chacun représentant une des deux régions : un matériau 100%

ferritique pour représenter les régions de ferrite δ et un matériau à grains fins ferrite α et austénite retenue pour représenter les régions FG. Les aciers de la famille UFG ont une microstructure qui se rapproche du second matériau modèle (grains légèrement plus fins sur les nuances UFG) et la nuance UFG 760 bis présente un comportement à rupture similaire. Cette nuance pourrait donc, dans un premier temps, faire office de matériau modèle pour les zones FG.

Un autre axe pourrait être l'étude de la sensibilité au clivage en fonction de la teneur en aluminium : en dessous de quelle teneur les grains de ferrite δ ne clivent-ils plus ? Quelle serait l'effet d'autres éléments d'alliage (notamment silicium) sur le clivage de la ferrite δ ?

Enfin, pour réduire sa sensibilité au clivage, une diminution de la taille des grains δ pourrait être envisagée, à l'aide de microalliage. L'ajout de niobium par exemple, élément α -gène, est connu pour aider à affiner le grain.

Références

- [ASTM, 2002] *Standard test method for tear testing of aluminum alloy products*, ASTM International, 2002, B 871-01
- [Abbasi, 2009] M. Abbasi, S. Kheirandish, Y. Kharrazi, J. Hejazi, *The fracture and plastic deformation of aluminum alloyed Hadfield steels*, Materials Science and Engineering A 513-514 (2009) 72-76
- [Arlazarov, 2015]
- [Aydin, 2013] H. Aydin, E. Essadiqi, I.H. Jung, S. Yue, *Development of 3rd generation AHSS with medium Mn content alloying compositions*, Materials Science and Engineering A 564 (2013) 501-508
- [ASTM, 2002] *Standard test method for tear testing of aluminum alloy products*, ASTM International, 2002, B 871-01
- [Azizi-Alizamini, 2007] H. Azizi-Alizamini, M. Militzer, W. Poole, *A novel technique for developing bimodal grain size distributions in low carbon steels*, Scripta Materialia 57 (2007) 1065-1068
- [Baligheid, 2007] R.G. Baligheid, K. Satya Prasad, *Effect of Al and C on structure and mechanical properties of Fe-Al-C alloys*, Materials Science and Technology 23 (2007) 38-44
- [Breedis, 1965] J. Breedis, *Influence of dislocation substructure on the martensitic transformation in stainless steel*, Acta Metallurgica 13 (1965) 239-250
- [Callahan, 2017] M. Callahan, O. Hubert, F. Hild, A. Perlade, J.H. Schmitt, *Coincidence of strain-induced TRIP and propagative PLC bands in medium Mn steels*, Materials Science and Engineering A704 (2017) 391-400
- [Chakrabarti, 2009] D. Chakrabarti, M. Strangwood, C. Davis, *Effect of bimodal grain size distribution on scatter in toughness*, Metallurgical and Materials Transactions A 40 (2009) 780-795
- [Chen, 2017] S. Chen, R. Rana, A. Haldar, R.K. Ray, *Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels*, Progress in Materials Science 89 (2017) 345-391
- [Chiou, 2004] S.T. Chiou, W.C. Cheng, W.S. Lee, *The analysis of the microstructure changes of a Fe-Mn-Al alloy under dynamic impact tests*, Materials Science and Engineering A 386 (2004) 460-467

