

Chapitre 3

Aciers multiphasés alliés au niobium: Microstructures et Propriétés

3.1 Introduction

Dans ce Chapitre, nous allons étudier l'influence de la présence de quantités assez importantes de niobium (0.05% et 0.12% en poids) sur les microstructures et les propriétés mécaniques de nuances utilisées pour l'obtention d'aciers multiphasés à effet TRIP. Ces nuances ont été traitées thermiquement selon un traitement thermique dit "classique" pour l'obtention d'un acier multiphasé à effet TRIP. Les résultats de la caractérisation des microstructures ainsi que de l'évaluation des propriétés mécaniques sont présentés.

Des travaux précédents concernant des nuances contenant de faibles quantités en niobium (entre 0.01%.pds et 0.04%.pds) [Hulka01, Ohler01] ont montré que la présence de cet élément de micro-alliage influence les transformations de phase, la microstructure ainsi que les propriétés mécaniques. Dans le cas présent, la quantité de niobium est beaucoup plus importante. De plus, il est important de signaler que ce niobium se trouve sous forme précipitée.

3.2 Matériaux

Trois aciers différents dont la composition chimique est présentée au Tableau 3.1 ont été étudiés. Ces nuances, appelées 00Nb, 05Nb et

12Nb, ont été coulées sous forme de lingots de 100kg par le CRM¹. Ces lingots ont ensuite été réchauffés à 1250°C puis laminés à chaud jusqu'à une épaisseur de 12mm en 4 passes.

L'acier 00Nb correspond à la composition classique pour un acier multiphasé à effet TRIP avec un contenu en Si très bas. Cette nuance a déjà été étudiée par *P. Jacques* et *A. Mertens* [Jacq01, Jacq02, Jacq10, Mert01] qui ont montré qu'il est possible d'obtenir un bon compromis résistance-ductilité malgré une teneur réduite en Si. Les aciers 05Nb et 12Nb contiennent également peu de Si. De plus, la composition est identique pour les autres éléments, mis à part le niobium avec 2 niveaux, 0.05% et 0.12% en poids.

[% en poids]										
Acier	C	Si	Mn	Nb	P	S	Cr	Al	Cu	N
00Nb	0.17	0.32	1.35	<0.001	0.013	0.002	0.031	0.016	0.007	0.0046
05Nb	0.17	0.34	1.43	0.05	0.012	0.003	0.026	0.038	0.007	0.0029
12Nb	0.16	0.34	1.40	0.12	0.011	0.004	0.026	0.042	0.007	0.0035

Tableau 3.1.- Composition chimique des nuances étudiées.

Les nuances présentées au Tableau 3.1 furent fournies sous forme de plaques d'environ 12mm d'épaisseur. Elles ont été à nouveau réchauffées jusqu'à 1250°C, laminées à chaud jusqu'à une épaisseur de 5mm en 1 passe et ensuite refroidies à l'air jusqu'à température ambiante. Ces tôles ont été analysées par métallographie et par microdureté. Finalement, les nuances ont été laminées à froid jusqu'à une épaisseur d'environ 0.9mm.

¹ Centre de Recherches Métallurgiques, Gand, Belgique.

Tant le second laminage à chaud que le laminage à froid furent réalisés à l'Unité IMAP. La Figure 3.1 illustre les traitements thermomécaniques réalisés sur les nuances étudiées.

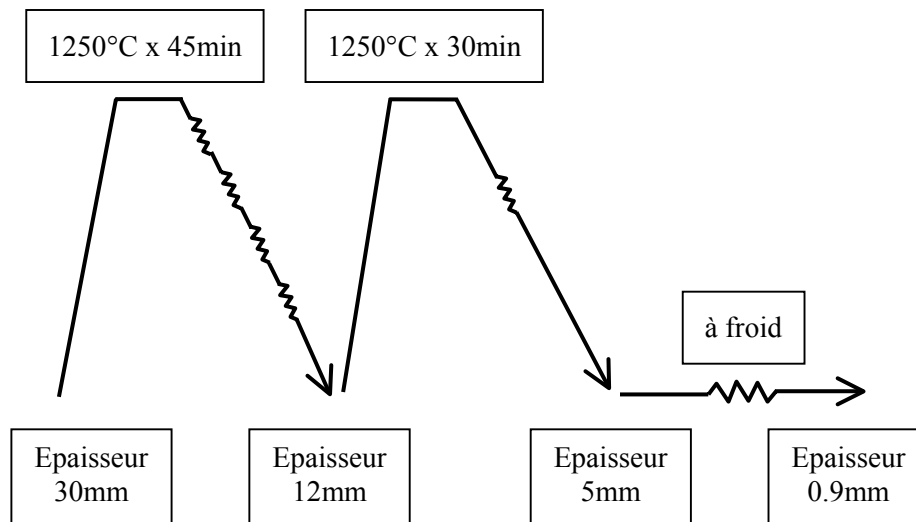
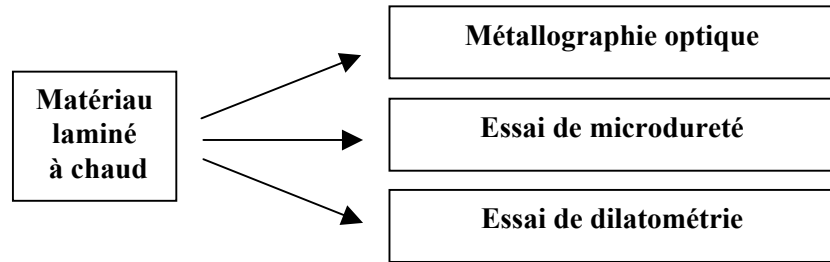


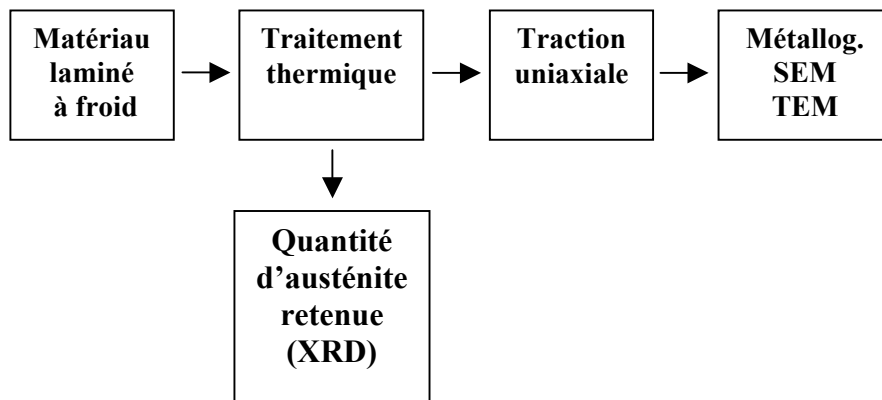
Figure 3.1.- Schéma des traitements thermomécaniques réalisés sur les nuances étudiées.

3.3 Méthodes expérimentales

Le schéma de la Figure 3.2 illustre les différentes procédures utilisées pour la caractérisation et la détermination des propriétés mécaniques des nuances étudiées. Ce schéma présente pour chaque état du matériau (laminé à chaud/laminé à froid) les essais réalisés ou les techniques appliquées.



(a)



(b)

Figure 3.2.- Schéma des procédures expérimentales suivies sur les nuances étudiées: (a) laminées à chaud et (b) laminées à froid.

3.3.1 Métallographie optique

La microstructure de départ de chaque nuance fut observée après la préparation métallographique correspondante, laquelle consiste 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 15 secondes.

3.3.2 Microdureté

Plusieurs mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sur chaque nuance à l'aide d'une machine *Dia Tester 2 RC WOLPERT*. Les échantillons utilisés étaient identiques à ceux de l'analyse métallographique. Les charges appliquées étaient 294.1N (HV30) et 196.1N (HV20) pendant 10s. Après l'application de la charge les diagonales correspondantes à chaque empreinte ont été mesurées et à partir de la moyenne de celles-ci la valeur de microdureté Vickers calculée.

3.3.3 Dilatométrie

Cette méthode constitue un complément indispensable à l'observation micrographique pour l'étude des traitements thermiques et des transformations de phase des aciers. De plus, elle se révèle un moyen simple et rapide de donner une description qualitative des phénomènes métallurgiques étudiés [Constan01].

Des traitements thermiques ont été simulés dans un dilatomètre afin de connaître la cinétique de transformation de phase des aciers 12Nb et 05Nb. Ces essais ont été réalisés dans un *Dilatomètre BÄHR DIL 805* au RDCS². Les échantillons pour cette étude étaient des parallélépipèdes de dimensions 10mm x 4mm x 2.7mm.

La dilatométrie a permis de déterminer les valeurs des températures Ac_1 et Ac_3 (début et fin de la région intercritique où les phases α et γ coexistent) ainsi que de réaliser différents traitements thermiques exploratoires. De plus, grâce à l'essai de dilatométrie, il a été possible d'étudier la cinétique de la transformation bainitique.

3.3.4 Traitements thermiques

Les échantillons laminés à froid servant à la caractérisation de la microstructure et aux essais de traction ont subi un traitement thermique dit "classique" pour l'obtention des aciers multiphasés à effet TRIP. Ce traitement, déjà décrit au Chapitre 2, est composé de

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

deux étapes (voir Figure 3.3) dont les températures pour le recuit intercritique (T_1) et le maintien bainitique (T_2) ont été obtenues à partir des essais de dilatométrie.

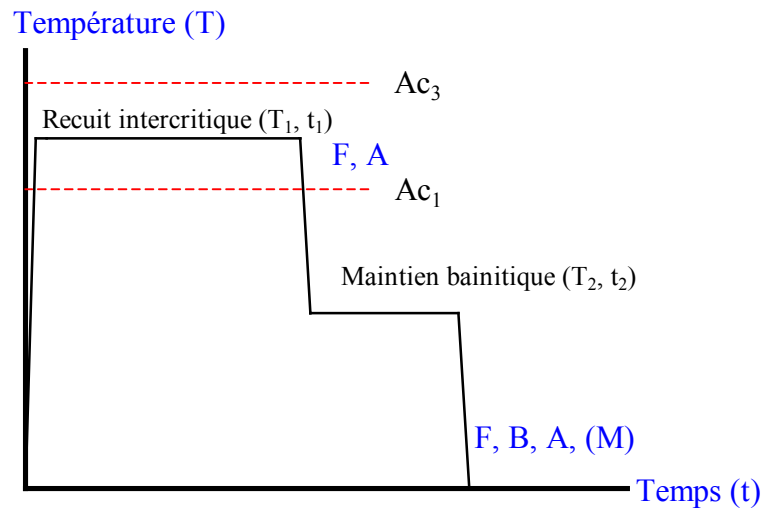


Figure 3.3.- Schéma typique du traitement thermique appliqué aux aciers multiphasés à effet TRIP (F: Ferrite, A: Austénite, B: Bainite, M: Martensite) [Mert01].

