



UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE

Laboratoire d'UNIVERSITE
SAAD DAHLAB DE BLIDA 1

Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master en
Ingénierie des Matériaux et des Surfaces

Etude d'une tôle pliée en acier TRIP (304 L)

Proposé et encadré par :

Mme Sidhoum.Z

Réalisé par :

Chettouh Abdelkader

Ben Ali Kharoubi Fouad

Chef du Département :

M.Temmar

Année universitaire 2019/2020

Remerciements

Nous remercions DIEU tout puissant qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour réaliser ce modeste travail.

Nous adressons notre vif remerciement à notre encadreur Mme Sidhoum Zehra , pour sa compréhension et ses conseils et son aide. Pour sa gentillesse et ses orientations efficaces.

Nous adressons également notre profonde gratitude à tous les professeurs de l'université de SAAD DAHLEB BLIDA 1 en particulier ceux du département GENIE MECANIQUE. Votre enseignement a porté ses fruits.

Enfin, nous remercions tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au succès de ce travail.

Merci a tous...

Chettouh et Ben Ali Kharoubi

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Composition chimique , Taille des îlots d'austénite ,dosage de phase ,teneur en carbone de l'austénite des aciers TRIP multiphasés.....	20
Tableau I.2 : la composition chimique des principaux aciers inoxydables austénitiques.....	22
Tableau II. 1: Composition chimique de la nuance entièrement austénitique AISI 304L	29
Tableau II.2: Caractéristiques de l'acier 304L	31
Tableau III.1. Résultats des essais de dureté Vickers.....	41
Tableau III.2. Variation du module d'Young en fonction de la température.....	44
Tableau III.3. Variation de la limite élasticité (Re) en fonction de la température.....	45
Tableau III.4. Variation de Rm en fonction de température.....	45
Tableau III.5. Variation de la limite à la rupture (Rp) en fonction de la température.....	46
Tableau III.6. Variation de la déformation totale en fonction de température.....	47

<i>Liste des figures</i>	
Chapitre I	
Figure I.1 : Structures cristallines de l'austénite (austénite γ cfc).....	4
Figure I.2 : Structures cristallines de l'austénite (martansite α Tc)	5
Figure I.3 : différentes variantes de martensite	5
Figure I.4 : Mécanisme de Magee.....	6
Figure I.5 : Mécanisme Greenwood Johnson.....	7
Figure I.6 : Déformation de plasticité de transformation finale sous des états de contrainte différents	8
Figure I.7 : Influence de la contrainte axiale appliquée (de compression) avant transformation sur la déformation de plasticité de transformation totale d'un acier 35NCD16 (austénitisé à 900°C).....	9
Figure I.8 : Déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour une transformation bainitique anisotherme	10
Figure I.9 : Déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour une transformation bainitique isotherme	10
Figure I-10 : Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour différents taux de phase formée pour un alliage Fe-Ni-C	11
Figure I-11 : Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour différents taux de phase formée pour un Alliage Fe-Ni-C-Cr	12

Figure I.12 : Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour différentes contraintes appliquées pour un alliage Fe-Ni-C 13	13
Figure I.13 : Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour différentes contraintes appliquées pour un alliage Fe-Ni-C-Cr 14	14
Figure I.14 : Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour une transformation complète. Acier 60NCD11 14	14
Figure I.15 : Déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte équival 15	15
Figure I.16 : Evolution du produit $[k^* f_2(z)]$ en fonction du taux de bainite en fonction du taux de bainite formé Comparaison entre expérience, représentée par, et les prédictions du modèle de Leblond et al et en trait continu 17	17
Figure I.17 : schéma de composition chimique pour l'acier faiblement allié, TRIP, présentant les principales raisons qui ont conduit à l'élaboration de nouvelles compositions 18	18
Figure I.18 : Schéma typiques du traitement thermique appliqué aux aciers multiphasés à effet TRIP 19	19
Figure I.19 : Micrographies optiques des aciers TRIP multiphasés après attaque électrochimique (TRIP600-700-800-1000)..... 21	21
Figure I.20 : Micrographie optique de l'acier AISI304. Apparition de martensite dans un grain d'austénite 23	23
Figure I.21 : Résultats expérimentaux obtenus en traction et en compression pour différentes températures sur un acier 304..... 24	24
Figure I.22 : Comportement de l'acier AISI 304 pour un essai de traction uniaxiale à différentes températures..... 25	25
Figure I.23 : Comportement d'un acier austénitique 304 recuit à différentes températures et à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} 26	26

Figure I.24 : Courbes contrainte, fraction volumique d'austénite résiduelle et coefficient d'écrissage instantané en fonction de la déformation dans l'acier TRIP800.....	27
Chapitre II :	
Figure II.1 : II.1. Microstructure de l'acier 304L	29
Figure II.2 : Spectre de diffraction de l'acier 304L	31
Figure II.3 : Différents sortes de signaux émis par les interactions entre les électrons incidents et l'échantillon.	33
Figure II.4 : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur de rayons X	35
Figure II.5 : Illustration de la condition de Bragg.....	36
Figure II.6 : Éprouvette de traction	37
Figure II.7 : Essai de dureté Vickers	38
Figure II.8 : Outillage de pliage	39
Chapitre III :	
Figure III.1. Micrographie MEB de l'acier 304L à l'état initial	41
Figure III.2. Courbe de traction de l'éprouvette à 25°C	42
Figure III.3. Courbe de traction de l'éprouvette à 75°C	43

Figure III.4. Courbe de traction de l'éprouvette à 140°C	43
Figure III.5. Superposition des courbes à différentes températures	44
Figure III.6. Variation du module d'Young en fonction de la température	44
Figure III.7 : Variation de la limite élasticité (Re) en fonction de la température.....	45
Figure III.8 : Variation de Rm en fonction de la température.....	46
Figure III.9 : Variation de la Limite à la rupture en fonction de la température.....	46
Figure III.10 : Variation de la déformation à la rupture en fonction de la température	47
Figure III.11 : Micrographie optique de l'échantillon à 25°C	48
Figure III.12 : Micrographie optique de l'échantillon à 75°C.....	48
Figure III.13 : Microscopie optique de l'échantillon à 140°C.....	49
Figure III.14 : Micrographie MEB de l'échantillon à 25°C	50
Figure III.15 : Micrographie MEB de l'échantillon à 75°C	50
Figure III.16 : Micrographie MEB de l'échantillon à 140°C.....	51
Figure III.17 : les différentes phases constituant nos échantillons, une analyse par diffraction des rayons X a été menée. Les résultats sont représentés sous forme des spectres (a b c)	51
Figure III.18 : Spectres de diffraction à différentes températures.....	53
Figure III.19 : Courbe de pliage de l'acier 304L.....	54
Figure III.20 : Tôle pliée en acier 304L.....	54
Figure III.21 : Zone du pliage.....	55
Figure III.22 : Mesure de l'angle de pliage avant l'extraction du poinçon.....	56
Figure III.23 : Micrographies de la zone de pliage.....	56

Nomenclature:
Abbreviations:
TRIP: Transformation Induced Plasticity
Désignations :
C : carbone
Cr : chrome
Ni : nickel
Si : Silicium
Mn : manganèse
P :
S : soufre
N : Azot

Sommaire

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Synthèse bibliographique.

I.1 Introduction.....2

I.2. Effet TRIP : plasticité de transformation.....3

I.2. 1 Transformations martensitiques3

I.2.2 Mécanismes responsable du TRIP :6

 A) Mécanisme de Magee

 B)Mécanisme Greenwood-Johnson

I .3 Mise en évidence.....7

I.3.1 Introduction TRIP.....7

I.3.2 Travaux effectués8

I.4 les types Aciers à effet TRIP.....17

I.4.1 Aciers TRIP multiphasés18

I.4.2 Aciers à effet TRIP entièrement austénitiques.....21

I.5 Propriétés mécaniques d'aciers à effet TRIP.....23

Chapitre II : Matière première et techniques expérimentales

II.1 Introduction.....29

II.2. Techniques de caractérisation.....32

II.2.1. Caractérisation microstructurale.....32

 a. Préparation des surfaces à analyser

b. Analyse par microscopie optique (MO)	
c. Microscopie électronique à balayage (MEB)	
d. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	
II.2.2. caractérisation mécanique.....	37
a. Essai de traction	
b. Essai de dureté Vickers	
II.3. Mise en forme par pliage.....	38

Chapitre III :Résultats et discussions

III.1.Introduction.....	40
III.2. Résultats et discussions.....	40
III.2.1. Résultat du métal de base	40
III.2.1.1. Micrographie.....	40
III.2.1.2. Essai de dureté Vickers.....	41
III.2.2. Identification du comportement mécanique de l'acier 304L.....	41
III.2.2.1. Résultats de l'essai de traction.....	41
III.2.2.2 Résultats de la caractérisation microstructural.....	47
A. Observations micrographiques	
B. Analyse de diffraction des rayons X (DRX)	
III.2.3. Résultats de pliage.....	53
Conclusion générale.....	57

Introduction

Actuellement, l'un des principaux enjeux des sidérurgistes est de produire des nouveaux aciers à forte valeur ajoutée destinés à des fonctions pré-définies au service du client. Dans l'industrie automobile par exemple, l'un des soucis majeurs concernant les organes de structures est la réduction de leurs poids (afin de diminuer les émissions de particules polluantes) tout en maintenant de bonnes propriétés mécaniques. Ainsi, tout en garantissant une bonne rigidité, une bonne résistance aux chocs, à la fatigue et à la corrosion, les nouveaux aciers doivent répondre aux attentes du secteur automobile en donnant lieu à des voitures de plus en plus légères. Pour répondre à ces exigences, les constructeurs automobiles ont développé des nouvelles nuances d'acier. Parmi les nouvelles nuances d'acier développées, on trouve les aciers à effet TRIP (*TRansformation Induced Plasticity*). Ces nouveaux matériaux se différencient par un compromis résistance /ductilité particulièrement élevé.

Dans cette étude nous allons d'abord identifier le comportement mécanique de ce type d'acier ensuite nous passerons à étudier son comportement en pliage. Pour cela et pour bien mener cette étude, nous avons structuré ce manuscrit comme suit:

- une partie synthèse bibliographique que nous avons réservé à la présentation des aciers à effets TRIP, leurs caractéristiques ainsi que les mécanismes responsables de ce phénomène.
 - une partie expérimentale scindée en deux autres chapitres à savoir ; le chapitre II et le chapitre III. Dans le chapitre II nous avons présenté les étapes qu'on a suivi pour la réalisation de notre travail, c'est-à-dire les conditions de déroulement des essais et aussi une présentation des outils employés. Le chapitre III regroupe les résultats et discussions de notre étude.
- Pour terminer notre travail on a fait une petite conclusion générale sur nos principaux résultats et les perspectives envisagés pour approfondir notre recherche.

Chapitre I

Recherche bibliographique

I.1 Introduction:

Littéralement le terme TRIP est une abréviation des termes anglais (Transformation Induced Plasticity), que l'on peut traduire par plasticité induite par transformation (sous entendu de phases). Dans les aciers, la transformation de phases considérée est la transformation austénite→martensite.

Sous sollicitation mécanique, le matériau présente une plasticité plus importante durant la transformation de phase. Elle est généralement appelée plasticité de transformation. L'intérêt pratique de l'effet TRIP est le durcissement martensitique qu'il confère à la matrice sollicitée mécaniquement et surtout l'accroissement de la ductilité qui en résulte : il y a freinage de la tendance à la localisation de la déformation.

L'effet TRIP, extrêmement séduisant dans son principe, a connu dans le passé une utilisation limitée aux aciers austénitiques métastables (Fe-Cr-Ni et Fe-Ni-C) et ce pour deux raisons principales : le coût d'élaboration lié à la composition fortement enrichie en éléments d'alliages et le niveau restreint de limite d'élasticité accessible en raison de la structure initiale entièrement austénitique.

Des recherches menées ces dernières années dans le cadre de développement de nouveaux aciers nécessitant des additions limitées en éléments d'alliage, utilisés pour la fabrication des tôles anti-abrasion ou de protection balistique et pour tôles de structures automobiles, ont abouti au développement d'un nouveau concept TRIP alliant, pour en conjuguer les avantages :

-la contribution complémentaire d'une seconde phase austénitique métastable dite (austénite résiduelle) apte à subir une transformation de phase (sous entendu en martensite) qui induit une plasticité importante.

-le durcissement martensitique assurant l'essentiel des caractéristiques de résistance, notamment de limite d'élasticité.

Il est remarquable que cette austénite résiduelle ayant des caractéristiques optimales (fraction volumique, taille, morphologie et composition) reste l'objectif principal à atteindre pour le développement des avantages liés à l'effet TRIP. Pour former cette austénite optimale, il faut contrôler un certain nombre de facteurs tels que la composition chimique, le processus thermomécanique de fabrication, et surtout les paramètres de recuit après laminage de la tôle (temps, vitesse de refroidissement, température).

I.2. Effet TRIP : plasticité de transformation :

Transformation Induced Plasticity (TRIP), cette expression en anglais indique que la plasticité est induite par la transformation. Mitter [I.1] le décrit comme un "...accroissement significatif de la plasticité au cours d'un changement de phase. Pour une contrainte extérieure appliquée, dont la contrainte équivalente est petite comparée à la norme de la limite d'élasticité du matériau, une déformation plastique macroscopique se produit...". Cette définition exprime que la plasticité est induite par la transformation « plasticité de transformation ». Cette transformation est la transformation martensitique, celle-ci correspond à un changement de phase particulier (austénite → martensite) qui se produit à l'état solide et qui est à l'origine des propriétés remarquables des matériaux dans lesquels elle se produit. [I.2]

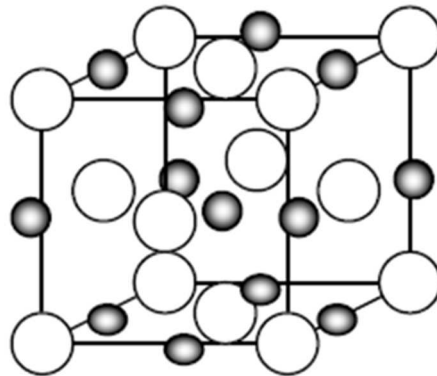
I.2.1 Transformations martensitiques :

Le mécanisme des transformations displacives est expliqué par le changement de la structure cristalline sans diffusion, c'est à dire sans changement de la composition des phases. L'absence de diffusion implique non seulement que la phase mère (austénite) et la phase fille (martensite) ont la même composition chimique, mais que, de plus, la martensite hérite de l'ordre et des défauts de la phase austénitique. C'est le cas des transformations martensitiques. Une transformation martensitique se produit de manière quasi instantanée à partir d'une certaine température au cours du refroidissement. C'est la température de début de transformation appelé souvent M_s . Dans les aciers au carbone, le taux de transformation martensitique dépend de la température. Il peut, en outre, dépendre des sollicitations mécaniques exercées sur le matériau, il s'agit dans ce cas d'une transformation activée mécaniquement. Notons aussi que la transformation martensitique est fortement influencée par la teneur en carbone.

a. Structures cristallographiques des deux phases

- **Austénite**

L'austénite est la phase la plus stable à haute température dans les aciers. Celle-ci est une solution solide d'insertion de carbone dans le fer γ . Les atomes de carbone sont situés dans les sites interstitiels octaédriques du type $1/2, 1/2, 1/2$ (centre de la maille) et $0, 0, 1/2$ (milieu de chaque arête) (figure I.1).



Austénite γ
CFC

Figure I.1: Structures cristallines de l'austénite

- **Martensite**

La structure et la morphologie de la martensite varient en fonction de la composition chimique du matériau et de la température à laquelle se produit la transformation. Dans les aciers, la martensite possède trois types de structures cristallines

- une structure tétragonale centrée (TC) caractéristique de la martensite α' ;
- une structure hexagonale (H) caractéristique de la martensite ϵ ;
- une structure tétragonale à faces centrées (TFC), cette martensite n'a été observée que dans les alliages Fe-Pd et Fe-Pt.

Dans les alliages binaires Fe-C, la martensite possède une structure tétragonale centrée (figure I.2). Dans la martensite α' , les atomes de carbone sont distribués sur les sites interstitiels octaédriques en positions $0, 0, 1/2$ (milieu des arêtes parallèles à l'axe c) et $1/2, 1/2, 0$ (base de la maille). Ainsi, la martensite est une solution sursaturée en carbone dans le réseau du fer α .

Cette sursaturation en carbone entraîne une distorsion du réseau de la maille qui devient quadratique, distorsion d'autant plus marquée que la teneur en carbone est élevée.

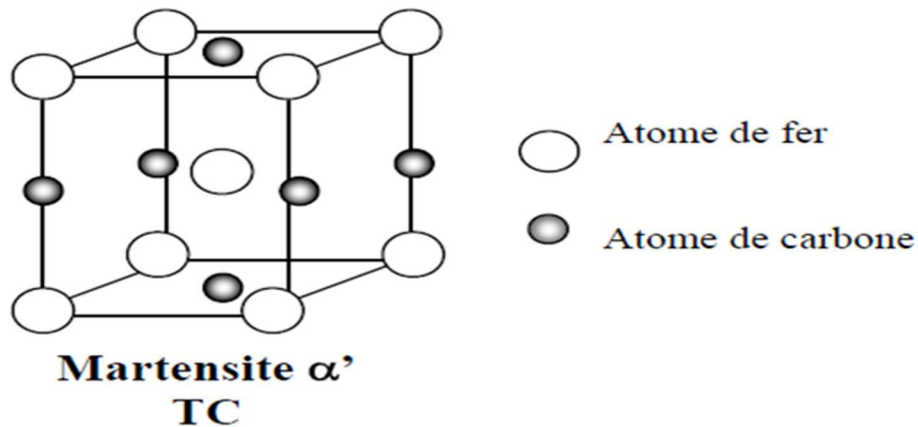


Figure I.2: γ

La morphologie de la martensite dépend de la composition chimique, des contraintes et déformations locales et de l'énergie de faute d'empilement. Elle peut être lenticulaire, sous forme de lattes, de papillons, de plaquettes et d'aiguilles plates (figure I.3).



Figure I.3: différentes variantes de martensite

La dureté de la martensite augmente avec la teneur en carbone. Les aciers inoxydables à faible teneur en carbone possèdent des martensites molles par rapport à des aciers dont l'austénite est à forte teneur en carbone (>1%). De plus, la teneur en carbone dans l'austénite est un paramètre métallurgique gouvernant les mécanismes de transformation. [I.3]

I.2.2 Mécanismes responsables du TRIP :

Deux mécanismes sont responsables de ce phénomène : le mécanisme de Magee, relatif à la transformation martensitique, et le mécanisme de Greenwood-Johnson qui est, quand à lui, relatif aux transformations par diffusion et aux différences entre les caractéristiques des différentes phases.

A) Mécanisme de Magee :

Selon Magee (1966), la plasticité de transformation est due à une orientation des phases, nouvellement formées, sous l'effet d'une contrainte appliquée (transformation de l'austénite en martensite). Durant cette transformation, la martensite se développe sous la forme de plaquettes générant des contraintes de cisaillement élevées dans la phase austénitique. En absence de contrainte appliquée, les plaquettes s'orientent aléatoirement et ont effet global (macroscopique) isotrope. Par contre, l'application d'une contrainte externe favorise l'orientation des plaquettes suivant une même direction, dans ce cas, la résultante des contraintes de cisaillement ne sera donc, par nulle ce qui va engendrer une déformation macroscopique irréversible dans la direction de la contrainte effective appliquée. Un schéma de ce mécanisme est donné par la figure I.4.