- [Choi, 2017] H. Choi, S. Lee, F. Barlat, B.C. De Cooman, *Characterization of fracture in medium Mn steel*, Materials Science and Engineering A, 687 (2017) 200-210
- [Daloz, 2007] A. Daloz, *Etude de l'endommagement par la découpe des aciers dual phase pour application automobile*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, 2007
- [De Moor, 2011] E. De Moor, D. Matlock, J. Speer, M. Merwin, *Austenite stabilization through manganese enrichment*, Scripta Materialia 64 (2011) 185-188
- [Dumay, 2008] A. Dumay, J.-P. Chateau, S. Allain, S. Migot, O. Bouaziz, *Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe–Mn–C steel*, Materials Science and Engineering A 483 (2008) 184-187
- [Emadoddin, 2007] E. Emadoddin, A. Akbarzadeh, G.H. Daneshi, *Correlation between Lüders strain and retained austenite in TRIP-assisted cold rolled steel sheets*, Materials Science and Engineering A 449 (2007) 174-179
- [Fromeyer, 2006] G. Fromeyer, U. Brück, *Microstructures and mechanical properties of high-strength Fe-Mn-Al-C light-weight TRIPLEX steels*, Steel Research International 77 (2006) 627-633
- [Furakawa, 1989] T. Furakawa, *Dependence of strength-ductility characteristics on thermal history in low carbon, 5wt-%Mn steels*, Materials Science and Technology 5 (1989) 465-470
- [Furakawa, 1994] T. Furakawa, H. Huang, O. Matsumura, *Effects of carbon content on mechanical properties of 5%Mn steels exhibiting transformation induced plasticity*, Materials Science and Technology 10 (1994) 964-969
- [Grajcar, 2012] A. Grajcar, R. Kuziak, W. Zalecki, *Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry*, Archives of Civil and Mechanical Engineering 12 (2012) 334-341
- [Gutierrez-Urrutia, 2011] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, *Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe–22 wt.% Mn–0.6 wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging*, Acta Materialia 59 (2011) 6449-6462
- [Han, 2014] J. Han, S.J. Lee, J.G. Jung, Y.K. Lee, *The effects of the initial martensite microstructure on the microstructure and tensile*

properties of intercritically annealed Fe–9Mn–0.05C steel, Acta Materialia 78 (2014) 369-377

- [Han, 2016] J. Han, S.H. Kang, S.J. Lee, Y.K. Lee, *Fabrication of bimodal-grained Al-free medium Mn steel by double intercritical annealing and its tensile properties*, Journal of Alloys and Compounds 681 (2016) 580-588
- [Han, 2017] J. Han, A.K. Da Silva, D. Ponge, D. Raabe, S.M. Lee, Y.K. Lee, S.I. Lee, B. Hwang, *The effects of prior austenite grain boundaries and microstructural morphology on the impact toughness of intercritically annealed medium Mn steel*, Acta Materialia 122 (2017) 199-206
- [Hara, 2009] T. Hara, N. Maruyama, Y. Shinohara, H. Asahi, G. Shigesato, M. Sugiyama, T. Koseki, *Abnormal α to γ transformation behavior of steels with a martensite and bainite microstructure at a slow reheating rate*, ISIJ International 49 (2009) 1792-1800
- [He, 2013] B.B. He, M.X. Huang, Z.Y. Liang, A.H.W. Ngan, H.W. Luo, J. Shi, W.Q. Cao, H. Dong, *Nanoindentation investigation on the mechanical stability of individual austenite grains in a medium-Mn transformation-induced plasticity steel*, Scripta Materialia 69 (2013) 215-218
- [Jacques, 2001] P. Jacques, Q. Furnémont, T. Pardoen, F. Delannay, *On the role of martensitic transformation on damage and cracking resistance in trip-assisted multiphase steels*, Acta Materialia 49 (2001) 139-152
- [Jeong, 1993] W.C. Jeong, D.K. Matlock, G. Krauss, *Observation of deformation and transformation behavior of retained austenite in a 0.14C–1.2Si–1.5Mn steel with ferrite bainite austenite structure*, Materials Science and Engineering A 165 (1993) 1-8
- [Jiang, 1998] B. Jiang, X. Qi, S. Yang, W. Zhou, T.Y. Hsu, *Effect of stacking fault probability on γ – ϵ martensitic transformation and shape memory effect in Fe–Mn–Si based alloys*, Acta Materialia 46 (1998) 501-510
- [Kaluba, 1998] W. Kaluba, R. Taillard, J. Foct, *The bainitic mechanism of austenite formation during rapid heating*, Acta Metallurgica 46 (1998) 5917-5927
- [Kobayashi, 2014] J. Kobayashi, D. Ina, A. Futamura, K. Sugimoto, *Fracture toughness of an advanced ultrahigh-strength TRIP-aided steel*, ISIJ International 54 (2014) 955-962

