

50376
1995
79

Jan 20103772
n° d'ordre :

50376
1995
79

THESE
présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le titre de docteur de l'université

spécialité: science des matériaux

par

PASCAL DESHAYES



CONSEQUENCES DU REFROIDISSEMENT
ACCELERE DOUX APRES LAMINAGE CONTROLE
SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES
MECANIQUES D'ACIERS A 0,1% DE CARBONE

Soutenu le 24 janvier 1995 devant la commission d'examen:

| | | |
|---------------------|-------------|--------------------------|
| Président: | J. FOCT | UST Lille |
| Directeur de thèse: | R. TAILLARD | UST Lille |
| Rapporteurs: | S. MARYA | Ecole Centrale de Nantes |
| | A. SIMON | Ecole des Mines de Nancy |
| Examineurs: | C. PERDRIX | SOLLAC-Dunkerque |
| | F. SAUVAGE | SOLLAC-Dunkerque |

SOMMAIRE

| | <u>Pages</u> |
|--|--------------|
| INTRODUCTION | 1 |
| | |
| CHAPITRE I: LES TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE | 3 |
| I.1) INTRODUCTION | 5 |
| I.2) EVOLUTION DES FILIERES DE PRODUCTION | 5 |
| I.2.1) Le traitement de normalisation | 5 |
| I.2.2) Le laminage normalisant | 7 |
| I.2.3) Le laminage à température contrôlée | 7 |
| I.2.3.1) <u>Bases métallurgiques du laminage contrôlé</u> | 8 |
| I.2.3.2) <u>Rôle du niobium dans le cadre du laminage contrôlé</u> | 11 |
| I.2.3.2.a) <i>Accélération de la précipitation par écrouissage</i> | 11 |
| I.2.3.2.b) <i>Retard à la recristallisation de l'austénite</i> | 13 |
| I.2.3.2.c) <i>Effet de l'écrouissage de l'austénite sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$</i> | 16 |
| I.2.3.2.c.α) <u>Accélération de la cinétique de transformation</u> | 18 |
| I.2.3.2.c.β) <u>Augmentation de la température de transformation</u> | 22 |
| I.2.4) La trempe et le revenu | 24 |
| I.2.5) Refroidissement accéléré doux après laminage | 25 |
| I.2.5.1) <u>Les paramètres du refroidissement accéléré</u> | 26 |
| I.2.5.2) <u>Variations des propriétés mécaniques et de la microstructure avec les conditions de refroidissement</u> | 26 |

| | |
|--|-----------|
| I.2.5.2.a) Effet de la température de début de refroidissement | 26 |
| I.2.5.2.b) Effet de la vitesse de refroidissement | 26 |
| I.2.5.2.c) Effet de la température de fin de refroidissement | 27 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I | 31 |
| | |
| CHAPITRE II: | |
| MATERIAUX ET PROCEDURES | |
| EXPERIMENTALES | 37 |
| | |
| II.1) PLAN D'EXPERIENCE | 39 |
| II.1.1) Composition chimique | 39 |
| II.1.2) Traitements thermomécaniques | 39 |
| II.1.2.1) <u>Simulations de laminage</u> | 41 |
| II.1.2.1.a) Température d'austénitisation | 41 |
| II.1.2.1.b) Température de fin de laminage TFL | 45 |
| II.1.2.1.c) Température d'arrêt de la première phase $T\Phi_1$ | 47 |
| II.1.2.1.d) Température de reprise de la seconde phase $T_2\Phi$ | 47 |
| II.1.2.2) <u>Simulations de refroidissement accéléré</u> | 49 |
| II.1.2.3) <u>Enregistrements temps-température</u> | 49 |
| | |
| II.2) CARACTERISATION MECANIQUE | 50 |
| II.2.1) Schéma de prélèvement des éprouvettes | 51 |
| II.2.2) Essais de traction | 51 |
| II.2.3) Essais de résilience | 52 |
| II.2.4) Essais de microdureté | 52 |
| | |
| II.3) CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE | 52 |
| II.3.1) Microscopie optique et analyse d'image | 52 |
| II.3.2) Microscopie électronique à balayage | 54 |

| | |
|--|----|
| II.3.3) Microsonde électronique de Castaing | 54 |
| II.3.4) Microscopie électronique en transmission | 54 |
| II.3.5) Diffractométrie des rayons X | 56 |
| II.3.6) Spectrométrie Mössbauer | 57 |
| II.3.7) Extraction chimique de phases | 57 |
| II.3.8) Dilatométrie | 57 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II | 59 |

CHAPITRE III:

OXYDATION DES TOLES. CONSEQUENCES SUR LE REFROIDISSEMENT

| | |
|---|----|
| III.1) INTRODUCTION | 63 |
| III.2) ECHANGES DE CHALEUR AVEC LE MILIEU DE REFROIDISSEMENT | 64 |
| III.2.1) La caléfaction | 65 |
| III.2.2) L'ébullition | 65 |
| III.2.3) La convection | 66 |
| III.2.4) Température de remouillage | 66 |
| III.3) TEMPERATURE DE REMOILLAGE AU COEUR DES TOLES | 67 |
| III.4) NATURE DES COUCHES D'OXYDES | 70 |
| III.5) ASPECT DE LA CALAMINE AU COURS DES SIMULATIONS | 72 |
| III.5.1) Lopins bruts de pré laminage | 72 |
| III.5.2) Lopins meulés et laminage quartier | 75 |
| III.5.3) Application au calcul de la température de remouillage des produits de simulation | 81 |

| | |
|---|-----------|
| III.6) CONCLUSION | 83 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III | 85 |
| | |
| CHAPITRE IV: | |
| RESULTATS DES CARACTERISATIONS | |
| MECANIQUES | 87 |
| | |
| IV.1) INTRODUCTION | 89 |
| | |
| IV.2) RESULTATS | 91 |
| IV.2.1) Généralités | 91 |
| IV.2.2) Caractérisation mécanique de la nuance A | 94 |
| IV.2.2.1) <u>Propriétés de traction</u> | 96 |
| IV.2.2.1.a) <i>Limite d'élasticité $R_{p0,2}$</i> | 96 |
| IV.2.2.1.b) <i>Charge à la rupture R_m</i> | 96 |
| IV.2.2.1.c) <i>Allongements et striction</i> | 97 |
| IV.2.2.2) <u>Propriétés de résilience</u> | 98 |
| IV.2.2.2.a) <i>Température de transition $T_{k50\%}$</i> | 98 |
| IV.2.2.2.b) <i>Energie du palier ductile</i> | 98 |
| IV.2.3) Caractérisation mécanique de la nuance B | 99 |
| IV.2.3.1) <u>Propriétés de traction</u> | 99 |
| IV.2.3.1.a) <i>Limite d'élasticité $R_{p0,2}$</i> | 101 |
| IV.2.3.1.b) <i>Charge à la rupture R_m</i> | 101 |
| IV.2.3.1.c) <i>Allongements et striction</i> | 102 |
| IV.2.3.2) <u>Propriétés de résilience</u> | 103 |
| IV.2.3.2.a) <i>Température de transition $T_{k50\%}$</i> | 103 |
| IV.2.3.2.b) <i>Energie du palier ductile</i> | 103 |
| IV.2.4) Caractérisation mécanique de la nuance C | 104 |
| IV.2.4.1) <u>Propriétés de traction</u> | 104 |

| | |
|---|------------|
| IV.2.4.1.a) Limite d'élasticité $R_{p0,2}$ | 104 |
| IV.2.4.1.b) Charge à la rupture R_m | 107 |
| IV.2.4.1.c) Allongements et striction | 108 |
| IV.2.4.2) <u>Propriétés de résilience</u> | 109 |
| IV.2.4.2.a) Température de transition $T_{k50\%}$ | 109 |
| IV.2.4.2.b) Energie du palier ductile | 109 |
| IV.3) FACIES DE RUPTURE | 110 |
| IV.4) RESUME - CONCLUSION | 115 |
| | |
| CHAPITRE V: | |
| ANALYSE MICROSTRUCTURALE | 117 |
| | |
| V.1) CARACTERISATION DE LA STRUCTURE AUSTENITIQUE AU COURS DU LAMINAGE | 119 |
| V.1.1) Relation entre la structure austénitique et la structure après transformation | 119 |
| V.1.2) Caractérisation de la structure austénitique | 121 |
| V.1.3) Nature de la précipitation intragranulaire en fin de laminage | 124 |
| V.1.3.1) <u>Extraction électrolytique</u> | 124 |
| V.1.3.2) <u>Microscopie électronique en transmission</u> | 124 |
| | |
| V.2) STRUCTURE DE TRANSFORMATION APRES REFROIDISSEMENT A L'AIR | 129 |
| V.2.1) Natures des phases massives | 129 |
| V.2.1.1) <u>Microscopie optique</u> | 129 |
| V.2.1.2) <u>Microscopie électronique en transmission</u> | 130 |
| V.2.1.3) <u>Analyse de la ségrégation</u> | 133 |
| V.2.2) Etat de la précipitation intragranulaire | 134 |
| | |
| V.3) STRUCTURE DE TRANSFORMATION APRES REFROIDISSEMENT ACCELERE DOUX | 138 |

| | |
|--|------------|
| V.3.1) Microscopie optique | 138 |
| V.3.1.1) <u>Distribution des secondes phases</u> | 138 |
| V.3.1.2) <u>Caractéristiques de la matrice</u> | 142 |
| V.3.1.2.a) <i>Taille des grains de la matrice</i> | 142 |
| V.3.1.2.b) <i>Distribution de la taille des grains. Modèle de Schwartz - Saltykov</i> | 144 |
| V.3.1.2.c) <i>Morphologie des grains de la matrice</i> | 148 |
| V.3.1.2.d) <i>Variation de la microstructure dans l'épaisseur des tôles</i> | 149 |
| V.3.2) Microscopie électronique en transmission | 151 |
| V.3.2.1) <u>Caractérisation microstructurale de la coulée C</u> | 157 |
| V.3.2.1.a) <i>Vitesses de refroidissement Vryde 7°C/s et de 15°C/s</i> | 157 |
| V.3.2.1.b) <i>Vitesses de refroidissement Vryde 25°C/s</i> | 163 |
| V.3.2.1.c) <i>Etat de la précipitation intragranulaire</i> | 164 |
| V.3.2.2) <u>Caractérisation microstructurale des coulées A et B</u> | 165 |
| V.3.2.2.a) <i>Vitesses de refroidissement Vryde 7°C/s et de 15°C/s</i> | 165 |
| V.3.2.2.b) <i>Vitesses de refroidissement Vryde 25°C/s</i> | 167 |
| V.3.3) Diffractométrie des rayons X et spectrométrie Mössbauer | 167 |
| V.4) RESUME - CONCLUSION | 173 |
| V.4.1) Microstructure de la matrice | 173 |
| V.4.2) Microstructure et distribution des secondes phases | 174 |
| V.4.3) Précipitation | 176 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE V | 177 |
| | |
| CHAPITRE VI: | |
| DISCUSSION DES RESULTATS | 179 |
| | |
| VI.1) EFFETS DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DU TRAITEMENT THERMOMECHANIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE | 181 |

| | |
|---|------------|
| VI.1.1) Constituants de la matrice | 181 |
| VI.1.1.1) <u>Nature et morphologie des grains de la matrice</u> | 181 |
| VI.1.1.2) <u>Taille des grains de la matrice</u> | 186 |
| VI.1.1.2.a) <i>Effet de la composition chimique</i> | 186 |
| VI.1.1.2.b) <i>Effet des paramètres du refroidissement accéléré</i> | 186 |
| VI.1.1.3) <u>Distribution des tailles de grains</u> | 190 |
| VI.1.1.3.a) Homogénéité des tailles de grains au coeur des largets | 190 |
| VI.1.1.3.a.α) <u>Effet de la vitesse de refroidissement</u> | 190 |
| VI.1.1.3.a.β) <u>Effet de la composition chimique</u> | 192 |
| VI.1.1.3.b) Ecart peau - coeur | 194 |
| VI.1.2) Microstructure des secondes phases | 198 |
| VI.1.2.1) <u>Perlite</u> | 198 |
| VI.1.2.2) <u>Martensite - austénite (M/A)</u> | 201 |
| VI.1.2.2.a) <i>Morphologie de la martensite</i> | 201 |
| VI.1.2.2.b) <i>Origine des îlots de M/A</i> | 202 |
| VI.1.2.3) <u>Evolution de la fraction volumique d'austénite</u> | 207 |
| VI.1.2.3.a) <i>Définitions</i> | 207 |
| VI.1.2.3.b) <i>Variations de la fraction d'austénite retenue dans</i> <i>l'épaisseur des produits</i> | 208 |
| VI.1.2.3.b.α) <u>Effet des variations de vitesse de refroidissement dans</u> <u>l'épaisseur des produits</u> | 208 |
| VI.1.2.3.b.β) <u>Effet de la macroségrégation à coeur</u> | 211 |
| VI.1.2.3.b.γ) <u>Variations de la fraction de cémentite</u> | 212 |
| VI.1.3) Distribution spatiale des secondes phases | 213 |
| VI.1.4) Analyse de la précipitation de (Ti, Nb)(C, N) | 215 |
| VI.1.4.1) <u>Précipitation à l'état liquide</u> | 215 |
| VI.1.4.2) <u>Origine de la distribution hétérogène des précipités</u> | 215 |
| VI.2) CORRELATIONS MICROSTRUCTURES-PROPRIETES MECANIQUES | 217 |

| | |
|---|---------|
| VI.2.1) Limite d'élasticité | 218 |
| VI.2.1.1) <u>Analyse du durcissement</u> | 218 |
| <i>VI.1.2.1.a) Durcissement de solution solide σ_{SS}</i> | 222 |
| <i>VI.1.2.1.b) Frottement de réseau σ_r</i> | 223 |
| <i>VI.1.2.1.c) Durcissement de précipitation σ_p</i> | 224 |
| <i>VI.1.2.1.d) Durcissement par les dislocations σ_d et par écrouissage $\sigma(\epsilon)$</i> | 225 |
| <i>VI.1.2.1.e) Durcissement par les secondes phases σ_{sp}</i> | 227 |
| VI.2.1.2) <u>Superposition des contributions durcissantes</u> | 228 |
| VI.2.1.3) <u>Etude des variations de la limite d'élasticité avec les conditions de refroidissement</u> | 229 |
| <i>VI.2.1.3.a) Refroidissement à l'air</i> | 231 |
| <i>VI.2.1.3.b) Refroidissement accéléré</i> | 231 |
| VI.2.2) Charge à la rupture R_m | 233 |
| VI.2.3) Propriétés de résilience | 234 |
| VI.2.3.1) <u>Influence de la perlite sur la transition ductile fragile</u> | 235 |
| VI.2.3.2) <u>Comparaison des effets de la martensite et de la perlite</u> | 235 |
| VI.2.3.3) <u>Conséquence de la dispersion des secondes phases</u> | 237 |
| VI.3) RESUME - CONCLUSION | 239 |
| VI.3.1) Microstructure | 239 |
| VI.3.2) Corrélation structure - propriétés | 241 |
| VI.4) PERSPECTIVES D'ETUDES | 242 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE VI | 245 |
| CONCLUSIONS GÉNÉRALES | 281 |
| ANNEXES | 257 |
| ANNEXE I: LES PRODUITS DE SOLUBILITE | 259 |

| | |
|--|------------|
| A.I.1) MISE EN SOLUTION PARTIELLE AU COURS DU RECHAUFFAGE | 259 |
| A.I.2) TEMPERATURE DE REMISE EN SOLUTION PARTIELLE | 261 |
| A.I.3) TEMPERATURE DE REMISE EN SOLUTION TOTALE | 262 |
| | |
| ANNEXE II: ANALYSE THERMIQUE DU REFROIDISSEMENT | 263 |
| A.II.1) FLUX DE CHALEUR A EXTRAIRE | 263 |
| A.II.2) EQUATION DE LA CHALEUR | 264 |
| A.II.2.1) Cas d'une tôle non oxydée en surface | 264 |
| A.II.2.2) Présence de calamine en surface | 267 |
| A.II.3) TEMPERATURE DE REMOILLAGE | 267 |
| A.II.3.1) Remouillage à la surface des tôles | 267 |
| A.II.3.2) Propagation du remouillage dans l'épaisseur | 268 |
| A.II.3.3) Température apparente de remouillage à coeur | 269 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE II | 271 |
| | |
| ANNEXE III: PROPRIETES MECANIQUES | 273 |
| A.III.1) TABLEAUX DE RESULTATS | 273 |
| A.III.2) REPRESENTATIONS GRAPHIQUES DES RESULTATS | 273 |
| A.III.2.1) Propriétés de traction | 273 |
| A.III.2.2) Propriétés de résilience | 274 |
| | |
| ANNEXE IV: DOSAGE DES PHASES PAR DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X | 291 |
| A.IV.1) GENERALITES | 291 |

| | |
|--|-----|
| AIV.1.1) Le facteur de structure | 292 |
| AIV.1.2) Le facteur Lorentz-polarisation | 292 |
| AIV.1.3) Le facteur de température | 294 |
| AIV.1.4) Le coefficient d'absorption linéaire | 294 |
| AIV.2) METHODE DE CALCUL DES FRACTIONS VOLUMIQUES | 295 |
| AIV.3) APPLICATION AUX ACIERS BAS CARBONE MICROALLIES | 297 |
| AIV.3.1) Coefficients $K_{(h_r, k_r, l_r)}^*$ de la ferrite | 298 |
| AIV.3.2) Coefficients $K_{(h_t, k_t, l_t)}^*$ de l'austénite | 299 |
| AIV.3.3) Coefficient $K_{(h_s, k_s, l_s)}^*$ de la cémentite | 300 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE IV | 303 |
| | |
| ENGLISH TITLES OF FIGURES AND TABLES | 305 |

Notations utilisées dans la description des traitements thermomécaniques

- CR : Controlled Rolling (laminage à température contrôlée).
- $T_{\Phi 1}$: Température de fin de première phase de laminage.
- $T_{2\Phi}$: Température de début de seconde phase de laminage.
- T_{nr} : Température de non recristallisation de l'austénite.
- ϵ_r : Déformation résiduelle en fin de laminage.
-
- AC : Air Cooling (refroidissement à l'air).
- RAD : Refroidissement Accéléré Doux.
- ACC : Accelerated Controlled Cooling (= RAD).
- TDR : Température de Début de Refroissement accéléré.
- TFR : Température de Fin de Refroissement accéléré.
- FCT : Finish Cooling Temperature (= TFR).
- V_{γ} , V_{α} : Vitesses de refroidissement respectivement dans les domaines austénitique et ferritique.

