

Chapitre 5

Etude de l'influence du niobium en solution solide sur les propriétés mécaniques des aciers à effet TRIP

5.1 Introduction

Les chapitres précédents ont montré que la présence de niobium influence fortement non seulement les phénomènes activés lors du traitement thermique mais également les propriétés mécaniques. Or, le dosage chimique réalisé au Chapitre 3 a montré que le niobium est présent sous forme de précipités, la fraction solubilisée représentant environ 5% du contenu total en niobium. L'analyse par microscopie électronique en transmission (TEM) a permis d'observer les précipités présents et les différents essais du Chapitre 4 ont montré que des interactions fortes entre recristallisation et transformation de phase résultaient du ralentissement de ces phénomènes.

A côté de l'influence sous forme de précipités, il peut être intéressant d'analyser l'effet du niobium en solution sur les transformations de phase et les propriétés mécaniques d'aciers multiphasés.

Ce chapitre s'attachera à étudier les conditions permettant de garder le niobium en solution dans l'austénite tout en générant une microstructure multiphasée. Il s'agira de vérifier une influence éventuelle de ces conditions sur la transformation bainitique et les propriétés mécaniques.

5.2 Méthodes expérimentales

5.2.1 Détermination de la quantité de niobium précipité

Des analyses chimiques ont été réalisées sur des échantillons correspondant à l'acier 12Nb traité thermiquement selon différentes conditions afin de doser le niobium en solution. A cette fin, des échantillons de dimension 77mm x 55mm x 0.9mm ont été traités thermiquement. Les analyses chimiques ont été réalisées au CRM¹.

5.2.2 Dilatométrie

Une étude de la cinétique des transformations ferritique et bainitique a été réalisée par le biais de simulations par dilatométrie. Des échantillons de la nuance 12Nb laminée à chaud (dimensions 10mm x 4mm x 2.7mm) ont été utilisés. Le but de ces essais a été de déterminer les conditions les plus favorables permettant d'obtenir une microstructure multiphasée à base ferritique dans laquelle l'austénite contient une quantité importante de niobium en solution et d'ensuite réaliser un maintien bainitique.

Dans un premier temps, les traitements appliqués visaient à obtenir une microstructure présentant environ 70% de ferrite et 30% d'austénite à la fin d'un traitement thermique consistant en un chauffage jusqu'à 1200°C (afin de redissoudre les précipités de niobium) suivi d'un recuit intercritique. Ensuite, des traitements thermiques complets ont été appliqués: dissolution des précipités à haute température et traitement thermique TRIP "classique" en deux étapes. Ces essais ont été réalisés grâce à un *Dilatometre BÄHR DIL 805* au RDCS².

¹ Centre de Recherches Métallurgiques, CRM3, Av. du Bois Saint-Jean, 4000 Liège, Belgique.

² Centre R&D du Groupe Cockerill-Sambre, Boulevard de Colonster B57, Sart Tilman, 4000 Liège, Belgique.

5.2.3 Métallographie et analyse d'image

Les microstructures obtenues après les différents traitements thermiques ont été observées au microscope optique ainsi qu'au microscope électronique à balayage.

La préparation des échantillons pour l'observation au microscope optique consistait en l'obtention d'un poli miroir jusqu'au grade de $1\mu\text{m}$ à l'aide d'une suspension de diamant, suivi d'une attaque au Nital (2%) pendant 12 à 15 secondes.

Quant aux échantillons pour l'observation au SEM, ils ont été préparés de façon similaire aux échantillons du Chapitre 3 en utilisant la procédure développée par *Girault et al.* [Girau01].

Afin de déterminer la proportion de phases présentes (austénite - martensite à température ambiante- et ferrite) lors de la simulation des traitements thermiques par dilatométrie, le logiciel d'analyse d'images "Visilog" a été utilisé.

5.2.4 Traitements thermiques

Les résultats des traitements thermiques simulés par dilatométrie ont permis de fixer les valeurs des paramètres utilisés lors de l'application d'un traitement thermique complet (qui inclut la redissolution des précipités de niobium) sur des échantillons de l'acier 12Nb laminé à froid. Le schéma de la Figure 5.1 illustre le traitement thermique complet appliqué alors que le Tableau 5.1 présente la série de traitements thermiques réalisés.

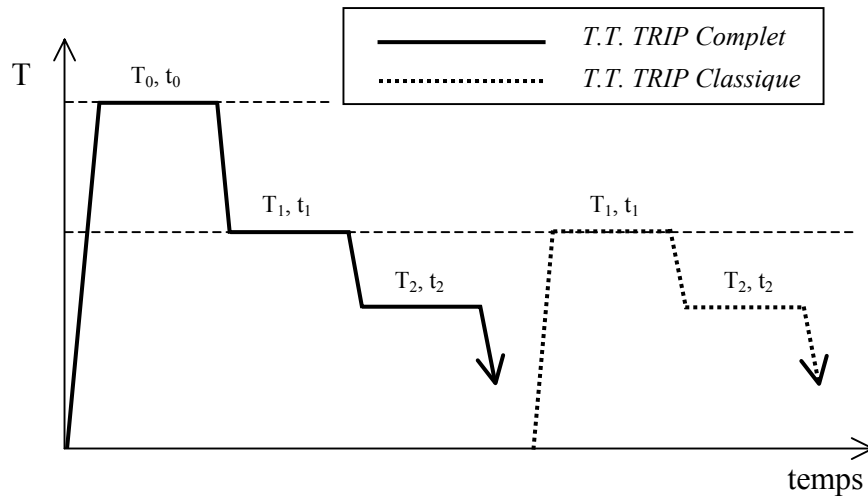


Figure 5.1.- Schéma du traitement thermique complet appliqué à l'acier 12Nb.