Pendant le recuit intercritique une certaine quantité d'austénite est formée. Ensuite, lorsque l'acier est maintenu dans la zone de température correspondant à la formation de la bainite (maintien bainitique), une partie de l'austénite est transformée en bainite tandis que l'austénite restante peut, éventuellement, être suffisamment stabilisée pour éviter sa transformation en martensite après une trempe à l'eau.

Le recuit intercritique a été réalisé dans un four à lit fluidisé où une charge d'alumine en poudre (taille de particules $\leq 400\mu\text{m}$) est fluidisée par de l'air injecté, ce qui permet d'assurer la stabilité et l'homogénéité de la température ainsi qu'obtenir une haute vitesse de

chauffage (environ 50°C/s). Pour le maintien bainitique, un four à bain de plomb a été utilisé lequel assure une vitesse rapide de refroidissement (~100°C/s) depuis la zone intercritique ainsi qu'une bonne stabilité de la température. Les échantillons ont été découpés avant traitement thermique selon la direction de laminage. A partir des résultats du test de dilatométrie, les séries suivantes de traitements thermiques ont été réalisées:

Nuance	Recuit intercritique (T ₁ , t ₁)	Maintien bainitique (T ₂ , t ₂)
12Nb	800°C, 5min	400°C / 350°C 5s < t ₂ < 300s
05Nb	765°C, 5min	400°C / 350°C 10s < t ₂ < 600s

Tableau 3.2.- Traitements thermiques proposés pour les tôles d'aciers laminées à froid.

Les différents temps de maintien bainitique ont été choisis dans le but d'observer l'évolution de la quantité d'austénite retenue lors de la transformation bainitique ainsi que les éventuelles améliorations des propriétés mécaniques.

Quelques échantillons ont aussi été trempés directement après recuit intercritique afin d'obtenir une structure biphasée ferrite-martensite.

3.3.5 Détermination de la quantité de niobium précipitée

Une analyse chimique a été réalisée sur un échantillon d'acier 12Nb traité selon le cycle classique pour les aciers à effet TRIP afin de déterminer la quantité de niobium précipitée et celle restant en solution solide après l'application du traitement thermique. Cette analyse, réalisée au CRM³, a consisté en une dissolution électrolytique

³ Centre de Recherches Métallurgiques, CRM3, Av. du Bois Saint-Jean, 4000 Liège, Belgique.

de l'acier qui permet de garder uniquement les résidus non dissous (insolubles) de carbures de micro-alliés, notamment les carbures de Nb qui sont par la suite filtrés et mesurés.

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

Les échantillons pour l'observation au microscope électronique à balayage ont été préparés en suivant la procédure développée par Girault *et al.* [Girau01]. Cette technique permet de révéler la microstructure des aciers multiphasés. Les échantillons ont d'abord subi un revenu à 200°C pendant 2 heures. Ce traitement de revenu a pour but d'améliorer l'observation de la martensite en induisant la précipitation de carbures depuis la structure sursaturée de la martensite, ce qui permet de révéler sa sous-structure et de la distinguer de l'austénite après attaque au Nital.

Ensuite, les échantillons ont été polis et finalement attaqués au Nital (2%) pendant 9 à 12 secondes. Le Nital attaque préférentiellement la ferrite et laisse intacte l'austénite et la cémentite. Ceci crée un contraste topographique qui est révélé en utilisant les électrons secondaires.

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.

3.3.7 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'au grade de 1 µm avec une suspension de diamant. Les mesures ont été réalisées en configuration "θ-2θ". Le temps de mesure a été adapté en fonction de la quantité d'austénite présente dans l'échantillon. L'analyse des spectres de diffraction a été réalisée à l'aide de la méthode Rietveld qui consiste à comparer le

spectre mesuré avec un spectre théorique établi sur base des paramètres de la mesure.

3.3.8 Essai de traction uniaxiale

Afin de caractériser les propriétés mécaniques et d'étudier l'influence des différents traitements thermiques, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés. Les éprouvettes de traction ont été préparées en adaptant la norme européenne EN 10002-1.

La géométrie des éprouvettes de traction est illustrée à la Figure 3.4.

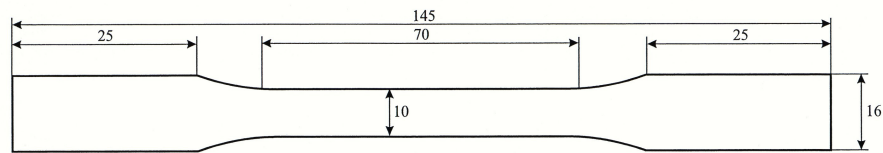


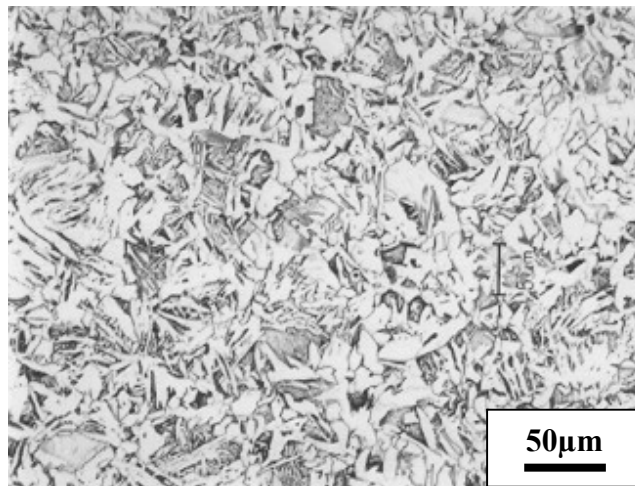
Figure 3.4.- Géométrie de l'éprouvette pour le test de traction uniaxiale (en accord à la norme européenne EN 10002-1, dimensions en mm).

La technique d'usinage utilisée a été l'électroérosion (EDM) avec l'axe de traction parallèle à la direction du laminage. L'électroérosion assure l'absence de déformation préalable ainsi qu'une zone affectée très limitée (quelques dizaines de microns). La longueur initiale de mesure (l_0) était de 40mm. 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. A partir de chaque courbe, la valeur de la contrainte vraie à charge maximale ainsi que la valeur de la déformation uniforme ont été déterminées.

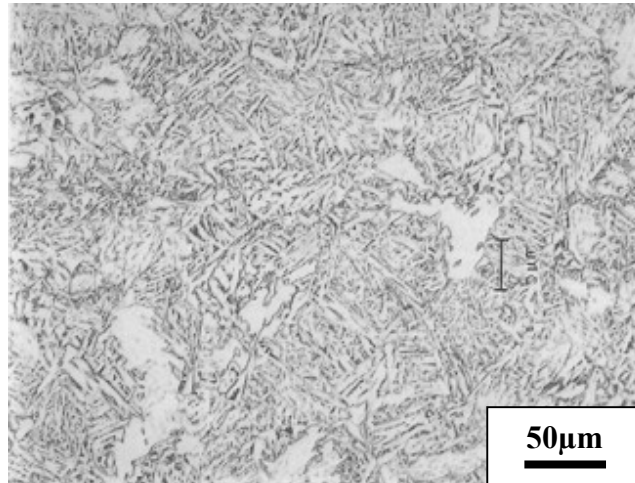
3.4 Résultats

3.4.1 Microstructure initiale

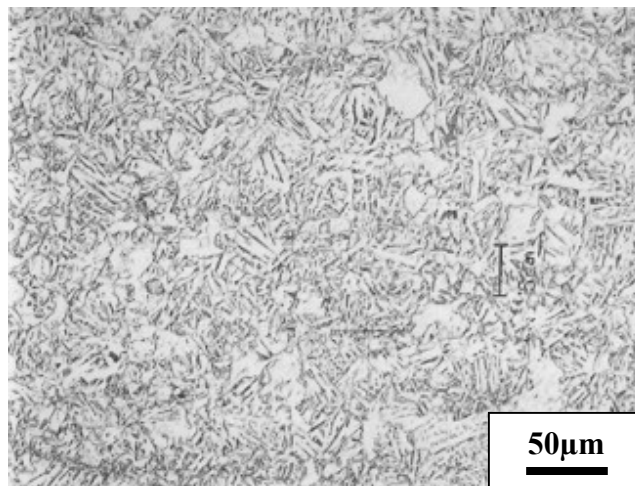
Les Figures 3.5 à 3.7 illustrent pour les aciers étudiés les microstructures obtenues au terme du laminage à chaud. L'acier 00Nb (Figure 3.5) présente une microstructure homogène, non directionnelle, contenant de la ferrite allotriomorphe et de la bainite. Par contre, la microstructure des aciers 05Nb et 12Nb (Figures 3.6 et 3.7) est constituée uniquement de bainite.



***Figure 3.5.- Micrographie optique de l'acier 00Nb.
La microstructure contient de la ferrite allotriomorphe et de la
bainite.***



***Figure 3.6.- Micrographie optique de l'acier 05Nb.
La microstructure est composée de bainite.***



***Figure 3.7.- Micrographie optique de l'acier 12Nb.
La microstructure est composée de bainite.***

3.4.2 Microdureté

La Figure 3.8 présente les valeurs de microdureté mesurées sur les nuances 00Nb, 05Nb et 12Nb présentant deux microstructures différentes. Les symboles pleins correspondent aux microstructures obtenues après laminage à chaud (Figures 3.5 à 3.7). Pour les symboles ouverts, les différentes matières ont été réchauffées à nouveau jusqu'à 1200°C et refroidies très lentement (refroidissement à four coupé) afin d'obtenir une microstructure ferrite-perlite plus proche de l'équilibre comme illustré à la Figure 3.9 dans le cas de l'acier 12Nb. Les résultats montrent que la dureté croît avec la teneur en niobium de l'alliage. Néanmoins, cette augmentation est marginale dans le cas des microstructures ferrite/perlite (symboles ouverts). C'est donc la modification de microstructure (ferrite allotriomorphe → bainite) lors de l'ajout de niobium qui est responsable de l'accroissement de dureté pour les microstructures laminées à chaud.