INTRODUCTION

L'augmentation des caractéristiques mécaniques des matériaux a toujours été un sujet d'études et de recherches d'actualité. Dans le cadre des plaques laminées de fortes épaisseurs, l'amélioration des caractéristiques des aciers concerne trois types essentiels de propriétés: 1) les propriétés de traction (limite d'élasticité, charge à la rupture, ductilité, ...), pour répondre aux besoins de résistance et d'allègement des constructions, 2) les propriétés de ténacité telles que la résistance à la rupture fragile, pour les constructions offshore et les pipelines, soumis à des conditions d'utilisation de plus en plus sévères (régions arctiques et polaires), 3) l'aptitude au soudage pour réduire les coûts et les délais de construction.

Les filières classiques de production, à savoir la normalisation et le laminage contrôlé ne permettent pas toujours de répondre simultanément à l'ensemble de ces exigences de qualité. Les tôleries fortes se sont donc équipées depuis quelques années d'installations de refroidissement accéléré en sortie de laminoirs. Dans ce procédé, les plaques sont refroidies par pulvérisation mixte d'air et d'eau à débits contrôlés, après l'opération de laminage à chaud. Cette technique, en modifiant l'état structural des aciers, permet d'améliorer encore plus les propriétés mécaniques, ou bien à propriétés identiques de réduire la quantité d'éléments d'alliage. Cependant, le nombre important de paramètres thermomécaniques, la complexité des mécanismes métallurgiques mis en jeu, et la diversité de composition chimique des aciers rendent difficile l'établissement de règles générales reliant les paramètres du traitement, la microstructure et les propriétés mécaniques.

Cette étude se propose donc d'analyser en fonction de la vitesse de refroidissement (V_{ry}) et de la température de fin de refroidissement accéléré (TFR), les évolutions microstructurales et mécaniques de trois nuances d'aciers microalliés, à 0,1 % C et 1,5 % Mn. Ces alliages se distinguent par la présence ou non de niobium et/ou de nickel. La caractérisation microstructurale et mécanique porte sur des produits obtenus par simulation des étapes de laminage à chaud et de refroidissement accéléré. Ces simulations ont été effectuées au Centre de Recherches et de Développement Métallurgiques de la société SOLLAC-Dunkerque sur un laminoir et une machine de refroidissement de laboratoire, reproduisant à une échelle réduite les conditions de fabrications industrielles.

Une part importante du travail a consisté à caractériser de la façon la plus fine possible l'évolution des structures avec les conditions de traitements, et à réaliser un grand nombre de simulations pour obtenir une base importante de propriétés mécaniques. Ces deux aspects ayant été traités, une première approche des corrélations entre la microstructure et les caractéristiques mécaniques a été réalisée.

Ce mémoire débute par une étude bibliographique des différentes filières de production des plaques et tôles d'aciers, et des mécanismes métallurgiques mis en jeu (chapitre I). Ce bilan est suivi par la description des conditions expérimentales de cette étude et des différentes techniques d'investigation utilisées (chapitre II).

Les chapitres suivants, sont concernés par la présentation et la discussion des résultats.

Le chapitre III considère un problème de base rencontré au cours des simulations. Il s'agit de l'oxydation des surfaces avant le refroidissement. Ce phénomène a des conséquences importantes sur la reproductibilité du refroidissement et sur l'homogénéité des propriétés mécaniques dans la longueur des produits. L'influence de diverses procédures de préparations des échantillons est examinée.

Le chapitre IV s'intéresse à la description des diverses propriétés mécaniques obtenues après le traitement thermomécanique de laminage à chaud suivi d'un refroidissement accéléré. Cette dernière étape a été effectuée dans une gamme de conditions nettement plus large que dans la pratique industrielle.

Le chapitre V est consacré à la caractérisation microstructurale. Il considère les influences de la composition chimique et des conditions de refroidissement sur la nature et la dispersion des différentes phases constitutives.

Enfin, le dernier chapitre relie dans un premier temps les variations de la microstructure aux mécanismes des transformations de phases. Il propose ensuite une première interprétation de l'évolution des propriétés mécaniques avec la microstructure.

CHAPITRE I

LES TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

LES TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1) INTRODUCTION

Le laminage à chaud des plaques a été pendant de nombreuses années une simple opération de mise en forme. La garantie des propriétés mécaniques finales du produit était alors obtenue par traitements thermiques après laminage.

Depuis maintenant une trentaine d'années, le laminage est devenu un outil métallurgique permettant d'obtenir directement les propriétés mécaniques souhaitées sans traitements thermiques ultérieurs. Cette évolution du laminage à chaud résulte des nombreuses études qui ont été réalisées afin de mieux comprendre les modifications microstructurales au cours du cycle thermomécanique.

I.2) EVOLUTION DES FILIERES DE PRODUCTION

I.2.1) Le traitement de normalisation

La normalisation est la filière de production la plus ancienne. A l'origine, le lamineur se contentait d'assurer la mise en forme du produit. Le laminage débutait vers 1250°C - 1300°C et se terminait entre 1000°C et 950°C [1]. Ces températures de laminage élevées assuraient une faible résistance du métal à la déformation. La structure métallographique finale, composée de ferrite de type Widmanstätten et de perlite, était grossière et ne conduisait pas à de bonnes propriétés mécaniques [2]. Le traitement thermique de normalisation (chauffage vers 900°C et refroidissement à l'air), effectué après laminage pour affiner la structure, et le choix de la composition chimique assuraient généralement le respect des caractéristiques mécaniques souhaitées. Une addition importante d'éléments d'alliage tels que le carbone ou le manganèse conduit en effet, à un durcissement de solution solide. La figure 1 illustre l'influence de la teneur en soluté sur la contrainte d'écoulement.

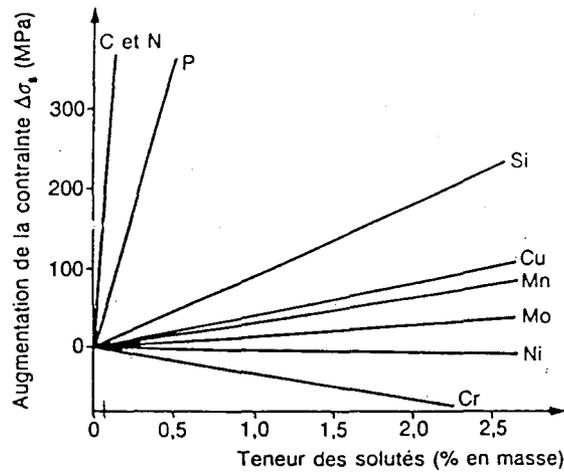


Figure 1: Effet durcissant des solutés [3].

Le développement des constructions soudées, et l'utilisation à basse température des aciers a mis en évidence les limitations d'une trop grande addition en éléments d'alliage. Ce type de nuance conduisait en effet à la formation de fissures dans la zone affectée par la chaleur de soudage au voisinage du métal déposé. Cet effet provient du caractère trempant donc fragile des structures formées. Pour supprimer ce défaut, il faut limiter les teneurs en éléments gammagènes, notamment en carbone, afin de garantir l'aptitude au soudage des aciers. Par ailleurs, les conditions d'utilisation de plus en plus sévères (régions arctiques, exploitations off-shore en mers profondes) a nécessité de considérer la résistance à la rupture fragile des aciers comme une propriété importante. La figure 2 montre à titre d'exemple l'effet néfaste d'une augmentation de carbone, donc du taux de perlite, sur les courbes de transition de rupture ductile-fragile.

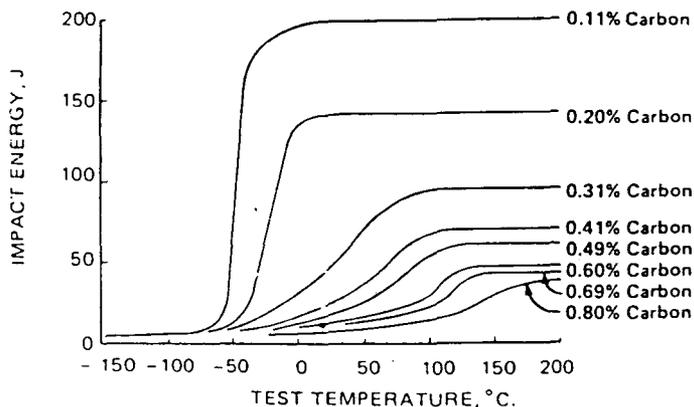


Figure 2: Effet de la teneur en carbone sur les courbes de transition de résilience [3].

L'évolution des exigences d'emploi, et les nouvelles techniques d'assemblage ont donc conduit à la recherche de nouvelles solutions, autres que la normalisation, pour obtenir les propriétés mécaniques requises et une bonne aptitude au soudage.

I.2.2) Le laminage normalisant

La première étape dans l'évolution des techniques a été d'envisager la suppression du traitement de normalisation pour des raisons économiques et de productivité. Dès 1930, il était acquis que les conditions de laminage avaient une influence importante sur les propriétés des tôles brutes de laminage à chaud. Mais il a fallu cependant attendre encore de nombreuses années pour que le laminage des produits sans traitements ultérieurs soit réalisé. Par cette filière, les produits laminés sont de même composition chimique que ceux issus du traitement thermique de normalisation. Les caractéristiques mécaniques sont également à peu près équivalentes. Cette suppression du traitement thermique a été rendue possible en abaissant la température de fin de laminage de façon à apporter une légère déformation de l'austénite juste avant transformation. Cette filière est aujourd'hui encore utilisée pour la fabrication de plaques pour lesquelles la normalisation ou le laminage normalisant sont imposés par le cahier des charges des clients [4].

I.2.3) Le laminage à température contrôlée

Le laminage normalisant a permis de supprimer l'opération de traitement thermique post-laminage, mais n'a pas résolu les problèmes liés aux nouvelles exigences du marché. Ces exigences sont, on le rappelle, l'amélioration de la soudabilité et l'utilisation des produits dans des conditions de température très sévères. Par ailleurs, la demande d'aciers toujours plus résistants (limite d'élasticité et charge à la rupture élevées) n'a pas cessé de croître au cours des années. Ces différents impératifs ont donc nécessité la mise au point d'une nouvelle filière de production. Le laminage à température contrôlée s'est ainsi développé depuis le début des années 1960. Il permet de donner au produit brut de laminage à chaud les propriétés mécaniques requises, tout en limitant l'addition d'éléments d'alliage. Le développement de ce procédé résulte de nombreuses études réalisées dans le domaine des relations structures - propriétés et de l'influence des paramètres de laminage (température, déformation) sur la microstructure.

I.2.3.1) Bases métallurgiques du laminage contrôlé

Parmi les différentes solutions connues pour améliorer les caractéristiques mécaniques, seul l'affinement de la structure s'avère efficace pour accroître simultanément la limite d'élasticité (relation de Hall et Petch) et la ténacité (relation de Cottrel et Petch, énergie critique de propagation des fissures G_{Ic}) du métal. C'est pourquoi, l'axe principal de recherche a été orienté vers cette solution.

Les efforts de déformation mis en jeu à chaud, l'évolution du métal à haute température, et la relation entre ces deux paramètres, ont fait l'objet, dès le début des années 1960, de recherches importantes à l'Institut de la Recherche SIDérurgique (IRSID). Les progrès effectués dans l'étude des traitements thermomécaniques sont dûs entre autres au développement de méthodes d'essais mécaniques permettant de simuler à l'échelle du laboratoire les déformations importantes et très rapides que subit le métal au cours du laminage à chaud. L'essai de torsion à chaud développé à l'IRSID [5] est l'une des techniques utilisées pour simuler les déformations de laminage. Les résultats de ces essais sont significatifs de l'évolution structurale du matériau sous l'effet conjoint de la température et de la déformation imposées. Quel que soit le matériau, les courbes contrainte-déformation, enregistrées au cours de cet essai présentent toujours un maximum au delà duquel il y a adoucissement du métal. La forme de ces courbes a parfaitement été corrélée à l'évolution de la microstructure. La figure 3 illustre schématiquement l'évolution de la structure au cours de la déformation.

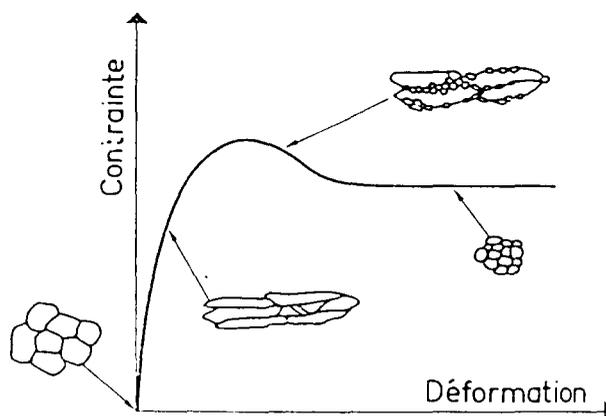


Figure 3: Enregistrement contrainte-déformation au cours de l'essai de torsion à chaud. Corrélation avec l'évolution de la microstructure [1].

La partie croissante de la courbe correspond à la consolidation de l'austénite, c'est à dire à l'augmentation de la densité de dislocations au sein des grains d'austénite. Le métal ainsi consolidé par la déformation plastique à haute température cherche un retour à l'équilibre par un processus de recristallisation. On distingue deux types de recristallisation: la recristallisation dynamique et la recristallisation statique. La recristallisation dynamique est un processus d'évolution microstructurale simultanée à la déformation plastique (figure 4). En d'autres termes, elle intervient pendant la déformation (partie décroissante de la courbe de la figure 3. Dès la cessation de la déformation à chaud qui a donné lieu à la structure de recristallisation dynamique, celle-ci peut encore évoluer par grossissement du grain austénitique. On parle dans ce dernier cas de recristallisation postdynamique ou métadynamique [6, 7].

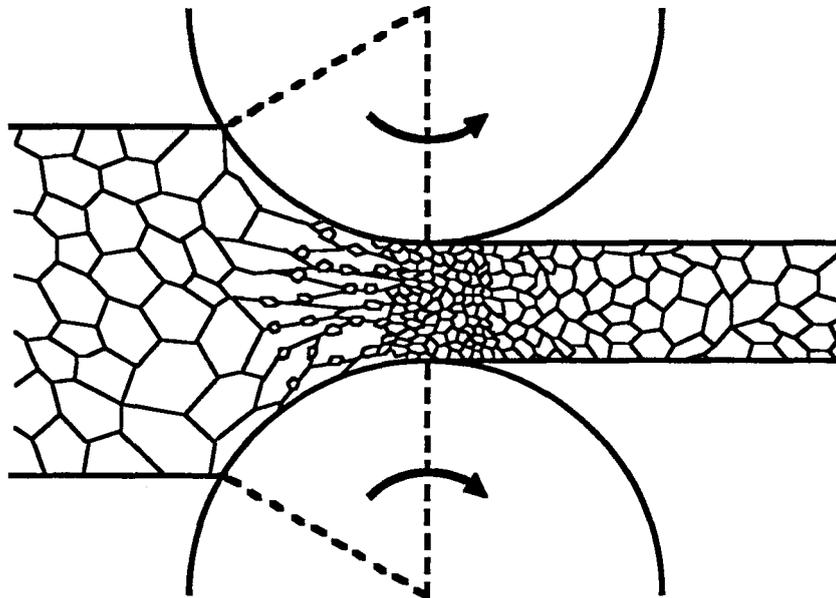


Figure 4: Evolution de la structure austénitique à haute température pendant l'opération de laminage. Cas de la recristallisation dynamique.