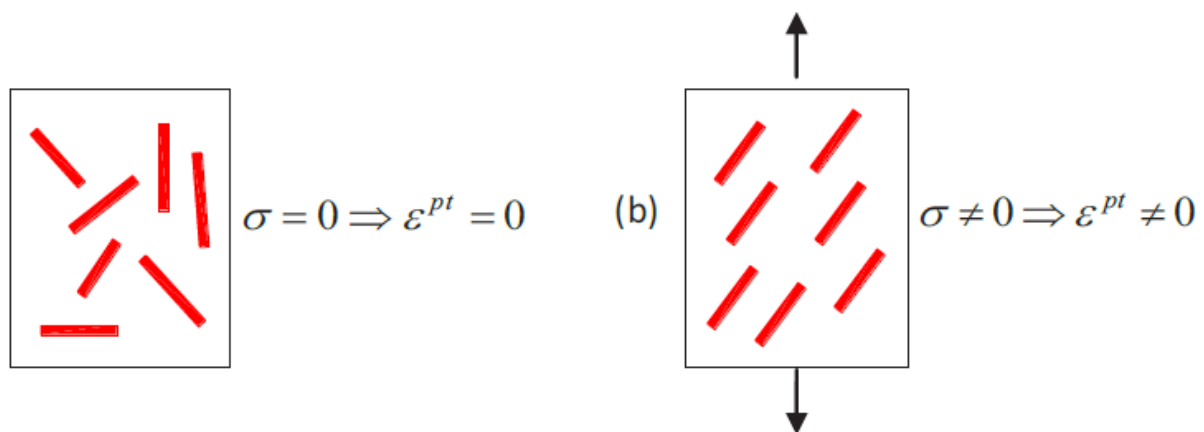


Figure I.4: Mécanisme de Magee

B) Mécanisme Greenwood-Johnson :

D'après Greenwood-Johnson (1965), la plasticité de transformation est due à la différence de compacité entre les phases parents et produits. En effet, la phase austénitique est

un structure cubique à face centrées, alors que les structures ferritiques sont des structures cubiques centrées, la différence de compacité entre ces deux structures induit un changement de volume lors de la transformation. Un schéma de ce mécanisme est donné par la figure I.5.

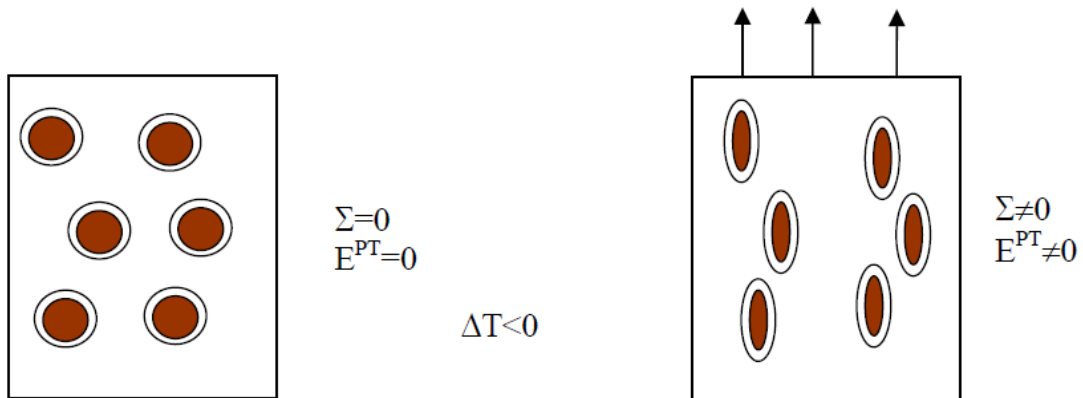


Figure I.5: Mécanisme Greenwood Johnson.

Sans contrainte externe appliquée, le tenseur microscopique des contraintes internes est sphérique et seule une variation globale macroscopique du volume est observée. Lorsqu'une contrainte externe est appliquée, le tenseur microscopique des contraintes n'est plus sphérique, ce qui induit une déformation irréversible dans la direction de la contrainte effective appliquée.

I.3 Mise en évidence :

I.3.1 Introduction :

Les premières observations faites au sujet du phénomène de la plasticité de transformation datent des années 20, au fait, Sauveur [1] pu accidentellement et lors des essais de flexion et de torsion à des températures élevées, faire la constatation qu'au moins une partie du spécimen est transformée uniquement.

Et ce sont les années 30 qui viennent marquer l'avènement des premières séries d'essais conduites intentionnellement, mettant [2.3] en valeur l'influence d'une contrainte extérieure appliquée sur la déformation plastique macroscopique. S'agissant des essais relatifs à une transformation martensitique sur des alliages Fe-Ni, la première appellation désignant la réduction évidente du seuil élastique macroscopique est donnée, umwandlungsplastizität en

allemand qui signifie, plasticité de transformation (Transformation Induced Plasticity (TRIP) en anglais).

I.3.2 Travaux effectués :

Porter et Rosenthal dans [4] les années 50, observent lors des essais sur un acier contenant 0.9% de carbone, une déformation plastique macroscopique proportionnelle à la charge appliquée lors de transformations perlitique et martensitique et durant toute la transformation.

Dejong et Rathenau [5] parviennent à trouver une relation de linéarité entre la contrainte appliquée et l'allongement irréversible en étudiant ce dernier sur un spécimen en fer pur sous chargement durant des cycles thermiques effectués au dessus et au dessous de la température A_{c3} , à laquelle la transformation austénitique prend place et qui est équivalente à 910°C .

Johnson et Greenwood [6], à travers leurs travaux expérimentaux et théoriques, ont pu marquer l'histoire de la plasticité de transformation en conduisant des essais sur des spécimens en fer pur, en alliage Fe-C, en uranium, en zirconium, en titane et en cobalt. En étudiant l'allongement irréversible au cours de cycles avec transformation, ils observent une relation de linéarité entre la déformation de plasticité de transformation et la contrainte appliquée jusqu'à des niveaux de contrainte équivalents à la moitié de la limite d'élasticité de la phase austénitique, (Figure I.6).

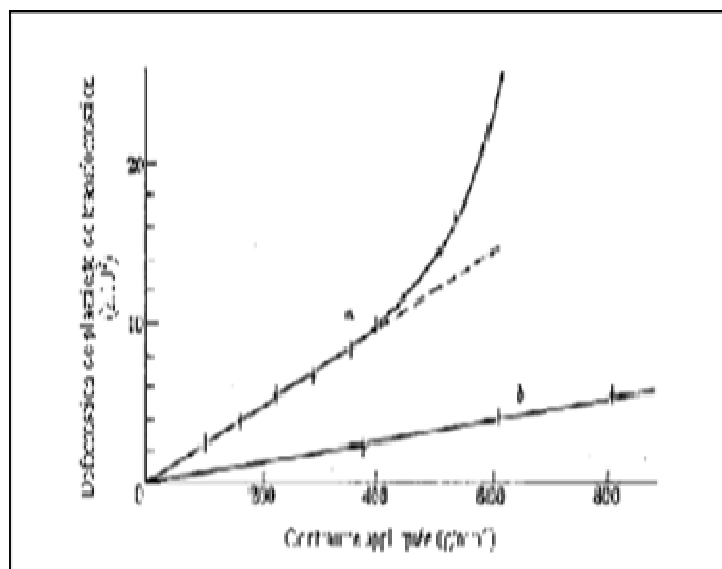


Figure (I.6) : Déformation de plasticité de transformation finale sous des états de contrainte différents :

(a) Transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ pour du fer à 910°C ,

(b) Transformation $\alpha + \text{Fe}_3\text{C} \leftrightarrow \gamma$ pour un alliage Fe0.4C, [6].

Collette [7] a mené des études sur les interactions entre la transformation martensitique et les contraintes mécaniques sur l'acier 60NCD11. Elle aussi, observe une relation de linéarité entre la plasticité de transformation et la contrainte appliquée d'un niveau inférieur à la limite élastique de l'austénite, et remarque que cette plasticité augmente rapidement pour des contraintes plus élevées.

Desalos[8], examine d'après Simon et al [9], une évolution très similaire à celle de Colette pour une transformation martensitique sous contrainte de compression pour un acier 35NCD16, (Figure I.7). A rapporté aussi des résultats traitant de la transformation bainitique isotherme et une transformation bainitique anisotherme sur un acier A533. Pour la première, il considère deux niveaux de contraintes (- 42 MPa) et (- 73 MPa) avec des déformations de plasticité de transformation respectives (- 0.42%) et (- 0.73%), pour la deuxième, deux niveaux de contraintes sont considérés (- 42 MPa) et (-85 MPa) avec des déformations de plasticité de transformation respectives (- 0.42%) et (- 0.85%), Ce qui mène à dire de la proportionnalité entre la déformation de plasticité de transformation et la contrainte appliquée.

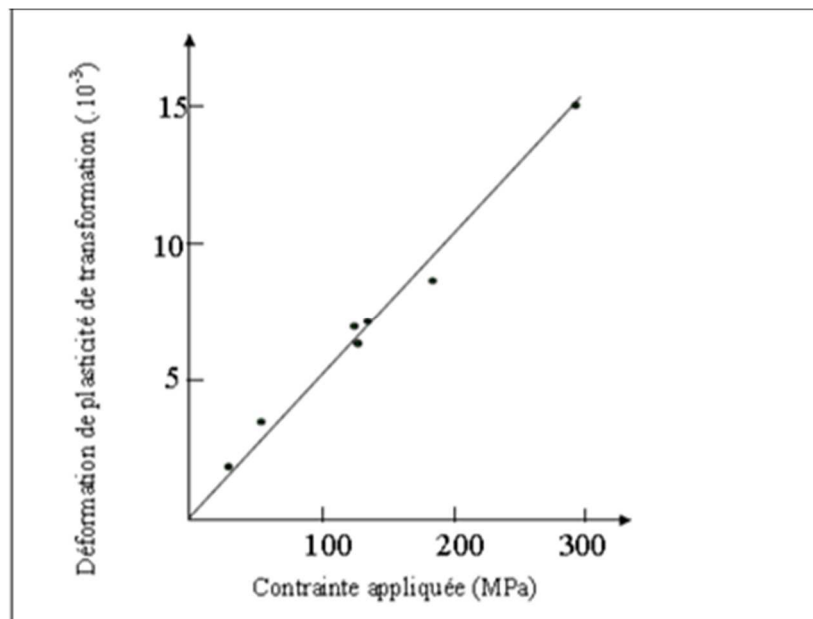


Figure I.7: Influence de la contrainte axiale appliquée (de compression) avant transformation sur la déformation de plasticité de transformation totale d'un acier 35NCD16 (austénitisé à 900°C), [10].

Il analyse la plasticité de transformation en fonction de l'avancement de la transformation à partir d'essais conduisant à une transformation bainitique isotherme et anisotherme pour l'acier A533, (Figure I.8) et (Figure I.9).

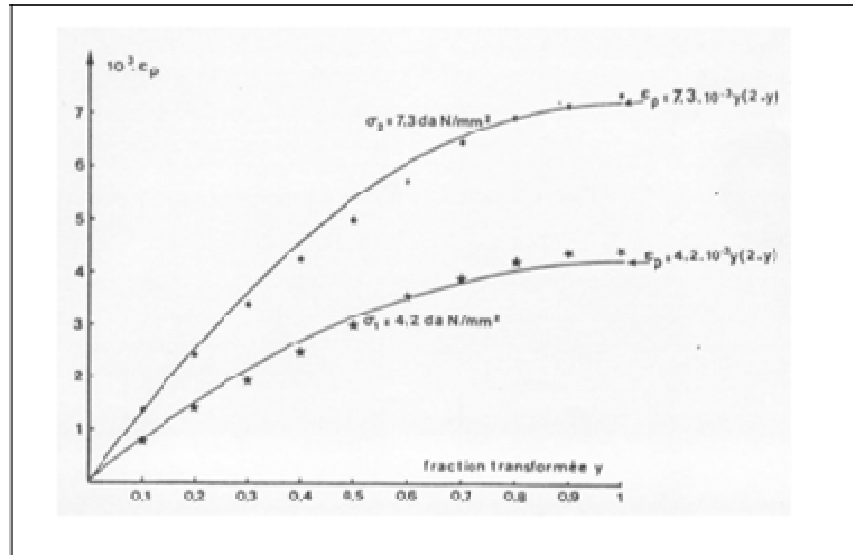


Figure I.8.: Déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour une transformation bainitique anisotherme, .

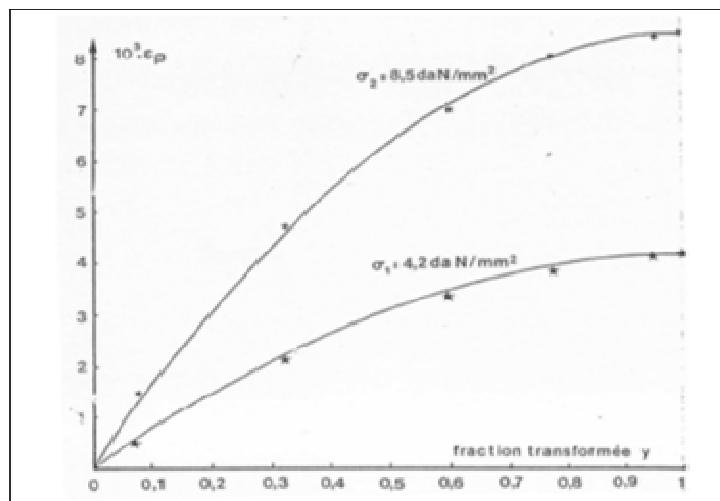


Figure (I.9) :Déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour une transformation bainitique isotherme.

Gautier [10], a étudié la plasticité de transformation par rapport à un taux de phase formée (z) en fonction de la contrainte appliquée dans le cas d'une transformation martensitique d'alliage Fe-Ni-C et Fe-Ni-C-Cr, (Figure I.10) et (Figure I.11). Pour de faibles taux de phase formée, il y a une augmentation lente de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée jusqu'à saturation à un niveau de contrainte de l'ordre de 200 à 250 Mpa pour des taux de phase formée plus élevés, la plasticité de transformation varie sensiblement d'une façon linéaire avec la contrainte appliquée.

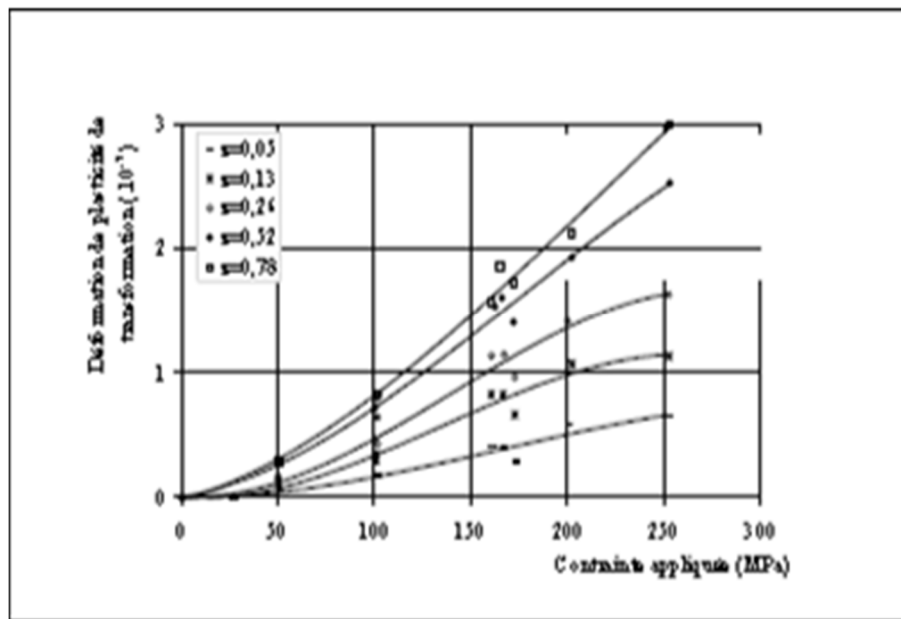


Figure I.10: Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour différents taux de phase formée pour un alliage Fe-Ni-C.

-: $z = 0.05$, * : $z = 0.13$, o : $z = 0.26$, • : $z = 0.52$, : $z = 0.78$, [10].

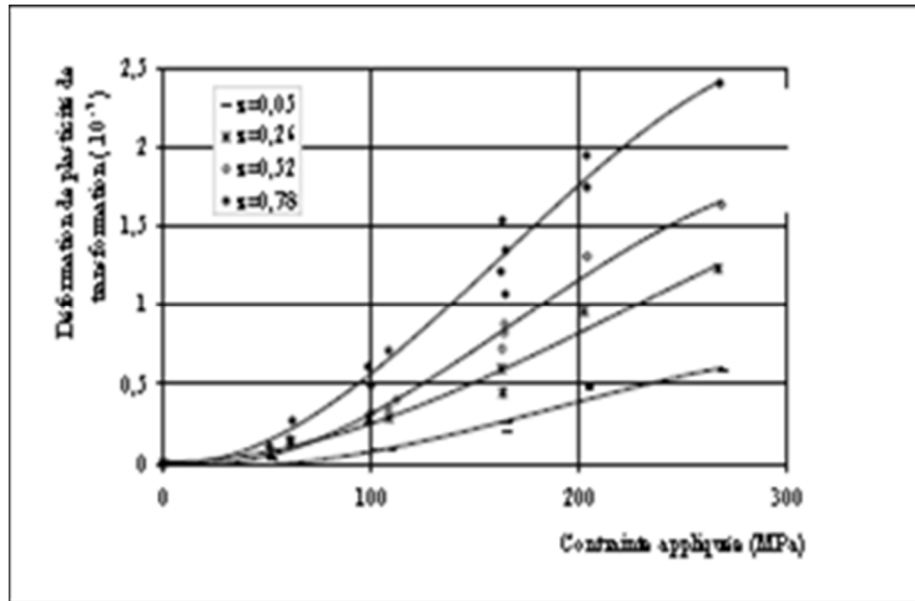


Figure I.11: Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour différents taux de phase formée pour un Alliage Fe-Ni-Cr-: $z = 0.05$, * : $z = 0.13$, o : $z = 0.26$, • : $z = 0.52$, : $z = 0.78$, [10].

Pour les deux mêmes alliages, Gautier a fait aussi une analyse dans le cas d'une transformation martensitique, pour les deux alliages, elle constate des variations non-linéaires de la déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée, (Figure I.12) et (Figure I.13). Elle observe aussi, une augmentation de la déformation de plasticité de transformation au début de la transformation, d'autant plus rapide que la contrainte est élevée. La variation de la plasticité de transformation est plus importante au début de la transformation, l'accroissement est moins rapide par la suite quelque soit le niveau de la contrainte appliquée. Elle a aussi pu observer une relation de linéarité entre la plasticité de transformation et la contrainte appliquée, d'un niveau inférieur à la limite élastique de l'austénite, et remarque que cette plasticité augmente rapidement pour des contraintes plus élevées, (Figure I.14).

Videau et al [11], réalisent de nombreux essais relatifs à la transformation martensitique d'un acier Cr-Ni-Mo-Al-Ti. Des essais de dilatométrie libre et de plasticité de transformation sont conduits sur des tubes minces en effectuant le cycle thermique qui donne une structure 100% martensitique. Au cours des essais, 5 types de chargements sont considérés, le niveau de contrainte est évalué en terme de contrainte équivalente de Von Mises, (Figure I.15). Pour les essais de plasticité de transformation, la charge est

appliquée rapidement vers 230°C au cours du refroidissement. Il est supposé que la température à laquelle est appliquée le chargement est d'une part, suffisamment élevée pour éviter de déclencher la transformation, d'autre part, suffisamment basse pour limiter les effets du fluage.

Les résultats montrent une relation de linéarité entre la déformation de plasticité de transformation finale et la contrainte appliquée, jusqu'à une certaine contrainte équivalente différente suivant le type de chargement imposé.

Ils remarquent aussi, que si une contrainte de torsion équivalente à 2/3 de la limite d'élasticité de la phase austénitique est déchargée de moitié à un taux de phase formée équivalent à 50%, alors l'évolution de la plasticité de transformation est stoppée, si cette dernière est complètement déchargée, alors ils observent un incrément de déformation de plasticité de transformation de signe opposé à celui de la charge précédemment appliquée. Les auteurs concluent que la direction de l'écoulement en plasticité de transformation est la même que celle de la contrainte effective.

