

Chapitre 4

Influence du niobium sur la recristallisation de la ferrite des aciers multiphasés à effet TRIP

4.1 Introduction

Les propriétés mécaniques des aciers 05Nb et 12Nb, étudiées au chapitre précédent, n'ont pas atteint des valeurs comparables à celles montrées par les aciers multiphasés à effet TRIP sans additions de niobium malgré la présence de quantités appréciables d'austénite retenue. Il a été observé que les courbes de traction présentent un comportement très semblable avec une haute valeur de la limite d'élasticité, un palier de Lüders important, l'absence d'écrouissage et une diminution de la ductilité.

Une première analyse de la microstructure obtenue après un traitement thermique TRIP classique par la technique d'EBS (Electron Backscattered Scattering) a permis de déterminer l'état de recristallisation de la matrice ferritique, paramètre influençant au plus haut point les propriétés mécaniques.

Les premiers phénomènes qui se produisent lors du chauffage jusqu'à la température de recuit intercritique d'un acier laminé à froid sont la restauration et la recristallisation de la ferrite [Huang01]. Ils constituent deux mécanismes compétitifs ayant la même source de force motrice (l'énergie de déformation) et s'influençant mutuellement dans une large mesure.

La restauration est définie comme le rétablissement partiel des propriétés mécaniques et de la microstructure par rapport aux valeurs originales avant déformation. Ce processus est activé par l'énergie stockée dans le matériau déformé. Généralement, la restauration de métaux déformés plastiquement est contrôlée par le glissement des dislocations, lesquelles ne disparaissent pas complètement mais atteignent une configuration d'équilibre moins énergétique. L'énergie stockée due à la déformation à froid est abaissée par le biais de l'annihilation des dislocations de signe contraire et par le réarrangement des dislocations restantes en configurations d'énergie plus basse telles que des joints de grains à bas angle (c'est-à-dire des joints de grains avec une désorientation $<15^\circ$).

La recristallisation présente des caractéristiques relativement différentes de celles de la restauration, car elle implique l'apparition à certains endroits de nouveaux grains exempts de défauts et la croissance de ceux-ci afin de consommer les zones déformées ou restaurées. Comme résultat, la recristallisation conduit à une régénération des propriétés mécaniques du matériau [Hump01].

Le processus de recristallisation est affecté par la restauration car: (i) la nature et la cinétique de la recristallisation sont influencées en grande mesure par la restauration préalable, car la restauration diminue la force motrice pour la recristallisation; (ii) la restauration joue un rôle important sur le début de la recristallisation en apportant des sites pour la germination. Par contre, le progrès de la recristallisation arrêtera toute restauration postérieure car la sous-structure de déformation est consommée [Huang01].

Dans ce contexte, l'influence sur la microstructure des conditions de recuit intercritique imposées lors du traitement thermique des aciers multiphasés à effet TRIP seront analysées afin de caractériser les phénomènes actifs et de trouver les conditions les plus favorables qui permettront une recristallisation complète de la microstructure.

Les propriétés mécaniques obtenues après l'application d'un traitement thermique TRIP modifié seront aussi évaluées afin de les comparer avec celles obtenues par le traitement thermique TRIP classique appliqué aux nuances étudiées au Chapitre 3.

4.2 Nuance étudiée

La composition chimique de l'acier étudié est présentée pour rappel au Tableau 4.1. Il s'agit de l'acier contenant 0.12% en poids de niobium. Il a été laminé à froid (taux de réduction de 82%) avant d'être recuit selon différents schémas thermiques décrits ci-dessous. Rappelons également que pratiquement tout le niobium se trouve sous forme précipitée.

[% en poids]										
Acier	C	Si	Mn	Nb	P	S	Cr	Al	Cu	N
12Nb	0.16	0.34	1.40	0.12	0.011	0.004	0.026	0.042	0.007	0.0035

Tableau 4.1.- Composition chimique de la nuance étudiée.

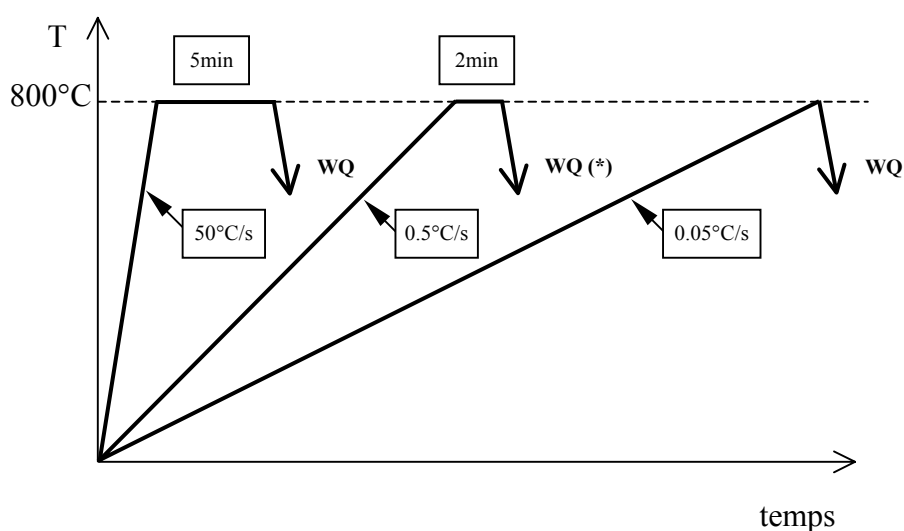
4.3 Méthodes expérimentales

4.3.1 Traitements thermiques

Différentes séries de traitements thermiques nous ont permis d'étudier l'influence des paramètres du recuit intercritique (vitesse de chauffage, temps de maintien) sur la compétition entre restauration, recristallisation et transformation austénitique lors du chauffage et durant le maintien dans le domaine intercritique. Finalement, le traitement thermique "classique" TRIP utilisé dans la première partie de cette étude a été modifié afin de pouvoir évaluer les propriétés mécaniques d'aciers multiphasés à effet TRIP contenant du niobium et présentant une microstructure complètement recristallisée.

a) Recuits intercritiques à différentes vitesses de chauffage

La Figure 4.1 illustre schématiquement les traitements thermiques réalisés pour étudier l'influence de la vitesse de chauffage sur la recristallisation de la microstructure. Trois valeurs de vitesse de chauffage ont été utilisées: une vitesse rapide de $\pm 50^\circ\text{C/s}$, utilisée pour les traitements thermiques classiques (Chapitre 3) et deux vitesses plus lentes, 0.5°C/s et 0.05°C/s . Cette série de traitements thermiques a été réalisée soit dans un four à lit fluidisé (qui permet d'obtenir une vitesse moyenne de chauffage de 50°C/s) soit à l'aide du dilatomètre *BÄHR DIL 805*¹, pour les vitesses de chauffage plus lentes.



(*) *WQ* = *Water Quenching* (trempe à l'eau)

Figure 4.1.- Schéma des recuits intercritiques appliqués à l'acier 12Nb à différentes vitesses de chauffage.

¹ Centre R&D du Groupe Cockerill-Sambre, Boulevard de Colonster B57, Sart Tilman, 4000 Liège, Belgique.

b) Recuits intercritiques de différentes durées

Le schéma de la Figure 4.2 présente une seconde série de traitements thermiques réalisés sur la nuance 12Nb afin d'étudier l'influence du temps de maintien intercritique sur l'état de recristallisation de la microstructure après chauffage rapide à 50°C/s. Les essais ont été réalisés dans un four à lit fluidisé pour des durées de 1, 5, 15 et 60 minutes.

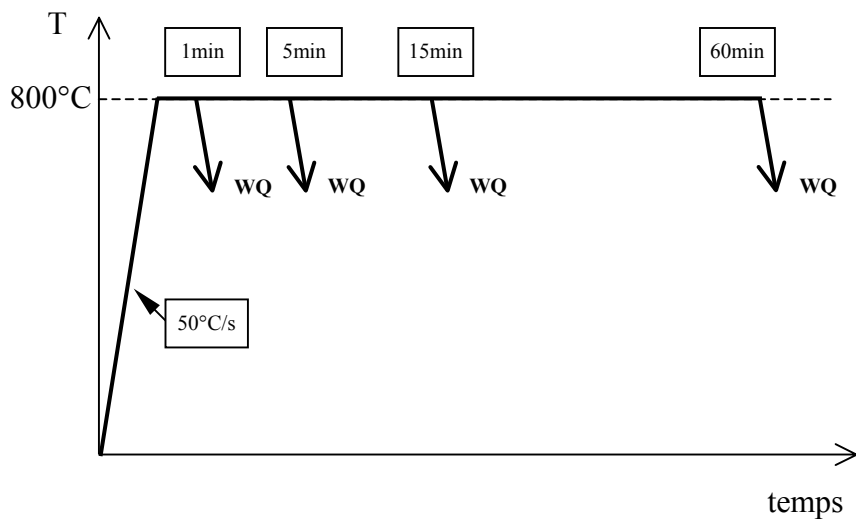


Figure 4.2.- Schéma des recuits intercritiques appliqués à l'acier 12Nb avec une vitesse de chauffage de 50°C/s et différents temps de maintien à 800°C.

c) Traitements thermiques interrompus

Cette série de traitements thermiques a pour objectif d'étudier l'évolution de la microstructure lors du réchauffage jusqu'à la région intercritique et en particulier de déterminer les domaines de restauration et de recristallisation. Ces traitements thermiques ont consisté en un chauffage à 0.5°C/s jusqu'à une certaine température suivi d'une trempe jusqu'à température ambiante. Les températures choisies sont 500°C , 600°C , 650°C , 700°C et 750°C (voir Figure 4.3).

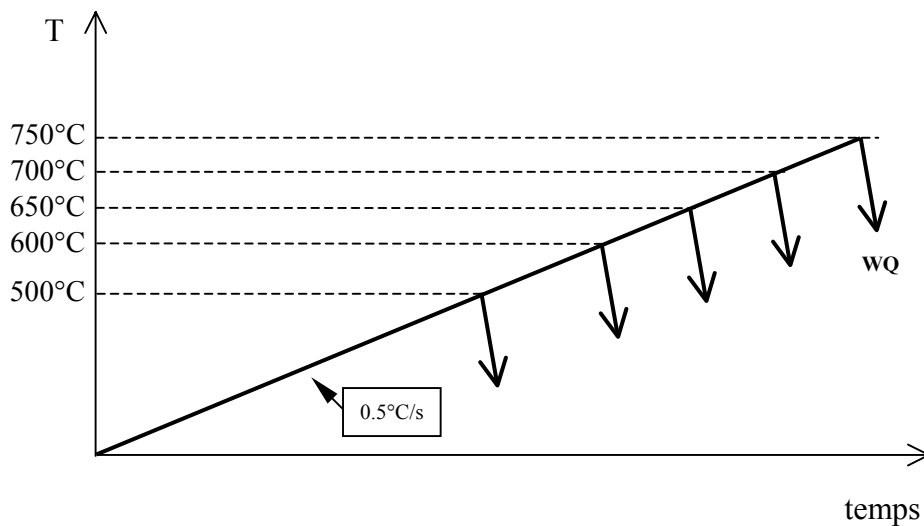


Figure 4.3.- Schéma des traitements thermiques interrompus réalisés sur l'acier 12Nb (vitesse de chauffage de 0.5°C/s).

d) Traitement thermique TRIP modifié

Ce traitement, illustré à la Figure 4.4, a été réalisé à une vitesse de chauffage plus lente dans le but de permettre à la ferrite de recrystalliser avant l'occurrence de la transformation austénitique dans la zone intercritique. Le Tableau 4.2 présente les valeurs choisies pour les paramètres du traitement thermique. La vitesse de chauffage utilisée a été de 0.5°C/s .