Dans la pratique du laminage, les conditions de grandes déformations nécessaires à la recristallisation dynamique sont rarement atteintes. Le métal se trouve donc dans un état consolidé à la sortie de l'emprise du laminoir, et la recristallisation statique peut ensuite avoir lieu (figure 5). La recristallisation statique n'apparaît qu'après interruption de la déformation et un certain temps d'incubation.

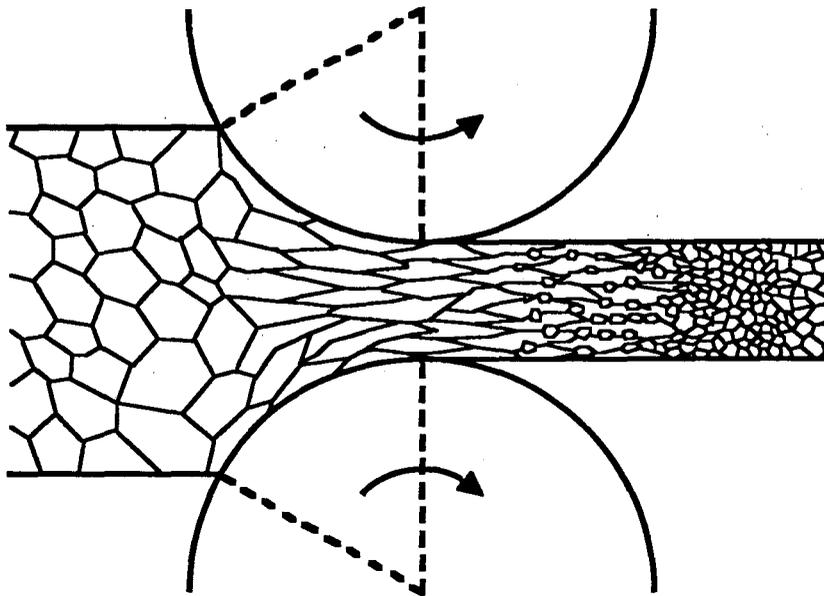


Figure 5: Evolution de la structure austénitique à haute température pendant l'opération de laminage. Cas de la recristallisation statique.

La recristallisation statique est d'une grande importance puisqu'elle permet l'affinement du grain. Cependant, cette évolution de la microstructure de l'austénite dépend du domaine de températures où a lieu la déformation, comme l'illustre la figure 6. Trois domaines de température se distinguent:

- Dans le domaine I des plus hautes températures, le grain grossier d'austénite (γ) s'écroute puis recristallise rapidement. La température élevée permet une croissance du grain recristallisé. Si cette opération est répétée plusieurs fois successivement, le grain γ recristallisé sera encore grossier, mais cependant plus fin que le grain initial.
- Dans le domaine II des températures intermédiaires, la recristallisation statique est plus lente, mais elle peut conduire à une structure austénitique très fine (cas IIc). Il faut veiller à ce que la recristallisation soit complète, contrairement au cas IIa, mais sans grossissement préférentiel de certains nouveaux grains (cas IIb).
- Dans le domaine III des plus basses températures, la cinétique de recristallisation est trop lente, celle-ci devient impossible, et les déformations successives s'additionnent.

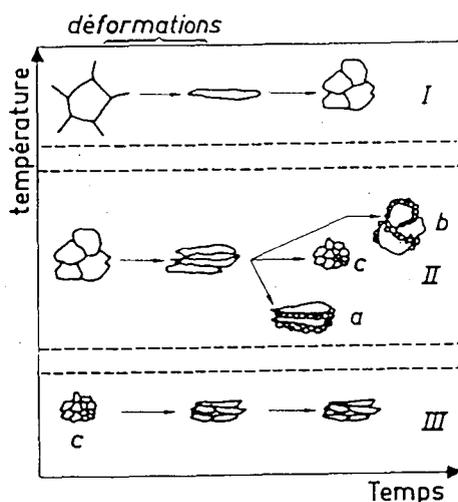


Figure 6: Evolution schématique de la structure austénitique au cours du laminage selon la température de déformation [1].

Il fut d'ailleurs établi que la structure idéale après la dernière passe de laminage à chaud était une structure austénitique fine, homogène et écrouie (stade IIc, puis III de la figure 6). Cette structure écrouie en fin de laminage ne peut pas être obtenue dans le cas des aciers au carbone manganèse, car la recristallisation de l'austénite est très rapide après déformation (temps d'incubation très faible), et ceci même pour des températures proches du point de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Ce n'est que depuis l'introduction d'éléments de microalliage tels que le niobium ou le vanadium, que le stade III de l'austénite avant transformation est accessible. L'addition de ces éléments de microalliage a été étudiée dès 1959. Outre leur effet de durcissement par précipitation, ils présentent une caractéristique très intéressante qui est de retarder la recristallisation de l'austénite. Le niobium a pris peu à peu le pas sur le vanadium, moins efficace et plus cher [1].

I.2.3.2) Rôle du niobium dans le cadre du laminage contrôlé

I.2.3.2.a) *Accélération de la précipitation par la déformation*

La précipitation du niobium dans l'austénite a été étudiée au début des années 1970 par LE BON et al [8, 9] à l'aide de mesures de dureté. Après maintiens isothermes dans le domaine austénitique, précédés ou non d'une déformation, les divers échantillons sont trempés puis revenus. Au cours du revenu, le niobium resté en solution après trempe va précipiter et durcir le matériau. Plus le niobium

aura précipité dans l'austénite avant trempe, plus la dureté mesurée après revenu sera faible. IRVINE [10] et JONAS [11] ont en effet montré que la précipitation du niobium dans l'austénite est trop grossière pour contribuer au durcissement de l'acier. La figure 7 illustre les mesures de dureté effectuées.

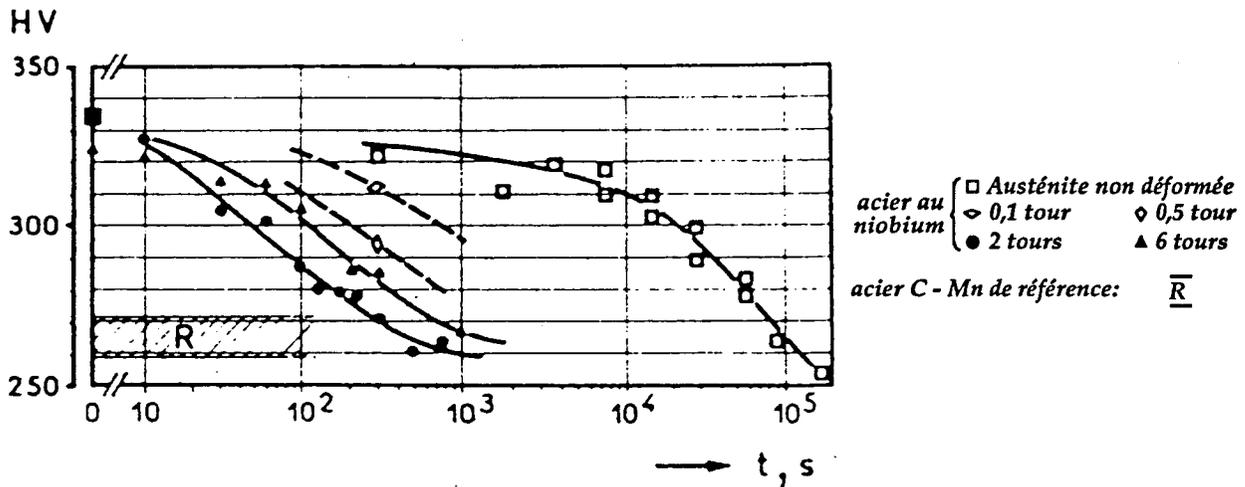


Figure 7: Effet de la précipitation induite du niobium sur la dureté après revenu d'une heure à 600°C d'aciers à 0,17% de carbone. La précipitation induite résulte d'une déformation par torsion à 900°C suivie d'un maintien de t secondes à 900°C [9].

La figure ci-dessus indique que la précipitation des carbonitrides de niobium dans l'austénite est d'autant plus rapide que le taux de déformation est élevé. WEISS et JONAS [12] ont plus récemment déterminé les cinétiques de précipitation du niobium induite par la déformation de l'austénite à l'aide d'essais de compression à chaud (figure 8). Ils montrent ainsi que la précipitation statique du niobium dans l'austénite est accélérée d'un facteur 10 par une prédéformation de 5%. Si la précipitation est concomitante de la déformation (précipitation dynamique), la précipitation des carbonitrides de niobium est encore plus rapide. Par ailleurs, la température du "nez" de précipitation (temps d'incubation minimal) est plus basse dans le cas d'une austénite déformée par rapport à une austénite recristallisée. L'accélération de la précipitation au sein d'une austénite écrouie a été attribuée d'une part à l'augmentation de la densité de dislocations dans l'austénite, qui servent de sites préférentiels de germination aux précipités [11, et 13 à 16], et d'autre part à l'augmentation de la densité de lacunes, due à la déformation, qui accroît la vitesse de diffusion du niobium. [11, 13, 14, 16, 17]. ROTHWELL [13] a effectivement vérifié l'efficacité des dislocations sur la germination des précipités à partir d'études microscopiques sur répliques d'extraction. Il a observé une

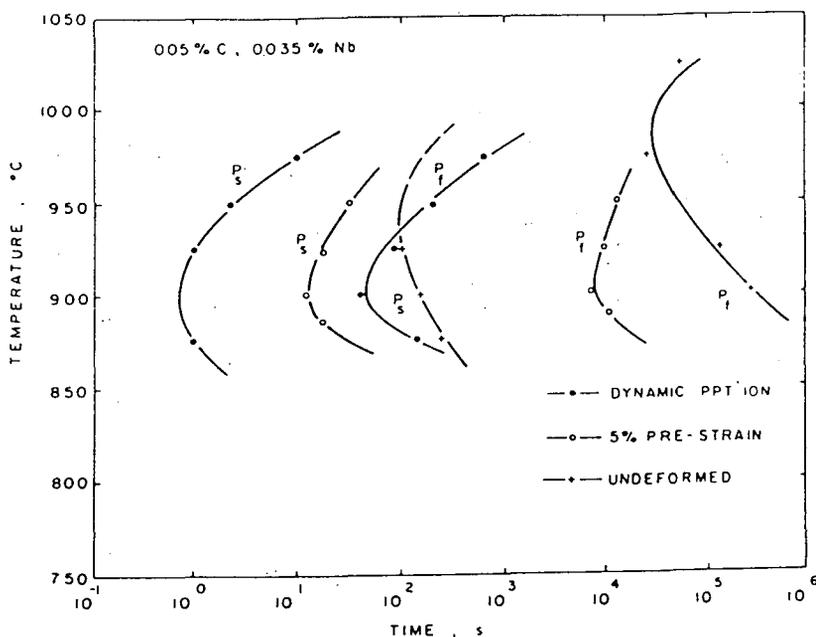


Figure 8: Cinétiques de précipitation du niobium dans l'austénite [12].

précipitation non pas répartie uniformément dans les grains, mais répartie principalement suivant une structure réticulaire différente du réseau défini par les joints de grains de l'austénite. ROTHWELL a identifié cette structure réticulaire à la sous-structure de dislocations dans les grains d'austénite. La précipitation préférentielle de carbures de niobium sur les dislocations d'une austénite écrouie a également été observée dans des aciers inoxydables austénitiques [18, 19].

1.2.3.2.b) Retard à la recristallisation

Parallèlement à l'étude de la précipitation du niobium dans l'austénite, sous l'effet d'une déformation, les différents auteurs [8 à 14, et 20 à 25] ont examiné l'interaction entre la précipitation induite par la déformation et la recristallisation de l'austénite. La comparaison des cinétiques de recristallisation de l'austénite, dans le cas d'aciers additionnés ou non de niobium, montre un effet retardateur du niobium sur la recristallisation, même si cet élément est additionné en très faible quantité (quelques centaines de ppm). LE BON et al [9], ont en particulier déterminé les cinétiques de recristallisation de l'austénite écrouie d'un acier de référence au carbone-manganèse, et d'un acier microallié au niobium par simulation du laminage sur machine de torsion. La figure 9, montre une très grande différence d'allure entre les cinétiques de recristallisation des deux aciers. En effet, dans le cas de l'acier au niobium, la recristallisation de l'austénite est considérablement

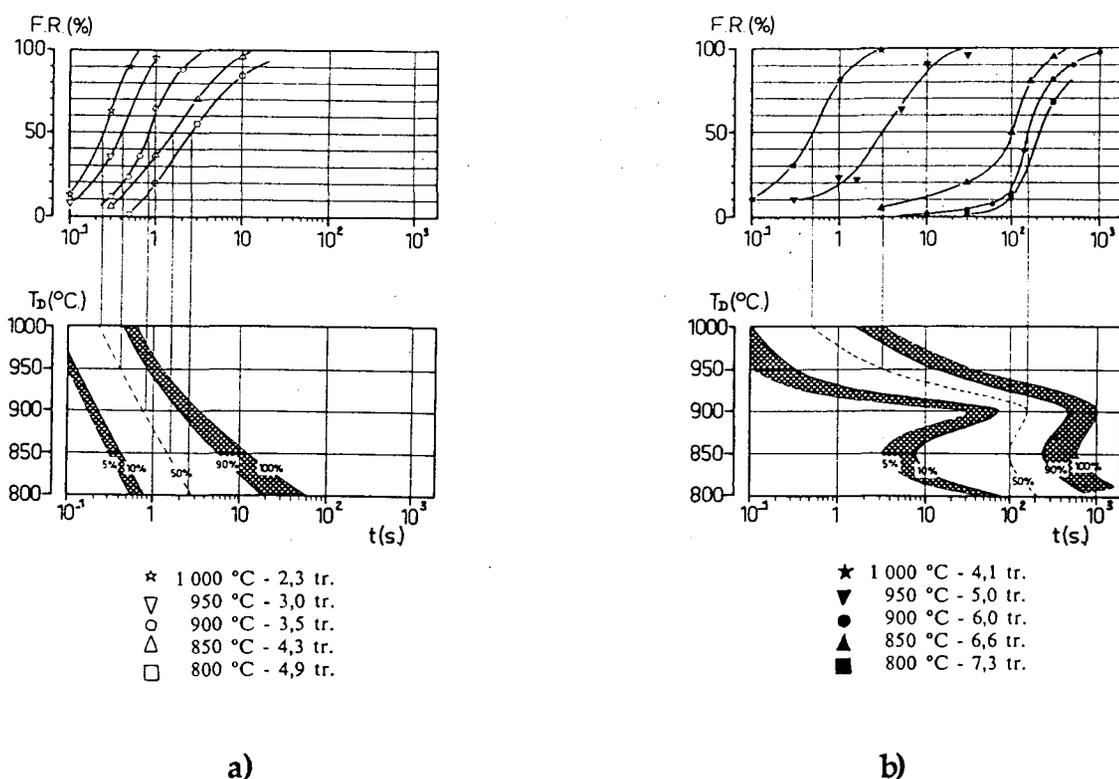
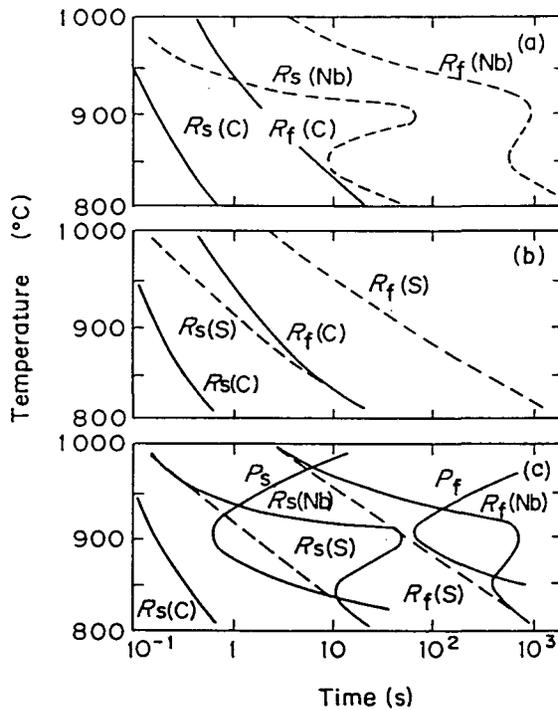


Figure 9: Cinétiques isothermes de recristallisation et diagramme R.T.T. (Recristallisation-Temps-Température) de l'austénite écrouie [8].
a) acier de référence. b) acier au niobium.
F.R.(%): Fraction d'austénite recristallisée.
TD (°C): Température de déformation.

retardée, et présente un "nez" pour une température voisine de 900°C. L'interprétation des différences d'allure entre les cinétiques de recristallisation d'un acier au carbone-manganèse et d'un acier microallié au niobium revient à WEISS et JONAS [12], qui ont montré, à l'aide d'essais de compression à chaud, que la recristallisation de l'austénite est fortement influencée par l'état dans lequel se trouve le niobium: en solution ou précipité. La comparaison des cinétiques de recristallisation et de précipitation dynamique met en évidence différents cas selon la température de déformation (figure 10). Le retard à la recristallisation observé à la figure 10a, engendré par la présence du niobium, ne peut pas être attribué à la précipitation de carbonitrides de niobium à hautes températures (950-1000°C) et à basses températures (800-825°C), puisque cette précipitation n'apparaît qu'après le début de la recristallisation. C'est pourquoi, le retard ne peut être associé qu'à la présence du niobium en solution. Le niobium en solution est d'autant plus efficace que la température de déformation est basse (figure 10b). En d'autres termes, lorsque le temps d'incubation pour la précipitation, P_s , est plus grand que celui nécessaire à la recristallisation contrôlée par le niobium en solution $R_s(S)$, la courbe R.T.T.

présente une dépendance normale vis à vis de la température (figure 10c), avec un effet retardateur du niobium en solution solide par rapport à l'acier de référence au carbone-manganèse. A l'opposé, lorsque Ps est plus court que Rs(S), la germination et la croissance de nouveaux grains sont sévèrement retardées. Ces résultats suggèrent donc que le "nez" de recristallisation, observé pour une température de 900°C, est attribuable au niobium en cours de précipitation.