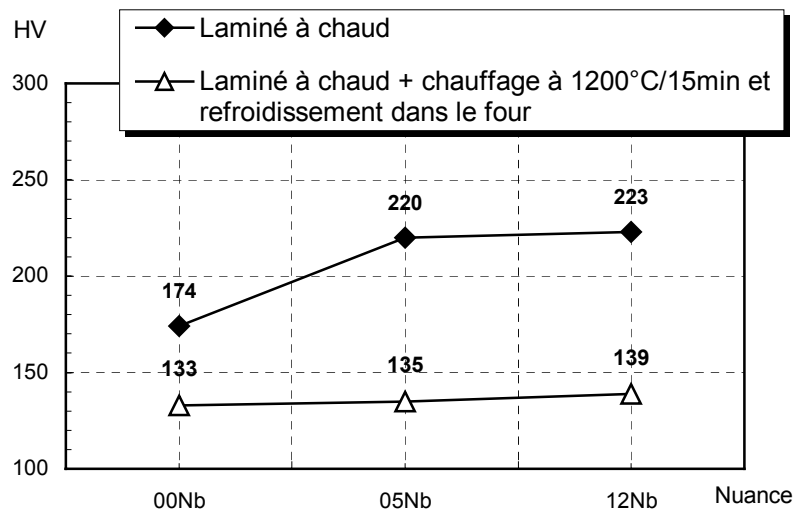


Figure 3.8.- Résultats des mesures de la microdureté Vickers des aciers étudiés.

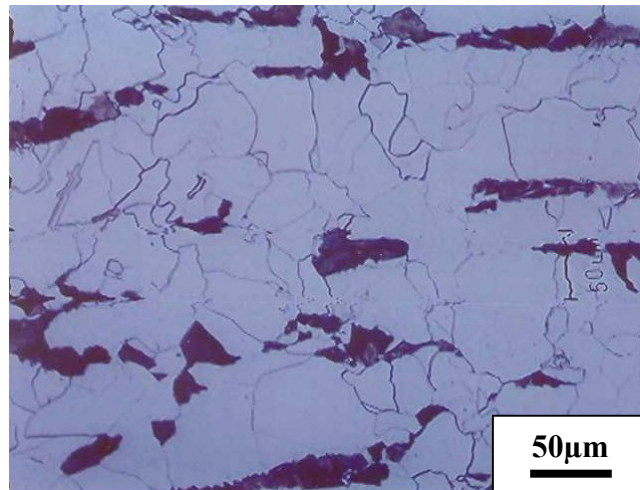


Figure 3.9.- Micrographie optique de l'acier 12Nb. Microstructure composée de ferrite et perlite. Traitement thermique: réchauffage à 1200°C durant 15 minutes et refroidissement lent dans le four.

3.4.3 Dilatométrie

A partir des courbes dilatation-température similaires à celle montrée à la Figure 3.10, les valeurs des températures Ac_1 et Ac_3 de début et fin de transformation austénitique ont été déterminées sur les nuances laminées à froid pour une vitesse de chauffage de 8.5°C/s. Le Tableau 3.3 donne les valeurs obtenues pour Ac_1 et Ac_3 pour chaque nuance ainsi que l'indication de la vitesse de réchauffage utilisée:

Nuance	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)	Vitesse de réchauffage (°C/s)
12Nb	748	854	8.5
05Nb	744	849	8.5

Tableau 3.3.- Valeurs des températures Ac_1 et Ac_3 pour chaque nuance, déterminées à partir des courbes dilatation-température.

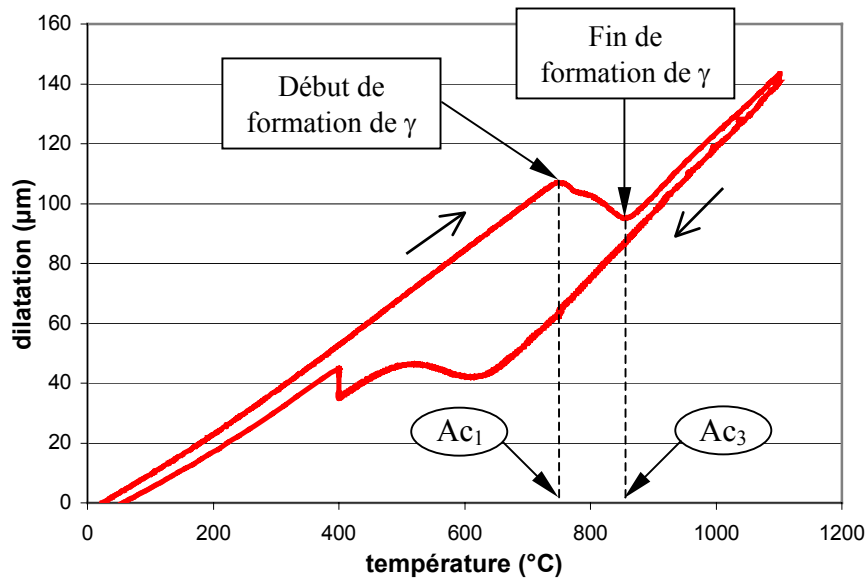


Figure 3.10.- Courbe dilatation-température, acier 12Nb. Obtenue à une vitesse de chauffage de 8.5°C/s.

La Figure 3.11 présente en fonction du temps, l'évolution de la déformation longitudinale (dilatation/ L_0) enregistrée pour les aciers étudiés 12Nb et 05Nb lors d'un maintien bainitique à 400°C. Ces courbes montrent que la cinétique de la transformation bainitique est influencée par la teneur en Nb. De plus, pour la nuance 12Nb cette cinétique est accélérée en réchauffant préalablement l'échantillon jusqu'à 1100°C afin de remettre en solution une grande partie du niobium.

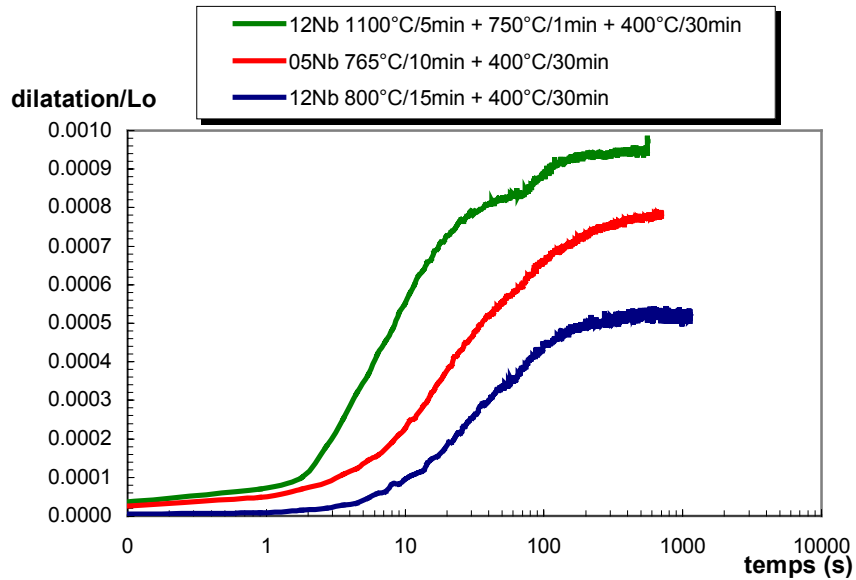


Figure 3.11.- Déformation longitudinale des aciers 12Nb et 05Nb mesurée pendant un maintien bainitique à 400°C.

3.4.4 Dosage du niobium

Le Tableau 3.4 présente les quantités de niobium précipitées dans la solution au terme d'un traitement thermique classique. Pratiquement tout le niobium ajouté a précipité et la fraction solubilisée ne représente qu'environ 5% du contenu total en niobium.

Conditions du traitement thermique	Nb insoluble (ppm)	Nb soluble (ppm)
800°C/5min + 400°C/3min + trempe à l'eau	1018	52

Tableau 3.4.- Résultat de l'analyse du dosage réalisé sur un échantillon d'acier 12Nb laminé à froid.

L'analyse au microscope électronique en transmission (TEM) a permis d'observer les précipités présents dans la microstructure. Les Figures 3.12 et 3.13 montrent la présence de précipités dans l'acier 12Nb au terme de différents traitements thermiques. Les précipités possèdent des tailles différentes, suite à leur formation à différentes températures.

La Figure 3.13b illustre le spectre obtenu lors de l'analyse EDX correspondant à un gros précipité et pour lequel la présence de niobium est bien démontrée. Les gros précipités résultent de la redissolution incomplète du NbC suite à une température de réchauffage insuffisante (1250°C, alors que la température de remise en solution complète est 1340°C); ils apparaissent et grossissent lors du laminage à chaud et durant un refroidissement lent (voir Figure 3.1).

