gun 20105126

50376 284

Université des Sciences et Technologies de Lille Institut Universitaire de Technologie A

Laboratoire de Mécanique de Lille

N° d'ordre: 1624

THESE DE DOCTORAT

Présentée à l'

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Pour obtenir le titre de

DOCTEUR

Spécialité: Mécanique

Par

Laurent CAU

Titre

Contribution à l'étude des transformations de phases et du comportement mécanique d'aciers non alliés à hautes températures après chauffage rapide par conduction électrique.

soutenue le mercredi 29 novembre 1995 devant la commission d'examen

MESMACQUE G. LEBIENVENU M. VIGIER P. DUCHATEAU D. KALUBA W. NAÏT ABDELAZIZ M. Examinateur

Président Rapporteur Rapporteur Examinateur Examinateur Professeur Professeur Professeur Directeur de recherches Maître de conférences Maître de conférences

IUT A de Lille (USTL) E.N.I. de Metz Université de Rouen C.E.T.I.M IUT de St Omer IUT A de Lille (USTL)



A la mémoire de mes Grands Parents. A mes Parents.

.

- Remerciements -

Cette étude a été réalisée au Laboratoire de Mécanique des Matériaux de L'I.U.T. A de L'Université des Sciences et Technologies de Lille, composante du Laboratoire de Mécanique de Lille (L.M.L. URA CNRS 1441), sous la direction de Monsieur le professeur G. Mesmacque.

Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour m'avoir accepté au sein de son équipe et pour les précieux et longs moments qu'il m'a consacrés.

Qu'il me soit permis de remercier profondément Monsieur M.Naït Abdelaziz, Maître de conférences pour ses conseils, son esprit de synthèse et l'attention dont il m'a entouré pendant ce travail.

Que soit également remercié Monsieur W.Kaluba, Maître de conférences, qui a participé à la réalisation de ce travail et notamment la partie métallurgique, pour les fructueux conseils qu'il m'a donnés tout au cours de cette étude.

J'exprime mes respectueux remerciements à Monsieur M. Lebienvenu, Professeur à l'E.N.I. de Metz, et Monsieur P. Vigier, Professeur de l'université de Rouen, qui ont accepté d'examiner et de juger ce travail en dépit de leurs charges respectives.

Je remercie Monsieur D. Duchateau, Directeur de recherches au C.E.T.I.M, qui m'a fait l'honneur de participer au jury d'examen.

Mes remerciements vont également à Monsieur Barbacki, Professeur à l'école polytechnique de Poznan (Pologne), qui m'a accueilli dans son équipe.

De même, je remercie Monsieur K. Jozwiak, pour sa coopération et son entière disponibilité pendant mon séjour en Pologne.

Merci également à Monsieur D. Cioclov, Directeur de l'institut de soudure de Timisoara (Roumanie) pour avoir toujours répondu à mon attente et apporté ses connaissances à l'élaboration de ce travail.

J'adresse mon amicale gratitude à l'ensemble du personnel de L'IUTGMP de Lille I et plus particulièrement à Messieurs J.P. Deleplanque et J.P. Bernard, pour leur contribution et leur dévouement tout au début de ce travail.

Je réserve l'expression de ma sympathie à tous les membres du laboratoire que j'ai côtoyés et grâce auxquels ce travail a pu se dérouler dans une ambiance agréable.

Je garde enfin une pensée très chaleureuse à mes amis de toujours qui m'ont sans cesse témoigné de leur soutien et de leur sympathie.

Sommaire

Introduction1

CHAPITRE 1 : Généralités

I. Aspects phénoménologiques des transformations de phases dans le	
système Fer-Carbone	4
I.1. Mécanisme généraux des transformations de phases à l'état solide:	
Germination et Croissance	5
I.2. Transformations au chauffage	9
I.3. Transformations au refroidissement	27
I.4. Influence de la déformation sur l'évolution des phases	31
I.5. Influences des transformations de phases sur les caractéristiques mécaniq	ues
à chaud (Fe-C)	35
II. Comportements mécaniques à chaud des alliages Fer-Carbone	43
II.1. Introduction	43
II.2. Lois de comportement viscoplastique	43
II.3. Instabilité plastique: phénomène de striction	63

CHAPITRE 2 : Partie expérimentale

I. Procédures expérimentales	73
I.1. Matériaux et échantillons	73
I.2. Description du dispositif expérimental utilisé	
I.3. Différents types d'essais	83
II. Exploitation des enregistrements	
II.1. Différents types d'enregistrements	
II.2. Dépouillement des essais	
II.3. Limite de l'analyse expérimentale	

CHAPITRE 3 : Résultats

I. Mesure du profil des températures	103
I.1. Méthodologie de la mesure	103
I.2. Homogénéité thermique	104
I.3. Influence des paramètres température et vitesse sur la taille de la "zone	
homogène"	104
I.4. Evolution thermique au refroidissement en fonction de la vitesse de chauffage	
et de la température nominale	106
I.5. Choix	108
II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe)	109
II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe) II.1. Evolutions microstructurales à 600°C	109 109
II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe) II.1. Evolutions microstructurales à 600°C II.2. Evolutions microstructurales à 800°C	109 109 114
 II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe) II.1. Evolutions microstructurales à 600°C II.2. Evolutions microstructurales à 800°C II.3. Evolutions microstructurales à 1100°C 	109 109 114 121
 II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe) II.1. Evolutions microstructurales à 600°C. II.2. Evolutions microstructurales à 800°C. II.3. Evolutions microstructurales à 1100°C. II.4. Conclusions 	109 109 114 121 129
 II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe) II.1. Evolutions microstructurales à 600°C II.2. Evolutions microstructurales à 800°C II.3. Evolutions microstructurales à 1100°C II.4. Conclusions III.4. Conclusions III.5. Evolutions des caractéristiques mécaniques pendant la déformation 	109 109 114 121 129
 II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe) II.1. Evolutions microstructurales à 600°C II.2. Evolutions microstructurales à 800°C II.3. Evolutions microstructurales à 1100°C II.4. Conclusions III. Evolutions des caractéristiques mécaniques pendant la déformation à chaud	109 109 114 121 129 131

 III.2. Essais à 800°C
 137

 III.3. Essais à 1100°C
 142

IV. Etude du comportement mécanique à chaud	. 144
IV.1. Evolution du coefficient de sensibilité à la déformation : n	. 144
IV.2. Evolution du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation : m	. 150
IV.3. Commentaires sur les coefficients n et m	. 163
IV.4. Vérification des conditions de striction selon les critères de stabilité	. 166
V. Ecoulement plastique à haute température, phénomènes de	
double striction	. 178
V.1. Conditions expérimentales de la formation de mono, double et triple striction	. 179
V.2. Corrélation entre température nominale - structure de départ - localisation	
double striction avec distribution de la température	. 181
V.3. Dureté - microstructure : Corrélation avec localisation de double striction	. 185
VI. Influence de la transformation $\alpha - \gamma$ sur les caractéristiques	
des lois d'écoulement	. 202
VI.1. Application de la méthode double striction dans une étude comparative	
des lois d'écoulement à chaud	. 202
VI.2. Evolution de σ_y , $\sigma_{maximale}$, n et $\varepsilon_{striction}$ en fonction de la température	
^o plastique	. 203
Pácapitulatif	047
	. 217
Conclusions générales	. 220
References bibliographiques	. 221

ANNEXES

Annexe 1 : Lois de comportement viscoplastique à écrouissage isotrope	232
Annexe 2 : Capteur de déformation: système de renvoie	241
Annexe 3 : Prise en compte des fuites hydrauliques du dispositif de traction	243

Introduction

Depuis toujours, l'acier occupe une place primordiale, place qu'il doit en grande partie au fait que son nombre d'applications est pratiquement illimité. L'optimisation des propriétés de l'acier passe principalement par le biais des traitements thermiques. Ces traitements ont longtemps été basés sur des connaissances empiriques et c'est vers 1900, où les premiers fours électriques sont apparus, que se développe une véritable science métallographique.

La modernisation des procédés de mise en forme à chaud, due aux exigences économiques (coût, temps de production et matière), nécessite une bonne connaissance des évolutions structurales et du comportement mécanique des matériaux à haute température. La pluralité des mécanismes mis en jeu ainsi que l'interaction entre les différents paramètres posent encore de nos jours de nombreux points d'interrogation.

La finalité de cette étude est d'observer tout particulièrement l'influence des paramètres températures et vitesse de chauffage sur les mécanismes de transformations structurales et sur le comportement mécanique à chaud d'aciers non alliés.

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique.

-Dans une première partie, axée sur les transformations de phases, on observe les processus intervenant pendant le chauffage, le refroidissement et lors de déformation à température élevée. De plus, une synthèse des principaux travaux, constatant l'influence de ces processus de transformations sur les propriétés mécaniques à chaud, est réalisée.

-Dans la seconde partie, axée sur les comportements mécaniques à haute température des aciers au carbone, on décrit la méthodologie concernant l'élaboration de modèles mathématiques simples où les phénomènes viscoplastiques sont pris en considération. De même, la détermination des paramètres rhéologiques est détaillée. La vérification de ces modèles mathématiques sera effectuée à partir de critères de stabilité que nous spécifions dans cette partie.

Le deuxième chapitre est consacré au développement de la procédure expérimentale. Nous décrivons d'abord le dispositif de chauffage par conduction électrique employé, puis nous détaillons les essais réalisés ainsi que la méthode de dépouillement des résultats.

Le troisième chapitre, subdivisé en six parties, est consacré aux résultats ainsi qu'à leur interprétation.

-Dans la première partie, afin de corréler les microstructures observées avec les températures déterminés, le dispositif de chauffage par conduction électrique suscite une étude préliminaire consacrée à la mesure de la distribution des températures le long des éprouvettes de traction.

-Dans les deuxième et troisième parties on étudie plus particulièrement l'influence du paramètre vitesse de chauffage (10°C/s-270°C/s) sur les évolutions structurales et les caractéristiques mécaniques à chaud des aciers normalisés de type XC10-XC38-XC100 et ceci dans différents domaines du diagramme fer-carbone. La détermination des paramètres d'écoulement plastique à haute température (contrainte et déformation maximale à la striction) s'effectue à partir d'une loi multiplicative $\sigma = K \varepsilon_n^n \varepsilon_n^m$.

-Dans la quatrième partie, les valeurs ainsi que l'évolution des coefficients n et m de cette loi multiplicative sont discutées. La non-vérification des critères de stabilité est le signe indéniable d'une forte influence du cycle de chauffage sur ces coefficients.

-Dans les cinquième et sixième parties, on décrit le phénomène de polystriction observés sur le fer armco et l'acier XC100 globularisé. Les différentes phases présentes pendant la déformation de l'éprouvette étant la conséquence de ce phénomène, il est indispensable de les localiser et ainsi montrer l'influence des transformations de phases lors d'écoulement plastique à hautes températures.

Chapitre 1

Généralités

I. Aspects phénoménologiques des transformations de phases dans le système Fer-Carbone

Dans les alliages Fer-Carbone, corps comportant plusieurs phases distinctes avec des propriétés différentes, il est possible d'observer des transformations diverses à l'état solide. Plus particulièrement on peut observer des transformations par mécanisme de germination et croissance que nous allons détailler dans la première partie de ce paragraphe.

Avant de décrire les principales transformations au refroidissement observées sur les aciers, nous rappellerons suivant le cycle de chauffage les processus de diffusion à courte et longue distance ainsi que les processus sans diffusion pouvant intervenir lors de l'austénitisation d'alliage fer-carbone.

Lorsque l'aspect cinétique joue un rôle déterminant, la connaissance des diagrammes d'équilibre est insuffisante. Afin de connaître les phases en présence ainsi que leur répartition il est nécessaire de se référer entre autres à des courbes TTT (transformation, température, temps) courbes de transformation isotherme qui tenant compte des cinétiques de transformations font apparaître de nouvelles phases hors d'équilibre.

L'allure de ces courbes peut être influencée par un grand nombre de paramètres aussi bien physiques que chimiques que nous décrirons dans cette deuxième partie.

Les paramètres tels, le mode de chauffage, la taille des grains initiale du matériau, son état d'écrouissage ou encore la composition de l'alliage peuvent avoir des effets indéniables sur les transformations de phases et par conséquent sur les caractéristiques mécaniques du matériau. Il est donc important de connaître leur influence afin de mieux expliquer les évolutions mécaniques et structurales observées.

Ces évolutions seront étudiées dans une troisième partie suivant les transformations de phases. Le comportement du matériau, principalement décrit par les paramètres contrainte d'écoulement et déformation plastique, étant directement lié à l'aspect structural pendant la mise en forme ainsi qu'aux cinétiques de transformation.

Nous consacrerons la dernière partie de ce paragraphe aux évolutions structurales lors de la déformation où les processus d'écrouissage et de recristallisation seront définis. Ceux ci ayant une influence considérable sur les phénomènes d'adoucissement et de durcissement par l'élimination ou non des défauts cristallins engendrés pendant la déformation des différentes phases présentes.

I.1. Mécanismes généraux des transformations de phases à l'état solide: Germination et Croissance.

Les transformations de phases peuvent être de deux types :

- Soit homogènes, c'est-à-dire que la transformation est un processus continu mettant en jeu simultanément l'ensemble des atomes concernés.

- Soit hétérogènes, généralement le cas dans les changements de phases des métaux, où un nombre limité d'atomes passent à chaque instant de l'arrangement initial à l'arrangement final. On dit que le processus est discontinu et localisé, il existe dans ce cas des zones transformées et non transformées [1].

Nous allons voir plus en détail les transformations hétérogènes qui sont des transformations par germination et croissance que l'on rencontre dans les aciers.

I.1.1. Germination

L'apparition d'une nouvelle phase à partir d'une phase existante se produit de manière hétérogène. La phase mère homogène devient instable et permet ainsi la formation d'îlots microscopiques conduisant à une phase nouvelle qui à partir d'un certain volume critique deviendra stable. Ce sont des germes qui se développent progressivement pour former les grains jusqu'à disparition de la phase mère.

Ces germes se définissant comme des éléments de petits volumes, de composition identique à la phase transformée, sont séparés de la phase initiale par une interface à forte énergie de déformation élastique. Ils peuvent donner naissance à une grande variété de microstructures en présence d'une structure polyphasée.

Les mécanismes de germination peuvent être groupés suivant deux grandes classes bien distinctes :

- Germination homogène
- Germination hétérogène.

* Germination homogène :

La phase initiale a même composition chimique et même structure cristalline en tout point, on l'appelle également "germination générale" et elle se caractérise par un processus de germination aléatoire. Elle se rencontre principalement pour des matériaux ultra-purs.

* Germination hétérogène :

La germination est localisée et s'effectue d'avantage au voisinage des défauts tel les dislocations, défaut d'empilement ou les joints intercristallins. Ce type de germination, de loin le plus représenté, peut se produire instantanément.

A titre d'exemple citons le cas de la transformation eutectoïde où la germination d'une lamelle de ferrite se produit par germination hétérogène en surface d'un joint de grain.

I.1.2. Croissance

La classification des processus de croissance est réalisée, suivant les auteurs [1], soit à partir:

- du nombre de phases en présence au cours de la transformation. (exemple : transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ ou $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$)

- de l'existence ou non d'un changement de concentration. (phase mère et produit de composition identique ou différente)

- d'un processus thermiquement activé ou non.

Notre étude nous amène plutôt à observer les processus de croissance suivant les effets de la température. A partir de cette classification, deux cas peuvent se présenter :

- *Processus thermiquement activé* => La transformation s'effectue par déplacement désordonné des atomes à travers l'interface, ce qui correspond au processus de transformation par diffusion. Comme exemple citons le cas des transformations eutectoïdes perlite-austénite et austénite-perlite.

- *Processus athermique* => La transformation se produit par glissement des atomes, on dit que la transformation est sans diffusion. C'est le cas de la

transformation martensitique où les mouvements atomiques par diffusion sont évités lors d'un abaissement brutal de la température (trempe).

Ces processus, que certains auteurs [2] référencent respectivement par les termes "transformation civile" et "transformation militaire" (figure n°1.I.1), peuvent se rencontrer simultanément lors de certaines transformations tel que les transformations bainitiques. On appellera ce type de transformation "transformation mixte".

* Transformation thermiquement activée (avec diffusion)

Les interfaces bougent par sauts d'atomes d'où le phénomène de diffusion qui peut être à courte ou longue distance. Nous sommes en présence d'un phénomène de transfert atomique activé thermiquement qui est dû à la diffusion des interstitiels.

- Si la phase mère et le produit ont une composition identique la diffusion s'est effectuée à courte distance, diffusion rapide qui ne permet pas de gradient de concentration. La croissance est gouvernée par le réarrangement des atomes au niveau de l'interface mère/produit. On dit qu'elle est contrôlée par la réaction d'interfaces, cas des transformations allotropiques des métaux purs.

Dans ce cas, le changement de structure cristalline s'effectue par reconstruction d'un nouveau réseau où la structure de la phase mère se détruit et incorpore individuellement les atomes au nouveau réseau, c'est le cas entre autres de la recristallisation.

- Si les phases mère et résultante sont de composition différente alors la diffusion s'est effectuée à longue distance dans l'une des phases au moins, c'est à dire sur des distances grandes par rapport aux distances inter-atomiques. Dans ce cas les atomes doivent traverser l'interface et diffuser, sur une certaine distance, dans la matrice initiale pour permettre la variation de composition.

Les cinétiques de croissance peuvent être gouvernées soit par une réaction d'interfaces si le processus de diffusion des atomes est beaucoup plus rapide que celui permettant de traverser l'interface, soit par la diffusion des atomes dans le cas inverse.

*Transformation athermique (sans diffusion)

La phase mère et la phase résultante ont la même composition chimique. Dans cette transformation sans diffusion, les interfaces peuvent migrer par glissement des dislocations. Les changements de structures cristallines s'effectuent par déplacement coordonné des atomes, cisaillement du réseau ou distorsion plus complexe. D'où le déplacement très rapide de l'interface entre la phase mère et le produit.

La transformation athermique permet l'obtention de structures hors d'équilibre telle que la martensite.

Processus	Athermique (Militaire)	Thermiquement activé (Civil)				
Mouvements d'interface	Glissement	Non glissement				
Composition phase initiale et finale	Même	Même	Différente			
Processus de diffusion	Pas diffusion	Courte distance	Longue distance			
Contrôlé par	Interfaces	Interfaces	Interfaces principalement	Diffusion principalement	Mélange interfaces diffusion	
Exemples	Martensite Macles	Massive Polymorphique Recristallisation Germination des grains Condensation Evaporation	Précipitation Dissolution Bainite Condensation Evaporation	Précipitation Dissolution Solidification	Précipitation Dissolution Eutectoïde	

Figure n°1.1.1 : Classification des transformations par germination et croissance selon Porter et Easterling [2].

I.1.3. Remarque

Lors de la germination et croissance, il est possible de déterminer la fraction volumique transformée à partir des paramètres :

- Vitesses de germination et croissance.

- Densité des sites de germination.
- Volume de diffusion (distance de diffusion).

Ainsi, ces cinétiques de transformation obéissent généralement à une loi de type Avrami (1.1) qui permet de calculer le pourcentage de phase transformée f en fonction du temps t pour une température fixée. "K" étant un coefficient dépendant des processus de germination et croissance et "n" variant suivant le type de transformation.

$$f = 1 - \exp(-Kt^{\Pi}) \tag{1.1}$$

Les transformations de phase en chauffage et refroidissement des aciers sont principalement gouvernées par les cinétiques de dissolution des carbures (diffusion du carbone + diffusion des éléments d'alliages) qui vont dépendre des cycles thermiques imposés.

I.2. Transformations au chauffage

Des transformations de phases, évolutions microstructurales, se produisant pendant le chauffage dépendront la microstructure et les propriétés mécaniques finales après refroidissement [3].

Le procédé de chauffage employé et la microstructure initiale du matériau vont influencer les mécanismes de transformation.

Ainsi, nous verrons successivement l'influence sur les mécanismes de transformations de phases de :

- La vitesse de chauffage.
- La température et du temps de maintien à température.
- Le mode de chauffage.
- La structure initiale.

I.2.1. Influence de la vitesse de chauffage sur les mécanismes de transformations.

La cinétique de chauffage influe sur:

- * Les températures de début et fin de transformation.
- * La mise en solution des carbures.
- * L'homogénéisation de l'austénite.
- * Le grossissement du grain austénitique.

I.2.1.1. Conditions d'équilibre (transformations thermiquement activées) :

Dans les conditions d'équilibre, conduisant à la diffusion, l'austénitisation des aciers au carbone se produit d'abord par la transformation perlite -> austénite suivie du développement de l'austénite dans la ferrite (ou cémentite).

La couche d'austénite se développe par la diffusion du carbone qui, à ce stade, est non uniforme. Quand la transformation α —> γ ou la dissolution de Fe₃C dans γ est presque achevée le processus d'homogénéisation du carbone se produit.

* Aciers eutectoïdes

Dans un premier temps on observe [4] la dissolution et la globularisation partielle des lamelles de cémentite, aboutissant à une perlite dégénérée qui par germination et croissance aux interfaces ferrite-cémentite se transforme en austénite+Fe₃C. Cette cinétique de transformation est contrôlée par la diffusion du carbone.

Ensuite la mise en solution des particules de cémentite résiduelles apporte le carbone nécessaire à la poursuite du développement des germes d'austénite jusqu'à homogénéisation de la structure γ .

* Aciers hypoeutectoïdes

Lorsque la différence entre la température d'austénitisation et Ac_1 est faible, la perlite donne de l'austénite avec une teneur en carbone proche de la composition eutectoïde. Puis la ferrite se transforme en austénite avec une teneur en carbone faible proche de 0.025% (teneur en carbone de la ferrite).

Si l'austénitisation progresse (temps, température), le carbone diffuse des zones riches vers les zones pauvres jusqu'à ce que la teneur en carbone moyenne soit atteinte (figure n°1.1.2).



Figure n°1.1.2 : Cinétique d'austénitisation d'un acier hypoeutectoïde.

Ces différentes étapes, pour la transformation d'une structure initiale ferritoperlitique, sont décrites sur la figure n°1.I.3. On remarque dans un premier temps une croissance rapide de l'austénite dans les zones perlitiques jusqu'à la dissolution totale de la perlite. Puis, la croissance de l'austénite, plus lente dans les zones ferritiques, est contrôlée par la diffusion du carbone.



Figure n°1.1.3 : Représentation d'une cinétique de formation de l'austénite à partir d'une structure normalisée ferrito-perlitique (XC42) [5].

Un exemple de variation de la teneur en carbone de l'austénite, issue des zones perlitiques et ferritiques (XC42) en fonction de la différence de température entre T° austénitique et Ac₁ est donnée sur la figure n°1.I.4.



Figure n°1.1.4 : Variation de la teneur en carbone dans l'austénite en fonction des conditions de chauffage : $\Delta T = T_{aust}-Ac_1$ [5].

On peut observer, sur cette figure, la diminution de la teneur en carbone de l'austénite provenant de la perlite et l'augmentation de celle provenant de la ferrite ceci jusqu'à obtenir une austénite homogène dont la teneur en carbone est la teneur du matériau.



*Aciers hypereutectoïdes

Figure n°1.1.5 : Cinétique d'austénitisation d'un acier hypereutectoïde.

Lorsque la différence entre la température d'austénitisation et Ac₁ est faible, la perlite donne de l'austénite avec une teneur en carbone proche de la composition eutectoïde. Puis la cémentite se transforme en pseudo-austénite avec une teneur en carbone élevée proche de 6.67% (teneur en carbone de la cémentite).

Si l'austénitisation progresse (temps, température), le carbone diffuse des zones riches vers les zones pauvres jusqu'à ce que la teneur en carbone moyenne soit atteinte (figure n°1.1.5).

La cinétique de l'austénitisation est principalement contrôlée par la diffusion du carbone qui permet la dissolution des carbures de fer et l'homogénéisation de l'austénite [6].

Dans des conditions non isothermes, les cinétiques de transformation sont dépendantes de la vitesse de chauffage. La température d'austénitisation T et le temps nécessaire à la transformation t_n dépendent de ces vitesses.

Ceci est illustré sur la figure n°1.1.6 où Danilenko et Minakov [7] simulent les processus d'austénitisation à l'aide d'équations caractéristiques.



Figure n°1.1.6 : Evolution du temps total tn(s) pour la transformation α->γ et de la température de transformation (T*2000(°K)) en fonction de la vitesse de chauffage W (°K/s).[7]

De même, on peut citer :

---> Les travaux de J.Orlich, A.Rose, P.Wiest et H.J.Pietrzeniuk [8], à partir des diagrammes de transformation en chauffage continu, où :

* L'influence de la vitesse de chauffage sur les points de transformation est visualisée sur la figure n°1.I.7(a). Nous voyons que les points Ac₁, Ac₃ et la température à laquelle l'austénite est homogène se déplacent vers des températures plus élevées lorsque la vitesse de chauffage croît.

* Le grain sera d'autant plus gros que la température est élevée ou la vitesse de chauffage faible (figure n°1.I.7(b)). Suivant la vitesse de chauffage on peut obtenir une austénite homogène à grains fins.



Figure n°1.I.7 : Transformation en chauffage continu d'un acier 34 Cr Mo 4.

---> Les travaux de Farias [5,9] sur un acier XC42 pour des vitesses de chauffage supérieures à 100°C/s. Il constate, figure n°1.1.8, que l'écart entre Ac₁ et Ac₃ croît lorsque la vitesse de chauffage augmente. La température de fin de transformation croît plus vite que celle de début.



Figure n°1.I.8 : Variation des températures Ac₁ et Ac₃ avec la vitesse moyenne de chauffage pour un acier de type XC42.

---> Les travaux d'Albutt et Garber [10] sur le fer pur, l'eutectoïde et sur un hypoeutectoïde. Les résultats visualisés sur les figures n°1.1.9 et n°1.1.10 montrent :

* Pour le fer pur et l'eutectoïde une augmentation de la température de transformation linéaire avec $Log_{10}\dot{T}$ pour des vitesses de chauffage $\dot{T}<100^{\circ}\,C$ / s.



Figure n°1.I.9 : Effet de la vitesse de chauffage sur la température eutectoïde d'un acier à O.79%C.



Figure n°1.I.10 : Effet de la vitesse de chauffage sur la température de transformation allotropique d'un fer pur (0.0057%C).

* Pour l'acier Hypoeutectoïde, ils constatent comme Farias mais pour des vitesses de chauffage inférieures à 100°C/s que $\Delta T(Ac_3-Ac_1)$ augmente (figure n°1.I.11).

Cette évolution des points critiques de transformation avec la vitesse de chauffage est due au processus de diffusion du carbone. Pour des vitesses de chauffage élevées, ce processus ne peut s'effectuer totalement aux températures de transformation observées sur le diagramme d'équilibre Fer-Carbone. La réduction du temps de transformation a pour effet de déplacer ces points critiques vers des températures plus élevées.

1.2.1.2. Conditions hors d'équilibre (transformations athermiques) :

Il est possible pour des vitesses de chauffage très rapides d'empêcher la diffusion du carbone. On observe un mécanisme de transformation, sans diffusion, semblable à celui rencontré lors des transformations rapides au refroidissement (transformation martensitique).

L'évolution des points de transformation Ac₁ et Ac₃ en fonction de la vitesse de chauffage (pour des aciers à faible pourcentage de carbone) fait apparaître (figure n°1.I.11) trois zones distinctes.



Figure n°1.I.11 : Evolution des températures critiques de transformation avec la vitesse de chauffage pour un acier a 0.086%C [10].

- Zone I: Pour les vitesses de chauffage modérées ($\dot{T} < 100^{\circ}$ C/s), le carbone diffuse dans la matrice et la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut s'effectuer par germination et croissance. Cette transformation thermiquement activée a été détaillé au paragraphe précédent.

- Zone II: Pour des vitesses de chauffage rapides (100°C/s < \dot{T} < 1000°C/s), la diffusion ne peut se faire qu'à courte distance et seule la ferrite adjacente aux carbures est enrichie en carbone jusqu'à la limite de solubilité. Le reste de la ferrite libre de carbone se transforme, en austénite, par un mécanisme de cisaillement sans diffusion (figure n°1.I.12). La ferrite enrichie en carbone se transforme en austénite par germination et croissance.



Figure n°1.I.12 : Modèle schématique de l'effet de la limite de diffusion du carbone à vitesses de chauffage élevées.

- Zone III: Pour des vitesses encore plus rapides (\dot{T} > 1000°C/s), la proportion d'austénite produite par mécanisme sans diffusion augmente. Ce mécanisme athermique est instantané, de ce fait la température de transformation de la ferrite diminue lorsque seul le mécanisme de cisaillement intervient. La transformation se fait instantanément à température constante (comme Ms au refroidissement).

De même, Schlicht [11] dans son exposé sur le chauffage rapide met en évidence cette transformation allotropique par mécanisme de cisaillement. Il explique l'évolution des points de transformations Ac₁ et Ac₃ vers des températures plus élevées pour des vitesses de chauffage plus importantes. Puis il montre qu'à partir d'une certaine vitesse on observe une stabilité de ceux ci, stabilité exprimant un changement de phase par un processus de transformation sans diffusion.

Rappelons qu'il a été observé [12] pour des échauffements instantanés de l'ordre de la milliseconde, une stabilisation des points de transformation Ac_1 et Ac_3 . Pour les vitesses de chauffage très élevées, lorsque la transformation est indépendante du temps, Orlich a montré sur des aciers au carbone non alliés que la température Ac_3 ne vas pas au-delà de 910°C, température correspondant à la transformation α -> γ dans le fer pur.

Prohaszka et Maroti [13] ont observé sur un acier à 0.1%C, 1%Mn et pour des vitesses de chauffage rapide une transformation α - γ accomplie par un mécanisme de type "martensitique" qui se fait avec une diminution de volume.

D'autres auteurs [14] n'ont pu observer ce mécanisme de transformation (sans diffusion) pour des vitesses de chauffage très élevées (>1000°C/s) que sur des structures initiales de type perlite lamellaire.

Yakovleva et al [15] ont observé pour des vitesses de chauffage ultra rapide (chauffage par laser), où la diffusion n'intervient pas, que la dissolution des carbures dans un acier perlitique n'est pas nécessaire pour initier l'austénitisation.

1.2.2. Influence de la température et du temps de maintien à température

En général les traitements d'austénitisation comportent une phase de chauffage à vitesse relativement lente jusqu'à une température déterminée, puis un maintien plus ou

moins long à cette température. Les réactions sont d'autant plus complètes que la température est plus élevée ou que la phase de maintien est importante.

La figure n°1.I.13 montre pour une température donnée que la structure finale dépend des paramètres temps - température et que l'obtention d'une structure est d'autant plus courte que la température est élevée.



Figure n°1.1.13 : Transformation en conditions isothermes d'un acier eutectoïde.

La taille du grain évolue de la même manière (figure n°1.I.14). Le terme austénite homogène n'inclue pas la grosseur du grain γ qui évolue à composition chimique constante avec le temps de maintien. L'évolution de la taille de grain est également liée à la température et au processus de dissolution des carbures. La présence de carbures dans la phase γ constitue une barrière au mouvement de limite de grain [16].



Figure n°1.I.14 : Transformation en conditions isothermes de l'acier 34 Cr Mo 4.

1.2.3. Influence du mode de chauffage rapide

Il n'y a pas unanimité sur la valeur de la vitesse critique de chauffage pour laquelle le passage de la transformation avec diffusion à la transformation par cisaillement se produit, les valeurs données vont de 100°C/s [10] à 10000°C/s [12]. Une des causes peut être liée au mode de chauffage qui peut entraîner un fort gradient thermique.

En effet, selon que le chauffage se fait par l'extérieur: surfacique (four) ou par l'intérieur: volumique (conduction), le gradient thermique, important après un chauffage rapide, sera différent. Il peut en résulter des vitesses critiques de chauffage apparentes différentes.

Le chauffage surfacique peut être réalisé par bombardement d'électrons, plasma, induction, arc. Le chauffage volumique se fait essentiellement par conduction électrique.

Chauffage surfacique :

Le coeur de la pièce est chauffé par conduction thermique résultant de la conversion de l'énergie apportée en surface vers le coeur.

Ces procédés thermiques permettent des vitesses expérimentales de chauffage élevées (>10⁴°C/s). Ces sources sont généralement ponctuelle et entraînent de ce fait un fort gradient thermique et une hétérogénéité microstructurale importante [17,18,19]. Dans ces conditions il est donc difficile de déterminer une vitesse critique de chauffage.

Stähli [20] à mis en évidence ce gradient thermique sur un acier chauffé à 1500°C en 11.1ms pour une densité de 200MW/m² sur une zone d'impact de 1mm de diamètre (figure n°1.1.15). On remarque un gradient thermique important, la température étant de 1500°C en surface et de 200°C à une profondeur de 0.6mm.



Figure n 1.1.15 : Champ de température lors d'un apport thermique de courte durée, immédiatement après l'arrêt du chauffage (11.1ms), 200W/mm² sur un cercle de Φ 1mm.

D'après une analyse de la cinétique de dissolution de la perlite et de la redistribution du carbone dans l'austénite, pour un acier hypereutectoïde [21], un modèle a été proposé permettant de déterminer la dureté en profondeur d'une couche superficiellement traitée par rayonnement laser.

Des résultats identiques à ceux de Mulot et Badeau [22] qui ont observé l'évolution de la dureté en profondeur d'échantillons traités par rayonnement laser ou bombardement d'électrons. Ces travaux ont été effectués à partir de différentes structures initiales pour un acier XC48. Ils montrent les évolutions structurales de la surface vers le coeur de l'éprouvette.

Ces travaux montrent bien l'hétérogénéité thermique importante due à ce mode de chauffage.

Chauffage volumique par courant électrique :

Le chauffage par courant électrique permet des transformations de l'énergie au coeur du métal. A l'exception de la baisse de température en surface due à la convection, la température est homogène. Le gradient thermique est faible et la vitesse critique de chauffage apparente doit être proche de la vitesse critique réelle de chauffage.

La transformation d'énergie électrique dans le réseau cristallin dépendant largement de la densité de courant et de la résistance, il peut apparaître des températures accrues aux voisinages des défauts cristallins.

Gridnev et al [23] ont montré l'influence, sur l'état structural, du procédé de chauffage par courant électrique dans le cas des aciers. Ils montrent que l'hétérogénéité de la structure implique une distribution du courant électrique présentant des hétérogénéités dans le voisinage des particules de cémentite ou des inclusions.

La formation de l'austénite s'effectuera rapidement au voisinage des particules où la conductivité et la puissance dissipée sont plus élevées.