Rs(C), Rf(C): Début et fin de la recristallisation pour l'acier de référence.

Rs(S), Rf(S): Début et fin de la recristallisation contrôlée par le niobium en solution.

Rs(Nb), Rf(Nb): Début et fin de la recristallisation observée pour l'acier au niobium.

Ps, Pf: Début et fin de la précipitation du niobium.

Figure 10: Cinétique de recristallisation de l'austénite. Effet du niobium [12].
 a) Comparaison des cinétiques de recristallisation de l'austénite en présence ou non de niobium.
 b) Représentation schématique de l'effet du niobium en solution sur la recristallisation de l'austénite.
 c) Superposition des cinétiques de recristallisation et de précipitation.

Le retard important à la recristallisation engendré par la précipitation du niobium peut s'expliquer par la précipitation préférentielle sur les dislocations, comme l'a observé entre autres ROTHWELL [13] dès 1972. Le phénomène a été modélisé plus récemment par DUTTA et al [24, 25]. Ces précipités, en épinglant les dislocations, limitent leurs déplacements et leurs réarrangements à l'intérieur des parois des cellules d'écroutissage. En conséquence, la germination et la croissance de

nouveaux grains sont ralenties. Cependant, et en accord avec les prévisions théoriques [15, 16], différents auteurs [26 à 28] ont également montré que le niobium précipite aux joints de grains de l'austénite déformée, et que cette précipitation est antérieure à la précipitation intragranulaire sur le réseau de dislocations. Admettant, que la germination des nouveaux grains s'effectue principalement par la migration des anciens joints de grains de l'austénite déformée, ces auteurs suggèrent que le retard à la recristallisation est plutôt dû à l'ancrage des joints de grains par les précipités intergranulaires de niobium. Bien que les deux approches semblent s'opposer, on peut penser que les deux mécanismes existent de façon additive. Ces deux phénomènes, liés à la précipitation du niobium, ont pour conséquence une taille de germes inférieure à la taille critique nécessaire au développement de la recristallisation.

De même, l'action du niobium en solution solide sur la recristallisation de l'austénite peut s'expliquer par un effet de ségrégation du niobium sur les dislocations, et les joints de grains. Epinglage cependant moins efficace que celui provoqué par le niobium précipité. Par ailleurs, le niobium en solution solide a un effet retardateur sur la recristallisation beaucoup plus important que le vanadium et l'aluminium. MICHEL et al [29] expliquent que ce résultat ne peut pas être entièrement dû à un effet de taille, car la différence relative des diamètres atomiques des atomes de soluté par rapport à l'austénite vaut respectivement 15, 6 et 12% pour ces trois éléments. Bien qu'il n'existe pas de données sur les effets de module et de structure électronique dans le domaine de température étudié, ils rappellent cependant qu'ABRAHAMSON [30] a observé que l'effet retardateur des métaux de transition en addition dans le fer, sur la recristallisation de la ferrite, pouvait être représenté simplement en fonction de la structure électronique, sans toutefois en donner la raison. On retrouve sur son diagramme, en particulier, l'effet supérieur du niobium par rapport au vanadium.

1.2.3.2.c) Effet du corroyage de l'austénite sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$

La réduction de la taille des grains d'austénite par une succession d'étapes de corroyage et de recristallisation conduit à la formation d'une ferrite fine après transformation. Ce processus est employé pour le laminage contrôlé des aciers au carbone-manganèse, pour lesquels la recristallisation de l'austénite est possible même aux plus basses températures de laminage. Dans le cas des aciers microalliés au niobium, la structure ferritique présente, pour des conditions de traitements

thermomécaniques identiques, une plus petite taille de grains par rapport au aciers C-Mn. Cette plus faible taille de grains résulte de la déformation de l'austénite avant transformation [4] (figure 11).

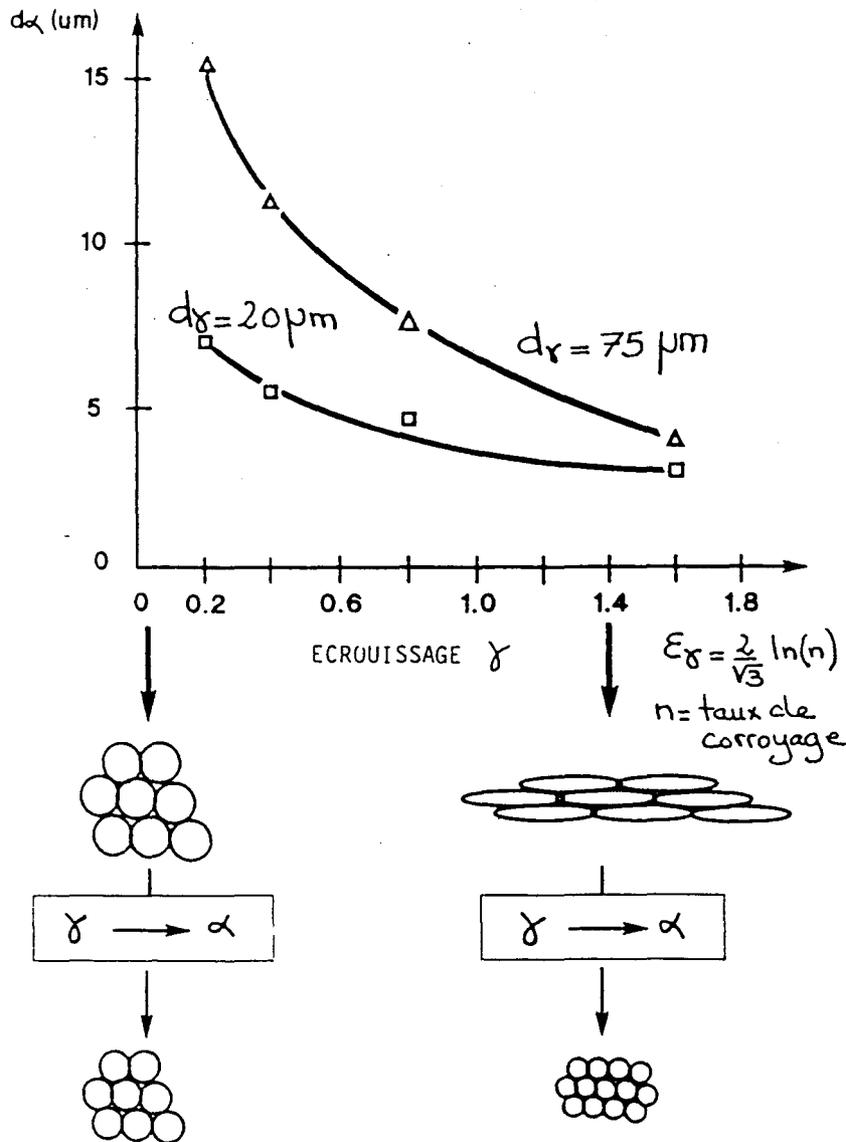


Figure 11: Influence de la déformation de l'austénite sur la taille de grain de ferrite [4].

L'influence de l'état de recristallisation de l'austénite sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ et sur les courbes des diagrammes TRC des aciers HSLA (High Strength Low Alloys) a été rapportée initialement par SMITH et SIEBERT [31] pour des aciers alliés au molybdène et au bore. Leur étude a mis en évidence une avancée du domaine ferritique vers des temps de plus en plus court et une augmentation de la température A_{r3} de transformation avec l'accroissement du degré de déformation

de l'austénite. DESALOS et al [32] ont observé le même phénomène sur un acier microallié au niobium (figure 12).

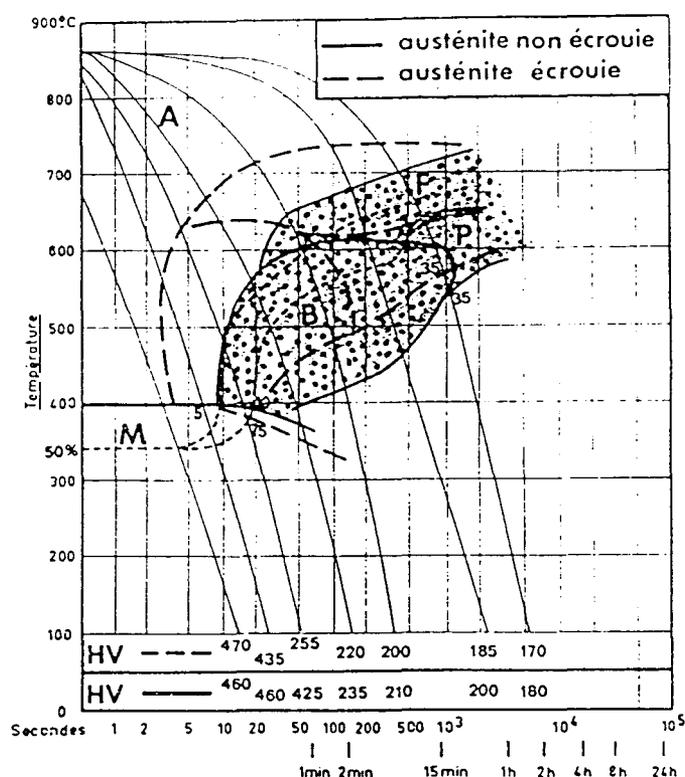


Figure 12: Influence de la déformation ($\epsilon = 0$ ou $\epsilon = 0,35$ à 850°C) sur les courbes TRC d'un acier 18 M 5 Nb après austénitisation à 1200°C [32].

De même, OUCHI [33] a montré que la température A_{r3} de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ dépend fortement du taux de réduction de laminage et de la température de déformation dans le cas des aciers microalliés au niobium, contrairement aux aciers au carbone manganèse non microalliés, pour lesquels la structure austénitique est non écrouie avant transformation (figure 13). Les températures et les cinétiques de transformation ferritique dépendent essentiellement de la composition chimique, de la vitesse de refroidissement et de la taille des grains d'austénite. Cet aspect était jusqu'alors bien documenté. Les différents travaux précités [31, 32, 33] ont révélé de plus l'effet important de l'état de recristallisation de l'austénite sur les transformations.

1.2.3.2.c.α) Accélération de la cinétique de transformation

Dans une structure non déformée, la germination de la ferrite a lieu préférentiellement aux joints de grains de l'austénite. Plus le grain austénitique est fin, plus la surface de joints de grains est importante, et donc plus le nombre de sites

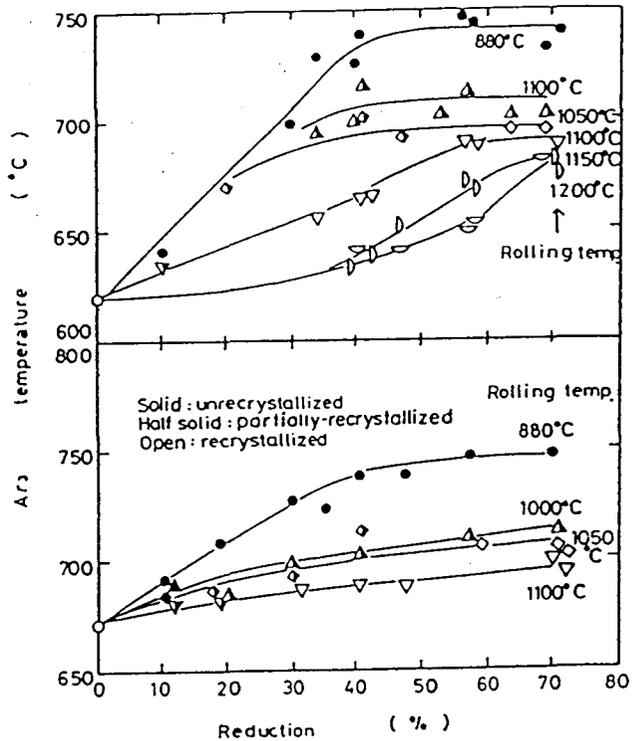
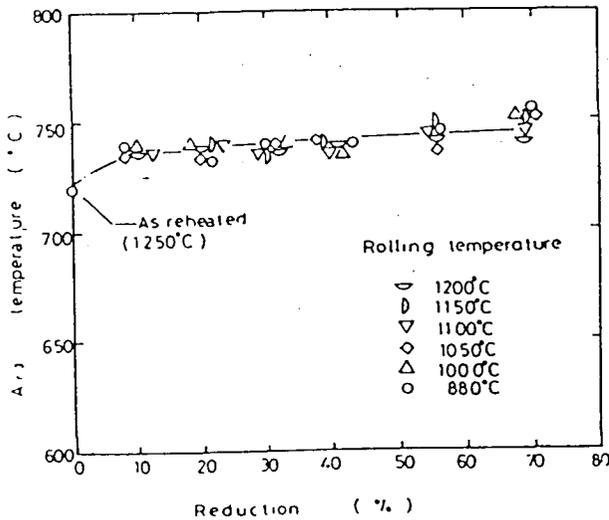


Figure 13: Effets de la température de laminage et du taux de réduction sur la température A_{r3} de transformation [33]. a) Acier C-Mn-Si. b) Acier C-Mn-Si-Nb. Réchauffage à 1250°C. c: Acier C-Mn-Si-Nb. Réchauffage à 1150°C.

potentiels pour la germination de la ferrite est élevé: A l'opposé, si le grain austénitique est écroui, la germination a lieu non seulement sur les joints de grains, mais également à l'intérieur du grains sur des défauts tels que les joints de macles et les bandes de déformation [34]. KOSAZU [34] a ainsi montré (figure 14) que la densité de bandes intragranulaires et que la surface réelle de joints de grains croissent avec l'augmentation du taux de déformation dans le domaine de non recristallisation de l'austénite.

Afin de comptabiliser l'ensemble des sites de germination, KOSAZU [34] a introduit un paramètre S_v qui correspond à une surface effective de joints de grains par unité de volume, et qui prend en compte la densité de bandes de déformation et l'élongation des grains austénitiques. Si l'on porte sur un graphique la taille des grains ferritiques après transformation en fonction de la surface effective de joints de grains S_v , on observe (figure 15) que la taille du grains ferritique décroît avec l'augmentation de S_v , et ce d'autant plus rapidement que la structure austénitique est écrouie avant transformation.

Cependant, la figure 15 révèle également que pour une même valeur de S_v , la taille des grains de la ferrite obtenue à partir d'une austénite équiaxe est plus

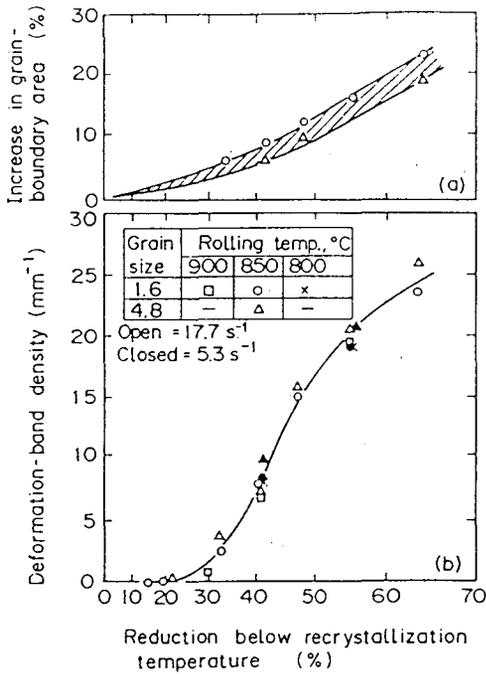


Figure 14: Dépendance de la surface de joints de grains et de la densité de bandes de déformation avec le taux de réduction dans le domaine de non recrystallisation pour un acier à 0,03% de niobium [34].