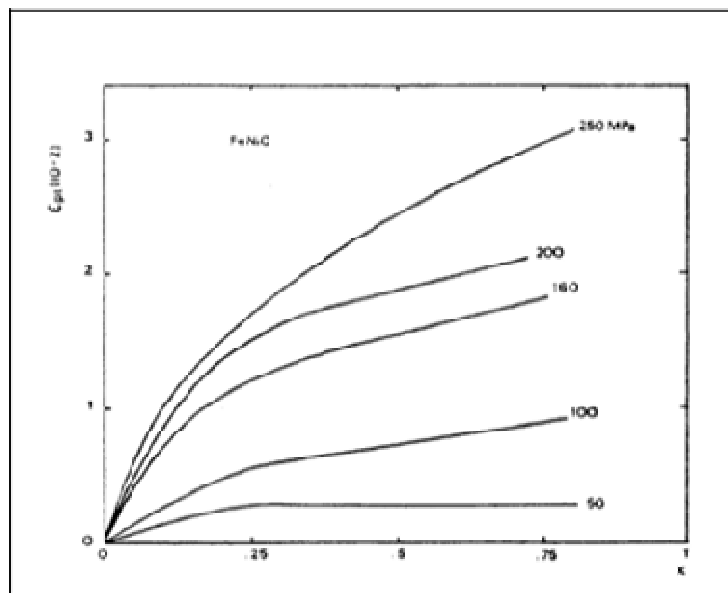


Figure I.12: Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour différentes contraintes appliquées pour un alliage Fe-Ni-C, [10].

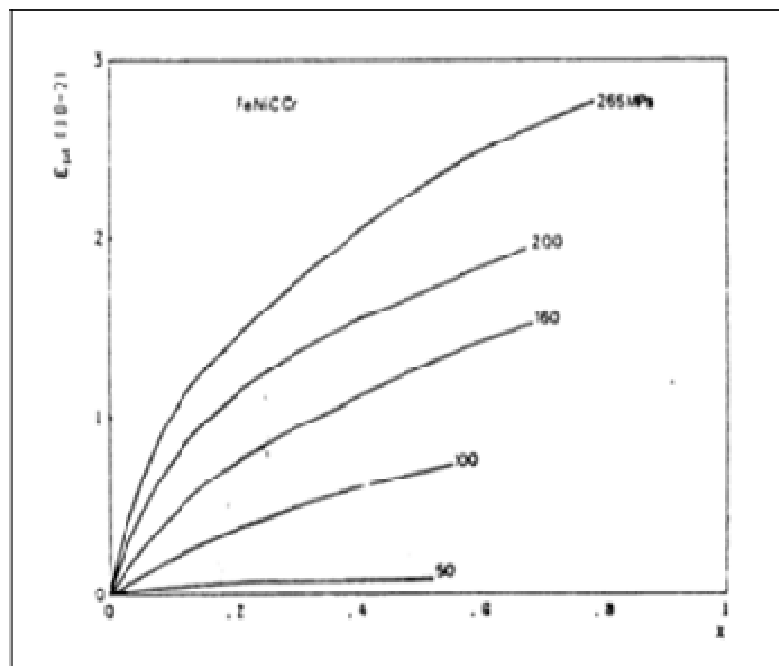


Figure I.13: Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction du taux de phase formée pour différentes contraintes appliquées pour un alliage Fe-Ni-C-Cr, [10].

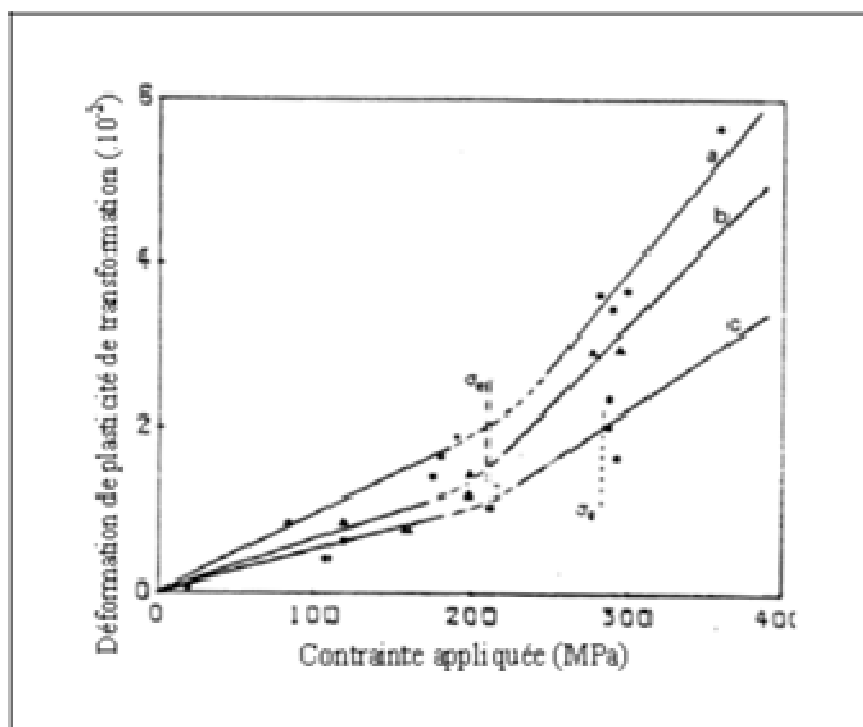


Figure I.14: Variation de la déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée pour une transformation complète. Acier 60NCD11.

- (a) Austénitisation à 1050°C et refroidissement avec $V_r = 0.5^\circ\text{C/s}$.
- (b) Austénitisation à 1050°C et refroidissement avec $V_r = 5^\circ\text{C/s}$.
- (c) Austénitisation à 900°C et refroidissement rapide, [10].

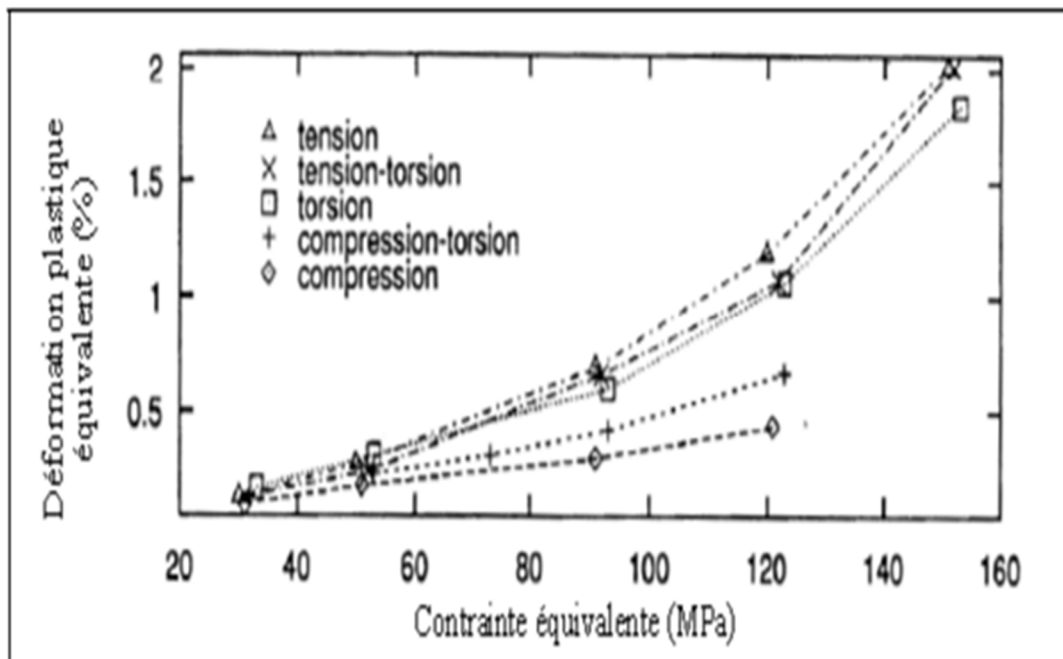


Figure I.15: Déformation de plasticité de transformation en fonction de la contrainte équival [11].

Cavallo [12], a réalisé des essais sur un acier de type 16MND5 pour des structures totalement martensitique et totalement bainitique. Il constate une évolution non-linéaire de la déformation de plasticité de transformation en fonction de l'avancement de la transformation, et qu'elle sature vers 70% de phase bainitique formée. A aussi, mené sept essais sur le même acier (16MND5), après une analyse, il a pu donner une valeur

moyenne du coefficient de plasticité de transformation (k) qui est égal à $0.7 \times 10^{-4} \text{ Mpa}^{-1}$.ente pour différents chargements.

Cavallo [13], ont pu déceler la linéarité entre la déformation de plasticité de transformation finale et la contrainte appliquée pour une valeur de cette dernière qui n'excède pas la moitié de la limite d'élasticité conventionnelle (à 0.2% de déformation plastique) de l'austénite à la température équivalente au début de la transformation considérée. Au-delà de ce seuil la déformation de plasticité de transformation croît plus rapidement. Ils ont également pu observer que les expressions du coefficient de plasticité de transformation (k) sont presque constantes au cours de la transformation, alors que l'expression proposée par Leblond, où l'écroutissement pendant la transformation est pris en compte de manière isotrope, conduit à une variation significative du paramètre (k) au cours de l'avancement de la transformation. Ces prédictions semblent bien décrire les résultats expérimentaux pour une transformation bainitique sous une contrainte équivalente au quart de la limite d'élasticité conventionnelle de l'austénite à la température d'application de la charge (600°C), (Figure I.16).

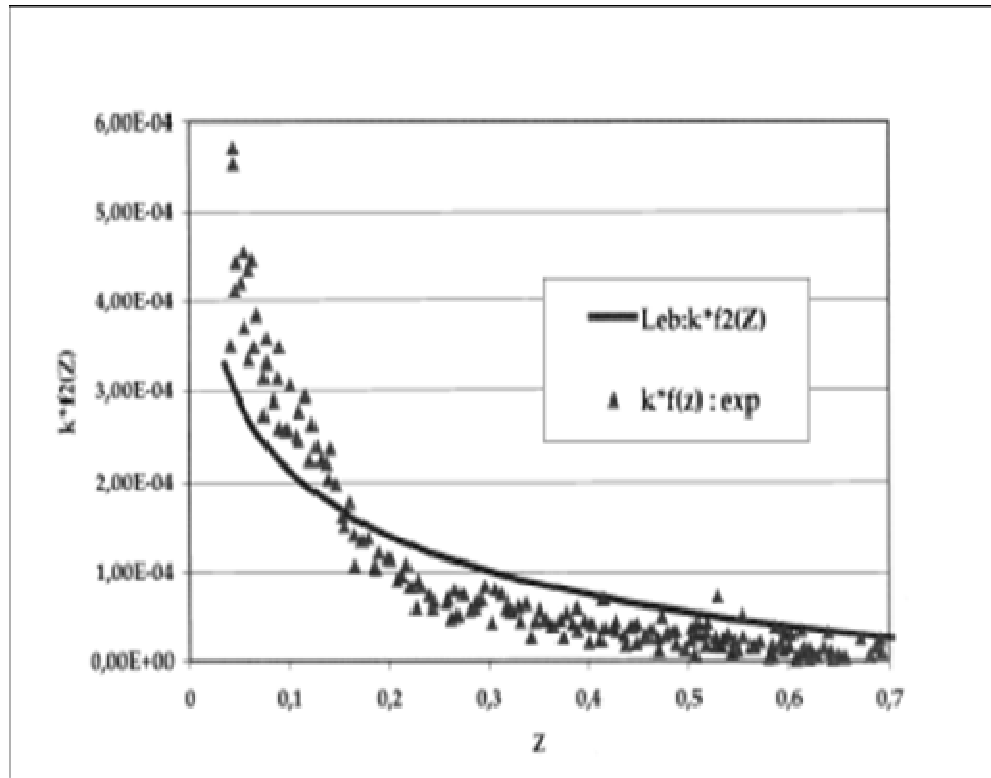


Figure I.16 : Evolution du produit $[k \cdot f_2(z)]$ en fonction du taux de bainite formé. Comparaison entre expérience, représentée par \blacktriangle , et les prédictions du modèle de Leblond et al et en trait continu.

Nagayama et al [14],, , ont conduit des essais uniaxiaux de traction et compression au cours d'une transformation martensitique. Les résultats ont montré une linéarité entre les valeurs finales de la déformation de plasticité de transformation et les contraintes appliquées pour de faibles chargements. Pour des chargements plus élevés, une relation de non-linéarité est observée.

I.4 les types Aciers à effet TRIP :

Les aciers désignés par le terme TRIP sont des aciers présentant un comportement mécanique particulier. Ils ont à la fois une résistance élevée et une haute ductilité. Ce qui les rend particulièrement intéressants pour la mise en forme par déformation plastique.

Suivant la composition chimique, on distingue deux catégories d'aciers à effet TRIP :

- les aciers à effet TRIP fortement alliés (Fe-Ni, AISI304, AISI301, ...) qui sont entièrement austénitiques,
- les aciers TRIP faiblement alliés qui sont partiellement austénitiques (multiphasés).

La rhéologie et les microstructures des aciers entièrement austénitiques ont été largement étudiées et sont bien définies. Au courant de la dernière décennie, les industriels s'intéressent en particulier à l'effet TRIP des aciers faiblement alliés multiphasés pour leurs caractéristiques mécaniques remarquables.

I.4.1 Aciers TRIP multiphasés :

Ces types d'aciers sont conçus suivant le même principe que les matériaux composites. À l'aide de la composition chimique (figure I.17) et de traitements thermiques (figure I.18) et mécaniques, le matériau s'enrichit localement en certains éléments d'alliages. Le matériau obtenu est alors un mélange de phases dures et de phases ductiles. Sous sollicitation mécanique, l'une de ces phases se transforme en martensite. La combinaison entre les propriétés de ces phases offre de meilleures caractéristiques mécaniques à ces aciers.

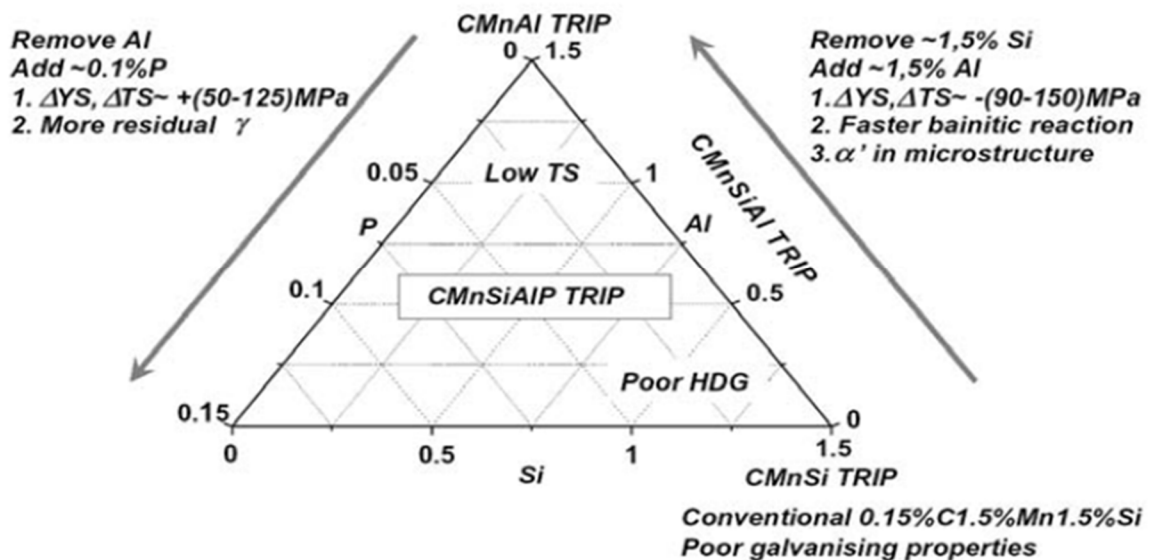


Figure I.17: schéma de composition chimique pour l'acier faiblement allié, TRIP, présentant les principales raisons qui ont conduit à l'élaboration de nouvelles compositions.

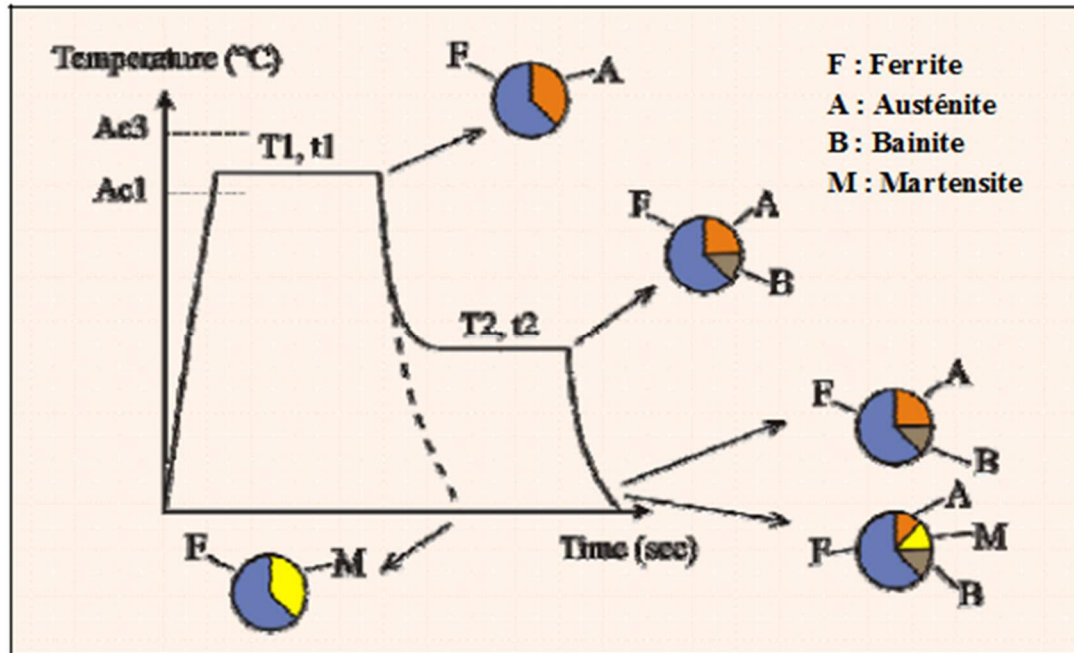


Figure I.18: Schéma typique du traitement thermique appliqué aux aciers multiphasés à effet TRIP.

Les nuances d'aciers TRIP multiphasés diffèrent par leur composition chimique et leur proportion de phase. Le tableau I.19 donne des exemples de compositions d'aciers TRIP ayant les résistances maximales de 600MPa, 700MPa, 800MPa et 1000MPa. Lors de l'élaboration, le matériau subit une succession de transformations qui lui confère différentes fractions volumiques de phases, une répartition spatiale (connexité), des dimensions caractéristiques (taille de grain, taille des lattes de bainite, etc.), une texture morphologique, une texture cristallographique. Les micrographies sont présentées sur la figure I.20.

TRIP	Taille de grain austénite (μm)	Composition			Fraction de phase (%)				% C dans γ
		C	Mn	Si	γ	α	b	α'	
600	4	0,08	1,70	1,55	8	91	1	-	-
700	3	0,16	1,60	1,60	13	-	-	-	-
800	2-3	0,2	1,65	1,65	17	70-73	10-13	-	1,14
1000	1-2	0,4	1,65	1,65	30	-	70	-	1,35

Tableau I.1: Composition chimique , Taille des îlots d'austénite , dosage de phase , teneur en carbone de l'austénite des aciers TRIP multiphasés.