Geweling [24] pose l'hypothèse d'hétérogénéité sur un acier contenant de la ferrite et de la cémentite globulaire. Il observe au voisinage des particules de cémentite une densité de courant plus élevée (le carbone étant très bon conducteur électrique). L'élévation locale de la température provoque une dissolution plus rapide des carbures.

L'hétérogénéité thermique est lissée par la conduction thermique entre les particules, la température sera d'autant plus homogène que les particules sont proches les unes des autres [23] (figure n°1.1.16).



Figure n°1.1.16 : Schématisation de l'homogénéité de la température suivant le nombre de "micro-éléments" chauffant.

Il semble effectivement que le chauffage par conduction électrique a une incidence sur les transformations de phases. Cet aspect sera discuté dans la partie résultats (évolutions microstructurales).

I.2.4. Influence de la structure initiale

La cinétique de chauffage n'est pas le seul paramètre influençant sur le mécanisme de dissolution de la cémentite. La structure initiale (lamellaire ou globulaire) [25] et plus particulièrement:

- La teneur en carbone
- La morphologie de la cémentite
- La densité de dislocations
- Les éléments d'alliage

ont une incidence notable sur les transformations.

Teneur en carbone :

Suivant la teneur en carbone du matériau, différents mécanismes sont observables (figure n°1.I.17).

- A faible pourcentage de carbone, 0.2% à 0.3%, (I) la distance entre les particules de cémentite est importante. Il est peu probable que l'austénite, formée autour de la particule de cémentite par diffusion du carbone, vienne en contact avec les autres zones de diffusion. La progression du processus dépendra de la formation des germes γ issus chacun des particules de cémentite.

- Si le pourcentage de carbone augmente, environ 0.4%, (II) la distance entre les particules de cémentite étant plus faible, celles ci peuvent se dissoudre par diffusion du carbone au travers de la phase α et vers la couche γ des particules voisines.

- Pour un pourcentage de carbone plus important, 0.4% à 0.8%, (III), les particules de cémentite peuvent être incluses dans l'austénite. Avant que celles ci soit complètement dissoutes, la phase austénitique vient en contact avec une particule voisine qu'elle englobe à son tour.

- A partir d'une certaine teneur en carbone, environ 0.8%, (IV) les régions γ continuent de se développer tout en conservant des particules de cémentite partiellement dissoutes.

- Quand le pourcentage de carbone est très important, >1%, (V) la phase α peut se transformer en γ sans dissolution simultanée de la cémentite.



Figure n°1.1.17 : Différents mécanismes de dissolution de la cémentite [26].

Morphologie de la cémentite :

La quantité, le type, la morphologie et la distribution des carbures ont un rôle important sur l'évolution :

- de la taille du grain γ .
- de la dissolution des carbures.
- de l'homogénéité de l'austénite.

La température de transformation Ac₃ ou Ac_{cm} est fortement influencée par la structure initiale du matériau [27].

Comme nous l'avons vue précédemment, la transformation ferrite-austénite est fonction de la vitesse de diffusion du carbone dans la matrice ferritique et cette vitesse est dépendante de la forme, de la taille et de la distribution des carbures.

La température de transformation Ac_3 ou Ac_{CM} est, pour une vitesse de chauffage fixée, d'autant plus élevée que les carbures sont de grandes dimensions. Par contre la température de transformation Ac_1 est insensible à la taille et à la distribution des carbures. A cette température se développent les premiers germes d'austénite [10].

Grange [28] montre l'influence de la taille initiale des grains sur les transformations de phases lors du chauffage. Il conclue que l'austénitisation complète est réalisée plus rapidement à basse température sur une structure perlite+ferrite à grains fin. La distance de diffusion plus faible favorise l'homogénéisation de l'austénite.





Nikishov et al [29] ont observé une diminution de Ac₁ et Ac₃, pour des vitesses de chauffage T°<40°C/s lors de la transformation martensite -> austénite (\bullet) par rapport aux mêmes températures pour la transformation α +Fe₃C -> austénite (o) (figure n°1.I.18).

La taille du grain austénitique dépend des transformations au chauffage, il en résulte que les températures de transformation au refroidissement seront dépendantes des conditions de chauffage [30]. La structure finale dépend de l'histoire thermique complète au chauffage et au refroidissement.

Densité de dislocations :

La densité de dislocations, fonction de l'écrouissage ou de la déformation initiale (figure n°1.1.19), joue un rôle non négligeable sur les transformations de phases.

Ces défauts cristallins intervenant sur les processus de recristallisation (d'adoucissement) peuvent conduire à des structures éloignées de celles obtenues en l'absence d'écrouissage ou déformation initiale.



Figure n°1.1.19 : Evolution structurale du fer Armco suivant le taux de déformation plastique initial: e%. η₁: Structure cellulaire (régions à faible densité de dislocations)

 η_2 : Structure intermédiaire (dislocations aux frontières et régions début de fragmentation)

η_{FS}: Structure fragmentée.[31]

Eléments d'alliage :

Les éléments d'alliage présents dans le système Fer-Carbone influence non seulement les caractéristiques du matériau à température ambiante [32] mais également les processus de transformation de phase.

A partir d'observations expérimentales Andrews [33] a formulé, de façon empirique, les évolutions des températures Ac_1 et Ac_3 pour différents éléments d'alliage. Par exemple, une augmentation en Mn et Ni entraîne une diminution des températures Ac_1 et Ac_3 alors que d'autres éléments d'alliage ont plutôt un effet inverse.

Ces évolutions sont étroitement liées à la diffusion des éléments d'alliage dans les phases présentes ($\alpha - \gamma$) [34].

Remarque générale:

D'après les différents travaux cités, on remarque des divergences sur la valeur de la vitesse de chauffage pour laquelle le passage de la transformation avec diffusion à la transformation par cisaillement se produit.

En plus des différents paramètres influençant sur celle-ci (voir ci-dessus), il est nécessaire, en raison des difficultés rencontrées pour déterminer ces vitesses de chauffage très élevées, d'introduire une marge d'incertitude.

I.3. Transformations au refroidissement

La décomposition isotherme et/ou anisotherme de l'austénite conduit soit à l'agrégat ferrite - cémentite soit à la martensite lorsque la vitesse de refroidissement ne permet plus la diffusion (vitesse critique) ou lorsque la température de traitement est trop basse.

Les propriétés mécaniques sont liées aux structures des phases en présence [35], la vitesse critique de trempe Vc dépend également de la composition de l'austénite initiale [36].

- Pour des vitesses de trempe < Vc, la décomposition de l'austénite se fait par des mécanismes de diffusion conduisant successivement, lorsque la vitesse augmente, à des structures de perlite, perlite fine, bainite supérieure, bainite inférieure.

 Lorsque la vitesse de trempe et ≥ Vc, la décomposition de l'austénite se fait par un mécanisme sans diffusion, par cisaillement du réseau dans l'austénite. Cette transformation est appelée transformation martensitique [37,38].

Les transformations avec diffusion (activées thermiquement) sont dépendantes du temps, la transformation martensitique, athermique, est quasi instantanée. L'évolution de ces transformations est représentée sur la figure n°1.I.20.



Figure n° 1.1.20 : Cinétiques de transformations au refroidissement.

I.3.1. Transformations perlitiques

Lors du refroidissement d'un acier eutectoïde, l'austénite se décompose en un agrégat biphasé (ferrite et cémentite).

La décomposition de l'austénite en perlite (figure n°1.l.21) s'effectue par germination, aux joints des grains γ , d'une lamelle de cémentite obtenue par appauvrissement en carbone de l'austénite qui lui est contiguë.

La distance inter-lamellaires de la perlite décroît lorsque la vitesse de refroidissement augmente [39].



Figure n°1.1.21 : Formation de la perlite.

Précipitation de la ferrite (ou cémentite) proeutectoïde dans l'austénite

La formation de la ferrite (ou cémentite) proeutectoïde, s'effectue préférentiellement aux joints de grains de l'austénite mère (figure n°1.1.22).

> * Aux températures élevées (isotherme) ou pour des vitesses de refroidissement lentes (anisotherme) (figure n°1.I.20), les germes formés se développent avec une interface courbée, la ferrite ainsi obtenue est appelée "structure allotriomorphe aux joints de grains" (équiaxe).

> * Aux températures plus basses (isotherme) ou pour des vitesses de refroidissement plus rapides (anisotherme) (figure n°1.1.20), la croissance de la ferrite s'effectue de manière plus orientée en formant des plaquettes allongées (aciculaires) dites "structure de Widmanstätten" où la densité de dislocations est très élevée [40].





I.3.2. Transformations bainitiques

Cette transformation s'obtient pour des vitesses de refroidissement plus élevées ou pour des températures de traitement inférieures à Ac₁ en isotherme (figure n°1.I.20).

La décomposition de l'austénite se fait par germination de la ferrite en lattes à partir des joints de grains de l'austénite.

Selon les conditions de refroidissement, les carbures précipiteront entre les lattes de ferrite (Bainite supérieure) ou pour des conditions de refroidissement plus sévères (diffusion à très courte distance), les carbures précipiteront à l'intérieur des lattes de ferrite (Bainite inférieure).

Dans les deux cas, les carbures précipiteront sous forme de fines plaquettes (figure n°1.1.23).



Figure n°1.I.23 : Représentation bainite supérieure (a) -bainite inférieure (b).

I.3.3. Transformations martensitiques

Lorsque les conditions (températures basses ou vitesses de refroidissement très élevées) ne permettent plus la diffusion du carbone, le réseau cubique faces centrées (cfc) de l'austénite sursaturée se transforme par cisaillement en un réseau quadratique centré où les atomes de carbone se retrouvent dans les sites interstitiels "z". Les déplacements sont inférieurs aux distances inter-atomiques et ce constituant, observé pour la première fois par Adolph Martens, est appelé "martensite".

Ce mécanisme de transformation sans diffusion (athermique) se produit de façon quasi instantanée à une température appelée "martensite start" (Ms). La fraction de
martensite obtenue ne dépend que de la température et non du temps. La température où toute l'austénite est transformée en martensite s'appelle "martensite finish" (Mf).

On peut observer selon la composition chimique deux types de martensite, une martensite en lattes et/ou en plaquettes (macles) (figure n°1.1.24).



Figure n°1.1.24 : Représentation martensite en lattes (a) - martensite en macles (b)

La transformation martensitique peut également s'observer au cours de la déformation des matériaux. Sur une structure ferrrite-bainite-austénite, Jeong et al [41] ont remarqué une transformation partielle de l'austénite résiduelle en martensite. Le pourcentage d'austénite résiduelle transformée en martensite augmente pour des taux de déformation croissants.

I.4. Influence de la déformation sur l'évolution des phases

La déformation de différentes phases entraîne des changements de la microstructure initiale. A hautes températures la déformation s'accompagne souvent de la recristallisation dynamique [42], en même temps on observe des modifications de la microstructure initiale. Aux faibles températures, les déformations ne s'accompagnent pas

d'une recristallisation dynamique, l'évolution structurale est liée à la production de bandes de rupture.

On peut ainsi identifier deux processus de transformations structurales pendant la déformation :

* Les déformations à froid lorsqu'il y a écrouissage.

* Les déformations à chaud où l'adoucissement par restauration et recristallisation compense le durcissement dû à l'écrouissage.

Généralement la limite entre ces deux domaines est approximativement située entre 0.3*Tf pour les métaux purs et 0.7*Tf pour les alliages (Tf: température absolue de fusion), ces températures sont en réalité des approximations car, comme nous le verrons par la suite, d'autres paramètres peuvent influencer sur le processus de déformation.

Pour certain matériau il est possible d'observer à température ambiante le mécanisme de la déformation à chaud. Comme exemple, on peut citer les alliages d'argent ainsi que le plomb.

I.4.1. Ecrouissage

La déformation plastique résulte du déplacement et de l'émergence en surface des dislocations dans les systèmes de glissement activés (plan de glissement, direction de glissement) [43]. Au-delà de la contrainte de cisaillement, les dislocations deviennent mobiles et se multiplient selon le mécanisme de Frank-Read. Un matériau polycristallin sera isotrope (sauf s'il y a des effets de texture dus au laminage ou autre) car l'orientation des grains peut être considéré comme aléatoire dans l'espace. On montre aisément que la contrainte normale (d'écoulement) est le double de la scission critique moyenne. La mobilité des dislocations décroît lorsque leur densité augmente. La contrainte de cisaillement et la contrainte d'écoulement augmentent avec le taux de déformation. On dit qu'il y a écrouissage ou consolidation.

La mobilité des dislocations et par suite la contrainte d'écoulement vont dépendre également de la température, des impuretés..., c'est-à-dire de tout ce qui limite ou facilite leur mobilité.

I.4.2. Cas général de la recristallisation

Nous appelons recristallisation le processus global d'adoucissement observé à partir d'une certaine température et d'un certain taux de déformation ou écrouissage critique.

L'écrouissage critique est influencé par la structure initiale. La déformation critique diminue avec la taille des grains [44]. La température de recristallisation diminue lorsque le taux de déformation augmente.

Lorsque des métaux préalablement écrouis à froid, densité de dislocations élevée, sont chauffés aux alentours de 0.4 à 0.5*Tf (Tf=température de fusion), on observera successivement (nous englobons dans ce processus les phénomènes qui précédent la recristallisation proprement dite : la restauration) :

- La restauration :

Qui se traduit par un déplacement des dislocations qui se réarrangent en sous joints (figure n°1.I.26(1,2,3)). Simultanément, la densité de dislocations diminue.

-La recristallisation :

On observe de nouveau cristaux obtenus après le réarrangement des dislocations en sous joints. Ces cristaux se développent en "mangeant" la matrice écrouie qui les entoure jusqu'à ce que la totalité du métal soit occupé par de nouveaux grains non déformés (figure n°1.I.26(4,5)).

Cette phase peut être décomposée en trois étapes :

- I - La recristallisation primaire

De nouveaux grains se forment par germination et croissance aux dépens du métal écroui. C'est un processus mettant en jeu le mouvement des joints de grains où un temps d'incubation est nécessaire. La germination des nouveaux grains se produit de préférence en des points où l'énergie d'activation de l'autodiffusion est élevée. En général elle débute aux points triples des joints de grains déformés, et se poursuit plus tard par coalescence de sous grains [45,46]. Le nombre de nouveau grains est fonction du taux d'écrouissage. Le diamètre moyen des grains recristallisés est d'autant plus faible que le taux de déformation est important (figure n°1.1.25).



Figure n°1.1.25 : Courbe typique d'évolution de la taille des grains recristallisés en fonction de la déformation plastique préalable.

- II - La croissance des grains

Lorsque le métal écroui à disparu on observe une augmentation de la taille moyenne des grains. Le réarrangement des atomes de grains déformés en un assemblage de grains entièrement nouveaux s'accompagne d'une diminution considérable de la densité de dislocations.

- III - La recristallisation secondaire

Un petit nombre de grains grossit aux dépens de ceux déjà recristallisées.



Figure n°1.1.26 : Modification structurale d'un métal après un écrouissage.

Pour une température fixée, la vitesse de recristallisation (après une période d'incubation) part d'une valeur nulle puis augmente et passe par un maximum avant de décroître jusqu'à une vitesse nulle correspondant à la fin du processus de recristallisation (figure n°1.I.27). Ces cinétiques de transformations obéissent à la loi d'Avrami vue au chapitre I § 1.

Le temps nécessaire pour la recristallisation complète d'un matériau peut être influencé par le mode de déformation, (vitesse de déformation, taux de déformation) et par le cycle thermique avant recristallisation.

D'autres paramètres peuvent également intervenir sur le cycle d'adoucissement. Schastlivtsev et al [47] observent dans le cas d'un acier maraging, que les carbures de titane accélèrent la recristallisation, que leur taille et leur forme peut également intervenir sur la recristallisation. Certains auteurs ont observé ce phénomène d'adoucissement [48] lors des transformations de phases, sans déformation mécanique, comme la transformation $\alpha - \gamma$ [49].



Figure n°1.1.27 : Exemple de cinétique de recristallisation après des essais de torsion à différents taux de déformation. Fer α à 650°C - Vitesse de déformation 3.8*10⁻² s⁻¹ [50].

I.5. Influence des transformations de phases sur les caractéristiques mécaniques à chaud (Fe-C)

Les phases (composition, morphologie) résultants de la décomposition de l'austénite permettront de conférer à l'acier, par des traitements thermiques appropriés, des caractéristiques mécaniques différentes. Les propriétés mécaniques recherchées dépendront de la finalité souhaitée pour le matériau. En particulier, les lois constitutives recherchées à chaud seront différentes dans le cas du formage à chaud ou dans le cas d'une utilisation d'un ensemble mécanique devant fonctionner à chaud. Il conviendra d'ajuster les phases en présence à ces températures.

On étudiera dans ce qui suit les évolutions de la contrainte d'écoulement et de la déformation maximale pour différentes températures et phases en présence.

I.5.1. Influence des phases en présence

Sur le diagramme d'équilibre Fer-Carbone on observe trois domaines bien distincts délimités par les points de transformations A_1 et A_3 . Suivant la température les phases en présence sont différentes et le comportement mécanique du matériau évolue. La figure n°1.1.28 indique, pour un acier à 0.19%C, l'évolution de la contrainte d'écoulement maximale suivant la température.



Figure n°1.1.28 : Variation de la contrainte maximale (torsion) en fonction de la température pour différentes vitesses de déformation - acier à 0.19%C.[51]

<u>Température < Ac₁ :</u>

Dans le domaine des basses températures (α +Fe₃C), les dislocations engendrées par la mise en forme se regroupent difficilement pour former des sous joints de grains [52]. La densité de dislocations restant élevée et leur mobilité faible, la contrainte d'écoulement diminue très peu et l'aptitude à la déformation est limitée. Aux températures voisines de Ac₁, la diminution de la densité de dislocation, par la formation de sous joints, conduit à l'adoucissement du matériau.

<u>Ac₁ < Température < Ac₃ (ou Ac_{cm}) :</u>

Dans le domaine des températures intermédiaires (α + γ ou γ +Fe₃C), la transformation perlite -> γ a un effet prédominant sur l'augmentation de la ductilité. Une fois la transformation eutectoïde achevée, la contrainte d'écoulement et la ductilité varie peu avec la température dans ce domaine biphasé (figure n°1.1.28 et n°1.1.29).



Figure n°1.I.29 : Variation de la déformation maximale en fonction de la température pour différentes vitesses de déformation - acier à 0.19%C [51].

En effet, les caractéristiques mécaniques du domaine biphasé obéissent en première approximation à la loi des mélanges. L'austénite eutectoïde s'adoucit par une diminution de sa teneur en carbone, elle tend vers la teneur en carbone de l'acier. Cet adoucissement compense le durcissement qui résulterait de l'augmentation de la fraction volumique de cette phase. On note cependant une légère décroissance de la ductilité entre Ac₁ et Ac₃.

La figure n°1.1.29 montre l'influence favorable de la structure biphasée $\alpha + \gamma$ sur la ductilité (déformation maximale de torsion à la rupture ε_m). La structure mixte $\alpha + \gamma$ est le siège d'une plasticité transitoire de transformation qui conduit à une augmentation des caractéristiques de ductilité du matériau [51].

<u>Température > Ac₃ (ou Ac_{cm}) :</u>

Lors de déformation à température ambiante, le grossissement du grain γ (température élevée, maintien prolongé) conduit à une diminution du taux de déformation maximale [53,54,55,56] (figure n°1.1.30). En revanche, dans le domaine des températures élevées (γ), une plus grande homogénéité de l'austénite favorise l'adoucissement de la structure [57]. Cela se traduit par une augmentation de la déformation maximale à la rupture avec la température de déformation (figure n°1.1.29).





De même, la contrainte d'écoulement (contrainte obtenue pour un taux de déformation suffisamment grand pour que l'on ait atteint la valeur constante de régime) décroît avec la température et ce d'autant que la vitesse de déformation est élevée (figure n°1.1.31).



Figure n°1.1.31 : Influence de la température sur la contrainte de déformation.[58]

1.5.2. Influence d'un changement de phase sur la ductilité

En 1924, A.Sauveur a suggéré que la transformation de phase pouvait contribuer à l'adoucissement du métal sous contrainte.

Une étude sur l'influence de la transformation allotropique ($\alpha ->\gamma$, $\gamma ->\alpha$) du Fer Armco permet de conclure à un adoucissement lié à la transformation (figure n°1.1.32).

La déformation liée à la transformation allotropique est plus élevée dans le cas du chauffage de $\alpha ->\gamma$ que dans le cas du refroidissement de $\gamma ->\alpha$. Adoucissement dû à la formation de lacunes en excès au cours du chauffage car la phase gamma en cours de formation est plus dense que la matrice alpha (au refroidissement génération d'atomes interstitiels en excès) [59].



Figure n°1.1.32 : Courbe température-temps et allongement-temps pour un Fer Armco pendant transformation de phases lors d'un essai de fluage: σ compression=1085psi [59].

Cette corrélation adoucissement-transformation structurale a été observée lors d'un essai d'écrouissage effectué pendant le refroidissement d'un alliage Fer-Carbone [60]. Après avoir atteint la température de 850°C, l'échantillon est refroidi à 0.5°C/s et déformé à vitesse de déformation constante ($\dot{\epsilon}$ =10⁻⁴s⁻¹). Sur la figure n°1.I.33 le premier adoucissement (1) correspond au début de la transformation ferritique et le second adoucissement (2) au début de la transformation perlitique, (3) étant la fin de la transformation.



Figure n°1.1.33 Corrélation entre cinétique de transformation de phase (par mesure de variation de résistivité électrique) et adoucissement: Fe-0.2%C.[60]

A partir d'essais de fluage, dans des conditions anisothermes, il a été mis en évidence un excès d'allongement dû à la transformation A₁. On observe sur la figure n°1.I.34, pour un acier à 0.2%C, une augmentation de (($\Delta I/I$)/ ΔT) lors du processus de formation et dissolution de la perlite [61,62].



Figure n°1.1.34 : Evolution de l'allongement d'un acier à O.2%C pendant son passage dans les régions α + γ , σ traction=560g/mm² [62].

Pour des aciers à teneur en carbone élevée, après un affinement du grain γ permettant d'obtenir des phénomènes superplastiques, la ductilité des matériaux à des températures proche de A₁ est meilleure dans le domaine α +Fe₃C que dans le domaine γ +Fe₃C (figure n°1.1.35). La diminution du nombre de particules de cémentite, due à la dissolution du carbone dans le domaine des températures supérieures à A₁, conduit à un grossissement du grain plus rapide dans les régions γ [63].



Figure n°1.I.35 : Influence du pourcentage de carbone sur la superplasticité pour une vitesse de déformation de 1.67.10⁻⁴ s⁻¹ et des températures inférieures et supérieures à A₁ [63].

On remarque (figure n°1.I.35) pour des matériaux à teneur en carbone supérieure ou inférieure à une teneur critique (teneur en carbone où le taux de déformation est maximal), une diminution des effets superplastiques. Cela provient dans le premier cas, de la non-dissolution des grosses particules de cémentite, et dans le second du développement trop important des grains.

Les différentes études que nous venons de détailler montrent l'importance de la mobilité des dislocations sur les caractéristiques mécaniques, résultats qui sont confirmés par de nombreux auteurs [64,65,66,67]. La température intervient sur la mobilité des dislocations et donc sur les courbes d'écrouissage.

Lors des transformations de phases, c'est leur nature et plus particulièrement leur attitude à la déformation qui déterminera les évolutions du comportement du matériau. Et finalement on peut dire que l'adoucissement est relié essentiellement à:

- La variation volumique due à la transformation.

- La variation des propriétés mécaniques des différentes phases.

- La déformation induite par la transformation de phases.

II. Comportements mécaniques à chaud des alliages Fer-Carbone

II.1. Introduction

La mise en forme des matériaux métalliques nécessite la connaissance du comportement mécanique des matériaux, comportement qui s'étudie à partir d'essais mécaniques simples permettant d'aboutir à des lois générales reliant les contraintes et déformations. Lorsque le formage se fait à haute température, il est nécessaire de prendre en compte les phénomènes viscoplastiques dans les lois de comportement.

Comme la plasticité, la viscoplasticité s'applique aux matériaux qui présentent une déformation permanente après décharge. La différence réside dans le fait qu'ils ont un comportement non linéaire dépendant de la vitesse de déformation. La viscosité interdisant les déformations plastiques instantanées [68], c'est le temps qui gouverne les déformations inélastiques. Les comportements viscoplastiques s'observent généralement sur les métaux et alliages lors des opérations de mise en forme à des températures supérieures au tiers de la température absolue de fusion. Ils correspondent à des mécanismes liés aux mouvements des dislocations auxquels se superposent des effets de glissement intercristallin [69].

II.2. Lois de comportement viscoplastique

II.2.1. Généralités

Jusqu'à la fin du XIX^{ième} siècle, début du XX^{ième}, les modèles se limitaient au solide élastique de Hooke, au fluide parfait et au fluide visqueux de Newton. La plasticité ne pouvait pas s'exprimer à partir de ces schémas classiques. Il fallait développer d'autres modèles prenant en considération ce phénomène.

C'est en 1910, à partir des travaux d'Andrade sur le fluage primaire [70], suivi de ceux de Norton en 1929 [71] reliant la vitesse de fluage secondaire à la contrainte, que l'on commence à prendre conscience des phénomènes viscoplastiques. Ces travaux ont été généralisés au cas tridimensionnel par Odqvist en 1933 [72]. A partir de 1960, les progrès dans les procédés de mise en forme ont conduit à un développement important de la rhéologie.

L'objectif de la modélisation du comportement rhéologique des métaux et alliages est d'obtenir une expression générale reliant les différentes grandeurs ($\sigma, \varepsilon, \dot{\varepsilon}$) et caractéristique du domaine d'utilisation. Ces lois issues des équations générales de la mécanique des milieux continus permettent de classer les matériaux suivant leur comportement [73]. Le besoin de modèles facilement utilisables (industriellement) a conduit au développement de lois caractéristiques à nombre de paramètres réduits dont la validité est limitée à des domaines restreint d'utilisation.

II.2.2. Formalisme

La modélisation du comportement macroscopique des matériaux se fait suivant deux approches complémentaires :

Dans la première, on réalise le passage du microscopique au macroscopique en décrivant les phénomènes microstructuraux à l'aide de modèles qui par intégration traduisent les lois de comportement globales.

Dans la seconde approche, les phénomènes sont directement identifiés à l'échelle macroscopique, la modélisation est obtenue à partir de formulations thermodynamiques.

La première philosophie de modélisation a pour fondement la théorie des dislocations. Bien que mieux fondée physiquement, elle est plus complexe et moins pratique. La deuxième approche ou approche phénoménologique est davantage utilisée. Nous allons détailler cette méthode dans le cas de matériaux viscoplastiques.

II.2.2.1. Variables d'état

Afin de décrire les lois de comportement des matériaux par les principes généraux de la thermodynamique à savoir la conservation de la masse, de l'énergie et de la quantité de mouvement, il est indispensable d'utiliser un certain nombre de variables d'état. Ces variables, par le choix de la nature et la quantité, permettront de décrire plus ou moins finement les phénomènes physiques. Les variables d'état, encore appelées variables thermodynamiques ou variables indépendantes, se décomposent en deux parties [69] :

- Variables internes
- Variables dites observables

Les variables observables comme leur nom l'indique, sont des variables dont on peut observer l'évolution et qui sont imposées par le formalisme de la mécanique et de la thermodynamique. Dans les phénomènes de viscoplasticité seules deux variables observables interviennent, la température T° et la déformation totale ε .

Les variables internes décrivent l'état actuel du matériau. L'introduction de telle ou telle variable interne dans les lois de comportement est fonction de l'expérience acquise ainsi que de l'étude envisagée.

De ce fait de nombreuses variables peuvent intervenir d'où l'importance du nombre de modèles proposés à ce jour [74,75,76].

La variable à laquelle on pense immédiatement lorsque nous sommes en viscoplasticité est la déformation plastique ε_p . Cette déformation découle de la déformation totale $\varepsilon = \varepsilon_p + \varepsilon_e$ ce qui nous amène à définir deux variables internes, la déformation plastique ε_p et la déformation élastique ε_e . Les autres variables intervenant (que l'on note V_k) dépendent du type de comportement viscoplastique et représentent soit un scalaire soit une variable tensorielle.

Les relations d'état, permettant de relier les variables entre elles, peuvent être décrites à partir du potentiel énergie libre spécifique ψ :

	ε : déformation totale	
	T: Température	
$\Psi = \Psi(\varepsilon, T, \varepsilon_e, \varepsilon_p, V_K)$	\mathcal{E}_{e} : déformation élastique	(1.2)
	$arepsilon_p$: déformation plastique	
	V_{K} : variables d'états	

En viscoplasticité on intègre les déformations sous la forme de leur partition $\epsilon_e = \epsilon_p$. L'énergie libre est donc dépendante de la déformation élastique, de la température et des variables internes V_k:

 $\Psi = \Psi(\varepsilon_e, T, V_K) \tag{1.3}$

II.2.2.2. Classification

Les matériaux viscoplastiques peuvent être répartis en trois groupes:

- Matériaux parfaitement viscoplastiques.
- Matériaux viscoplastiques à écrouissage isotrope.
- Matériaux viscoplastiques à écrouissage anisotrope.

Pour chaque cas, nous allons donner les paramètres V_k pouvant intervenir dans le potentiel "énergie libre spécifique", ainsi qu'une représentation schématisée permettant une meilleure compréhension de ces phénomènes.

a) Matériaux parfaitement viscoplastiques:



Figure n°1.II.1 : Matériau parfaitement viscoplastique

La viscoplasticité parfaite (figure n°1.II.1) où l'élastoviscoplasticité parfaite correspond aux matériaux non écrouissable (pas de fluage primaire). Ainsi le comportement mécanique du matériau peut être défini avec comme seules variables internes, la déformation plastique et la température. Dans ce cas il n'est pas nécessaire d'introduire des variables V_k supplémentaires, l'énergie libre se met sous la forme:

$$\Psi = \Psi(\varepsilon_e, T) \tag{1.4}$$

b) Matériaux viscoplastiques écrouissables:



Figure n°1.II.2 : Matériau élastoviscoplastique écrouissable

Les matériaux viscoplastiques ou élastoviscoplastiques écrouissables (figure n°1.II.2) se décomposent en matériaux à écrouissage isotrope et anisotrope. Des essais combinés de traction-compression et/ou traction-torsion permettent de définir le type d'écrouissage du matériau.

- Matériaux viscoplastiques à écrouissage isotrope:

Un matériau est dit à écrouissage isotrope lorsque la frontière de son domaine d'élasticité n'est fonction que d'un paramètre scalaire. Lors d'un essai d'écrouissage de traction-compression, nous pouvons déduire la courbe de compression à partir des résultats enregistrés pendant l'essai de traction. Il suffit d'effectuer à partir de ces résultats une homothétie de rapport -1 et de centre le point B c'est à dire le point où la contrainte est nulle (figure n°1.II.3).



Figure n°1.II.3 : Essai de traction-compression. Ecrouissage isotrope

Dans ce cas, la seule variable interne supplémentaire est une variable scalaire que l'on note r et qui indique l'état actuel d'écrouissage du matériau. D'où une nouvelle expression de l'énergie libre sous la forme :

$$\Psi = \Psi(\varepsilon_e, T, r) \tag{1.5}$$

- Matériaux viscoplastiques à écrouissage anisotrope:

La différence avec l'écrouissage isotrope réside dans le fait que l'amplitude du domaine d'élasticité se déplace par translation dans l'espace des contraintes. Afin de décrire cette anisotropie, nous allons regarder dans un premier temps le cas de matériau à écrouissage cinématique linéaire puis par la suite de matériau à écrouissage cinématique non linéaire.

- Les matériaux à écrouissage cinématique linéaire sont des matériaux à écrouissage anisotrope dont l'amplitude du domaine d'élasticité est constante (figure n°1.II.4) et où la courbe de compression se déduit de la nouvelle courbe de traction par une homothétie de rapport -1 et de centre C.



Figure n°1.II.4 : Essai de traction-compression. Ecrouissage cinématique linéaire

La représentation de ce phénomène est réalisée à l'aide d'une variable interne tensorielle que l'on notera " α ", ce qui nous donne pour énergie libre spécifique:

$$\Psi = \Psi(\varepsilon_e, T, r, \alpha) \tag{1.6}$$

- Les matériaux à écrouissage cinématique non linéaire sont des matériaux à écrouissage anisotrope où l'amplitude du domaine d'élasticité n'est pas constante (figure n°1.II.5).



Figure n°1.II.5 : Ecrouissage cinématique non linéaire

La non-uniformité de l'amplitude du domaine d'élasticité nécessite l'emploi d'une variable interne supplémentaire notée "p" et qui représente la déformation plastique cumulée.

$$\Psi = \Psi(\varepsilon_e, T, r, \alpha, p) \tag{1.7}$$

Ceci étant une représentation limitée des phénomènes d'écrouissage anisotrope, il est possible de faire intervenir d'autres paramètres internes V_k.

II.2.2.3. Lois d'écrouissage isotrope additives et multiplicatives

Les essais mis en oeuvre dans notre étude nous conduisent à utiliser des lois de type écrouissage isotrope plus facile à déterminer que les lois à écrouissage anisotrope. Ce dernier type de lois est plus adapté à la modélisation de chargements cycliques. L'emploi des principes de la thermodynamique avec l'énergie libre définie par la relation (1.5) aboutit à des lois d'écrouissage classiques, lois dites additives et multiplicatives. En supposant la restauration négligée, le développement de ces deux lois, relations (1.8) et (1.9), est détaillé en Annexe 1.

$$\dot{p} = \left[\frac{\sigma_{eq} - R - k}{K}\right]^{N} \tag{1.8}$$

$$\dot{p} = \left[\frac{\sigma_{eq} - k}{K}\right]^{N} \cdot p^{\gamma}$$
(1.9)

p :	invariant de la vitesse de déformation
σ _{eq} :	invariant des contraintes
<i>R</i> :	dimension actuelle du domaine délasticité
k:	limite d'élasticité initiale
K, N, γ :	coefficients
<i>p</i> :	déformation plastique cumulée

En traction uniaxiale l'invariant des contraintes se réduit à σ eq=J2(σ)= σ et la première composante du tenseur déviateur vaut 2/3 σ .