Nuance	Remise en solution de précipités (T_0, t_0)	Recuit intercritique (T_1, t_1)	Maintien bainitique (T_2, t_2)
12Nb	1200°C, 3min	650°C, 5min	Trempe à l'eau
		650°C, 5min	350°C, 1min
		650°C, 10min	350°C, 1min
		650°C, 14min	350°C, 1min / 3min / 5min
		660°C, 5min	350°C, 1min
		670°C, 5min	350°C, 1min

Tableau 5.1.- Traitements thermiques réalisés sur des échantillons de l'acier 12Nb.

Les traitements thermiques ont été réalisés d'abord dans un four à moufle pour le chauffage jusqu'à 1200°C, ensuite dans un four à lit fluidisé pour le recuit intercritique, et finalement dans un four à bain de plomb pour le maintien bainitique.

5.2.5 Essais de traction uniaxiale

Afin de caractériser les propriétés mécaniques, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés. La géométrie des éprouvettes de traction est illustrée à la Figure 5.2.

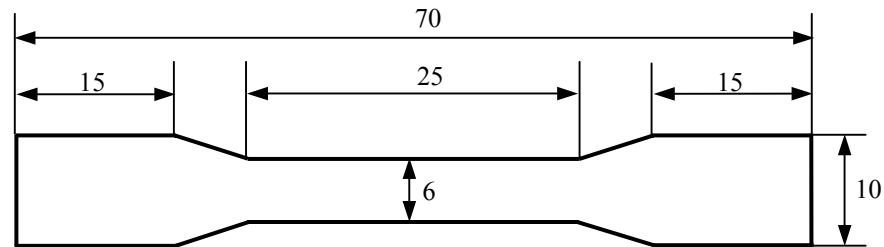


Figure 5.2.- Géométrie de l'éprouvette de traction uniaxiale (en accord à la norme européenne EN 10002-1, dimensions en mm).

Les éprouvettes testées en traction ont été préparées en adaptant la norme européenne EN 10002-1, avec l'axe de traction parallèle à la direction du laminage. La longueur initiale de mesure (l_0) était de 20 mm. Les essais ont été réalisés à température ambiante avec une vitesse de 2 mm/min. Les charges et elongations mesurées ont été converties en courbes contrainte vraie - déformation vraie.

5.3 Résultats

5.3.1 Dosage du niobium en solution

Le Tableau 5.2 présente les résultats de la détermination du Nb soluble et insoluble pour les 4 traitements thermiques réalisés (D-1 à D-4).

Dosage	Conditions du traitement thermique	Nb insoluble (ppm)	Nb soluble (ppm)	Nb dosé (ppm)
D-1	1250°C/1h + trempe à l'eau	367	636	1003
D-2	1250°C/1h + 800°C/30min + trempe à l'eau	561	389	950
D-3	1250°C/1h + trempe à l'eau + 800°C/5min + trempe à l'eau	898	172	1070
D-4	800°C/5min + 400°C/3min + trempe à l'eau	1018	52	1070

Tableau 5.2.- Résultats de l'analyse du dosage réalisé sur des échantillons de l'acier 12Nb laminé à froid.

Ces résultats montrent que lors du traitement D-1 beaucoup, mais pas la totalité du niobium a été mise en solution solide. Par contre, en descendant à une température de 800°C (traitement D-2) le niobium commence à précipiter. La comparaison des traitements D-2 et D-3 montre l'influence majeure d'une trempe jusqu'à température ambiante sur la quantité de niobium en solution. Finalement, comme exposé au Chapitre 3, très peu de niobium est en solution dans le cas d'un traitement TRIP classique. Il est important de constater que tout le niobium n'est pas dosé, une partie étant perdue lors des étapes de dissolution et de filtration.

5.3.2 Transformations de phase et microstructures

a) Ferrite

La Figure 5.3 présente les courbes dilatométriques correspondant à la transformation ferritique de l'acier 12Nb préalablement réchauffé à 1200°C durant 15min. Ces courbes montrent que la dilatation est la plus importante et la plus rapide à 650°C.

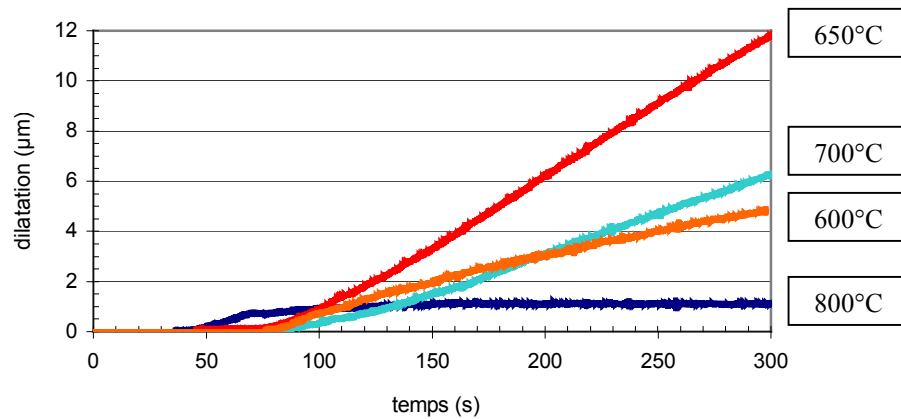


Figure 5.3.- Courbes de transformation ferritique pour l'acier 12Nb à différentes températures de recuit intercritique.