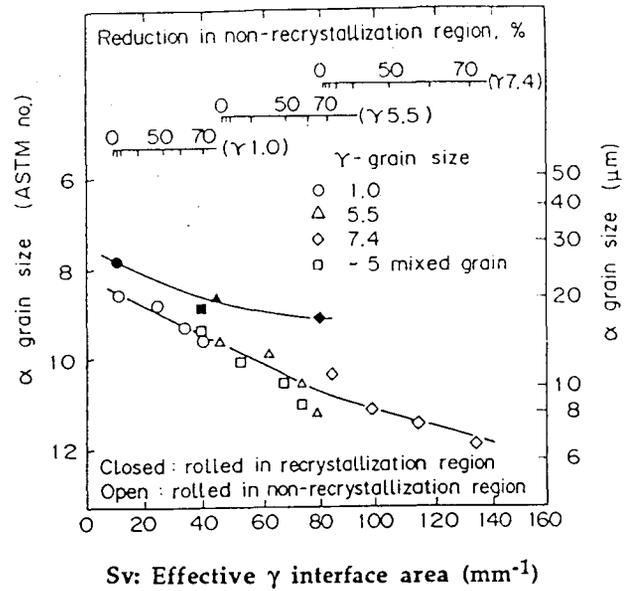


Figure 15: Dépendance de la taille de grains ferritiques avec la surface effective de joints de grains austénitiques [34].

élevée que lorsque l'austénite est déformée. Ceci indique donc, que l'augmentation de la surface effective de joints de grains n'est pas le seul facteur à prendre en compte pour expliquer l'accélération de la cinétique de germination, exprimée par l'apparition d'un nombre de germes par unité de temps. En fait, pour un même Sv, c'est à dire pour un nombre identique de sites potentiels de germination, il existe un plus grand nombre de sites actifs si l'austénite est préalablement déformée. Pour expliquer cette augmentation du taux de germination par unité de surface, ROBERTS [35], SANDBERG [36] et TAMURA [37] ont suggéré que la déformation de l'austénite conduit à la formation de crans ou d'ondulations à la surface des grains par migration locale des joints. Comme l'illustre la figure 16, l'énergie d'activation de la germination est plus faible si celle-ci se produit au contact de ces crans plutôt que le long d'un joint de grains planaire. Dans le cas d'une germination sur un cran, l'énergie d'interface austénite - ferrite est réduite de $(\theta - \pi).r.\gamma_1$, dans l'hypothèse d'une énergie de joint indépendante de l'orientation

De l'ensemble de ces travaux, il résulte que l'accélération de la cinétique de germination, provoquée par la déformation de l'austénite dans le domaine de non recrystallisation, est liée: (1) à l'augmentation de la surface de joint de grains,

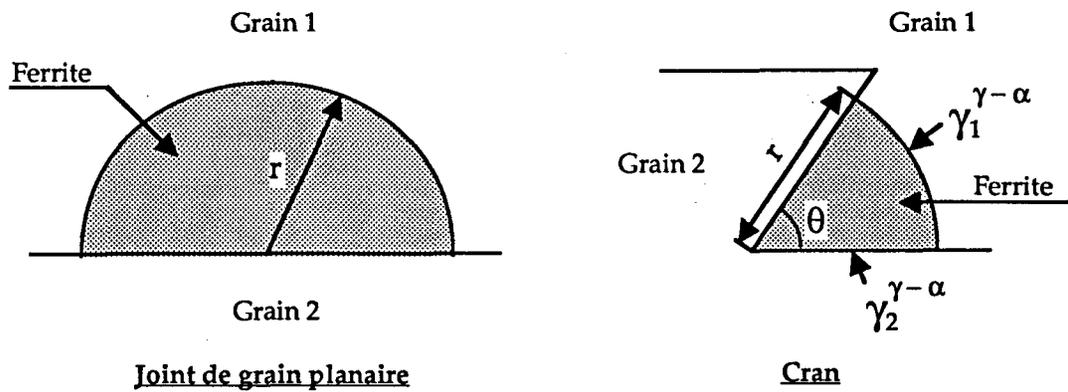


Figure 16: Schéma représentant la germination de la ferrite sur un joint de grain planaire et sur un cran de joint, d'après [37].

(2) à l'augmentation du taux de germination par unité de surface de joint de grains, et (3) à la formation de nouveaux sites de germination tels que les bandes de déformation et les macles. L'augmentation du taux de germination (2) mentionné ci-dessus reste selon les différents auteurs [35 à 37] le facteur principal qui explique l'accélération des cinétiques de transformation. Pour être complet, il faut également mentionner que OUCHI et ses collaborateurs [33] ont proposé que la précipitation du niobium, induite par la déformation, et localisée aux joints de grains et sur les bandes de déformation, pourrait rendre compte d'une accélération de la germination de la ferrite. Leur hypothèse est que le niobium en solution solide stabiliserait la structure austénitique en abaissant l'énergie des joints de grains, et qu'il diminuerait ainsi la vitesse de germination de la ferrite. Si le niobium précipite, la formation de Nb(C, N) relèverait alors d'une part l'énergie des joints de grains, et d'autre part réduirait la teneur en carbone en solution. L'austénite serait alors déstabilisée, et la germination de la ferrite accrue [38].

INAGAKI [39] a par ailleurs étudié la cinétique de croissance des grains ferritiques. Si "l" est la longueur et "w" la largeur du grain ferritique, mesurées respectivement parallèlement et perpendiculairement aux joints de grains de l'austénite, ces paramètres vérifient les lois de croissance isotherme suivantes:

$$l = \alpha.(t-t_0)^{1/2} \quad w = \beta.(t-t_0)^{1/2} \quad \text{à la température } T$$

où α et β sont des constantes indépendantes du temps et t_0 est le temps d'incubation de la transformation.

La figure 17 illustre les mesures de α et β en fonction de la température de transformation pour une austénite recristallisée ou déformée.

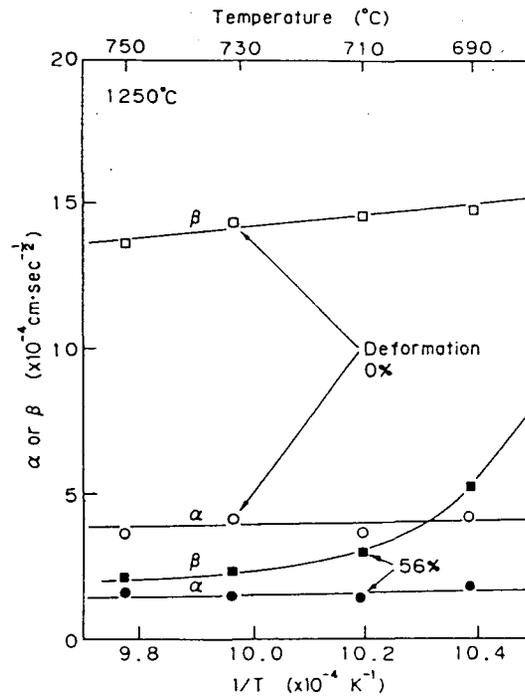


Figure 17: Effets de la déformation et de la température de transformation sur les constantes α et β des lois de croissance isotherme d'un acier à 0,1 %C - 1,3 %Mn - 0,04 %Nb. Austénitisation à 1250°C. Déformation de 0% ou de 56% à 830°C [39].

La déformation dans le domaine de non recristallisation conduit à une réduction importante de α et β , et notamment de ce dernier facteur, qui correspond à la croissance du grain ferritique perpendiculairement aux joints de grains de l'austénite. Le ralentissement de la croissance des germes de ferrite formés sur les joints de grains austénitiques permet la germination intragranulaire de nouveaux grains de ferrite sur des sites moins favorables [39]. Ceci a pour effet global d'accroître encore plus la cinétique de transformation.

1.2.3.2.c.β) Augmentation de la température de transformation

L'accélération de la germination de la ferrite due au corroyage de l'austénite des aciers microalliés conduit naturellement à une augmentation de la température de transformation Ar_3 pour une vitesse de refroidissement donnée, comme le montre le diagramme TRC schématisé à la figure 18. Cependant, la déformation accroît également l'énergie interne stockée dans l'austénite [40]. L'augmentation de l'enthalpie libre de l'austénite conduit alors à un accroissement de la température

de transformation (figure 19), de façon à relaxer l'énergie emmagasiner. La figure 19 a été tracée en tenant compte d'un effet de température sur l'énergie stockée et dans l'hypothèse d'une enthalpie de transformation $\Delta G_{\gamma/\alpha}$ constante.

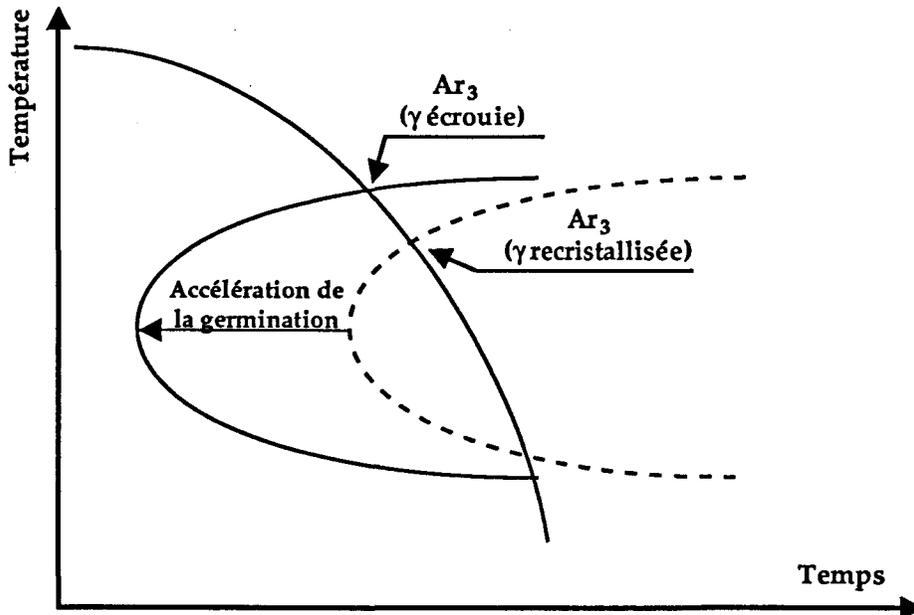


Figure 18: Effet de l'accélération de la germination sur la température de transformation Ar_3 .

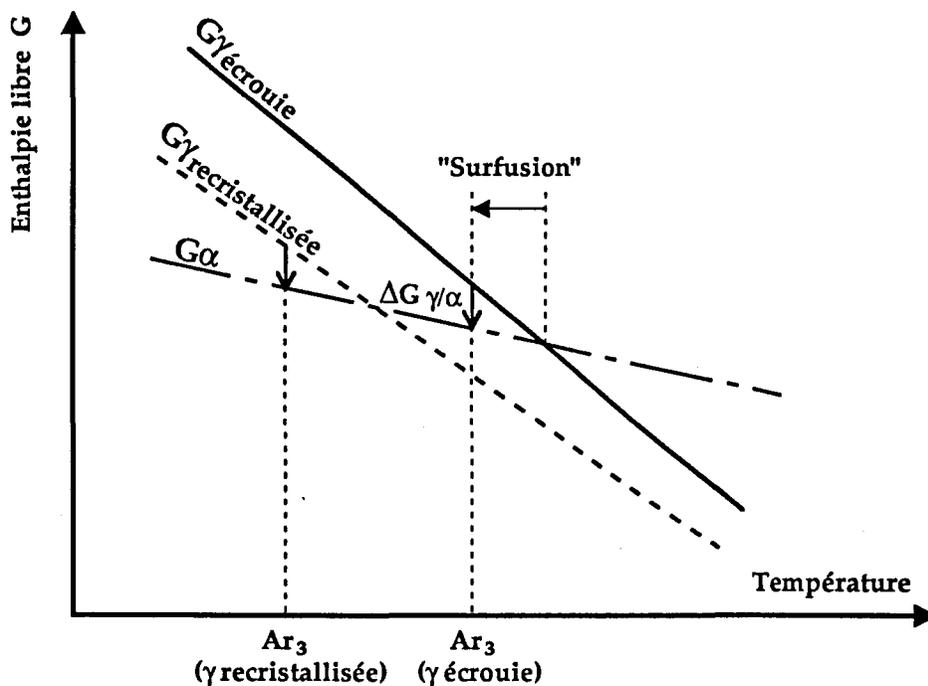


Figure 19: Effet de l'énergie interne de l'austénite sur la température de transformation Ar_3 .

L'addition des effets de l'augmentation de la germination et de l'accroissement de l'énergie interne dans l'austénite provoque à la fois un décalage des courbes de transformation vers les temps les plus court et vers des températures plus élevées (figure 20).

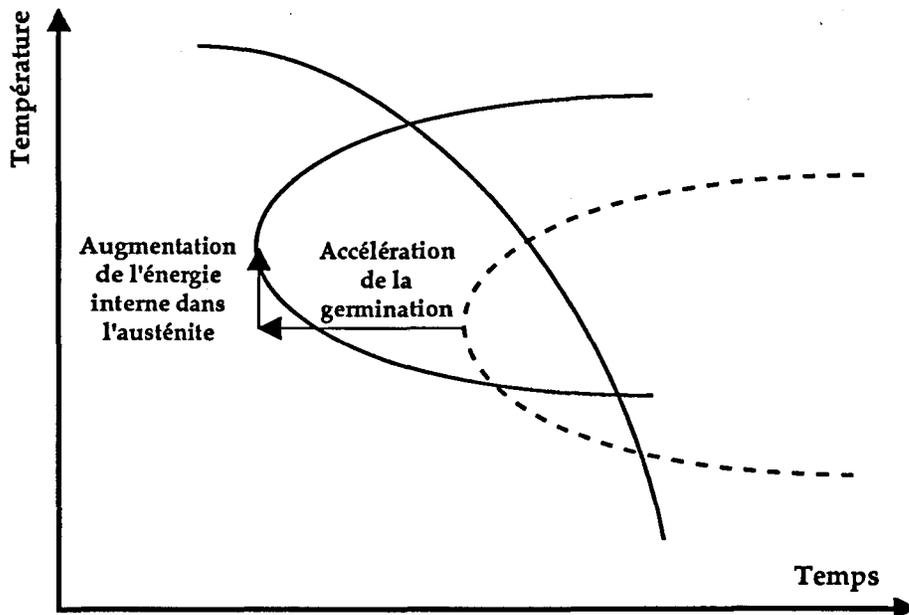


Figure 20: Décalage des courbes de transformation sous l'effet du corroyage de l'austénite.

En résumé, l'addition de niobium dans les aciers bas carbone retarde la recristallisation de l'austénite. Si le laminage est poursuivi dans le domaine de non recristallisation, le corroyage de l'austénite conduit à l'accélération de la transformation austénite-ferritique. Cette augmentation de la cinétique de transformation résulte d'une densité de sites de germination plus élevée et explique l'affinement de la structure ferritique des aciers microalliés. Le cas des aciers microalliés montre que la germination l'emporte sur la croissance des grains, pourtant favorisée par une valeur plus élevée de Ar_3 .

1.2.4) La trempe et le revenu

Cette filière est utilisée pour la production d'aciers de construction à très haute limite d'élasticité, comprise entre 500 et 1000 MPa, et d'aciers résistant à l'abrasion. Ces propriétés sont obtenues par un traitement de trempe directe après

laminage avec une vitesse de refroidissement la plus élevée possible, jusqu'à une température de fin de refroidissement qui doit être inférieure à 200°C [41]. Les structures formées dans l'épaisseur de la tôle sont constituées de bainite et de martensite. Ces structures sont très résistantes (limite d'élasticité et charge à la rupture élevées), mais peu ductiles et peu résilientes. Le traitement de revenu après trempe permet de restaurer les propriétés de ductilité et de résilience, au prix d'une légère chute des propriétés de traction [4].

I.2.5) Refroidissement accéléré doux après laminage

Le refroidissement accéléré après laminage à chaud est une technique employée depuis les années 1960 sur les trains à bandes pour tôles minces [42 à 44]. Ce n'est que plus récemment que le refroidissement accéléré doux (RAD) a été introduit dans la chaîne de production des tôles épaisses. La première ligne de refroidissement accéléré pour plaques a été installée en 1979 dans les usines de Nippon Kokan au Japon, suite aux travaux de OUCHI et al [45]. Cette technique présente des intérêts économiques par rapport à la trempe directe (absence de revenu) et améliore la planéité des tôles. Par ailleurs, l'apport du RAD après laminage à chaud des plaques permet soit d'accroître la résistance des aciers, ou soit de réduire la teneur en éléments d'alliage pour un même niveau de propriétés (figure 21), de façon à améliorer la soudabilité [46, 47]. Par ailleurs, l'amélioration des caractéristiques de traction ne détériore pas les propriétés de résilience [48].