La loi "additive", déduite de la relation (1.8) conduit à une expression de la forme :

$$\dot{\varepsilon}_P = \left[\frac{\sigma - R(\varepsilon_P) - k}{K}\right]^N \tag{1.10}$$

$$R(\varepsilon_p)$$
: variable d'écrouissage
 $\dot{\varepsilon}_p$: vitesse de déformation plastique

ou encore:

$$\sigma = k + R(\varepsilon_P) + K \dot{\varepsilon}_P^{\frac{1}{N}}$$
(1.11)

 $R(\epsilon_p)$ pouvant être définie d'après [68] par la relation :

$$R(\varepsilon_P) = Q[1 - \exp(-b\varepsilon_P)]$$
(1.12)

$$Q,b$$
: coefficients

Pour *la loi "multiplicative*", on aboutit à la relation (1.13) obtenu à partir de la relation (1.9) en posant γ =-N/M et en supposant k=0.

 $\dot{\varepsilon}_{P} = \left(\frac{\sigma}{K\varepsilon_{P}^{M}}\right)^{N} \tag{1.13}$

Cette expression est appelé loi de Norton-Hoff et s'écrit le plus souvent sous la forme:

$$\sigma = K \varepsilon_P^{1/M} \dot{\varepsilon}_P^{1/N}$$
(1.14)

Par la suite, nous utiliserons cette équation sous la forme:

$$\sigma = K \varepsilon_P^n \dot{\varepsilon}_P^m \tag{1.15}$$

n: coefficient d'écrouissage

m: coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

II.2.3. Signification des paramètres

II.2.3.1. Loi avec écrouissage additif isotrope

Dans la relation (1.11), la contrainte d'écoulement (σ) se décompose en un terme d'écrouissage, contrainte non visqueuse ou contrainte interne σ_i , représentant la dimension actuelle du domaine et un terme de viscosité que l'on appelle contrainte visqueuse σ_v .

 $k + R(\varepsilon_P)$ -----> terme d'écrouissage: σ_i $K \dot{\varepsilon}_p^{1/N}$ -----> terme de viscosité: σ_V

Pour ce type de comportement, il est supposé que la taille du domaine d'élasticité augmente au cours de la déformation, ainsi la variable d'écrouissage R(ɛp) dépend de la déformation viscoplastique cumulée. La fonction d'écrouissage R(ɛp) peut donc se mettre sous la forme (1.12) où Q et b sont des constantes.

On dit que $R(\epsilon_p)$ représente une contrainte de frottement (l'image rhéologique de $R(\epsilon_p)$ est un patin à frottement sec) et correspond à la contrainte nécessaire pour que la déformation inélastique puisse se produire [68].

Physiquement cette variable est liée à l'augmentation de la densité de dislocations et à la diminution de la mobilité de celles-ci.



Figure n°1.II.6 : Représentation de l'écrouissage additif isotrope

II.2.3.2. Loi avec écrouissage multiplicatif isotrope

La loi d'écrouissage multiplicative relation (1.15), est de la forme :

$$\mathsf{F}=\mathsf{K}^{\star}\psi(\varepsilon_{p})^{\star}\phi(\dot{\varepsilon}_{p}) \tag{1.16}$$

$$\psi(\varepsilon_{p}) = \varepsilon_{p}^{n}$$
$$\varphi(\dot{\varepsilon}_{p}) = \dot{\varepsilon}_{p}^{m}$$

Les fonctions ψ et ϕ caractérisent respectivement l'écrouissage et la viscosité du matériau.

Dans cette loi, le comportement du matériau est donné par la valeur des paramètres du coefficient d'écrouissage "n", du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation "m" et du coefficient de résistance "K".

Un exemple d'évolution de ces paramètres avec la température est donné par la figure n°1.II.7 Ces paramètres évoluent entre 2 et 50 pour 1/n, entre 2 (matériaux très visqueux) et plus de 100 (matériaux peu visqueux) pour 1/m et entre 100 et 10000 MPa,s pour K [69].



Figure n°1.II.7 : Evolution des coefficients de viscoplasticité en fonction de la température. Duralumin AU4G trempé-vieilli.[77]

II.2.4. Méthodes expérimentales de détermination des paramètres rhéologiques

Les informations dont on dispose sur la microstructure du matériau permettent généralement de comprendre de manière qualitative le comportement à l'échelle macroscopique. Celles-ci sont cependant insuffisantes dès lors qu'il s'agit d'évaluer quantitativement les paramètres qui doivent être obtenus expérimentalement à partir des essais usuels de caractérisation mécanique.

II.2.4.1. Essais mécaniques

a) Essai à contrainte constante imposée

Cet essai (figure n°1.II.8) plus couramment appelé essai de fluage consiste à observer, sous une contrainte maintenue constante, l'évolution de la déformation avec le temps. Cette évolution permet de caractériser le durcissement et la viscosité du matériau [69]. Cependant, la plupart des expériences de fluage sont réalisées sous charge constante. La variation de la section de l'éprouvette implique une variation de la contrainte réellement appliquée. Une correction de la charge pendant l'essai doit être effectuée si la déformation totale est importante.

La courbe déformation-temps ϵ =f(t), comporte trois stades évoluant suivant le matériau et la température.



Figure n°1.II.8 : Schématisation de l'essai à contrainte constante imposée.

- Stade A: fluage primaire ou transitoire pendant lequel la vitesse de déformation diminue. Ce phénomène résulte des modifications de la sous structure de dislocations introduite avec la déformation initiale [78].

- Stade B: fluage secondaire ou stationnaire où la vitesse de déformation est constante. Ce phénomène caractérise l'équilibre entre deux processus opposés: le durcissement dû à la déformation, et la restauration favorisée par la contrainte et la température.

-Stade C: fluage tertiaire ou accéléré au cours duquel la vitesse de déformation augmente. Ce phénomène caractérise l'apparition d'un endommagement du matériau: strictions, fissurations, cavitations au niveau des joints de grain. remarques:

Les trois stades ne sont pas toujours présents. Par exemple si la rupture est fragile le troisième stade peut disparaître. Le fluage secondaire peut faire défaut pour des contraintes ou températures très élevées. En revanche, si les contraintes et/ou la température sont relativement basses, la déformation dans le second stade tend vers une valeur asymptotique, le troisième stade disparaît (figure n°1.II.9).



Figure n°1.II.9 : Courbes schématiques de fluage (E=f(t)).

b) Essai à déformation constante imposée

L'essai à déformation constante dit de relaxation, essai dual du fluage, consiste à appliquer un échelon de déformation et à suivre l'évolution de la contrainte en fonction du temps (figure n°1.II.10).



Figure n°1.II.10 : Schématisation de l'essai à déformation constante imposée.

La fonction de relaxation se caractérise par la diminution de la contrainte dans le temps. L'évolution de celle-ci est gouvernée principalement par la viscosité du matériau.

Cet essai permet de déterminer un paramètre caractéristique de la viscosité du matériau que l'on note "m" et qui est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.

c) Essai à vitesse de déformation constante

L'essai à vitesse de déformation constante dit d'écrouissage où un échelon de vitesse de déformation est imposé permet de suivre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation (figure n°1.II.11).

Cet essai qui est le plus couramment utilisé met en évidence le "durcissement" du matériau.

Les essais d'écrouissage sont en réalité des essais à vitesse de traction constante assimilés à des essais à vitesse de déformation constante. La vitesse de déformation évoluant au début de la déformation, la détermination des paramètres d'écrouissage se fait dans le domaine où elle est stabilisée.



Figure n°1.II.11 : Schématisation de l'essai à vitesse de déformation constante imposée.

De cet essai, on déduit les caractéristiques mécaniques telles que la limite d'élasticité, le module de Young, la contrainte maximale à la rupture et le coefficient d'écrouissage.

A partir de ces trois essais il est possible de décrire correctement le comportement du matériau, mais afin de représenter plus finement leurs caractéristiques mécaniques d'autres essais dérivés des trois essais de base ont été proposés.

Dans ce qui suit nous allons rappeler brièvement les plus employés.

d) Essai d'écrouissage-relaxation multiple

Cet essai consiste à imposer à une éprouvette des paliers successifs de déformation (figure n°1.II.12). Il permet à partir d'un seul essai de déterminer l'écrouissage du matériau et sa viscosité par des relaxations effectuées à différents taux de déformation.

remarque:

Ce type d'essai à l'avantage de minimiser le nombre d'éprouvettes, car il permet à partir d'une seule expérience la simulation de plusieurs essais de relaxation à des taux de déformation croissant. Mais, il ne peut pas être utilisé à des températures élevées (>0.3*T° absolue de fusion) où l'histoire du matériau devient prépondérante.



Figure n°1.II.12 : Schématisation de l'essai écrouissage-relaxation multiple.

e) Essai de recouvrance

Cet essai, employé le plus généralement à hautes températures (0.3*T° absolue de fusion) sur des matériaux fortement visqueux, s'effectue à la suite de l'essai de fluage. Après avoir réalisé celui-ci, nous déchargeons rapidement l'éprouvette où nous observons un retour instantané suivant AB suivie d'un retour progressif suivant BC que l'on appelle recouvrance (figure n°1.II.13).

remarque:

La recouvrance pouvant être totale (C en O), nulle (C en B) ou partielle permet de mettre en évidence l'existence d'une contrainte interne [69]. De nombreux auteurs englobent élasticité instantanée et élasticité retardée pour parler de recouvrance différée.



Figure n°1.II.13 : Schématisation de l'essai de recouvrance.

f) Essai cyclique

C'est un essai où l'éprouvette subit une sollicitation périodique de contrainte ou de déformation. On observe l'évolution cyclique dans un graphe σ =f(ϵ) (figure n°1.II.14).

Dans la plupart des cas on constate qu'après un certain nombre de cycles la boucle tend à se stabiliser, la caractérisation se fait à partir de la courbe cyclique stabilisée.



Figure n°1.II.14 : Schématisation de l'essai cyclique à déformation imposée.

Les essais cycliques permettent de mettre en évidence l'influence de la viscosité du matériau et/ou les effets de restauration.

Le durcissement cyclique est caractérisé par l'augmentation de l'amplitude de la contrainte à déformation imposée ou par la diminution de l'amplitude de déformation à contrainte imposée (figure n°1.II.15).



Figure n°1.II.15 : Phénomène de durcissement cyclique à contrainte imposée.

L'adoucissement cyclique est caractérisé par la diminution de l'amplitude de la contrainte à déformation imposée ou par l'augmentation de l'amplitude de déformation à contrainte imposée (figure n°1.II.16).



Figure n°1.II.16 : Phénomène d'adoucissement cyclique à contrainte imposée.

II.2.4.2. Détermination des coefficients des lois additive et multiplicative.

Pour décrire le comportement mécanique des matériaux, des modèles mathématiques sont proposés. Dans ces modèles interviennent un certain nombre de paramètres dont les valeurs sont déterminées à partir d'essais expérimentaux.

Les essais classiques tel que les essais de relaxation et d'écrouissage suffisent pour obtenir une bonne représentation des paramètres intervenant dans la loi multiplicative de type Norton-Hoff ainsi que dans la loi additive citée précédemment.

a) Loi additive: $\sigma = k + Q(1 - exp(-b\epsilon_p)) + K\dot{\epsilon}_p^m$

Dans cette loi, on cherche cinq paramètres qui peuvent être déterminés à partir de deux types d'essais:

1. Essai d'écrouissage

De cet essai, on déduit les paramètres k,Q,b caractérisant l'évolution de la contrainte interne (1.17) en fonction du taux de déformation (figure n°1.II.17).

$$\sigma_{i} = k + Q(1 - \exp(-b\varepsilon_{p}))$$
(1.17)



Figure n°1.II.17 : Schématisation de la détermination de la fonction d'écrouissage R(ɛp)

- k: taille initiale du domaine d'élasticité obtenu sur la courbe d'écrouissage pour un taux de déformation plastique de 0.2%.

- b et Q, obtenus sur un graphique ln(d σ /d ϵ_p)=f(ϵ_p), sont les coefficients de la fonction d'écrouissage:

$$R(\varepsilon p) = Q(1 - \exp(-b\varepsilon_p))$$
(1.18)

2. Essai de relaxation

De cet essai, on déduit les paramètres K et m définissant la contrainte visqueuse (figure n°1.II.18) :

$$\sigma_{v} = K \dot{\epsilon}_{p}^{m}$$
(1.19)

- K et m sont obtenus par la représentation des points expérimentaux dans un graphe bilogarithmique (σ - σ i) en fonction de $\dot{\epsilon}_{\rho}$.

La contrainte interne σ_i est déduite d'après les résultats des essais d'écrouissage et du taux de déformation imposé.



Figure n°1.II.18 : Schématisation de la détermination de la contrainte visqueuse.

b) Loi multiplicative: $\sigma = K \epsilon_p^n \dot{\epsilon}_p^m$

Dans cette loi, on cherche trois paramètres qui peuvent être déterminés à partir de deux types d'essais:

1. Essai d'écrouissage

De cet essai, on déduit le paramètre n caractérisant le durcissement du matériau (figure n°1.II.19).



Figure n°1.II.19 : Schématisation de la détermination du coefficient d'écrouissage.

- n: coefficient d'écrouissage obtenu sur le graphe bilogarithmique contraintedéformation plastique.

2. Essai de relaxation

De cet essai, on déduit le paramètre m caractérisant la viscosité du matériau (figure n°1.II.20).

- m: coefficient de viscosité obtenu sur le graphe bilogarithmique contrainte-vitesse de déformation plastique.

La détermination du coefficient de résistance K se fait directement par les équations:

$$\kappa = \left(\kappa \sqrt{\dot{\varepsilon}_{p}^{m}} \right) = \left(\kappa \sqrt{\varepsilon_{p}^{n}} \right)$$
(1.20)

Graphiquement cela revient à effectuer une juxtaposition entre les graphes bilogarithmiques $(\sigma / \dot{\epsilon}_p^m) - \epsilon_p$ (essai d'écrouissage) et $(\sigma / \epsilon_p^m) - \dot{\epsilon}_p$ (essai de relaxation).



Figure n°1.II.20 : Schématisation de la détermination du coefficient m.

La valeur du coefficient ln(K) correspond à l'intersection des deux droites obtenues passant par ln(ϵ_p) = ln($\dot{\epsilon}_p$) = 0 (figure n°1.II.21).



Figure n°1.II.21 : Schématisation de la détermination du coefficient K.

II.3. Instabilité plastique: phénomène de striction

La mise en forme se limite au domaine de la déformation plastique homogène qui est restreint par l'instabilité plastique (striction). Celle ci se détermine de façon usuelle à partir d'un essai de traction.

II.3.1. Description phénoménologique

II.3.1.1. Analyse de la déformation

La figure n°1.II.22 représentant le diagramme contrainte F/So en fonction de la déformation Δ L/Lo permet d'observer les différentes étapes de déformation d'une éprouvette allant jusqu'à la rupture (So et Lo étant la section et la longueur initiales) :



Figure n°1.II.22 : Essai de traction.

- Le domaine OA, où la déformation disparaît instantanément si l'on supprime la charge.

- Le domaine AB (présent ou non suivant les métaux), où la déformation ne redevient nulle qu'après un certain délai.

- Le domaine BC, où une déformation uniformément répartie sur toute la longueur de l'éprouvette subsiste. Nous avons conservation du volume: So*Lo=S*L (L et S étant la longueur et la section à l'instant donné). - Le domaine CD, où un étranglement s'observe dans une zone bien définie. Cet étranglement plus couramment exprimé sous le terme "striction" s'accentue avec la déformation.

- Le point D, où la rupture de l'échantillon se produit au niveau de la zone de striction.

Généralement, les efforts sont rapportés à la section effective. D'où l'utilisation de la courbe de traction vraie rationnelle (figure n°1.II.23) avec deux nouvelles grandeurs qui sont la déformation vraie ε et la contrainte vraie σ .



Figure n°1.II.23 : Courbes de traction rationnelle et conventionnelle.

* Dans le domaine élastique et des déformations réparties :

$$\varepsilon = Ln(1 + \Delta L / Lo) \tag{1.21}$$

* Dans le domaine de striction, la part de la déformation élastique étant faible, on peut considérer que nous avons une déformation entièrement plastique. Donc, on suppose qu'il n'y a pas de changement de volume pendant la déformation (S*L = So*Lo) d'où :

$$\varepsilon = Ln(So/S) \tag{1.22}$$

La contrainte vraie correspond à la force appliquée F à l'instant t par rapport à la section actuelle S :

$$\sigma = F/S \tag{1.23}$$

La courbe de traction rationnelle donne une bonne représentation du phénomène d'instabilité où l'on observe les contraintes réellement appliquées dans la zone où la section est minimale.

II.3.1.2. Domaine de striction

A partir d'un certain niveau de déformation on observe que l'augmentation de la contrainte causée par la diminution de la section n'est plus compensée par l'effet de renforcement de l'écrouissage. Une fois cet état atteint en un point de la structure, la déformation plastique se poursuivra en ce point car la contrainte, en raison de la diminution de section, croit plus vite que la résistance due à l'écrouissage.

Ce phénomène instable très localisé aboutit à la formation d'un étranglement ou d'une striction qui se poursuivant donne une section de plus en plus petite et donc une charge nécessaire pour continuer la déformation plus faible, ceci jusqu'à la rupture.

L'essai de fluage en traction à charge constante permet également une bonne représentation de l'instabilité plastique. Sur la courbe de fluage (figure n°1.II.24) on observe une diminution de la vitesse de fluage passant par un minimum, augmentant ensuite dans le stade tertiaire jusqu'à la rupture. La striction étant caractérisée par le point d'inflexion "A" de la courbe déformation-temps.



Figure n°1.II.24 : Courbe de fluage.

II.3.2. Critères de stabilité

L'instabilité plastique, caractérisée lors d'un essai de traction par l'apparition d'une déformation localisée s'amplifiant rapidement et ceci jusqu'à la rupture, peut être déterminée mathématiquement en fonction des paramètres phénoménologiques introduits dans les lois de comportement représentatives du matériau.

Généralement, on définit le maximum de la courbe de traction force-allongement comme représentant le début de l'instabilité d'où l'équation mathématique (1.24) du début de striction. σ représente la contrainte rationnelle vraie égale à F/S.

dF=0 ou d(
$$\sigma$$
*S)=0 (1.24)

Cela vient à écrire cette relation sous la forme :

 $S^*d\sigma + \sigma^*dS = 0 \tag{1.25}$

Dans cette équation, les deux termes sont en compétition et suivant leur valeur absolue nous somme dans un cas de stabilité plastique si le premier est supérieur au second ou d'instabilité plastique dans le cas inverse.

Le premier terme S*d σ représentent l'accroissement de charge dû à l'écrouissage tandis que le second σ *dS représente la diminution de charge due à la réduction de section.

En posant que la déformation s'effectue sans changement de volume, S*L=Cte ou S*dL+L*dS=0 avec dL/L la variation infinitésimale de déformation vraie (=dɛ), on retrouve le critère d'instabilité (1.26) le plus utilisé lors de déformation à température ambiante qui à été proposé par A.Considère [79] vers la fin du XIX siècle d'où le nom de "critère de Considère".

$$d\sigma/d\varepsilon = \sigma \tag{1.26}$$

Ce critère bien que représentatif lors de la mise en forme à froid est peu caractéristique des déformations à hautes températures où les phénomènes de viscoplasticité sont déterminants.

Lorsque la contrainte est sensible à la vitesse de déformation, le début de la striction dépend également de cette vitesse de déformation, il serait important de faire apparaître ce paramètre dans la condition de stabilité.

Nous allons voir, pour des matériaux vérifiant l'équation de Norton-Hoff, trois critères de stabilité de la déformation s'exprimant par le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m:

- Le critère de Rossard [80] ou critère de moindre effort.

- Le critère de Hart [81], posant comme condition de déformation stable le fait que la vitesse de réduction de l'aire de la section droite varie en sens inverse de la diminution de cette aire.
- Le *critère de Campbell* [82] reliant l'instabilité à l'existence de gradients de déformation dans l'éprouvette.

II.3.2.1. Critère de Rossard

Le critère de stabilité de Rossard [80], décrit dans le cas d'une traction avec une vitesse de déplacement constante, suppose que le mode de déformation se produisant effectivement est celui demandant le moins d'efforts, aussi bien en déformation homogène que localisée. Prenons le cas d'une éprouvette de longueur L et de section S sur laquelle nous appliquons une force $F=S^*\sigma$, si nous imposons un allongement dL deux situations peuvent se produire.

- Déformation homogène: augmentation de charge dF1.
- Déformation localisée: augmentation de charge dF2.



Nous observons une déformation localisée dès lors que l'augmentation d'effort est inférieure à celle nécessaire pour conserver une déformation homogène (dF2<dF1). Ainsi, le critère d'instabilité (1.27) vérifié rend la striction possible.

$$\left(\frac{dF}{dL}\right)_{1} - \left(\frac{dF}{dL}\right)_{2} \ge 0$$
(1.27)

A partir des équations :

F=S.σ (1.28)

 $\frac{dF}{dL} = S\frac{d\sigma}{dL} + \sigma\frac{dS}{dL}$ (1.29)

$$d\sigma = \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} d\varepsilon + \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}} d\dot{\varepsilon}$$
(1.30)

$$d\varepsilon = -\frac{dS}{S}$$
(1.31)

$$d\dot{\varepsilon} = -\frac{dS}{Sdt}$$
(1.32)

On obtient :

$$\frac{dF}{dL} = \left(\sigma - \frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon}\right)\frac{dS}{dL} + S\frac{\partial\sigma}{\partial\dot{\varepsilon}}\frac{d\dot{\varepsilon}}{dL}$$
(1.33)

Rossard abouti à une écriture de son critère sous la forme (1.34) en introduisant le terme $d\eta$ =dS1-dS2 où dS1 et dS2 sont respectivement les variations de section correspondant à un allongement dL lorsque la déformation est homogène et quand apparaît un début de striction.

avec

$$\frac{\mathsf{R}\frac{\mathsf{d}\eta}{\mathsf{d}\mathsf{L}} \ge 0}{\mathsf{R} = \sigma - \frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon} - \frac{\partial\sigma}{\partial\dot{\varepsilon}} (3\dot{\varepsilon} + \frac{\mathsf{d}\dot{\varepsilon}}{\mathsf{d}\varepsilon})}$$
(1.34)

Le signe de R détermine la stabilité, si R<0 la déformation est stable et donc impossibilité de striction, si R>0 la déformation est instable d'où possibilité de striction.

Dans le cas particulier où l'on suppose la vitesse de traction constante (dl/dt=Cte) l'équation (1.34) peut se mettre sous la forme :

$$R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} - 2\dot{\varepsilon} \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}}$$
(1.35)

Si c'est la vitesse de déformation rationnelle qui est supposée constante ((1/l)*(dl/dt)=Cte) alors l'équation s'écrit:

$$R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} - 3\dot{\varepsilon} \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}}$$
(1.36)

II.3.2.2. Critère de Hart

Hart propose de considérer la déformation stable dans le cas ou la vitesse de réduction de la section d'une éprouvette varie en sens inverse à cette réduction de section [81]. D'où le critère de stabilité :

$$\frac{\delta \dot{S}}{\delta S} \le O \tag{1.37}$$

 δS : Variation d'aire de la section droite

 $\delta \dot{S}$: Variation de vitesse de changement d'aire.

qui peut s'écrire en traction ($\dot{S}/S < 0$):

$$\frac{\delta \ln(S)}{\delta \ln(S)} \ge O \tag{1.38}$$

A partir de la vitesse de déformation :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{L}\frac{dL}{dt} = \frac{\dot{L}}{L} = -\frac{\dot{S}}{S}$$
(1.39)

on déduit l'équation (1.40) :

$$\delta \varepsilon = -\frac{\delta S}{S} \tag{1.40}$$

La charge F=o.S étant indépendante des variations de la contrainte et de la section le long de l'éprouvette, on obtient :

$$\delta \mathbf{F} = \mathbf{S} \cdot \delta \boldsymbol{\sigma} + \boldsymbol{\sigma} \cdot \delta \mathbf{S} = \mathbf{0} \tag{1.41}$$

d'où à partir des équations (1.40) et (1.41) :

$$\delta \ln(\sigma) = \delta \epsilon$$
 (1.42)

En reportant l'équation (1.42) dans l'équation phénoménologique (1.43) :

$$dln(\sigma) = \gamma . d\epsilon + m. dln(\dot{\epsilon})$$
(1.43)

avec:
$$\gamma = \frac{1}{\sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \Big|_{\dot{\epsilon}}; m = \frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \Big|_{\epsilon}$$

qui peut être écrite sous la forme :

$$\delta \ln(\sigma) = \gamma . \delta \epsilon + m . \delta \ln(\dot{\epsilon}) \tag{1.44}$$

on aboutit à l'équation (1.45) :

$$-\delta\varepsilon(1-\gamma) + m\frac{\delta\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}} = 0$$
(1.45)

Avec l'équation (1.46) obtenue à partir de l'équation (1.40) :

$$\delta \dot{\varepsilon} = -\frac{\delta \dot{S}}{S} + \frac{\dot{S}}{S^2} \delta S$$
(1.46)

et les équations (1.39) et (1.40) nous obtenons une nouvelle expression de (1.45) sous la forme :

$$\frac{\delta S}{S}(1-\gamma - m) + m\frac{\delta \dot{S}}{S} = 0$$
(1.47)

Finalement on aboutit au critère de stabilité (1.38) sous la forme (1.48), ce qui permet d'obtenir la condition de stabilité (1.49) pour m>0

$$\frac{\delta \ln(\dot{S})}{\delta \ln(S)} = \frac{\gamma + m - 1}{m} \ge 0$$
(1.48)

$$\gamma + m \ge 1 \tag{1.49}$$

II.3.2.3. Critère de Campbell

Campbell assimile les phénomènes d'instabilité par l'existence de gradients de déformation dans l'éprouvette [82]. Gradient de déformation au point de coordonnée x le long de l'éprouvette à l'instant t qui peut se mettre sous la forme:

$$\lambda = \frac{1}{1+\varepsilon} \frac{\partial \varepsilon}{\partial x}$$
(1.50)

permettant d'exprimer la variation du gradient de déformation en fonction du temps en dérivant (1.50)

$$\frac{\partial \lambda}{\partial t} = \frac{1}{1+\varepsilon} \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial x} - \frac{\dot{\varepsilon}}{(1+\varepsilon)^2} \frac{\partial \varepsilon}{\partial x}$$
(1.51)

avec Ao/A=1+ ε (Ao représente l'aire de la section initiale de l'éprouvette et A à l'instant t) et σ =(F/Ao)(1+ ε) et l'équation (1.52)

$$\frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial x} = \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} \frac{d\sigma}{dx} + \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \varepsilon} \frac{d\varepsilon}{dx}$$
(1.52)

permet d'écrire l'égalité (1.51) sous la forme:

$$\frac{\partial \lambda}{\partial t} = Q - P\lambda$$

$$P = \frac{\dot{\varepsilon}}{1 + \varepsilon} - \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \varepsilon} - \frac{\sigma}{1 + \varepsilon} \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma}$$

$$Q = -\frac{\sigma}{1 + \varepsilon} \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} \frac{1}{Ao} \frac{dAo}{dx}$$
(1.53)

Campbell choisit comme condition du critère d'instabilité que la valeur absolue du gradient de déformation local n'augmente pas indéfiniment avec le temps. Pour satisfaire cette condition il suffit que P>0 ainsi le critère de stabilité s'écrit:

$$\frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \varepsilon} + \frac{\sigma}{1+\varepsilon} \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} < \frac{\dot{\varepsilon}}{1+\varepsilon}$$
(1.54)

si la vitesse de déformation est constante, l'équation (1.54) se met sous la forme:

$$\sigma \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} < \dot{\varepsilon}$$
(1.55)

Nous verrons par la suite, suivant nos conditions expérimentales, la validité de ces différents critères.

Chapitre 2

Partie expérimentale

I. Procédures expérimentales

I.1. Matériaux et échantillons

I.1.1. Matériaux étudiés:

Les aciers XC10 - XC38 - XC100 (structure initiale perlitique) sont choisis afin d'en étudier le comportement mécanique et observer suivant le pourcentage de carbone l'influence sur les propriétés mécaniques et structurales de :

- La vitesse de chauffage	 La température d'essai
> 10°C/s	> 600°C
> 270°C/s	> 800°C
	> 1100°C

Pour mieux observer ce qui se passe pendant le chauffage, nous avons choisi en complément un alliage à faible teneur en carbone : Fer Armco ainsi qu'un acier XC100 (structure initiale globulaire).

	С%	Mn %	Si %	S %	Р%	Ni %	Cr %	Mo %	Cu %	AI %
Armco	0.02	0.35	Trace	0.03	0.02	Х	х	Х	0.07	0.005
XC10	0.09	0.53	0.19	0.02	0.01	Х	0.12	X	0.21	0.003
XC38	0.38	0.65	0.23	0.03	0.032	0.02	0.14	0.01	0.22	Х
XC100	1	0.16	0.25	0.012	0.014	0.1	0.07	0.01	0.14	Х

Tableau n°2.1.1 : Compositions chimiques.

D'après le diagramme d'équilibre, métastable, Fer-Cémentite figure n°2.1.1, il est possible de déterminer les proportions des phases, ferrite et cémentite, dans chaque domaine suivant le pourcentage de carbone contenu dans l'acier. Les fractions volumiques des deux phases se calculent par la règle des segments inverses:

$$%(Fe_{3}C) = \frac{\%(C) - \%(C_{\alpha})}{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}$$

$$%(Fer \alpha) = \frac{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C)}$$

$$%(Fer \alpha) = \frac{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C)}{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}$$

$$%(Fer \alpha) = \frac{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C)}{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}$$

$$%(Fer \alpha) = \frac{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C)}{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}$$

$$%(Fer \alpha) = \frac{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}{\%(C_{Fe_{3}C}) - \%(C_{\alpha})}$$



Figure n°2.I.1 : Diagramme métastable Fe-Fe₃C.

A température ambiante, les teneurs en carbone de la ferrite et de la cémentite sont respectivement de 0.008%C et 6.67%C ce qui permet d'aboutir aux fractions volumiques des phases présentes pour chaque acier étudié. Ces valeurs sont indiquées dans le tableau n°2.1.2.

	Armco	XC10	XC38	XC100
% C	0.02	0.09	0.38	1
%α	99.82	98.8	94.4	85.1
% Fe ₃ C	0.18	1.2	5.6	14.9

Tableau n°2.1.2 : Proportion de ferrite et cémentite à température ambiante

pour les matériaux étudiés.

De la même manière se déterminent les proportions de perlite (88% α et 12% Fe₃C) pour les différents aciers (tableau 2.1.3).

	Armco	XC10	XC38	XC100
%Perlite	1.5	12	47	96
%α	98.5	88	53	X
% Fe ₃ C	X	X	X	4

 Tableau n°2.1.3 : Proportion de perlite et ferrite (ou cémentite) à température

 ambiante pour les matériaux étudiés.

I.1.2. Géométrie et dimensions des éprouvettes:

Les éprouvettes, dont la géométrie est prescrite par la norme AFNOR NF A03-101, ont été réalisées sur une machine à commande numérique. Les caractéristiques dimensionnelles sont représentées sur la figure n°2.I.2, elles sont choisies afin de s'adapter au dispositif expérimental employé.



Figure n°2.1.2 : Eprouvette de traction.

Chaque échantillon est poli mécaniquement afin d'éliminer les défauts de surface engendrés pendant l'usinage et qui pourraient localiser la déformation. Le dispositif de lecture de la température, basé sur le principe du rayonnement infrarouge que nous décrirons par la suite, nécessite de connaître l'émissivité de la pièce qui est fonction non seulement du matériau mais également de son aspect surfacique. Il est donc nécessaire que la qualité du polissage soit reproductible.

I.1.3. Traitements thermiques

Les éprouvettes de traction obtenues à partir de barres étirées ont subi un recuit de normalisation avec refroidissement à l'air ambiant (20°C). Vue l'influence de la structure initiale sur l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau [83], la température d'austénitisation a été choisie afin d'obtenir la même taille de grain pour chaque matériau après normalisation (structure perlitique), figure n°2.1.3. Ce traitement élimine les structures en bandes liées au procédé d'élaboration.

Sa structure étant homogène (taille de grain), le Fer Armco n'a subi aucun traitement. De même pour l'acier XC100 globularisé (diamètre moyen des globules≈1.5µm) dont le traitement a été effectué par le fournisseur.



Figure n°2.1.3 : Microstructures initiales des aciers normalisés (•) ou non(•).

I.2. Description du dispositif expérimental utilisé

Pour l'ensemble de nos essais, nous avons utilisé une machine de chauffage par conduction conçue et réalisée au laboratoire (figure n°2.1.4-2.1.5). Cette machine est équipée d'un dispositif hydraulique permettant de réaliser des essais de traction et compression à chaud. Elle permet la réalisation d'essais thermomécaniques pour des températures de l'ambiante à la température de fusion de l'échantillon. La vitesse de déplacement du vérin est modulable entre 0 et 210 mm/min.



Figure n°2.1.4 : Dispositif expérimental.

Cette machine est composée de quatre parties:

- Ensemble électro-thermique.
- Dispositif de traction-compression.
- Dispositif informatique de pilotage et d'acquisition des données.
- Dispositif de refroidissement.



Figure n°2.1.5 : Machine de chauffage par conduction.

I.2.1. Ensemble électro-thermique

I.2.1.1. Principe du chauffage par conduction électrique

Avant de voir les différents éléments intervenant pour la mise en température de l'éprouvette, rappelons la définition du chauffage par conduction [84].

Ce procédé consiste en un passage direct dans un élément conducteur d'un courant de forte intensité. L'élément se comporte comme une résistance et s'échauffe par effet Joule (figure n°2.1.6). On peut distinguer deux grandes applications du chauffage par conduction :

- I - L'élément chauffant n'est qu'un moyen dissipatif de l'énergie produite par effet joule. Dans cet ensemble on trouve les fours et tous les systèmes de chauffage électrique.

- II - L'élément chauffant constitue la base du produit final, c'est à dire celui que l'on étudie et sur lequel on souhaite travailler. L'objectif est ici d'amener l'élément chauffant à sa température de mise en forme. Dans ce type d'applications on retrouve tous les traitements thermomécaniques. Cette technologie réservée aux matériaux conducteurs permet d'obtenir des vitesses de montée en température élevées pour une consommation énergétique faible comparée aux autres procédés (exemple: chauffage au four).

Employée dans les laboratoires scientifiques, cette forme de chauffage est relativement peu utilisée d'un point de vue industriel car elle nécessite un contrôle précis du cycle thermique difficilement réalisable sur site industriel.



Figure n°2.1.6 : Principe du chauffage par conduction électrique

I.2.1.2. Eléments constituants le dispositif de chauffage par conduction.