Les micrographies de la Figure 5.4 correspondent aux microstructures formées au terme des différents recuits. Ces micrographies montrent que la proportion de ferrite formée varie avec la température de maintien de manière similaire à la dilatation observée. Nous avons déterminé par analyse d'images la proportion des phases présentes après chaque traitement et ces proportions sont aussi indiquées à la Figure 5.4.

Il est important de constater que les tailles de grain sont plus grossières qu'au Chapitre 3 suite au maintien réalisé à haute température.

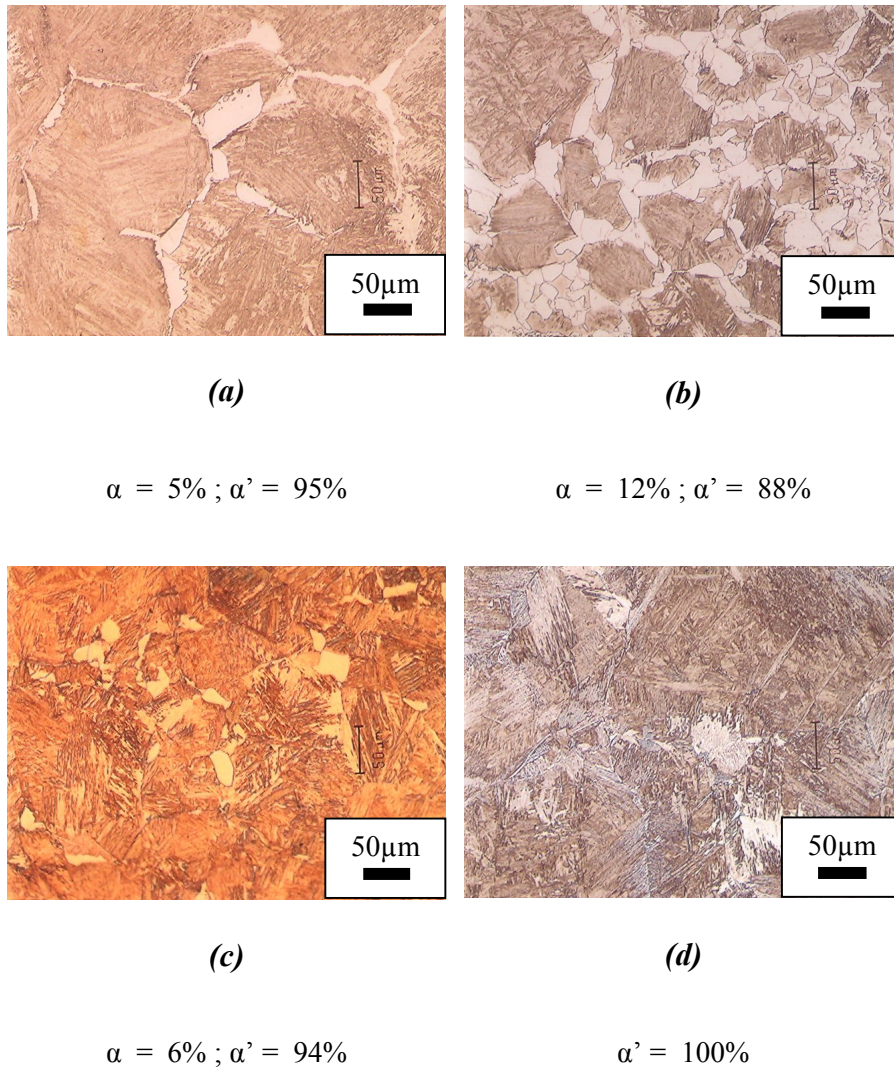


Figure 5.4.- Microstructures de l'acier 12Nb obtenues après un maintien à 1200°C durant 15 minutes suivi d'un maintien dans la zone intercritique durant 5 minutes à (a) 600°C, (b) 650°C, (c) 700°C et (d) 800°C.

La Figure 5.5 présente les courbes de dilatation à 650°C pour deux temps de maintien. Les microstructures correspondant à ces deux traitements sont données à la Figure 5.6.

De plus, nous avons déterminé par analyse d'images la proportion de phases présentes (ferrite et martensite) après ces deux maintiens à 650°C. Ces proportions sont également indiquées à la Figure 5.6. Sur cette Figure, la ferrite apparaît germée le long des joints de grain de l'austénite (ferrite allotriomorphe) et sa proportion augmente avec le temps du maintien. Ainsi, on arrive bien à une microstructure constituée d'une matrice ferritique et d'îlots austénitiques. Mais ces îlots peuvent être relativement gros et moins bien dispersés que dans le cas d'un recuit intercritique après laminage à froid.

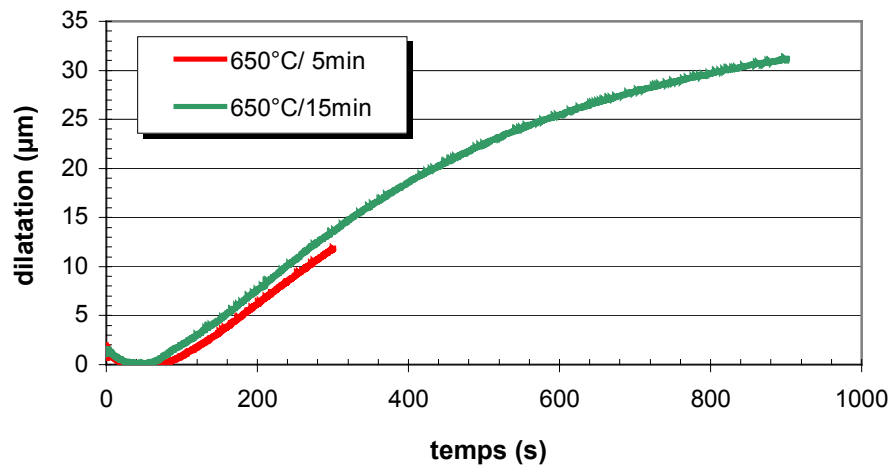


Figure 5.5.- Courbes de transformation austénitique pour l'acier 12Nb à 650°C à deux temps différents de recuit intercritique.