- [Lacroix, 2008] G. Lacroix, T. Pardoen, P.J. Jacques, *The fracture toughness of TRIP-assisted multiphase steels*, *Acta Materialia* 56 (2008) 3900-3913
- [Lai, 2015] Q. Lai, O. Bouaziz, M. Gouné, A. Perlade, Y. Bréchet, T. Pardoen, *Microstructure refinement of dual-phase steels with 3.5 wt% Mn: Influence on plastic and fracture behavior*, *Materials Science and Engineering A* 638 (2015) 78-89
- [Leal, 1981] R.H. Leal, J.R.C. Guimarães, *Microstructure evolution during mechanically induced martensitic-transformation in Fe-31%Ni-0.1%C*, *Materials Science and Engineering* 48 (1981) 249-254
- [Lee, 2000] Y. Lee, C. Choi, *Driving force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and stacking fault energy of γ in Fe-Mn binary system*, *Metallurgical and Materials Transactions A* 31 (2000) 355-360
- [Lee, 2010] T. Lee, E. Shin, C. Oh, H. Ha, S. Kim, *Correlation between stacking fault energy and deformation microstructure in high-interstitial-alloyed austenitic steels*, *Acta Materialia* 58 (2010) 3173-3186
- [Lee, 2011-a] S.J. Lee, S. Lee, B.C. De Cooman, *Mn partitioning during the intercritical annealing of ultrafine-grained 6% Mn transformation-induced plasticity steel*, *Scripta Materialia* 64 (2011) 649-652
- [Lee, 2011-b] S. Lee, S.J. Lee, B.C. De Cooman, *Austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning*, *Scripta Materialia* 65 (2011) 225-228
- [Lee, 2011-c] S. Lee, S.J. Lee, S. Kumar, K. Lee, B.C. De Cooman, *Localized deformation in multiphase, ultra-fine-grained 6 Pct Mn transformation-induced plasticity steel*, *Metallurgical and Materials Transactions A* 42 (2011) 3638-3651
- [Lee, 2011-d] S.J. Lee, J. Kim, S.N. Kane, B.C. De Cooman, *On the origin of dynamic strain aging in twinning-induced plasticity steels*, *Acta Materialia* 59 (2011) 6809-6819
- [Lee, 2013-a] S. Lee, B.C. De Cooman, *On the selection of the optimal intercritical annealing temperature for medium Mn TRIP steel*, *Metallurgical and Materials Transactions A* 44 (2013) 5018-5024
- [Lee, 2013-b] S. Lee, Y. Estrin, B.C. De Cooman, *Constitutive modeling of the mechanical properties of V-added medium manganese TRIP steel*, *Metallurgical and Materials Transactions A* 44 (2013) 3136-3146