Trois éléments principaux constituent le dispositif de chauffage par conduction:

- Transformateur
- Mors-électrodes
- Pyromètre optique

- Il est nécessaire de disposer d'un courant de forte intensité permettant la montée rapide en température de l'éprouvette par effet Joule. Dans notre cas, l'intensité maximale de court circuit que nous pouvons appliquer est de 10000 A. Celle ci est produite par un transformateur 380-9Volts monophasé d'une puissance de 100 KVA. Ce transformateur est piloté par un gradateur, c'est à dire une commande électronique de puissance à thyristors permettant un asservissement de l'intensité en sortie. Le gradateur est lui même commandé par la partie informatique qui va lui appliquer une tension de 0-10 Volts. A 10

Volt nous obtenons en sortie l'intensité maximale du transformateur et 0 Volt coupe l'alimentation de ce transformateur.

- Les mors-électrodes au nombre de quatre ont pour objet le serrage de l'éprouvette afin de la mettre en court circuit et permettant ainsi le passage du courant. Pour minimiser les efforts transversaux sur l'éprouvette, les mors-électrodes sont pilotés par deux vérins hydrauliques à pression réglable. Leurs dimensions sont choisies en fonction de la géométrie des échantillons. Afin d'éviter un échauffement de ces mors par effet Joule, la matière choisie (alliage de cuivre) doit avoir une résistivité beaucoup plus faible que le matériau testé. De plus, les dimensions ainsi que la matière permettent d'obtenir non seulement un contact mors-éprouvette parfait mais également une bonne évacuation de la chaleur au niveau de ces contacts.

- La lecture de la température s'effectue à l'aide d'un pyromètre optique à rayonnement infrarouge. Ce pyromètre permet la mesure de la température sans contact sur la pièce dans un domaine qui s'étend de 350°C à 1700°C et délivre en sortie une tension de 1mV/°C.

Avec un temps de réponse de 20ms, il convient parfaitement aux gammes de vitesses de chauffage employées. Ainsi, pour les vitesses rapides de 300°C/s, Température enregistrée < Température réelle < Température enregistrée +6°C.

Les valeurs que nous enregistrons correspondent aux températures obtenues au centre de l'échantillon, lieu où elles sont maximales (le long de l'éprouvette) et homogènes. Cette évolution thermique le long de l'éprouvette sera détaillé ultérieurement.

I.2.1.3. Analyse critique: distribution thermique

Le principe même de cet essai conduit à une distribution de température non homogène (variation de la section et extrémités froides). Il est nécessaire de vérifier s'il existe une zone homogène de température et de déterminer la taille de celle ci afin d'y effectuer les mesures de déformation.

Cette distribution a été déterminée expérimentalement, voir le chapitre 3 § l, et une étude numérique validée par les résultats expérimentaux a été faite en parallèle.

I.2.2. Dispositif de traction-compression

Quatre éléments principaux constituent le dispositif de traction-compression:

- Vérin de traction-compression
- Cellule de force
- Capteur de déplacement
- Capteur de déformation

- Les efforts sont appliqués par l'intermédiaire d'un vérin hydraulique double effet d'une capacité de <u>+</u>50KN. La régulation du débit rend possible une variation de la vitesse de déplacement de celui-ci.

- La mesure des forces se fait par l'intermédiaire d'une cellule à jauges résistives dont la capacité est de <u>+</u>50KN. Une sortie analogique <u>+</u>5V correspondante permet la lecture des efforts appliqués.

- La mesure du déplacement du vérin est effectuée au moyen d'un capteur inductif de type LVDT (gamme de mesure 0-40mm) avec comme précédemment, une sortie analogique 0-10V proportionnelle au déplacement imposé.

- Un dispositif de renvoi, solidaire de l'éprouvette, a été adapté sur un capteur LVDT (gamme de mesure 0-10mm) afin de permettre les mesures des déformations à hautes températures (Annexe 2).

I.2.3. Dispositif informatique de pilotage et d'acquisition des données

L'acquisition des mesures ainsi que le pilotage de la machine se fait par l'intermédiaire d'un micro-ordinateur muni d'une interface série sur laquelle viennent se connecter des cartes de liaisons. Elles permettent de relier à l'ordinateur les appareils électriques: capteur de déformation, capteur de déplacement, pyromètre optique, cellule de force.

Trois cartes de sorties, délivrant des tensions modulables de 0-10V, permettent ainsi de piloter d'une part le gradateur, donc l'intensité du courant circulant dans l'échantillon et d'autre part deux limiteurs de pression asservissant les circuits des vérins de traction et de serrage (vérins des mors-électrodes).

Les mesures sont stockées sur fichier permettant le dépouillement ultérieur des essais effectués.

I.2.4. Dispositif de refroidissement

Dans un premier temps, afin d'obtenir l'état microstructural avant déformation, nous avons été amenés à réaliser un système de refroidissement à l'eau actionné manuellement.

L'utilisation du système de refroidissement n'intervient qu'après l'arrêt de tous les organes électriques. Le temps nécessaire entre le moment où l'on a atteint la température désirée et le début du refroidissement rapide est d'environ de 1/2 seconde. La dimension des éprouvettes permet de considérer ce paramètre négligeable pour les vitesses de montée en température lentes et rapides.

Le dispositif de refroidissement est réalisé d'une seule pièce qui emprisonne l'éprouvette (figure n°2.1.7).



Figure n°2.1.7 : Dessin du dispositif de refroidissement.

Durant le refroidissement l'habitacle du système est totalement remplie d'eau. L'eau à température ambiante étant renouvelée continuellement avec un débit de 10 l/min.

I.2.5. Montages expérimentaux.

Afin d'observer les structures avant et après déformation pour évaluer par exemple le pourcentage des différentes phases ou encore d'avoir une idée sur les processus de restauration, il serait nécessaire de refroidir brutalement l'éprouvette après déformation.

Pour des raisons d'encombrement, il est impossible d'utiliser simultanément le capteur de déformation et le dispositif de refroidissement. Deux montages seront donc utilisés, l'un pour définir l'aspect microstructural et l'autre pour déterminer les lois de comportement.

I.2.5.1. Avec dispositif de refroidissement

L'éprouvette positionnée dans l'habitacle de refroidissement est fixée entre les 2 têtes d'amarrage de la machine. Avant d'installer le pyromètre, axé sur le centre de l'échantillon, nous mettons en contact les mors-électrodes avec la pièce pour permettre le passage du courant.

Dans ce cas nous ne pouvons obtenir des courbes d'écrouissage car le seul déplacement enregistrable est le déplacement du vérin. Celui ci n'est pas représentatif de la déformation réelle de l'échantillon car il englobe les déformations élastiques du bâti. Mais, surtout du fait du gradient des températures le long de l'éprouvette, il donne une information globale de la déformation de l'échantillon, déformation non homogène sur la longueur.

I.2.5.2. Avec capteur de déformation

L'éprouvette, sans son dispositif de refroidissement, est fixée entre les barres de traction et les mors électrodes viennent en contact sur celle-ci. Avant d'installer le capteur de déformation, nous devons effectuer les réglages de la position du pyromètre optique comme précédemment. Le capteur est posé au milieu de l'échantillon, dans la zone où la température est homogène comme nous le verrons par la suite.

Dans les deux cas, les têtes des éprouvettes sont placées, coté cellule de force et coté vérin de traction, dans leur mandrin tout en laissant libre la dilatation de l'échantillon au cours du chauffage.

Afin de conserver le même gradient de température d'un essai à l'autre les positions des contacts mors électrodes-pièce sont identiques quel que soit le type de montage utilisé.

I.3. Différents types d'essais

Dans cette partie, les différents essais réalisés avec le dispositif de chauffage par conduction sont décrits:

- Cycles thermiques avec déformation
 - Essais d'écrouissage
 - Essais de relaxation
- Cycles thermiques sans déformation

De même, les essais de caractérisation structurale y sont détaillés:

- Microscopie optique
- Microscopie électronique à transmission
- Microdureté
- Macrodureté

I.3.1. Cycles thermiques avec ou sans déformation

Les essais mécaniques de caractérisation qui ont été retenu, essai d'écrouissage et de relaxation, sont décrit ci dessous pour différentes températures et vitesses de chauffage.

I.3.1.1. Cycles avec déformation

Quel que soit le matériau, le cycle thermique et de déformation consiste en un chauffage jusqu'à la température désirée puis déformation, à température constante, par traction pour une vitesse de déplacement du vérin de 210 mm/min.

a) Essais d'écrouissage:

L'essai est conduit dans le domaine de la déformation plastique homogène (avant striction) : figure n°2.1.8.



Figure n°2.1.8 : Cycle thermomécanique - ecrouissage.

b) Essais de relaxation:

Le taux de déformation est maintenu constant pendant l'essai (figure n°2.1.9). On étudie dans ce cas, l'évolution de la contrainte en fonction du temps.



Figure n°2.1.9 : Cycle thermomécanique - relaxation.

- Pour les trois aciers (XC10 - XC38 - XC100), structure initiale perlitique, et les deux types d'essais mécaniques, les éprouvettes ont été chauffées, avant mise en forme, à des températures de 600°C, 800°C ou 1100°C. Pour chaque température deux vitesses de chauffage de 10°C/s et 270°C/s ont été retenue.

- Pour l'acier XC100 globularisé seul des essais d'écrouissage effectués à des températures comprises entre 700°C et 1100°C ont été réalisé. Dans certain cas, que nous détaillerons dans la partie "résultats", nous avons imposé différents temps de maintien de la température avant déformation.

- Pour le Fer Armco, les essais d'écrouissage s'effectuent à des températures échelonnées de 400°C à 1300°C et ceci pour une vitesse de chauffage de 10°C/s.

Dans le tableau n°2.1.4 sont représentés les principaux essais que nous avons réalisés (d'autres essais ont été effectués pour des cas bien spécifiques comme nous le verrons dans le troisième chapitre).

STRUCTURES	ESSAIS D'ECROUISSAGE	ESSAIS DE RELAXATION
XC10 - XC38 - XC100 (perlitique)	600° V1 - 800° V1 - 1100° V1 600° V2 - 800° V2 - 1100° V2	600° V1 - 800° V1 - 1100° V1 600° V2 - 800° V2 - 1100° V2
XC100 (globulaire)	700° V1 <> 1100° V1 700° V1 M <> 1100° V1 M	
Fer Armco	400° V1 <> 1300° V1	

Tableau n°2.1.4 : Principaux essais effectués.

(vitesse de chauffage : V1=10°C/s - V2=270°C/s; M=maintien de la température : 300s)

I.3.1.2. Cycles thermiques sans déformation

Après avoir chauffé la pièce à la température souhaitée, une trempe à l'eau est réalisée afin d'obtenir les informations sur l'état microstructural avant déformation (figure n°2.1.10).



Figure n°2.l.10 : a) Cycles thermiques (xc10, xc38, xc100). b) Cycles thermiques (fer armco).

I.3.1.3. Choix des températures.

a) Aciers: XC10 - XC38 - XC100

Afin d'effectuer les essais dans différents domaines du diagramme Fer-Carbone, il est indispensable de tenir compte de l'évolution des points de transformation Ac₁, Ac₃ et Ac_{cm} avec les vitesses de chauffage choisies (10°C/s et 270°C/S). Sur la figure n°2.I.11 nous observons, pour ces différentes vitesses de chauffage, les mêmes domaines en présence à température fixée et ceci quel que soit l'acier étudié:

XC10 et XC38>		- Ferrite + Perlite	<	(600°C)
		- Ferrite + Austénite	<	(800°C)
		- Austénite	<	(1100°C)
XC100	>	- Perlite + Cémentite	<	(600°C)
		- Austénite + Cémentite	<	(800°C)
		- Austénite	<	(1100°C)



Figure n°2.1.11: Diagramme Fer-Carbone : Représentation des points de transformations Ac₁, Ac₃ et Ac_{cm} suivant la vitesse de chauffage.

b) Fer Armco

L'étendue de la gamme de température permet d'étudier le matériau de l'état ferritique à l'état austénitique homogène. Pour mieux expliquer l'influence de la transformation ferrite-austénite, des essais complémentaires sont effectués au voisinage du point critique de transformation Ac₃.

c) XC100 globularisé

L'étendue de la gamme de température permet d'étudier le matériau de l'état α +Fe₃C à l'état austénitique homogène. Pour mieux expliquer l'influence des transformations de phases, des essais complémentaires sont effectués au voisinage des points critiques de transformation Ac₁ et Ac_{cm}.

I.3.2. Caractérisation de la microstructure

Les éprouvettes issues des essais thermiques avec ou sans déformation sont caractérisées du point de vue microstructures, microdureté et macrodureté.

L'étude des microstructures a été essentiellement réalisée par microscopie optique: NIKON EPIPHOT.TME ou ZEISS NEOPHOT.

Une attaque au nital à 2% d'acide nitrique des échantillons préalablement polis permet de révéler correctement la microstructure du matériau.

Des observations complémentaires en microscopie électronique à transmission (MET TESLA) permettent de mieux expliquer les évolutions observées. Les échantillons ont été dans un premier temps polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 5µm puis réduit à un diamètre de 3mm avant d'effectuer le polissage électrolytique. Le réactif utilisé est une préparation de 5% d'acide perchloridrique mélangé à 95% d'acide acétique.

Parallèlement des mesures de macro et microdureté Vickers, respectivement sur machines WOLPERT DIA TESTOR 2N et LECO M400 H1, ont été effectuées pour toutes les éprouvettes sur leur section transversale, et longitudinalement pour certains échantillons comme nous pourrons le remarquer lors de l'interprétation des résultats.

II. Exploitation des enregistrements

Avant propos:

Dans ce paragraphe, seul les essais utilisés pour déterminer les coefficients de la loi multiplicative: $\sigma = K\epsilon_p^n \tilde{\epsilon}_p^m$ sont décrits.

La loi de type additive : $\sigma = k + Q(1 - \exp(-b\epsilon_p)) + K\epsilon_p^{1/N}$ étant inadaptée avec l'utilisation de notre dispositif, celle ci ne peut être utilisée.

Le calcul des paramètres de cette loi, décrit au chapitre 1 § II.2.3.1, aboutit à une valeur de la contrainte interne : $\sigma_i = k + Q(1 - exp(-b\epsilon_p))$ éloignée de celle obtenue sur la courbe de relaxation. Rappelons que sur cette courbe (σ ,t), la contrainte interne représente la valeur où la vitesse de déformation est nulle, c'est à dire où la contrainte se stabilise (figure n°2.II.1).



Figure n°2.II.1 : Schématisation de la contrainte interne lors d'un essai de relaxation.

A partir de la courbe d'écrouissage on obtient une valeur de σ_i (voir chapitre 1 § II.2.4.2), pour k=0 (k = limite d'élasticité), supérieure à la valeur mesurée sur la courbe de relaxation. La prise en compte de la limite d'élasticité augmentant considérablement l'écart entre ces contraintes internes, la modélisation ne peut être réalisée par ce type de loi.

Une grande précision quant à la mesure des déformations imposées est nécessaire. Pour cela, les essais doivent être réalisés dans des conditions optimales où seules les déformations de l'éprouvette sont prise en compte, ce qui n'est pas le cas avec notre dispositif.

II.1. Différents types d'enregistrements

Comme nous avons vu précédemment, deux types d'essais sont effectués avec notre dispositif, des essais thermiques sans déformation et des essais avec déformation. Lors de cycles thermiques sans déformation, nous enregistrons les courbes de températures-temps au chauffage afin de vérifier la reproductibilité et s'assurer que l'on travaille bien dans le domaine désiré.

Les essais d'écrouissage et de relaxation suffisent pour décrire correctement la loi de type Norton Hoff ($\sigma = \kappa \varepsilon_p^n \dot{\varepsilon}_p^m$). Ces essais sont fait dans des conditions thermiques identiques: température et vitesse de chauffage.

II.1.1. Essai d'écrouissage

Nous rappelons que les essais d'écrouissage décrit précédemment se font à vitesse de déplacement constante que l'on assimile à vitesse de déformation constante dans le domaine de la déformation plastique homogène. Ils sont réalisés lorsque la température souhaitée est atteinte pour une vitesse de chauffage donnée selon le schéma n°2.II.2a. La figure n°2.II.2b montre que la vitesse d(L-Lo)/dt se stabilise rapidement quel que soit le cycle thermique, celle ci est calculée en chaque point par la méthode différentielle (L-Lo représente l'allongement de l'éprouvette dans le domaine étudié). Le domaine où la vitesse de déformation plastique d ϵ_p /dt est stable sert à la détermination des coefficients de la loi d'écrouissage. L'essai est interrompu dès que la charge appliquée diminue c'est à dire à l'apparition de la striction (figure n°2.II.2c).

II.1.2. Essai de relaxation

Une fois la température atteinte pour une vitesse de chauffage donnée on impose une déformation (déplacement imposé) que l'on maintient, on enregistre alors l'évolution de la force en fonction du temps. La figure n°2.II.3a montre le cycle thermique où la température est maintenue constante pendant toute la durée de l'essai de relaxation. L'allongement imposé, déterminé suivant le taux de déformation souhaité, est représenté sur la figure n°2.II.3b. On observe sur la figure n°2.II.3c une diminution spontanée de la charge, cette diminution de charge est liée à la transformation d'une partie de la déformation élastique en déformation plastique.

L'avantage avec ce type d'essai est de pouvoir balayer une gamme importante de vitesses d'écoulement viscoplastique qui liées directement à dF/dt varient entre 10^{-2} et 10^{-12} s⁻¹. Lorsque la charge se stabilise ($\dot{\epsilon} < 10^{-10}$ s⁻¹) la valeur de la contrainte correspond à la limite supérieure du domaine d'élasticité [68]. Cet essai permet de déterminer les paramètres des lois d'écoulement viscoplastiques.





Figure n°2.II.2 : Courbes représentatives d'essai d'écrouissage. (xc10 - 800°C - 10°C/s)







Figure n°2.II.3 : Courbes représentatives d'essai de relaxation.

(xc10 - 800°C - 10°C/s)

II.2. Dépouillement des essais

Les courbes sont numérisées point par point, un programme en langage Turbo Pascal spécifique à chaque essai permet après lissage de déterminer les différents paramètres de la loi de Norton-Hoff selon les procédures décrites ci dessous.

II.2.1. Essais d'écrouissage (figure n°2.II.4)

(a): Enregistrement et traçage des courbes Force-Allongement.

(b): Calcul du module d'élasticité après régression linéaire par la méthode des moindres carrés des valeurs obtenues dans le domaine élastique.

(c): Détermination et traçage des courbes Contraintes-Déformations rationnelles dans le domaine plastique.

Les contraintes vraies et déformations vraies sont calculées suivant la procédure ci dessous.

$$\varepsilon_{p} = \ln(1 + \frac{\Delta l_{p}}{l_{0}})$$
(2.1)

$$\sigma = \frac{F}{So} \left(1 + \frac{\Delta I_p}{I_0}\right)$$
(2.2)

avec:
$$\Delta I_{p} = \Delta I - \Delta I_{e}$$
$$\Delta I_{e} = (F \cdot I_{o} / S_{o} \cdot E)$$

(d): Calcul des coefficients n et K₁, dans le domaine à vitesse de déplacement constante, à partir d'une régression linéaire par la méthode des moindres carrés, obtenue sur les graphes bilogarithmiques (σ - ε_p). La pente de ce graphe donne le coefficient d'écrouissage n et l'ordonné à l'origine le coefficient ln(K₁).

$$\sigma = K_1 * \varepsilon_p^n \Rightarrow \ln(\sigma) = \ln(K_1) + n \ln(\varepsilon_p)$$
(2.3)

(e): Traçage des courbes (σ - ϵ_p) avec les valeurs n et K1 calculées à partir de la relation n°2.3. On en déduit la contrainte maximale (σ_{max}), la déformation plastique

maximale avant striction (ϵ_{pmax}) et la limite d'élasticité(σ_y) donnée par le point de début de déformation plastique.

On vérifie que les valeurs σy et σm calculées à partir de la courbe expérimentale (figure n°2.II.4c) sont semblables aux valeurs déduites de la courbe calculée (figure n°2.II.4e).

II.2.2. Essais de relaxation (figure n°2.II.5)

(a): Enregistrement et traçage des courbes Force-Temps.

(b): Corrections dues aux fuites du dispositif hydraulique (voir remarque ci dessous) et décalage de l'échelle des temps (t=0 pour F_{maxi}) pour se positionner au début du phénomène de relaxation.

(c): Corrections de l'influence de la dilatation retardée (voir remarque ci dessous) et traçage des courbes, à déformation constante, contrainte d'écoulement en fonction du temps. La contrainte d'écoulement se calcule à partir de la relation n°2.2.

(d): Lissage des points expérimentaux par la loi logarithmique de Trouton et Rankine, relation n°2.4, donnant le meilleur coefficient de corrélation de toutes les lois testées [85]. Dans cette équation, σ o représente la contrainte initiale à l'instant t=0; C₁ et C₂ sont des constantes. Les coefficients C₁ et C₂ sont optimisés (taux de corrélation maximal) par régression linéaire dans un diagramme σ -ln(t+C₂) pour différentes valeurs de C₂.

$$\sigma(t) = \sigma_0 - C_1 \ln(t + C_2) \tag{2.4}$$

A partir de la relation précédente (2.4), la vitesse de déformation viscoplastique est calculée selon la procédure ci dessous d'après un essai de relaxation où $\dot{\mathcal{E}} = 0$.

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p = 0 \tag{2.5}$$

$$---->\dot{\epsilon}_{e}=\dot{\sigma}/(E(T^{\circ}))$$
 (2.6)

$$\longrightarrow \dot{\epsilon}_{p} = \dot{\sigma}_{E(T^{\circ})}$$
 (2.7)

Chapitre 2 : Exploitation des enregistrements

Il s'agit en réalité de la pente de la tangente en chaque point de la courbe σ =f(t) divisée par le module de Young correspondant à la température d'essai.

(e): Traçage du graphe bilogarithmique ($\sigma \cdot \hat{\mathcal{E}}_p$) puis régression linéaire par la méthode des moindres carrés pour obtenir le coefficient de viscosité m: la pente, et le coefficient ln(K₂): ordonné à l'origine selon la relation n°2.8.

$$\sigma = K_2 * \dot{\epsilon}_p^m \Rightarrow \ln(\sigma) = \ln(K_2) + m \ln(\dot{\epsilon}_p)$$
(2.8)

(f): Traçage de la courbe σ =f(t) à partir de la relation (2.8) calculée précédemment. Cette courbe, figure n°2.II.5f, sera comparée à la courbe expérimentale figure n°2.II.5d.

Nous rappelons que la détermination du coefficient K de la relation n°2.9 a été détaillé au chapitre 1 § II.2.4.2.

$$\sigma = K \varepsilon_p^n \dot{\varepsilon}_p^m \tag{2.9}$$



Figure n°2.II.4 : Etapes de dépouillement essai d'écrouissage



Figure n°2.II.5 : Etapes de dépouillement essai de relaxation

Remargue:

L'ors de l'essai de relaxation, on observe une stabilisation de la déformation qu'au bout d'un certain temps, ce qui explique la chute de contrainte rapide au début de l'essai (1) (figure n°2.II.6-2.II.7). Ce phénomène est dû au retard de la dilatation de l'éprouvette suite au chauffage rapide.



Figure n°2.II.6 : Schématisation de l'essai de relaxation.

Par ailleurs, un problème de fuites hydrauliques vient amplifier cette chute indépendamment de l'essai de relaxation. Nous avons observé que le dispositif expérimental était le siège de fuites dans les différents organes constituant le circuit hydraulique.



Figure n°2.II.7 : Exemple essai de relaxation; XC100 - 600°C - 10°C/s.

Le problème a été pris en compte lors du dépouillement des essais de relaxation puisque des essais complémentaires ont permis d'évaluer l'intensité de ces fuites en fonction du chargement effectué. La méthodologie suivie est décrite en Annexe 3.

II.3. Limite de l'analyse expérimentale

II.3.1. Module d'élasticité

Le module de Young est à un coefficient près la pente de la partie linéaire élastique des courbes Force (F) allongement (Δ L). Les difficultés de détermination du module d'élasticité sont dues à la résolution de l'ensemble d'acquisition des données.

Expérimentalement nous disposons de peu de points dans le domaine élastique, vitesse de scrutation trop faible : 1/20 s (figure n°2.II.8). Les méthodes de régression linéaire, pour certains essais, et les méthodes graphiques sont imprécises.

De plus, la résolution du capteur de déformation et du système d'enregistrement donne des valeurs de déplacement à 0.005mm près. Précision qui est insuffisante dans les cas où le module d'élasticité est important.

Cela nous amène, pour les températures les plus basses, à une erreur sur la valeur du module de Young pouvant atteindre 20%.



Figure n°2.II.8 : Courbe de traction force-allongement; Fer Armco - 400°C - 10°C/s.



Le module de Young est pris en compte afin de déterminer la vitesse de déformation viscoplastique et plus précisément le coefficient K₂.

$$\kappa_2 = \sigma / (\dot{\epsilon}_p^m) \tag{2.10}$$

Cette constatation permettra d'expliquer les divergences entre les valeurs des coefficients de résistance K de la loi de type Norton-Hoff, relation n°2.9, déterminées à partir des essais d'écrouissage et de relaxation.

II.3.2. Détermination du coefficient de viscosité à haute température

Le coefficient de viscosité déterminé à partir d'essais de relaxation, s'obtient après une régression linéaire des points du diagramme bilogarithmique contrainte-vitesse de déformation plastique, sa valeur étant représentée d'après sa définition, par l'équation:

$$m = d(\ln\sigma) / d(\ln\dot{\varepsilon}_{p})$$
(2.11)

C'est à dire par la pente de la droite obtenue après lissage (figure n°2.II.5e).

Pour les essais à des températures supérieures à 900°C, la détermination du coefficient est délicate. Les courbes $\ln(\sigma) - \ln(\dot{\epsilon}_p)$ ne peuvent pas être représentées par une droite ce qui indique que le coefficient n'est pas constant et varie avec la vitesse de déformation plastique (figure n°2.II.9). Celui ci ayant tendance à décroître lorsque la vitesse de déformation augmente.

Cette variation du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation peut s'expliquer du point de vue :

- I - Structurale

- II - Expérimentales

- I - L'histoire thermique et de déformation joue un rôle prépondérant sur l'évolution du comportement mécanique des matériaux [86] [87]. L'écrouissage dû à la déformation inélastique [88] ainsi que la température lors des essais de relaxation peuvent avoir des effets non négligeables sur l'évolution structurale et par conséquent sur les phénomènes de recristallisation qui sont caractérisés par le coefficient m. A hautes températures, suivant le

taux de déformation, le coefficient de viscosité peut évoluer car la relaxation est influencée par le processus de recristallisation qui est plus prononcé si la déformation est plus importante [89].

- II - En plus de l'élasticité du dispositif décrit précédemment, les mors électrodes engendrent des efforts extérieurs pouvant influencer sur les valeurs des contraintes enregistrées durant l'essai de relaxation.



Figure n°2.II.9 : Essai de relaxation (xc10 - 1100°C - 10°C/s)

Dans notre étude, nous considérons le coefficient comme constant en fonction de la vitesse de déformation, sa valeur étant représentée par la pente du lissage de la "droite" du graphe ln(contrainte)-ln(vitesse de déformation plastique).

Chapitre 3

Résultats
I. Mesure du profil des températures

Comme nous l'avons indiqué au chapitre 2, une étude préliminaire a été consacrée à la mesure de la distribution des températures le long de l'éprouvette de traction, permettant de mettre en évidence l'effet combiné des paramètres températures maximales imposées et vitesse de chauffage sur cette distribution. Cette étude sera également indispensable afin de pouvoir par la suite corréler les microstructures observées en différents endroits de l'éprouvette avec les températures déterminées.

I.1. Méthodologie de la mesure

Les objectifs essentiels de ces mesures sont de deux ordres:

---> D'une part, déterminer la zone centrale où la température est homogène afin de permettre la mesure ultérieure des déformations lors des essais de traction.

L'observation de l'évolution de la température le long de l'éprouvette se fait à l'aide de deux pyromètres optiques à lecture infrarouge. Le premier est positionné au centre de l'échantillon, lieu où la température est maximale, afin de permettre le pilotage en température de la machine. Le deuxième, mobile, donne la variation thermique suivant l'axe longitudinal de l'éprouvette, celui-ci étant déplacé après chaque essai effectué dans les mêmes conditions.

Le relevé des mesures s'effectuant d'un seul coté de l'éprouvette, nous supposerons une symétrie des températures par rapport au centre de la pièce.

---> D'autre part, ce type d'enregistrement est nécessaire pour expliquer les microstructures observées le long de cette éprouvette.

Deux paramètres sont étudiés, à savoir la vitesse de montée en température et la température maximale imposée. Les valeurs attribuées à ces paramètres ont été choisies en fonction des conditions de notre étude expérimentale, soit pour la vitesse, 10°C/s et 270°C/s, pour la température, 800°C et 1100°C.

Etant donné le nombre considérable de manipulations, nous nous sommes limités pour cette partie à l'acier XC38. Par la suite, des essais sur d'autres aciers confirmeront les résultats obtenus.

Par ailleurs, l'impossibilité de mesurer les variations thermiques suivant le diamètre de l'échantillon nous conduit dans ce travail à les supposer négligeables, hypothèse raisonnable étant donné le diamètre de celui-ci.

I.2. Homogénéité thermique

Afin de déterminer les dimensions de la zone centrale dans laquelle s'effectueront les mesures des déformations, nous avons imposé une condition sur l'écart maximal en température. Ecart que nous avons fixé à $\pm 2\%$ de la température nominale enregistrée (Tn) (voir figure n°3.I.1). Par la suite, nous appellerons cette zone : "zone homogène".



Figure n°3.I.1 : Représentation schématique de la distribution de la température le long d'une éprouvette de traction.

I.3. Influence des paramètres température et vitesse sur la taille de la "zone homogène".

La figure n°3.1.2 représente la distribution de la température en fonction de la distance mesurée à partir du milieu de l'éprouvette. Nous constatons sur cette figure un gradient thermique d'autant plus important que la température nominale est élevée.

Le tableau n°3.1.1 présente les dimensions de la "zone homogène" déterminées selon les critères définis précédemment.



Figure n°3.1.2 : Evolution de la température suivant la distance au centre de l'éprouvette.

Nous pouvons constater, d'une part, que l'augmentation du paramètre vitesse de chauffage conduit à une taille de la "zone homogène" plus importante et que d'autre part, l'augmentation de la température nominale s'accompagne d'une diminution de cette dimension.

Le premier aspect s'explique en partie par la puissance électrique mise en jeu qui est beaucoup plus importante lorsque la vitesse de chauffage augmente.

Le deuxième aspect s'explique par le fait que le gradient thermique augmente avec la température nominale, du fait des conditions aux limites (têtes des éprouvettes à température ambiante).

T° nominale (∆T requis)	Vitesse de Chauffage	Taille "zone homogène"
800°C	10°C/S	25mm
(784/816)	270°C/s	35mm
1100°C	10°C/s	20mm
(1078/1122)	270°C/s	30mm

Tableau n°3.I.1 : Dimension de la "zone homogène".

I.4. Evolution thermique au refroidissement en fonction de la vitesse de chauffage et de la température nominale.

Notre dispositif ne permettant pas de contrôler la vitesse de refroidissement, il nous a semblé nécessaire de mesurer l'évolution thermique de l'échantillon au cours du refroidissement, informations nécessaires lors de l'analyse des microstructures observées.

Les figures n°3.1.4 représentent l'évolution de la distribution de la température correspondant à plusieurs mesures relevées au cours du refroidissement de l'éprouvette. Le temps initial "O seconde" correspond à la fin du chauffage, donc au début du refroidissement.

Il faut souligner que le refroidissement s'effectue de façon sensiblement homogène le long de l'éprouvette pour la vitesse de 10°C/S.

Par contre, dans l'autre cas, (270°C/s), l'extrémité de l'éprouvette se refroidit beaucoup plus rapidement que la zone centrale. Cette distribution de température évolue a priori vers celle obtenue à vitesse plus faible comme le montre clairement la figure n°3.1.3.



Figure n°3.1.3 : Evolution de la température suivant la distance au centre de l'éprouvette (12 secondes après le début du refroidissement).

Nous n'avons pas observé d'effets significatifs dus à l'influence de la température sur l'évolution thermique au refroidissement.



Figure n°3.1.4 : Courbes au refroidissement (T°-Distance au centre de l'éprouvette)

I.5. Choix

A partir des différents essais effectués on constate que, quel que soit le cycle de chauffage, la taille de la "zone homogène" est supérieure ou égale à 20mm. De ce fait il est primordial de placer le capteur de déformation dans cette zone lors des essais de traction.

Pour plus de sécurité et afin de pallier aux dispersions relatives à la taille de la "zone homogène" nous avons finalement choisi une longueur à vide du capteur proche de 12mm, de manière à se situer sans ambiguïté dans cette zone.

Les mesures de la température ayant été effectuées sur un acier XC38, nous faisons ici l'hypothèse que cette "zone homogène" ne dépend pas du pourcentage de carbone. Nous avons donc repris les mêmes conditions d'essais pour les autres aciers.

II. Evolutions microstructurales des aciers par chauffage (conduction directe).

L'évolution microstructurales, des aciers XC10, XC38 et XC100 normalisés, est réalisée pour deux cycles thermiques (chapitre 2):

- Cycle thermique avec déformation (écrouissage), refroidissement à l'air (§ I.3.1.1)

- Cycle thermique sans déformation, refroidissement à l'eau (§ I.3.1.2)

L'hétérogénéité thermique le long des éprouvettes, détaillée dans le paragraphe précédent (I), implique des représentations structurales diverses. Dans cette partie, l'étude métallurgique sera limitée au domaine où la température est homogène (centre de l'éprouvette (chapitre 3 § I)).

Les micrographies, obtenues par microscopie optique et microscopie électronique à transmission, représentent la structure à coeur sur une coupe transversale réalisée au centre de l'échantillon. Pour les photos effectuées, sur un même échantillon, par microscopie optique et à transmission, nous conserverons une numérotation identique à un indice près (').

Après chaque traitement, des essais de macrodureté et de microdureté (charge constante de 25 g) ont été réalisés. Les valeurs de ces duretés (moyenne sur 12 mesures) sont indiquées sur (microdureté) ou sous (macrodureté) les photos obtenues par microscopie optique.

II.1. Evolutions microstructurales à 600°C

Chauffage sans déformation

Bien qu'à cette température on n'observe pas de transformations structurales, les micrographies obtenues montrent certaines particularités.

Sur l'acier XC10 (photos n°1,2), on peut remarquer des structures allongées, plus nombreuses avec la vitesse de chauffage lente (10°C/s), et significatives d'une perlite dégénérée. Ces phénomènes, causés par la croissance indépendante des phases ferrite et cémentite [40,90], peuvent intervenir suite aux surchauffes locales induites par le dispositif de chauffage (chapitre 1 § I.2.3).