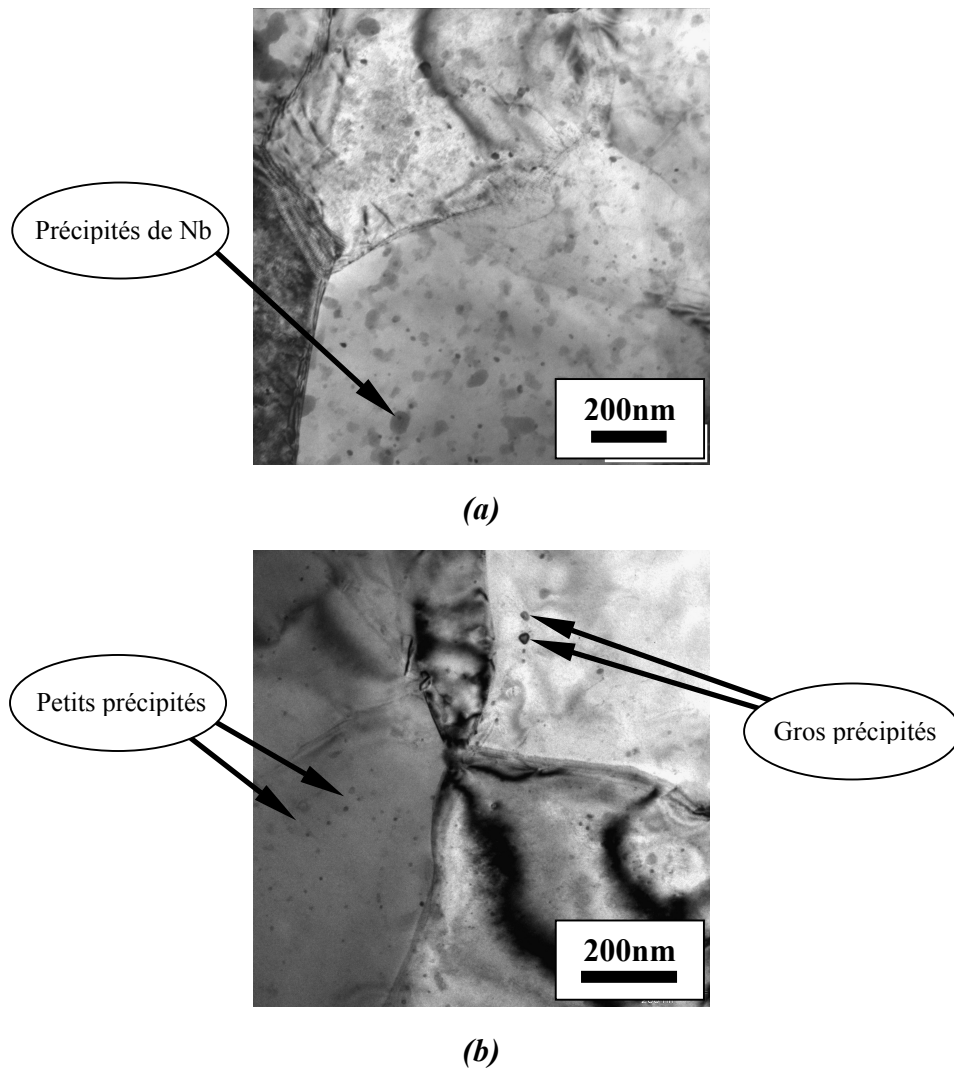
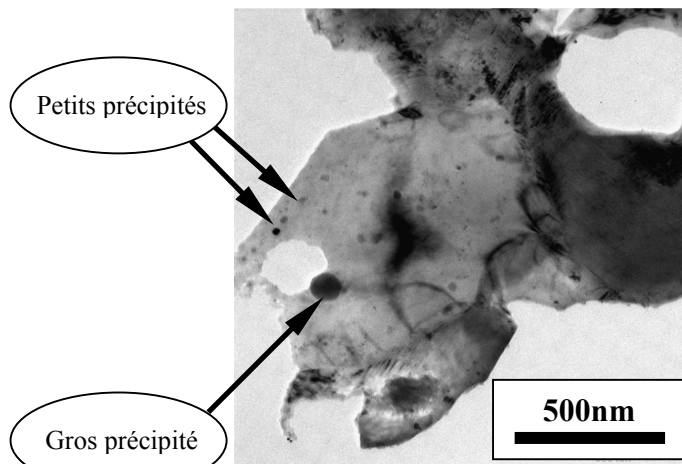
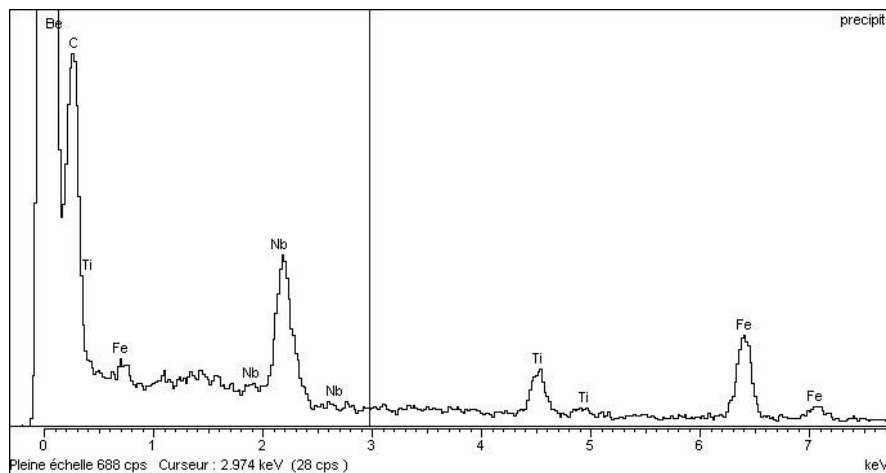


Figure 3.12.- Micrographies TEM montrant la présence de précipités de niobium dans l'acier 12Nb (a) chauffé à 800°C durant 15min et trempé à l'eau et (b) chauffé à 800°C durant 5min puis maintenu à 400°C pendant 20s.



(a)

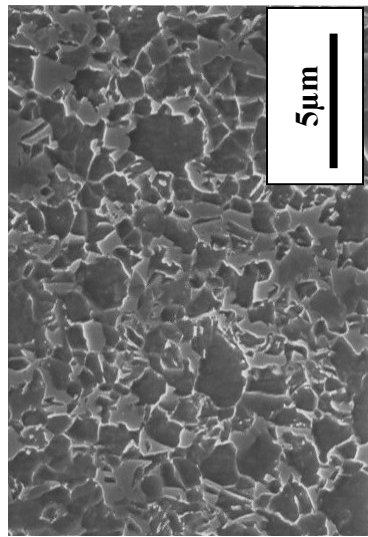


(b)

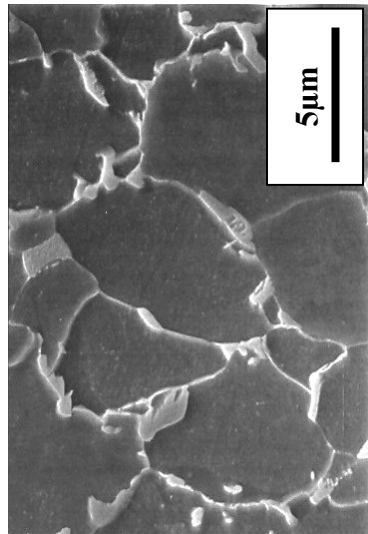
Figure 3.13.- (a) Micrographie TEM montrant la présence de précipités de niobium; (b) spectre correspondant au gros précipité observé sur l'image (a). Acier 12Nb traité à 800°C durant 5min puis maintenu à 400°C pendant 20s.

3.4.5 Microstructures

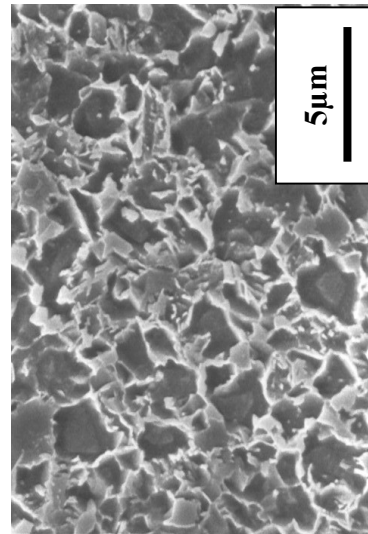
Les observations au SEM fournissent une caractérisation des phases présentes dans la microstructure des aciers 12Nb et 05Nb laminés à froid, après la réalisation des différents traitements thermiques. Il faut rappeler que toutes les nuances étudiées ici ont suivi le traitement thermomécanique illustré à la Figure 3.1 (qui permet d'obtenir une microstructure bainitique) avant d'être traitées thermiquement selon le cycle TRIP classique. Les micrographies de la Figure 3.14 comparent la microstructure des aciers 00Nb, 05Nb et 12Nb. Une première constatation est l'affinement de la taille des grains de ferrite dû à la présence du niobium. Alors que les grains de ferrite font quelques microns dans le cas de l'acier 00Nb, ceux-ci ont une taille inférieure au micron dans le cas des aciers 05Nb et 12Nb.



(a)



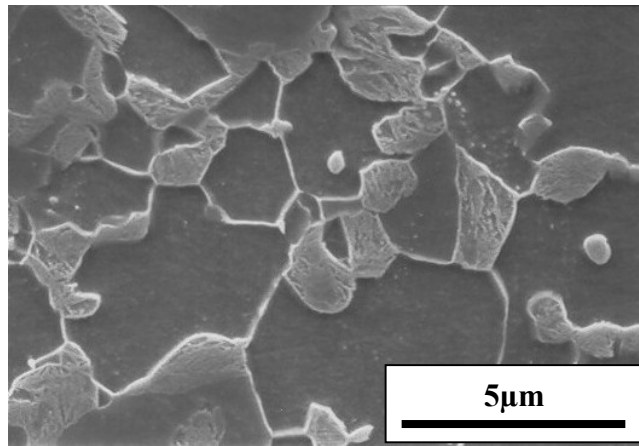
(b)



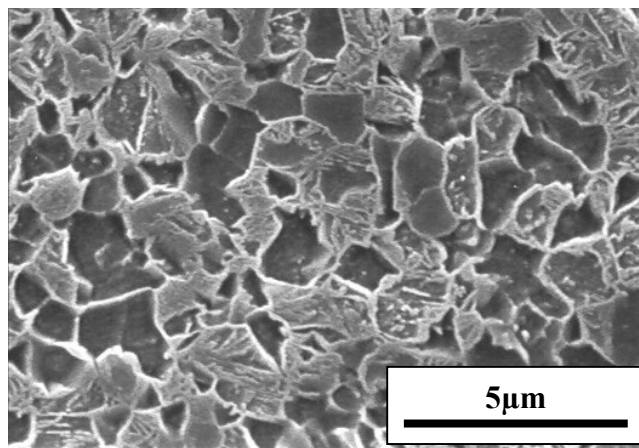
(c)

Figure 3.14.- Micrographie SEM de la microstructure des aciers (a) 00Nb, (b) 5Nb et (c) 12Nb.

Les micrographies de la Figure 3.15 présentent la microstructure typique des aciers 05Nb et 12Nb obtenue après une trempe à l'eau jusqu'à température ambiante depuis la température choisie pour le recuit intercritique (800°C et 765°C, respectivement). Ces microstructures, qui correspondent aux aciers biphasés, sont formées par une matrice de ferrite et de grains de martensite situés aux joints de grains de la ferrite.



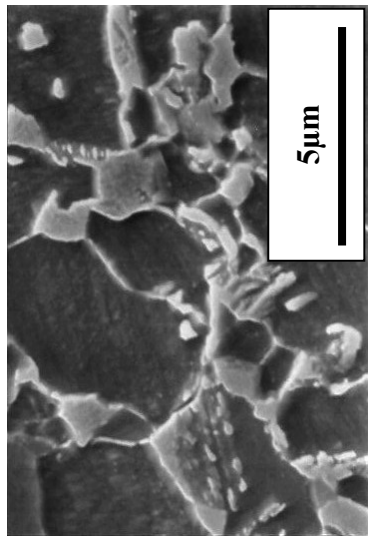
(a)



(b)

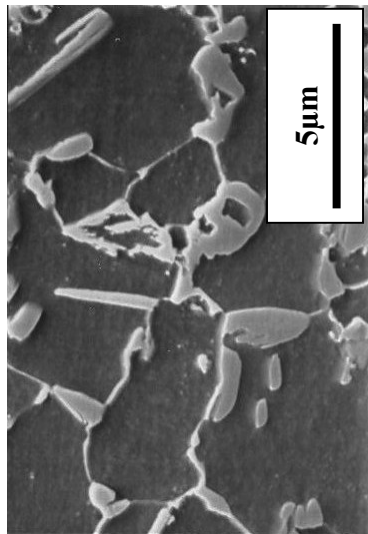
Figure 3.15.- Micrographie SEM de la microstructure des aciers trempés à l'eau après un recuit intercritique à (a) 765°C, acier 05Nb et (b) 800°C, acier 12Nb.