Les traitements thermiques ont été réalisés dans le four de recuit *AET* au RDCS. Ce four de recuit permet de contrôler précisément la vitesse de chauffage.

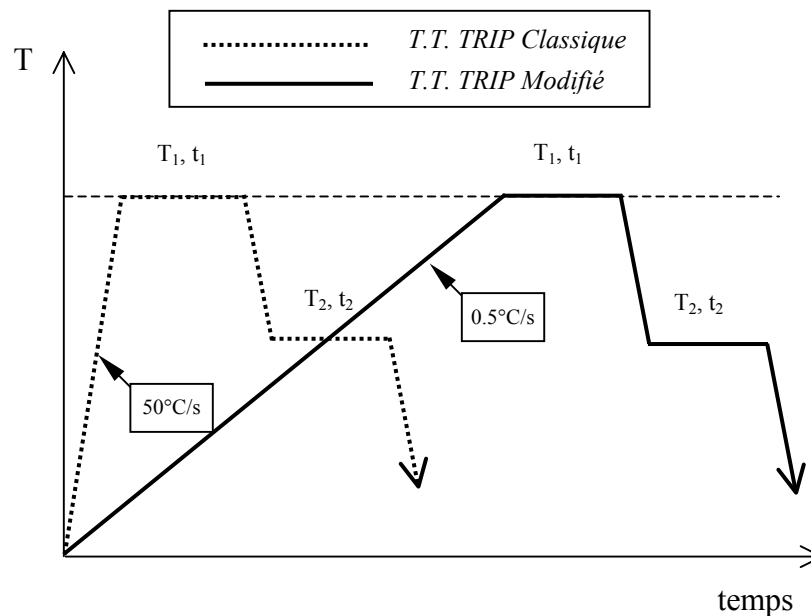


Figure 4.4.- Schéma du traitement thermique modifié.

Nuance	Recuit intercritique (T_1 , t_1)	Maintien bainitique (T_2 , t_2)
12Nb	800°C, 5min	400°C, 20 s
	800°C, 5min	400°C, 3min

Tableau 4.2.- Traitements thermiques réalisés sur des échantillons de l'acier 12Nb.

4.3.2 Essais de traction uniaxiale

Ces essais ont été réalisés afin de caractériser les propriétés mécaniques résultant de l'application du traitement thermique modifié.

La géométrie des éprouvettes de traction est illustrée à la Figure 4.5.

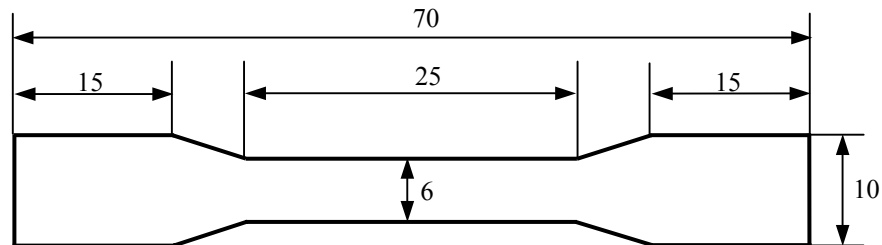


Figure 4.5.- Géométrie de l'éprouvette pour le test de traction uniaxiale (dimensions en mm).

Les éprouvettes de traction uniaxiale ont été préparées avec l'axe de traction parallèle à la direction du laminage. La longueur initiale de mesure était de 20mm. Les essais ont été réalisés à température ambiante avec une vitesse de 2mm/minute. Les charges et élongations mesurées ont été converties en courbes contrainte vraie - déformation vraie.

4.3.3 Analyse métallographique par microscopie électronique à balayage (SEM) et en transmission (TEM)

Les échantillons ont été préparés pour l'analyse au microscope électronique à balayage selon la procédure développée par Girault *et al.* [Girau01] afin de caractériser leur microstructure avant et éventuellement après essai de traction uniaxiale.

Pour les observations par microscopie en transmission, des lames minces ont été préparées par amincissement électrolytique à l'aide d'une solution 95% acide acétique - 5% acide perchlorique. Les observations ont été réalisées à 200kV.

4.3.4 Détermination de la quantité d'austénite retenue

La quantité d'austénite retenue présente après traitement thermique a été mesurée par diffraction des rayons X (XRD). Les échantillons ont été polis jusqu'à 1 μm avec une suspension de diamant. Les mesures ont été réalisées en configuration " θ -2 θ ". Le temps de mesure a été adapté en fonction de la quantité d'austénite présente dans l'échantillon.

4.3.5 Analyse par diffraction des électrons retro-diffusés (EBSD)

L'analyse des microstructures obtenues au terme des différents traitements thermiques présentés ci-dessus a également été réalisée par la technique OIM (Orientation Imaging Microscopy) basée sur la diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD).

4.3.5.1 La diffraction des électrons rétro-diffusés

Quand un faisceau d'électrons d'énergie bien définie (tel que celui formé dans un Microscope Electronique à Balayage) frappe un cristal ayant une surface inclinée ($\sim 70^\circ$), ces électrons se dispersent sous la surface et sont ensuite diffractés d'une manière systématique. Si un écran phosphorescent est placé dans la chambre du SEM, une image composée de lignes entrecroisées est formée par les électrons diffractés sur cet écran (Figure 4.6).

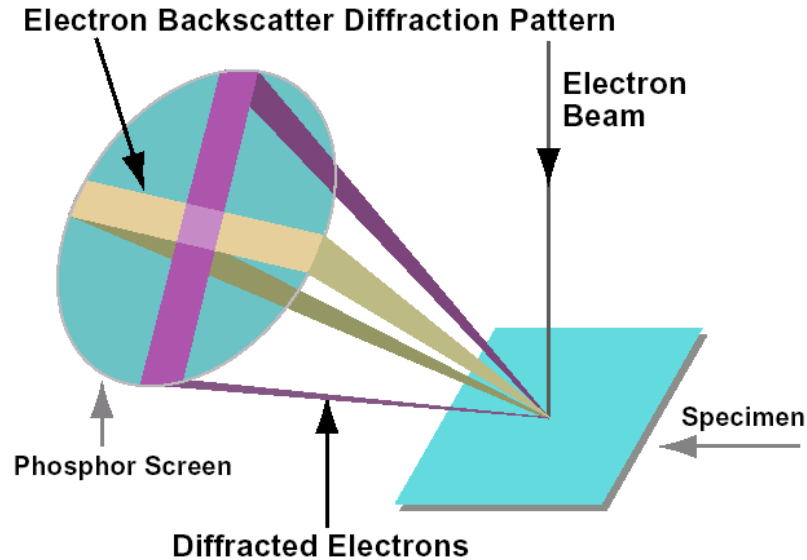


Figure 4.6.- Schéma de la diffraction d'électrons retro-diffusés (EBSD) [Tsl01].

Cette image, appelée diagramme EBSP (Electron Backscatter Diffraction Pattern) est formée par les lignes de Kikuchi qui représentent la diffraction par les différents plans cristallographiques. La largeur et l'intensité des lignes sont en rapport direct avec l'angle de Bragg et donc avec l'espacement des atomes dans les plans du cristal. La symétrie du réseau cristallin influence également la disposition des lignes de Kikuchi.

L'aspect global du diagramme EBSP détermine la structure cristallographique de la région analysée. De plus, la position des lignes dans le diagramme EBSP indique l'orientation de la zone analysée par rapport à l'échantillon. Cette orientation peut être déterminée par l'indexation du diagramme EBSP. Les Figures 4.7a et 4.7b présentent un diagramme EBSP typique pour la ferrite ainsi que le résultat de l'indexation.

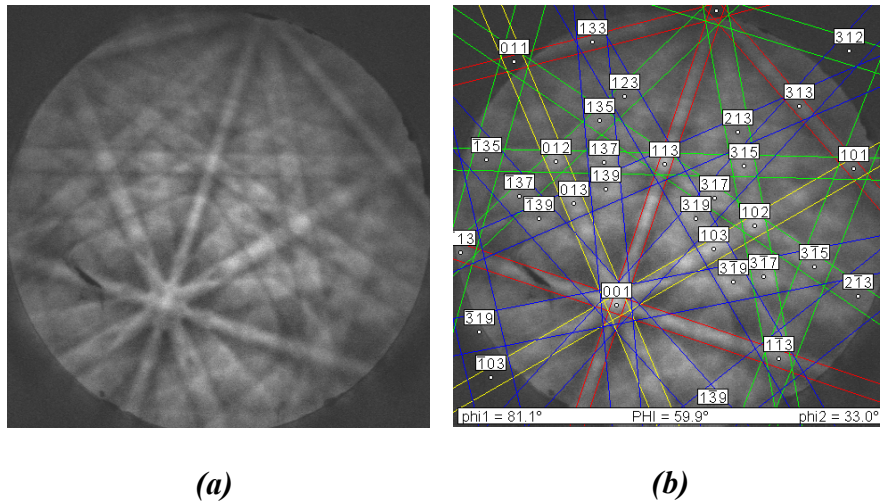


Figure 4.7.- Image EBSD des lignes de Kikuchi typiques pour la ferrite (a) avant indexation et (b) après indexation [Godet03].

4.3.5.2 Mode opératoire

L'analyse par OIM est à l'heure actuelle l'outil le plus pratique pour l'obtention de données sur la cristallographie à l'échelle du grain. Les orientations cristallographiques locales sont mesurées dans le MEB en focalisant le faisceau sur un point d'intérêt particulier dans la microstructure et en analysant l'image EBSD formée sur l'écran phosphorescent (Figure 4.8). L'image est indexée automatiquement et les données suivantes sont calculées et enregistrées: l'orientation du cristal, un facteur de qualité (Band Contrast) pour définir l'acuité du diagramme de diffraction, un indice de confiance CI (Confidence Index) pour indiquer à quel degré de confiance le calcul de l'orientation est correct, la phase du matériau, et l'emplacement (en coordonnées x, y) dans l'échantillon où les données ont été acquises.

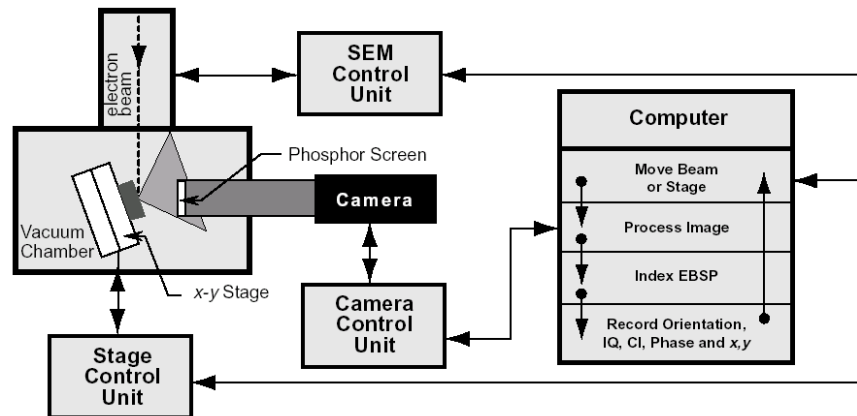
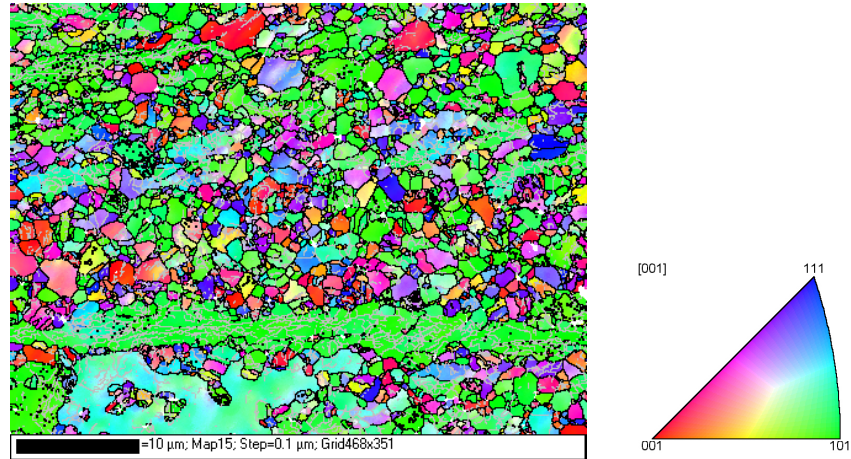


Figure 4.8.- Schéma de l'installation expérimentale pour l'OIM [Tsl01].