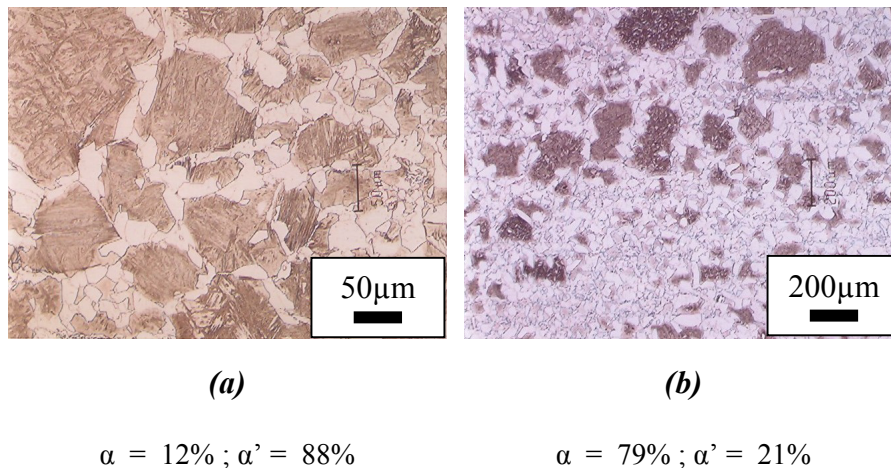


Figure 5.6.- Microstructures et proportions de phases pour l'acier 12Nb, obtenues après un maintien à 1200°C pendant 15 minutes suivi d'un recuit intercritique à 650°C durant (a) 5 minutes et (b) 15 minutes.

b) Bainite

La cinétique de la transformation bainitique a aussi été étudiée pour l'acier 12Nb. La Figure 5.7 présente sur une échelle logarithmique de temps, l'évolution de la déformation longitudinale $\Delta L/L_0$ pour des maintiens à 350°C et 400°C après différentes conditions de formation de l'austénite et de la ferrite. Nous avons également représenté sur cette Figure les courbes correspondantes à l'application du traitement thermique "classique", c'est-à-dire réchauffage direct dans le domaine intercritique depuis la température ambiante.

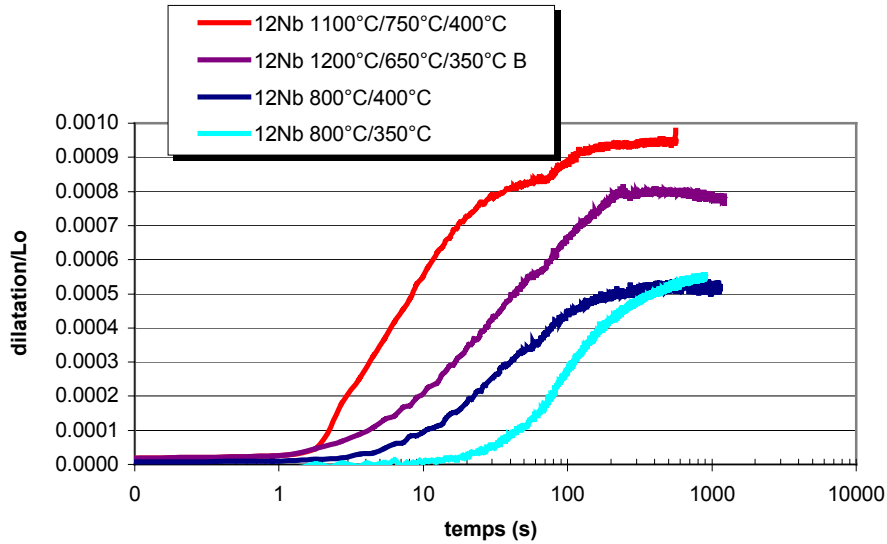


Figure 5.7.- Courbes de la transformation bainitique pour l'acier 12Nb à 400°C et 350°C. La légende des courbes montre les températures correspondantes à chaque étape du traitement thermique appliqué.

On constate que la cinétique est plus rapide pour les échantillons préalablement réchauffés à 1200°C et 1100°C. De plus, la différence entre les cinétiques à 350°C et 400°C, c'est-à-dire la formation de bainite plus rapide à plus haute température est observée dans tous les cas.

5.3.3 Microstructures après traitement thermique modifié

Les observations au microscope électronique à balayage ont permis la caractérisation qualitative des phases présentes dans la microstructure de l'acier 12Nb après la réalisation des traitements thermiques proposés. Les micrographies correspondantes sont données aux Figures 5.8 et 5.9.

La microstructure obtenue après maintien à 1200°C suivi d'un recuit à 650°C et d'une trempe à l'eau est présentée à la Figure 5.8, on observe des grains de ferrite et de martensite avec une taille de l'ordre de 20µm.

La Figure 5.9 illustre les microstructures observées après différents temps de maintien bainitique à 350°C. Après 1 minute de maintien, quelques lattes de bainite sont visibles au sein des îlots transformés en martensite.

Pour des temps plus longs, la proportion de bainite est beaucoup plus importante.