L'évolution de la microstructure au cours du maintien bainitique est présentée aux Figures 3.16 et 3.17 pour les aciers 05Nb et 12Nb. Au-delà de 3 minutes de maintien, la microstructure est composée entièrement de ferrite et de bainite pour les deux nuances. Pour des temps plus courts, de l'austénite retenue et de la martensite sont également présentes aux joints de grains de la ferrite.

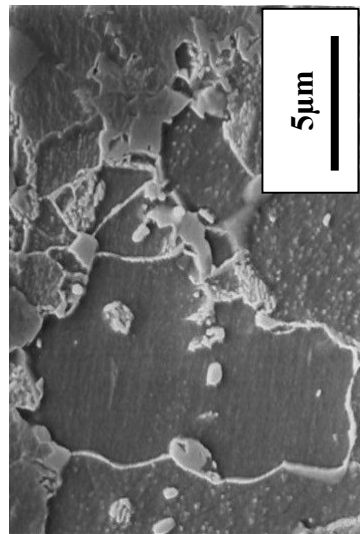


(b)

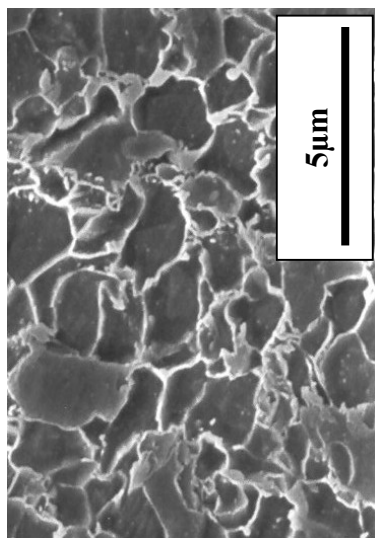
Figure 3.16.- Micrographies SEM de l'acier 05Nb recuit à 765°C durant 5min et transformé bainitiquement à 350°C pendant (a) 10s, (b) 1min et (c) 3min.



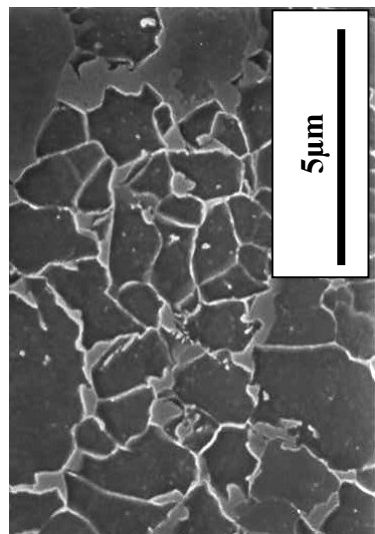
(a)



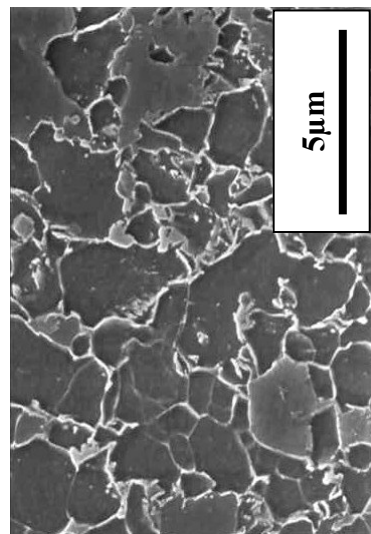
(c)



(a)



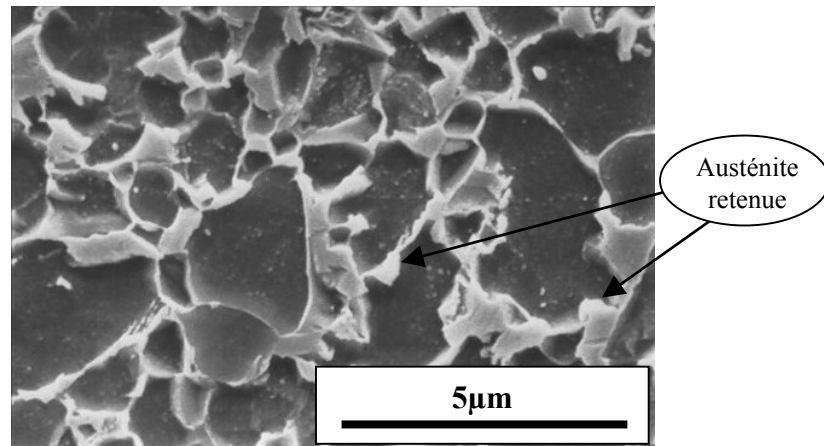
(b)



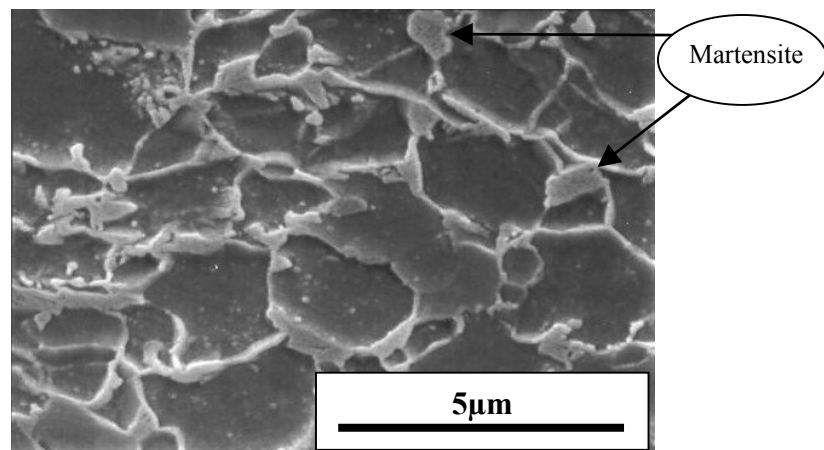
(c)

Figure 3.17.- Micrographies SEM de la microstructure de l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5 min et maintenu dans la zone de transformation bainitique à 400°C pendant (a) 20s, (b) 1 min et (c) 3 min.

Des observations au SEM ont également été réalisées après un essai de traction uniaxiale afin de comparer les microstructures avant et après une sollicitation mécanique et ainsi de vérifier si cette sollicitation induit la transformation de l'austénite retenue en martensite. D'après les micrographies de la Figure 3.18, l'échantillon analysé après traction montre davantage de martensite. Cet échantillon présente donc bien un effet TRIP.



(a)



(b)

Figure 3.18.- Micrographies SEM illustrant la transformation de l'austénite retenue en martensite. Acier 12Nb traité thermiquement à 800°C/5min + 400°C/20s (a) avant traction et (b) après traction.

3.4.6 Quantité d'austénite retenue

La Figure 3.19 présente un spectre typique de diffraction des rayons X ainsi que l'indication de la quantité mesurée pour chaque phase présente.

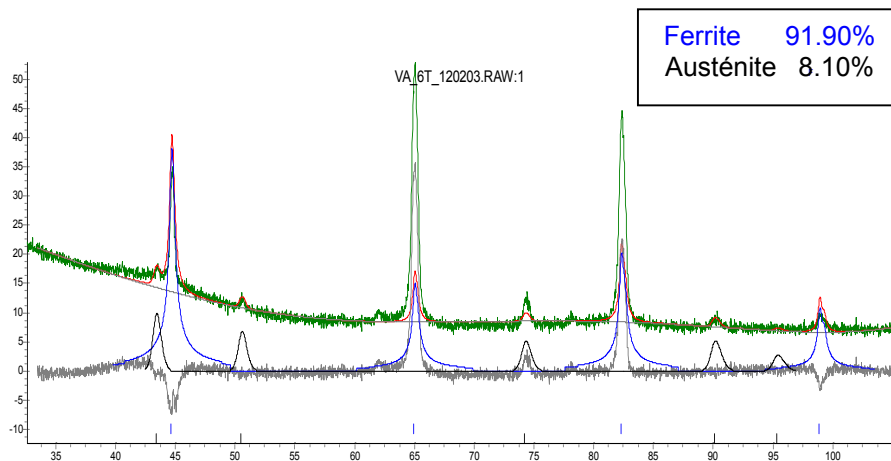
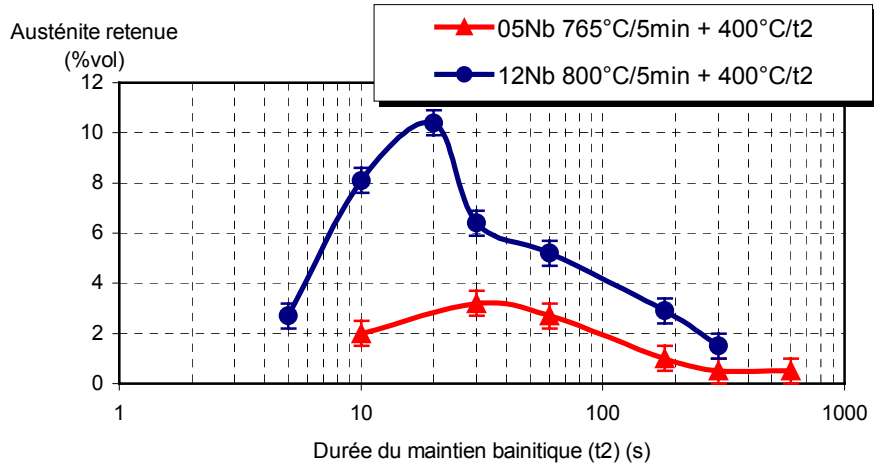


Figure 3.19.- Spectre obtenu par diffraction des rayons X (acier 12Nb traité thermiquement à 800°C/5min + 400°C/10s).