Dans le même temps des essais de macrodureté permettent d'observer une dureté du matériau plus importante lorsque celui ci est chauffé rapidement (270°C/s) (photos n°1→ 6).

L'écart de dureté obtenu pour les deux vitesses de chauffage décroît lorsque le pourcentage en carbone croit (tableau n°3.II.1):

	XC10	XC38	XC100
∆Hv _{moyen}	54	21	17

Tableau n°3.II.1 : Ecarts moyens de dureté obtenus pour les deux vitesses de chauffage (Hv270°C/s - Hv10°C/s) après traitement à 600°C et refroidissement à l'eau.

D'après Wagenblast et Glenn [91], les particules de cémentite métastable peuvent engendrer des dislocations, lors du chauffage à des vitesses élevées, qui ont pour effet d'accroître la dureté du matériau.

Chauffage avec déformation

La durée de l'essai (chauffage et déformation) ne permet pas la recristallisation complète. Pour les deux vitesses de chauffage, la microdureté dans la phase ferritique déformée (aciers hypoeutectoïdes), est légèrement supérieure à celle de la structure initiale (tableau n°3.II.2).

L'influence des effets d'écrouissage sur le durcissement du matériau semble en partie annihilée par le début du processus de recristallisation.

μ Ην25	Structure normalisée	Chauffage : 10°C/s	Chauffage : 270°C/s
XC10	246±9	258±8	252±4
XC38	255±17	274±9	287±17

Tableau n°3.II.2 : Valeurs de microdureté dans la phase ferrite déforméed'aciers hypoeutectoïdes après refroidissement à l'air (moyenne sur 12 mesures).

Les micrographies des échantillons déformés dans le domaine α +perlite (photos n°7->10) montrent la présence de sous joints de grains dans le domaine ferritique (photos n°8',9',10') où s'effectue de préférence la déformation [92].

Echantillons chauffés à 600°C (refroidissement : Eau)



Hv10 = 183±2 28 μm Photo n°1 : XC10 - 10°C/s



Hv10 = 237±18 28 μm Photo n°2 : *XC10 - 270°C/s*



Hv10 = 240±16 28 μm Photo n°3 : *XC38 - 10°C/s*



Hv10 = 261±15 28 μm Photo n°4 : XC38 - 270°C/s



······

Chapitre 3 : Evolutions microstructurales



page 111



Hv10 = 240±5 28 μm Photo n°7 : *XC10 - 10°C/s*



Hv10 = 221±4 28 μm Photo n°8 : *XC10 - 270°C/s*



Hv10 = 268±6 28 μm Photo n°9 : XC38 - 10°C/s



Hv10 = 251±4 28 μm Photo n°10 : XC38 - 270°C/s



Photo n°11 : XC100 - 10°C/s



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales



Photo n° 8' : XC10 - 270°C/s X22000 (Formation de sous grains dans la ferrite déformée)



Photo nº 9' : XC38 - 10°C/s X30000 (Dislocations aux joints des grains ferritiques)



Photo n° 10' : XC38 - 270°C/s X12000 (Structure ferrite + perlite avec dislocations)

II.2. Evolutions microstructurales à 800°C

Les micrographies des échantillons chauffés à 800°C (photos n°13->18) montrent que l'on se situe bien dans le domaine biphasé α + γ ou γ +Fe₃C.

Pour les aciers hypoeutectoïdes, on remarque avec la vitesse de chauffage de 270°C/s (photos n°14,16) la forme irrégulière des joints de grains qui est due à une dissolution partielle de la cémentite. Aux vitesses de chauffage élevées, la transformation perlite -> austénite est incomplète.

Les structures issues du refroidissement de la phase γ seront appelées dans ce qui suit: **"austénite transformée"**. Ces structures peuvent être composées, suivant la teneur en carbone de l'austénite (avant refroidissement), en bainite, martensite (photo n°15"), carbures et austénite résiduelle (figure n°3.II.1).



Figure n°3.II.1 : Schématisation des structures obtenues pendant un chauffage rapide et refroidissement à l'eau (acier hypoeutectoïde).

Chauffage sans déformation

Pour l'acier XC10:

Avec la vitesse de 10°C/s, l'austénitisation plus avancée se traduit par l'élongation des grains d'austénite qui se propagent à l'intérieur des grains ferritiques (photos n°13,13'). Ces résultats sont confirmés par des essais de microdureté (tableau n°3.II.3). Aux

vitesses de chauffage élevées, la dissolution incomplète de la cémentite, se traduit par une augmentation de la dureté des phases ferritique et austénitique transformée.

μ Ην25	Chauffage : 10°C/s	Chauffage : 270°C/s
ferrite	259±10	283±17
austénite transformée	465±118	771 <u>±</u> 84

Tableau n°3.II.3 : Valeurs de microdureté dans les phases ferritique et austénitiquetransformée pour l'acier XC10 après refroidissement à l'eau (moyenne sur 12 mesures).

Pour l'acier XC38:

la structure est composée de ferrite+martensite (photos n°15,16). Les plages ferritiques ont une dureté relativement élevée de 335 à 360 (μ Hv25).

Les contraintes générées par la transformation de l'austénite en martensite déforment de façon notable les grains α qui durcissent par écrouissage (photo n°15').

Comme nous l'avons décrit précédemment, une augmentation de la vitesse de chauffage déplace les points de transformations vers les températures élevées et entraîne une diminution de ΔT effectif (différence entre la température imposée et la température de transformation Ac₁ dynamique).

Lorsque la vitesse de chauffage croît, le taux d'austénite décroît, par contre la teneur en carbone de α et de γ croit. Ceci est illustré sur la figure n°3.II.2.



Figure n°3.II.2 : Schématisation de la teneur en carbone des phases présentes dans le domaine $\alpha + \gamma$ après chauffage à la température T° pour deux vitesses v1 et v2.

Pour l'acier XC100:

Après refroidissement à l'eau, le matériau est constitué de perlite fine + Martensite + austénite résiduelle (photos n°17,18) et de cémentite secondaire ou globulaire (photos n°17',18').

Des essais de dureté montrent que celle ci est beaucoup plus élevée en peau qu'à coeur. Ceci sera développé au § V.3.2.3.

Lorsque la durée de séjour dans le domaine γ +Fe₃C augmente, l'austénite devient plus homogène (dissolution des carbures), la trempabilité augmente et on constate, après refroidissement, une augmentation de la dureté (photos n°18,17,51).

Chauffage avec déformation

Pour les aciers XC10 et XC38:

La recristallisation se produit pendant la déformation. Sur la photo n°20' on observe le processus de polygonisation dans la ferrite. On remarque l'apparition de nouveaux grains (photos n°19->22) ainsi qu'un nombre important de dislocations dans les anciens grains (photo n°21').

Ce processus d'adoucissement semble plus prononcé pour la vitesse de 270°C/s où la microdureté de la ferrite est plus faible (tableau n°3.II.4).

μHv25	Chauffage : 10°C/s	Chauffage : 270°C/s
XC10	215 <u>±</u> 6	207±7
XC38	251 <u>+</u> 20	212±7

Tableau n°3.II.4 : Valeurs de microdureté dans la ferrite déforméeaprès refroidissement à l'air (moyenne sur 12 mesures).

Sur les photos n°21 et n°22 on observe un nombre important d'îlots perlitiques, la déformation accroît le nombre de sites de germination de la perlite. Cela a été observé par Roland et Quillard [93], ils ont constaté, avec des essais de déformation effectués dans le domaine austénitique, une accélération de la germination de la perlite sans que sa vitesse de croissance soit modifiée.

Pour l'acier XC100:

Nous n'avons pas constaté d'évolution structurale et de dureté avec la vitesse de chauffage (photos n°23,24).



Hv20 = 284±16 28 μm Photo n°13 : *XC10 - 10°C/s*



20 = 289±22 28 μm Photo n°14 : XC10 - 270°C/s



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

page 117

Echantillons chauffés à 800°C (refroidissement : Eau)



Photo n° 13' : XC10 - 10°C/s \times 16000(Martensite + γ résiduelle aux joints de grain ferritique)



Photo nº 15' : XC38 - 10°C/s X12000 (Ferrite + martensite)



Photo n° 15" : XC38 - 10°C/sX30000(Structure martensitique avec entre les lattes
des plages γ résiduelles)



Photo nº 17' : XC100 - 10°C/s X22000 (Cémentite globulaire sur fond de perlite)



Photo n° 18' : *XC100 - 270°C/s* X30000 (Martensite + Fe₃C + γ résiduelle)



Hv10 = 184±3 28 μm Photo n°19 : *XC10 - 10°C/s*



Hv10 = 179±2 28 μm Photo n°20 : XC10 - 270°C/s



Hv10 = 226±2 28 μm Photo n°21 : XC38 - 10°C/s



Hv10 = 218±10 28 μm Photo n°22 : XC38 - 270°C/s





Chapitre 3 : Evolutions microstructurales



Photo n° 20' : XC10 - 270°C/sX9000(Polygonisation: mélange de grains, de tailles différentes, plus ou moins écrouis)



Photo n° 21' : XC38 - 10°C/sX16000(Grains ferritiques avec ou sans dislocations)



Photo n° 23' : XC100 - 10°C/s X9000 (Cémentite globulaire et lamellaire sur fond de ferrite)

II.3. Evolutions microstructurales à 1100°C

Pour les traitements réalisés à 1100°C correspondant au domaine austénitique, il est possible d'observer après trempe à l'eau des structures variables fonction du pourcentage de carbone du matériau.

Chauffage sans déformation

Pour l'acier XC10:

Nous observons, pour les deux vitesses de chauffage, une structure de type Widmanstätten avec des plages de bainite supérieure et bainite inférieure (photos n°25,25',26).

La structure de Widmanstätten présente est due à l'augmentation de la taille du grain austénitique à hautes températures (voir structure à 1000°C : photos n°43,44), et se situe toujours aux joints du grain. Cette structure est moins évidente pour la vitesse de chauffage de 270°C/s (photo n°26) où la taille de grain moyenne est inférieure à celle obtenue avec la vitesse de chauffage "lente" de 10°C/s (photo n°25), la taille du grain γ augmentant avec un séjour prolongé dans le domaine austénitique.

Pour l'acier XC38:

Comme précédemment, l'augmentation de la taille du grain γ avec la durée de séjour à hautes températures entraîne une augmentation de la taille des aiguilles de martensite après trempe (photos n°27,28 et voir structure à 900°C - 1000°C : photos n°39,40,45,46).

Les photos au M.E.T. montrent deux types de martensite, martensite en lattes et martensite en macles. A cette température le carbone n'est pas réparti de façon homogène dans l'austénite. La martensite en lattes (photos n°27'), prédominant pour des teneurs en carbone inférieures à 0.6%, laisse progressivement (0.6%<%C<1%) la place à la martensite en macles (photos n°27'') qui est la seule se formant au-dessus de 1%C [94].

Pour l'acier XC100:

Mêmes observations que précédemment (photos n°29,30,41,42,47,48) mais ici, la teneur initiale en carbone étant plus importante, la présence de martensite en macles (photo n°30') après trempe est plus élevée et elle est souvent accompagnée d'austénite résiduelle.

Chauffage avec déformation

Pour l'acier XC10:

Les défauts cristallins (dislocations), d'autant plus nombreux que la déformation est importante, sont inhibés par le processus de recristallisation et croissance qui se produit pendant la déformation et lors du refroidissement à température ambiante (photos n°31,32).

Pour l'acier XC38:

On obtient une structure type "Widmanstätten" (photos n°33,34), les zones de dureté très élevée correspondent à l'apparition de la martensite résultant d'une augmentation locale de la teneur en carbone provoquée par la déformation.

Pour l'acier XC100:

On observe une structure perlitique à grains fins (comparer avec la structure de départ) qui résulte du processus de recristallisation (photos n°35,36).

Echantillons chauffés à 1100°C (refroidissement : Eau)



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

Echantillons chauffés à 1100°C (refroidissement : Eau)



Photo nº 25' : XC10 - 10°C/s (Bainite inférieure)



Photo nº 27' : XC38 - 10°C/s (Martensite en lattes)



Photo nº 27" : XC38 - 10°C/s X30000 (Martensite en macles)

X52000



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

Echantillons chauffés et déformés à 1100°C (refroidissement : Air)



Hv10 = 174±3 28 μm Photo n°31 : XC10 - 10°C/s



Hv10 = 175±3 28 μm Photo n°32 : XC10 - 270°C/s



Hv10 = 236±13 28 μm Photo n°33 : XC38 - 10°C/s



Hv10 = 257±12 28 μm Photo n°34 : XC38 - 270°C/s



Hv10 = 352±2 Photo n°36 : XC100 - 270°C/s

Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

Essais complémentaires:

- 900°C (refroidissement: Eau)

- 1000°C (refroidissement: Eau)

Echantillons chauffés à 900°C (refroidissement : Eau)



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

Echantillons chauffés à 1000°C (refroidissement : Eau)



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

II.4. Conclusions

Les essais réalisés montrent deux phénomènes majeurs pouvant se superposer et conduire à différentes microstructures :

- I - Effets de la vitesse de chauffage

- * Diffusion du carbone limitée avec des vitesses de chauffage plus rapides.
- -> Evolution des points de transformations
 - (transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ complète à des températures plus élevées).
- -> Taille des grains γ plus petite.
- -> Phase austénitique hétérogène (meilleure homogénéisation au four: voir essais à 800°C photos n°49,50,51).

* Dislocations plus nombreuses avec des vitesses de chauffage plus rapides.

-> Processus de recristallisation favorisé.

- II - Effet du courant électrique

* Production de points de surchauffe locale

- -> Processus de dissolution des particules de cémentite accéléré.
- -> Structure hétérogène.

Echantillons chauffés au four à 800°C (maintien 10mn - refroidissement : Eau)



Chapitre 3 : Evolutions microstructurales

III. Evolutions des caractéristiques mécaniques pendant la déformation à chaud.

Les échantillons ont été déformés selon les conditions définies dans la partie "procédure expérimentale" du deuxième chapitre.

La figure n°3.III.1 représente les courbes conventionnelles de traction à chaud, pour nos matériaux aux différentes températures et vitesses de chauffage, dans le domaine des déformations homogènes.

Les caractéristiques mécaniques du matériau sont obtenues à partir des courbes rationnelles (figure n°3.III.2).

Ces courbes sont obtenues pour une vitesse de déplacement de la traverse de 210mm/mn, ce qui en termes de vitesse de déformation, bien que celle-ci ne soit pas constante, est de l'ordre de 0.2 s⁻¹ (figure n°3.III.3).

Afin de mieux comprendre les évolutions des caractéristiques de nos matériaux nous avons, en plus des trois aciers préalablement choisis, introduit dans cette partie un matériau supplémentaire : l'acier XC55 dont la composition chimique est 0.54%C - 0.66%Mn - 0.25%Si.

Pour l'observation et l'interprétation des courbes contrainte-déformation, nous avons effectué un minimum de trois essais pour un couple (Température et vitesse de chauffage) donné.

Les résultats obtenus ont permis de vérifier la bonne reproductibilité des essais effectués avec notre dispositif de chauffage par conduction.

Les modules d'élasticité sont donnés à titres indicatifs. Les difficultés de mesures ont été déterminées précédemment (chapitre 2 § II.3).

















Figure n°3.III.3 : Courbes de la déformation plastique en fonction du temps suivant le cycle thermique (XC10-XC38-XC55-XC100).

III.1. Essais à 600°C



Figure n°3.III.4 : Evolution du module et de la limite d'élasticité en fonction du matériau et de la vitesse de chauffage.



Figure n°3.III.5 : Evolution de la contrainte et de la déformation plastique maximale en fonction du matériau et de la vitesse de chauffage.

III.1.1. Influence de la teneur en carbone

a) Contraintes d'écoulement

- Pour les différents essais effectués dans le domaine α +Fe₃C, et quel que soit la vitesse de chauffage imposée, la limite d'élasticité et la contrainte maximale correspondant à l'apparition de la striction, sont d'autant plus élevées que le pourcentage de carbone augmente (figures n°3.III.4 et n°3.III.5).

A cette température prédominent les interactions entre dislocations et soluté, la diffusion est négligeable et l'élimination des dislocations difficile [95]. Les joints de grain jouent le rôle d'obstacles à la déformation [96]. Dans les aciers, les particules de cémentite, formant une couche dure le long des frontières des grains, peuvent être des obstacles supplémentaires aux mouvements des dislocations [95]. Ces mécanismes conduisent à un durcissement des matériaux.

b) Déformation plastique maximale à la striction

-Quel que soit la vitesse de chauffage (10°C/S ou 270°C/s), l'augmentation de la teneur en carbone conduit à une diminution de la déformation plastique à la striction (figures n°3.III.5).

En plus du rôle des particules de cémentite vue ci-dessus, le procédé de chauffage utilisé peut influencer sur les caractéristiques mécaniques du matériau et plus particulièrement sur sa ductilité. Le chauffage par conduction peut occasionner des zones de surchauffe qui entraînent une accélération du processus de dissolution des particules de cémentite [24] et conduit à une augmentation de la déformation plastique.

III.1.2. Influence de la vitesse de chauffage



a) Contraintes d'écoulement

Figure n°3.III.6 : Courbes contrainte-déformation plastique à 600°C.

- Quel que soit les phases en présence pendant la déformation, l'augmentation de la vitesse de chauffage (10°C/s à 270°C/s) provoque une diminution de la contrainte d'écoulement (figure n°3.III.6).

Ce résultat indique une meilleure mobilité des dislocations avec la vitesse de chauffage de 270°C/s où le nombre de dislocations semble plus important (§ II.1).

b) Déformation plastique maximale à la striction

- Quel que soit les phases en présence pendant la déformation, l'augmentation de la vitesse de chauffage (10°C/s à 270°C/s) provoque une diminution de la ductilité (figure n°3.III.5).

L'empilement de dislocations, augmentant avec la vitesse rapide 270°C/s (chapitre 3 § II), induit localement (au niveau des obstacles: joints de grains) des concentrations de contraintes [64]. Celles ci peuvent entraîner la formation de micro fissures qui conduiront à la rupture.

III.2. Essais à 800°C



Figure n°3.III.7 : Evolution du module et de la limite d'élasticité en fonction du matériau et de la vitesse de chauffage.





III.2.1. Influence de la teneur en carbone

a) Contraintes d'écoulement

- A cette température et quel que soit la vitesse de chauffage, la limite d'élasticité et la contrainte maximale augmentent avec le pourcentage de carbone (figures n°3.III.7 et n°3.III.8).

Pour les aciers hypoeutectoïdes:

I) La fraction volumique d'austénite croît avec l'augmentation du pourcentage en carbone.

II) Les vitesses de chauffage choisies ne permettent pas la transformation complète perlite -> austénite, des particules de cémentite restes présentes, leur nombre est fonction de la teneur en carbone de l'acier.

Ainsi, un accroissement du pourcentage de carbone conduit à une augmentation de la fraction volumique d'austénite et du nombre de particules de cémentite. Ces deux phénomènes augmentent la contrainte d'écoulement du matériau.

Pour les aciers hypereutectoïdes:

Un accroissement du pourcentage de carbone conduit à une diminution de la fraction volumique d'austénite et une augmentation du nombre de particules de cémentite.

La présence de deux phases très dures (austénite riche + carbures) favorise le durcissement du matériau, la contrainte d'écoulement est la plus élevée des quatre aciers.

b) Déformation plastique maximale à la striction

-Avec la vitesse de chauffage de 10°C/s on n'observe pas d'influence significative de la teneur en carbone sur la déformation plastique à la striction. En revanche, la vitesse de chauffage de 270°C/s entraîne une diminution de la ductilité avec le pourcentage de carbone (figure n°3.III.8).

Pour les aciers hypoeutectoïdes:

Les mêmes phénomènes interviennent pour expliquer l'évolution de la ductilité du matériau. Par contre, si l'accroissement de la teneur en γ augmente la déformation plastique à la striction, l'accroissement du nombre de particules de Fe₃C non dissoutes diminue celle ci.
- Pour la vitesse de 10°C/s, l'effet dû à l'accroissement de la fraction volumique d'austénite très ductile est inhibé par l'augmentation de la quantité de particules de cémentite très fragiles (figure n°3.III.8). On ne constate pas d'évolution de la déformation plastique avec la teneur en carbone.

- Pour la vitesse de 270°C/s, le nombre de particules de cémentite prédomine sur l'effet dû à l'accroissement de la fraction volumique d'austénite (figure n°3.III.8). On constate une diminution de la déformation plastique avec la teneur en carbone.

Lorsque la vitesse de chauffage augmente, le taux d'austénite décroît (figure n°3.II.2) et le nombre de particules de cémentite croît.

Pour les aciers hypereutectoïdes:

La déformation plastique est peu affectée par la teneur en carbone aux vitesses de chauffage lentes.

III.2.2. Influence de la vitesse de chauffage

a) Contraintes d'écoulement

- Pour les différents aciers étudiés, on constate, avec l'augmentation de la vitesse de chauffage (10°C/s à 270°C/s), une augmentation de la limite d'élasticité (figure n°3.III.7) et une diminution de la contrainte maximale à la striction (figure n°3.III.8).

Pour les aciers hypo et hypereutectoïdes:

La contrainte d'écoulement, plus importante pour la vitesse de 270°C/s observée sur la figure n°3.III.9, s'explique par l'augmentation avec la vitesse de chauffage de la concentration en carbone des phases présentes (§ II.2) ainsi que des particules de cémentite non dissoutes qui augmente la limite d'élasticité du matériau.

L'évolution de la contrainte maximale à la striction est fonction des modifications structurales pendant la déformation. Le processus de recristallisation, plus rapide avec la vitesse de chauffage de 270°C/s (chapitre 3 § II.2), diminue la consolidation, entraînant ainsi des contraintes maximales à la striction plus faibles.



Figure n°3.III.9 : Courbes contrainte-déformation plastique à 800°C.

b) Déformation plastique maximale à la striction

- Pour un matériau donné les déformations plastiques maximales εp sont plus élevées avec la vitesse de chauffage de 10°C/s (figure n°3.III.9).

Pour les aciers hypoeutectoïdes:

Comme indiqué précédemment (chapitre 3 § III.2.1), c'est la compétition entre la fraction volumique d'austénite et les particules de cémentite non dissoutes qui détermine la ductilité du matériau.

La figure n°3.III.10 représente de manière schématique la ductilité des aciers (dans le domaine α + γ) suivant la vitesse de chauffage et la teneur en carbone. On observe le rôle déterminant de la fraction volumique d'austénite ainsi que des carbures de fer.

On observe verticalement (figure n°3.III.10), lorsque la vitesse de chauffage croît, une diminution de la fraction volumique d'austénite et une augmentation du pourcentage de cémentite. Cela a pour effet d'accélérer l'apparition de la striction :

%γ𝔅 ⇒ εр𝔅—> εр𝔅% Fe₃C 𝔅 ⇒ εр𝔅 Par ailleurs, on remarque horizontalement, lorsque la teneur en carbone croît, une augmentation du pourcentage d'austénite et de cémentite. Comme nous l'avons décrit au § III.2.1, ces deux phases ont des effets opposés sur la ductilité des matériaux, c'est leur rapport qui détermine le taux de déformation.

$$\%$$
 Fe₃C $\pi \Rightarrow \epsilon p$ \varkappa



Figure n°3.III.10 : Schématisation de l'évolution de la déformation plastique à la striction ainsi que des phases en présence suivant le pourcentage de carbone et la vitesse de chauffage (domaine $\alpha + \gamma$).

Pour les aciers hypereutectoïdes:

L'augmentation du nombre de particules de cémentite avec la vitesse de chauffage rapide (270°C/s) entraîne une diminution du taux de déformation plastique à la striction ϵp .

III.3. Essais à 1100°C



Figure n°3.III.11 : Evolution du module et de la limite d'élasticité en fonction du matériau et de la vitesse de chauffage.



Figure n°3.III.12 : Evolution de la contrainte et de la déformation plastique maximale en fonction du matériau et de la vitesse de chauffage.

III.3.1. influence de la teneur en carbone

Contraintes d'écoulement - déformation plastique maximale à la striction

- Avec la vitesse de chauffage de 10°C/s, la teneur de carbone a peu d'influence sur les caractéristiques mécaniques des aciers étudiés (figures n°3.III.11 et n°3.III.12). En revanche, pour la vitesse de 270°C/s, on observe simultanément une diminution de la contrainte maximale et de la déformation à la striction avec le pourcentage de carbone.

A cette température élevée (1100°C), une structure austénitique presque homogène est probablement présente pour la vitesse de 10°C/s.

D'après la littérature [58], dans le domaine austénitique, la contrainte maximale est d'autant plus faible que la teneur en carbone est élevée. Il est vraisemblable que le processus de recristallisation qui se produit pendant la déformation soit responsable des faibles variations constatées sur ɛp.

III.3.2. Influence de la vitesse de chauffage

Contraintes d'écoulement - déformation plastique maximale à la striction

- Le passage de la vitesse de chauffage lente (10°C/s) à la vitesse rapide (270°C/s) conduit à un accroissement de la limite d'élasticité (figure n°3.III.11) et une diminution de la déformation plastique maximale à la striction (figure n°3.III.12).

L'augmentation de la vitesse de chauffage entraîne une diminution de la taille des grains austénitiques et donc une augmentation du nombre de joints de grains. Cela conduit à un accroissement de la limite d'élasticité [55] et de la résistance à la déformation [28] (figure n°3.III.13: aciers hypoeutectoïdes). Avec la vitesse de chauffage de 270°C/s, la diffusion incomplète du carbone donne une structure austénitique hétérogène conduisant à une diminution de la déformation plastique ɛp.



Figure n°3.III.13 : Courbes contrainte-déformation plastique à 1100°C.

IV. Etude du comportement mécanique à chaud

En plus des essais d'écrouissage déjà décrit, il est nécessaire de réaliser des essais de relaxation pour déterminer les coefficients de la loi multiplicative de type Norton-Hoff:

$$\sigma = \kappa \epsilon_{p}^{n} \dot{\epsilon}_{p}^{m}$$
(3.1)

La description de ces essais ainsi que le dépouillement des courbes obtenues ont été détaillés précédemment (chapitre 1 § II.2.4).

Rappelons que le coefficient n se déduit de l'essai d'écrouissage et m de l'essai de relaxation. Le coefficient K nécessite le dépouillement des deux essais.

IV.1. Evolution du coefficient de sensibilité à la déformation: n

IV.1.1. Détermination du coefficient d'écrouissage

Pour les essais d'écrouissage, nous pouvons écrire la loi de Norton-Hoff sous une forme simplifiée :

$$\sigma = \kappa_1 \epsilon_p^n \tag{3.2}$$

Le taux de consolidation ou coefficient de sensibilité à la déformation ou coefficient d'écrouissage s'obtient à partir d'essais à températures et vitesses de déformation constantes. Il est exprimé par:

$$n = \left(\frac{\partial Ln\sigma}{\partial Ln\epsilon_p}\right)_{T^\circ, \dot{\epsilon}}$$
(3.3)

Certains auteurs [97] ont montré que, sur un acier à 0.13%C 1.48%Mn et 0.52%Si, le coefficient d'écrouissage, obtenu lors d'essais de traction et calculé point par point à partir de la relation (3.4), n'était pas constant et dépendait du taux de déformation.

$$n_{i} = \frac{\ln(\sigma_{i}) - \ln(\sigma_{i-1})}{\ln(\varepsilon_{i}) - \ln(\varepsilon_{i-1})}$$
(3.4)

Les variations sur le coefficient d'écrouissage s'observent essentiellement dans le stade 1 (figure n°3.IV.1). Pour nos essais, nous avons déterminé le coefficient n, supposé constant, en éliminant les premiers points de la courbe d'écrouissage. Ceci est d'autant plus justifié que la vitesse de déformation n'est pas constante au début de l'essai.





Si l'on compare la courbe expérimentale à la courbe obtenue (figure n°3.IV.2 et 3.IV.3), à partir de la relation (3.2) avec les valeurs K_1 et n déterminées (tableau n°3.IV.1 et n°3.IV.2) on constate une bonne représentation des comportements de nos différents matériaux et ce, quels que soient les conditions d'essais.

	600 °C		800	°C	1100 °C	
	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s
XC10	0.19	0.18	0.21	0.16	0.23	0.18
XC38	0.18	0.16	0.23	0.12	0.24	0.19
XC100	0.17	0.19	0.23	0.11	0.20	0.14

	600 °C		800 °C		1100 °C	
	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s
XC10	470	410	190	160	100	100
XC38	590	500	270	200	100	90
XC100	840	790	300	220	100	70

Tableau n°3.IV.2 : Coefficients de résistance K₁ (±10%).

10°C/s



Figure n°3.IV.2 : Courbes théoriques et expérimentales d'écrouissage.

270°C/s



Figure n°3.IV.3 : Courbes théoriques et expérimentales d'écrouissage.

IV.1.2. Evolution du coefficient d'écrouissage en fonction de la température

La température d'essai, la vitesse de chauffage et la composition du matériau sont autant de paramètres qui influencent l'évolution du coefficient d'écrouissage [94,98]. Ces variations de n, caractérisant la consolidation du matériau, sont le reflet des processus de recristallisation. Elles sont fonction des transformations structurales pendant la déformation telles que la création, l'élimination ou le mouvement des dislocations [99] et la dissolution des particules de cémentite.

IV.1.2.1. Evolution du coefficient d'écrouissage à 600°C

A 600°C, quel que soit la vitesse de chauffage (10°C/s ou 270°C/s), le coefficient d'écrouissage est sensiblement constant et est indépendant de la teneur en carbone et de la vitesse de chauffage (figure n°3.IV.4).



Figure n°3.IV.4 : Evolution des coefficients de la loi de Norton-Hoff (essais d'écrouissage).

IV.1.2.2. Evolution du coefficient d'écrouissage à 800°C

A 800°C, on observe que le coefficient d'écrouissage varie peu avec le pourcentage en carbone mais dépend de la vitesse de chauffage (figure n°3.IV.5). Une augmentation de la vitesse de chauffage entraîne une diminution de n.

L'influence de la vitesse de chauffage sur le coefficient d'écrouissage est due au processus de transformation de phases. Pour les vitesses de chauffage rapides, il semblerait que les particules de cémentite non dissoutes conduisent à un taux de dislocations plus élevé avant déformation [91] qui favorise le processus de recristallisation dynamique (chapitre 3 § II.2).



Figure n°3.IV.5 : Evolution des coefficients de la loi de Norton-Hoff (essais d'écrouissage).

IV.1.2.3. Evolution du coefficient d'écrouissage à 1100°C

A 1100°C, on observe comme à 800°C que le coefficient d'écrouissage dépend principalement de la vitesse de chauffage. Le passage de la vitesse de chauffage de 10°C/s à 270°C/s entraîne une diminution du coefficient d'écrouissage (figure n°3.IV.6).





A cette température, où la structure est presque homogène, c'est la forme des grains austénitiques qui influe sur le processus de recristallisation. Celui ci est accéléré (il débute pour des taux de déformation plus faible) avec des grains γ de taille plus petite [44], c'est à dire pour des vitesses de chauffage croissantes (chapitre 1 § I.4.2).

IV.2. Evolution du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation: m

IV.2.1. Détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

IV.2.1.1. Calcul du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation à partir des essais de relaxation

Pour les essais de relaxation (figure n°3.IV.7), nous pouvons écrire la loi de Norton-Hoff sous une forme simplifiée :

$$\sigma = K_2 \dot{\varepsilon}_p^m \tag{3.5}$$

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, plus souvent appelé coefficient de viscosité, s'obtient donc pour des essais à températures et déformations constantes. Sa détermination est effectuée à partir de l'expression:

$$m = \left(\frac{\partial Ln\sigma}{\partial Ln\dot{\epsilon}_{p}}\right)_{T^{\circ},\epsilon}$$
(3.6)

Nous avons représenté sur les figures n°3.IV.8 et n°3.IV.9 les résultats expérimentaux des essais de relaxation suivant différents cycles thermiques. Ces résultats sont comparés au modèle théorique exprimé par la relation (3.5).

Comme pour le coefficient d'écrouissage, le coefficient m est choisi constant. Celuici peut être influencé par la déformation initiale [89,100], les valeurs enregistrées (tableaux n°3.IV.3 et n°3.IV.4) sont obtenues pour un taux de déformation identique pour tous les essais égale à 6%.

<u>10°C/s</u>

270°C/s

XC10





XC38



XC100



Figure n°3.IV.7 : Essais de relaxation (résultats expérimentaux).









	600 °C		800	°C	1100 ℃	
	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s
XC10	0.10	0.11	0.14	0.25	0.53	0.53
XC38	0.15	0.18	0.18	0.28	0.59	0.62
XC100	0.12	0.15	0.18	0.24	0.32	0.30

Tableau n°3.IV.3 : Coefficients de viscosité m (marge d'incertitude=±0.01).

	600 °C		800 °C		1100 °C	
	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s
XC10	630	610	190	500	480	1030
XC38	970	1200	330	700	500	1400
XC100	1100	1400	550	740	150	150

Tableau n°3.IV.4 : Coefficients de résistance $K_2(\pm 10\%)$.

IV.2.1.2. Ajustement du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m à partir de la valeur du coefficient d'écrouissage n.

En reportant les points $((\sigma / \dot{\epsilon}_p^m), \epsilon_p)$ de l'essai d'écrouissage et $((\sigma / \epsilon_p^n), \dot{\epsilon}_p)$ de l'essai de relaxation sur papier logarithmique, nous devons retrouver l'unicité du coefficient K comme précisé au chapitre 1 (voir figure n°1.II.21). En faisant l'hypothèse que n est constant, un ajustement du coefficient m' (m'= coefficient de viscosité calculé précédemment, m= coefficient de viscosité ajusté) est nécessaire pour satisfaire cette condition d'unicité.

En effet, d'après les résultats obtenus, nous sommes amenés à effectuer une correction sur la valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m'. On remarque par exemple pour l'acier XC10 (figures n°3.IV.12-13-14) que l'intersection des droites, de pente respective n et m' (traits en tirets) déterminée à partir des essais d'écrouissage et de relaxation, ne s'effectue pas au point d'abscisse $\ln(\varepsilon_p) = \ln(\varepsilon_p) = 0$.

Cela est dû à la valeur de m' que nous avons considéré comme constante avec la vitesse de déformation alors qu'en réalité celle ci varie pendant l'essai de relaxation (voir paragraphe précédent).

Rappelons que le coefficient de viscosité est obtenu à partir d'essais de relaxation très courts (<200s) ce qui entraîne une grande influence des phénomènes de recristallisation sur la valeur de ce coefficient.