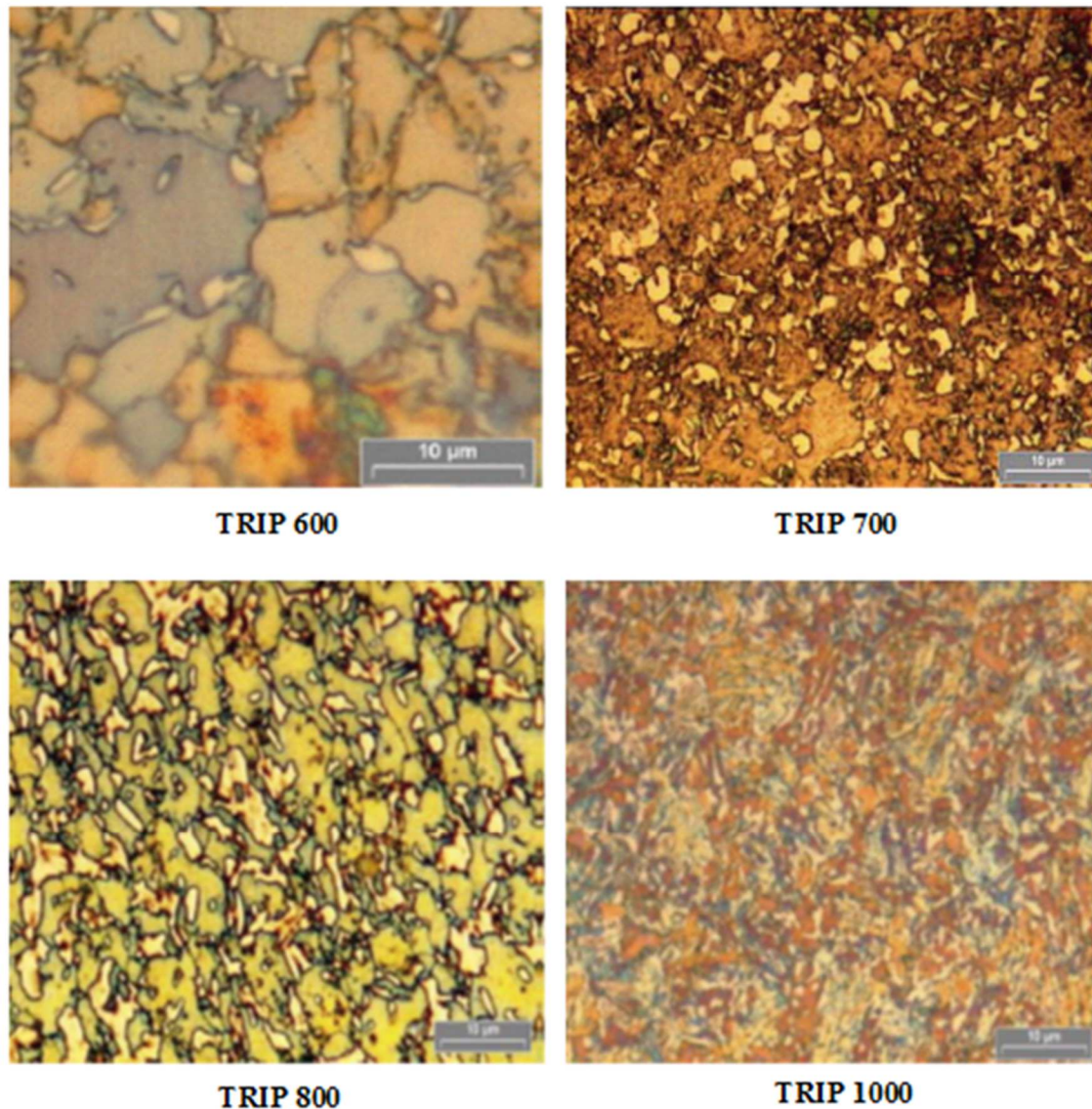


Figure I.19: Micrographies optiques des aciers TRIP multiphasés après attaque électrochimique (TRIP600-700-800-1000).

I.4.2 Aciers à effet TRIP entièrement austénitiques :

Parmi les aciers austénitiques certains sont dits inoxydables en raison de leur excellente résistance à la corrosion, en particulier celle qui est due à l'oxydation par l'air et par les acides. De nombreuses nuances d'aciers inoxydables sont développées pour des applications spéciales dans l'industrie du pétrole, de l'agro-alimentaire de l'industrie chimique et dans l'aéronautique. Le chrome, dont la proportion atteint au moins 10%, est l'élément d'addition essentiel de l'acier inoxydable. C'est qui donne à

l'acier inoxydable sa résistance à la corrosion et à l'oxydation. Le deuxième élément d'alliage est le nickel, c'est un élément gammagène qui stabilise l'austénite à température ambiante.

Le tableau I.20 donne la composition chimique des principaux aciers inoxydables austénitiques.

TENEURS EN % (MINI-MAXI)

DESIGNATION (NF EN / AISI)	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Cu	Mo	Ni	Ti	W	Nb
Austénitiques													
X4CrNi 18.10 - 1.4301 / 304	≤ 0,07	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,00			8,00			
							19,50			10,50			
X2CrNi 18.9 - 1.4307 / 304 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,50			8,00			
							19,50			10,00			
X2CrNi 19.11 - 1.4306 / 304 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	18,00			10,00			
							20,00			12,00			
X4CrNi 18.12 - 1.4303 / 305	≤ 0,06	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,00			11,00			
							19,00			13,00			
X4CrNiMo 17.12.2 - 1.4401 / 316	≤ 0,07	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	16,50			10,00			
							18,50			13,00			
X2CrNiMo 17.12.2 - 1.4404 / 316 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	16,50		2,00	10,00			
							18,50		2,50	13,00			
X2CrNiMo 17.12.3 - 1.4432 / 316 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	16,50		2,50	10,50			
							18,50		3,00	13,00			
X6CrNiMoTi 17.12.2 - 1.4571 / 316 Ti	≤ 0,08	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015		16,50		2,00	10,50	S × C		
							18,50		2,50	13,50	0,70		
X2CrNiMo 18.15.4 - 1.4438 / 317 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,50		3,00	13,00			
							19,50		4,00	16,00			
X6CrNiTi 18.10 - 1.4541 / 321	≤ 0,08	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015		17,00			9,00	S × C		
							19,00			12,00	0,70		
X1CrNiSi 18.15.4 - 1.4361 / 18.15	≤ 0,015	3,70	≤ 2,00	0,025	≤ 0,010	≤ 0,11	16,50		≤ 0,20	14,00			
		4,50					18,50			16,00			
X1NiCrMoCu 25.20.5 - 1.4539 / 904 L	≤ 0,020	≤ 0,70	≤ 2,00	0,03	≤ 0,010	≤ 0,15	19,00	1,20	4,00	24,00			
							21,00	2,00	5,00	26,00			
Z2NCDU 25.25.05 Az - 1.4537 / URSB8	≤ 0,020	≤ 0,70	≤ 2,00	0,03	≤ 0,010	0,17	24,00	1,20	4,70	24,00			
						0,25	26,00	2,00	5,70	27,00			

http://www.almet-metal.com/en/iso_album/catalogue_normes_inox_1.pdf

La figure I.21 représente une micrographie de l'acier AISI304 après déformation, polissage mécanique et électrolytique. La taille de grain moyenne est de 25µm.

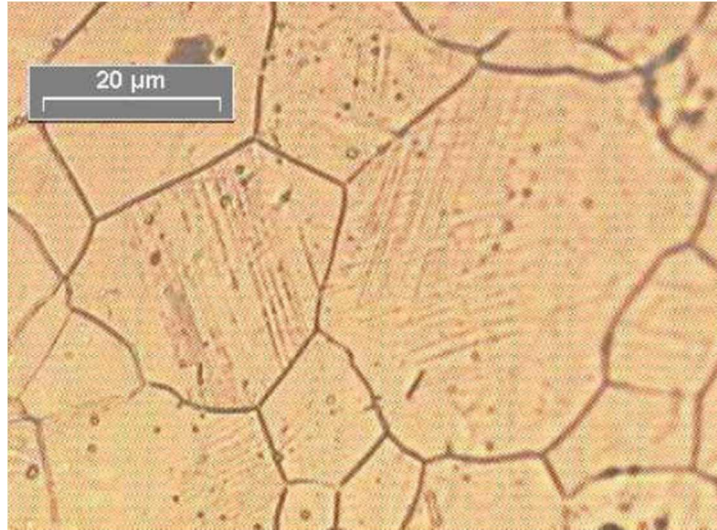


Figure I.20 : Micrographie optique de l'acier AISI304. Apparition de martensite dans un grain d'austénite.

I.5 Propriétés mécaniques d'aciers à effet TRIP :

Dans la littérature, le comportement mécanique des aciers à effet TRIP est étudié par de nombreux auteurs . Les publications qui sont citées et commentées ici sont celles qui portent plus particulièrement sur les matériaux de cette étude (304 ou TRIP800). Elles comportent à la fois des courbes de comportement et des cinétiques de transformation, de préférence sous différentes sollicitations.

Ils montrent les courbes contrainte - déformation obtenues en traction et en compression ainsi que l'évolution de la fraction de martensite formée, pour un acier austénitique de type 304 à différentes températures entre 77 K et 353 K. La forme particulière des courbes obtenues aux températures basses et moyennes (Figure I.21-a) exprime l'existence d'un maximum du taux d'érouissage, qui est corrélé à la transformation martensitique (Figure I.21-b). Ce type de comportement est observé dans d'autres études ; Le comportement n'est pas symétrique entre traction et compression .

Le comportement en traction uniaxiale à différentes températures d'un acier entièrement austénitique AISI 304 est donné dans la thèse .La Figure I.21 montre que l'augmentation de la température diminue la transformation. La transformation augmente le taux d'érouissage dans la courbe de comportement en traction simple. Le début de la transformation se produit

après une certaine déformation plastique et se traduit par une inflexion très nette de la courbe de traction.

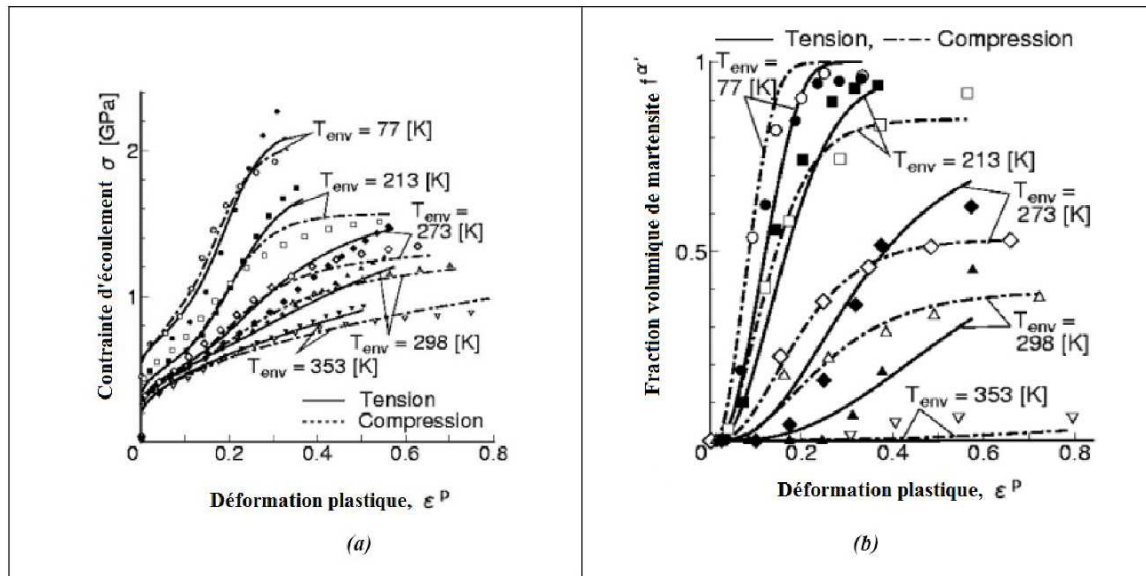


Figure I.21: Résultats expérimentaux obtenus en traction et en compression pour différentes températures sur un acier 304 : (a) Courbes $\sigma - \epsilon$ et (b) Cinétique de la transformation martensitique

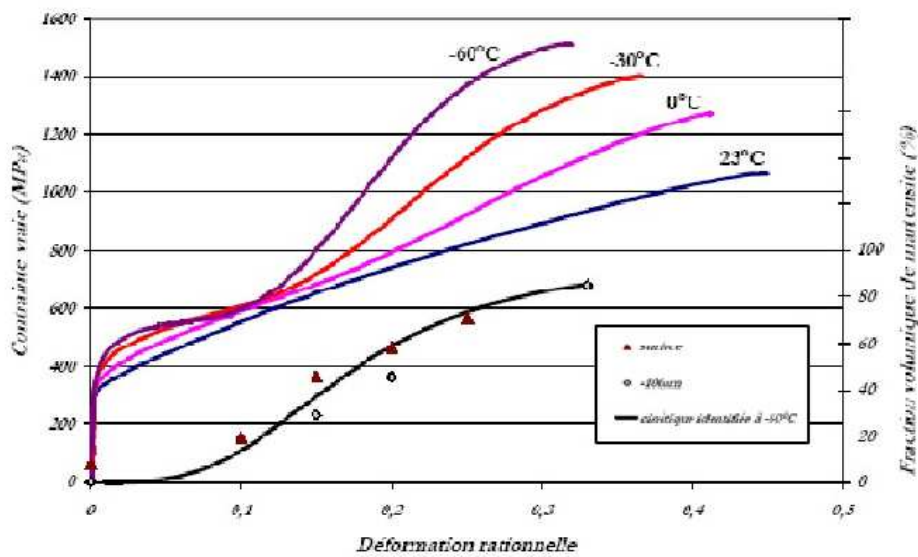


Figure I.22 : Comportement de l'acier AISI 304 pour un essai de traction uniaxiale à différentes températures (-60°C, -30°C, 0°C et 23°C). Courbes $\sigma - \varepsilon$ et cinétique de transformation à -60°C mesurée par DRX en surface et à -100µm de profondeur .

Toujours pour l'acier 304, les résultats obtenus en traction et à différentes températures (Figure I.23) confirment un certain nombre des résultats], comme par exemple le passage par un maximum de ductilité pour une température intermédiaire, (Figure I.23-a). Le taux d'écroutissement (Figure I.23-b) présente un maximum très important à basse température ; ce maximum est corrélé à un maximum du taux de transformation martensitique.

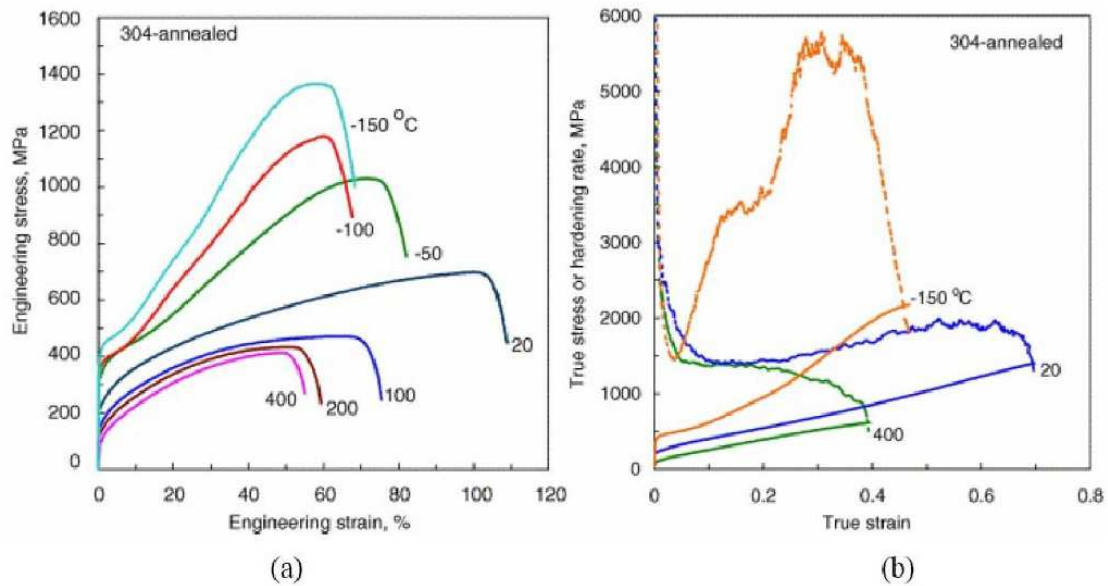


Figure I.23: Comportement d'un acier austénitique 304 recuit à différentes températures et à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} ; (a) Courbes de traction conventionnelles (b) Courbes de traction rationnelles (lignes continues) et variation du taux d'écrouissage (lignes discontinues).

La Figure montre le comportement et la cinétique de transformation d'un acier TRIP multiphasé T800 lors d'une traction uniaxiale à température ambiante. La déstabilisation de l'austénite a lieu dès le début de l'écoulement plastique global. Le coefficient d'écrouissage instantané $n = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \frac{\varepsilon}{\sigma}$ une augmentation assez brutale au début de la création de la martensite, puis une décroissance davantage progressive quand la déformation plastique croît.

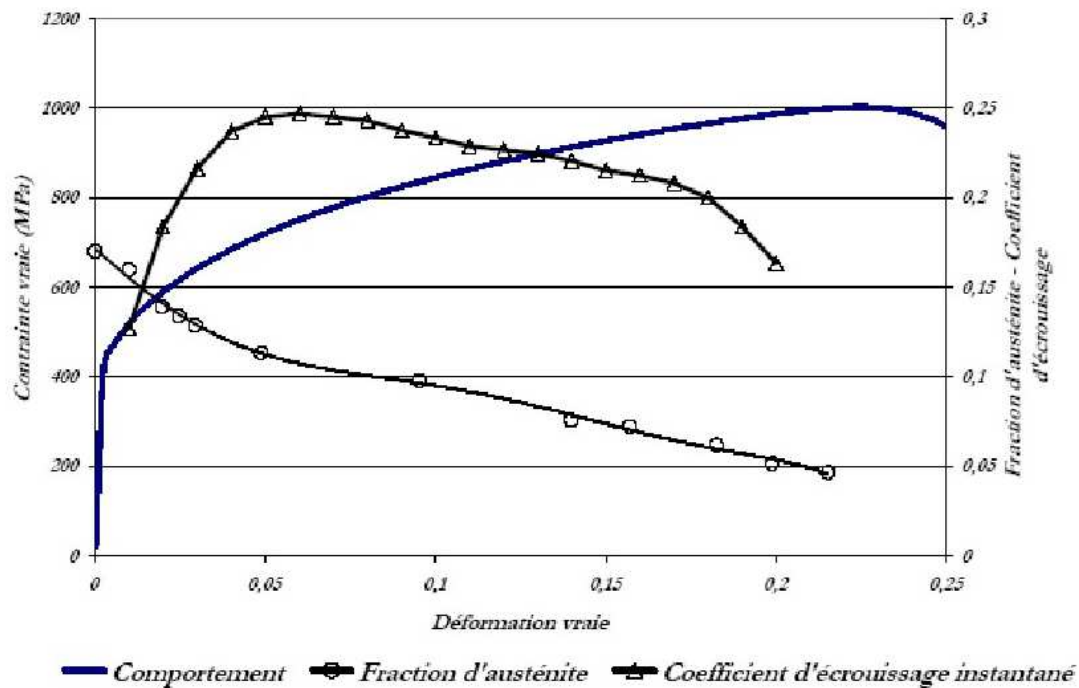


Figure I.24: Courbes contrainte, fraction volumique d'austénite résiduelle et coefficient d'écaillage instantané en fonction de la déformation dans l'acier TRIP800.

D'autres types de chargement figurent dans la bibliographie. Depuis une dizaine d'année, de nombreux articles sont consacrés en particulier au comportement en cisaillement des aciers à effet TRIP. Bouvier et al. ont fait suivre ou précéder le cisaillement par une traction uniaxiale pour étudier les effets des changements de trajets. Plusieurs matériaux sont testés dans ce travail, dont un acier TRIP800. Des essais biaxiaux combinant traction et cisaillement, couplés à des mesures de fraction de martensite par capteur magnétique sont reportés par Perdahcioglu et al. Le même type de chargement est appliqué par Mohr et Oswald sur un acier TRIP700. Six chemins différents sont empruntés (différents rapports entre cisaillement et traction) en chargement radial et en chargement non proportionnel. Les surfaces de charge semblent peu influencées par la nature du trajet et la forme des surfaces de charge est proche d'une surface de type Von Mises. Certaines publications, font état d'une panoplie d'essais permettant de caractériser le même matériau sous différents états de chargements : Jacques et al. sur deux aciers TRIP (traction uniaxiale, cisaillement, essais Marciniak avec différentes largeurs de tôles, traction sur éprouvettes entaillées ou préfiessurées), Dan et al. sur un acier

TRIP multiphasé (traction uniaxiale, traction large, traction équibiaxiale, emboutissage), Yan et al. (traction, traction large, essais Nakazima), etc.