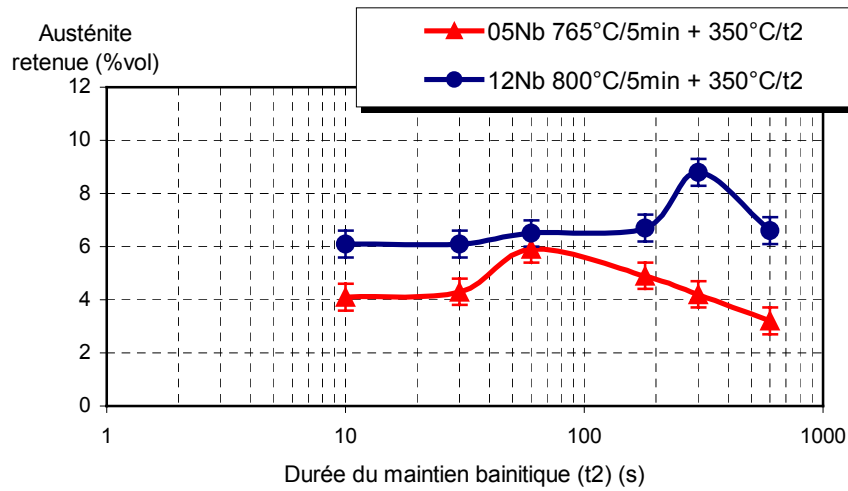
L'évolution de la fraction volumique d'austénite retenue avec la durée du maintien bainitique à 400°C et 350°C est donnée à la Figure 3.20 pour les nuances 05Nb et 12Nb. Cette figure montre d'abord que la quantité maximale d'austénite qui peut être retenue à température ambiante est supérieure dans l'acier 12Nb. Pour cet acier, la quantité d'austénite retenue augmente d'abord et diminue ensuite. La quantité maximale d'austénite retenue (10%) est obtenue pour un maintien bainitique à 400°C pendant 20 secondes.

On constate également que la stabilisation et la déstabilisation de l'austénite sont plus lentes à 350°C.

La diminution subséquente est signe d'une décomposition de l'austénite par précipitation de carbures. Par contre, beaucoup moins d'austénite peut être retenue dans l'acier 05Nb.



(a)



(b)

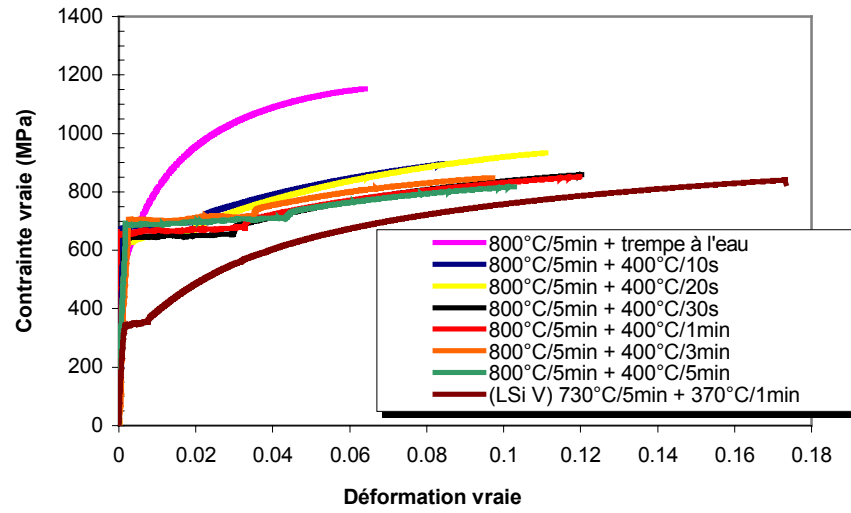
Figure 3.20.- Evolution de la quantité d'austénite retenue pour les aciers 05Nb et 12Nb en fonction de la durée du maintien bainitique à (a) 400°C et (b) 350°C.

3.4.7 Propriétés mécaniques

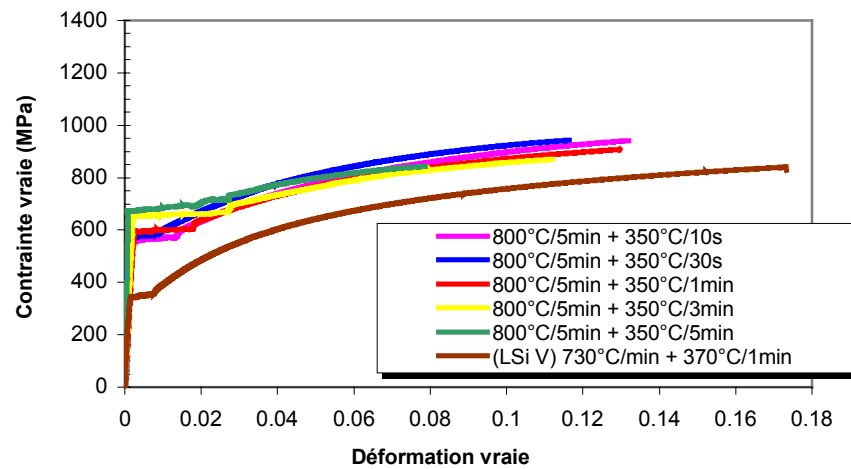
Les courbes contrainte vraie - déformation vraie des aciers 12Nb et 05Nb ayant subi un maintien bainitique à 350°C ou à 400°C sont données aux Figures 3.21 et 3.22, respectivement. Pour chaque nuance, un échantillon trempé directement après recuit intercritique a également été testé afin de pouvoir comparer le comportement typique d'un acier biphasé ferrite-martensite. Pour comparaison, nous avons également ajouté aux Figures 3.21 et 3.22 la courbe de traction d'un échantillon bas silicium sans niobium présentant des propriétés optimisées (échantillon "LSi-V" dans [Jacq01]).

La Figure 3.21a montre que l'acier 12Nb est caractérisé par une haute limite d'élasticité (entre 600 et 700MPa), un palier de Lüders important (jusqu'à 0.03) et une déformation uniforme relativement faible. Ce comportement est fortement différent de l'échantillon "LSi-V" de Jacques *et al.* De plus, le comportement mécanique de l'acier 12Nb semble tout à fait indépendant des conditions du maintien bainitique. Seuls les échantillons biphasés ferrite-martensite présentent un comportement différent caractérisé par un écoulement continu, une très grande résistance et une très faible déformation uniforme.

Les tendances observées pour la nuance 12Nb sont également présentes dans le cas de l'acier 05Nb (Figure 3.22). Néanmoins, des déformations uniformes légèrement plus importantes et des limites d'élasticité légèrement plus petites sont obtenues pour un maintien bainitique à 350°C.

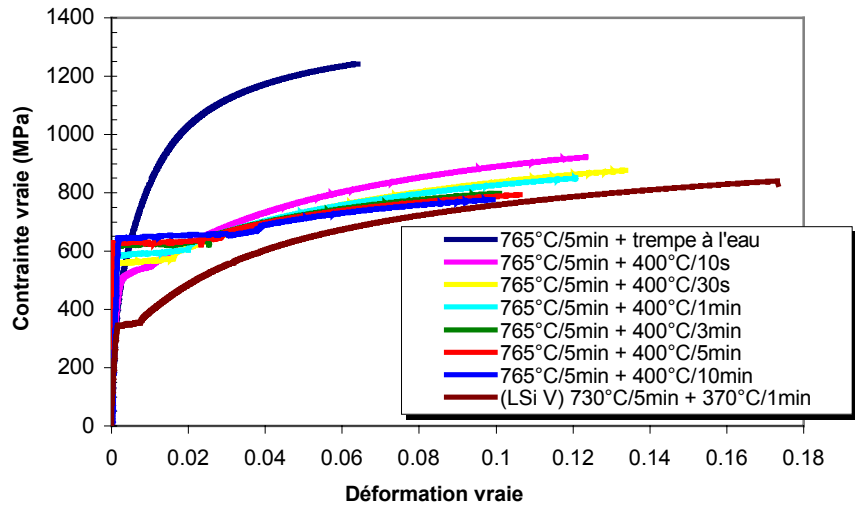


(a)

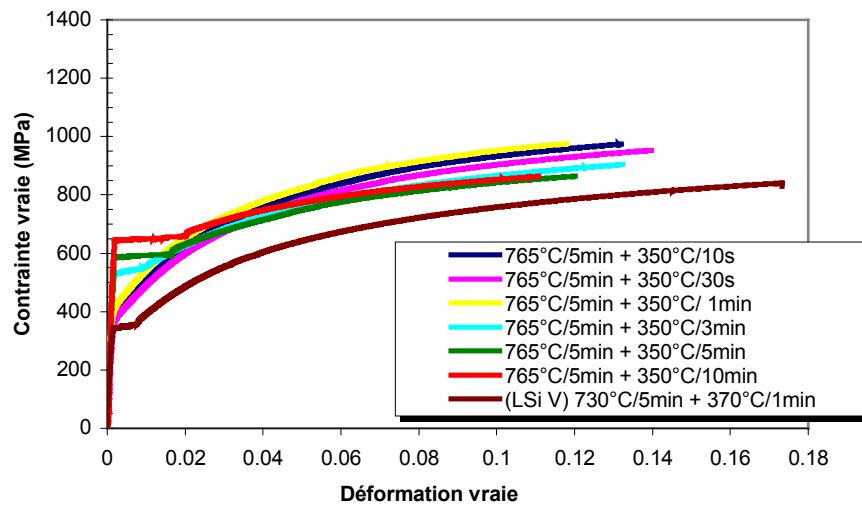


(b)

Figure 3.21.- Courbes de traction de l'acier 12Nb recuit à 800°C durant 5 min et transformé bainitiquement pendant différents temps à: (a) 400°C et (b) 350°C.



(a)



(b)

Figure 3.22.- Courbes de traction de l'acier 05Nb recuit à 765°C durant 5 min et transformé bainitiquement pendant différents temps à: (a) 400°C et (b) 350°C.

La Figure 3.23 montre la variation de la longueur du palier de Lüders avec le temps de maintien bainitique à 350°C. On constate que le palier est de plus en plus long lorsque le maintien bainitique est également prolongé.