Pour l'ajustement et la vérification du coefficient de viscosité, nous procédons comme suit:

- I - On détermine, à partir du coefficient n, le coefficient de viscosité m par une régression linéaire, dans le graphe $\ln(\sigma / \epsilon_p^n) = f(\ln(\dot{\epsilon}_p))$, des points issus des essais de relaxation et d'écrouissage (figure n°3.IV.10).



Figure n°3.IV.10 : Détermination du coefficient de viscosité à partir des essais d'écrouissage et de relaxation.

- II - On représente, a l'aide de la valeur du coefficient m que nous venons de déterminer, les points de l'essai d'écrouissage dans un graphe $\ln(\sigma / \dot{\epsilon}_{p}^{m}) = f(\ln(\epsilon_{p}))$ (figure n°3.IV.11).





- III - Après avoir fait passer au mieux par ces points (figure n°3.IV.11) une droite de pente n, on montre par superposition avec la figure n°3.IV.10 que l'intersection des deux droites est proche de l'abscisse $\ln(\varepsilon_p) = \ln(\dot{\varepsilon}_p) = 0$ (figures n°3.IV.12). L'ordonnée à l'origine donnant ln(K), nous pouvons facilement déterminer la valeur du coefficient de résistance par une moyenne des coefficients obtenus pour chaque droite.



Figure n°3.IV.12 : Détermination du coefficient de résistance K.

Nous illustrons le calcul sur l'acier XC10 (figure n°3.IV.13-14), la méthode étant identique pour les autres nuances, et observons (figures n°3.IV.15->18: XC10) une bonne corrélation entre le modèle multiplicatif et les résultats expérimentaux d'écrouissage et de relaxation.

Les résultats relatifs aux trois nuances sont rassemblés dans les tableaux n°3.IV.5 et n°3.IV.6.

	600 °C		800 °C		1100 °C	
	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s
XC10	0.05	0.05	0.12	0.16	0.34	0.31
XC38	0.10	0.10	0.15	0.20	0.43	0.34
XC100	0.09	0.08	0.12	0.17	0.27	0.23

Tableau n°3.IV.5 : Coefficients de viscosité m corrigés (marge d'incertitude=±0.01).

	600 °C		800	°C	1100 °C	
	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s	10 °C/s	270 °C/s
XC10	510	460	210	220	140	180
XC38	730	670	330	300	160	170
XC100	1000	1010	360	320	120	100

Tableau n°3.IV.6 : Coefficients de résistance K (±10%).





Figure n°3.IV.13 : Superposition des graphes $\ln(\sigma / \dot{\epsilon}_p^m) = f(\ln(\epsilon_p))$ et $\ln(\sigma / \epsilon_p^n) = f(\ln(\dot{\epsilon}_p))$ pour un acier XC10 à différentes températures et une vitesse de chauffage de 10°C/s.



Figure n°3.IV.14 : Superposition des graphes $\ln(\sigma / \dot{\epsilon}_p^m) = f(\ln(\epsilon_p))$ et $\ln(\sigma / \epsilon_p^n) = f(\ln(\dot{\epsilon}_p))$ pour un acier XC10 à différentes températures et une vitesse de chauffage de 270°C/s.



Figure n°3.IV.15 : Courbes d'écrouissage expérimentales et

théoriques (
$$\sigma = K \cdot \varepsilon_p^n \cdot \dot{\varepsilon}_p^m$$
): XC10 - 10°C/s



Figure n°3.IV.16 : Courbes de relaxation expérimentales et

théoriques (
$$\sigma = K \cdot \varepsilon_p^n \cdot \varepsilon_p^m$$
): XC10 - 10°C/s



Figure n°3.IV.17 : Courbes d'écrouissage expérimentales et

théoriques (
$$\sigma = K \cdot \varepsilon_p^n \cdot \varepsilon_p^m$$
): XC10 - 270°C/s



Figure n°3.IV.18 : Courbes de relaxation expérimentales et

théoriques (
$$\sigma = K \cdot \varepsilon_p^n \cdot \dot{\varepsilon}_p^m$$
): XC10 - 270°C/s

IV.2.2. Evolution du coefficient de viscosité en fonction de la température

Comme pour le coefficient d'écrouissage, la température d'essai, la vitesse de chauffage et la composition de l'alliage sont des paramètres qui ont une influence non négligeable sur le coefficient de viscosité. L'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement traduit la composante visqueuse de celle-ci dans le comportement global du matériau. Les valeurs du coefficient m sont commentées, comme pour le coefficient d'écrouissage, en considérant la température d'essai.

IV.2.2.1. Evolution du coefficient de viscosité à 600°C

A 600°C, domaine où nous observons peu de transformations microstructurales, il est normal que nous obtenons une valeur du coefficient de viscosité indépendante de la vitesse de chauffage (figure n°3.IV.19).



Figure n°3.IV.19 : Evolution des coefficients de la loi de Norton-Hoff.

IV.2.2.2. Evolution du coefficient de viscosité à 800°C

A 800°C, quel que soit le matériau (figure n°3.IV.20), on constate une augmentation du coefficient de viscosité avec la vitesse de chauffage rapide (270°C/S).

Comme pour le coefficient d'écrouissage n, l'évolution de m peut s'expliquer par le processus de recristallisation qui s'initie plus rapidement avec la vitesse de chauffage rapide. Il en résulte une diminution plus rapide de la contrainte d'écoulement soit une augmentation du coefficient m avec la vitesse de chauffage de 270°C/s (figure n°3.IV.20).



Figure n°3.IV.20 : Evolution des coefficients de la loi de Norton-Hoff.

IV.2.2.3. Evolution du coefficient de viscosité à 1100°C

A 1100°C, le passage de la vitesse de chauffage de 10°C/s à 270°C/s entraîne une diminution du coefficient de viscosité (figure n°3.IV.21)



Figure n°3.IV.21 : Evolution des coefficients de la loi de Norton-Hoff.

Il semble qu'une structure austénitique plus homogène, avec la vitesse de chauffage lente, entraîne une augmentation du coefficient de viscosité m.

Remarque:

Les résultats obtenus à cette température sont à prendre avec beaucoup de précautions. Nous avons déterminé une valeur moyenne de m or:

- Pour la vitesse de 270°C/s, on observe effectivement sur les graphes bilogarithmiques $\sigma - \dot{\epsilon}$ (figure n°3.IV.9) une valeur sensiblement constante de m en fonction de la vitesse de déformation.

- Pour la vitesse de 10°C/s, par contre, on constate sur les graphes bilogarithmiques $\sigma - \dot{\epsilon}$ (figure n°3.IV.8) que le coefficient de viscosité m décroît fortement avec un accroissement de la vitesse de déformation (acier XC10 et XC38).

IV.3. Commentaires sur les coefficients n et m

Les coefficients d'écrouissage n et de viscosité m dépendent fortement des évolutions structurales et plus particulièrement du processus d'adoucissement (la recristallisation).

On observe peu d'évolution de n aux trois températures (figure n°3.IV.22) ce qui n'exclut pas des variations aux températures intermédiaires.



Figure n°3.IV.22 : Evolution du coefficient d'écrouissage n avec la température.

Par contre, des différences sur les valeurs du coefficient d'écrouissage sont observées pour les deux vitesses de chauffage (figure n°3.IV.23). Ces différences sont surtout remarquables à 800°C, température où se produisent les transformations de phases.



Figure n°3.IV.23 : Evolution de %n avec la température. (%n = écart relatif entre les coefficients n à 10°C/s et 270°C/s)

On remarque d'une façon générale une augmentation de m avec les températures imposées (figure n°3.IV.24).



Figure n°3.IV.24 : Evolution du coefficient de viscosité m avec la température.

Suivant la vitesse de chauffage, les différences sur les valeurs du coefficient de viscosité s'observent principalement, comme pour le coefficient d'écrouissage, à 800°C (figure n°3.IV.25)



Figure n°3.IV.25 : Evolution de %m avec la température. (%m= écart relatif entre les coefficients m à 10°C/s et 270°C/s)

TAB	LEAU RECAPITU	$\sigma = K \cdot \varepsilon_p^n \cdot \dot{\varepsilon}_p^m$			
Matériau	Température(°C)	Vitesse (°C/s)	к	n	m
XC10	600	10	510	0.19	0.05
		270	460	0.18	0.05
	800	10	210	0.21	0.12
		270	220	0.16	0.16
	1100	10	140	0.23	0.34
		270	180	0.18	0.31
XC38	600	10	730	0.18	0.10
		270	670	0.16	0.10
	800	10	330	0.23	0.15
		270	300	0.12	0.20
	1100	10	160	0.24	0.43
		270	170	0.19	0.34
XC100	600	10	1000	0.17	0.09
		270	1010	0.19	0.08
	800	10	360	0.23	0.12
		270	320	0.11	0.17
	1100	10	120	0.20	0.27
		270	100	0.14	0.23

Tableau n°3.IV.7 : Coefficients de la loi de Norton-Hoff.

IV.4. Vérification des conditions de striction selon les critères de stabilité

A partir de l'équation d'état $\sigma = K \cdot \varepsilon_p^n \cdot \dot{\varepsilon}_p^m$ nous avons comparé les valeurs expérimentales de la déformation critique ε_s , au-delà de laquelle la striction apparaît, avec les critères de stabilité énoncés dans la littérature (Rossard [80] - Hart [81] - Campbell [82]). L'établissement de ces critères a été détaillé dans le premier chapitre.

Dans un premier temps nous développons ces critères en supposant la vitesse de déformation constante. Les résultats obtenus nous conduiront à prendre en compte la vitesse de déformation réelle que nous intégrons dans les modèles de Rossard et Campbell (le critère de Hart ne fait pas intervenir directement la vitesse de déformation, celle ci se retrouvant dans la valeur de m).

IV.4.1. Vitesse de déformation constante

IV.4.1.1. Critère de Rossard

La possibilité de striction ou non dépend du signe de l'expression :

$$R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} - 3\dot{\varepsilon} \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}}$$
(3.7)

R < 0 Striction impossible.

---->

R > 0 Striction possible.

Cette striction apparaît lorsque R s'annule ce qui donne :

$$R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} - 3\dot{\varepsilon} \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}} = 0 \qquad \longrightarrow \varepsilon = \varepsilon_{S}$$
(3.8)

A partir de la loi multiplicative choisie, nous pouvons déterminer les différents termes intervenant dans l'expression de R :

d'où l'équation (3.10) :

$$\sigma\left(1-\frac{n}{\varepsilon_{s}}-3m\right)=0$$
(3.10)

qui permet de déduire la valeur de la déformation critique ϵ_{S} :

$$\varepsilon_{\rm S} = n/(1-3m) \tag{3.11}$$

lorsque $m \ge 1/3$, la striction est impossible. Dans ce cas on dit que la déformation est toujours stable.

IV.4.1.2. Critère de Hart

Le critère de stabilité que nous avons vue précédemment (chapitre 1) s'écrit :

$$\gamma + \mathbf{m} \ge 1 \tag{3.12}$$

ou encore :

$$\frac{1}{\sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \Big|_{\dot{\varepsilon}} + \frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\varepsilon})} \Big|_{\varepsilon} \ge 1$$
(3.13)

avec les expressions (3.14) déduites de la loi multiplicative de type Norton-Hoff :

$$\sigma = K \cdot \varepsilon_{p}^{n} \cdot \dot{\varepsilon}_{p}^{m} \qquad \longrightarrow \qquad \frac{\frac{1}{\sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}}{\frac{\partial ln(\sigma)}{\partial ln(\dot{\varepsilon})}} = m \qquad (3.14)$$

aboutit à l'équation de stabilité (3.15) :

$$\frac{n}{\epsilon_p} \ge (1-m) \tag{3.15}$$

Deux cas peuvent se produire suivant le signe de (1-m) :

* Si (1-m) < 0
$$\Rightarrow \varepsilon_p \ge \frac{n}{1-m}$$

Dans ce cas, n étant positif, l'équation est toujours vérifiée. La striction est impossible, la déformation est toujours stable.

$$\varepsilon_{\rm S} = \infty$$
 (3.16)

* Si (1-m) > 0
$$\Rightarrow \varepsilon_p \le \frac{n}{1-m}$$

Dans ce cas, nous obtenons la déformation critique dès que la valeur de ϵ_p vérifie la condition d'égalité de l'inéquation. L'expression de la déformation maximale à la striction s'écrit donc :

$$\varepsilon_{s} = n/(1-m) \tag{3.17}$$

Ainsi, le critère de Hart stipule que pour $m \ge 1$ la striction est impossible et donc que la déformation est toujours stable.

IV.4.1.3. Critère de Campbell

Le critère de Campbell à vitesse de déformation constante :

$$\sigma \cdot \frac{\partial \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} < \dot{\epsilon}$$
 (3.18)

et la loi multiplicative :

$$\sigma = \mathsf{K}.\varepsilon_p^{\mathsf{n}}.\dot{\varepsilon}_p^{\mathsf{m}} \qquad \xrightarrow{--->} \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} = \frac{\dot{\varepsilon}}{\mathsf{m}\sigma}$$
(3.19)

permettent d'obtenir la condition de stabilité (3.20) :

Dans le cas où la vitesse de déformation est supposée constante, le critère de Campbell ne donne pas d'indication sur la valeur critique de déformation. Il montre simplement que la déformation est stable pour m > 1.

IV.4.1.4. Résultats

					Déforma	tion criti	que : E _S
						= 3	cste
Matériau	Température	Vitesse	n	m	expérience	Rossard	Hart
	(°C)	(°C/s)				n/(1-3m)	n/(1-m)
XC10	600	10	0.19	0.05	0.1495	0.2204	0.1976
		270	0.18	0.05	0.1241	0.2112	0.1871
	800	10	0.21	0.12	0.179	0.3328	0.2429
		270	0.16	0.16	0.1255	0.3076	0.1904
	1100	10	0.23	0.34	0.1555	∞	0.3555
		270	0.18	0.31	0.1296	2.1951	0.2593
XC38	600	10	0.18	0.10	0.1022	0.2568	0.1991
		270	0.16	0.10	0.077	0.2317	0.1825
	800	10	0.23	0.15	0.1663	0.4127	0.267
		270	0.12	0.20	0.0651	0.3	0.15
	1100	10	0.24	0.43	0.175	8	0.423
		270	0.19	0.34	0.1015	∞	0.2968
XC100	600	10	0.17	0.09	0.0932	0.231	0.1848
		270	0.19	0.08	0.068	0.2487	0.2054
	800	10	0.23	0.12	0.1657	0.3513	0.2573
		270	0.11	0.17	0.0636	0.2224	0.1332
	1100	10	0.20	0.27	0.1469	1.01	0.2742
		270	0.14	0.23	0.0948	0.4731	0.184

Tableau n°3.IV.8 : Déformations maximales à la striction obtenues à partirdes critères de stabilité pour une vitesse de déformation constante.

A partir des coefficients d'écrouissage n et de viscosité m, déterminés précédemment, nous avons calculé les déformations critiques à l'aide des critères de

Rossard et Hart décrits ci dessus. On constate, quel que soit le matériau ou le cycle de chauffage, que les valeurs calculées à partir des critères de stabilité sont toujours supérieures aux valeurs obtenues expérimentalement (tableau n°3.IV.8).

IV.4.2. Vitesse de déformation réelle

IV.4.2.1. Critère de Rossard modifié

A partir de l'expression du critère de Rossard :

$$R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} - \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}} \left(3\dot{\varepsilon} + \frac{d\dot{\varepsilon}}{d\varepsilon} \right)$$
(3.21)

sous la forme :

$$R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} - \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\varepsilon}} \left(\frac{2}{l} \frac{dl}{dt} + \frac{d^2 l}{dt^2} / \frac{dl}{dt} \right)$$
(3.22)

de l'expression de la vitesse de déformation déterminée, lors des essais d'écrouissage détaillés précédemment, à partir d'une équation du type:

$$\frac{dI}{dt} = k(I - Io)^{X} - -- > \frac{d^{2}I}{dt^{2}} = k.x.\frac{dI}{dt}(I - Io)^{X-1}$$
(3.23)

où les valeurs de x (tableau n°3.IV.9) représentent les pentes des droites obtenues dans un graphe bilogarithmique (dl/dt - (l-lo)) (figure n°3.IV.26). lo étant la longueur initiale.

	600 °C		800	°C	1100 °C	
	10°C/s	270°C/s	10°C/s	270°C/s	10°C/s	270°C/s
XC10	0.4503	0.3595	0.3364	0.3150	0.2509	0.1981
XC38	0.5202	0.3708	0.3969	0.4282	0.2207	0.1560
XC100	0.8180	0.6826	0.5678	0.4839	0.1394	0.0588

Tableau n°3.IV.9 : Coefficients "x" de la loi dl/dt=k(l-lo)^X



Figure n°3.IV.26 : Exemple de graphe bilogarithmique (dl/dt=f(l-lo)).

et de l'équation (3.9), nous obtenons une nouvelle formule :

$$R = \sigma - \frac{\sigma \cdot n}{\epsilon_{p}} - \frac{\sigma \cdot m}{\epsilon_{p}} \left(\frac{2}{I} k (I - Io)^{X} + k \cdot x \cdot (I - Io)^{X-1} \right)$$
(3.24)

A partir de l'équation de la vitesse de déformation (3.25) :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{I}\frac{dI}{dt} = \frac{k(I-lo)^{X}}{I}$$
(3.25)

et en posant R=0 on obtient l'équation (3.26) où l représente la longueur de l'éprouvette lors de l'apparition de la striction :

$$0 = \sigma \left(1 - \frac{n}{\varepsilon_{s}} - m \left(2 + x \frac{l}{l - lo} \right) \right)$$
(3.26)

En posant :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{1}{\log}\right) \Rightarrow \frac{1}{1-\log} = \frac{1}{1-\exp(-\varepsilon)}$$
(3.27)

et, avec le développement limité d'ordre 2 de l'exponentiel, on obtient :

$$\frac{1}{1-lo} = \frac{1}{1-\left(1-\varepsilon+\left(\varepsilon^2/2\right)\right)} = \frac{2}{2\varepsilon-\varepsilon^2}$$
(3.28)

d'où l'équation (3.26) sous la forme :

$$[2m-1]\varepsilon_{s}^{2} + [-4m+n+2]\varepsilon_{s} - 2[mx+n] = 0$$
(3.29)

Posons A=(2m-1) et discutons suivant le signe du discriminant (3.30) quand A \neq 0 :

$$\Delta = (n+2A)^2 + 8mxA \tag{3.30}$$

* <u>Si ∆<0 :</u>

Il n'y a pas de solution, la striction est donc impossible, on dit que la déformation est toujours stable. Dans ce cas, x étant une valeur positive, A est obligatoirement négatif (m<0.5).

$$\varepsilon_{S=\infty}$$
 (3.31)

* <u>Si ∆=0 :</u>

Il y a une solution double particulière positive (A étant négatif pour les mêmes raisons que précédemment) sous la forme (3.32) :

$$\varepsilon_{\rm S} = 1 - \frac{\rm n}{2\rm A} \tag{3.32}$$

* <u>Si ⊿>0 :</u>

Il y a deux solutions de la forme (3.33) :

$$\epsilon'_{s}, \epsilon''_{s} = \frac{-(n-2A) \pm \sqrt{(n+2A)^{2} + 8mxA}}{2A}$$
 (3.33)

leur signe étant fonction du signe de A :

- A>0 ---> Solutions de signe inverse d'où une solution acceptable :

$$\varepsilon_{s} = \frac{-(n-2A) + \sqrt{(n+2A)^{2} + 8mxA}}{2A}$$
 (3.34)

- A<0 ---> Deux solutions positives où la déformation maximale à la striction correspond à la plus petite racine :

$$\varepsilon_{S} = \frac{-(n-2A) - \sqrt{(n+2A)^{2} + 8mxA}}{2A}$$
 (3.35)

Quand A=0 (m=0.5) nous obtenons une solution particulière (3.36) :

$$\varepsilon_{\rm S} = 2 + \frac{\rm x}{\rm n} \tag{3.36}$$

Ainsi, suivant les coefficients n, m, x (positifs), la déformation maximale à la striction peut évoluer. Les différents résultats sont regroupés dans le tableau n°3.IV.10.

		εs
m<0.5	$x > \frac{-(n+2A)^2}{8mA}$	œ
	$x = \frac{-(n+2A)^2}{8mA}$	$1-\frac{n}{2A}$
	$x < \frac{-(n+2A)^2}{8mA}$	$\frac{-(n-2A)-\sqrt{(n+2A)^2+8mxA}}{2A}$
m=0.5		$2 + \frac{x}{n}$
m>0.5		$\frac{-(n-2A)+\sqrt{(n+2A)^2+8mxA}}{2A}$



IV.4.2.2. Critère de Campbell

le critère de campbell :

$$\frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \varepsilon} + \frac{\sigma}{1+\varepsilon} \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} < \frac{\dot{\varepsilon}}{1+\varepsilon}$$
(3.37)

appliqué à notre loi multiplicative peut s'écrire sous la forme (3.40) à partir des équations (3.38) et (3.39) :

$$\frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \varepsilon} = -\frac{\dot{\varepsilon} * n}{\varepsilon * m}$$
(3.38)

$$\frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} = \frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma * m}$$
(3.39)

$$-\frac{\dot{\varepsilon}^* n}{\varepsilon^* m} + \frac{\sigma}{(1+\varepsilon)} \frac{\dot{\varepsilon}}{(\sigma^* m)} < \frac{\dot{\varepsilon}}{1+\varepsilon}$$
(3.40)

Ou encore :

.

$$\epsilon(1-(n+m)) < n$$
 (3.41)

La condition de stabilité est étudiée suivant le signe de (1-(n+m))

* Si (n+m) > 1
$$\Rightarrow \varepsilon > \frac{n}{1-(n+m)}$$

Dans ce cas, n étant positif, l'équation est toujours vérifiée. La striction est impossible, la déformation est toujours stable.

* Si (n+m) < 1
$$\Rightarrow \varepsilon < \frac{n}{1-(n+m)}$$

Dans ce cas, nous obtenons la déformation critique dès que l'équation n'est plus vérifiée. L'expression de la déformation maximale à la striction s'écrit donc :

$$\varepsilon_{\mathbf{S}} = \frac{\mathbf{n}}{1 - (\mathbf{n} + \mathbf{m})} \tag{3.42}$$
IV.4.2.3. Résultats

On constate dans ce cas ($\dot{\epsilon} \neq$ cste) que les valeurs des déformations critiques obtenues à partir des critères de stabilité sont supérieures aux valeurs expérimentales (tableau n°3.IV.11).

			Déformation critique : ϵ_s		
			έ ≠ cste		
Matériau	Température	Vitesse	expérience	Rossard	Campbell
	(၁ግ)	(°C/s)		modifié	
XC10	600	10	0.1495	0.2361	0.2463
		270	0.1241	0.2229	0.2301
	800	10	0.179	0.3442	0.3208
		270	0.1255	0.3237	0.2353
	1100	10	0.1555	8	0.5516
		270	0.1296	0.7052	0.3501
XC38	600	10	0.1022	0.3018	0.2486
		270	0.077	0.2546	0.2232
	800	10	0.1663	0.6143	0.3643
		270	0.0651	0.3757	0.1764
	1100	10	0.175	8	0.7333
		270	0.1015	0.9436	0.4221
XC100	600	10	0.0932	0.3132	0.2267
		270	0.068	0.3015	0.2585
	800	10	0.1657	0.4072	0.3465
		270	0.0636	0.3102	0.1537
	1100	10	0.1469	0.5408	0.3778
		270	0.0948	0.2953	0.2256

Tableau n°3.IV.11 : Déformations maximales à la striction obtenues à partirdes critères de stabilité pour une vitesse de déformation variable.

IV.4.3. Discussion

Les différences observées entre les valeurs des déformations critiques théoriques (Rossard, Hart et Campbell) et expérimentales sont essentiellement dues aux gradients thermiques.

Bien que nous ayons fait l'hypothèse d'une température constante dans la zone où s'effectue la mesure de la déformation, un gradient thermique est évidemment présent le long de l'éprouvette (figure n°3.IV.27).



Figure n°3.IV.27 : Evolution de la température le long de l'éprouvette (schématique).

Ce gradient est la source de deux types d'erreurs qui peuvent entacher les résultats précédents, à savoir:

- erreur sur la mesure de la déformation

Comme le montre la figure n°3.IV.28, la déformation dans la partie utile n'est pas homogène. Elle est maximale au centre, à l'endroit où l'on mesure la température.

La valeur moyenne mesurée (ϵ_{moy}), à l'aide du capteur de déformation sur la longueur de référence Δ I+Io, est inférieure à la déformation locale au centre.



Figure n°3.IV.28 : Evolution de la déformation le long de l'éprouvette (schématique).

- erreur sur l'état de contrainte

Le gradient thermique engendre une dilatation volumique ($\Delta v/v$) qui est fonction de la température et donc de la distance x (figure n°3.IV.29). Cela induit des contraintes de cisaillement et ainsi nous n'avons pas un champ uniaxial de contrainte (hypothèse de la traction) mais un état bidimensionnel de contraintes dont nous ne prenons en compte que la composante de direction l'axe de l'éprouvette.



Figure n°3.IV.29 : Evolution de la dilatation volumique le long de l'éprouvette (schématique).

V. Ecoulement plastique à haute température, phénomènes de double-striction

Lors de la déformation à chaud la composition chimique et la microstructure, dépendantes du traitement thermique, peuvent conduire à des caractéristiques mécaniques très diverses.

De même, les transformations de phase se produisant pendant la déformation sont des effets supplémentaires intervenant sur les caractéristiques du matériau et sur le comportement à la striction.

De nombreuses études ont permis d'observer l'évolution de la contrainte nécessaire pour l'apparition de la striction en fonction de la température. On peut constater que cette contrainte n'est pas forcément une fonction monotone décroissante de la température. Notamment, dans certaines transformations de phases, on peut observer un accroissement de la contrainte d'écoulement pour des températures plus élevées [58].

Comme ces différences sont souvent faibles, et les résultats généralement issus d'un grand nombre d'essais effectués sur des échantillons différents, on peut se poser un certain nombre de questions telles que:

- Les dimensions des éprouvettes sont-elles toujours constantes ?
- Le traitement thermique initial est-il identique pour tous les échantillons ?
- Les échantillons subissent-ils les mêmes conditions de déformation ?
- Les conditions extérieures sont-elles les mêmes pour tous les essais ?

Dans notre étude, le dispositif de chauffage par conduction employé permet de s'affranchir des différences de conditions expérimentales. L'hétérogénéité thermique le long de l'échantillon, utilisée à bon escient, sera l'atout majeur de la validité des résultats obtenus.

La température évoluant suivant l'axe longitudinal de l'éprouvette (voir chapitre 3 § I), il en est de même pour l'aspect structural et par conséquent du comportement mécanique. Ainsi, il est possible à partir d'une seule pièce d'obtenir des renseignements suffisant quant à la zone de moins bonne déformabilité (ε_p striction plus faible). Celle ci est caractérisée lors d'un essai de traction par l'apparition d'une zone d'étranglement dite striction.

V.1. Conditions expérimentales de la formation de mono, double et triple striction

Les phénomènes de striction, déjà détaillés précédemment, expriment les limites de déformabilité du matériau. Ils apparaissent lorsque localement la consolidation du matériau ne peut plus compenser l'augmentation de la contrainte.

L'hétérogénéité de la température dans nos éprouvettes nous a permis d'observer le phénomène de polystriction. Il est nécessaire qu'en plusieurs points de l'éprouvette l'augmentation de la déformation et de la vitesse de déformation demande un effort plus faible que celui nécessaire pour que la déformation soit répartie uniformément le long de l'échantillon. Cela nécessite une hétérogénéité structurale le long de l'éprouvette qui est obtenue avec le dispositif de chauffage par conduction.

La température, maximale au centre de l'éprouvette, décroît symétriquement jusqu'aux extrémités. Cette symétrie thermique impose des évolutions de microstructures semblables de part et d'autre de l'éprouvette d'où la possibilité d'observer des phénomènes de strictions multiples (2 ou 3).

Pour mieux comprendre ce phénomène prenons un exemple fictif, bien que représentatif de certains matériaux, où l'effort nécessaire à l'apparition de la striction évolue en fonction de la température suivant la figure n°3.V.1.





Supposons que l'éprouvette, chauffée par conduction, a une section constante sur une longueur suffisante permettant une gamme de températures importantes. Lorsque la force correspond à la force nécessaire pour l'apparition de la striction plusieurs situations peuvent se produire suivant la température T° au centre de l'éprouvette (figure n°3.V.2):



Figure n°3.V.2 : Schématisation des zones de striction suivant la température de l'échantillon.

1) $\underline{T^{\circ} \leq T1}$: On observe une réduction de section au centre de la pièce, lieu où la force nécessaire pour la striction est la plus faible.

2) <u>T1<T°<T2</u> : L'évolution thermique le long de l'échantillon et la force maximale à la striction plus faible pour la température T1 entraîne le phénomène de double striction. La distance entre les "étranglements" augmente pour des températures croissantes.

3) $\underline{T^{\circ}=T2}$: La force nécessaire pour l'apparition de la striction, semblable et minimale aux températures T1 et T2, permet d'observer une triple striction.

4) <u>T°>T2</u> : On observe une réduction de section au centre de la pièce, lieu où la force nécessaire pour la striction est la plus faible.

V.2. Corrélation entre Température nominale - Structure de départ - Localisation double striction avec distribution de la température.

Pour des distributions de températures identiques, l'état microstructural de départ peut engendrer des phénomènes de strictions simples ou multiples.

Des essais d'écrouissage réalisés, à hautes températures pour une vitesse de chauffage de 10°C/s, sur le Fer Armco et l'acier XC100 globularisé ont permis de mettre en évidence les phénomènes de polystriction ainsi que les températures des zones d'étranglement. Ces phénomènes n'ont pas été observés sur l'acier XC100 dans l'état perlitique.

V.2.1. Cas du Fer Armco

La figure n°3.V.3 représente la schématisation des zones de striction obtenues lors d'essai d'écrouissage pour différentes températures nominales (température maximale au centre de l'échantillon). Cette étude est réalisée sur la moitié de l'échantillon (distance = 0mm --> milieu de l'échantillon).

On remarque que l'écartement des zones d'étranglement croit avec la température (photo n°52).

L'évolution de la température le long de l'éprouvette permet de constater que les zones de polystriction apparaissent pour une température déterminée et se situant dans un intervalle de température, IT°, compris entre 900°C et 910°C. Cette température semble correspondre à la température de fin de transformation du fer pur α -> γ .

Le fer armco étant composé de 0.02%C, nous n'avons pas une transformation ferrite-austénite instantanée à 910°C. On verra par la suite que celle ci débute à environ 750°C pour se terminer à environ 900°C.



Figure n°3.V.3 : Evolution de la température le long de l'éprouvette, déplacement de la zone de striction suivant la température nominale (température au centre de l'échantillon) : cas du Fer Armco.



Photo n°52 : Echantillons, fer armco, après essais de déformation à différentes températures (mono striction, double striction). Le phénomène de double striction, figure n°3.V.4, est observé pour des températures nominales comprises entre 900°C et 1100°C, on note l'influence de la transformation Ferrite-Austénite sur l'adoucissement du matériau. Quel que soit la température au centre comprise entre 900°C et 1100°C, la striction se produit toujours à l'endroit où la température est sensiblement la même (≈900). La force maximale reste donc constante (palier).



Figure n°3.V.4 : Evolution de la force maximale à la traction en fonction de la température nominale (Fer Armco).



V.2.2. Cas de l'acier XC100 globularisé

Photo n°53 : Echantillons, XC100 globularisés, après essais de déformation à différentes températures (mono striction, double striction, triple striction).

Comme pour le Fer Armco, on remarque, photo n°53, que l'écartement des zones d'étranglement croit avec la température.

L'évolution de la température le long de l'éprouvette permet de constater que les zones de polystriction apparaissent pour une température constante (\approx 735°C) dans un intervalle de température IT° d'environ 10°C (figure n°3.V.5). Cette température semble correspondre à la température de début de transformation Ac₁ : α +Fe₃C-> γ +Fe₃C.



Figure n°3.V.5 : Evolution de la température le long de l'éprouvette, déplacement de la zone de striction suivant la température nominale (température au centre de l'échantillon) : cas de l'acier XC100 globularisé.

Le phénomène de double striction figure n°3.V.6 est observé pour des températures nominales comprises entre 725°C et 850°C qui semblent correspondre aux températures de début et fin de transformation austénitique [101].

Comme pour le fer armco, quel que soit la température nominale (comprise entre Ac₁ et Ac_{cm}), la striction se produit toujours à l'endroit où la température est sensiblement la même (\approx 735°C). La force maximale reste donc constante (palier).



Figure n°3.V.6 : Evolution de la force maximale à la traction en fonction de la température nominale (XC100 globularisé).

V.3. Dureté-microstructure: Corrélation avec localisation de double striction

Dans le paragraphe précédent, nous avons constaté que le phénomène de polystriction s'observait pour une température déterminée, ce qui signifie que nous avons toujours le même état structural au niveau des étranglements lors de double striction.

Afin de confirmer ses résultats et de déterminer la structure correspondante, nous avons effectué un examen microstructural suivant l'axe longitudinal de l'échantillon combiné avec des essais de dureté. Sur les différentes courbes de dureté proposées, la distance de 0 mm représente le centre de l'échantillon où la température est imposée.

V.3.1. Cas du Fer Armco

La transformation $\alpha ->\gamma$ s'effectuant rapidement pour le fer pur, nous observons l'évolution de la zone de striction pour deux vitesses de chauffage (10°C/s et 270°C/s). Pour comparer ces zones de striction, la température de 950°C a été imposée de façon à obtenir le phénomène de polystriction. Ce choix de température permet d'observer, après refroidissement à l'eau, les évolutions de dureté correspondant à différents états structuraux allant du domaine ferritique au domaine austénitique.

V.3.1.1. Cycle thermique : vitesse de chauffage 10°C/s.

On remarque (figures n°3.V.7 et n°3.V.8) que la transformation complète $\alpha \rightarrow \gamma$ aboutit à des valeurs de dureté, après refroidissement à l'eau, relativement basses (100 à 110Hv5) inférieures à celles obtenues sur la structure de base (165Hv5). L'austénitisation favorise l'élimination des défauts observés sur le fer Armco qui a été initialement écroui par laminage.

Sur la figure n°3.V.7, représentant la dureté suivant l'axe longitudinal d'une éprouvette non déformée (0mm= centre de l'échantillon), nous avons indiqué les zones (à partir de l'évolution thermique le long de l'échantillon) correspondant aux différents *domaines présents avant refroidissement*.