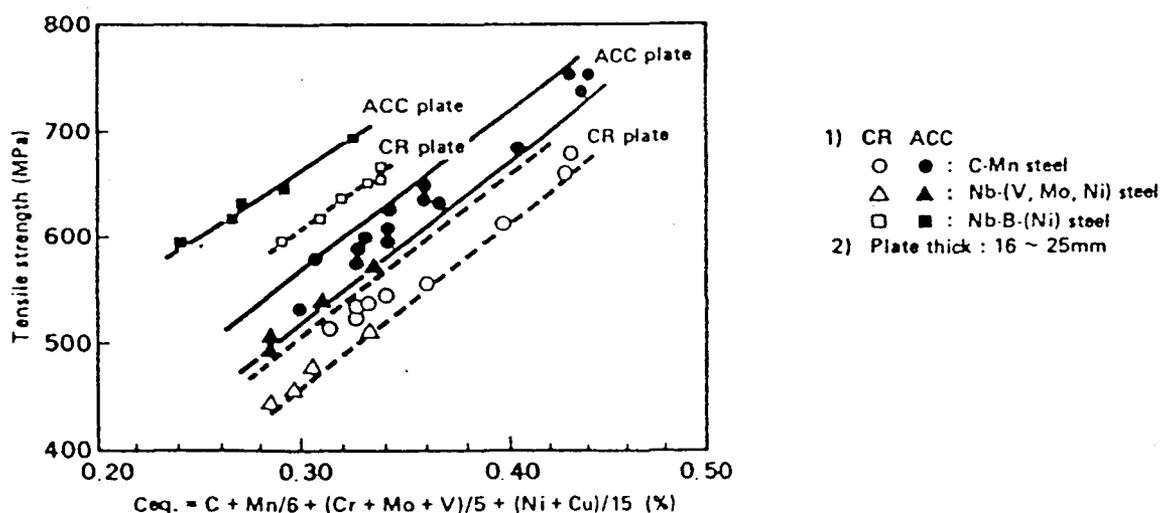


Figure 21: Relation entre le carbone équivalent et la résistance à la rupture en traction. Comparaison des propriétés brutes de laminage et après refroidissement accéléré [47]. CR: Controlled Rolling = Laminage à température contrôlée. ACC: Accelerated Controlled Cooling = RAD.

I.2.5.1) Les paramètres du refroidissement accéléré

Le refroidissement accéléré après laminage est caractérisé par différents paramètres: la vitesse de refroidissement (V_r), la température de début de refroidissement (TDR) ainsi que la température de fin de refroidissement accéléré (TFR). Après cette étape de refroidissement accéléré, les tôles continuent de se refroidir jusqu'à la température ambiante par refroidissement naturel à l'air. L'optimisation des paramètres du refroidissement accéléré dépend de la composition chimique et des conditions de laminage à chaud. En effet, la trempabilité de l'acier et la structure austénitique développée par le laminage peuvent influencer de façon remarquable les propriétés et les microstructures obtenues pour des conditions spécifiques de refroidissement.

I.2.5.2) Variations des propriétés mécaniques et de la microstructure avec les conditions de refroidissement

Depuis le début des années 1980, le refroidissement accéléré a fait l'objet de bon nombre d'études et de congrès [37, 45 à 56]. Nous en donnerons ici les principaux résultats.

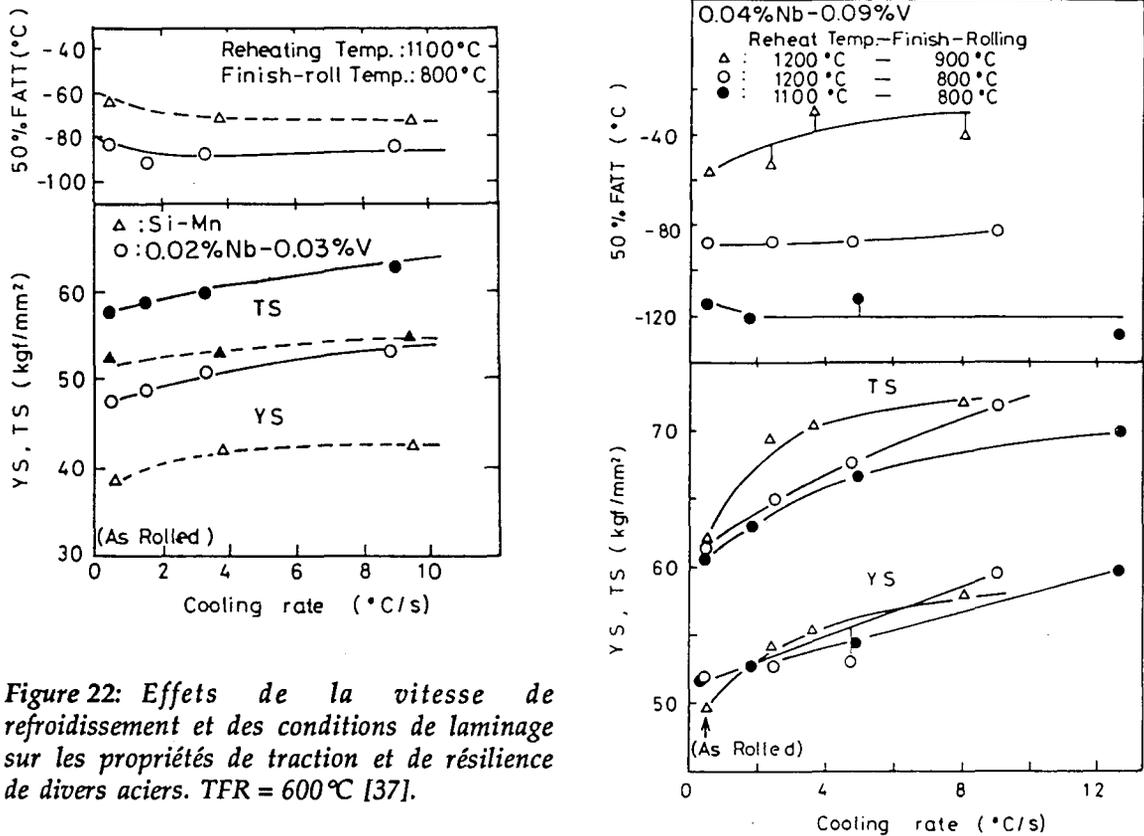
I.2.5.2.a) Effet de la température de début de refroidissement

Dans le cas du laminage austénitique (Température de Fin de Laminage $TFL > Ar_3$), PERDRIX [47] a montré qu'une variation de la TDR a peu d'effet sur les propriétés mécaniques tant que cette TDR reste supérieure à la température de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

I.2.5.2.b) Effet de la vitesse de refroidissement

La figure 22 donne à titre d'exemple l'évolution des propriétés de traction (limite d'élasticité: Y_S , résistance à la rupture: T_S) et de résilience (température de transition ductile-fragile à 50% de cristallinité: 50% FATT) avec la vitesse de refroidissement et les conditions de laminage de différents aciers dont la composition de base est de 0,1-0,15% C, 0,3% Si et 1,4% Mn. Cette figure révèle d'une part que l'amélioration de la résistance à la traction avec l'augmentation de la

vitesse de refroidissement est plus importante pour les aciers microalliés que pour les acier au silicium - manganèse, et que d'autre part, les températures d'austénitisation et de fin de laminage influent de façon appréciable sur l'évolution de ces propriétés. Par ailleurs, les propriétés de résilience (température de transition ductile - fragile) sont peu affectées par une variation de la vitesse de refroidissement si la structure austénitique en fin de laminage est fine et écrouie (TFL = 800°C). A l'opposé, l'augmentation de la trempabilité, résultant d'une austénite plus grossière après un réchauffage à 1200°C et une température de fin de laminage de 900°C, conduit à une détérioration significative des propriétés de résilience avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement.



1.2.5.2.c) Effet de la température de fin de refroidissement

Quelle que soit la composition chimique, les propriétés de traction semblent croître de façon continue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement et les propriétés de résilience sont généralement peu affectées par ce paramètre (figure 22). Au contraire, leurs évolutions avec la TFR sont beaucoup plus singulières. La

figure 23 présente à cet égard l'évolution des propriétés mécaniques avec la baisse de TFR (Finish-Cooling Temperature), pour une vitesse 10°C/s, de trois aciers non microalliés, se distinguant par leurs teneurs en carbone et/ou en manganèse.

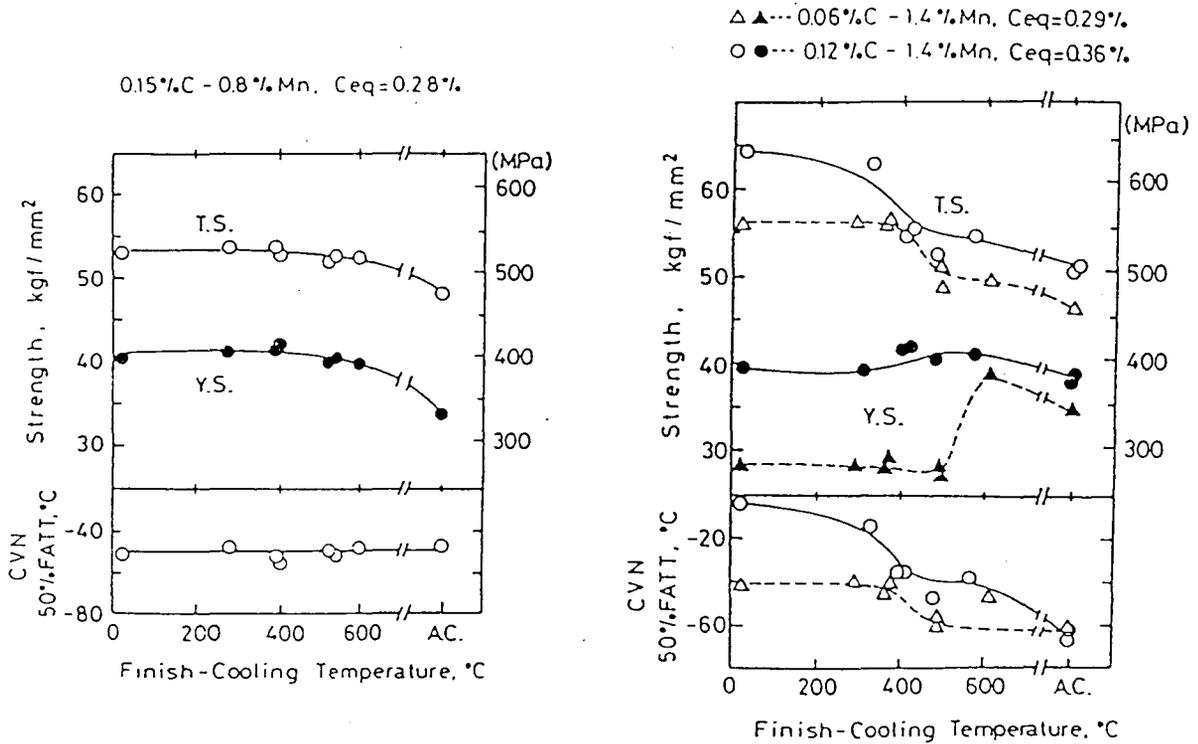


Figure 23: Variations des propriétés de traction et de résilience de différents aciers avec la température de fin de refroidissement et la composition chimique. Vr = 10°C/s [50]

Pour l'acier haut carbone - bas manganèse, la limite d'élasticité et la charge de rupture augmentent respectivement d'environ 70 et 50 MPa entre le refroidissement à l'air et le RAD mené jusqu'à une TFR d'environ 500°C puis se stabilisent si la TFR continue d'être abaissée. Parallèlement, la température de transition ductile-fragile n'est pas affectée par le refroidissement. Au contraire, l'acier haut carbone - haut manganèse présente une quasi-constance de la limite d'élasticité vis à vis de la TFR, alors que les propriétés de résilience se dégradent de façon continue avec la baisse de la TFR. Enfin pour l'acier bas carbone - haut manganèse, si la TFR devient inférieure à 500°C, la limite d'élasticité se dégrade brutalement d'environ 100 MPa et la température de transition de résilience de 20°C. Il faut noter par ailleurs qu'entre ce dernier acier et le premier cité, l'évolution des propriétés mécaniques avec la TFR est totalement différente malgré un carbone équivalent (Ceq) identique.

Pour les aciers microalliés, l'évolution des propriétés mécaniques est analogue à celle des aciers bas carbone - haut manganèse cités ci-dessus, comme en atteste la figure 24, si ce n'est qu'après avoir chuté brutalement à partir d'une certaine TFR, la limite d'élasticité semble remonter quelque peu aux plus basses températures de fin de refroidissement. Par ailleurs, l'augmentation de la charge de rupture est plus importante pour les aciers microalliés.

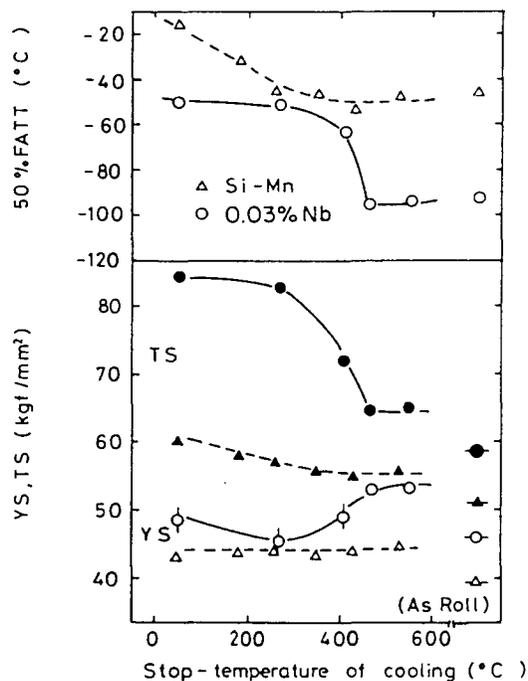


Figure 24: Variations des propriétés de traction et de résilience d'un aciers à 0,03% Nb avec la température de fin de refroidissement. Comparaison avec un acier haut carbone - haut manganèse non microallié. Vr = 10°C/s [37]

Du point de vue métallurgique, l'évolution des différentes propriétés mécaniques avec les paramètres du refroidissement accéléré est attribuée (1) à l'affinement de la structure ferritique, (2) à l'apparition de phases trempantes telles que la bainite et la martensite en lieu et place de la perlite, observée après refroidissement à l'air, et (3) à l'augmentation du durcissement de précipitation dans le cas des aciers microalliés. Cependant, comme cela est illustré notamment par les figures 23 et 24, il est difficile de définir des règles générales quant aux variations des propriétés mécaniques avec les paramètres du refroidissement, puisque la composition chimique des aciers a un effet majeur sur ces évolutions, rendant ainsi chaque cas comme un cas d'espèce particulier. Toutefois, les

corrélations envisageables entre la microstructure et les propriétés mécaniques restent toujours vraies pour une structure donnée.

Dans ce contexte, l'objet de la présente étude est d'analyser les effets d'une addition de nickel et de niobium sur les microstructures et les propriétés mécaniques d'aciers à 0,1 % de carbone et 1,5 % de manganèse, après laminage à température contrôlée et refroidissement accéléré. L'étude microstructurale portera entre autres sur l'effet de la distribution des phases, cet aspect étant jusqu'alors peu documenté.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I

- [1] A. LE BON. *Le laminage contrôlé des produits plats*. Rev. Mét., n°3, Mars 1979, pp 149 - 156.
- [2] H. BAUMGART, H.F. DE BOER, F. HEISTERKAMP. *Review of microalloyed structural plate metallurgy - Alloying, rolling, heat treatment*. "NIOBIUM 81", San Fransisco, Nov. 1981, pp 883 - 915.
- [3] F.B. PICKERING. *Physical metallurgy and the design of steels*. Applied Science Publishers Ltd., Londres, 1978.
- [4] C. PERDRIX. *Laminage à chaud des plaques*. Rapport interne SOLLAC, réf: C.R.D.M/CP/931/11-90.
- [5] C. ROSSARD, P. BLAIN. *Une méthode de simulation par torsion permettant de déterminer l'influence sur la structure de l'acier de ses conditions de laminage à chaud*. Rev. Mét., n°3, Mars 1962, pp 223 - 236.
- [6] R.A. PETKOVIC, M.J. LUTON, J.J. JONAS. *Acta Met.*, vol 29, . 1981, pp 111.
- [7] J.J. JONAS. *Static and dynamic recrystallization under hot working conditions*. "International conference on physical metallurgy of thermomechanical processing of steels and other metals". THERMEC 88, vol 1, Tokyo, Japon, 6-10 juin 1988.
- [8] A. LE BON, J. ROFES-VERNIS, C. ROSSARD. *Recrystallisation et précipitation provoquées par la déformation à chaud: cas d'un acier de construction soudable au niobium*. Mém. Scien. Rev. Mét., n°7-8, 1973, pp 577 - 588.
- [9] A. LE BON, J. ROFES-VERNIS, C. ROSSARD. *Recrystallization and precipitation during hot working of a Nb-bearing HSLA steel*. Met Science, Mars-Avril 1979, pp 238 - 245.
- [10] K.J. IRVINE, T. GLADMAN, J. ORR, F.B. PICKERING. *Controlled rolling of structural steels*. JISI, vol 208, aout. 1970, pp 717 - 726.
- [11] J.J. JONAS, I. WEISS. *Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels*. Met Science, Mars-Avril 1979, pp 238 - 245.
- [12] I. WEISS, J.J. JONAS. *Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels*. Met Trans A, vol. 10A, juil. 1979, pp 831 - 840.
- [13] A.B. ROTHWELL. *Etude du comportement structural des aciers faiblement alliés pendant le laminage contrôlé*. Mém. Scien. Rev. Mét., n°6, 1972, pp 413 - 424.