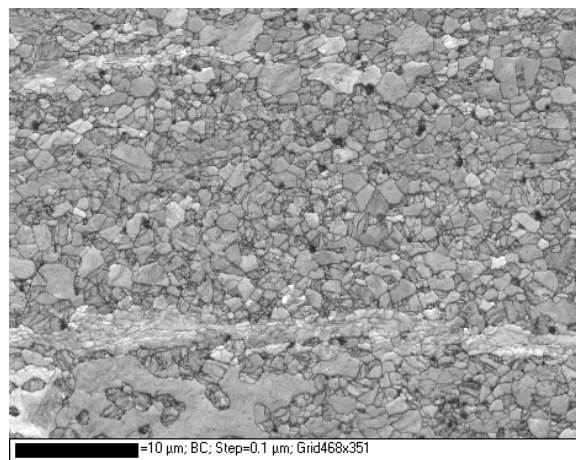
4.3.5.3 Visualisation de la microstructure

Les données stockées (emplacement, orientation, qualité d'image, index de confiance et phase) peuvent être traitées pour créer des micrographies OIM, permettant une représentation visuelle des aspects de l'orientation de la microstructure. A chaque mesure d'orientation peut être assignée une échelle de couleur ou de gris sur la base de l'orientation, de la qualité d'image, de l'index de confiance ou de la phase.

La Figure 4.9 illustre les types de carte qui peuvent être obtenues avec cette technique. Dans la Figure 4.9a, le code couleur est donné en termes d'une figure de pole inverse. La Figure 4.9b présente la même zone avec le contraste de bandes.



(a)



(b)

Figure 4.9.- Types de carte obtenus par l'analyse d'EBSD: (a) carte OIM et (b) carte IQ ou de contraste de bandes. Acier 12Nb recuit à 800°C durant 15min et trempé à l'eau.

4.3.5.4 Préparation des échantillons

La mesure par EBSD est très sensible aux défauts présents dans la structure. Toute couche superficielle déformée mécaniquement doit être enlevée afin d'améliorer la qualité des diagrammes de diffraction lors de leur indexation. La préparation des échantillons a consisté en un polissage mécanique réalisé jusqu'à $1\mu\text{m}$ avec la pâte de diamant suivi d'une étape finale consistant en 1 heure de polissage avec une suspension colloïdale de silice $0.05\mu\text{m}$ afin d'enlever toute couche du matériau déformée mécaniquement par le polissage au diamant.

Les observations ont été réalisées au centre de l'épaisseur des échantillons (plan ND-RD) à l'aide d'un SEM-FEG. La tension d'accélération était de 20kV. Le pas de mesure était de 0.1 ou $0.2\mu\text{m}$.

4.4 Résultats

4.4.1 Caractérisation de la microstructure

a) Influence de la vitesse de réchauffage

Les Figures 4.10 à 4.12 correspondent aux microstructures des échantillons réchauffés jusque 800°C respectivement à 50°C/s (Figure 4.10), 0.5°C/s (Figure 4.11) et 0.05°C/s (Figure 4.12).

Deux types de cartes sont données: d'une part le contraste de bande avec les joints de grains (en rouge) et sous-joints de grains (en jaune)² et d'autre part l'orientation cristallographique. Les micrographies SEM après attaque au Nital sont aussi montrées pour chaque échantillon afin de permettre une identification plus aisée des phases présentes.

Ces micrographies montrent que la microstructure est fortement influencée par les conditions de réchauffage alors que les différents échantillons sont restés durant des temps comparables dans le domaine intercritique.

² Un joint de grains est défini par une désorientation de 10° alors qu'un sous-joint de grains par une désorientation de 2° .

Pour un chauffage à 50°C/s (Figure 4.10), la microstructure est très fine mais partiellement recristallisée. De très fins grains de ferrite recristallisée et de martensite ($\sim 1\mu\text{m}$) peuvent être observés. Néanmoins, de larges grains non recristallisés de ferrite subsistent. Une structure de sous-joints peut être observée à l'intérieur de ces grains.

Pour les vitesses de chauffage plus faibles (Figures 4.11 et 4.12), les microstructures résultantes sont beaucoup plus régulières et equiaxes. On observe en effet une matrice de ferrite entièrement recristallisée et une dispersion de martensite (austénite à haute température) aux joints triples et aux joints de grains de la ferrite.

La taille de grain ferritique est légèrement plus grande (environ $5\mu\text{m}$) pour la vitesse de chauffage la plus lente. De plus, la proportion de martensite est plus faible pour les vitesses de chauffage de 0.5 et 0.05°C/s. En effet, la proportion de martensite est de l'ordre de 25 à 30% pour ces deux vitesses de chauffage, alors qu'elle est de l'ordre de 50% pour l'échantillon réchauffé à 50°C/s.

Il est important de constater que la martensite et la ferrite peuvent être distinguées par EBSD (sur les cartes de contraste de bande) pour les faibles vitesses de chauffage. Par contre, il est impossible de réaliser une telle distinction au terme du chauffage à 50°C/s. En effet, étant donné la plus grande quantité de martensite présente dans cet échantillon, la teneur en carbone est plus faible et donc le caractère quadratique de la maille cristalline également. Une proportion importante de martensite est donc indexée dans l'échantillon réchauffé à 50°C/s.

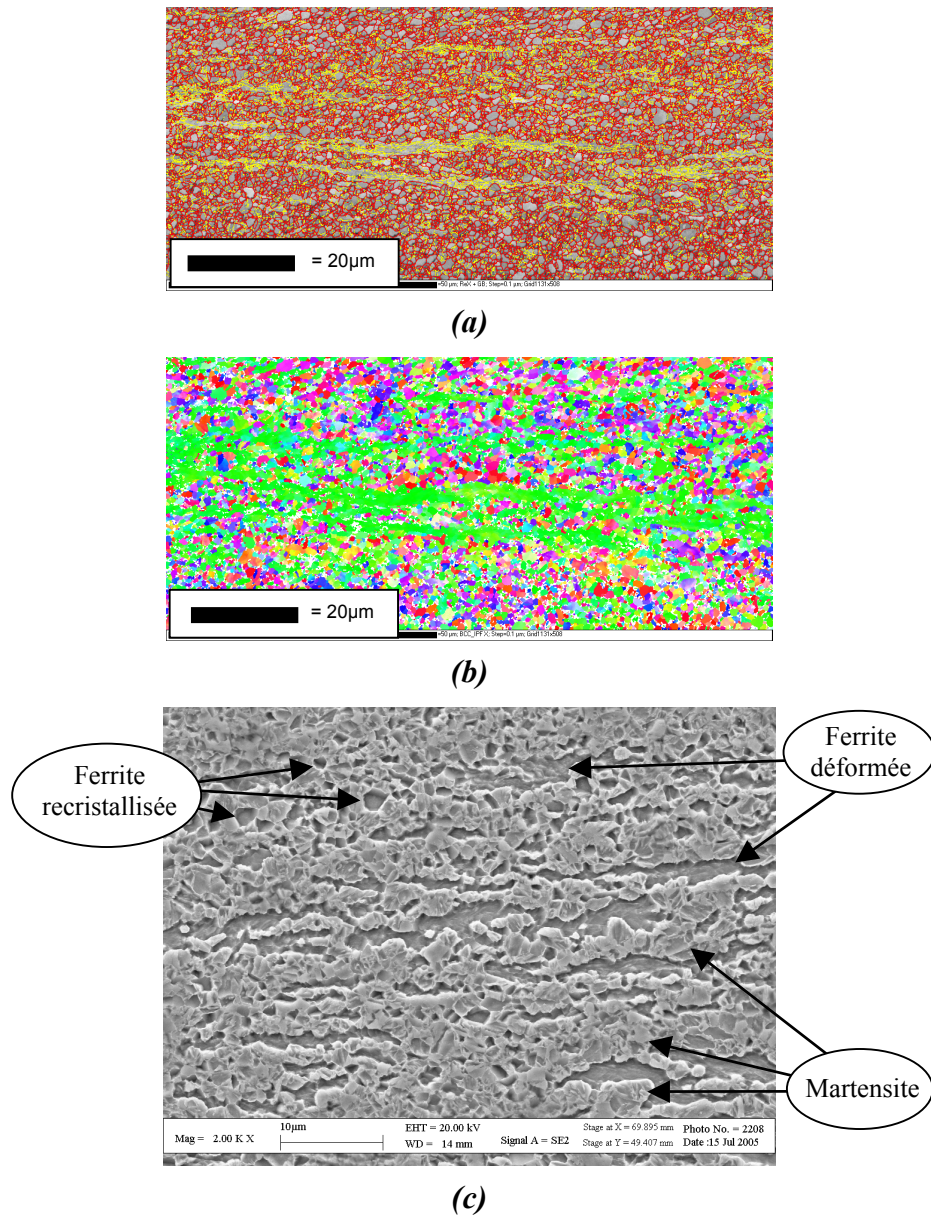


Figure 4.10.- Cartes (a) IQ et (b) OIM ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C durant 5min et trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 50°C/s.