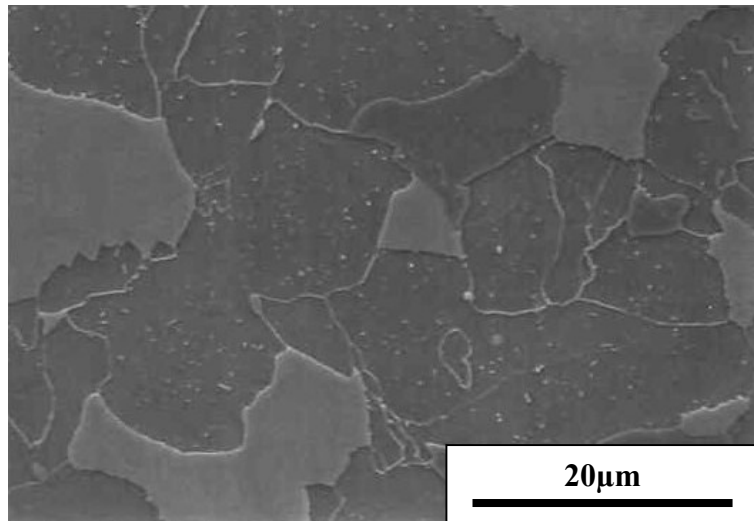
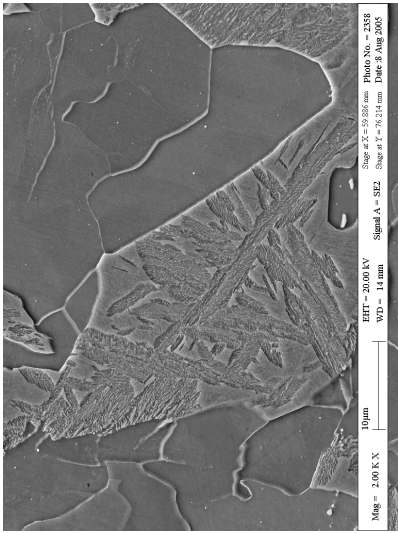
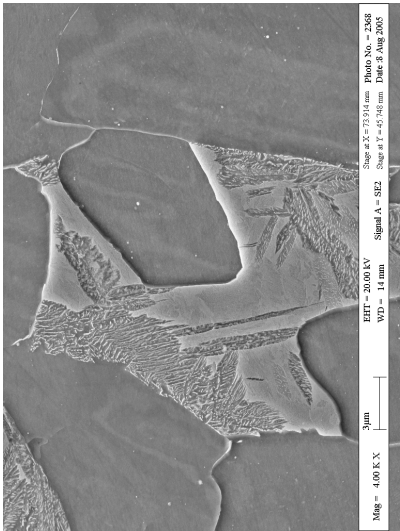


Figure 5.8.- Micrographie SEM de la microstructure de l'acier 12Nb trempé à l'eau après un chauffage à 1200°C durant 3min suivi d'un maintien à 650°C durant 14min.



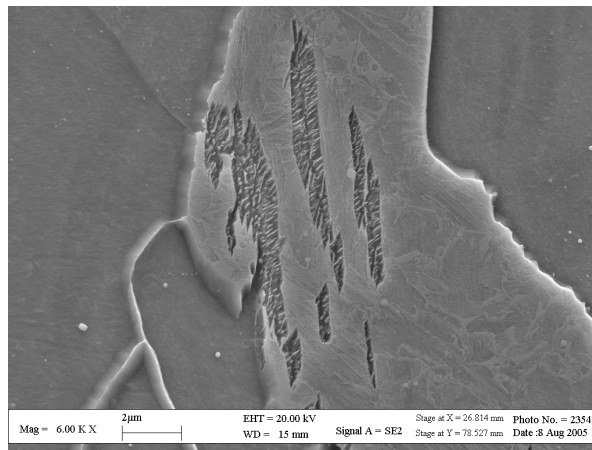
(a)



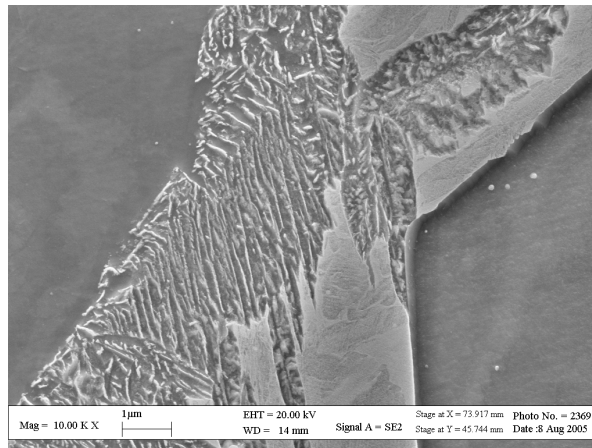
(b)

Figure 5.9.- Micrographie SEM de la microstructure pour l'acier 12Nb réchauffé à 1200°C durant 3min, puis maintenu à 650°C durant 14min et finalement laissé à 350°C pendant (a) 1min, (b) 3min et (c) 5min.

La Figure 5.10 illustre plus particulièrement la morphologie de la bainite. On peut voir que celle-ci est très fine. De plus, de nombreux carbures sont visibles à l'intérieur des lattes (formation de bainite inférieure).



(a)



(b)

Figure 5.10.- Micrographie SEM de la microstructure pour l'acier 12Nb réchauffé à 1200°C durant 3min, puis maintenu à 650°C durant 14min et finalement laissé à 350°C pendant (a) 1min et (b) 3min.