- [14] G FITZSIMONS, K. TIITTO, R. FIX, A.J. DE ARDO. *Precipitation of Nb(CN) during high strain rate compression testing of a 0.07 Pct Nb-bearing austenite*. Met Trans A, vol. 15A, jan. 1984, pp 241 - 243.
- [15] J.W. CHRISTIAN. *The theory of transformations in metals and alloys. Part I: Equilibrium and general kinetic theory*. Edition Pergamon Press, 1975.
- [16] J. BURKE. *The kinetics of phase transformations in metals*. Edition Pergamon Press, 1965.
- [17] M. MILITZER, W.P. SUN, J.J. JONAS. *Modelling the effect of deformation-induced vacancies on segregation and precipitation*. Acta Met., vol 42, jan. 1994, pp 133 - 141.
- [18] R.D. NAYBOUR. *Hardening during deformation of an 18Cr/12Ni/Nb austenitic steel at 650°C*. Acta Met., vol 13, nov. 1965, pp 1197 - 1207.
- [19] M.C. CHATUVERDI, R.W.K. HONEYCOMBE, D.H. WARRINGTON. *Dislocation precipitation of NbC in iron-manganese austenites*. JISI, vol 206, 1968, pp 1146 - 1147.
- [20] R. PRIESTNER, C.C. EARLEY, J.H. RENDALL. *Observations on the behaviour of austenite during the hot working of some low-carbon steels*. JISI, vol 206, déc. 1968, pp 1252 - 1266.
- [21] C. ROSSARD. *Simulation du laminage contrôlé de divers aciers. Recristallisation pendant la déformation et conséquences pour l'efficacité du traitement thermomécanique*. Rev. Mét., n°3, mars 1968, pp 181 - 194.
- [22] G.A. WILBER, J.R. BELL, J.H. BUCHER, W.J. CHILDS. *The determination of rapid recrystallization rates of austenite at the temperature of hot deformation*. Trans. Met. Soc. AIME, vol 242, nov. 1968, pp 2305 - 2308.
- [23] J.G. SPEER, S.S. HANSEN. *Austenite recrystallization and carbonitride precipitation in niobium microalloyed steels*. Met Trans A, vol. 20A, jan. 1987, pp 25 - 38.
- [24] B. DUTTA, C.M. SELLARS. *Effect of composition and process variables on Nb(C, N) precipitation in niobium microalloyed austenite*. Mat. Sci. and Tech., vol 3, mars 1987, pp 197 - 206.
- [25] B. DUTTA, E. VALDES, C.M. SELLARS. *Mechanism and kinetics of strain induced precipitation of Nb(C, N) in austenite*. Acta Met., vol 40, n° 4, 1992, pp 1197 - 1207.
- [26] S. YAMAMOTO, C. OUCHI, T. OSUKA. *The effect of microalloying elements on the recovery and recrystallization in deformed austenite*. "Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite". Edité par A.J. DeArdo, G.A. Ratz et P.J. Wray. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1982, pp 613 - 639.

- [27] L.J. CUDDY. *The effect of microalloy concentration on the recrystallization of austenite during hot deformation*. "Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite". Edité par A.J. DeArdo, G.A. Ratz et P.J. Wray. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1982, pp 129 - 139.
- [28] O. KWON, A.J. DEARDO. *Interactions between recrystallization and precipitation in hot-deformed microalloyed steels*. Acta Met., vol 39, avril. 1991, pp 529 - 538.
- [29] J.P. MICHEL, M. AKBEN, J.J. JONAS. *Etude de la précipitation dynamique de Nb (CN), VN et AlN dans l'austénite d'aciers à bas carbone*. Rev. Mét., CIT, n°10, oct. 1981, pp 823 - 833.
- [30] ABRAHAMSON, BLAKENEY. . Trans. Met. Soc. AIME, vol 218, 1960, p 1101.
- [31] Y.E. SMITH, C.A. SIEBERT. *Continuous cooling transformation kinetics of thermomechanically worked low carbon austenite*. Met Trans A, vol. 2, 1971, pp 1711 - 1725.
- [32] Y. DESALOS, R. LAURENT, A. LE BON. *Influence de l'écrouissage de l'austénite sur les conditions de transformation d'acier peu ou moyennement alliés*. Mém. Scien. Rev. Mét., n°6, 1979, pp 377 - 395.
- [33] C. OUCHI, T. SAMPEI, I. KOZASU. *The effect of hot rolling condition and chemical composition on the onset temperature of $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation after hot rolling*. Trans ISIJ, vol 22, 1982, pp 214 - 222.
- [34] I. KOSAZU, C. OUCHI, T. SEMPEI, T. OKITA. *Hot rolling as a high-temperature thermo-mechanical process*. "Microalloying 75", Washington, édité par M. Korchynsky, 1977, p 120.
- [35] W. ROBERTS, H. LIDEFELT, A. SANDBERG. *Mechanism of enhanced ferrite nucleation from deformed austenite in microalloyed steels*. "Hot working and forming processes", Sheffield, 1980, pp 38 - 42.
- [36] A. SANDBERG, W. ROBERTS. *The influence of thermomechanical treatment on the continuous-cooling transformation of austenite in microalloyed steels*. "Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite". Edité par A.J. DeArdo, G.A. Ratz et P.J. Wray. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1982, p 405.
- [37] I. TAMURA, C. OUCHI, T. TANAKA, H. SEKINE. *Thermomechanical Processing of High Strength Low Alloy Steels*. Editions Butterworths, Londres, 1988.
- [38] M.H. THOMAS, G.M. MICHAL. *The influence of niobium and Nb(C, N) precipitation on the formation of proeutectoid ferrite in low alloy steels*. "International conference on solid - solid phase transformation". Edité par H.I. Aaronson, D.E. Laughlin, R.F. Sekerka et C.M. Wayman. Trans. Met. Soc. AIME, 1982, pp 469 - 473.

- [39] H. INAGAKI. *Effect of controlled rolling on the ferrite-pearlite transformation in a low-carbon Nb steel*. Z. Metallkunde, vol 77, 1986, pp 36 - 42.
- [40] J.J. JONAS, R. NASCIMENTO, I. WEISS, A.B. ROTHWELL. *Effect of deformation on the $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation in two high silicon dual phase steels*. "International conference on fundamentals of dual phase steels". Edité par Trans. Met. Soc. AIME, Chicago, fév. 1981.
- [41] C. PERDRIX, M. LAFRANCE, R. LECIGNE, B. ROTH, S. VIANNAY. *Refroidissement accéléré à la tôlerie de GTS Dunkerque*. Rev. Mét., CIT, n°11, 1990, pp 1037 - 1045.
- [42] J.N. ADCOCK. JISI, vol 200, 1962, p 909.
- [43] T.R. MORGAN, E.E. DANCY, M. KORCHINSKY. Journal of Metals, 1965, p 829.
- [44] J.J. IRANI, D. BURTON, F. KEYWORTH. JISI, vol 204, 1966, pp 702 - 710.
- [45] C. OUCHI, J. TANAKA, I. KOZASU, K. TSUKADA. *Control of microstructure by processing parameters and chemistry in the artic line pipe steels*. MICON 78: "Optimization of processing, properties and service performance through microstructural control". Edité par H. Abrams, ASTM, STP 672, 1979, pp 105 - 125.
- [46] I. KOZASU. *Overview of accelerated cooling of plate*. "Accelerated cooling of steel", Pittsburgh, 1985, Edité par P.D. Southwick. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1986, p 15.
- [47] H. TAMEHIRO, R. HABU, N. YAMADA, H. MATSUDA, M. NAGUMO. *Properties of large diameter line pipe steel produced by accelerated cooling after controlled rolling*. "Accelerated cooling of steel", Pittsburgh, 1985, Edité par P.D. Southwick. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1986, pp 401 - 413.
- [48] C. OUCHI, T. OKITA, S. YAMAMOTO. *Effects of interrupted accelerated cooling after controlled rolling on the mechanical properties of low alloy steels*. Trans ISIJ, vol 22, 1986, pp 608 - 616.
- [49] C. PERDRIX. *Refroidissement accéléré contrôlé des tôles après laminage contrôlé*. Rapport IRSID, LSF 4942, Nov. 1981.
- [50] C. SHIGA, K. AMANO, T. ENAMI, M. TANAKA, R. TARUI, Y. KUSUHARA. *Applications of multipurpose accelerated cooling systems (MACS) to the production of HSLA steel plate*. "International conference on technology and applications of High Strength Low Alloy (HSLA) steels". ASTM, STP 672, 1979, pp 105 - 125.
- [51] M.F MEKKAWY, K.A. EL FAWAKHRY, L. MISHREKY. *Effect of interrupted accelerated cooling on mechanical properties and structure of vanadium and titanium microalloyed steel bars*. Mat. Sci. and Tech., vol 7, jan 1991, pp 28 - 36.
- [52] E.A. ALMOND, P.S. MITCHELL, R.S. IRANI. *Effect of cooling rate on mechanical properties and microstructure of controlled-rolled C-Mn-Nb steel*. Met. Tech., juin 1979, pp 205 - 214.

[53] A. LE BON, C. PERDRIX. *Optimum cooling conditions for the accelerated cooling of plates*. "Accelerated cooling of steel", Pittsburgh, 1985. Edité par P.D. Southwick. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1986.

[54] H. TAKEUCHI, K. BESSYO, T. HASHIMOTO. *Recent development of thermomechanical treatment technique in Sumitomo metals*. The Sumitomo Search, n°32, mai 1986, pp 8 - 18.

[55] T. HATOMURA, K. AMANO, M. KIMURA, C. SHIGA. *Effects of accelerated cooling condition on ferritic and subsequent second phase transformations from deformed austenite*. "Accelerated cooling of rolled steel", Winnipeg, 1987. Edité par G.E. Ruddle, A.F. Crawley, Pergamon Press, p 43.

[56] L.E. COLLINS, G.E. RUDDLE, A.F. CRAWLEY, J.D. BOYD. *Accelerated cooling of a Nb-V microalloyed plate steel*. "Accelerated cooling of rolled steel", Winnipeg, 1987. Edité par G.E. Ruddle, A.F. Crawley, Pergamon Press, pp 57-70.

CHAPITRE II
MATERIAUX ET PROCEDURES
EXPERIMENTALES

CHAPITRE II

MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

II.1) PLAN D'EXPERIENCE

II.1.1) Composition chimique

Dans le cadre du développement d'aciers à haute limite d'élasticité et à propriétés de résilience améliorées, pour la construction métallique et off-shore, trois nuances chimiques d'aciers sont étudiées (tableau 1).

| Nuance | C | Mn | P | S | Al | Si | N | Ti | Ni | Nb |
|--------|----|------|-----|-----|----|-----|-----|----|-----|----|
| A | 90 | 1502 | 8,5 | 1,4 | 24 | 293 | 3,7 | 9 | - | - |
| B | 90 | 1509 | 9,1 | 0,8 | 23 | 301 | 3,8 | 9 | 398 | - |
| C | 91 | 1509 | 10 | 0,5 | 29 | 305 | 3,6 | 11 | 403 | 15 |

Tableau 1: Composition chimique des trois nuances d'aciers étudiées, exprimée en millièmes de pourcents pondéraux (10^{-3} %).

Ces nuances d'aciers, bas phosphore, bas soufre, calmés à l'aluminium, présentent des teneurs comparables en carbone, manganèse, silicium, azote et titane. La composition chimique de l'acier de base A est limitée à ces éléments. B correspond à l'alliage A additionné de $400 \cdot 10^{-3}$ % de nickel, tandis que $15 \cdot 10^{-3}$ % de niobium sont ajoutés dans C par rapport à B. Ces différentes compositions chimiques sont dosées en milieu de poches de coulées continues réalisées à l'aciérie de Dunkerque.

II.1.2) Traitements thermomécaniques

Pour répondre aux besoins de l'étude, les différents traitements thermomécaniques ont été réalisés sur des outils de simulation: laminoir et

machine de refroidissement accéléré de laboratoire du Centre de Recherches et de Développements Métallurgiques (C.R.D.M.) à SOLLAC Dunkerque. Avant simulation, les brames des nuances étudiées ont été pré laminées à la tôle forte de Dunkerque pour amener les produits aux dimensions des produits de simulation. Après cette opération de pré laminage, les plaques sont découpées en lopins au format 70 x 70 x 200 mm³.

Outre la composition chimique, de nombreux paramètres thermomécaniques ont une forte influence sur la microstructure et le comportement mécanique des aciers. La figure 25 résume les différents paramètres du laminage austénitique en deux phases et du refroidissement accéléré.

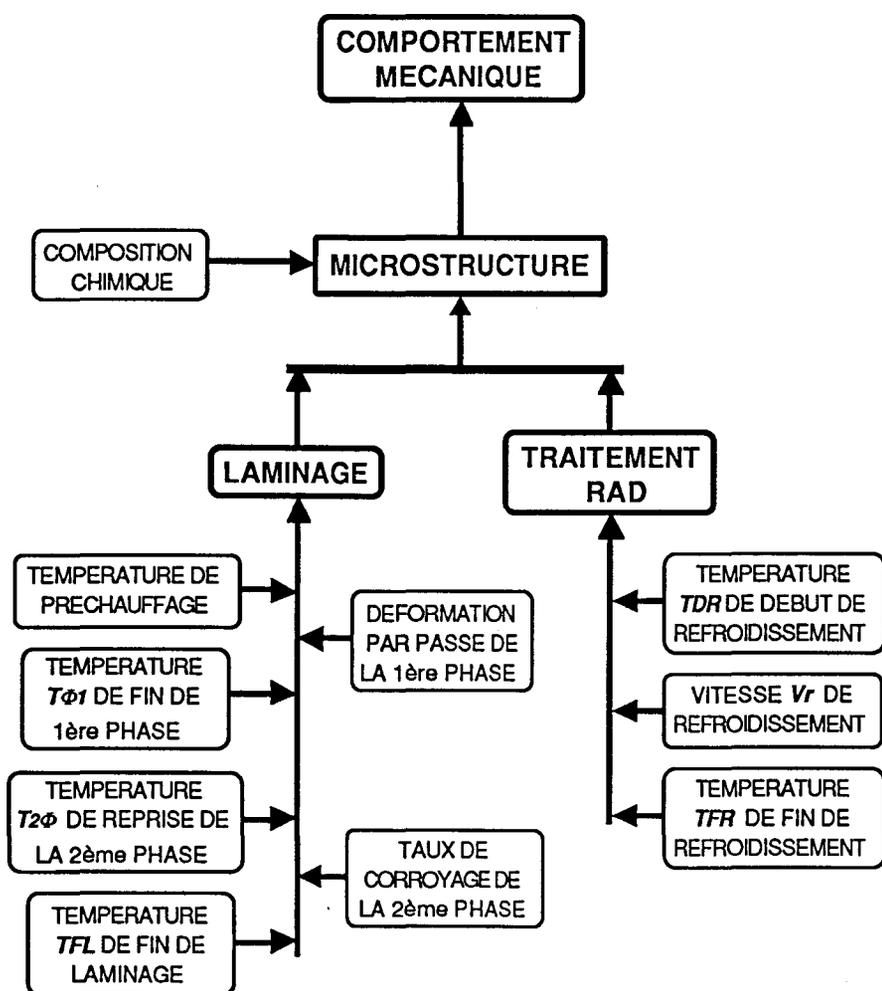


Figure 25: Définition des paramètres thermomécaniques ayant un effet prépondérant sur le comportement mécanique et la microstructure des aciers obtenus par laminage contrôlé et refroidissement accéléré [références du chapitre III].