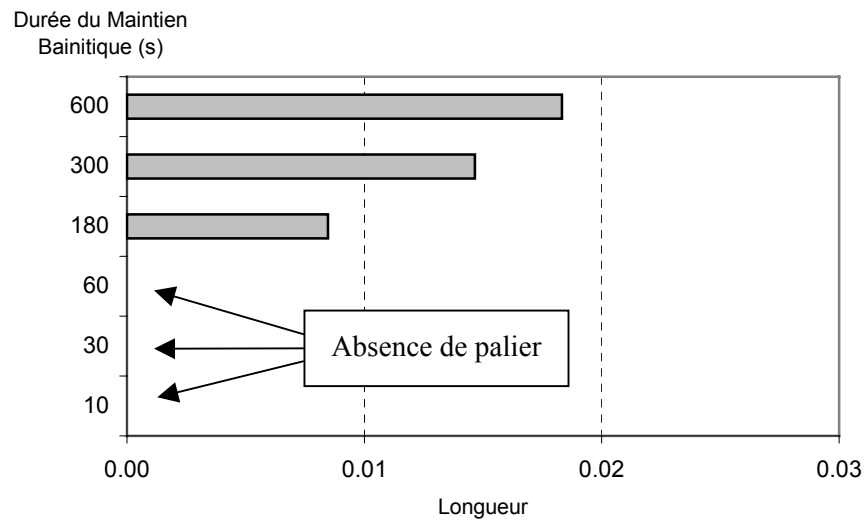
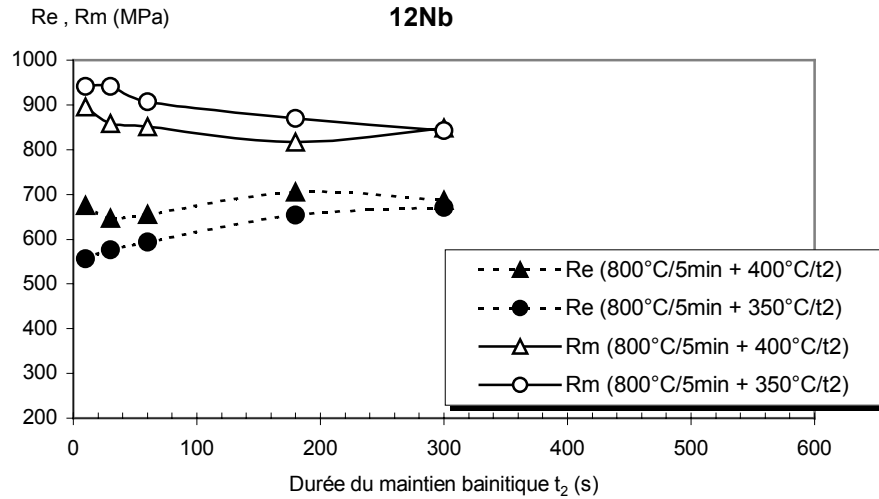
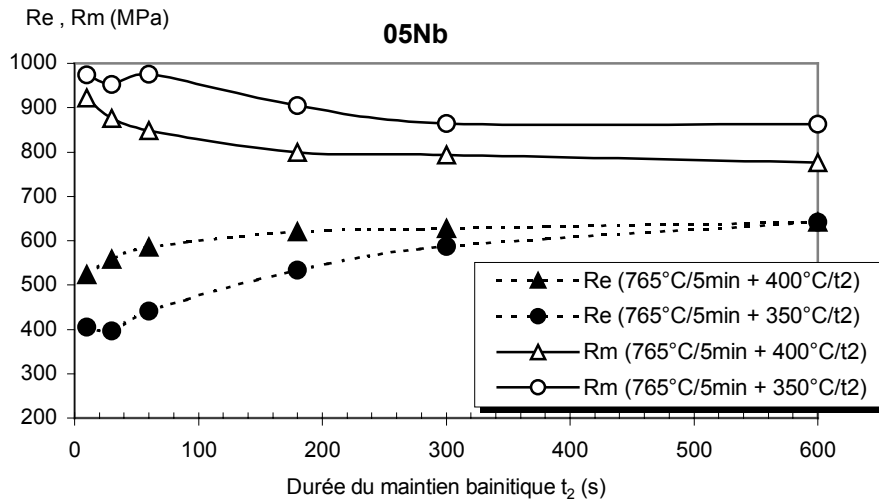


Figure 3.23.- Longueur du palier de Lüders observé pour l'acier 05Nb lors d'un recuit intercritique à 765°C durant 5 min suivi d'un maintien bainitique à 350°C durant différent temps.

La Figure 3.24 illustre les variations de la limite d'élasticité (R_e) et de la contrainte vraie à charge maximale (R_m) en fonction de la durée du maintien bainitique pour les aciers 12Nb et 05Nb. Les deux aciers présentent la même évolution pour R_e et R_m aux deux températures du maintien bainitique: R_e augmente légèrement avec la durée du maintien et R_m diminue.



(a)



(b)

Figure 3.24.- Evolution en fonction de la température et de la durée du maintien bainitique de la limite d'élasticité (Re) et de la contrainte vraie à charge maximale (Rm) pour (a) acier 12Nb et (b) acier 05Nb.

La Figure 3.25 illustre l'évolution de l'écart entre R_e et R_m . Il est à noter que cet écart est plus important pour la nuance 05Nb et pour un maintien à 350°C .

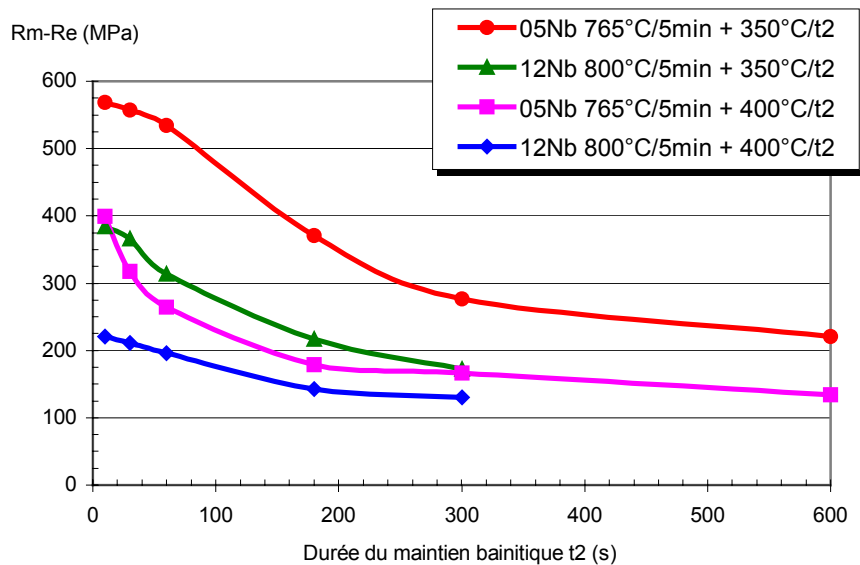


Figure 3.25.- Evolution en fonction de la température et de la durée du maintien bainitique de l'écartement entre les valeurs de la limite d'élasticité (R_e) et de la contrainte vraie à charge maximale (R_m) pour les aciers étudiés.

3.5 Discussion

La première approche de caractérisation réalisée dans ce Chapitre a pour but d'étudier l'influence d'additions importantes de niobium sur les microstructures et propriétés mécaniques d'aciers multiphasés à effet TRIP à bas silicium pris comme référence.

La caractérisation par microscopie électronique à balayage (Figures 3.14 à 3.18) a bien montré qu'il était possible dans ces nuances, de

générer des microstructures multiphasées constituées d'une matrice ferritique et de phases secondaires telles que bainite, martensite et austénite retenue. De plus, la taille des grains ferritiques est beaucoup plus fine dans les nuances avec niobium, ce qui devrait conduire à de meilleures propriétés mécaniques.

En ce qui concerne la fraction volumique d'austénite résiduelle à température ambiante les traitements thermiques réalisés ont permis de stabiliser jusqu'à 10% d'austénite. Il s'agit là du même niveau que pour les nuances sans niobium [Jacq01]. De plus, les observations métallographiques réalisées après traction montrent bien que l'austénite se transforme en cours de déformation, qu'un effet TRIP a donc bien lieu. Tout aussi importante que la fraction volumique, la stabilité de cette austénite face à la transformation martensitique est dictée principalement par son contenu en carbone, lequel peut être calculé à partir du paramètre de maille (a_0) mesuré par diffraction des rayons X. La teneur en carbone peut alors être estimée à l'aide de l'équation suivante [Dyson90]:

$$a_0 (\text{\AA}) = 3.578 + 0.033 (\%.\text{pds C}) \quad (3.1)$$

La Figure 3.26 illustre l'évolution du paramètre de maille de l'austénite retenue en fonction du temps du maintien bainitique à 400°C et 350°C. Les courbes montrent que les valeurs du paramètre de maille pour les deux aciers étudiés sont les plus élevés aux temps les plus courts et diminuent ensuite lorsque le maintien bainitique est réalisé à 400°C. Par contre, lors d'un maintien bainitique à 350°C les aciers 12Nb et 05Nb présentent un comportement similaire à celui rapporté lors de travaux précédents [Jacq01, Mert01] où un maximum de stabilité de l'austénite est observé pour un temps de maintien plus prolongé. Si l'enrichissement en carbone de l'austénite n'est pas important suite à la faible teneur en silicium, on peut postuler que l'affinement de la taille de grain dans la nuance 12Nb aide à la stabilisation de l'austénite.

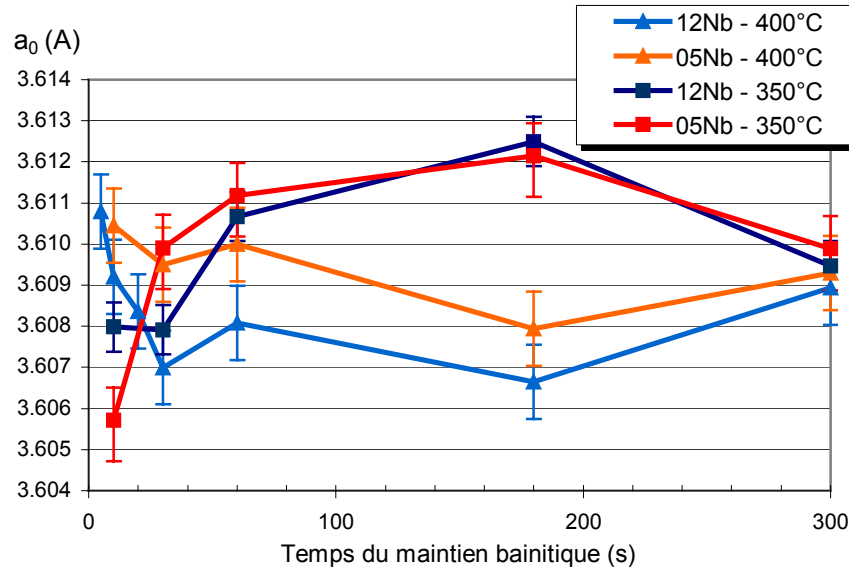


Figure 3.26.- Evolution du paramètre de maille de l'austénite retenue pour les aciers 05Nb et 12Nb en fonction du temps du maintien bainitique à 400°C et 350°C.