5.3.4 Propriétés mécaniques

Les courbes contrainte vraie - déformation vraie de l'acier 12Nb ayant subi les traitements thermiques modifiés sont données aux Figures 5.11 à 5.13. Pour comparaison, nous avons ajouté à la Figure 5.11 la courbe de traction pour l'échantillon bas silicium sans niobium identifié comme "LSi-V", étudié par *P. Jacques* ([Jacq01]).

Nous constatons que les échantillons ayant subi le cycle thermique avec réchauffage à 1200°C présentent un comportement mécanique particulier caractérisé par un écoulement continu, généralement observé dans le cas d'échantillons à microstructure Dual-Phase ou bainitique. En particulier, ces courbes ne présentent plus de palier de Lüders alors que les traitements des chapitres précédents conduisaient à des paliers très importants.

Néanmoins, les déformations uniformes atteintes sont assez faibles alors que la résistance est élevée, surtout pour l'échantillon Dual-Phase. De plus, lors de modifications des paramètres du recuit intercritique, les courbes obtenues montrent un comportement très semblable (Figures 5.12 et 5.13).

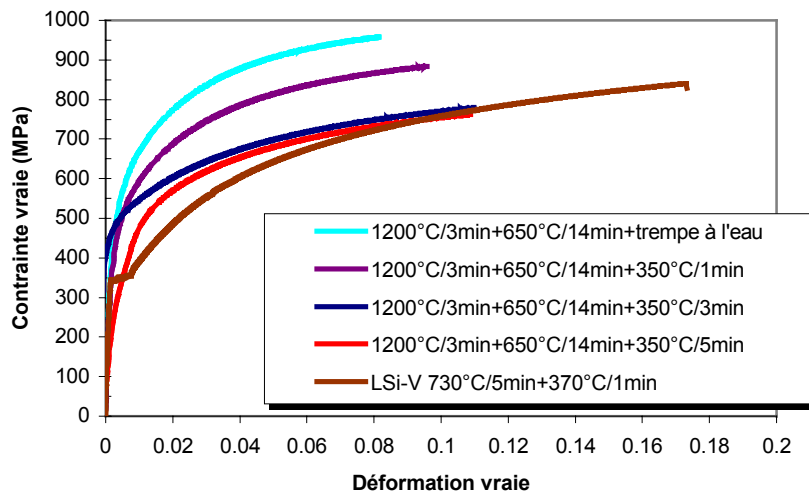


Figure 5.11.- Courbes de traction pour l'acier 12Nb avec le traitement thermique modifié.

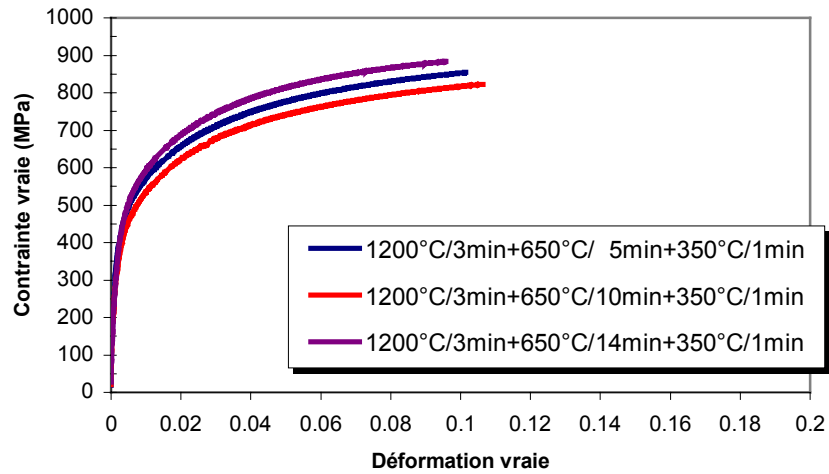


Figure 5.12.- Courbes de traction pour l'acier 12Nb pour différents temps de recuit à 650°C.

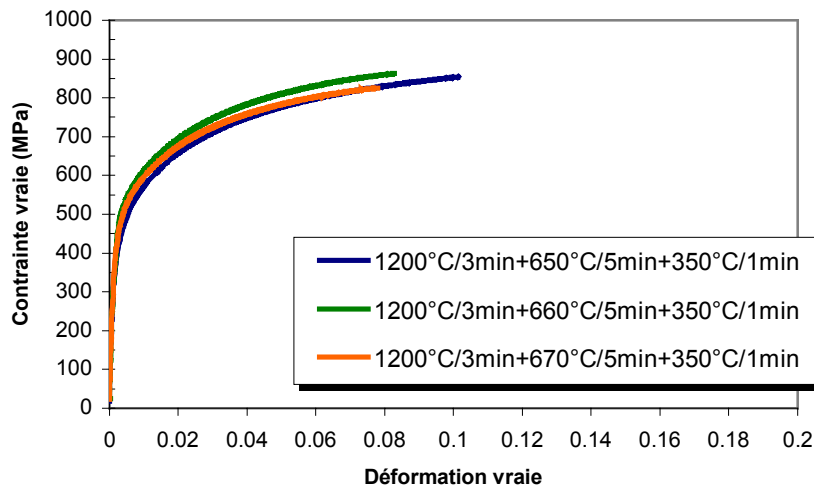


Figure 5.13.- Courbes de traction pour l'acier 12Nb à différentes températures de recuit intercritique.

5.4 Discussion

a) Etat du niobium

Ce Chapitre a pour but de mettre en évidence une influence éventuelle du niobium en solution sur les transformations de phase, en particulier la transformation bainitique.

Dans ce but, la matière est d'abord réchauffée à haute température où la limite de solubilité du niobium est la plus importante. La Figure 5.14 présente l'évolution en fonction de la température des proportions de NbC précipité, de Nb et de C solubles telles que prédites par simulation³. On constate bien que la quantité de Nb en solution est la plus importante à haute température (remise en solution complète à 1340°C) et diminue très vite avec la température. Dès 900°C, la quantité de Nb est quasi nulle.