- [Lee, 2014-a] S. Lee, B.C. De Cooman, *Annealing temperature dependence of the tensile behavior of 10pct Mn multi-phase TWIP-TRIP steel*, Metallurgical and Materials Transactions A 45 (2014) 6039-6052
- [Lee, 2014-b] S. Lee, B.C. De Cooman, *Effect of the intercritical annealing temperature on the mechanical properties of 10 Pct Mn multi-phase steel*, Metallurgical and Materials Transactions A 45 (2014) 5009-5016
- [Lee, 2014-c] S. Lee, B.C. De Cooman, *Tensile behavior of intercritically annealed 10 pct Mn multi-phase steel*, Metallurgical and Materials Transactions A 45 (2014) 709-716
- [Lee, 2015] Y.K. Lee, J. Han, *Current opinion in medium manganese steel*, Materials Science and Technology 31 (2015) 843-856
- [Lorthios, 2011] J. Lorthios, *Endommagement des aciers TWIP pour application automobile*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, 2011
- [Luo, 2011] H. Luo, J. Shi, C. Wang, W. Cao, X. Sun, H. Dong, *Experimental and numerical analysis on formation of stable austenite during the intercritical annealing of 5Mn steel*, Acta Materialia 59 (2011) 4000-4014
- [Luo, 2015] H. Luo, H. Dong and M.X. Huang, *Effect of intercritical annealing on the Lüders strains of medium Mn transformation-induced plasticity steels*, Materials & Design 83 (2015) 42-48
- [Marais, 2012] A. Marais, *Influence du vieillissement statique sur la transition ductile-fragile des aciers au C-Mn*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, 2012
- [Miller, 1972] R. Miller, *Ultrafine-grained microstructure and mechanical properties of alloy steels*, Metallurgical Transactions 3 (1972) 905-912
- [Olson, 1976] G. Olson, M. Cohen, *A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC \rightarrow HCP transformation*, Metallurgical Transactions A 7 (1976) 1897-1904
- [Perlade, 2001] A. Perlade, *Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage*, Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2001
- [Perlade, 2014] A. Perlade, I. Zuazo, D. Barbier, A. Arlazarov, *Development of 3rd generation duplex steels for automotive applications*, rapport interne ArcelorMittal, 2014

- [Perlade, 2015] A. Perlade, *Production and first characterizations of annealed cold-rolled strips for Centrale and Mines*, rapport interne ArcelorMittal, 2015
- [Rapport, 2007] http://europa.eu/rapid/press-release_IP-07-155_en.htm?locale=en, consulté le 10/03/2017
- [Règlement-1, 2009] <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/TXT/?uri=CELEX:32009R0443>, consulté le 13/03/2017
- [Règlement-2, 2012] <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2012:142:0016:0024:fr:PDF>, consulté le 13/03/2017
- [Ryu, 2010] J.H. Ryu, D.I. Kim, H.S. Kim, H.K.D.H. Bhadeshia, D.W. Suh, *Strain partitioning and mechanical stability of retained austenite*, Scripta Materialia 63 (2010) 297-299
- [Ryu, 2013] J. Ryu, J. Kim, H. Kim, C.S. Oh, H.K.D.H. Bhadeshia, D.W. Suh, *Austenite stability and heterogeneous deformation in fine-grained transformation-induced plasticity-assisted steel*, Scripta Materialia 68 (2013) 933-936
- [Sakuma, 1992] Y. Sakuma, D. Matlock, G. Krauss, *Intercritically annealed and isothermally transformed 0.15 Pct C steels containing 1.2 Pct Si-1.5 Pct Mn and 4 Pct Ni: transformation, microstructure, and room-temperature mechanical properties*, Metallurgical Transactions A 23 (1992) 1221-1232
- [Seo, 2012] C.H. Seo, K. Kwon, K. Choi, K.H. Kim, J. Kwak, S. Lee, N. Kim, *Deformation behavior of ferrite-austenite duplex lightweight Fe-Mn-Al-C steel*, Scripta Materialia 66 (2012) 519-522
- [Suh, 2010] D. Suh, S.J. Park, T.H. Lee, C.S. Oh, S.J. Kim, *Influence of Al on the microstructural evolution and mechanical behavior of low-carbon, manganese transformation-induced-plasticity steel*, Metallurgical and Materials Transactions A 41 (2010) 397-408
- [Suh, 2013] D. Suh, J. Ryu, M. Joo, H. Yang, K. Lee, H. Bhadeshia, *Medium-alloy manganese-rich transformation-induced plasticity steels*, Metallurgical and Materials Transactions A 44 (2013) 286-293
- [Tanguy, 2001] B. Tanguy, *Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition*, Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2001
- [Tanguy, 2005] B. Tanguy, J. Besson, R. Piques, A. Pineau, *Ductile to brittle transition of an A508 steel characterized by Charpy impact test*.