Les études qui viennent d'être citées ont le même but que cette thèse. La multiplication des études qui est indispensable pour accéder à la complexité du comportement des aciers à effet TRIP. La complexité du comportement est due à la transformation de phase, mais aussi à l'effet composite des matériaux multiphasés. La température, le mode de déformation, la vitesse de déformation, la fraction initiale d'austénite résiduelle, et l'intensité de la déformation sont les facteurs les plus importants qui gèrent la transformation martensitique durant la déformation et donc durant la mise en forme. Dans la suite, l'étude se concentre seulement sur l'effet du chargement (mode de déformation), mais la gamme de chargements envisagés se veut très large pour constituer une base de données suffisante pour développer et valider des modèles de comportement qui permet de modéliser l'emboutissage de pièces industrielles.

Chapitre II

Matières premières et techniques expérimentales

II.1. Introduction

Le deuxième chapitre de cette étude se divise en deux parties. La première est réservée à la présentation de l'acier qui fait objet de notre étude, sa composition chimique et ses caractéristiques théoriques. La seconde exposera les différentes techniques expérimentales, mises en œuvre au cours de notre investigation.

II.2. Présentation du métal de l'étude

Le matériau utilisé dans notre étude est un acier inoxydable à effet TRIP, entièrement austénitique. Sa dénomination est AISI 304L. Le (L) signifie que l'acier a une faible teneur en carbone. Suivant l'AFNOR sa désignation est X2CrNi18-9. Cet acier nous a été livré sous forme d'une tôle de 3 mm d'épaisseur. Il est caractérisé par des grains austénitiques de taille de 20 μ m figure II.1. Sa dureté Vickers moyenne est de 173.98.

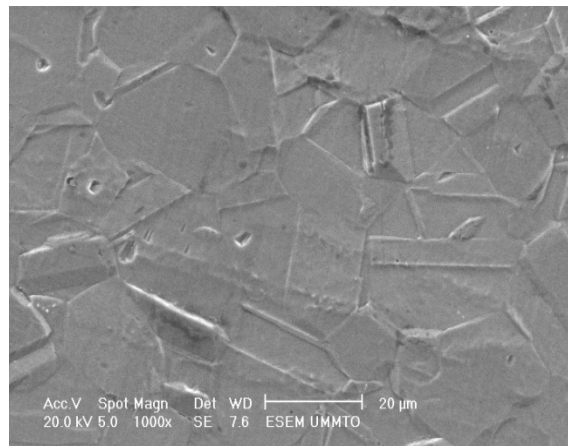


Figure II.1. Microstructure de l'acier 304L

La composition chimique et le pourcentage de chaque élément de cet acier 100% austénitique sont répertoriés dans le tableau ci-dessous.

Tableau II.1. Composition chimique de la nuance entièrement austénitique AISI 304L

Chapitre II. Matières premières et techniques expérimentales

Désignation	C	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	N
Eléments %	≤ 0.03	18 - 20	8 - 12	1.00	2.00	0.045	0.015	0.1

Nous donnons ici le rôle de quelques éléments d'alliages de notre acier :

Chrome : élément de base de tous les aciers inoxydables, augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud.

Nickel : grâce à son rôle gammagène, stabilise l'austénite aussi bien à température ambiante qu'aux températures très basses.

Manganèse : bien que classé comme élément gammagène, devient alphasgène aux teneurs supérieures à 7 %, renforçant ainsi la résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides (telles que celles rencontrées dans des opérations de soudage).

Carbone : élément fortement gammagène, contribue à stabiliser l'austénite lors de déformations à froid. Par contre, il peut provoquer la formation de carbures de chrome Cr₂₃C₆ intergranulaires qui diminuent la résistance à la corrosion intergranulaire.

Azote : puissant élément gammagène, contribue également à stabiliser l'austénite. Associé à une basse teneur en carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.

Silicium : autre élément alphasgène, améliore les propriétés d'emploi à haute température mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) de notre matériau a révélé que des pics correspondant à l'austénite figure II.2.

Chapitre II. Matières premières et techniques expérimentales

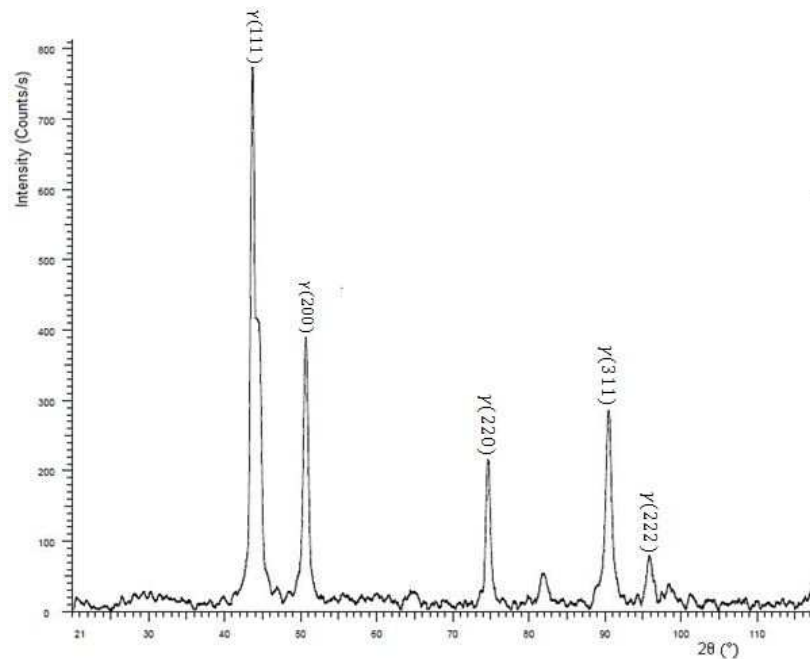


Figure II.2. Spectre de diffraction de l'acier 304L

Le tableau ci-dessous contient quelques caractéristiques mécaniques, physiques, thermiques et électriques.

Tableau II.2. Caractéristiques de l'acier 304L

mécaniques	physiques	thermiques	électriques
Dureté-brinell 160-190	Densité (g.cm ⁻³) 7.93	Coefficient d'expansion thermique à 20-100°C (x10 ⁻⁶ K ⁻¹) 18.0	Résistivité électrique (μOhm.cm) 70-72
Elongation à la rupture (%) 60	Point de fusion 1400-1455 (°C)	Conductivité thermique à 23 °C (W m ⁻¹ K ⁻¹) 16.3	
Module d'élasticité (GPa) 190-210			
Résistance à la traction (MPa) 460-1100			
Résistance aux chocs-IZOD (J m ⁻¹)			

20-136			
--------	--	--	--

II.2. Techniques de caractérisation

II.2.1. Caractérisation microstructurale

Pour mettre en évidence la structure et la morphologie de la matière première de notre matériau et de déterminer et quantifier les différentes phases formées après l'essai de traction et de pliage, nos échantillons ont subi les opérations suivantes :

a. Préparation des surfaces à analyser

- **Polissage**

Le polissage est une opération qui consiste à rendre la surface à analyser plane, brillante et dénuée de toute rayure. L'opération de polissage de nos échantillons est menée selon la procédure suivante :

- polissage au papier SiC avec les grades successifs 400, 800, 1200, 2500, 4000. L'opération est effectuée sur une polisseuse électrique de type « Struers », à deux disques, munie d'un dispositif d'arrosage permanent d'eau afin d'éviter tout échauffement local suite au frottement. Le passage d'un papier à l'autre nécessite une rotation de 90° de l'échantillon, afin d'éliminer les rayures laissées par le papier abrasif précédent. La vitesse de rotation des disques est de 300tr/mn.

- pour la finition, les échantillons sont frottés sur un disque à feutre imbibé d'une suspension d'abrasifs qui est l'alumine (Al_2O_3). La vitesse de rotation du disque est de 300tr/min. À l'issue de cette opération finale, l'échantillon est lavé puis séché.

- **Attaque chimique**

Après l'opération du polissage et dans le but de mettre en évidence les différentes phases et leur morphologie, tout comme les joints de grains austénitiques, une attaque chimique électrolytique a été réalisée. La mise en œuvre de cette attaque est effectuée avec une solution d'acide oxalique dont la composition chimique est de 10g de $C_2H_4O_4$ et 100 ml H_2O .

b. Analyse par microscopie optique (MO)

Les analyses métallographiques ont été réalisées afin de mettre en évidence la structure de nos échantillons. Pour ce faire, nous avons utilisé un microscope optique de type HUND

Chapitre II. Matières premières et techniques expérimentales

WETZLART 100 équipé d'une caméra vidéo de type Eyes Cora permettant l'acquisition des micrographies sur ordinateur. Ce microscope est équipé de trois objectifs de grossissement 10, 20 et 40 fois et de deux oculaires avec un grossissement de 10 fois.

c. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie utilisant les diverses interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons, produit par un filament en tungstène, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des électrons et des rayons X (figure II.3). De différents détecteurs permettent d'analyser les électrons et de reconstruire une image de la surface (figure II.4).

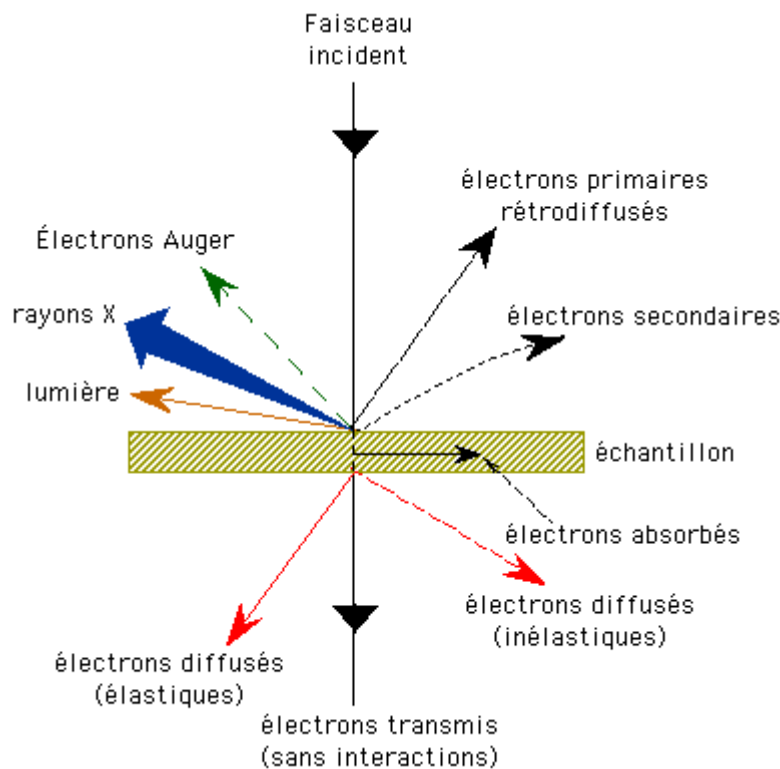


Figure II .3 : Différents sortes de signaux émis par les interactions entre les électrons incidents et l'échantillon

- Électrons secondaires (SE)

On appelle électron secondaire, l'électron éjecté lors d'un choc entre les électrons primaires du faisceau incident et les atomes de l'échantillon. Ces électrons sont de faible énergie (environ 50 eV). De part cette faible énergie, les électrons secondaires produits dans

Chapitre II. Matières premières et techniques expérimentales

les couches profondes ne pourront pas sortir de l'échantillon. De ce fait, seuls les électrons provenant des couches superficielles peuvent être recueillis par les détecteurs. Etant donné qu'ils proviennent des couches superficielles, ils sont donc utilisés pour l'examen de la morphologie et de la topographie de l'échantillon.

- Électrons rétrodiffusés (BSE)

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons issus du faisceau primaire qui sont entrés en collision avec des atomes de l'échantillon et qui ont réagi de façon quasi élastique avec eux. Ces électrons ont une énergie relativement élevée, pouvant aller jusqu'à l'énergie initiale des électrons du faisceau incident. Ils sont sensibles aux numéros atomiques des atomes de l'échantillon. Les atomes les plus lourds (ceux ayant un nombre important d'électrons) réémettront plus d'électrons que les atomes plus légers. Cette particularité sera utilisée pour l'analyse en électrons rétrodiffusés. Les zones formées d'atomes avec des nombres atomiques élevés apparaîtront plus brillantes que d'autres, c'est le contraste de phase.

- Rayons X

Provenant de l'excitation des atomes aux niveaux électroniques profonds. Le retour à l'équilibre par transition des électrons des niveaux supérieurs vers les niveaux excités provoque l'émission des rayons X. L'analyse des ces rayons permet d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome. Car le rayonnement X produit possède une énergie caractéristique qui correspond à une désexcitation spécifique de l'atome.

- Électrons Auger

Les électrons Auger sont émis lors de l'émission des rayons X. Les rayons X peuvent parfois, à condition d'être suffisamment énergétique, ioniser l'atome qui émet un électron appelé électron Auger. Ces électrons sont utilisés pour faire des analyses élémentaires de surface (couches minces).

Nos échantillons ont été analysés à l'aide d'un microscope électronique à balayage du type Philips XL30. Celui-ci est équipé de détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés ainsi que d'un analyseur EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) permettant de réaliser des cartographies des éléments et d'évaluer la teneur en éléments de l'échantillon par des méthodes semi-quantitatives en utilisant les rayons X caractéristiques des atomes contenus dans l'échantillon.

Chapitre II. Matières premières et techniques expérimentales

L'appareil est relié à deux microordinateurs sur lesquels sont installés les logiciels de commande du microscope, d'acquisition et de traitement des résultats.

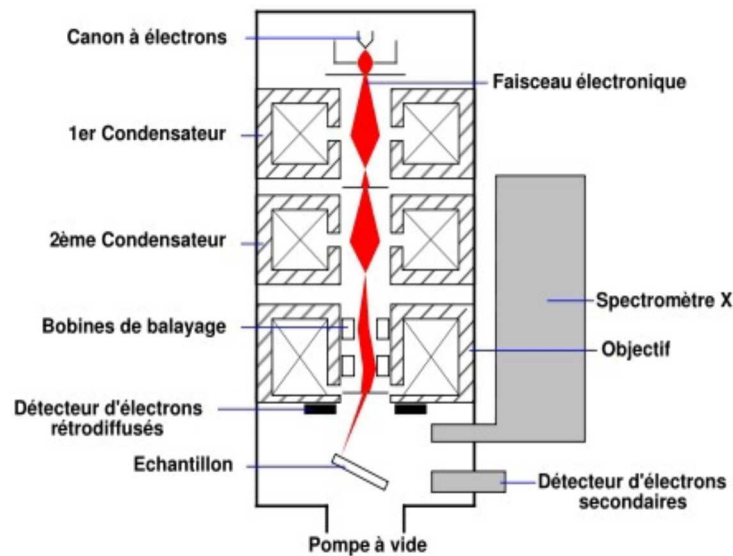


Figure II.4 : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur de rayons X

d. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Les techniques de diffraction des rayons X sont des outils de prédiction pour l'analyse des problèmes de cristallographie. Celles-ci donnent deux types d'informations :

- Structurales : paramètres de maille, distribution des atomes,...
- Microstructurales : taille de grains, contraintes, texture,...

La technique d'analyse par la diffraction des rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée.

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à un rayonnement monochromatique X, celui-ci est diffracté par les plans réticulaires du matériau. Chaque famille de plans donne lieu à un pic de diffraction pour un angle 2θ , entre les rayons X incidents et les rayons diffractés, relié à la distance inter réticulaire par la formule de Bragg.

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta$$

Avec :

d : distance entre deux plans réticulaires consécutifs,

θ : angle des rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire,

n : nombre entier appelé ordre de la réflexion,

λ : longueur d'onde.

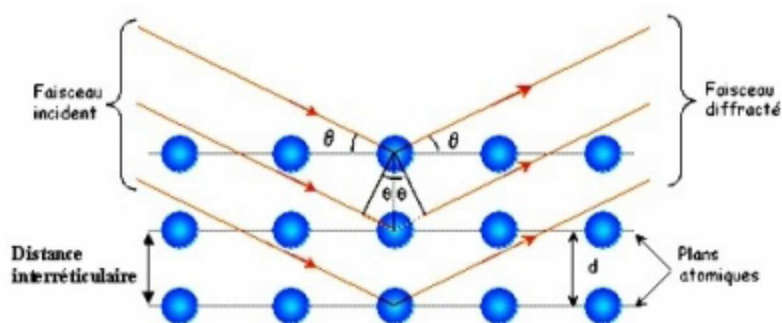


Figure II.5 : Illustration de la condition de Bragg.

Dans notre travail cette technique est utilisée pour l'identification des matières premières utilisées ainsi que celle des différents composés formés dans les échantillons synthétisés. Pour cela, nos échantillons ont été analysés avec un diffractomètre de type Philips Panalytical. Cet appareil est muni d'un tube à anticathode de cuivre produisant un rayonnement X de longueur d'onde de 1.540598\AA . Il est piloté par ordinateur où sont injectés les paramètres d'analyse dans le logiciel X'pert High Score. Les paramètres utilisés au cours de nos expériences sont les suivants :

- L'intervalle de balayage est de 0 à 120 degrés,
- Le pas de balayage est de $0,02^\circ$,
- Le temps d'exposition par pas est de 1 seconde.

Le dépouillement du spectre et l'analyse des résultats sont effectués à l'aide du logiciel EVA.

❖ Dépouillement du spectre

À la fin de l'expérience, nous avons récupéré le fichier de données contenant les valeurs des intensités en fonction de l'angle de diffraction 2θ (2θ). À partir de ces valeurs, on trace un diagramme de diffraction des rayons X à l'aide du logiciel EVA.

La première étape de dépouillement est de rechercher sur le diagramme la présence des différentes phases. Le logiciel EVA permet de comparer les pics des composés portés dans la base de données, JCPDS réalisée par ASTM (American Society of Testing and Materials) et ceux du diffractogramme obtenu. Une recherche par élément chimique permet d'établir une liste de composés potentiels. Pour affirmer la présence de l'un d'entre eux il faut qu'au moins trois de ses raies intenses coïncident avec trois raies expérimentales. Après avoir identifié tout les pics, le diffractogramme est tracé en transférant les données sur ORIGIN.

II.2.2. caractérisation mécanique

a. Essai de traction

Afin de déterminer le comportement mécanique de notre matériau, un essai de traction, sur des éprouvettes normalisées, a été effectué. Dans les deux premiers cas l'essai est réalisé à une température ambiante (25°C). Pour cela, une machine de traction de type IBERTEST a été utilisée. Cette machine est constituée essentiellement d'une traverse inférieure fixe sur laquelle repose un dynamomètre servant à mesurer la force appliquée à l'éprouvette, et d'une traverse supérieure mobile entraînée par deux vis sans fin mise en rotation par un moteur électrique situé dans le compartiment inférieur de la machine. Sur chacune des traverses se trouve des mors permettant de fixer l'éprouvette. On commande la machine automatiquement par un micro-ordinateur. Les caractéristiques de la machine sont:

Charge d'essais : 200KN ;

Vitesse d'essai: 10 à 500 mm/min ;

Alimentation électrique T=220V, F=50Hz.