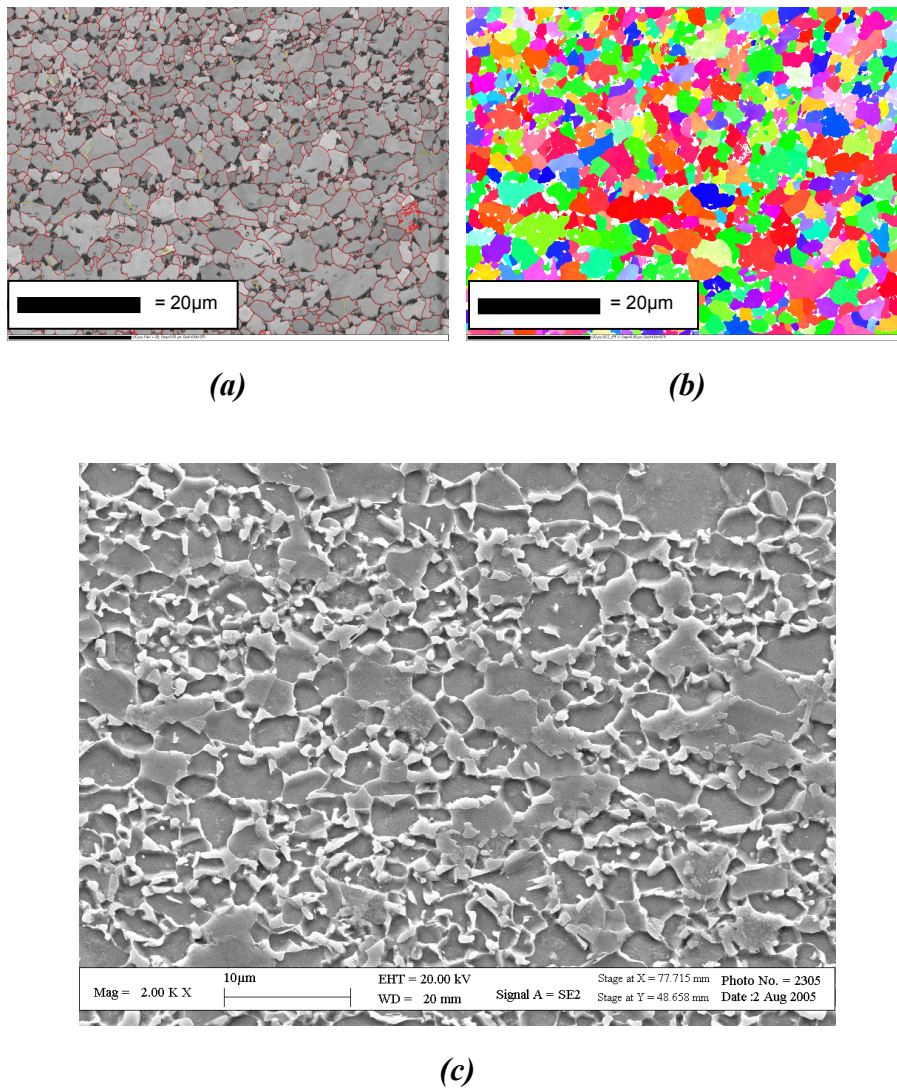


Figure 4.11.- Cartes (a) IQ et (b) OIM ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C et trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

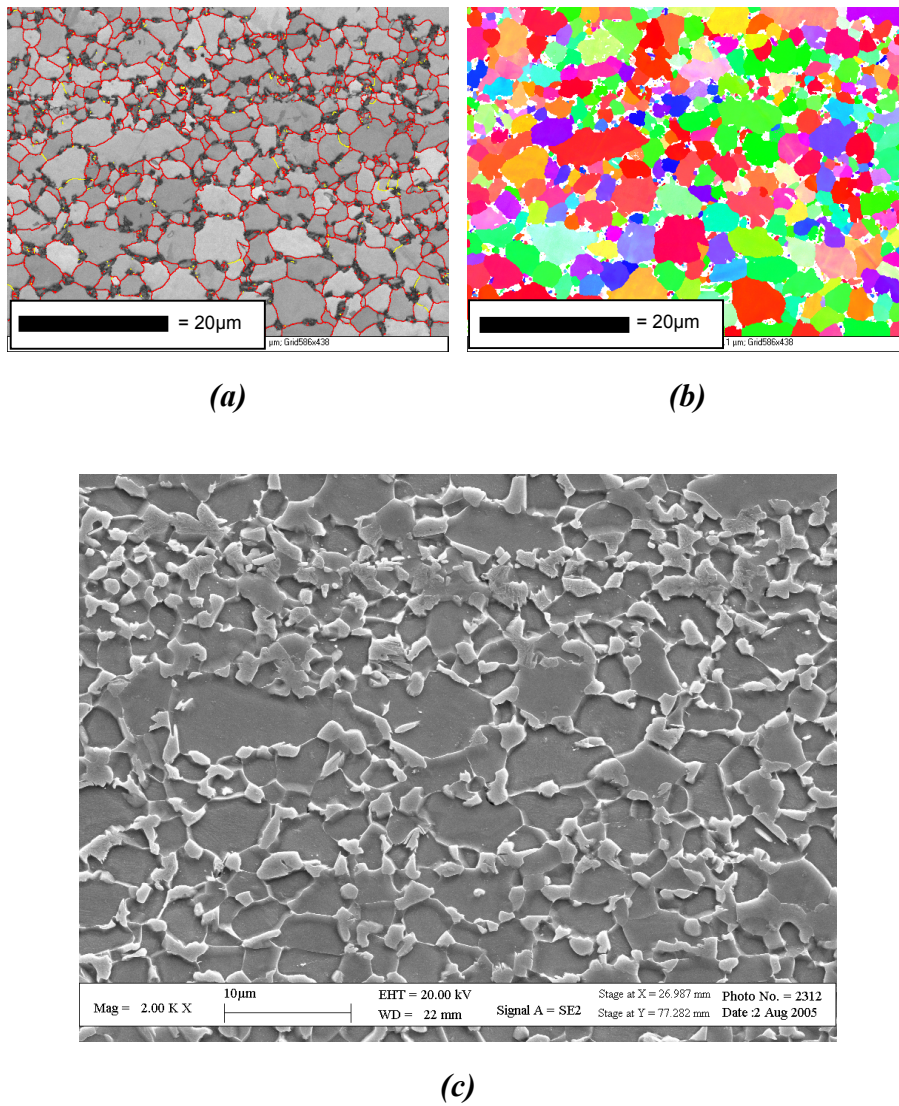


Figure 4.12.- Cartes (a) IQ et (b) OIM ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C et trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 0.05°C/s.

Afin de caractériser plus précisément les microstructures particulières résultant du chauffage rapide (à 50°C/s), quelques observations ont été faites à plus haute résolution, soit par OIM, soit par TEM sur l'échantillon maintenu 5 minutes à 800°C.

La Figure 4.13 illustre les grains non recristallisés de ferrite où une structure de sous-joints et de nombreuses dislocations peuvent être observées.

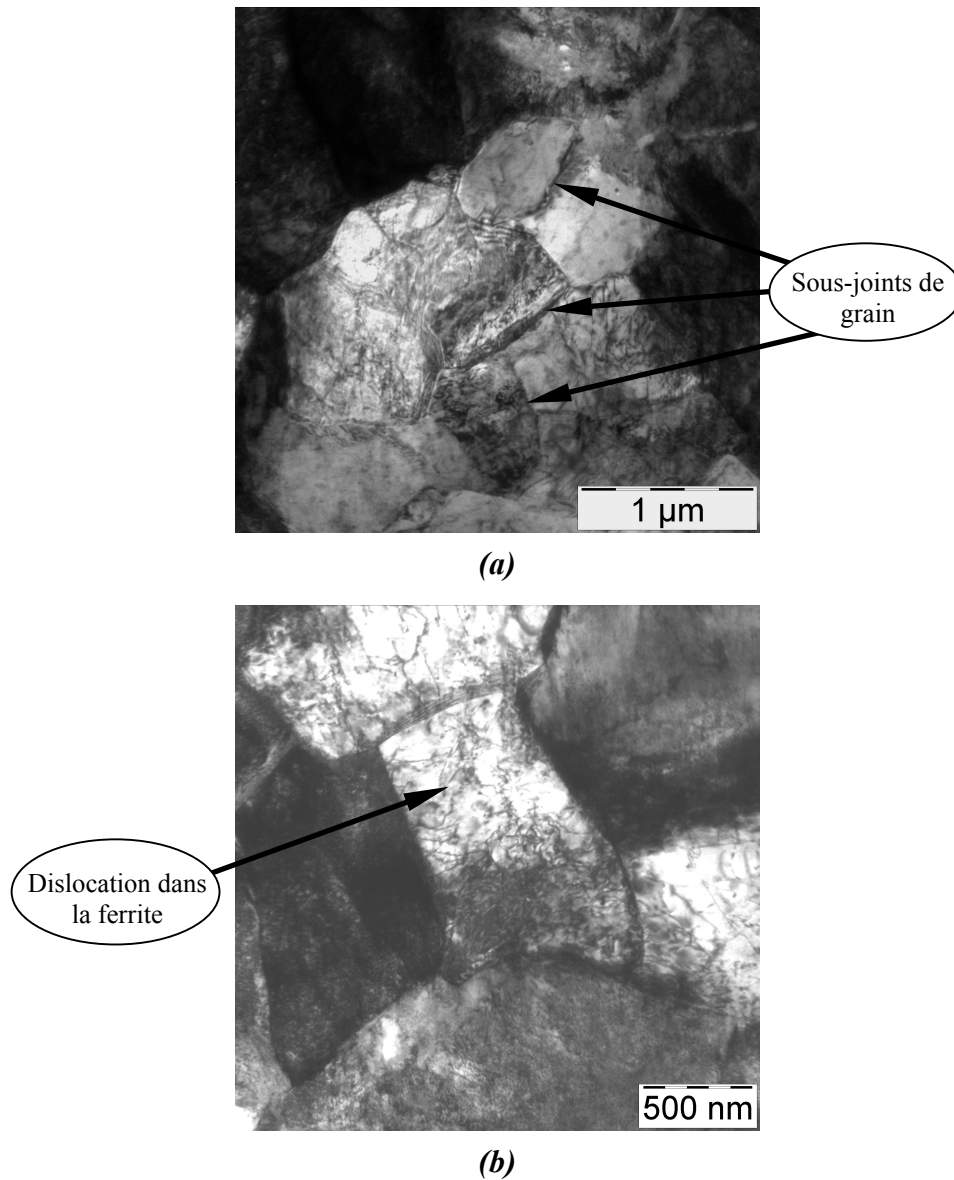


Figure 4.13.- Micrographies TEM montrant la présence de (a) sous-joints de grains et (b) dislocations dans les grains de ferrite. Acier 12Nb traité à 800°C durant 5min et trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 50°C/s.

La Figure 4.14 présente un cliché TEM sur lequel ont été dessinés les joints de grains et de phases. On constate clairement que la microstructure est constituée de petits grains de ferrite et de martensite. De nombreuses dislocations peuvent également être observées dans la ferrite, signe de son absence de recristallisation.

Les images OIM à haute résolution de la Figure 4.15 confirment ce mélange entre martensite, ferrite recristallisée et de ferrite non recristallisée.

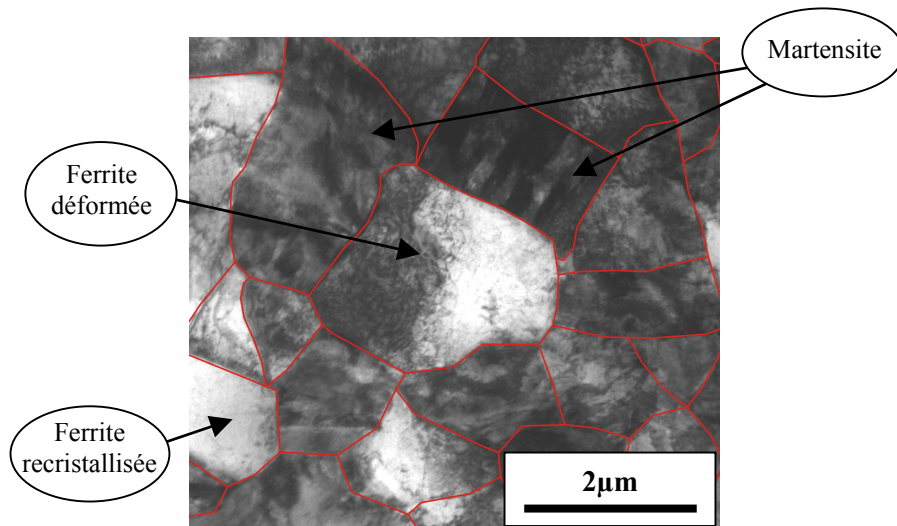


Figure 4.14.- Micrographie TEM. Acier 12Nb recuit à 800°C durant 5min. Vitesse de chauffage = 50°C/s.