Part I: experimental results, Engineering Fracture Mechanics, 72 (2005) 49-72

- [Tankoua, 2014] F. Tankoua, J. Crépin, P. Thibaux, S. Cooreman, A.F. Gourgues-Lorenzon, *Quantitative Investigation of Brittle Out-of-plane Fracture in X70 Pipeline Steel*, Procedia Materials Science 3 (2014) 1149-1154
- [Ueji, 2008] R. Ueji, N. Tsuchida, D. Terada, N. Tsuji, Y. Tanaka, A. Takemura, K. Kunishige, *Tensile properties and twinning behavior of high manganese austenitic steel with fine-grained structure*, Scripta Materialia 59 (2008) 963-966
- [Vermeulen, 2002] Y. Vermeulen, B. Coletti, B. Blanpain, P. Wollants, J. Vleugels, *Material evaluation to prevent nozzle clogging during continuous casting of Al killed steels*, ISIJ International 42 (2002) 1234-1240
- [Wang, 2002] G. Wang, J. Chen, J. Wang, *On the measurement and physical meaning of the cleavage fracture stress in steel*, International Journal of Fracture 118 (2002) 211-227
- [Wang, 2004] Y.M. Wang, E. Ma, *Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal*, Acta Materialia 52 (2004) 1699-1709
- [Wang, 2013] C. Wang, W. Cao, J. Shi, C. Huang, H. Dong, *Deformation microstructures and strengthening mechanisms of an ultrafine grained duplex medium-Mn steel*, Materials Science and Engineering A 562 (2013) 89-95
- [Wang, 2017] X.G. Wang, L. Wang, M.X. Huang, *Kinematic and thermal characteristics of Lüders and Portevin-Le Châtelier bands in a medium Mn transformation-induced plasticity steel*, Acta Materialia 124 (2017) 17-29
- [Yen, 2015] H.W. Yen, S.W. Ooi, M. Eizadjou, A. Breen, C.Y. Huang, H.K.D.H. Bhadeshia, S. Ringer, *Role of stress-assisted martensite in the design of strong ultrafine-grained duplex steels*, Acta Materialia 82 (2015) 100-114
- [Yu, 2005] C.Y. Yu, P.W. Kao, C.P. Chang, *Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum*, Acta Materialia, 53 (2005) 4019-4028
- [Zhan, 2014] W. Zhan, L.Q. Cao, J. Hu, W. Q. Cao, J. Li, H. Dong, *Intercritical rolling induced ultrafine lamellar structure and enhanced mechanical properties of medium-Mn steel*, Journal of Iron and Steel Research International 21 (2014) 551-558

[Zhao, 2011] M.C. Zhao, T.Y. Zeng, J.L. Li, H. Xiaofang, Y.C. Zhao, A. Atrens, *Identification of the effective grain size responsible for the ductile to brittle transition temperature for steel with an ultrafine grain size ferrite/cementite microstructure with a bimodal ferrite grain size distribution*, Materials Science and Engineering A 528 (2011) 4217-4221

[Wang, 2017] X.G. Wang, L. Wang, M.X. Huang, *Kinematic and thermal characteristics of Lüders and Portevin-Le Châtelier bands in a medium Mn transformation-induced plasticity steel*, Acta Materialia 124 (2017) 17-29

Résumé

Pour répondre à la demande croissante d'allègement des véhicules automobiles, les aciéristes développent une nouvelle gamme d'aciers à Très Haute Résistance (THR), dite de troisième génération. Cette thèse, inscrite dans le projet ANR MATETPRO « MeMnAl Steels », s'intéresse plus particulièrement à deux nouvelles familles d'aciers THR Fe-C-Mn-Al, produites par ArcelorMittal et potentielles candidates pour la caisse en blanc des futurs véhicules. Elle vise à mieux cerner les paramètres microstructuraux permettant de contrôler et optimiser le comportement à rupture de ces aciers.