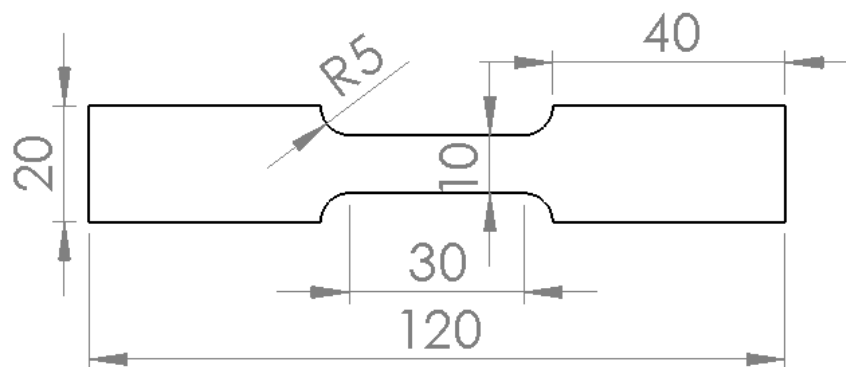


Figure II.6. Éprouvette de traction

b. Essai de dureté Vickers

L'essai de dureté Vickers fait appel à un pénétrateur en diamant de forme pyramidale. La pyramide est droite à base carrée d'angle au sommet 136°, appliquée avec une force F de 49 à 980N (10 à 120 Kg). On mesure la longueur (d) moyenne des deux diagonales de l'empreinte, à l'aide d'un système optique. La dureté Vickers HV est donnée par la relation suivante:

$$HV = 1.8544 \frac{F}{d^2}$$

Où $d = (d_1 + d_2) / 2$

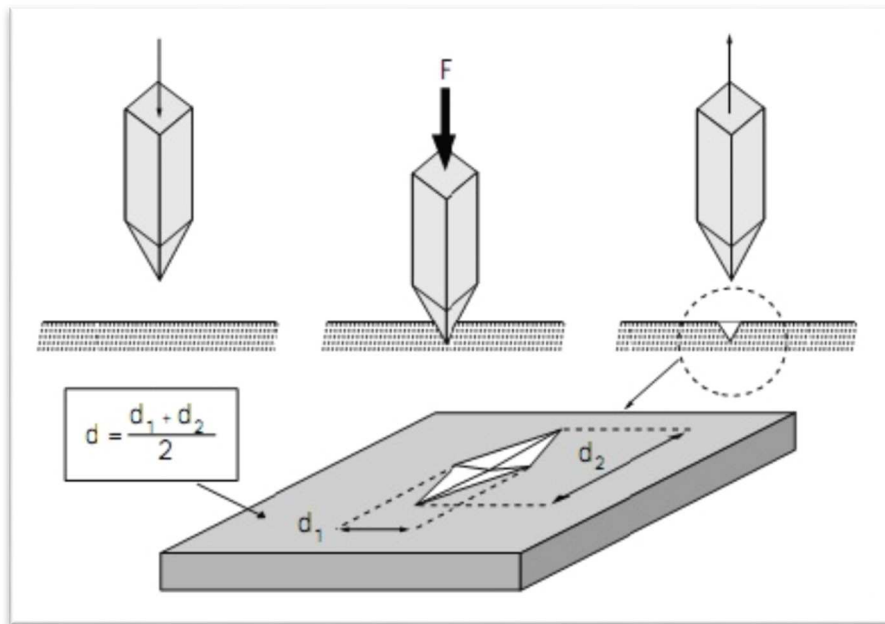


Figure II.7. Essai de dureté Vickers

Pour la réalisation de ces essais, certaines conditions doivent être respectées :

- Essai réalisé à température ambiante.
- On applique la charge progressivement, sans vibrations ni chocs et on maintient la valeur finale pendant 10 à 15s

II.3. Mise en forme par pliage

Les outillages qu'on a utilisés pour la réalisation de l'essai de pliage sont : une matrice à 90° ayant un vé de 29mm et un poinçon à rayons de 3mm. L'essai est réalisé sur une machine de traction de type LLOYD INSTRUMENT. La matrice portant l'éprouvette est placée sur le mors fixe de la machine et le poinçon sur son mors mobile. La machine est reliée à un ordinateur qui nous permettra le réglage des paramètres de l'essai tels que type de l'essai, la charge maximale, l'avance maximale, la vitesse de l'essai...etc. dans notre cas, on a choisi l'essai de compression et on a joué sur l'avance du poinçon pour aboutir à plusieurs angle de pliage. Les essais sont effectués à une vitesse de 10mm/mn. A la fin de chaque essai, on prenait des photos avant et après décharge, et cela dans le but de mesurer le retour élastique. Les photos obtenues sont traitées à l'aide du logiciel de traitement d'image Visilog 7.0.

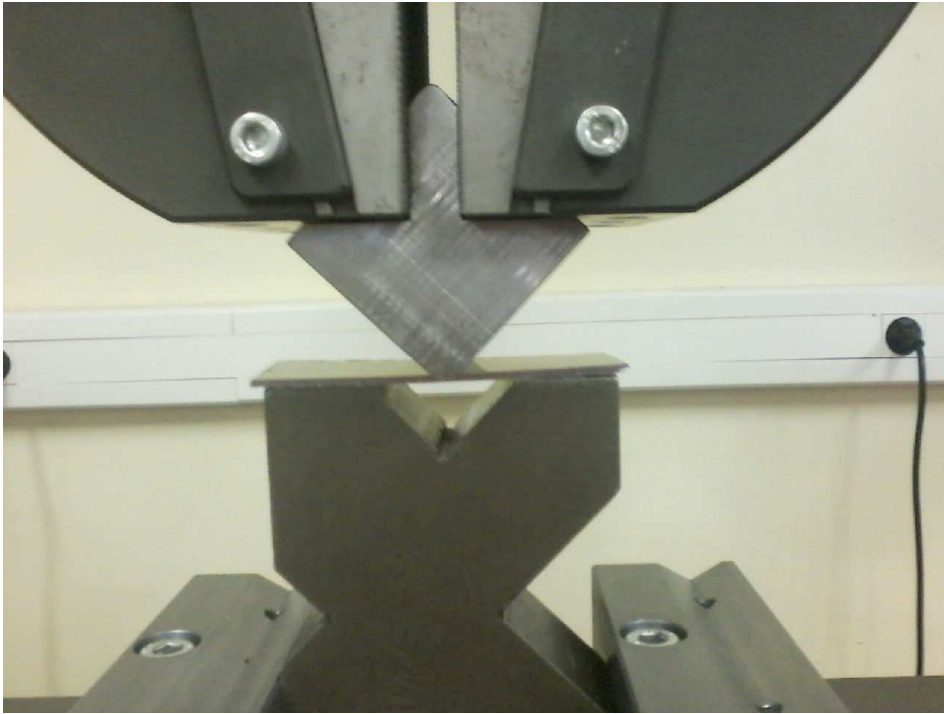


Figure II.8 : Outillage de pliage

Chapitre III

Résultats et discussions

III.1. Introduction

L'effet TRIP est un phénomène qui se manifeste dans les aciers inoxydables entièrement ou partiellement austénitique. Sous sollicitation mécanique, ces aciers subissent une transformation structurale, l'austénite qui est instable à des basses températures se transforme en martensite. Dans la partie expérimentale de ce travail, nous nous sommes intéressés tout d'abord à l'identification du comportement mécanique l'acier entièrement austénitique du type 304L, Pour cela nous avons effectué des essais de traction sur des éprouvettes préalablement usinées. L'essai est effectué à des températures différentes à savoir 25, 75 et 140°C. Une fois que le comportement de notre acier est identifié, nous avons passé aux essais de pliage sur nos éprouvettes.

Ce dernier chapitre englobe les résultats de nos travaux ainsi que leurs interprétations.

III.2. Résultats et discussions

III.2.1. Résultat du métal de base

III.2.1.1. Micrographie

Pour pouvoir aboutir à des résultats satisfaisant et pour observer les changements de microstructure qui peuvent découler des essais que nous allons effectuer nous devons avant toute chose avoir la microstructure de notre matériau à l'état vierge. La figure III.1 ci-dessous représente la micrographie MEB de la nuance d'acier inoxydable entièrement austénitique du type 304L à l'état initial, obtenue après polissage et attaque électrolytique. On y distingue des grains austénitiques d'environ 20µm.

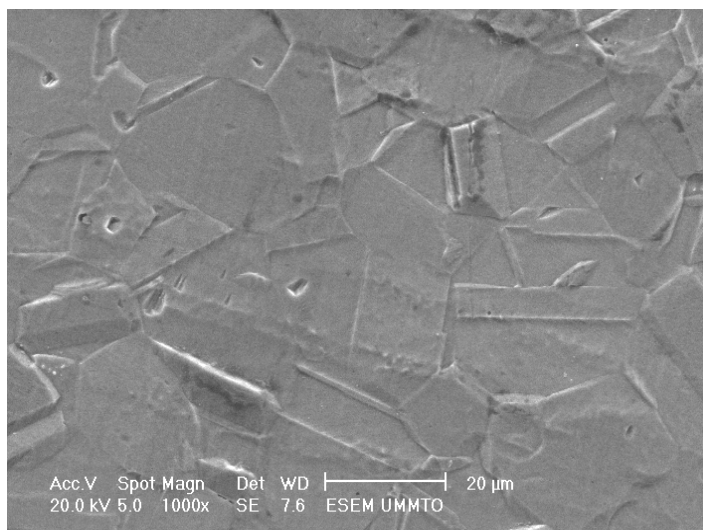


Figure III.1 : Micrographie MEB de l'acier 304L à l'état initial

III.2.1.2. Essai de dureté Vickers

Afin de déterminer la dureté de notre acier à l'état initial, nous avons réalisé des essais de dureté Vickers (Hv). Le test a été effectué en cinq (5) points différents sur un échantillon de longueur de trois centimètres (3cm). Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau ci-dessous (tableau III.1).

Tableau III.1. Résultats des essais de dureté Vickers

Métal de base	1	2	3	4	5
Hv	173.85	173.85	182.87	165.47	173.85
La moyenne de la dureté Vickers (Hv) du métal de base					173.98

Nous remarquons que les résultats obtenus sont assez cohérents et homogènes, il n'y a pas une grande différence entre les valeurs calculées. La dureté Vickers (Hv), moyenne, de notre acier est de 173.98, ce qui nous situe dans la fourchette de la dureté théorique de notre matériau qui varie entre 160-190.

III.2.2. Identification du comportement mécanique de l'acier 304L

III.2.2.1. Résultats de l'essai de traction

Dans le but d'identifier le type du comportement de notre matériau, nous avons réalisé des essais de traction sur 3 éprouvettes normalisées à trois températures différentes à savoir ; 25, 75 et 140°C. Les essais sont effectués à une vitesse de 20mm/mn sur machine de traction équipée d'une enceinte thermique.

Pendant l'essai nous avons remarqué que la déformation se produit en trois étapes : Tout d'abord y'a un allongement limité de l'éprouvette, puis petit à petit on peut observer une diminution de la section sur la partie calibrée de l'éprouvette jusqu'à l'apparition de la striction puis rupture de l'éprouvette. Les résultats sont obtenus par une chaîne d'acquisition reliée à un ordinateur qui enregistre ses données. Les courbes obtenues lors de ces essais sont montrées sur les figures ci-dessus :

Sur ces courbes, on remarque l'existence de plusieurs parties distinctes : tout d'abord nous avons une partie quasi-linéaire correspondant à la partie élastique ensuite vient le domaine plastique avec écrouissage, après la partie plastique nous avons une striction puis la rupture. D'après l'allure des courbes, nous voyons bien que cet acier a un comportement élasto-plastique. Les courbes nous montrent également un excellent compromis entre les caractéristiques de résistance et de déformation plastique.

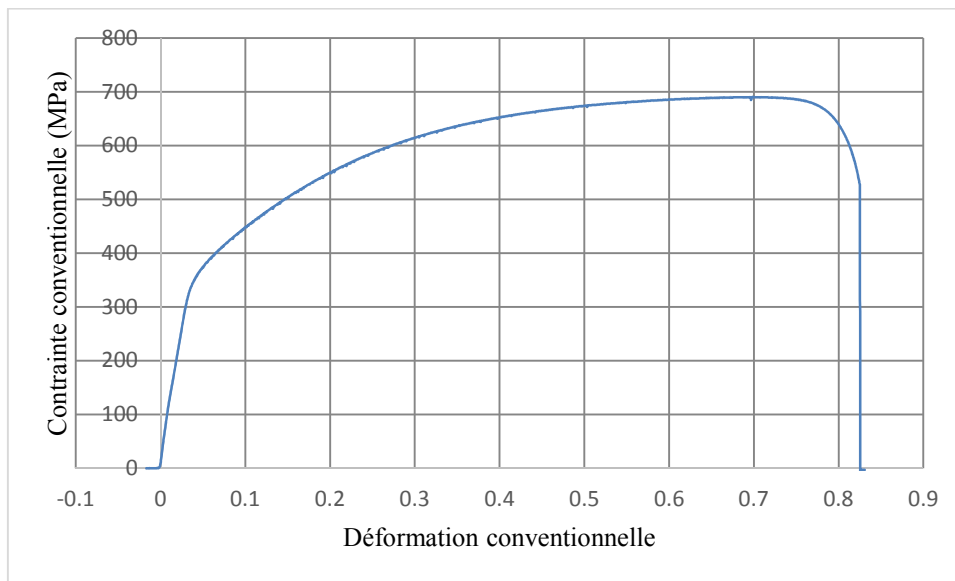


Figure III.2. Courbe de traction de l'éprouvette à 25°C

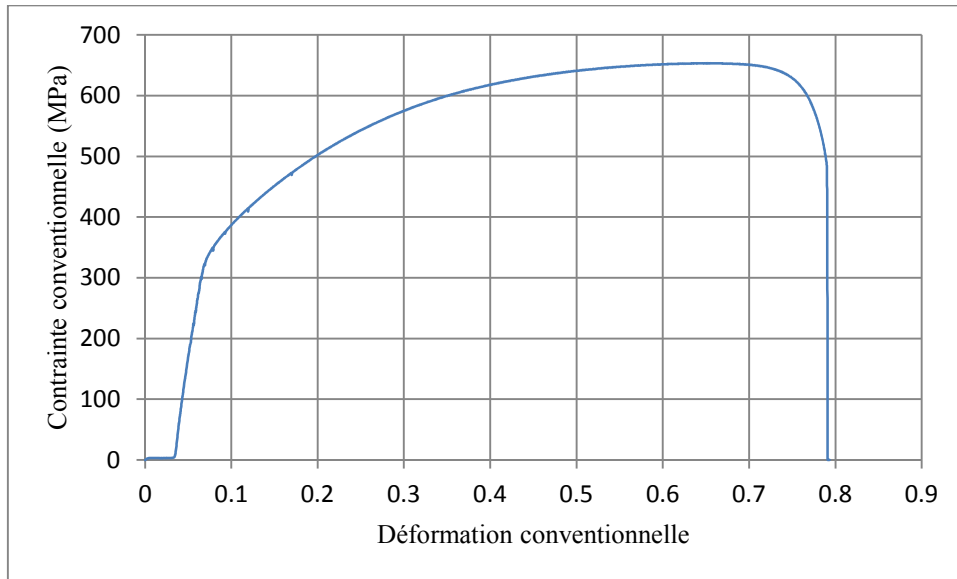


Figure III.3. Courbe de traction de l'éprouvette à 75°C

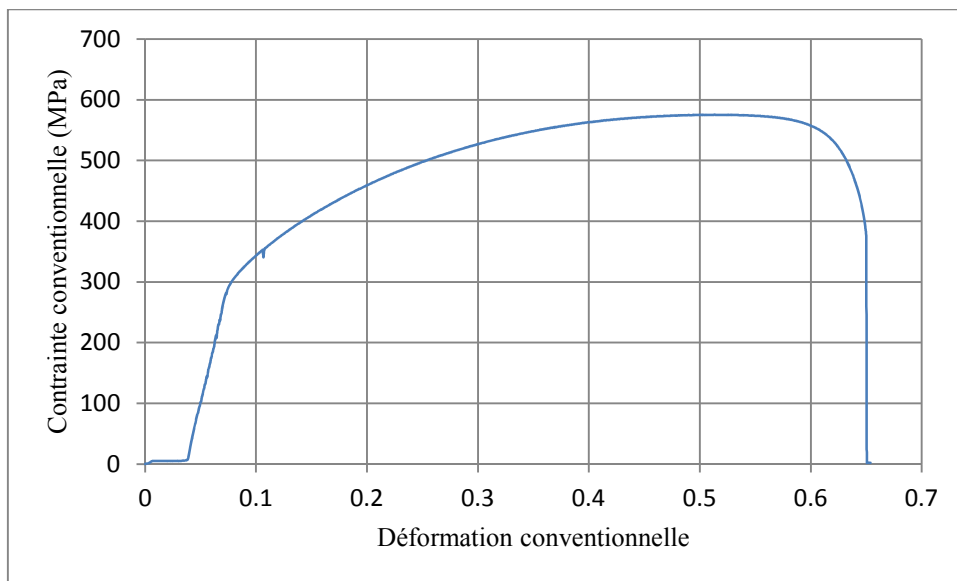


Figure III.4. Courbe de traction de l'éprouvette à 140°C

La superposition des courbes obtenues montre une variation dans les caractéristiques de notre acier à différentes températures. Sur ces courbes, on voit clairement que la limite d'élasticité, la contrainte maximale et la déformation à rupture augmentent fortement quand la température diminue. Ce résultat révèle qu'à basse température, la transformation est assistée par la contrainte ce qui entraîne une plastification de l'austénite pour des niveaux de contraintes macroscopiques particulièrement faibles (contrainte inférieure à la limite d'écoulement de l'austénite). Par contre à haute température la transformation est assistée par la déformation.

La variation des caractéristiques mécaniques (Module d'Young, limite d'élasticité, limite d'élasticité conventionnelle, limite à la rupture et la déformation à la rupture) en fonction de la température sont données sous forme de tableaux et de graphes.

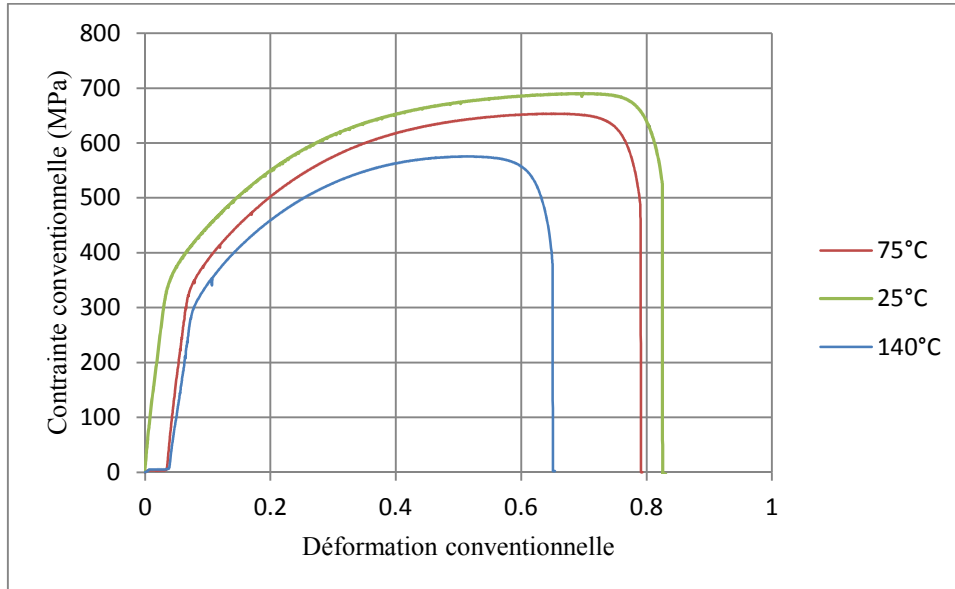


Figure III.5. Superposition des courbes à différentes températures

Tableau III.2. Variation du module d'Young en fonction de la température

Température °c	25	75	140
Module d'Young (MPa)	209603	197835	188140

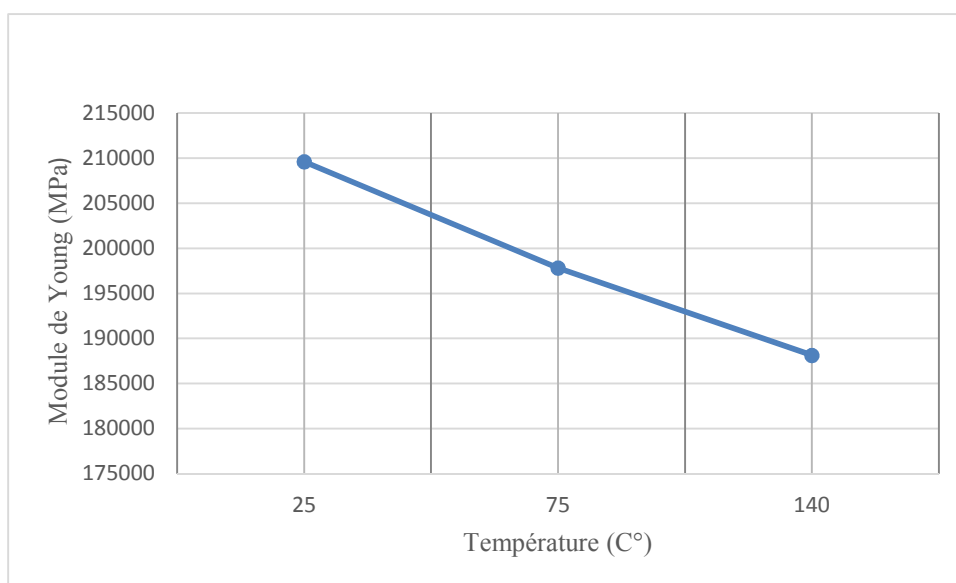
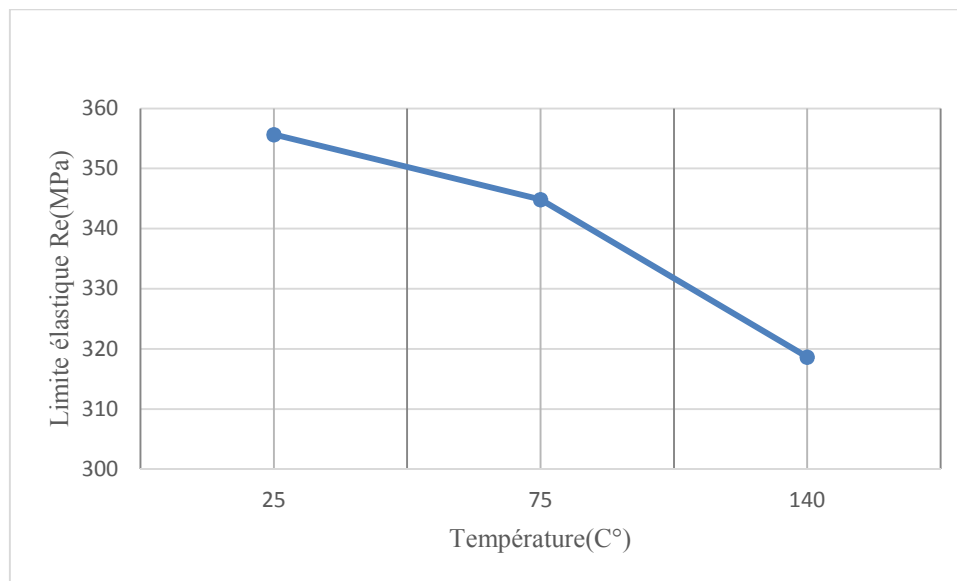