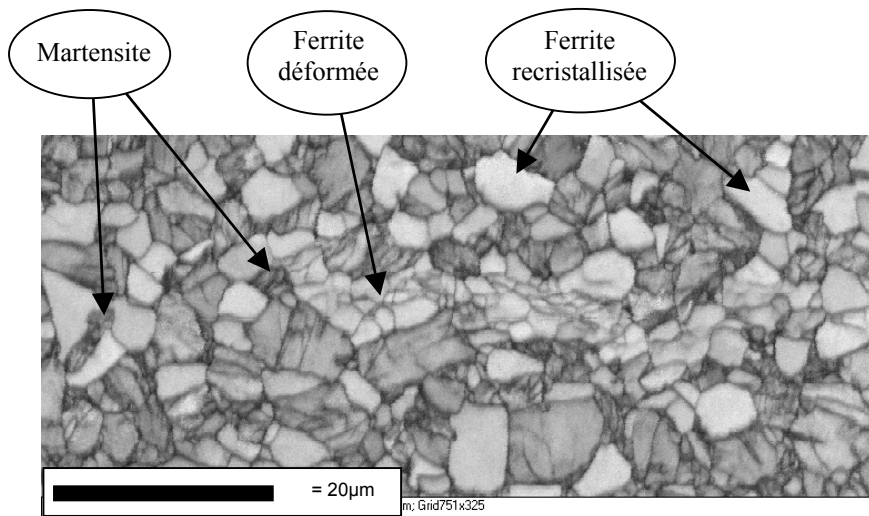


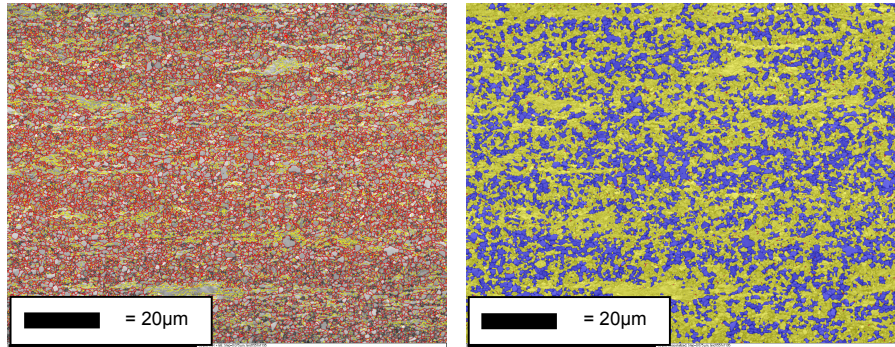
Figure 4.15.- Cartes de contraste de bande pour l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5min. Vitesse de chauffage = 50°C/s.

b) Influence de la durée de recuit intercritique après chauffage rapide

Les Figures 4.16 à 4.19 illustrent l'évolution de la microstructure pour un maintien de plus en plus long à 800°C après chauffage rapide (50°C/s) à l'aide de deux types de cartes EBSD: le contraste de bande et l'état de recristallisation, ainsi que des micrographies SEM (contraste topographique). Sur les cartes OIM un grain sera considéré comme restauré si la désorientation moyenne au sein du grain est supérieure à une valeur donnée (5°). Les grains eux-mêmes sont définis pour une désorientation supérieure à 10°. Etant donné sa sous-structure, la martensite indexée sur les cartes EBSD sera donc considérée comme une phase CC non recristallisée.

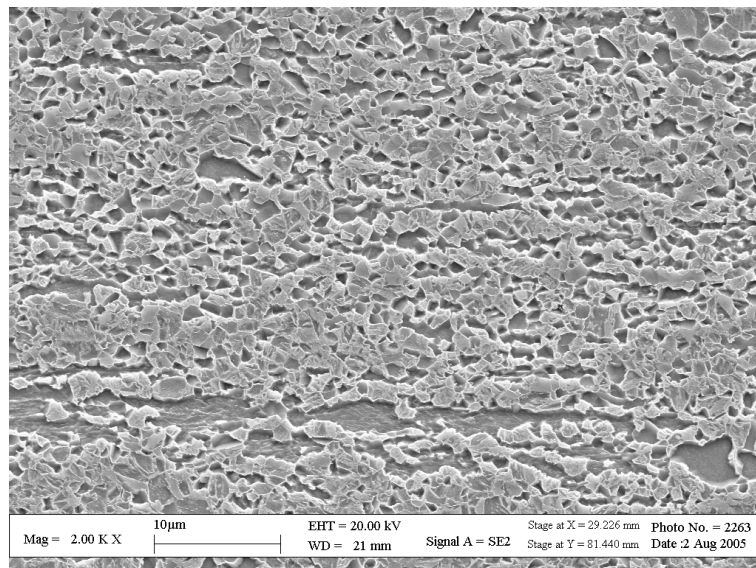
On constate que la fraction recristallisée (en bleu sur les cartes OIM) augmente avec le temps de maintien. Néanmoins, des zones uniquement restaurées subsistent encore après 1 heure de maintien. Il est important de signaler que ce temps de maintien est bien plus long que le temps du traitement total pour une vitesse de chauffage de 0.5°C/s (pour laquelle la microstructure est entièrement recristallisée).

De façon assez paradoxale, l'augmentation de la fraction recristallisée de ferrite se fait au détriment non seulement de la ferrite non recristallisée mais également de la martensite (austénite à haute température). En effet, la quantité de martensite estimée par analyse d'image est d'environ 53% pour un maintien de 1 minute et d'environ 35% pour un maintien de 1 heure.



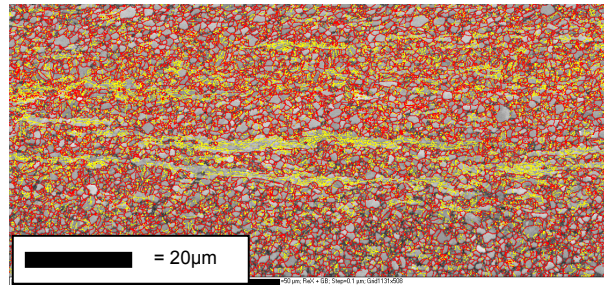
(a)

(b)

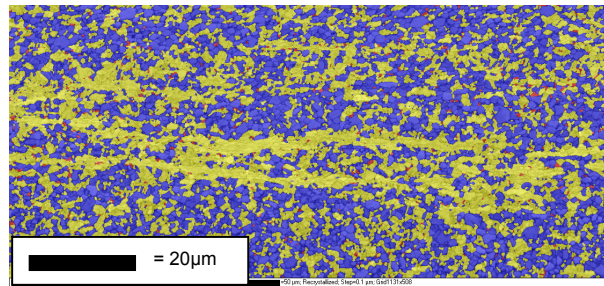


(c)

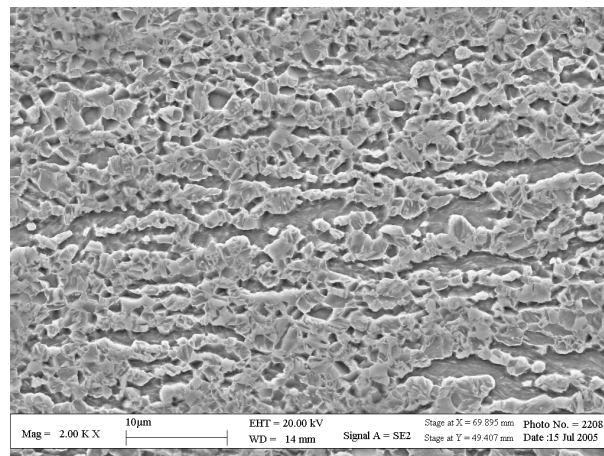
Figure 4.16.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C durant 1min puis trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 50°C/s.



(a)

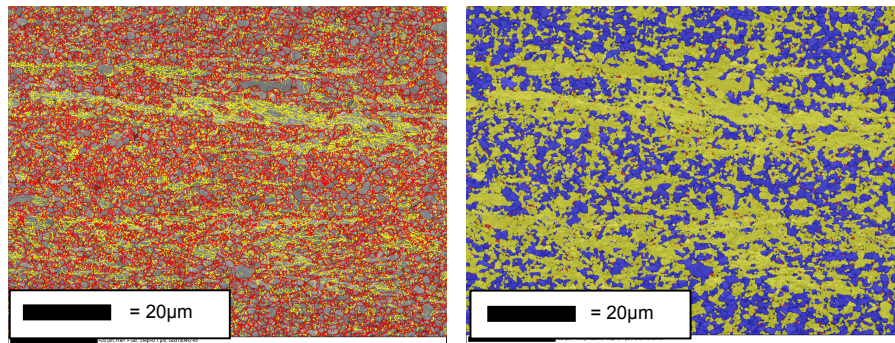


(b)



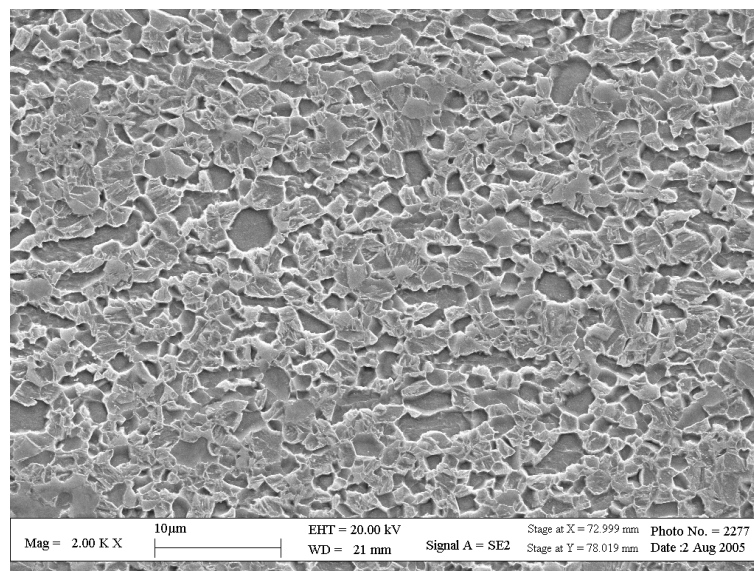
(c)

Figure 4.17.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C durant 5 min puis trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 50°C/s.



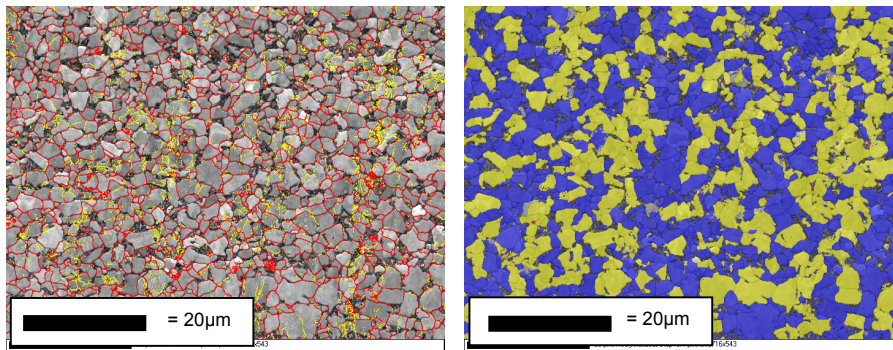
(a)

(b)



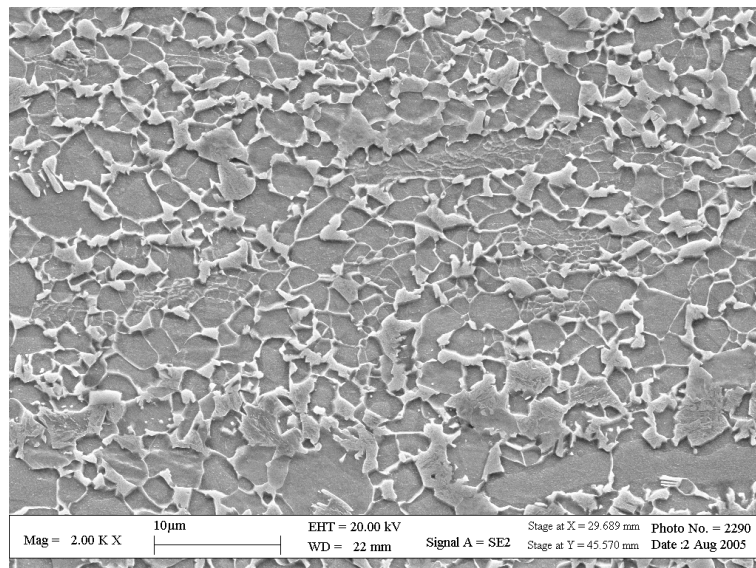
(c)

Figure 4.18.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C durant 15 min puis trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 50°C/s.