1) Domaine α : Dans ce domaine on remarque pour des températures croissantes (distance par rapport au centre de l'éprouvette plus faible) peu d'évolution de la dureté. A ces températures, les effets d'écrouissage dus à la mise en forme (dureté structure de départ =165Hv5) ne sont qu'en partie éliminés par le début du processus d'adoucissement.

2) <u>Domaine $\alpha + \gamma$ </u>: Dans le domaine biphasé $\alpha + \gamma$, l'évolution de la dureté est liée à la recristallisation qui est plus importante pour des températures plus hautes. De ce fait on constate une diminution de la dureté avec la température.

3) Domaine γ : Dans ce domaine on remarque une faible évolution de la dureté tendant vers une valeur minimale lors du passage du domaine $\alpha + \gamma$ au domaine γ .





Sur les éprouvettes qui ont subi une déformation, on observe (figure n°3.V.8), sensiblement, la même évolution de dureté.

L'évolution de la dureté dans la zone de striction est due au gradient de déformation (photos n°54).



Figure n°3.V.8 : Evolution de la dureté le long d'une éprouvette après chauffage à 950°C, déformation et refroidissement à l'eau.

Remarque:

Les photos n°54,55,57,59,61 représentent la structure à coeur, à différents endroits de l'échantillon, sur une coupe longitudinale. Ces lieux sont indiqués (a)....f)) sur les figures donnant l'évolution de la dureté le long des éprouvettes correspondantes.



Photo n°54 : Evolution structurale suivant l'axe longitudinal d'un échantillon Fer Armco (voir figure n°3.V.8).

Chapitre 3 : Ecoulement plastique à haute température

V.3.1.2. Cycle thermique : vitesse de chauffage 270°C/s.

Que le matériau soit déformé (figure n°3.V.10) ou non (figure n°3.V.9), on observe la même évolution que précédemment, les niveaux de dureté sont les mêmes. La température atteinte semble le seul paramètre influençant la dureté. Avec la vitesse de 270°C/s on observe une plage austénitique plus grande, le gradient thermique le long de l'échantillon est fonction de la vitesse de chauffage (voir chapitre 3 § l).

Dans la zone de striction, suite à la recristallisation, il y a un mélange de grains de tailles différentes (photo n°55) et des écarts de dureté importants (figure n°3.V.10).



Figure n°3.V.9 : Evolution de la dureté le long d'une éprouvette après chauffage à 950°C et refroidissement à l'eau.



Figure n°3.V.10 : Evolution de la dureté le long d'une éprouvette après chauffage à 950°C, déformation et refroidissement à l'eau.

Chauffage par conduction électrique - T° nominale : 950°C

(chauffage : 270°C/s - déformation - refroidissement : Eau)



42 µm

Photo n°55 : Evolution structurale suivant l'axe longitudinal d'un échantillon Fer Armco (voir figure n°3.V.10).

Chapitre 3 : Ecoulement plastique à haute température

V.3.2. Cas de l'acier XC100 globularisé

La transformation $\alpha -> \gamma$ est fonction de la vitesse de diffusion du carbone, elle même est dépendante de la forme des carbures. Le ralentissement de la croissance de l'austénite, lorsque les parcours de diffusion du carbone augmentent [102] (structure globulaire), nous conduit à effectuer des essais avec un maintien de la température avant déformation. Le temps choisi (300 secondes) est suffisamment important pour que la transformation soit complète. Ces résultats seront comparés à ceux obtenus sans maintien où la vitesse de chauffage a, dans ce cas, un rôle déterminant.

La vitesse de chauffage (10°C/s) et la température nominale (800°C) sont imposées afin d'observer le phénomène de polystriction.

Après attaque avec une préparation d'alcool et d'acide nitrique (10%) on observe, suivant l'axe longitudinal des échantillons, deux zones bien distinctes. Ces zones sont séparées par une discontinuité microstructurale qui est plus visible après un maintien de 300 secondes à la température (photos n°56 et n°58).

Les micrographies effectuées le long de l'éprouvette montrent que cette discontinuité correspond à l'intersection des domaines α +Fe₃C $\Leftrightarrow \gamma$ +Fe₃C, c'est à dire au point de transformation Ac₁. On observe, après une trempe à l'eau, d'un coté des zones composées principalement de martensite et de cémentite globulaire et de l'autre de ferrite et de cémentite globulaire (photos n°56 et n°58). Ces microstructures expliquent les différences de dureté relativement importantes de part et d'autre de cette discontinuité.

V.3.2.1. Cycle thermique sans maintien de la température.

Les photos n°57a->f montrent une proportion décroissante de martensite ainsi que des particules de cémentite globulaires lorsque l'on se rapproche de la zone de striction. A partir de cette zone d'étranglement, on note l'absence de martensite (pas d'austénite à température d'essai) et on observe une structure homogène dont la dureté est constante.

Les figures n°3.V.11 et n°3.V.12 corroborent bien les microstructures et on observe un palier de macrodureté, au-delà de la zone de striction, correspondant à la microstructure initiale (α +Fe₃C globulaire, chapitre 2 § I.1.3)







Chauffage par conduction électrique - T° nominale : 800°C

(chauffage : 10°C/s - déformation - refroidissement : Eau)



28 µm

Photo n°57 : Evolution structurale suivant l'axe longitudinal d'un échantillon XC100 globularisé (voir figure n°3.V.12).

Chapitre 3 : Ecoulement plastique à haute température



Figure n°3.V.11 : Evolution de la dureté de long d'une éprouvette après chauffage à 800°C et refroidissement à l'eau.





V.3.2.2. Cycle thermique avec maintien de la température.

En l'absence de déformation, on observe (figures n°3.V.13) deux zones bien distinctes, respectivement de 900Hv correspondant à la microstructure martensite + Fe_3C et de 200Hv correspondant à la microstructure initiale. La frontière entre ces deux domaines est parfaitement définie (photo n°58).

Pendant la durée du maintien de 300 secondes, le carbone diffuse dans l'austénite et ainsi, une fois le point critique de transformation Ac₁ dépassé, on obtient une structure austénitique homogène (transformation complète) avec des particules de cémentites globulaires (photo n°58 et 59a).



Figure n°3.V.13 : Evolution de la dureté de long d'une éprouvette après chauffage à 800°C et refroidissement à l'eau.

La déformation, après maintien de 300 secondes à 800°C, entraîne une transition plus douce (figure n°3.V.14). Certains auteurs [11,93] ont observé que la déformation plastique, dans le domaine austénitique, favorise la transformation perlitique.







1cm échantillon non déformé



1cm

échantillon déformé



structure au niveau de la discontinuité microstructurale

Photo n°58 : Evolution structurale suivant l'axe longitudinal d'un échantillon XC100 globularisé, après chauffage à 800°C, maintien 5mn et refroidissement à l'eau. (1: Zone transformée - 2 : Zone non transformée)



Photo n°59 : Evolution structurale suivant l'axe longitudinal d'un échantillon XC100 globularisé (voir figure n°3.V.14).

Chauffage par conduction électrique - T° nominale : 800°C

(chauffage : 10°C/s - maintien 5mn - déformation - refroidissement : Eau)

Chapitre 3 : Ecoulement plastique à haute température

V.3.2.3. Comparaison: structure lamellaire / globulaire.

Avant d'étudier l'acier XC100 globularisé, des essais d'écrouissage ont été réalisés sur un même acier lamellaire (voir chapitre 3 § III) où le phénomène de polystriction n'a pas été observé. Comme pour la structure globulaire, un examen microstructural le long de l'éprouvette ainsi que des essais de dureté ont été effectués afin d'observer l'influence de la structure initiale et ceci pour un cycle thermique identique (800°C - 10°C/s).

Pour l'acier XC100 normalisé (structure initiale perlite lamellaire), on remarque une évolution de la dureté (figure n°3.V.15) semblable à celle obtenue pour une structure globulaire après un temps de maintien (figure n°3.V.13). De même, la transformation Ac₁ est nettement définie (photo n°60).

La cinétique de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ dépend de l'état microstructural initial [10] (chapitre 1 § I.2.4), elle est beaucoup plus rapide dans le cas d'une structure perlitique lamellaire que globulaire. Ainsi, pour obtenir des microstructures semblables après chauffage, il est nécessaire avec une structure initiale globulaire (comparativement à une structure de départ lamellaire) d'effectuer un maintien à la température imposée.



Figure n°3.V.15 : Evolution de la dureté le long d'une éprouvette après chauffage à 800°C et refroidissement à l'eau.

La brièveté des cycles thermiques (chauffage 10°C/s - refroidissement : eau) conduit à des valeurs de dureté (au coeur de l'échantillon) qui sont fortement influencées par la structure initiale. Ainsi, on peut observer (figures n°3.V.13 et n°3.V.15) : - Pour des T°<Ac1 une dureté plus faible avec une structure initiale globulaire.

Juste en dessous de Ac₁, nous observons sur les photos n°61d-e quelques plages martensitiques (dureté > 850μ Hv25) entourées de perlite fine (troostite) qui peuvent provenir du procédé de chauffage employé (zone de surchauffe: chapitre 1 § I.2.3).

- Pour des T°>Ac1 une dureté plus élevée avec une structure initiale globulaire.

La filiation de dureté obtenue, sur un diamètre de la section droite passant par le centre de nos éprouvettes (figure n°3.V.16), est significative de l'évolution structurale. Peu de transformations sont observées à partir d'une structure globulaire (martensite + particules de cémentite). En revanche, avec une structure de départ perlite lamellaire, on obtient en surface une structure martensitique (photo n°60 : 2) alors qu'à coeur la structure est de type martensite + perlite fine (photo n°60 : 1 et photo n°61a->c).

Cette évolution peut être reliée à la trempabilité du matériau qui est fonction de la structure avant refroidissement: taille des grains γ , homogénéisation de l'austénite [94] et dissolution des carbures. C'est la compétition entre ces paramètres qui pourrait expliquer les évolutions observées sur la figure n°3.V.16.



Figure n°3.V.16 : Profil de dureté après trempe sur des éprouvettes de 10mm de diamètre (aciers XC100 lamellaire et globularisé - chauffage : 800°C - vitesse de chauffage : 10°C/s)

Remarque:

On remarque que la position de la discontinuité microstructurale (point Ac₁) est indépendante de la structure initiale (figure n°3.V.11 et n°3.V.15). Albutt et Garber [10] ont fait la même observation (chapitre 1 § l.2.4).





Photo n°60 : Coupe longitudinale d'un échantillon XC100 normalisé (chauffage : 800°C - vitesse de chauffage : 10°C/s - refroidissement eau) 1:Martensite+Perlite fine - 2:Martensite - 3:Perlite lamellaire.

Lorsque l'éprouvette est déformée à une température nominale légèrement supérieure à Ac₁, on observe une confrontation directe entre la structure initiale et la phase γ +Fe₃C (figure n°3.V.17).

Avec une structure de départ lamellaire, on remarque une meilleure résistance à la déformation dans le domaine perlitique comparé à celle dans le domaine γ +Fe₃C. En revanche, avec une structure initiale globulaire, le phénomène de polystriction est dû à une contrainte d'écoulement plus importante dans le domaine γ +Fe₃C comparé à celle dans le domaine α +Fe₃C globulaire juste avant transformation.



Figure n°3.V.17 : Mono ou polystriction, suivant la structure initiale, au voisinage de Ac₁. (XC100 - vitesse de chauffage : 10°C/s - sans maintien) (σm=contrainte maximale à la striction)

Chauffage par conduction électrique - T° nominale : 800°C

(chauffage : 10°C/s - refroidissement : Eau)



28 µm

Photo n°61 : Evolution structurale suivant l'axe longitudinal d'un échantillon XC100 normalisé (voir figure n°3.V.15).

VI. Influence de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ sur les caractéristiques des lois d'écoulement.

VI.1. Application de la méthode double striction dans une étude comparative des lois d'écoulement à chaud.

Nous avons remarqué précédemment que le phénomène de polystriction permet de visualiser, sur un échantillon et pour un essai, l'emplacement de l'instabilité plastique. A partir des connaissances sur l'évolution thermique le long de l'éprouvette, nous pouvons ainsi déterminer la température et les microstructures correspondant à cette zone.

Les essais d'écrouissage, réalisés à des températures nominales où nous observons une double striction, permettent une étude comparative des propriétés plastiques à chaud.

Les courbes Force-déplacement sont limitées par l'apparition d'une zone d'étranglement sur l'éprouvette (figure n°3.VI.1). Nous avons vu précédemment que la polystriction apparaissait à une même température et pour une même microstructure (voir chapitre 3 § V), la charge maximale est donc constante et indépendante de la température nominale.





Remarque:

Compte tenu des modifications structurales apparaissant dans l'intervalle de température T°1 (température de striction) et T°n (température nominale), l'allure des courbes charge-déplacement peut prendre un des aspects représentés sur la figure n°3.VI.2 cas1 ou cas2.

Lors de la polystriction, l'allongement mesuré au centre de l'éprouvette (L2', L3') ne correspond pas à l'allongement maximal avant striction (L2, L3). Cet allongement (L2, L3) peut être soit supérieur soit inférieur à l'allongement dans la zone de striction (L1) qui est constant.



Figure n°3.VI.2 : Cas possibles de l'évolution des courbes force-allongement à partir des allongements mesurés au centre de la pièce.

VI.2. Evolution de σ_y , $\sigma_{maximale}$, n et $\epsilon_{striction}$ en fonction de la température.

Les essais thermo-mécaniques sur le fer armco et l'acier XC100 globularisé ont été réalisés dans les mêmes conditions que précédemment. Ces paramètres expérimentaux sont détaillés dans la partie "procédure expérimentale" (chapitre 2 § I).

Les courbes conventionnelles de traction à chaud (figure n°3.VI.3,6,9) sont limitées au domaine des déformations homogènes.

Les paramètres des lois d'écoulement sont déterminés à partir des courbes de traction rationnelles (figure n°3.VI.4,5,7,8,10).

A: Fer Armco



Figure n°3.VI.3 : Courbes de traction conventionnelles à différentes températures.



Figure n°3.VI.4 : Courbes de traction rationnelles aux températures où la monostriction est observée.





B: XC100 globularisé

L'étude de l'évolution des propriétés plastiques à chaud de l'acier XC100, suivant la température, est réalisée pour les deux cycles thermiques cités précédemment (vitesse de chauffage 10°C/s, temps de maintien 0 seconde ou 300 secondes).



Figure n°:3.VI.6 : Courbes de traction conventionnelles à différentes températures.



Figure n°3.VI.7 : Courbes de traction rationnelles aux températures où la monostriction est observée.



Figure n°3.VI.8 : Courbes de traction rationnelles aux températures où la polystriction est observée.



Figure n°:3.VI.9 : Courbes de traction conventionnelles à différentes températures.



Figure n°3.VI.10 : Courbes de traction rationnelles à différentes températures.

VI.2.1. Corrélation des résultats avec le diagramme Fer Carbone.

VI.2.1.1. Cas du Fer Armco

L'influence de la température nominale sur la déformation maximale au centre de l'éprouvette ε_{pn} , avant apparition de la striction, est présentée sur la figure n°3.VI.11. Les paramètres d'écoulements: limite d'élasticité σ_y , contrainte maximale à la striction σ_m , coefficient d'écrouissage n (obtenu à partir de la loi de Norton-Hoff) sont indiqués respectivement sur les figures n°3.VI.12,14,15.

<u>* Domaine α</u>

Dans le domaine ferritique, la température a peu d'influence sur la ductilité (ϵ_{pn}) du matériau. L'augmentation de la température, qui facilite le mouvement des dislocations, entraîne une diminution de la limite d'élasticité σ_y et de la contrainte maximale à la striction σ_m .

<u>* Domaine α+γ</u>

A 750°C, température correspondant au début de la transformation $\alpha ->\gamma$, on observe un changement important des caractéristiques mécaniques du matériau.

L'apparition de la phase γ entraîne une diminution moins prononcée de σ_y , σ_m (figure n°3.VI.12,14) et une augmentation de ϵ_{pn} (figure n°3.VI.11).



Figure n°3.VI.11 : Déformation ϵ_{on} en fonction de la température (fer armco).



Figure n°3.VI.12 : Limite d'élasticité oy en fonction de la température (fer armco).

Nous avons représenté, en fonction du pourcentage d'austénite et de ferrite, l'évolution de la déformation maximale avant striction ε_{pn} , la contrainte σ_m et le coefficient d'écrouissage n (figure n°3.VI.13).
- La déformation maximale ϵ_{pn} et le coefficient n croissent rapidement au début de la transformation α -> γ puis tend vers une valeur constante à partir d'environ 10% de la transformation.

- La contrainte maximale σ_m diminue rapidement pour se stabiliser à partir d'environ 10% de la transformation.

Le passage $\alpha ->\gamma$ peut générer des défauts [59] (dislocations, lacunes...) pouvant être à l'origine de ces évolutions mécaniques (chapitre 1 § 1.5.2). De plus, ces évolutions sont dépendantes des caractéristiques mécaniques des différentes phases présentes [59,103].



Figure n°3.VI.13 : Evolution de la déformation ε_{pn} de la contrainte maximale σ_m et du coefficient d'écrouissage n en fonction du pourcentage d'austénite et de ferrite (domaine biphasé $\alpha + \gamma$).

<u>* Domaine γ</u>

Lorsque la température de 900°C est dépassée, on observe le phénomène de polystriction. La contrainte d'écoulement dans le domaine biphasé α + γ est inférieure à celle obtenue dans la structure monophasée γ au centre de l'éprouvette où la température est supérieure. Les zones de striction apparaissent, dans le domaine biphasé α + γ ,

symétriquement par rapport au centre de l'éprouvette, où la température est constante et égale à environ 900°C.

- La figure n°3.VI.11 indique que la déformation ε_{pn} passe par un minimum pour une température nominale de 1000°C. Au-delà de 1100°C la phase γ redevient plus douce que le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ et la striction apparaît de nouveau au centre de l'éprouvette.

- La limite d'élasticité σ_y et la contrainte maximale σ_m évoluent peu dans ce domaine (figure n°3.VI.12,14).



Figure n°3.VI.14 : Contrainte maximale σ_m , avant l'apparition d'une striction sur l'éprouvette, en fonction de la température (fer armco).

- Sur la figure n°3.VI.15 indiquant l'évolution du coefficient d'écrouissage en fonction de la température, on note une discontinuité lors du passage ($\alpha ->\gamma$) --> (γ).

Le calcul de n sur un petit intervalle de déformation ($\epsilon_{pn} \approx 0.05$) entraîne une incertitude plus importante que lorsqu'on le calcule sur un intervalle de déformation beaucoup plus grand, en l'absence de polystriction ($\epsilon_{pn} \approx 0.15$). Toutefois, on peut remarquer que la discontinuité se situe entre deux mécanismes de transformation différents.

*T° < 900°C: transformations par germination et croissance.

*T° > 900°C: transformation massive.



Figure n°3.VI.15 : Coefficient d'écrouissage n en fonction de la température (fer armco).

VI.2.1.2. Cas de l'acier XC100 globularisé

L'influence de la température nominale sur la déformation ε_{pn} , avant apparition de la striction, est présentée sur la figure n°3.VI.16. Les paramètres d'écoulement: limite d'élasticité σ_y , contrainte maximale à la striction σ_m , coefficient d'écrouissage n, sont indiqués respectivement sur les figures n°3.VI.17,18,19.

Ces figures présentent les résultats des essais réalisés avec (300 secondes) ou sans maintien de la température avant déformation. Un maintien de 300 secondes ne modifie pas la température du point de transformation Ac_1 ($\sim 735^{\circ}C$), le point de transformation Ac_{CM} s'obtient pour des températures plus basses ($\sim 800^{\circ}C$).

<u>* Domaine_α+Fe₃C</u>

Bien que peu d'essais ont été effectués dans ce domaine, on remarque que les paramètres ε_{pn} , σ_y , σ_m sont indépendants du maintien ou non à température. Ces résultats sont en accord avec les mesures de dureté obtenues à température ambiante (chapitre 3 § V.3) où l'on obtient, quel que soit le temps de maintien dans le domaine α +Fe₃C, la même dureté (figures n°3.V.11 et n°3.V.13).

La faible diminution des paramètres ϵ_{pn} , σ_y , σ_m avec la température peut s'expliquer, comme pour le fer armco, par l'augmentation de la mobilité des dislocations.

<u>* Domaine γ +Fe₃C \rightarrow (polystriction)</u>

A 735°C, température correspondant au début de la transformation α +Fe₃C \rightarrow γ +Fe₃C, on observe une diminution de la déformation maximale avant instabilité ϵ_{pn} (figure n°3.VI.16). Le minimum est atteint à environ 790°C pour les essais sans maintien de la température et environ 750°C pour ceux réalisés avec un maintien de 300 secondes avant déformation. Ces températures correspondent à la fin de la transformation α -> γ qui a lieu pour des températures d'autant plus basses que la durée du maintien est importante.

Lorsque la transformation $\alpha ->\gamma$ est terminée (maintien: 0s -> 790°C, maintien: 300s -> 750°C), on constate une augmentation de la déformation ϵ_{pn} (figure n°3.VI.16) jusqu'à la dissolution totale des particules de cémentite correspondant à la disparition du phénomène de polystriction (maintien 0s -> 850°C, maintien 300s -> 800°C).



Figure n°3.VI.16 :Taux de déformation ϵ_{pn} , avant l'apparition d'une striction sur l'éprouvette, en fonction de la température.

On observe en l'absence de maintien à température que la limite d'élasticité passe par un maximum à 790°C (figure n°3.VI.17).

- De 735°C (Ac₁) à 790°C, l'augmentation de la limite d'élasticité σ_y résulte de l'augmentation de la fraction volumique d'austénite qui est plus dure que la phase α [95].

- De 790°C à 850°C (Ac_{cm}) la diminution de la limite d'élasticité résulte de la dissolution des particules de cémentite.



Figure n°3.VI.17 : Evolution de la limite d'élasticité σ_v en fonction de la température.



Figure n°3.VI.18 : Contrainte maximale σ_m , avant l'apparition d'une striction sur l'éprouvette, en fonction de la température.

<u>* Domaine γ</u>

A ce stade, une augmentation de la température conduit à une structure austénitique plus homogène, plus douce (plus grande mobilité des dislocations) et entraîne

une diminution de la limite d'élasticité (figure n°3.VI.17) et de la contrainte maximale à la striction (figure n°3.VI.18).

Dans le domaine austénitique, quel que soit le cycle de chauffage, on remarque peu d'évolution de ε_{DD} avec la température (figure n°3.VI.16).

L'évolution du coefficient d'écrouissage avec la température (figure n°3.VI.19) est due au processus de recristallisation et à la mobilité des dislocations.



Figure n° 3.VI.19 : Coefficient d'écrouissage n en fonction de la température.

Récapitulatif

Cette étude nous a permis de caractériser le comportement mécanique et métallurgique des aciers hypoeutectoïdes (Fer armco, XC10, XC38) et hypereutectoïdes (XC100) dans des domaines de températures variables et pour des vitesses de chauffage rapides obtenues avec un dispositif de chauffage par conduction. Pour la modélisation du comportement mécanique, nous avons utilisé une loi multiplicative de type Norton Hoff: $\sigma = K \cdot \epsilon_p^n \cdot \hat{\epsilon}_p^m$ où les paramètres de viscosité sont mis en évidence.

• <u>L'étude microstructurale</u> a mis en évidence qu'une *augmentation de la vitesse de chauffage*, à température nominale constante, conduit à différents mécanismes d'évolution. Selon la température nominale on a:

T°=600°C (domaine α +Fe₃C)

- * Augmentation du nombre de dislocations.
 - --> Accentuation des interactions entre dislocations et précipité: diminution de la déformation plastique à la striction.
- * Surchauffe locale des particules de cémentite.
 - --> Accélération de la diffusion du carbone: diminution de la contrainte d'écoulement.

T°=800°C (domaine $\alpha + \gamma$ ou γ +Fe₃C)

- * Transformation perlite-austénite incomplète.
 - --> Fe₃C non dissoute et $\%\gamma$ plus faible: diminution de la déformation plastique à la striction et augmentation de la contrainte d'écoulement.

* Augmentation du nombre de dislocations.

--> Accélération du processus de recristallisation: diminution de la contrainte maximale à la striction et du coefficient d'écrouissage n et augmentation du coefficient de viscosité m.

Ces phénomènes agissent en sens inverse sur la déformation plastique. Dans ce cas, les effets dus à la transformation incomplète de la perlite en austénite prédominent.

T°=1100°C (domaine γ)

* Diminution de la taille des grains γ.

--> Augmentation du nombre de joints de grains: augmentation de la contrainte d'écoulement.

--> Accélération du processus de recristallisation: diminution du coefficient d'écrouissage n.

* Austénite hétérogène (transformation complète mais hétérogénéité de composition).

--> Mouvement des dislocations plus difficile: diminution de la déformation plastique à la striction et du coefficient de viscosité m.

L'étude des lois de comportement donne les valeurs représentées dans le tableau suivant:

		0°C	110	800°C		600°C	
		270°C/s	10°C/s	270°C/s	10°C/s	270°C/s	10°C/s
	XC10	68	65	115	128	280	328
σ _m	XC38	60	64	142	176	322	385
	XC100	48	62	160	198	468	557
	XC10	0.13	0.16	0.12	0.18	0.12	0.15
² pn	XC38	0.10	0.17	0.06	0.17	0.08	0.10
	XC100	0.09	0.15	0.06	0.17	0.07	0.09
	XC10	0.18	0.23	0.16	0.21	0.18	0.19
n	XC38	0.19	0.24	0.12	0.23	0.16	0.18
	XC100	0.14	0.20	0.11	0.23	0.19	0.17
	XC10	0.31	0.34	0.16	0.12	0.05	0.05
m	XC38	0.34	0.43	0.20	0.15	0.10	0.10
	XC100	0.23	0.27	0.17	0.12	0.08	0.09

* Quel que soit la température, on constate une diminution de la contrainte maximale et de la déformation plastique à la striction avec la vitesse de chauffage rapide (270°C/s).
* A 600°C, les coefficients n et m sont indépendant de la vitesse de chauffage alors

qu'aux températures supérieures (800°C-1100°C) ils sont fonction de celle-ci.

Les équivalents temps-température d'austénitisation n'étant pas applicables dans notre cas (chauffage continu), les coefficients d'écrouissage et de viscosité, choisis constant, évoluent durant l'essai. Les critères d'instabilité plastique usuels ne sont pas vérifiés.

• <u>L'étude des phénomènes de polystriction</u> (influence des transformations de phases) a été réalisée sur deux aciers:

- Fer Armco

* La formation de la double striction pendant l'essai de traction se produit à partir de 900°C (Ac₃) jusque 1100°C.

--> Entre 900°C et 1100°C on observe une contrainte d'écoulement plus élevée qu'à 900°C. A 900°C et 1100°C nous avons des structures austénitiques.

* On n'observe pas d'influence de la vitesse de chauffage.

- XC100 globularisé

* La polystriction se produit pour des températures comprises entre 735°C (Ac₁) et 850°C (Ac_{cm}).

--> La structure entre 735°C et 850°C a une contrainte d'écoulement plus élevée qu'à 735°C. A 735°C on a une structure α +Fe₃C globulaire et à 850°C une structure γ . Entre les deux on observe des structures allant de α + γ +Fe₃C globulaire jusque γ +Fe₃C globulaire.

* Les structures lamellaires ne conduisent pas au phénomène de polystriction, par contre avec les structures globulaires on observe ce phénomène

--> Contrairement à la perlite, la cémentite globulaire, à température plus basse, a une contrainte d'écoulement plus faible que l'austénite à température plus haute.

Conclusions générales

Nous avons pu montrer trois points essentiels

-L'influence des vitesses de chauffage sur les caractéristiques mécaniques à chaud d'alliages Fer-Carbone.

Les paramètres d'écoulement plastique σ_p et ϵ_p dépendent de la vitesse de chauffage quel que soit la température imposée (600°C<Ac₁, Ac₁<800°C<Ac₃ ou 1100°C>Ac₃).

-L'influence de la vitesse de chauffage sur les évolutions structurales d'alliage Fer-Carbone.

En plus de la diffusion limitée du carbone et de la dissolution incomplète des particules de cémentite, l'accroissement de la vitesse de chauffage conduit à une accumulation de défauts linéaires (dislocations).

-L'influence de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ sur les propriétés mécaniques du matériau, à partir du phénomène de polystriction.

La contrainte d'écoulement plastique n'est pas une fonction monotone décroissante de la température. Pour le Fer Armco et l'acier XC100 globularisé, la transformation α -> γ conduit à un accroissement de la résistance à la déformation.

En terme de perspectives, afin de préciser les évolutions structurales et les lois de comportement aux vitesses de chauffage intermédiaires, une étude complémentaire, dans l'intervalle des vitesses de chauffage de 10°C/s à 270°C/s, peut être envisagée.

Afin de déterminer les caractéristiques mécaniques, qui n'ont pu être obtenues (déformation et contrainte maximales) aux températures conduisant au phénomène de polystriction, il semble également intéressant d'étudier les lois de comportement à partir d'essais de torsion et de compression où la striction n'apparaît pas.

Références bibliographiques

[1] Y. ADDA, J.M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE. Eléments de métallurgie physique vol 4, diffusion-transformation.. (1991), Paris, Ed: INSTN.

[2] D.A. PORTER, K.E. EASTERLING. Phase transformation in metals and alloys. (1981), Londres, Ed: CHAPMAN & HALL.

[3] V.I. BONDAR', V.YE. DANIL'CHENKO. Influence of $\gamma-\alpha$ transitions on the kinetics of the martensitic transformation in Fe-Ni-C alloys.

Phys. Metals Metall., vol 69, n°6, (1990), pp. 115-119.

[4] L. CHARLES. Etude de l'austénisation en cycle thermique rapide d'aciers perlitiques présentant différents états initiaux.

Th. Doct. : INPL :1992 : 161p.

 [5] D. FARIAS.
 Traitement thermique laser de l'acier XC42 et modélisation des transformations de phases en cycles rapides au chauffage et au refroidissement.
 Th. Doct. : INPL : 1991 : 221p.

[6] D.P. DATTA, A.M. GOKHALE.
Austenitization kinetics of pearlite and ferrite aggregates in o low carbon steel containing 0.15 Wt Pct C.
Metall. Trans. A, vol 12A, mars, (1981), pp. 443-450.

[7] V.M. DANILENKO, V.N. MINAKOV. Simulation of austenite formation kinetics during rapid heating of iron and its alloys. Phys. Metals Metall., vol 47, n°5, (1980), pp. 54-57.

[8] J. ORLICH, A. ROSE, P. WIEST, H.J. PIETRZENIUK. Atlas zür wärmebehandlung der stähle. Zeit Temperatur Austenitisierung Schaubilder MPI - TU Berlin. Band 3 (1973) - Band 4 (1976).

[9] D. FARIAS, S. DENIS, A. SIMON. Les transformations de phases en cycle thermique rapide et leur modélisation. Cas d'un acier XC42. Trait. Therm., n°237, (1990), pp. 63-70.

[10] K.J. ALBUTT, S. GARBER. Effect of heating rate on the elevation of the critical temperatures of low-carbon mild steel. J. Iron Steel Inst., dec, (1966), pp.1217-1222.

[11] H. SCHLICHT. Exposé sur la théorie du chauffage et du refroidissement rapides de l'acier. Trait. therm., n°89, (1974), pp. 63-77.

[12] J. ORLICH. Les processus d'austenitisation au cours de l'échauffement rapide et de l'échauffement par impulsion de l'acier. Trait. therm., n°90, (1974), pp. 69-75. [13] J. PROHASZKA, K.G. MAROTI. Reverse martensitic transformation of ferrite into austenite. Metals Scie. Heat Treat., vol 33, N°7-8, (1991), pp. 478-479.

[14] I.V. LYASOTSKII, D.V. SHTANSKII.

Formation of austenite and the kinetics of cementite dissolution in steels with a recrystallized structure of granular pearlite under laser heating. Phys. Metals Metall., vol 75, n°1, (1993), pp. 77-82.

[15] I.L. YAKOVLEVA, V.M. SCHASTLIVTSEV, T.I. TABATCHIKOVA. Experimental observation of diffusionless formation of austenite in a steel with pearlitic structure upon laser heating. Phys. Metals Metall., vol 76, n°2, (1993), pp. 179-187.

[16] L.F. ALVAREZ, C. GARCIA. Etude des transformations au chauffage continu des aciers inoxydables martensitiques types Cr13 et CrMoV14. Revue Métall., vol 90, n°2, (1993), pp. 245-253.

[17] E. RÄSÄNEN, J. TENKULA. Phase changes in the welded joints of constructional steels. Scand. J. Metall., n°1, (1972), pp.75-80.

[18] K. EASTERLING. Introduction to the physical metallurgy of welding. (1983), London, ed: BMM, pp.

[19] C. QUANTIN, G. METAUER, M. GANTOIS. Transformations de phases des aciers en cycles thermiques rapides. Trait. Therm., n°136, (1979), pp. 36-46.

[20] G. STAHLI. Trempe superficielle à énergie élevée par bombardement d'électrons par haute fréquence ou par impulsions de frottement. Heat Treat. Mat., vol 29, n°1, (1974).

[21] W.B. LI, K.E. EASTERLING, M.F. ASHBY. Laser transformation hardening of steel-II. Hypereutectoïd steels. Acta Metall., vol 34, n°8, (1986), pp. 1533-1543.

[22] A. MULOT, J.P. BADEAU.

Influence de la structure initiale et de la composition chimique sur les caractéristiques des couches durcies obtenues par trempe superficielle, bombardement électronique et laser. Trait. Therm., n°136, (1979), pp. 489-505.

[23] W.N. GRIDNEV, YU. YA. MECHKOV, C.P. OCHKADEROV, N.F. SCHERNENKO. Les bases technologiques des traitements électro-thermique des acier (en russe). (1977), Kiev, ed: NAUKOVA DUMKA, pp 41-48.

[24] N.W. GEWELING. Chauffage rapide par courant électrique (en russe). Nouv. Ind. Metall., n°3, (1940), pp. 43-46. [25] N. NEMOTO. The formation of austenite from mixtures of ferrite and cementite as observed by HVEM. Metall. Trans. A, vol 8A, mars, (1977), pp. 431-437.
[26] M. HILLERT, K. NILSSON, L.E. TÖRNDAHL. Effect of alloying elements on the formation of austenite and dissolution of cementite. J. Iron Steel Inst., janv, (1971), pp.49.
[27] G.T. FORMIN. Phase transformation in carbon steels during high heating rates Metall. Term. Obra. Met., n°8, (1959), pp. 54-55.
[28] R.A. GRANGE. The rapid heat treatment of steel. Metall. Trans., vol 2, Janv, (1971), pp. 65-78.
[29] N.A. NIKISHOV, A.M. SOKOLOV, V.G. UL'YANOV. Influence of heating rate on the alpha -> gamma - transformation critical températures in 40

Kh steel. Metals Scie. Heat Treat., vol 33, N°7-8, (1991), pp. 561-564.