Figure III.6. Variation du module d'Young en fonction de la température**Tableau III.3.** Variation de la limite élasticité (Re) en fonction de la température

Température C°	25	75	140
Limite élasticité supérieur (MPa)	358.688	344.841	318.648

**Figure III.7.** Variation de la limite élasticité (Re) en fonction de la température**Tableau III.4.** Variation de Rm en fonction de température

Température C°	25	75	140
Rm (MPa)	689.64	653.134	575.284

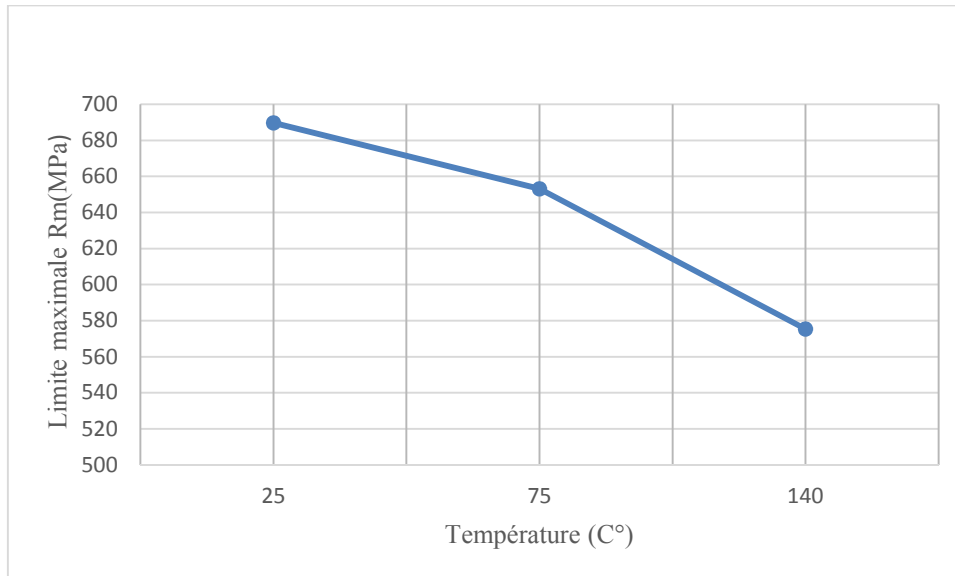


Figure III.8 : Variation de Rm en fonction de la température

Tableau III.5. Variation de la limite à la rupture (Rp) en fonction de la température

Température C°	25	75	140
Limite à la rupture (Mpa)	525.89	415.021	376.096

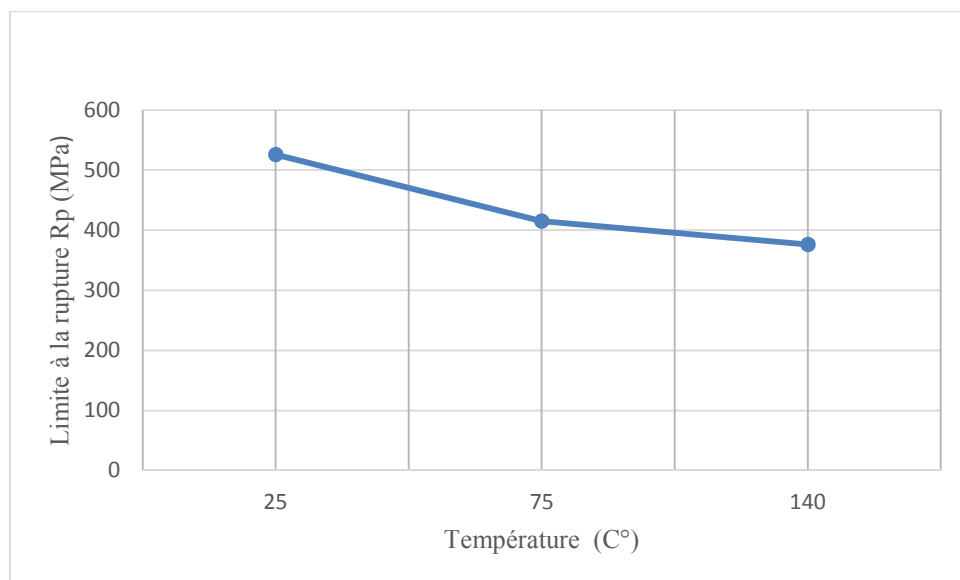
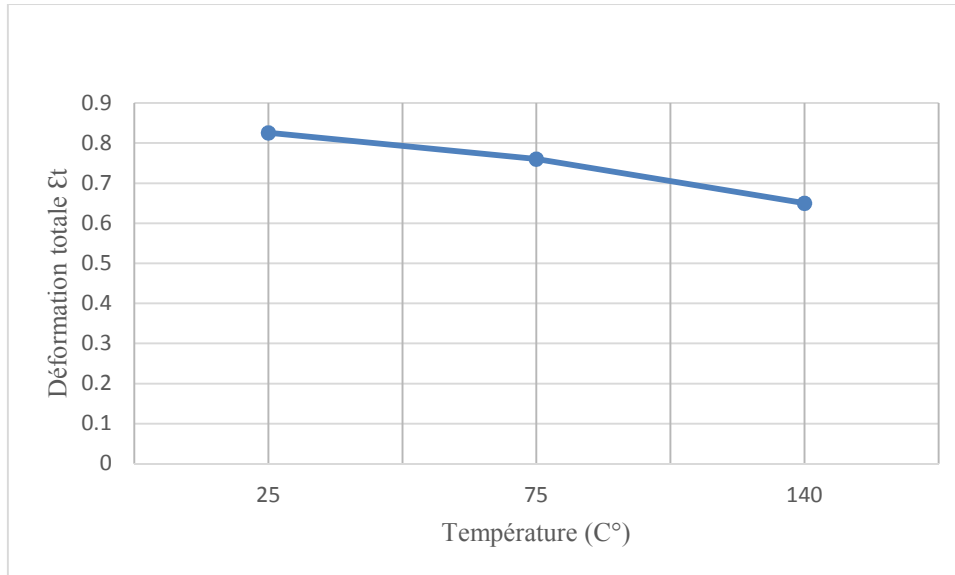


Figure III.9 : Variation de la Limite à la rupture en fonction de la température

Tableau III.6. Variation de la déformation totale en fonction de température

Température C°	25	75	140
Allongement total	0.826	0.76	0.65

**Figure III.10 :** Variation de la déformation à la rupture en fonction de la température

II.3.2.2 Résultats de la caractérisation microstructural

A. Observations micrographiques

❖ Microscopie optique

Dans le but de voir les changements qui se sont produits au niveau de la microstructure de nos éprouvettes à chaque température, nous avons découpé, à l'aide d'une scie métallique, des petits échantillons dans chacune de ces dernières. Les échantillons découpés ont subi ensuite une opération de polissage et une attaque chimique avant d'être observés par le microscope optique et électronique.

Les figures ci-dessous montrent les microstructures obtenues à différentes températures avec un grossissement de 200.

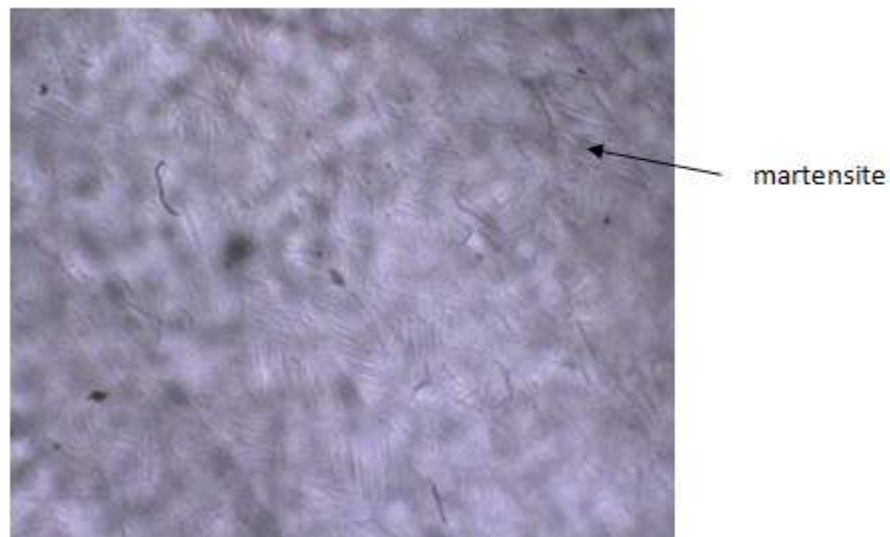


Figure III.11 : Micrographie optique de l'échantillon à 25°C



Figure III.12 : Micrographie optique de l'échantillon à 75°C

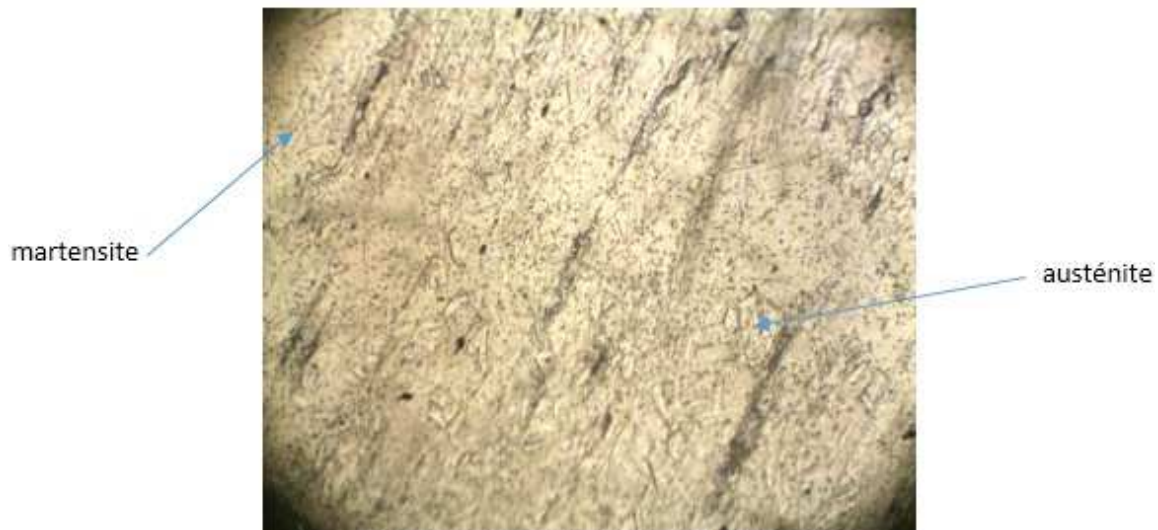


Figure III.13 : Microscopie optique de l'échantillon à 140°C

En observant les microstructures des micrographies obtenues, on voit clairement l'existence de deux phases, une sous forme lamellaire qui correspond probablement à la martensite et l'autre sous forme de grains qui est l'austénite. Les micrographies ont montré également que la quantité des lamelles (martensite formée) varie d'une microstructure à une autre. Elle est plus importante dans la microstructure de l'échantillon sollicité à 25°C que dans la microstructure des échantillons à 75 et 140°C.

❖ Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les figures ci-dessous correspondent respectivement aux micrographies MEB des échantillons à 25°C, 75°C et 140°C. L'analyse a été faite à l'aide des électrons rétro diffusés. Ces micrographies montrent clairement la formation des lamelles de martensite dans les grains austénitiques.

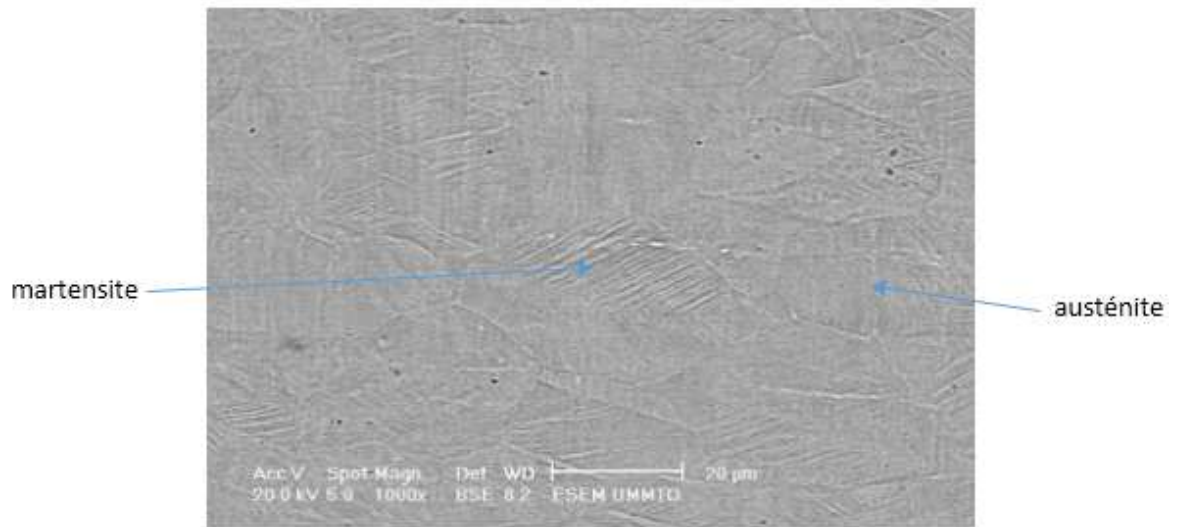


Figure III.14 : Micrographie MEB de l'échantillon à 25°C

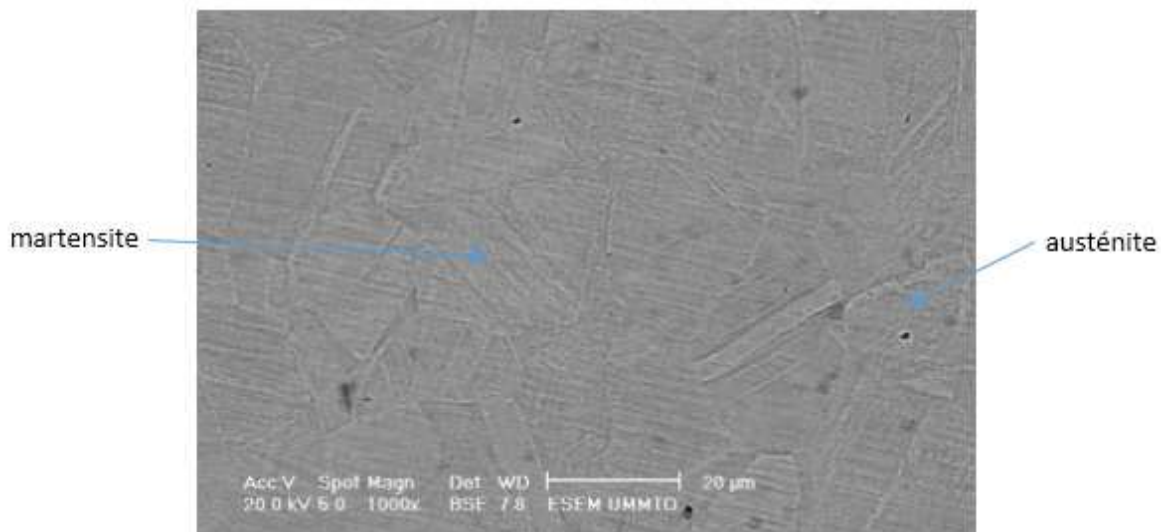


Figure III.15 : Micrographie MEB de l'échantillon à 75°C

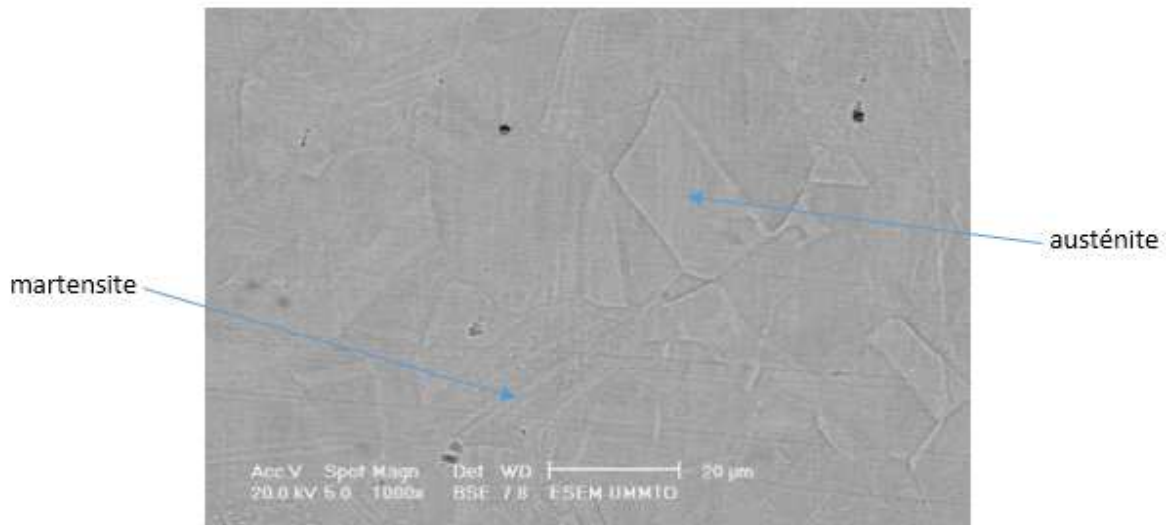
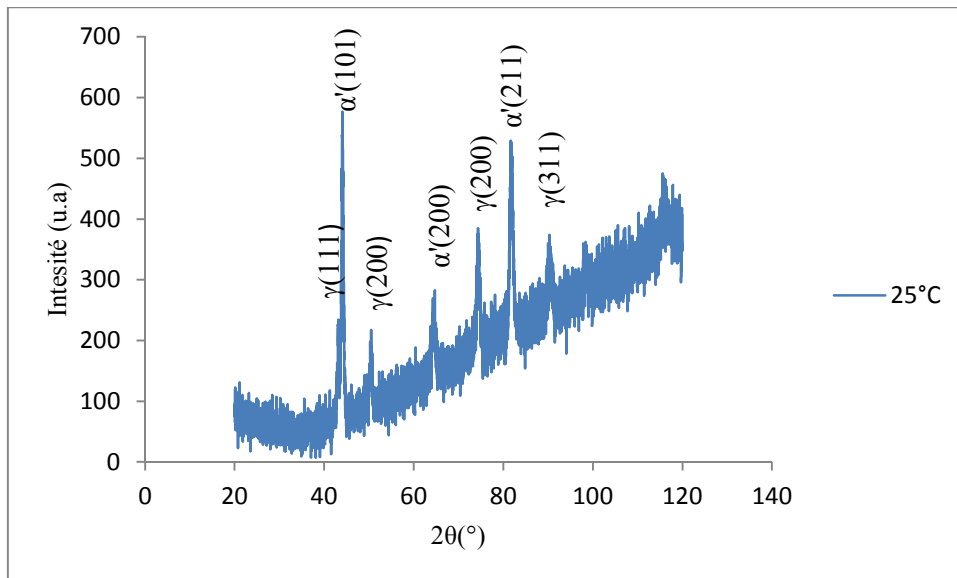