(a)

(b)



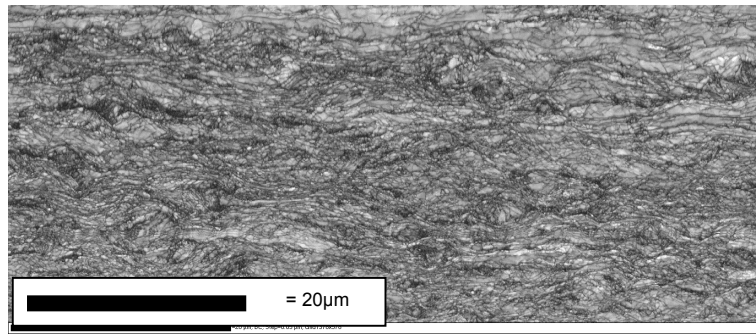
(c)

Figure 4.19.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée ainsi que (c) micrographie SEM pour l'acier 12Nb chauffé à 800°C durant 60 min puis trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 50°C/s.

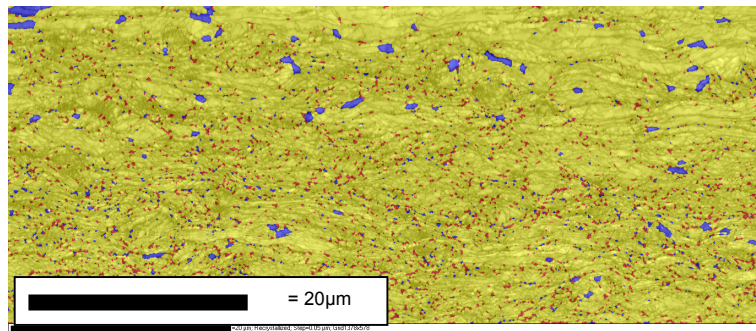
c) Influence de la température de réchauffage lors d'un chauffage lent

L'évolution de la recristallisation de la microstructure à différentes températures lors d'un chauffage à 0.5°C/s est présentée de manière séquentielle aux Figures 4.20 à 4.25. Ces Figures illustrent les cartes de contraste de bandes et de la fraction recristallisée (en bleu sur les cartes OIM) obtenues par EBSD. Afin de vérifier la nature des phases présentes, une micrographie SEM est également donnée pour les plus hautes températures.

Ces micrographies montrent que la recristallisation débute de façon significative au-delà de 650°C . Comme illustré par les micrographies des Figures 4.24 et 4.25, une proportion très importante de la microstructure est déjà recristallisée lorsque les premiers grains d'austénite se forment (entre 700°C et 750°C). Ceci est totalement différent des échantillons réchauffés rapidement.

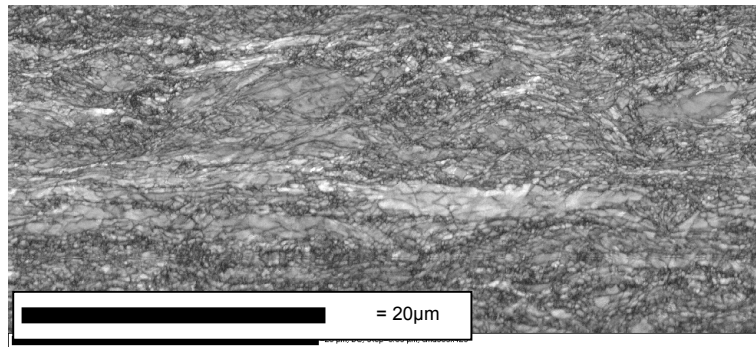


(a)

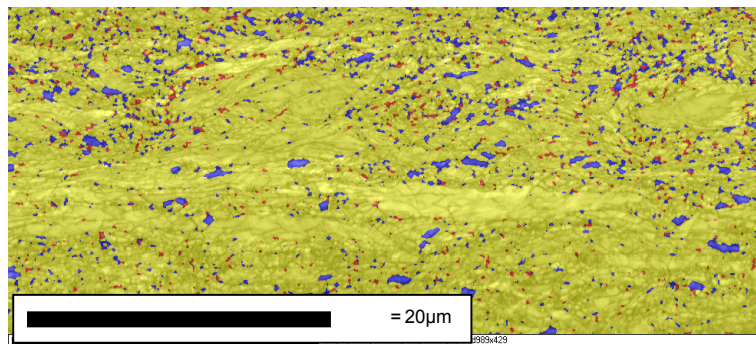


(b)

Figure 4.20.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée pour l'acier 12Nb chauffé jusque 500°C et ensuite trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

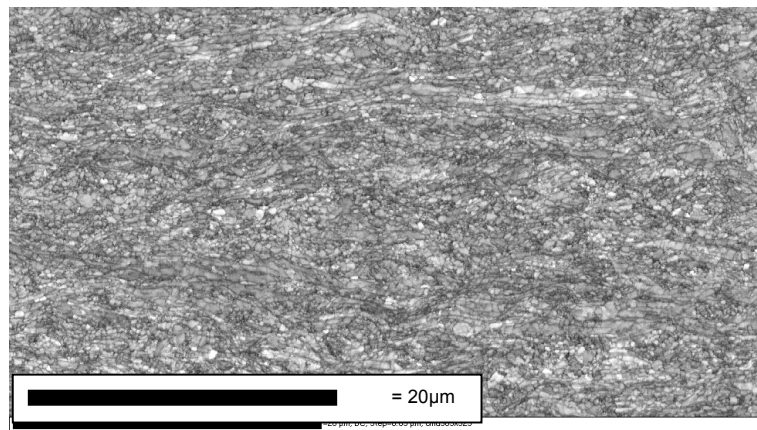


(a)

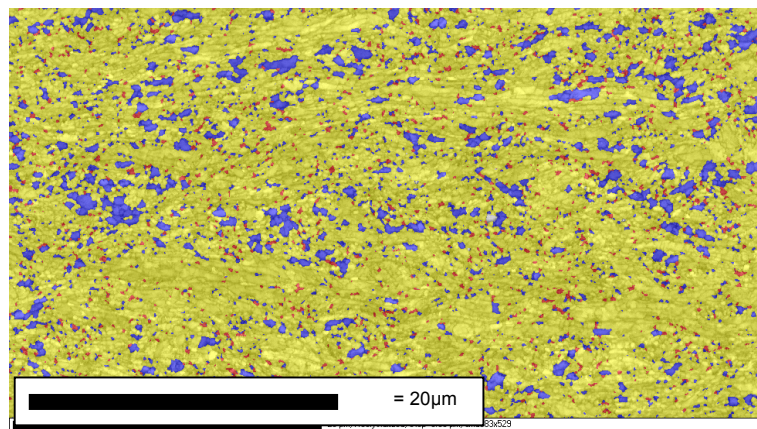


(b)

Figure 4.21.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée pour l'acier 12Nb chauffé jusqu'à 600°C et ensuite trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

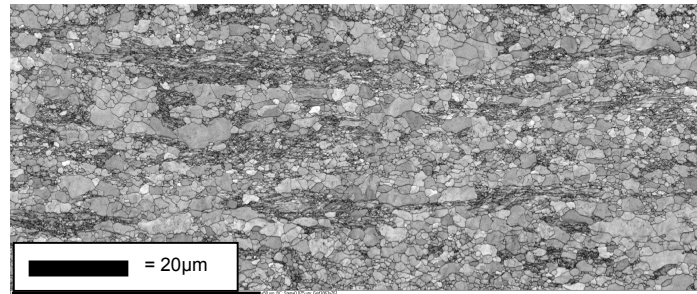


(a)

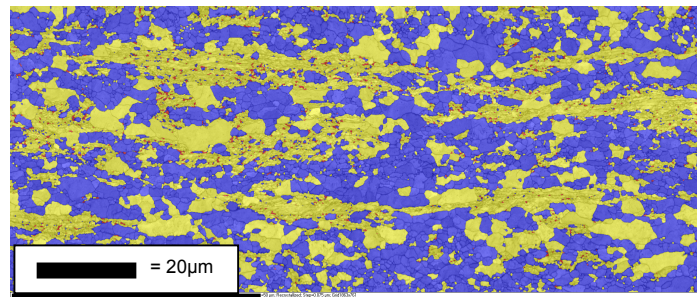


(b)

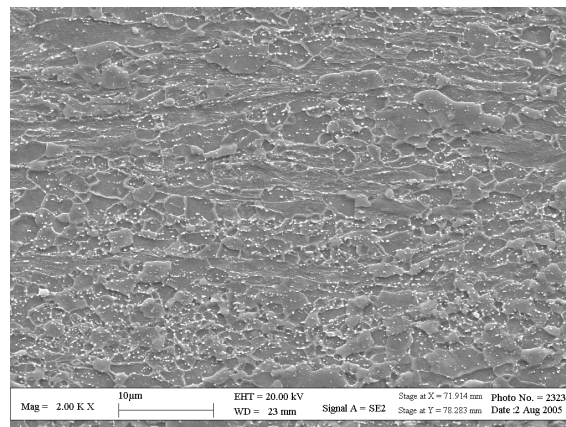
Figure 4.22.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée pour l'acier 12Nb chauffé jusque 650°C et ensuite trempé à l'eau. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.