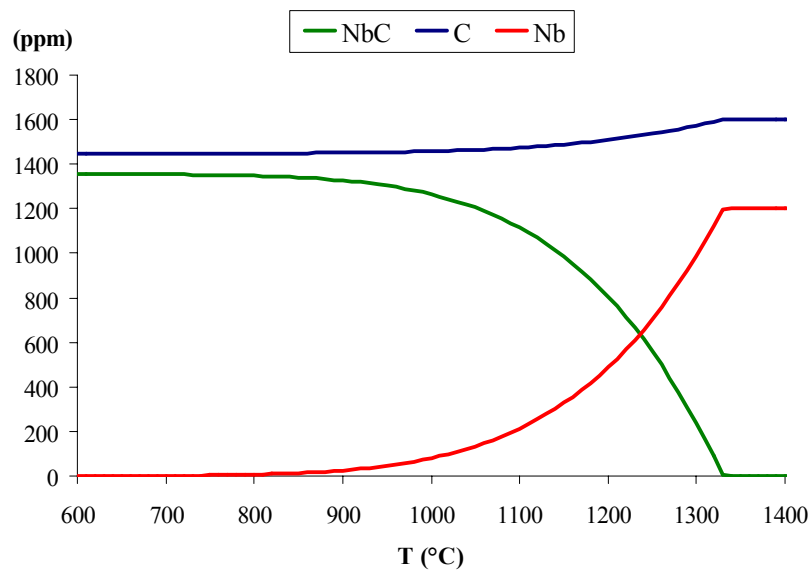


Figure 5.14.- Evolution en fonction de la température des proportions de NbC précipité, de Nb et de C soluble.

³ Simulation réalisée par le Dr. Alain Schmitz, CRM, Liège.

La comparaison entre les dosages réalisés et les quantités prédites est réalisée à la Figure 5.15. Il y a accord parfait entre la quantité dosée et la quantité prédite pour l'échantillon D-1, c'est-à-dire le traitement de remise en solution à 1250°C. Par contre, les valeurs dosées après les traitements à plus basse température sont supérieures aux valeurs calculées. Ceci illustre bien la difficulté du Nb à précipiter en l'absence de déformation, particulièrement dans le cas de l'échantillon D-2. De plus, la solubilité du niobium dans la ferrite étant un ordre de grandeur plus faible, toute transformation austénite → ferrite préalable à la formation d'austénite conduira à une diminution drastique de la quantité de niobium en solution. Ceci est observable dans les échantillons D-2 et D-3.

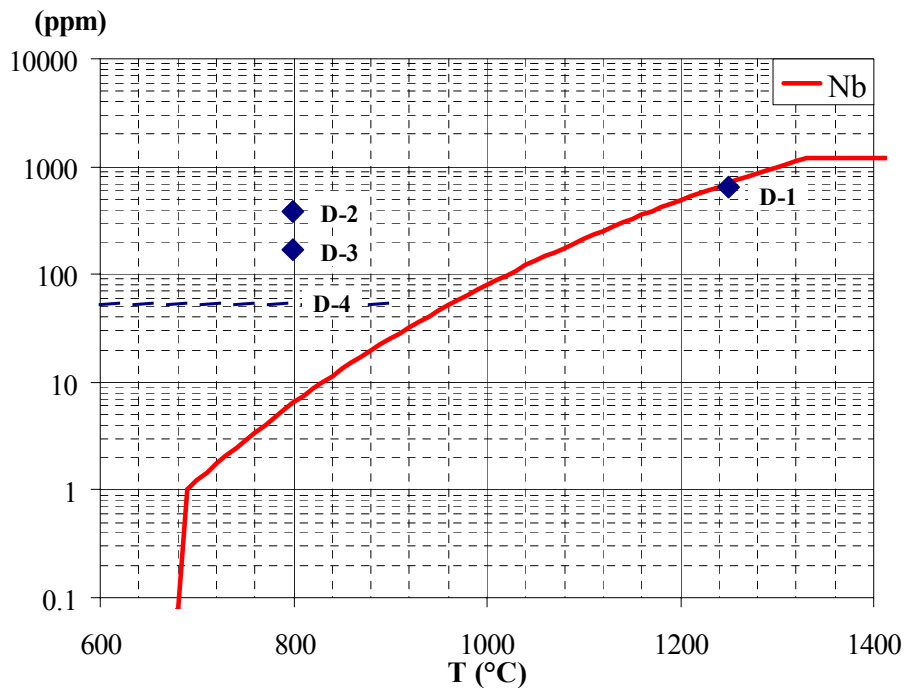


Figure 5.15.- Comparaison entre les dosages réalisés et les quantités prédites de niobium soluble.

On observe à la Figure 5.16 que malgré un maintien plus court à 800°C, l'échantillon D-3 présente une quantité de niobium en solution plus faible. En effet, les transformations austénite → martensite → austénite lors de la trempe et du réchauffage ont donné l'occasion au niobium de précipiter.