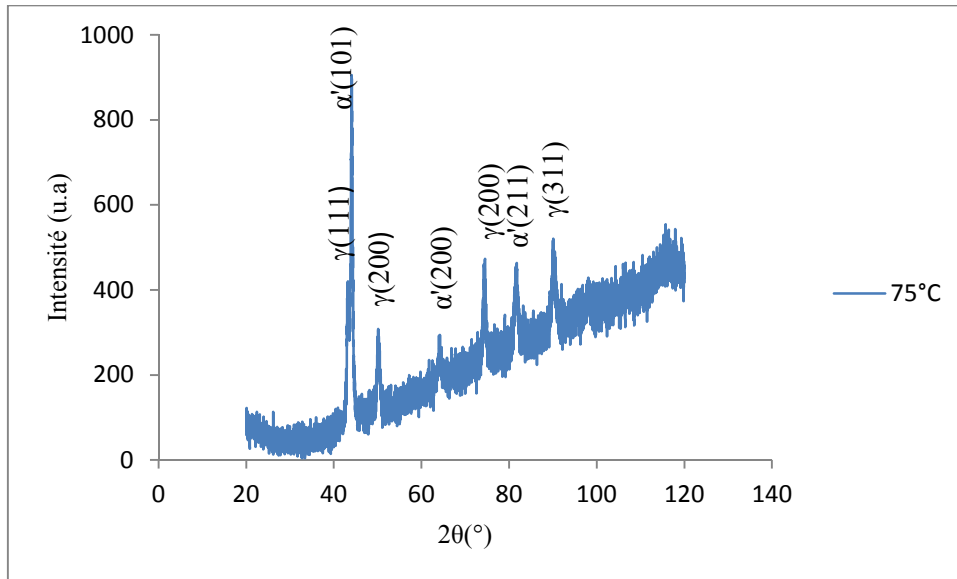
Figure III.16 : Micrographie MEB de l'échantillon à 140°C

B. Analyse de diffraction des rayons X (DRX)

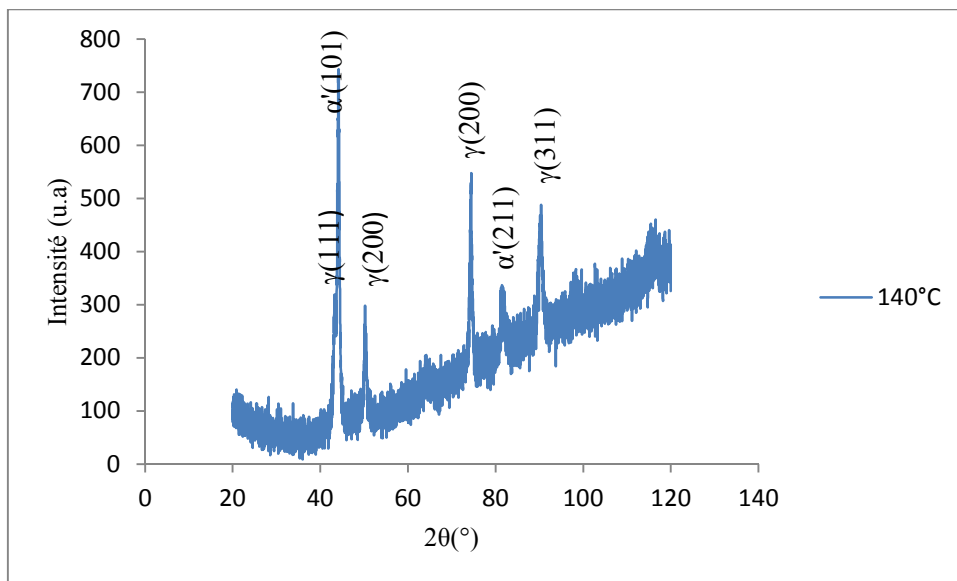
Afin de déterminer les différentes phases constituant nos échantillons, une analyse par diffraction des rayons X a été menée. Les résultats sont représentés sous forme de spectres (voir les figures III.17 (a,b,c))



(a) échantillon à 25°C



(b) : échantillon à 75°C



(b) : échantillon à 140°C

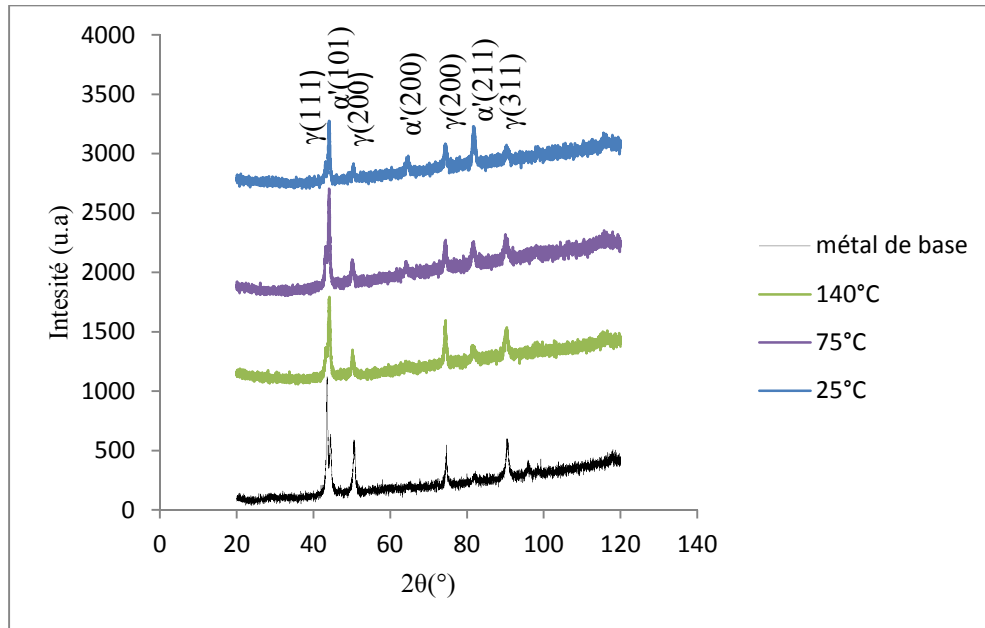


Figure III.18: Spectres de diffraction à différentes températures

Les spectres de diffraction des rayons X (DRX) sont donnés par la figure III.18. L'analyse de ces derniers a été faite par le logiciel EVA. Cela nous a permis la détermination des différents composés correspondant à chaque raie de diffraction. Le dépouillement de ces spectres nous a révélé l'existence de deux phases ; soit l'austénite et la martensite. Et si on suit l'évolution de la première raie (austénite) et la deuxième (martensite), on voit clairement que la raie de l'austénite diminue laissant place à celle de la martensite. Ce résultat témoigne de la transformation de l'austénite en martensite.

III.2.3. Résultats de pliage

La figure III.19 et III.20 représentent respectivement la courbe de pliage de l'acier TRIP 304L et la tôle pliée obtenues à une température de 25°C pour une vitesse de 10mm/mn.

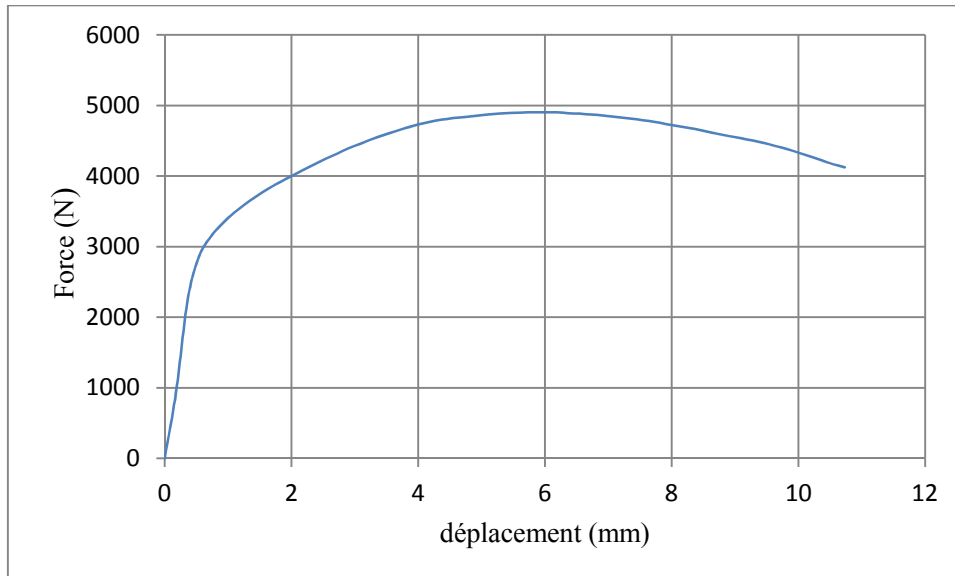


Figure III.19 : Courbe de pliage de l'acier 304L

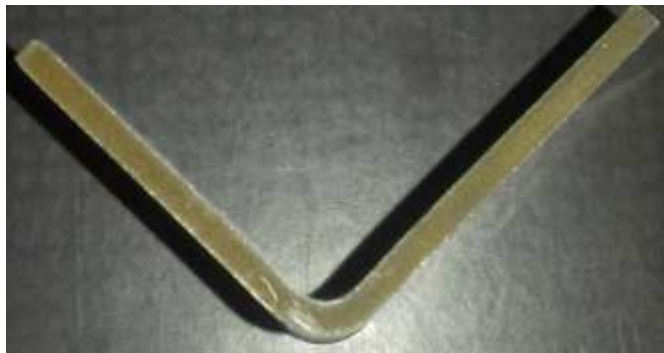


Figure III.20. Tôle pliée en acier 304L

L'observation, à l'aide d'une loupe binoculaire, des éprouvettes après pliage n'a révélé aucune fissure dans la zone pliée. Ce résultat témoigne de la bonne formabilité de l'acier 304L et de sa capacité à diminuer la probabilité de la croissance des fissures aux régions dangereuses après s'être plié (la martensite sert comme obstacle à la propagation des fissures).

Lors du pliage, nos éprouvettes sont soumises à deux types de contraintes : une contrainte de compression s'exerçant sur la zone intérieure du pli, et une contrainte de traction qui elle s'exerce sur sa zone extérieure. Dans la zone de compression, la matière est

comme refoulée (figure III.21.a) alors qu'au contraire elle est comme attirée dans la zone de traction (figure III.21.b).



(a)



(b)

Figure III.21. Zone du pliage

Après extraction du poinçon, à cause du comportement élastique du matériau, la pièce pliée se relâche et sa forme évolue vers un nouvel état d'équilibre jusqu'à relaxation des contraintes (le phénomène de retour élastique). Ceci se manifeste par l'ouverture de l'angle de pliage après extraction du poinçon. Pour évaluer ce retour élastique, on a mesuré les angles de pliages avant et après décharge. La mesure de l'angle avant l'extraction du poinçon est faite l'aide du logiciel de traitement d'image Visilog 7.0. (figure III.22) quand à la mesure après l'extraction elle est faite on se servant d'un rapporteur d'angle. le retour élastique est estimé à 2°.

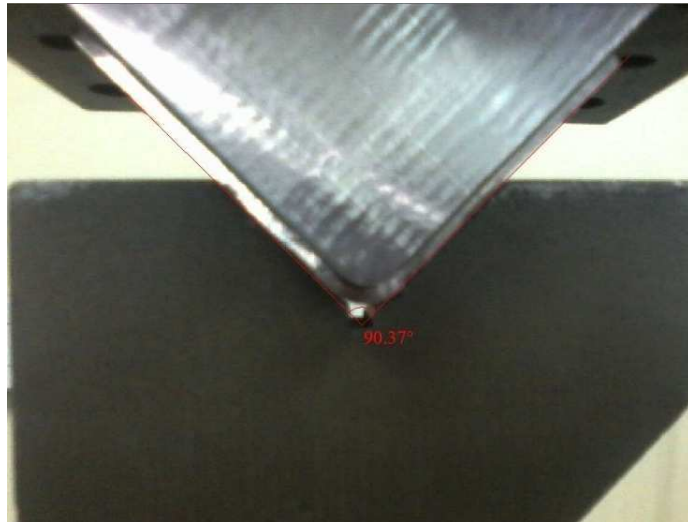
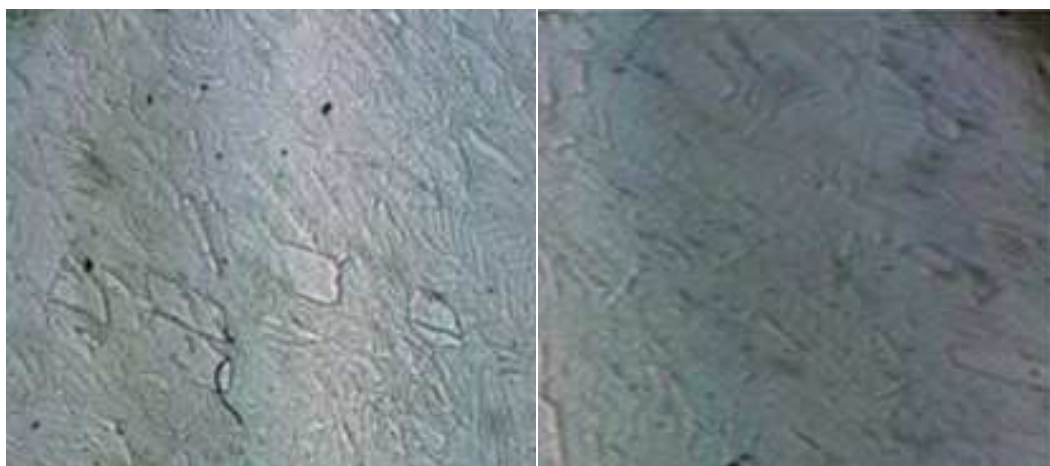


Figure III.22 : Mesure de l'angle de pliage avant l'extraction du poinçon

Dans le but de suivre la distribution de la phase martensitique dans la zone de pliage, nous avons découpé des échantillons dans la partie tendue et comprimée. Après le polissage et l'attaque chimique électrolytique nos échantillons ont été analysés par un microscope optique. Les figures III.23.a et III.23.b représentent respectivement les micrographies obtenues dans la zone tendue et la zone comprimée. Les micrographies montrent clairement que la quantité de phase martensitique est plus importante dans la zone tendue que dans celle comprimée. Ce résultat confirme que la traction est le trajet le plus favorable pour la transformation martensitique qu'un trajet de compression.



(a)

(b)

Figure III.23. Micrographies de la zone de pliage

Conclusion générale

Ce travail avait pour objectif l'étude expérimentale d'une tôle pliée en acier TRIP. L'acier qu'on a choisis pour effectuer notre étude est l'acier TRIP entièrement austénitique du type 304L. Pour mener à bien notre étude, nous avons divisé le travail en une partie synthèse bibliographique et une partie expérimentale

La synthèse bibliographique, nous a permis de mieux comprendre le comportement mécanique des aciers à effet TRIP. Sous sollicitation mécaniques, ces aciers qui sont entièrement ou partiellement austénitique subissent une transformation de phase, l'austenite qui est instable à des températures ambiantes donne naissance à une nouvelle phase qui est la martensite. La phase martensitique plus dure va alors changer les propriétés du matériau en engendrant une déformation de transformation, un écrouissage accru ainsi d'une variation de volume.

La partie expérimentale est réservée à l'identification expérimentale du comportement mécanique de l'acier 304L et la mise en forme par pliage. Pour cela nous avons commencé l'étude par une caractérisation macroscopique du matériau (essai de traction, essai de dureté, essai de pliage) et ensuite, une caractérisation microscopique par le biais de la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et la diffraction des rayons X. Cette étude nous a permis la détermination de l'influence de la température, et le trajet de chargement sur la transformation martensitique, d'une part, et les conséquences de cette dernière sur le comportement mécanique en traction et la mise en forme par pliage de l'acier 304L, d'autre part.

Pour approfondir cette étude, on suggère :

- d'effectuer des analyses permettant la quantification de la martensite formée, lors des essais de traction et de l'essai de pliage, soit par la méthode de dosages de phase ou bien par des mesures magnétiques.
- d'effectuer des analyses par EBSD pour l'identification et détermination de l'orientation des variantes de martensite (martensite ϵ et α') à l'intérieur du grain austénitique.

Références Bibliographiques

- [1] : Sauveur. À travers une thèse de ZIARI Saber, modélisation de la plasticité de transformation dans les phases de Transformation, Constantine 2006.
- [2] : mettant À travers une thèse de ZIARI Saber, modélisation de la plasticité de transformation dans les phases de Transformation, Constantine 2006.
- [3] : mettant ZIARI Saber, modélisation de la plasticité de transformation dans les phases de Transformation, Constantine 2006.
- [4] : PORTER L.F., ROSENTHAL P.C., Acta Metallurgica, 1959, 1, p. 504.
- [5]: DE JONG M., RATHENAU G.W., Acta Metallurgica, 1959, 7, p.246.
- [6] : Greenwood GW, Johnson RH. The deformation of metals under small stresses during phase transformations. Proc Roy Soc London A 1965;283:403.
- [7] : COLETTE, G. (1980). Sur le comportement thermomécanique des matériaux et des structures métalliques. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.
- [8] : DESALOS, Y. (1981). Comportement dilatométrique et mécanique de l'austénite métastable d'un acier A533. Rapport technique N° 95349401, IRSID, Saint-Germain-en-Lay, France.
- [9] : Magee CL. Transformation kinetics, microplasticity and ageing in Fe-31-Ni. PhD thesis, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh, PA; 1966.
- [10] : E. Gautier, J.S. Zhang, X.M. Zhang, « Martensitic transformation under stress in ferrous alloys : Mechanical behaviour and resulting morphologies » Journal de Physique IV, Vol 5, (1994), pp. 41-50.
- [11]. VIDEAU, J.C., CAILLETAUD, G., PINEAU, A., Modélisation des effets mécaniques des transformations de phases pour le calcul de structures, Journal de Physique IV, 1994, 4, C3, pp227-232.
- [12]. CAVALLO, N. (1998). Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la Z.A.T. lors d'une opération de soudage. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France..
- [13]. CAVALLO, N. (1998). Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la Z.A.T. lors d'une opération de soudage. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France
- [14]. NAGAYAMA, K., TERASAKI, T., TANAKA, K., FISCHER, F., ANTRETTTER, T., CAILLE-TAUD, G. et AZZOUZ, F. (2001). Mechanical properties of a Cr-Ni-Mo-Al-

Références Bibliographiques

Ti ma- raging steel in the process of martensitic transformation. *Materials Science and Engineering, A*(308):25–37.