(a)

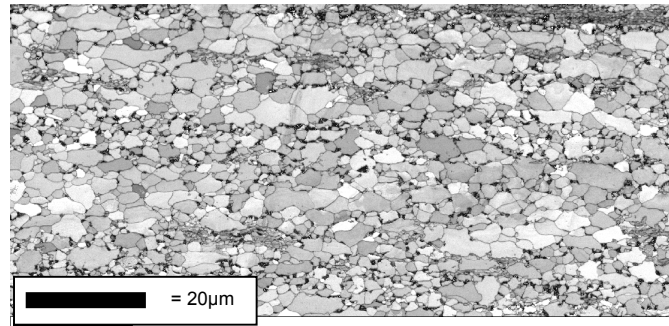


(b)

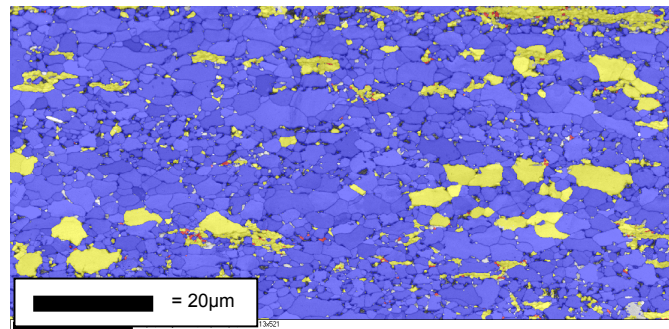


(c)

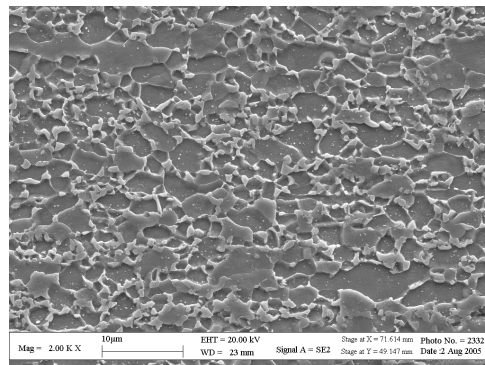
Figure 4.23.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée pour l'acier 12Nb chauffé jusque 700°C et ensuite trempé à l'eau. Une micrographie SEM (c) est aussi montrée. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.24.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recristallisée pour l'acier 12Nb chauffé jusque 750°C et ensuite trempé à l'eau. Une micrographie SEM (c) est aussi montrée. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

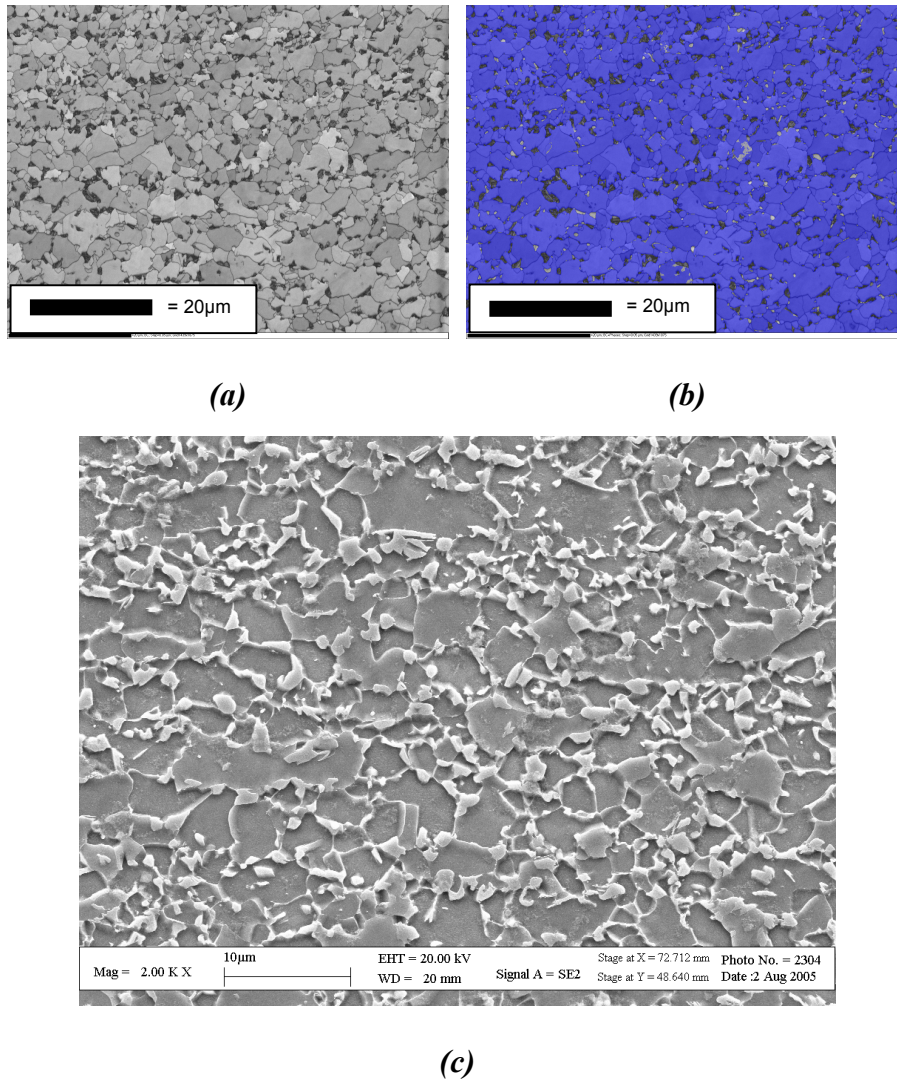
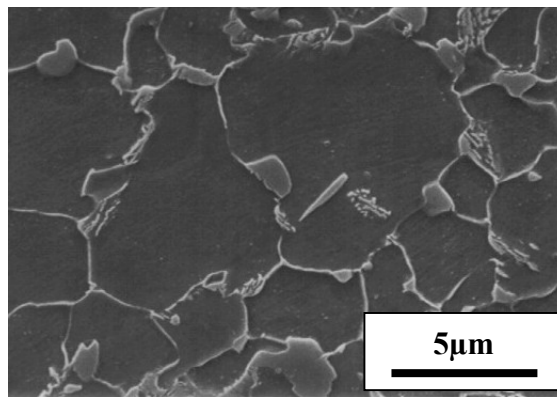


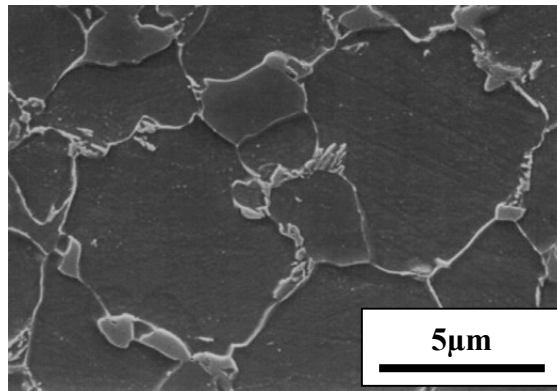
Figure 4.25.- Cartes (a) IQ de contraste de bande et (b) OIM de la fraction recrystallisée pour l'acier 12Nb chauffé jusque 800°C et ensuite trempé à l'eau. Une micrographie SEM (c) est aussi montrée. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

4.4.2 Microstructures après traitement thermique modifié

Afin d'assurer la recristallisation de la ferrite, le traitement thermique de la Figure 4.4 a été réalisé. La Figure 4.26 présente la microstructure obtenue au terme de ce traitement thermique. On constate bien que la ferrite est equiaxe et recristallisée. Des grains de seconde phase, bainite et austénite retenue, décorent les joints de grains de la ferrite.



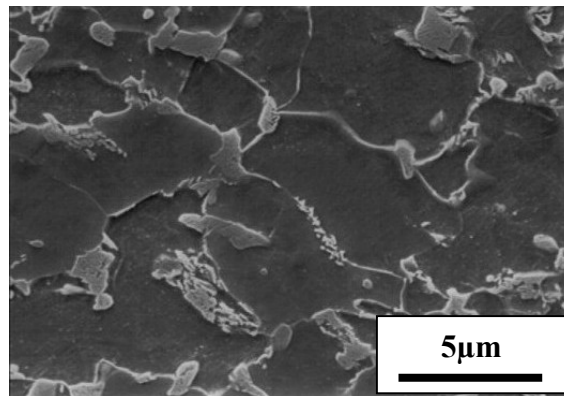
(a)



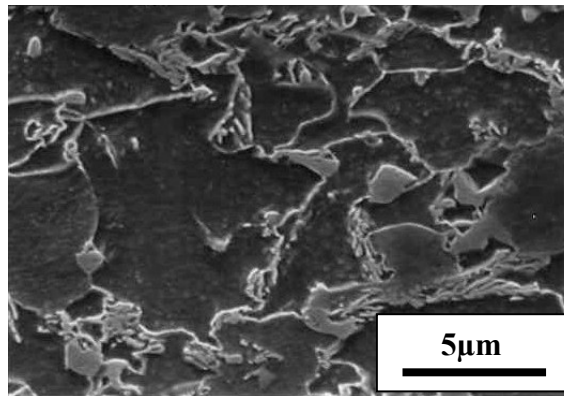
(b)

Figure 4.26.- Micrographie SEM de la microstructure de l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5min et maintenu dans la zone de transformation bainitique à 400°C pendant (a) 20s et (b) 3min. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

Les micrographies de la Figure 4.27 correspondent à la zone de déformation uniforme de chaque éprouvette de traction. Nous constatons la présence de martensite formée lors de la transformation de l'austénite retenue durant la sollicitation mécanique, montrant ainsi l'occurrence d'un effet TRIP.



(a)



(b)

Figure 4.27.- Microstructure après traction de l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5min et maintenu dans la zone de transformation bainitique à 400°C pendant (a) 20s et (b) 3min. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

4.4.3 Quantité d'austénite retenue

Le Tableau 4.3 présente les résultats de la détermination de la fraction volumique d'austénite retenue par diffraction des rayons X. Ces résultats montrent qu'une quantité importante d'austénite peut être retenue au terme du traitement thermique modifié.

Nuance	Traitement thermique	Fraction volumique d'austénite (%)
12Nb	800°C/5min + 400°C/20s	8.6
	800°C/5min + 400°C/3min	7.8

Tableau 4.3.- Fraction volumique d'austénite retenue mesurée par diffraction des rayons X.

4.4.4 Propriétés mécaniques

Les courbes contrainte vraie - déformation vraie pour l'acier 12Nb ayant subi le traitement thermique TRIP modifié sont données à la Figure 4.28. Pour comparaison, nous avons également ajouté dans la même figure la courbe de traction pour l'échantillon sans niobium identifié comme "LSi-V", étudié par P. Jacques ([Jacq01]).

Cette Figure montre que le comportement des courbes de traction pour l'acier 12Nb est comparable à un acier à faible teneur en silicium. Néanmoins, il est caractérisé par une haute limite d'élasticité (entre 500 et 600MPa), un palier de Lüders toujours assez important et une déformation uniforme appréciable.

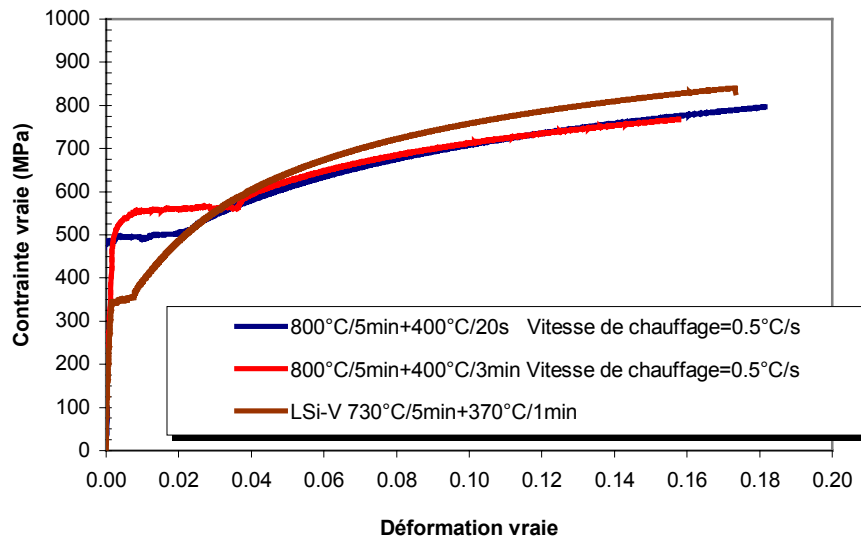


Figure 4.28.- Courbes de traction de l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5 min et transformé bainitiquement pendant différents temps à 400°C. Vitesse de chauffage = 0.5°C/s.

4.5 Discussion

a) Recrystallisation et transformations de phase lors du recuit intercritique

Les résultats obtenus concernant la recrystallisation de la ferrite lors du recuit intercritique de la nuance 12Nb montrent que différents phénomènes activés thermiquement interagissent et conduisent à des microstructures complexes.