Pour représenter les deux familles d'aciers, deux matériaux modèles ont été élaborés par laminage puis recuit intercritique, conduisant à une microstructure duplex : austénite retenue (γ_r , pouvant se transformer en martensite par effet TRIP) et ferrite. La microstructure du premier acier, dite UFG, est ultrafine (grains de taille inférieure au micromètre) tandis que celle du second est bimodale, mêlant gros grains de ferrite δ et régions à grains fins de ferrite α et d'austénite retenue γ_r .

Les propriétés mécaniques de la microstructure UFG dépendent fortement de la température de recuit, en raison des variations de stabilité de l'austénite retenue. À l'inverse, la microstructure bimodale est très robuste vis-à-vis de la température de recuit mais très sensible à la température d'essai. L'endommagement en traction et en résilience est très peu développé pour ces deux familles. Il est localisé aux interfaces ferrite-martensite (formée pendant l'essai). Le lien entre les modes de rupture et la microstructure bimodale, étudié à l'aide d'essais Charpy, a montré l'existence de deux transitions distinctes de mode de rupture : une transition entre rupture ductile à grandes cupules et clivage pour les gros grains de ferrite δ et une transition entre rupture interfaciale et rupture ductile à fines cupules pour les zones à grains fins $\{\alpha + \gamma_r\}$. La rupture de la microstructure UFG est ductile à température ambiante et interfaciale à plus basse température. Cette microstructure UFG peut être vue comme un matériau modèle représentant les régions à grains fins $\{\alpha + \gamma_r\}$ de la microstructure bimodale.

Pour les deux familles d'aciers, le comportement élastoplastique comme le comportement à rupture semblent dominés par la stabilité de l'austénite retenue.

Mots Clés

Aciers pour l'automobile, Microstructure duplex, Effet TRIP, Comportement à rupture, Transition ductile/fragile

Abstract

To fulfil the increasing demand on lightweighting automotive vehicles, steelmakers are developing a third generation of Advanced High Strength Steels (AHSS). This work, part of the ANR project MATETPRO "MeMnAl Steels", addressed two new families of third generation AHSS produced by ArcelorMittal which may be used for the body in white of upcoming cars. It aimed at improving our current understanding of the microstructural features allowing controlling and optimizing the fracture behavior of this steel family.

Two model materials were manufactured by hot and cold rolling followed by intercritical annealing. The resulting, so-called duplex microstructure is a mixture of ferrite and retained austenite (γ_r , which can transform into martensite by TRIP effect). The microstructure of the first steel was made of ultra-fine grains (UFG) of ferrite and retained austenite (grain size below one micrometer), while the second steel possessed a bimodal microstructure made of coarse δ -ferrite grains and fine-grained regions of α -ferrite and retained austenite γ_r .

The mechanical properties of the UFG microstructure were strongly sensitive to the annealing temperature, due to variations in the stability of retained austenite. On the contrary, the bimodal microstructure was very robust regarding the annealing temperature but very sensitive to the test temperature. For these two families, damage development is scarce and mainly located at ferrite-martensite interfaces. Charpy impact tests on steels with the bimodal microstructure showed that each microstructural region presents its own fracture mechanisms and a specific ductile-to-brittle transition. A transition from brittle cleavage to large-dimpled, ductile fracture was observed for coarse δ -ferrite grains, while fine-grained regions presented a transition from interfacial fracture to fine-dimpled, ductile fracture. Fracture of the UFG microstructure was ductile at room temperature and interfacial at lower temperatures. This UFG microstructure can be interpreted as a model material embodying the behavior of the fine-grained $\{\alpha + \gamma_r\}$ regions in the bimodal microstructure.

For both two steels, the constitutive and fracture behavior seem to be dominated by the stability of retained austenite.

Keywords

Automotive steels, Duplex microstructure, Damage, TRIP effect, Fracture behavior, Ductile/fragile transition