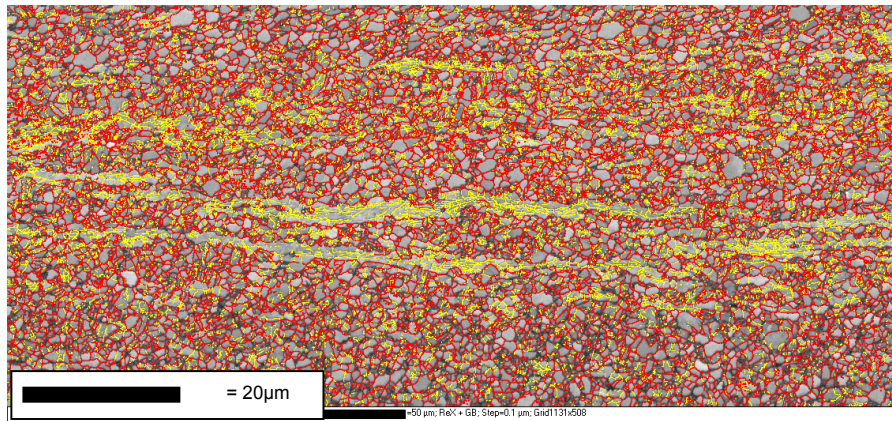
Si la microstructure montre des modifications importantes en fonction des paramètres du traitement thermique, il en va tout autrement pour les propriétés mécaniques. Les courbes de traction présentent une très haute résistance (très haute limite d'élasticité), un palier de Lüders très long mais un allongement uniforme faible. Ceci pourrait être dû à la très fine taille de grain de la microstructure ou à la présence de précipités de niobium. Les résultats du dosage montrent en effet que presque tout le niobium se trouve sous forme de précipités et que seulement un petit pourcentage (5%) est en solution solide. Ceci pourrait induire un durcissement par précipitation très important qui affecte les propriétés mécaniques. Hashimoto *et al.* [Hashi01] a déjà conclu que la haute résistance obtenue pour des aciers multiphasés à effet TRIP alliés au niobium est principalement due à la présence de fins précipités de NbC.

A côté de la combinaison particulière de propriétés obtenue avec les nuances alliées au niobium, la caractéristique principale est la quasi-absence d'influence des conditions du maintien bainitique sur les propriétés mécaniques. Alors que des études préalables [Jacq01, Mert01] ont montré que les propriétés mécaniques des aciers multiphasés à effet TRIP peuvent être modifiées de façon considérable en optimisant les conditions de traitement thermique, il n'en est rien ici. Que l'effet TRIP ait lieu ou pas, les propriétés mécaniques sont identiques (voir Figures 3.21 et 3.22). On constate néanmoins un accroissement du palier de Lüders. L'origine de ce palier est due au processus de vieillissement (Bake Hardening) et pas à la présence de précipités de niobium. Lors du maintien bainitique la diffusion de carbone vers les dislocations conduit à leur épinglage durant la sollicitation mécanique.

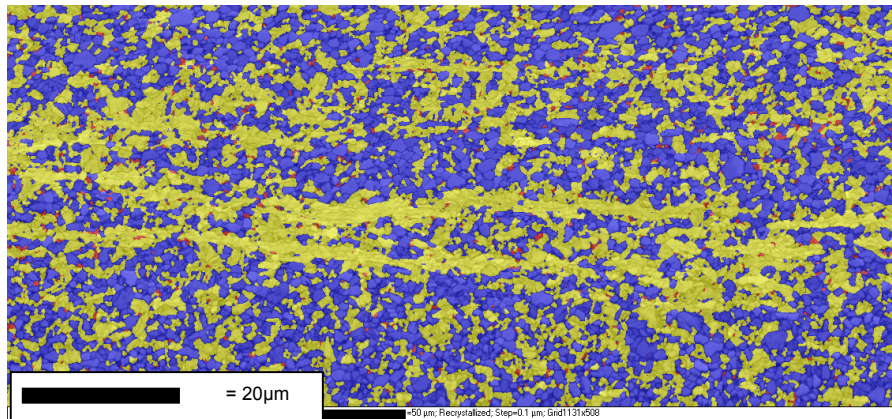
L'origine de ce comportement particulier résulte de l'influence du niobium sur la recristallisation de la ferrite. La Figure 3.27 montre une cartographie réalisée par EBSD⁴ de l'acier 12Nb après un recuit intercritique à 800°C durant 5min (plan d'observation RD-TD). Sur la première carte, les joints de grains (définis pour une désorientation entre deux grains voisins supérieure à 10°) sont tracés en rouge et les sous-joints (définis pour une désorientation entre deux grains voisins supérieure à 2°) en jaune. La seconde carte illustre les parties recristallisées (en bleu) et restaurées⁵ (en jaune) présentes dans la microstructure. Ces deux cartes montrent clairement que la matrice ferritique n'est pas entièrement recristallisée. Ceci explique les valeurs élevées pour la limite d'élasticité et les faibles allongement uniformes. Néanmoins, il est utile de rappeler que Godet *et al.* [Godet01, Godet02] ont montré qu'une matrice de ferrite restaurée suite à un laminage intercritique pouvait présenter d'excellentes propriétés mécaniques en synergie avec l'effet TRIP. Néanmoins, la nuance étudiée par Godet *et al.* ne contenait pas de niobium.

⁴ Electron Backscattered Diffraction. Cette technique d'analyse sera abordée en détail au Chapitre 4.

⁵ Un grain sera considéré comme restauré si la désorientation moyenne au sein d'un grain est supérieure à une valeur donnée (5°).



(a)



(b)

**Figure 3.27.- Cartographie par EBSD pour l'acier 12Nb traité thermiquement à 800°C/5min montrant (a) les joints de grains ($> 10^\circ$) en rouge et les sous-joints de grains ($> 2^\circ$) en jaune; et (b) les parties recristallisées (en bleu) et restaurées (en jaune).
Vitesse de chauffage = 50°C/s.**

3.6 Conclusions

Ce Chapitre a présenté les premiers résultats de l'étude de l'influence d'additions importantes de Nb sur les aciers multiphasés à effet TRIP.

Les traitements thermiques classiques pour l'obtention d'aciers à effet TRIP réalisés sur les nuances 12Nb et 05Nb ont permis de générer des microstructures multiphasées avec une matrice ferritique plus fine ainsi que de l'austénite retenue (jusque 10%).

Malgré des quantités importantes d'austénite retenue, les courbes de traction présentent un comportement monotone avec une haute limite d'élasticité, un palier de Lüders important et une déformation uniforme relativement faible. Un résumé des valeurs moyennes de ces propriétés est présenté au Tableau 3.5. Ce comportement, loin des bonnes propriétés observées lors de l'étude de Jacques *et al.* sur une nuance à bas silicium, pourrait être dû à la recristallisation incomplète de la matrice ferritique telle qu'observée par EBSD sur l'acier 12Nb traité selon le cycle classique. Le Chapitre suivant s'intéressera donc à l'influence des additions de niobium sur la recristallisation de la matrice ferritique.

Nuance - Températures de recuit intercritique/maintien bainitique	Re (MPa)	Rm (MPa)	ϵ_u
12Nb - 800°C/400°C	666	867	0.11
12Nb - 800°C/350°C	610	900	0.11
05Nb - 765°C/400°C	592	836	0.11
05Nb - 765°C/350°C	500	922	0.13
LSi-V - 730°C/370°C	350	840	0.17

Tableau 3.5.- Résumé des propriétés mécaniques pour les aciers 12Nb et 05Nb étudiés ainsi que pour l'acier à bas Si et sans Nb étudié par P. Jacques [Jacq01].

3.7 Références

- [Bleck01] W. Bleck, S. Kranz, J. Ohlert et K. Papamantellos. "Effect of the testing temperature on the mechanical behavior of low and high alloyed steels showing the TRIP effect". 41st MSWP Conference Proceeding, Volume 37, 24-27, pp. 295-305.
- [Consta01] A. Constant, G. Henry et J.-C. Charbonnier. "Principes de base des traitements thermiques thermomécaniques et thermochimiques des aciers". PYC Edition, 1992.
- [Dyson90] D.J. Dyson et B. Holmes. The Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 208 (1970), p. 469.
Cité par P. Jacques *et al.* [Jacq10], page 1062.
- [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.
- [Godet01] S. Godet, P.J. Jacques, Ph. Harlet et F. Delannay. "Simulation of the hot rolling of TRIP-assisted multiphase steels". Materials Science Forum, Vols. 426-432 (2003), pp. 1273-1278.
- [Godet02] S. Godet, P. Harlet, F. Delannay et P.J. Jacques. "Effect of hot-rolling conditions on the tensile properties of multiphase steels exhibiting a TRIP effect". Proceedings of the Int. Conf. on TRIP-aided high strength ferrous alloys, Gand, Belgique, 19.-21.06.2002, pp. 135-140.

- [Hashi01] S. Hashimoto, S. Ikeda, K. Sugimoto et S. Miyake. "Effects of Nb and Mo addition to 0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn steel on mechanical properties of hot rolled TRIP-aided steel sheets". ISIJ International, Vol. 44 (2004), N° 9, pp. 1590-1598.
- [Hulka01] K. Hulka, W. Bleck et K. Papamantellos. "Relationships between heat treatment conditions, microstructure and properties of niobium microalloyed TRIP steel". 41st MSWP Conference Proceeding, Volume 37, 24-27, pp. 67-77.
- [Hulka02] K. Hulka, F. Heisterkamp et J.M. Gray. "Metallurgical concept and full-scale testing of high toughness, H₂S resistant 0.03%C – 0.10%Nb Steel". CBMM Niobium Technical Report, 1993.
<http://www.us.cbmm.com.br/english/sources/techlib/report/metall/metall.htm>
- [Jacq01] P. Jacques. "On the physics and mechanics of phase transformations in TRIP-assisted multiphase steels". Thèse doctorale. UCL, FSA, Unité PCIM, 1998.
- [Jacq02] E. Girault, A. Mertens, P. Jacques, Y. Houbaert, B. Verlinden et J. Van Humbeeck. "Comparison of the effects of silicon and aluminium on the tensile behaviour of multiphase TRIP-assisted steels". Scripta Materialia 44 (2001) 885-892.
- [Jacq10] P. Jacques, E. Girault, Ph. Harlet et F. Delannay. "The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Low silicon TRIP-assisted multiphase steels". ISIJ International, Vol. 41 (2001), N° 9, pp. 1061-1067.

- [Mert01] A. Mertens. "Influence of aluminium on the phase transformations during the heat treatments for the processing of multiphase TRIP-assisted steels". Thèse doctorale. UCL, FSA, Unité PCIM, 2002.
- [Ohler01] J. Ohlert, W. Bleck et K. Hulka. "Control of microstructure in TRIP steels by niobium". Proceedings of the Int. Conf. on TRIP-aided high strength ferrous alloys, Gand, Belgique, 19.-21.06.2002, pp. 199-206.
- [Saku01] Y. Sakuma, O. Matsumura et O. Akisue. "Influence of C Content and Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of 400°C Transformed Steel Containing Retained Austenite". ISIJ International, Vol. 31 (1991), N° 11, pp. 1348-1353.
- [Ulsab01] ULSAB-AVC Consortium. "Advanced vehicles concepts". Technical Transfer Dispatch #6 (TTD6), ULSAB-AVC Body Structure Materials, Mai 2001.