Lors du réchauffage d'un matériau écroui, les phénomènes de restauration et de recrystallisation peuvent prendre place. De plus, au-delà de la température eutectoïde, austénite et ferrite sont les phases thermodynamiquement stables.

Chacun de ces phénomènes a lieu suivant une cinétique propre. Dans le cas des chauffages lents, les Figures 4.23 à 4.25 ont montré que la ferrite est entièrement recristallisée avant que ne se forme l'austénite. Ces deux phénomènes sont alors déconnectés. Par contre, lors d'un chauffage rapide, un ralentissement très important de la recristallisation de la ferrite est observé suite à la formation de l'austénite. Dans ce cas, une heure de maintien à 800°C ne suffit pas à faire complètement disparaître quelques grains de ferrite restaurée. On peut donc supposer que les grains d'austénite stabilisent la structure de déformation présente dans la ferrite ou inhibent la recristallisation en saturant les sites de germination potentiels.

S'il est bien connu que le niobium, en solution ou précipité, retarde grandement la recristallisation, cet effet retardateur lié à la formation de l'austénite l'est beaucoup moins. Une étude récente de Huang *et al.* [Huang02] portant sur la formation de l'austénite intercritique dans des nuances laminées à froid avec ou sans ajout de molybdène ne montrent pas un tel effet retardateur de recristallisation.

A côté de l'interaction entre recristallisation et transformation de phase, les résultats ont également montré que la proportion d'austénite formée n'était pas uniquement dépendante de la température de recuit mais également de la vitesse de chauffage et du temps de maintien. De plus, nous avons observé que la quantité d'austénite diminue avec le temps de maintien dans le cas d'un chauffage rapide. Si l'on peut aisément imaginer que la proportion d'austénite, la nouvelle phase qui se forme, augmente en fonction du temps, l'inverse est tout à fait paradoxal.

La transformation ferrite-austénite fait intervenir un réarrangement cristallographique (CC → CFC) et une redistribution des éléments d'alliage sur de longues distances (à l'échelle des phases). Classiquement, on parle de transformation contrôlée par la diffusion ou par l'interface selon que la majeure partie de l'énergie libre soit dissipée par des phénomènes d'interface (le réarrangement structural CC → CFC par exemple) ou de diffusion de soluté [Hutch01].

En réalité, les deux types de phénomènes sont présents et influencent la cinétique de transformation. De plus, les aciers présentent la particularité d'être alliés à des éléments interstitiels (C) et substitutionnels (Mn, Si, ...) pour lesquels les coefficients de diffusion sont fortement différents (plusieurs ordres de grandeur). On constate qu'une transformation de phase sans redistribution des éléments de substitution est thermodynamiquement possible ($\Delta G < 0$) même si la redistribution de ceux-ci aurait conduit à un équilibre plus stable.

A côté de l'équilibre global impliquant la redistribution complète de tous les éléments, d'autres conditions d'équilibre peuvent être considérées:

- (a) Para-équilibre: l'équilibre est respecté uniquement pour le carbone alors que les éléments de substitutions sont supposés immobiles.
- (b) Equilibre local avec partition négligeable (negligible partitioning local equilibrium): l'équilibre pour le carbone et les substitutionnels est respecté à l'interface sans qu'il y ait de diffusion volumique. Dans ce cas, il y a accumulation des substitutionnels à l'interface.

Il s'agit là de cas limites. De plus, lors d'une transformation de phase, la situation peut être non stationnaire et évoluer d'une situation à une autre.

C'est probablement ce que nous observons dans nos échantillons. Différents calculs thermodynamiques ont en effet été réalisés³ et montrent une évolution semblable à ce qui a été observé. En considérant que tout le niobium est précipité, les éléments pris en compte sont C (corrigé en tenant compte de la quantité de NbC), Mn et Si. En conditions d'équilibre, les proportions de ferrite et d'austénite sont 30% et 70%, respectivement. La composition de chaque phase est 0.19%.pds C - 1.8%.pds Mn - 0.32%.pds Si pour l'austénite et 0.006%.pds C - 0.8%.pds Mn - 0.4%.pds Si pour la

³ Calculs réalisés par C.R. Hutchinson, Monash University, Australie.

ferrite. Or, à 800°C, le coefficient de diffusion du manganèse dans l'austénite est de $\sim 4.10^{-18} \text{ m}^2/\text{s}$. En 15 et 60 minutes, les distances de diffusion sont de 50nm et 100nm. Les conditions d'équilibre ne sont donc pas applicables ici.

En conditions de para-équilibre, la microstructure devrait être constituée de 95% d'austénite (contenant pratiquement tout le carbone) et 5% de ferrite alors que les conditions d'équilibre local avec partition négligeable donnent lieu à 60% d'austénite et 40% de ferrite.

Pour rappel, nous avons mesuré les proportions de ferrite et de martensite données au Tableau 4.4.

Les variations de proportion de phase observées expérimentalement sont du même ordre que ce qui est calculé. Après chauffage rapide et 1 heure de maintien, la proportion de martensite est proche de la proportion obtenue par un chauffage lent.

Traitement thermique - vitesse de chauffage	α (%)	α' (%)
800°C x 1min - 50°C/s	47	53
800°C x 60min - 50°C/s	65	35
800°C x 2min - 0.5°C/s	76	24
800°C - 0.05°C/s	71	29

Tableau 4.4.- Proportions de ferrite et de martensite calculées pour les différents conditions de traitement thermiques et de vitesse de chauffage pour l'acier 12Nb.

On peut donc supposer que lors du chauffage rapide, l'austénite se forme initialement selon les conditions de para-équilibre. Une croissance rapide associée à une germination importante sur la structure de déformation de la ferrite conduit à une quantité importante d'austénite. Durant la croissance, le manganèse et le silicium s'accumulent néanmoins progressivement à l'interface ferrite/austénite de telle sorte que les conditions d'équilibre local prévalent de plus en plus. La quantité d'austénite diminue donc alors, avec une cinétique lente suite à la diffusion difficile du manganèse et du silicium. Dans le cas du chauffage lent par contre, les conditions d'équilibre local prévalent dès le départ et la fraction d'austénite est plus petite.

Une autre hypothèse possible serait l'effet de l'énergie de déformation qui change l'équilibre thermodynamique.

b) Propriétés mécaniques obtenues après modification du traitement thermique classique

L'effet global dû à la modification du traitement thermique classique TRIP est illustré à la Figure 4.29 qui montre le changement du comportement des courbes de traction. Ainsi, des valeurs de limite d'élasticité (R_e) et de résistance maximale (R_m) plus basses et des déformations uniformes (ϵ_u) plus importantes ont été observées, ce qui se traduit en un gain de ductilité et une légère perte de résistance. Le Tableau 4.5 compare les valeurs des propriétés mécaniques obtenues à deux vitesses de réchauffage différentes. On observe une diminution de la limite d'élasticité (environ 150MPa) et une augmentation de la déformation uniforme (environ 60%) comme résultat de la diminution de la vitesse de chauffage utilisée. Ces changements des propriétés mécaniques résultent des modifications microstructurales intervenues avec le nouveau cycle thermique. En effet, suite à la recristallisation complète de la matrice ferritique, la limite d'élasticité est plus faible mais la capacité d'écrouissage est accrue. Des propriétés comparables aux aciers bas silicium sans niobium mais avec une limite d'élasticité plus importante peuvent être atteintes.

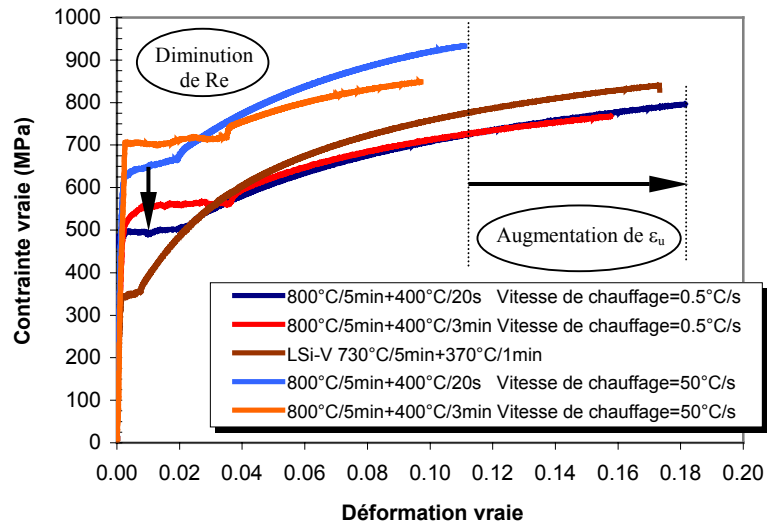


Figure 4.29.- Courbes de traction de l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5 min et transformé pendant différents temps à 400°C. Traitements thermiques réalisés selon le cycle classique (chauffage à 50°C/s) et modifié (chauffage à 0.5°C/s), montrant l'effet sur les propriétés mécaniques.

Vitesse de chauffage (°C/s)	Traitement thermique	Re (MPa)	Rm (MPa)	ϵ_u
50	800°C/5min+400°C/20s	638	933	0.11
0.5		495	797	0.18
50	800°C/5min+400°C/3min	704	849	0.10
0.5		555	768	0.16

Tableau 4.5.- Valeurs des différentes propriétés mécaniques obtenues pour l'acier 12Nb à deux différentes vitesses de chauffage jusqu'à la zone intercritique.

4.6 Conclusions

Les résultats de ce chapitre ont montré que les propriétés mécaniques de l'acier 12Nb peuvent être changées grâce à l'application d'un traitement thermique modifié pour l'obtention des aciers multiphasés à effet TRIP. Des meilleures propriétés ont été obtenues lors de la réalisation d'un chauffage plus lent pour arriver à la zone intercritique.

La technique EBSD a été un outil très précieux pour l'analyse de la microstructure et pour l'obtention de données sur la cristallographie à l'échelle du grain.

Il a ainsi été possible de mettre en évidence une interaction forte entre recristallisation et transformation de phase. De plus, différentes conditions d'équilibre peuvent être à l'œuvre lors de la formation d'austénite et conduire à des proportions de phase différentes.

4.7 Références

- [Girau01] E. Girault, P. Jacques, Ph. Harlet, K. Mols, J. Van Humbeeck, E. Aernoudt et F. Delannay, "Metallographic methods to reveal the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels", *Materials Characterization*, 40 (1998), pp. 111-118.
- [Godet03] S. Godet. "Thermomechanical processing of TRIP-assisted multiphase steels". Thèse doctorale. UCL, FSA, Unité PCIM, 2003.
- [Huang01] J. Huang. "Microstructure evolution during processing of Dual-Phase and TRIP steels". Thèse doctorale. University of British Columbia, Department of Metals and Materials Engineering, 2004.
- [Huang02] J. Huang, W.J. Poole et M. Militzer. "Austenite formation during intercritical annealing". *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 35A - N°11 (novembre 2004), pp. 3363-3375.
- [Hump01] F.J. Humphreys et M. Hatherly. "Recrystallization and related annealing phenomena". Pergamon, 1996.
- [Hutch01] C.R. Hutchinson, A. Fuchsmann et Y. Brechet. "The diffusional formation of ferrite from austenite in Fe-C-Ni alloys". *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 35A - N°4 (avril 2004), pp. 1211-1221.
- [Jacq01] P. Jacques. "On the physics and mechanics of phase transformations in TRIP-assisted multiphase steels". Thèse doctorale. UCL, FSA, Unité PCIM, 1998.

- [Tsl01] TSL. "Introduction to Orientation Imaging Microscopy™ (OIM™)". TSL Technical Note.
http://www.edax.com/literature/download_area/brochures/EBSD/tsl_intro_oim.pdf
Octobre 2004.