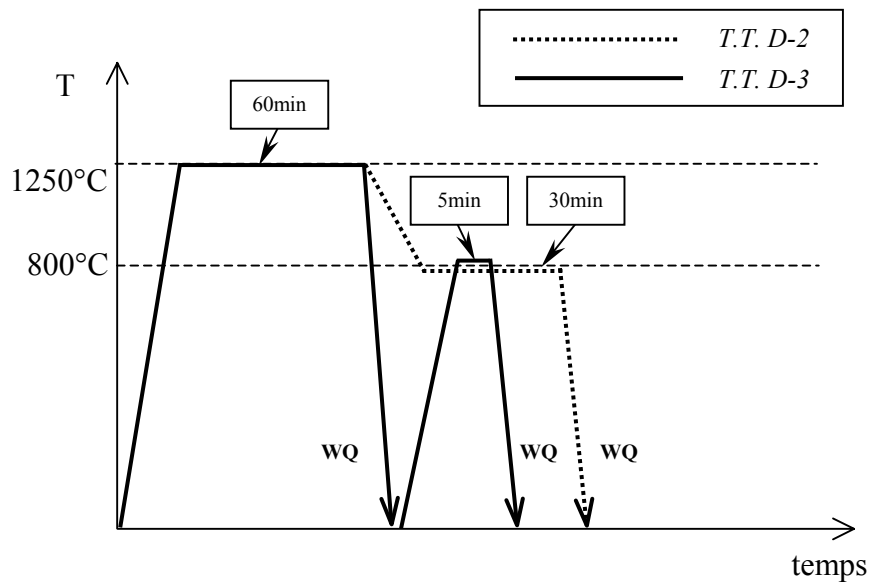


Figure 5.16.- Schéma des traitements thermiques D-2 et D-3 appliqués à l'acier 12Nb.

En conclusion, il est possible de conserver dans l'austénite à basse température une quantité sursaturée de niobium. Si le produit de solubilité indique une diminution drastique de la quantité soluble avec la température, il s'agit là d'une valeur d'équilibre qui ne tient pas compte d'effet cinétique.

b) Formation de la ferrite

Suite au réchauffage à 1200°C, les conditions conduisant à une microstructure présentant une matrice ferritique ont été recherchées. Grâce aux essais de dilatométrie et aux observations et quantifications

métallographiques, il est possible d'établir une partie du diagramme TTT de l'acier 12Nb (Figure 5.17).

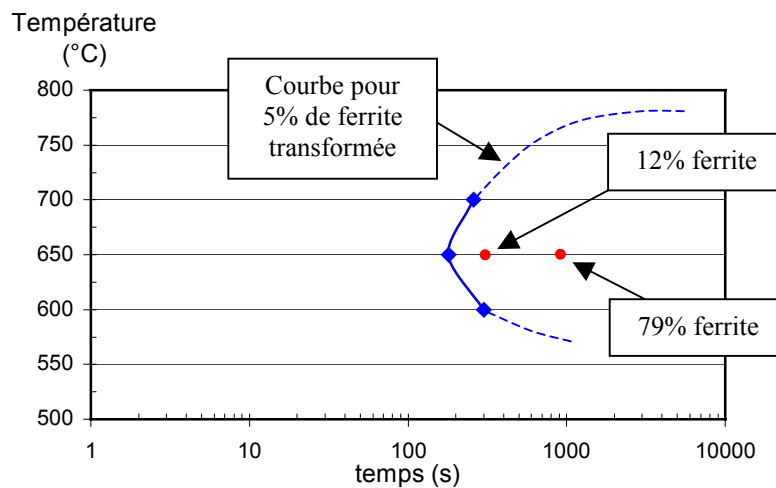


Figure 5.17.- Diagramme TTT partiel pour l'acier 12Nb.

Grâce à ce genre de traitement thermique, il est possible de générer une microstructure constituée de ~80% de ferrite et ~20% d'austénite comme dans le cas d'un recuit intercritique après laminage à froid. Mais la taille de grains et des îlots de seconde phase est beaucoup plus grossière. Or, il est bien connu que la taille de grain influence au premier ordre la cinétique de la transformation bainitique [Jacq13]. Il n'est donc pas possible de comparer les cinétiques obtenues lorsque le niobium est précipité ou en solution. Néanmoins, les micrographies de la Figure 5.10 ont montré que la bainite est assez particulière dans le cas présent. En effet, les lattes sont très fines et de très nombreux carbures intra-lattes sont visibles. Etant donné la grande différence de solubilité du niobium entre ferrite et austénite, on peut aisément imaginer que ce niobium active la précipitation de carbures à l'intérieur des lattes de bainite, freinant la redistribution du carbone

vers l'austénite environnante et donc sa stabilisation. Une étude pour TEM serait nécessaire afin de caractériser la nature de ces carbures. Finalement, la morphologie et la taille de ces îlots influencent certainement les propriétés mécaniques qui ne montrent aucune amélioration.

5.5 Conclusions

Les résultats de l'analyse de dosage ont permis de connaître l'état de dissolution du contenu en niobium pour différentes conditions de traitement thermique et ont aussi apporté une information quantitative pour décider du chemin à suivre pour le traitement thermique modifié. Lors du traitement thermique complet, le fait de réchauffer jusqu'à la zone de dissolution de précipités de niobium donne comme résultat un grossissement de l'austénite. En conséquence, la microstructure est plus grossière et les propriétés mécaniques moins bonnes.

5.6 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.
- [Glad01] T. Gladman. "The physical metallurgy of microalloyed steels". The Institute of Materials, 2002.
- [Jacq01] P. Jacques. "On the physics and mechanics of phase transformations in TRIP-assisted multiphase steels". Thèse doctorale. UCL, FSA, Unité PCIM, 1998.
- [Jacq13] P.J. Jacques. "Transformation-induced plasticity for high strength formable steels". *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, Vol. 8 (2004), pp. 259-265.
- [Perrar01] F. Perrard. "Caractérisation et modélisation de la précipitation du carbure de niobium et du cuivre dans les aciers bas carbone". Thèse doctorale. Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2004.