[30] R.A. FARRAR, Z. ZHANG, S.R. BANNISTER, G.S. BARRITTE. The effect of prior austenite grain size on the transformation behaviour of C-Mn-Ni weld metal. J. Mat. Scie., vol 28, n°5, (1993), pp. 1385-1390.

[31] A.N. VERGAZOV, V.V. RYBIN, YU.YA. MESHKOV, V.A. MOSKVINA, T.N. SERDITOVA.

The influence of prior plastic déformation on the plasticity and structure of Armco-Iron. Phys. Metals Metall., vol 69, n°6, (1990), pp. 163-169.

[32] W.C. LESLIE. Iron and its dilute substitutional solid solutions. Metall. Trans., vol 3, janv, (1972), pp. 5-26.

[33] K.W. ANDREWS. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. J. Iron Steel Inst., juil, (1965), pp.721-727.

[34] S.K. JAYASWAL, S.P. GUPTA. Kinetics of ferrite to austenite transformation in a high strength low alloy steel containing Ti and V. Z. Metallkd., vol 83, n°11, (1992), pp. 809-819.

[35] L.F. PORTER, P.C. ROSENTHAL. Effect of applied tensile stress on phase transformation in steel. Acta Metall., vol 7, juil, (1959), pp. 504-514.

[36] C. SERVANT, G. CIZERON. Evolutions structurales d'aciers faiblement alliés au Ni-Cr-Mo au cours de chauffages et de refroidissements effectués à différentes vitesses. Mat. Tech., n°9-10, (1989), pp. 9-18. [37] E. HORNBOGEN, B. SKROTZKI. Fractality and reversibility of ferrous martensite. Steel Resear., vol 63, n°8, (1992), pp. 348-353.

[38] V.G. SEREBRYAKOV, E.I. ESTRIN. On the transformation of austenite to martensite during loading. Phys. Metals Metall., vol 72, n°2, (1991), pp. 147-150.

[39] V.V. SHKATOV, A.P. CHERNYSHEV. The kinetics and mechanism of formation of structureless cementite during the eutectoïd decomposition of austenite in low-carbon steel. Phys. Metals Metall., vol 72, n°4, (1991), pp. 167-172.

[40] V.M. FABER. The transformations of undercooled austenite. Phys. Metals Metall., vol 76, n°2, (1993), pp. 146-156.

[41] W.C. JEONG, D.K. MATLOCK, G. KRAUSS. Observation of deformationand transformation behavior of retained austenite in a 0.14C-1.2Si-1.5Mn steel with ferrite-bainite-austenite structure. Mat. Scie. Eng., vol A165, (1993), pp. 1-8.

 [42] J.J. JONAS, H.J. Mc QUEEN.
 Recovery and recrystallization during high temperature deformation.
 Mise en forme des métaux et alliages - école d'été de VILLARS-SUR-OLLON (SUISSE), (1976), ed: CNRS, pp. 99-143.

[43] H.J. ROVEN, E. NES. The cyclic stress-strain response of a low alloyed steel. Plateau in the css-curve. Scr. Metall, vol 21, n°12, (1987), pp. 1727-1732.

[44] W. ROBERTS. Microstructure evolution and flow stress during hot working Swed. Inst. Met. Res., (1985), pp. 1859-1891.

[45] T. SHEPPARD, P. RICHARDS. Structural and substructural observations during thermomechanical processing of two ferritic stainless steels. J. Mat. Scie., n°22, (1987), pp. 1642-1650.

[46] A.N. BELYAKOV, R.O. KAIBYSHEV. Structural changes in ferritic stainless steel under deformation at 0.5 Tm. Phys. Metals Metall., vol 76, n°2, (1993), pp. 162-167.

[47] V.M. SCHASTLIVTSEV, A.I. UVAROV, Ye.I. ANUFRIYEVA, I.L. YAKOVLEVA, M.S. KHADYYEV, A.A. KRUGLOV. The influence of thermomechanical treatment on the mechanical properties and recrystallization kinetics of slowly cooled marageing steels. Phys. Metals Metall., vol 72, n°2, (1991), pp. 186-193.

[48] O.P. MOROZOV, T.A. POPOVA. Methods of studying transformation - induced recrystallization in steel during heating at specified rates. Zavod. Labo., vol 47, n°12, (1981), pp. 49-52. [49] O.P. MOROZOV.

Mechanisme of $\alpha - \gamma$ transformation-induced recrystallization during heating and austenite stability during cooling. Phys. Metals Metall., vol 77, n°3, (1994), pp. 283-289.

[50] G. GLOVER, C.M. SELLARS. Static recrystallization after hot deformation of α iron. Metall. Trans., vol 3, août, (1972), pp. 2271-2280.

[51] G. PIERSON, G. METAUER, M. GANTOIS. Comportement mécanique et aptitude à la mise en forme des aciers dans le domaine des températures intermédiaires. Revue Métall. : M.E.S., vol 81, n°5, (1984), pp. 239-247.

[52] R. BENSAHA, G. METAUER. Etude par essai de torsion à chaud de l'influence de l'état initial sur les comportements mécanique et métallurgique de l'acier XC42. Revue Métall., vol 91, n°4, (1994), pp. 639-646.

[53] A. QUERALES, J.G. BYRNE. Effects of thermomechanical treatments on the mechanical behavior of eutectoï steel. Metall. Trans. A, vol 11A, fevr, (1980), pp. 255-266.

[54] J.M. WALLBRIDGE, J. GORDON PARR. Effect of rapid heat treating on mechanical properties of low - carbon steel sheet. J. Iron Steel Inst., july, (1967), pp. 750-755.

[55] E. ANDERSON, D. LaW. W. KING, J. SPREADBOROUGH. The relationship between lower yield stress and grain size in armco iron. Trans. TMS-AIME, vol 242, janv, (1968), pp. 115-119.

[56] S.K. RAY, K.G. SAMUEL, S.L. MANNAN, P. RODRIGUEZ. Grain size dependence of saturation déformation behaviour of SS 316 at 1123K. Mat. Scie. Tech., vol 3, n°12, (1987), pp. 1025-1028.

[57] R. BENSAHA, G. METAUER.

Etude de l'influence du cycle de chauffage et de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique à chaud de l'acier 100C6. Revue Métall., vol 91, n°3, (1994), pp. 489-495.

[58] C. ROSSARD, B. FAZAN.

Comportement mécanique et métallurgique des aciers et de certains métaux en cours de déformation à chaud.

Cahier du CESSID, (1968), Metz, ed: Berger-Levrault, pp. 9-32.

[59] F.W. CLINARD, O.D. SHERBY. Strength of iron during allotropic transformation. Acta Metall., vol 12, août, (1964), pp. 911-919.

[60] Ch. LIEBAUT, E. GAUTIER, A. SIMON. Etude rhéologique d'un acier Fe-0.2%C durant sa transformation de phase. Revue Métall. : M.E.S., vol 86, n°10, (1988), pp. 571-579. [61] M. DE JONG, G.W. RATHENAU. Mechanical properties of an iron-carbon alloys during allotropic transformation. Acta Metall., vol 9, août, (1961), pp. 714-720.

[62] M. DE JONG, G.W. RATHENAU. Mechanical properties of iron and some iron alloys while undergoing allotropic transformation. Acta Metall., vol 7, avril, (1959), pp. 246-253.

[63] Y. MAEHARA, T.G. LANGDON. Superplasticity of steels and ferrous alloys. Mat. Scie. Eng., A128, (1990), pp.1-13.

[64] B.P. KASHYAP, K. McTAGGART, K. TANGRI. Study on the substructure evolution and flow behaviour in type 316L stainless steel over the temperature range 21-900°C. Phil. Mag. A, vol 57, n°1, (1988), pp. 97-114.

[65] D. BRUNNER, J. DIEHL.

Temperature and strain-rate dependence of the tensile flow stress of high-purity α -iron below 250K. I. Stress/Température regime III. Phys. Stat. Sol. (a), vol 124, (1991), pp. 455-464.

[66] D. BRUNNER, J. DIEHL.

Temperature and strain-rate dependence of the tensile flow stress of high-purity α -iron below 250K. II. Stress/Temperature regime II and its transitions to regimes I and III. Phys. Stat. Sol. (a), vol 125, (1991), pp. 203-216.

[67] P. DELOBELLE. Synthèse sur le comportement et la modélisation viscoplastique d'un acier inoxydable 17-12 SPH aux températures intermédiaires; 20<T<700°C. Revue Phys. Appl., vol 25, n°10, (1990), pp. 970-990.

[68] D. FRANCOIS, A. PINEAU, A. ZAOUI. Comportement mécanique des matériaux (Viscoplasticité) (1993), Paris, ed: HERMES.

[69] J. LEMAITRE, J.L. CHABOCHE. Mécanique des matériaux solides. (1988), Paris, ed: DUNOD.

[70] E.N. ANDRADE. The viscous flow in metals and allied phenomena. Proc. Roy. Soc., n°A84, (1910).

[71] F.H. NORTON. Creep of steel at high temperatures. (1929),Mc Graw Hill Book Compagny.

[72] F.K.G. ODQVIST. Hardening of plastic materials. Zeits. Angew. Math. Mech., vol 13, (1933), pp. 360-363. [73] P. GERMAIN. Cours de mécanique des milieux continus. (1973), Paris, ed: MASSON.

[74] K. WOZNICA. Lois de comportement du solide élasto-viscoplastique. Cahiers de mécanique, vol 2, (1993), Lille.

[75] J. LEMAITRE.
 Modèles rhéologiques et lois d'écoulement.
 Mise en forme des métaux et alliages, (1975), Paris, ed: CNRS, pp. 145-161.

[76] M. MLIHA TOUATI. Etude des lois de comportement plastique des métaux sous sollicitation uniaxiale ou biaxiale application à l'analyse de la striction et à la détermination des limites de formage des tôles.

Th. Doct. : Univ Poitiers : 1985 : 265p.

[77] J. LEMAITRE.
 Sur la détermination des lois de comportement des matériaux élasto-visco-plastiques.
 Th. Doct. : Fac des Sciences D'orsay - Paris : 1971 : 145p.

[78] Y. ADDA, J.M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE. Eléments de métallurgie physique, vol 5, déformation plastique. (1991), Paris, Ed: INSTN.

[79] A. CONSIDERE. Annales des ponts et chaussées, n°9, (1985).

[80] C. ROSSARD. Formation de la striction dans la déformation à chaud par traction. Revue Métall., mars , (1966), pp. 225-235.

[81] E.W. HART. Théory of the tensile test. Acta Metall., vol 15, n°2, (1967), pp. 351-355.

[82] J.D. CAMPBELL. Plastic instability in rate-dependent materials. J. Mech. Phys. Sol., vol 15, (1967), pp. 359-370.

[83] H. SUEYOSHI, K. SUENAGA, R. TANAKA. Effects of microstructural factors on the tensile properties of hypo-eutectoïd graphitic steels. Trans. Jpn. Inst. Met., vol 26, n°6, (1985), pp. 397-404.

[84] L. CAU, M. JONAS, W. KALUBA, G. MESMACQUE, M. NAIT ABDELAZIZ. Les applications industrielles du chauffage par conduction. Rapport interne, INNOVELECT, Marcq en Baroeul, janv 1993.

[85] C. CRUSSARD. Etude rhéologique du fluage et de l'hystérésis mécanique des matériaux. Th. Doct. : Fac des Sciences - Paris : 1963. [86] M.M. HAQUE, M.S.J. HASHMI, F.B. PICKERING. Effects of strain rate and strain rate history on a medium carbon steel at room température. Mat. Forum, vol 10, n°3, (1987), pp. 214-217.

[87] K. MAEKAWA, T. SHIRAKASHI, E. USUI. Flow stress of low carbon steel a high temperature and strain rate (part 2). Bult. Jpn. Soc. Prec. Eng., vol 17, n°3, (1983), pp.167-172.

[88] J.L. DING, W.N. FINDLEY. On using stress relaxation test to characterize material behavior. J. Appli. Mech., vol 54, n°2, (1987), pp; 346-350.

[89] H. YAMADA, C.Y. LI. Stress relaxation and mechanical equation of state in austenitic stainless steels. Metall. Trans., vol 4, sept, (1973), pp. 2133-2136.

[90] A. SCHRADER, A. ROSE. De Ferri Metallographia, vol 2, Structure of Steels. (1966), Düsseldorf, Ed: Verlag Stahleisen m. b. H.

[91] H. WAGENBLAST, R.C. GLENN. Dislocation production in alpha Fe-C alloys by rapid heating. Metall. Trans., vol 1, août, (1970), pp.2299-2304.

[92] P. VERNUSSE, F. MONTHEILLET. Etude théorique de la rhéologie à chaud d'alliages à deux phases ductiles. Revue Métall. : M.E.S., vol 89, n°2, (1992), pp. 83-91.

[93] J.M. ROLAND, X. QUILLARD. Modification des cinétiques de transformation de divers aciers par déformation préalable. Revue Métall. : M.E.S., vol 88, n°3, (1991), pp. 159-168.

[94] J. BARRALIS, G. MAEDER. Metallurgie Tome 2, alliages ferreux. (1983), Paris, Ed: CA.

[95] R. BENSAHA. Comportement thermomécanique d'aciers hypoeutectoïdes et hypereutectoïdes dans le domaine de températures intermédiaires: influence de l'état initial. Th. Doct. : INPL Nancy : 1987 : 154p.

[96] G. SAINFORT. Le rôle des joints dans les métaux. Ecole d'été de Métallurgie Physique, Carry-Le-Rouet, (1984).

[97] H. PARUZ, D.V. EDMONDS. The strain hardening behaviour of dual-phase steel. Mat. Scie. Eng., A117, (1989), pp.67-74.

[98] M. DUNAND, C. LEVAILLANT, F. MONTHEILLET. Comportement des aciers à mi-chaud. Phys. Méc. de la mise en forme - école d'été d'OLERON, (1990), ed: CNRS, pp. 275-293. [99] A.A. MAZHAR, E.A. KHOKHAR, A.Q. KHAN. Effect of strain rate on tensile deformation and fracture behaviour of 18% Ni 300 maraging steel sheet. Mat. Scie. Tech., vol 4, n°6, (1988), pp. 535-539.

[100] G. RAI, N.J. GRANT. On the measurements of superplasticity in an Al-Cu alloy. Metall. Trans. A, vol 6A, fevr, (1975), pp.385-390.

[101] W.J. KALUBA, L. CAU, G. MESMACQUE. On the formation of double zones of necking during hot tensile tests. Steel Resear., vol 64, n°6, (1993), pp.313-316.

[102] C. QUANTIN. Contribution à l'étude des transformations de phases des aciers au carbone au cours de cycles thermiques rapides - Application à la trempe superficielle. Th. Doct. : Nancy I : 1979 : 95p.

[103] O.D. SHERBY, J.L. LYTTON. Trans. AIME, vol 206, (1956), pp.928.

Annexes

Annexe 1

Lois de comportement viscoplastique à écrouissage isotrope

La détermination de lois viscoplastiques à écrouissage isotrope peut se faire à partir des principes fondamentaux de la thermodynamique. Ces relations peuvent être décrites à l'aide du potentiel énergie libre spécifique Ψ (A₁) dépendant de la déformation élastique ε_e et de la température T ainsi que de la variable scalaire r indiquant l'état actuel d'écrouissage.

$$\Psi = \Psi(\varepsilon_e, T, r) \tag{A1}$$

Les variables thermodynamiques associées à la déformation élastique et à la température sont respectivement la contrainte σ et l'entropie S, elles sont déterminées à partir de l'inégalité de Clausius-Duhem. Inégalité déduite du second principe de la thermodynamique (A₂) stipulant que le taux de production d'entropie est toujours supérieur ou égal au taux de chaleur reçue divisé par la température.

r représente la densité volumique de production interne de chaleur à distance, \vec{q} est le vecteur courant de chaleur, \vec{n} est la normale extérieure à ∂D et ρ la masse volumique.

$$\frac{dS}{dt} \ge \int_{D} \frac{r}{T} dV - \int_{\partial D} \frac{\vec{q} \cdot \vec{n}}{T} dS$$
(A2)

Cette inégalité est vérifiée quel que soit le domaine D. L'entropie S représente une variation d'énergie associée à une variation de température. s est appelé densité d'entropie spécifique.

$$S = \int_{D} \rho s. dV \tag{A3}$$

L'expression (A₃) et le théorème de la divergence (A₄) :

$$\int_{\partial D} \vec{q} \cdot \vec{n} \cdot dS = \int_{D} div \vec{q} \cdot dV \tag{A4}$$

permettent une nouvelle écriture de l'inégalité sous la forme :

$$\int_{D} \left(\rho \frac{ds}{dt} + div \frac{\bar{q}}{T} - \frac{r}{T} \right) dV \ge 0$$
(A5)

Comme cette inégalité est vérifiée quel que soit le domaine D on a:

$$\rho \frac{ds}{dt} + div \frac{\vec{q}}{T} - \frac{r}{T} \ge 0 \tag{A_6}$$

Le premier principe de la thermodynamique, principe de conservation de l'énergie (A₇) où D représente le tenseur des taux de déformations, e l'énergie interne spécifique et σ le tenseur des contraintes de Cauchy:

$$\rho \frac{de}{dt} = \sigma \otimes D + r - div\vec{q} \tag{A7}$$

(\otimes représente le produit tensoriel contracté sur deux indices.)

aboutie à l'inégalité fondamentale suivante:

$$\rho \frac{ds}{dt} + div \frac{\vec{q}}{T} - \frac{1}{T} \left(\rho \frac{de}{dt} - \sigma \otimes D + div \vec{q} \right) \ge 0 \tag{A8}$$

qui, multiplié par T>0, et en posant:

$$div\left(\frac{\vec{q}}{T}\right) = \frac{div\vec{q}}{T} - \frac{\vec{q} \cdot \vec{gradT}}{T^2}$$
(A9)

donne l'expression:

$$\rho \left(T \frac{ds}{dt} - \frac{de}{dt} \right) + \sigma \otimes D - \bar{q} \cdot \frac{\overrightarrow{gradT}}{T} \ge \mathbf{0}$$
(A10)

L'énergie libre spécifique Ψ définie par Ψ =e-Ts sous la forme (A₁₁) et l'équation (A₁₀) donne l'inégalité appelée inégalité de Clausius-Duhem (A₁₂) (A₁₃).

$$\frac{d\Psi}{dt} = \frac{de}{dt} - T\frac{ds}{dt} - s\frac{dT}{dt} \Longrightarrow T\frac{ds}{dt} - \frac{de}{dt} = -\left(\frac{d\Psi}{dt} + s\frac{dT}{dt}\right) \tag{A11}$$

$$\sigma \otimes D - \rho \left(\frac{d\Psi}{dt} + s \frac{dT}{dt} \right) - \bar{q} \cdot \frac{\overrightarrow{gradT}}{T} \ge \mathbf{0}$$
(A12)

Dans le cas de petites transformations, on peut confondre les variables d'Euler et les variables de Lagrange, soit ε = tenseur de déformation = $\int_0^t Ddt$ ou $\dot{\varepsilon} = D$, ainsi on obtient une nouvelle écriture de l'expression:

$$\sigma \otimes \dot{\varepsilon} - \rho (\dot{\Psi} + s\dot{T}) - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{gradT}}{T} \ge 0$$

$$(\dot{x} = \frac{dx}{dt})$$
(A13)

Afin de déterminer les variables contrainte et entropie il suffit d'injecter le terme suivant (A14) dans l'inégalité de Clausius-Duhem.

$$\dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon_e} \otimes \dot{\varepsilon}_e + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial r} \dot{r}$$
(A14)

ce qui permet d'aboutir, avec la partition de déformation $\mathcal{E}=\mathcal{E}_{e}+\mathcal{E}_{p}$ où \mathcal{E}_{e} est le tenseur des déformations élastiques et \mathcal{E}_{p} celui des déformations plastiques, à l'équation suivante:

$$\left(\sigma - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon_e}\right) \otimes \dot{\varepsilon}_e + \sigma \otimes \dot{\varepsilon}_p - \rho \left(s + \frac{\partial \Psi}{\partial T}\right) \dot{T}$$

$$-\rho \frac{\partial \Psi}{\partial r} \dot{r} - \frac{\vec{q}}{T} \cdot \overrightarrow{gradT} \ge 0$$
(A15)

Une hypothèse classique consiste à dire que la transformation élastique s'effectue à température constante et uniforme ne modifiant ni la déformation plastique ni les variables internes ($\dot{T} = 0, \vec{g}radT = 0, \dot{\varepsilon}_p = 0, \dot{r} = 0$). L'inégalité devant être vérifiée quel que soit $\dot{\varepsilon}_e$.

$$\Rightarrow \sigma - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon_e} = 0 \tag{A16}$$

La transformation due aux effets thermiques de la dilatation supposée telle que $(\dot{\varepsilon}_p = 0, \dot{r} = 0, gradT = 0)$, aboutie à l'équation (A₁₇):

$$s + \frac{\partial \Psi}{\partial T} = 0 \tag{A_{17}}$$

Ainsi sont déterminées les lois de thermoélasticité (A18-A19) :

$$\sigma = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon_e} \tag{A18}$$

$$s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} \tag{A19}$$

La contrainte σ et l'entropie s sont respectivement les variables thermodynamiques associées à la déformation élastique et la température. Par analogie la variable force thermodynamique R, représentant la dimension actuelle du domaine d'élasticité, associée à la variable interne r est déterminée (A₂₀) :

$$R = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial r} \tag{A}{20}$$

Pour décrire la variable scalaire d'écrouissage isotrope r, la déformation plastique cumulée est utilisée comme cas particulier dans le cas où les effets de restauration sont négligés. Désignée par la lettre p, sa définition est:

$$p = \int_0^t \left(\frac{2}{3}\dot{\varepsilon}_p(\tau)\otimes\dot{\varepsilon}_p(\tau)\right)^{\frac{1}{2}}d\tau \tag{A}_{21}$$

Le potentiel énergie libre spécifique Ψ est décomposé en deux parties permettant de séparer le comportement élastique et l'écrouissage.

$$\Psi = \Psi_e(\varepsilon_e, T) + \Psi_p(r, T) \tag{A22}$$

Le potentiel thermodynamique de l'énergie libre spécifique Ψ permet d'obtenir une relation entre les variables observables et leurs variables associées. Pour les variables internes, la définition de leurs variables associées s'obtient à partir du processus de dissipation \varnothing obtenue en tenant compte des lois d'état (A₁₈) (A₁₉) (A₂₀) dans l'inégalité de Clausius-Duhem (A₁₅), dissipation décomposée en une dissipation intrinsèque volumique \varnothing 1 et une dissipation thermique volumique \varnothing 2 (A₂₃).

$$\emptyset = \sigma \otimes \dot{\varepsilon}_p - R.\dot{r} - \left(\frac{1}{T}\right) \vec{q} \ \overrightarrow{gradT} \ge \mathbf{0} \tag{A23}$$

avec:

$$\emptyset \mathbf{1} = \sigma \otimes \dot{\varepsilon}_p - R.\dot{r}$$
$$\emptyset \mathbf{2} = -\left(\frac{1}{T}\right) \vec{q} \overrightarrow{gradT}$$

Pour décrire des lois complémentaires, sous la forme de l'évolution des variables flux $\dot{\varepsilon}, \dot{r}$, en fonction des variables duales σ , R, relatives aux processus dissipatifs, nous considérons l'existence d'un pseudo-potentiel de dissipation noté ϕ^* qui est une formulation duale du potentiel de dissipation $\varphi(\dot{\varepsilon}_p, \dot{r}; T, r)$.

$$\varphi^* = \varphi^*(\sigma, R; T, r) \tag{A24}$$

Les variables d'état, T, r, jouent le rôle de paramètres. Les lois complémentaires, grâce aux propriétés de normalité et la dérivabilité du potentiel de dissipation, s'écrivent:

$$\dot{\varepsilon}_P = \frac{\partial \varphi^*}{\partial \sigma}$$

$$\dot{r} = -\frac{\partial \varphi^*}{\partial R}$$
(A₂₅)

Ce qui permet d'écrire la dissipation intrinsèque Ø1 de la façon suivante:

$$\emptyset \mathbf{1} = \sigma \otimes \frac{\partial \varphi^*}{\partial \sigma} + R \frac{\partial \varphi^*}{\partial R}$$
(A₂₆)

Lors de phénomènes viscoplastiques il est courant de faire apparaître les effets de restauration dans le potentiel de dissipation (Ω p:potentiel d'écoulement; Ω r:potentiel de restauration).

$$\varphi^* = \Omega = \Omega p + \Omega r \tag{A27}$$

Pour les matériaux métalliques nous avons les hypothèses d'incompressibilité et d'isotropie qui permettent d'écrire la contrainte uniquement en fonction des invariants J2 et J3 du déviateur du tenseur des contraintes.

$$\Omega = \Omega(J_2(\sigma), J_3(\sigma), R; T, r) \tag{A28}$$

Une simplification supplémentaire consiste à négliger le troisième invariant (critère de Von Mises).

$$\Omega = \Omega(\sigma_{eq}, R; T, r) \tag{A29}$$

avec:

.

$$\sigma_{eq} = J_2(\sigma) = \left(\frac{3}{2}\sigma' \otimes \sigma'\right)^{\frac{1}{2}} \qquad (\sigma' = déviateur de \sigma)$$
$$\sigma' = \sigma - \frac{1}{3}Tr(\sigma) = \sigma_{ij} - \frac{1}{3}\sigma_{kk}\delta_{ij}$$

Il est possible d'exprimer le potentiel de dissipation en fonction de σeq-R-k où k représente la limite d'élasticité du matériau.

$$\Omega = \Omega \Big(\sigma_{eq} - R - k; T, r \Big) \tag{A_{30}}$$

Le potentiel de dissipation s'écrit donc:

$$\varphi^* = \Omega = \Omega p \Big(\sigma_{eq} - R - k; T, r \Big) + \Omega r(R; T)$$
(A₃₁)

Ce qui donne d'après la loi de normalité:

$$\begin{split} \dot{\varepsilon}_{p} &= \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma} = \frac{\partial \Omega p}{\partial J} \frac{\partial J}{\partial \sigma} = \frac{\partial \Omega p}{\partial \sigma_{eq}} \frac{\partial \sigma_{eq}}{\partial \sigma} \\ \dot{\varepsilon}_{p} &= \frac{3}{2} \frac{\partial \Omega p}{\partial \sigma_{eq}} \frac{\sigma'}{\sigma_{eq}} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\sigma'}{\sigma_{eq}} \end{split}$$
(A32)

$$\dot{r} = -\frac{\partial\Omega}{\partial R} = \frac{\partial\Omega p}{\partial\sigma_{eq}} - \frac{\partial\Omega r}{\partial R} = \dot{p} - \frac{\partial\Omega r}{\partial R}$$
(A33)

avec: $\dot{p} = \left(\frac{2}{3}\dot{\varepsilon}_p \otimes \dot{\varepsilon}_p\right)^{\frac{1}{2}}$ = invariant de la vitesse de déformation plastique.

Ainsi, on peut déterminer les différents potentiels et décrire l'évolution complète des lois viscoplastiques avec écrouissage isotrope et restauration. Nous observons que le paramètre r fait apparaître clairement l'écrouissage et l'effet de restauration si bien entendue il y a effet de restauration.

Pour expliquer les phénomènes viscoplastiques à écrouissage isotrope sans effet de restauration, actuellement deux méthodes sont employées:

- Lois d'écrouissage-viscosité additives.

Avec la méthode additive, la variable interne r n'est pas exprimée dans le potentiel Ω p et il est courant d'écrire ce potentiel sous la forme d'une fonction de puissance.

$$\Omega p = \frac{K}{N+1} \left[\frac{\sigma_{eq} - R - k}{K} \right]^{N+1}$$
(A34)

D'où, d'après les lois de normalité

$$\dot{\varepsilon}_p = \frac{3}{2}\dot{p}\frac{\sigma'}{\sigma_{eq}} \tag{A_{35}}$$

avec $\dot{p} = \dot{r} = -\frac{\partial \Omega}{\partial R} = \left[\frac{\sigma_{eq} - R - k}{K}\right]^N$ cas où la restauration est négligée.

Dans le cas additif, la variable d'écrouissage R dépend de la déformation viscoplastique cumulée. Afin que la courbe d'écrouissage et de fluage primaire soit proche, il faut trouver une relation adéquate entre R et p. Une solution couramment employée consiste à utiliser une loi faisant intervenir un terme linéaire.

$$R = Q[1 - \exp(-bp)] \tag{A_{36}}$$

Comme $R = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial p}$ nous obtenons une expression de l'énergie libre sous la forme:

$$\rho \Psi p = Q \left[p + \frac{1}{b} \exp(-bp) - \frac{1}{b} \right]$$
(A37)

- Lois d'écrouissage-viscosité multiplicatives.

Pour les lois avec écrouissage multiplicatif on utilise la propriété de conservation de la vitesse d'écoulement constante sous contrainte constante (fluage secondaire) et, dès que celle ci est non nulle le domaine d'élasticité et réduit à un point. De plus, il est possible de représenter le durcissement en jouant sur l'espacement des équipotentielles. C'est-àdire en faisant intervenir une variable d'écrouissage dans l'expression de la vitesse de déformation viscoplastique.

Dans ce type de lois, la variable r (p dans le cas où la restauration est négligée) est employé sous forme de paramètre et nous supposons le potentiel de dissipation sous la forme.

$$\begin{split} \Omega &= \Omega p \Big(\sigma_{eq} - R - k + h'(p) \Big). \, \xi(p) \\ \Psi &= \Psi e + \Psi p; \end{split} \tag{A_{38}} \\ \rho \frac{\partial \Psi}{\partial p} &= h'(p); \end{split}$$

Ce qui nous donne comme expression de l'énergie libre

$$\rho \Psi = \rho \Psi e + h(p) \tag{A39}$$

Pour Ωp et ξp il est courant de choisir des fonctions puissances ce qui permet d'aboutir à l'expression du potentiel de dissipation:

$$\Omega = \frac{K}{N+1} \left[\frac{\sigma_{eq} - R - k + h'(p)}{K} \right]^{N+1} p^{\gamma}$$
(A40)

Nous obtenons pour vitesse de déformation:

$$\begin{split} \dot{\varepsilon}_{p} &= \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\sigma'}{\sigma_{eq}} \end{split} \tag{A41}$$

$$A \text{vec } \dot{p} &= -\frac{\partial \Omega}{\partial R} = \left[\frac{\sigma_{eq} - R - k + h'(p)}{K} \right]^{N} \cdot p^{\gamma}$$

$$R &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial p} = h'(p) \qquad \text{D'où} \qquad \dot{p} = \left[\frac{\sigma_{eq} - k}{K} \right]^{N} \cdot p^{\gamma}$$

L'écrouissage ayant pour effet la diminution de la vitesse d'écoulement, la valeur de γ sera donc toujours négative.

Annexe 2

Capteur de déformation: système de renvoi.

Le capteur est éloigné de la source de chaleur (pièce chauffée) par l'intermédiaire de tiges de rappel en silice de longueur 100 mm et de diamètre 6mm. Elles sont adaptées sur le corps du capteur par les pièces 1 et 2.



Figure n°A.2.1: Dispositif d'installation - capteur déformation.

Afin de permettre la liberté de déplacement des tiges en contact sur l'éprouvette, le corps doit être guidé en translation suivant l'axe d'application des efforts.



Figure n°A.2.2: Ensemble de guidage.



Figure n°A.2.3: Support de barre (4-5); Pièce de maintien du corps (3).

Annexe 3

Prise en compte des fuites hydrauliques du dispositif de traction

Une bonne interprétation des essais de relaxation implique la prise en compte de la chute de force engendrée par les fuites hydrauliques du dispositif expérimental. Pour cela, des essais de traction à froid sont effectués dans le domaine élastique, un effort est imposé puis nous relaxons la pièce. N'ayant pas de déformation plastique, la chute de force devrait être inexistante donc celle que nous observons (figure n°A.3.1) est imputable au circuit hydraulique.



Figure A.3.1: Allure schématisée des chutes de force dues aux fuites hydrauliques F=f(t) pour Fo variables.

D'après les différentes courbes obtenues F= f(t), pour des charges initiales croissantes Fo_i, il est possible de représenter les essais par une loi logarithmique de la

forme F(t)= a*ln(t) + K. Suivant la charge appliquée à l'instant t=0, nous avons déterminé les coefficients de cette équation, ceux ci sont regroupés dans le tableau A.3.1.

Force appliquée	1792	2769	3232	4453	5800	13132	18882
Origine K	1810	2780	3297	4647	6035	13315	18753
Pente a	-24.5	-41.3	-58	-115.8	-138.7	-261.6	-194.6

Force appliquée	24326	28550	34226	35728	38425	41611
Origine K	24560	28827	34363	35763	38763	41990
Pente a	-265.2	-378.4	-349.8	-418.6	-480.4	-509

Tableau A.3.1: Exemples de résultats issus d'essais de relaxation.

Il est intéressant pour des raisons de commodité d'exprimer les pentes ainsi que l'origine des droites F(t)= a*ln(t) + K en fonction des forces Fo_j. D'après les graphes a=f(Fo) (figure A.3.2) et K=f(Fo) (figure A.3.3) nous obtenons une bonne régression linéaire et ainsi pouvons déterminer l'équation reliant ces différents paramètres.



Figure A.3.2: Evolution du coefficient "a" en fonction de la force initiale.



Figure A.3.3: Evolution du coefficient "K" en fonction de la force initiale.

Nous obtenons ainsi les équations F(i), fonction de la charge initiale appliquée, correspondant aux fuites hydrauliques engendrées par le dispositif.

\rightarrow F(i)= (b"+a"Fo_i)+ (b' + a'Fo_i) ln(t)

avec:	a' = -1.08 E-2	b' = -38.652
	a"=+1.005	b"=+46.71

Si nous appliquons un taux de déformation plastique, pour déterminer l'équation des pertes hydrauliques il suffit à partir des essais de relaxation effectués à différentes températures de relever les valeurs des charges initiales. Connaissant ces valeurs, nous pouvons facilement déterminer les équations des fuites hydrauliques correspondant à chaque essai et de ce fait en déduire l'équation due seulement aux effets de la relaxation de l'éprouvette (figure A.3.4).



Figure A.3.4: Représentation schématisée du calcul de la courbe de relaxation.