Compte tenu du nombre important de paramètres thermomécaniques pouvant affecter les propriétés mécaniques et les microstructures, il a été nécessaire de limiter les variables expérimentales pour cette étude. Hormis les paramètres du refroidissement, l'ensemble des variables thermomécaniques de la figure 25 est maintenu fixe.

II.1.2.1) Simulations de laminage

Pour les différentes nuances d'aciers et les différents refroidissements envisagés, le schéma de laminage est identique. Ce schéma est calculé pour la nuance C, microalliée au niobium, et appliquée également aux nuances A et B. Le schéma de laminage comprend deux phases. La première, réalisée à haute température, est destinée à affiner la structure par une succession de corroyages et de recristallisations. La seconde, effectuée à plus basse température, permet d'écrouir l'austénite puisque la recristallisation devient impossible dans le cas d'aciers microalliés. L'opération de laminage est donc définie par des températures d'austénitisation, de fin de 1^{ère} phase ($T_{\Phi 1}$), de reprise de la 2nde phase ($T_{2\Phi}$) et de fin de laminage (TFL). Le taux de corroyage, défini par le rapport de l'épaisseur à la température de reprise $T_{2\Phi}$ sur l'épaisseur finale est fixé à $4e$. Cette valeur correspond à la fabrication de tôles pour gros tubes soudés, utilisés pour le transport d'hydrocarbures (oléoducs et gazoducs) pour lesquels les spécifications mécaniques sont très sévères. Le choix des différentes températures de laminage repose sur des considérations métallurgiques développées ci-dessous.

II.1.2.1.a) *Température d'austénitisation*

Le réchauffage a pour but non seulement de rendre le métal déformable mais également, du point de vue métallurgique, d'assurer la mise en solution des éléments dispersoïdes tels que le titane, l'aluminium, le niobium ou le vanadium, de façon à former au refroidissement de fins précipités (nitrures, carbures ou carbonitrures) conduisant à un durcissement du matériau [1, 2]. Si le durcissement par précipitation est très efficace pour augmenter la limite d'élasticité, cela se fait cependant au détriment des propriétés de résilience. La température de réchauffage doit donc être adaptée au compromis que l'on souhaite réaliser entre les propriétés de traction et de résilience.

En absence de mesures directes, l'estimation de la quantité maximale d'éléments remis en solution peut s'effectuer à l'aide des produits de solubilité K_s .

De façon générale, la limite de solubilité K_s de l'élément substitutionnel M (Nb, V, Ti, Al) et de l'élément interstitiel I (C, N) à la température absolue T s'exprime suivant une relation d'Arrhenius du type:

$$\log K_s = \log [M][I] = A - \frac{B}{T} \quad (\text{II-1})$$

Où [M] et [I] représentent les pourcentages pondéraux respectifs de M et I en solution.

Dans le cas du niobium, les précipités formés sont généralement des carbonitrides de niobium Nb (C, N). Du fait de la miscibilité totale des carbures et des nitrures de niobium [3], IRVINE et al [4] ont montré que l'azote pouvait être considéré comme un équivalent carbone. Ils ont ainsi proposé la relation de solubilité suivante:

$$\log K_s = \log [\text{Nb}] \left[C + \frac{12}{14} N \right] = A - \frac{B}{T} \quad (\text{II-2})$$

Le tableau 2 donne une liste non exhaustive des constantes (A, B) figurant dans la littérature. La figure 26 présente l'évolution des produits de solubilité K_s du tableau 2 en fonction de la température absolue T.

| Phase de précipitation | Précipité | K_s | A | B | Référence |
|------------------------|-----------|------------------------------------|------|-------|-----------|
| Liquide | TiN | [Ti][N] | 5,90 | 16586 | [5] |
| Austénite | TiN | [Ti][N] | 3,93 | 15188 | [5] |
| | TiC | [Ti][C] | 5,33 | 10475 | [5] |
| | AlN | [Al][N] | 1,03 | 6770 | [4] [6] |
| | NbN | [Nb][N] | 2,80 | 5800 | [5] |
| | Nb (C, N) | $[\text{Nb}][C + \frac{12}{14} N]$ | 2,26 | 6770 | [4] |
| | VN | [V][N] | 3,63 | 8700 | [5] |
| | VC | [V][C] | 6,72 | 9500 | [5] |
| Ferrite | TiN | [Ti][N] | 5,18 | 17611 | [7] |
| | TiC | [Ti][C] | 4,76 | 12400 | [7] |
| | NbC | [Nb][C] | 1,55 | 10071 | [8] |

Tableau 2: Valeurs des constantes A et B entrant dans les produits de solubilité des nitrures et carbures de titane, aluminium, niobium et vanadium. Teneurs en éléments dissous exprimées en % pondéraux.

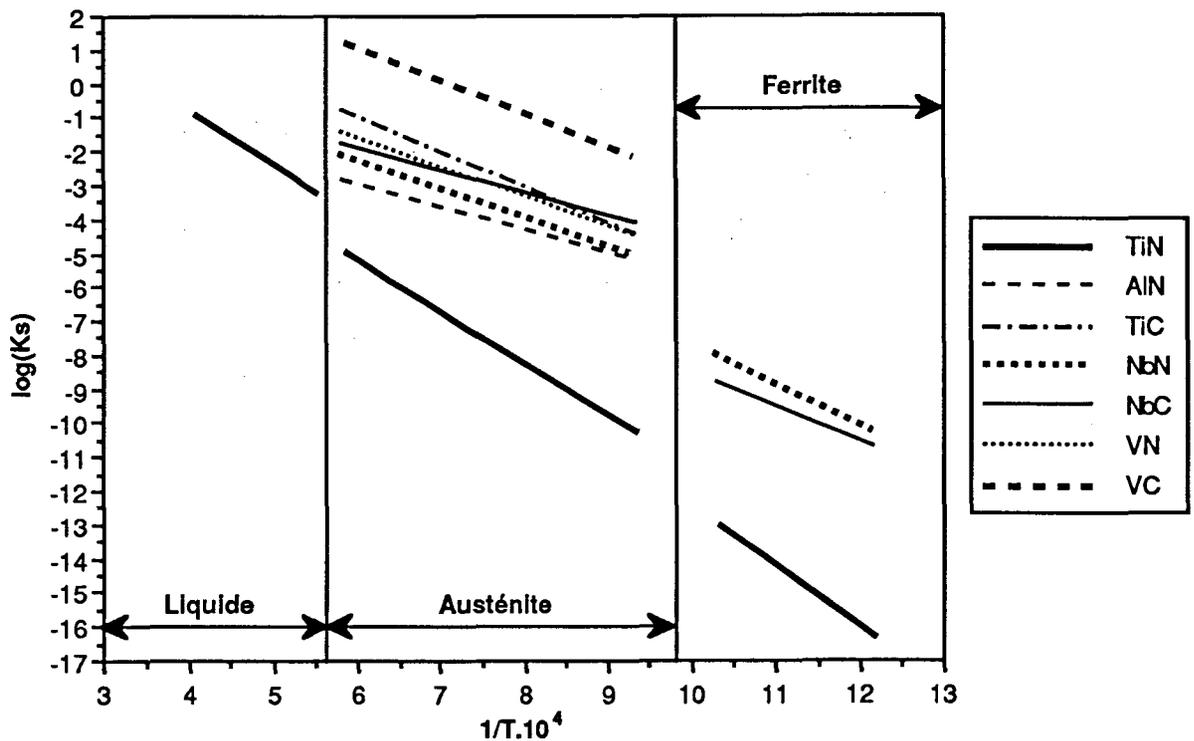


Figure 26: Evolution avec la température du produit de solubilité K_s des carbures et nitrures de titane, aluminium, niobium et vanadium. Le produit de solubilité K_s de Nb (C, N) n'est pas représenté. Ce dernier se superpose au produit K_s de NbC dans la ferrite.

Cependant, sauf si l'on recherche la température de remise en solution totale, les formules du type (II-1) ou (II-2), qui prennent en compte les pourcentages pondéraux des éléments en solution, ne sont pas directement applicables pour calculer, à partir de K_s , la fraction d'éléments en solution à une température donnée. Une transformation de l'équation est préalablement nécessaire. Le détail du calcul est précisé à l'annexe I.

La figure 26 indique que la solubilité du titane est très faible. NARITA [5] a mis en évidence que cet élément peut former des nitrures du type TiN dans l'acier liquide. Ces précipités grossiers n'assurent ni le contrôle de la croissance des grains, ni le durcissement du matériau. Il est donc nécessaire de limiter cette précipitation en phase liquide en ajustant les teneurs en titane et en azote dans les aciers. Pour la précipitation de TiN dans l'acier liquide, la relation proposée par NARITA [5] (Cf tableau 2) montre que les nitrures de titane TiN sont totalement dissous à 1600°C dans le cas de la nuance C (Ti=0,011 %, N=0,0036 %). Cependant, comme l'illustre la figure 27, la solubilité du titane dans l'austénite reste faible. A 1300°C, la quantité de titane en solution est de 0,002 % dans la nuance C. Par conséquent,

quelle que soit la température d'austénitisation avant laminage (< 1250°C), le titane ne sera pas remis en solution. Il sera en totalité lié à l'azote sous la forme de nitrures de titane TiN, dès les hautes températures. Les nitrures de titane pourront ainsi épinglez les joints de grains de l'austénite au cours du réchauffage et éviter ainsi une croissance importante des grains. Dans le cas d'un rapport de stoechiométrie [Ti]/[N] < 3,42, correspondant au rapport des masses atomiques du titane (47,9 g/mol) et de l'azote (14,008 g/mol), l'azote non consommé par le titane peut former avec l'aluminium des nitrures de type AlN. Ainsi, entre $2 \cdot 10^{-3}$ % et $2,25 \cdot 10^{-3}$ % d'aluminium peuvent précipiter sous forme de AlN dans les nuances A et B, et seulement $0,75 \cdot 10^{-3}$ % dans l'acier C. Ces nitrures d'aluminium participent également au contrôle de la croissance des grains austénitiques [9].

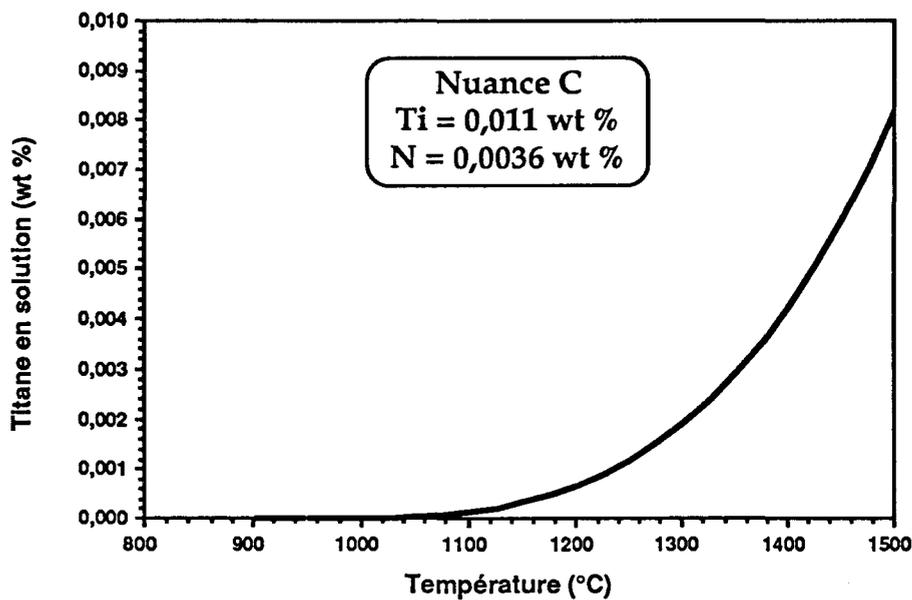


Figure 27: Solubilité du titane en fonction de la température d'austénitisation.

Dans cette étude, la température de réchauffage est donc conditionnée par la mise en solution du niobium. Cet élément précipite sous forme de carbures puisque l'azote est principalement lié au titane, voire à l'aluminium (Cf figure 26).

Pour la solubilité de NbC dans l'austénite la formule déterminée par VANKEMMEL [10], où apparaît l'effet de la teneur en manganèse sur la solubilité du niobium, est préférée à celle mentionnées dans le tableau 2:

$$\log [\text{Nb}][\text{C}] = 1,8 + 0,248 [\text{Mn}] - \frac{6770}{T} \quad (\text{II-3}) \quad \text{avec } [\text{Mn}] \approx 1,5 \text{ \% dans le cadre de cette étude.}$$

La température de mise en solution totale du niobium T_{sNb} est donc égale à :

$$T_{sNb} = \frac{6770}{1,8 + 0,248 \cdot [Mn]_t - \log([Nb]_t \cdot [C]_t)} \quad (II-4)$$

Où $[Mn]_t$, $[Nb]_t$ et $[C]_t$ représentent les teneurs totales en manganèse, en niobium et en carbone introduites dans l'acier.

Dans l'hypothèse d'une stœchiométrie parfaite des précipités, la nuance C se caractérise ainsi par une température de remise en solution totale du niobium T_{sNb} de 1080°C. Pour l'étude présente, la remise en solution totale du niobium est souhaitée, afin d'obtenir le durcissement maximal. Le contrôle de la taille des grains est assuré par les nitrures de titane. En conséquence, pour toutes les conditions de simulation, la température de réchauffage est fixée à 1100°C, et le temps de séjour dans le four à 35 mn (durée nécessaire pour que le coeur des lopins atteigne la température de 1100°C, plus 5 mn de maintien).

II.1.2.1.b) Température de fin de laminage TFL

L'étude porte exclusivement sur le laminage austénitique suivi d'un refroidissement accéléré. Il est donc nécessaire que la température de fin de laminage TFL soit supérieure à la température de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ des différentes nuances.

L'IRSID [11] a proposé une formule de calcul de la température de transformation Ar_3 , tenant compte de la composition chimique de l'acier et de la vitesse de refroidissement austénitique $V_{r\gamma}$ après laminage :

$$AR_{3\text{chimie}} (\text{°C}) = 904 - 357 \cdot C - 74 \cdot Mn + 64 \cdot Si - 125 \cdot Ni - 70 \text{ (si } B > 8\text{ppm)} \quad (II-5)$$

(concentrations en % pondéraux)

$$Ar_3 (\text{°C}) = AR_{3\text{chimie}} \cdot V_{r\gamma}^{-0,02074} \quad (II-6)$$

Domaine de validité: 0,026% < C < 0,154%

0,287% < Mn < 1,574%

0,022% < Si < 0,394%

0% < Nb < 0,094%

0% < Ni < 0,359%

Si $V_{r\gamma} < 1^\circ\text{C/s}$ alors $Ar_3 = AR_{3\text{chimie}}$

Cette formule, bien que validée pour les teneurs en nickel inférieures à 0,359%, est utilisée dans le cas des nuances B et C pour lesquelles la concentration en nickel est de 0,4%.

Par ailleurs, pour les aciers microalliés (cas de la nuance C), les relations de type IRSID entre A_{r3} et la composition chimique ne sont applicables que si le taux de réduction de l'austénite en deçà de la température de non recristallisation est au moins égal à 50% [12, 13, 14]. Cette condition est respectée avec un laminage 4e, qui correspond à une réduction de 75%.

Dans le cas du refroidissement à l'air ($V_{r\gamma} = 2^\circ\text{C/s}$), les températures de transformation A_{r3} , des différentes nuances A, B et C valent donc à partir du modèle:

Nuance A: $A_{r3} = 768^\circ\text{C}$

Nuance B: $A_{r3} = 719^\circ\text{C}$

Nuance C: $A_{r3} = 719^\circ\text{C}$

Dans le cas du laminage austénitique, plus la température de fin de laminage TFL est proche de la température de transformation A_{r3} , plus les conditions de transformation de la structure austénitique du métal sont favorables à la formation de grains ferritiques fins (absence de restauration de l'austénite avant la transformation). Il faut cependant tenir compte du temps de transfert entre le laminoir et la machine de refroidissement, si l'on souhaite que ce refroidissement commence avant le début de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, de façon à bénéficier du plein effet du refroidissement accéléré. Dans ces conditions, la TFL est fixée pour l'ensemble des simulations à 800°C .

Les premières simulations de laminage ont permis de déterminer à partir des enregistrements température-temps les valeurs expérimentales de la température de transformation. Les mesures de la température A_{r3} conduisent aux résultats suivants:

Nuance A: $A_{r3} = 768^\circ\text{C}$

Nuance B: $A_{r3} = 756^\circ\text{C}$

Nuance C: $A_{r3} = 740^\circ\text{C}$

Hormis le cas de la nuance A pour laquelle le modèle de calcul est en très bon accord avec les mesures de A_{r3} , on observe pour les aciers B et C des valeurs expérimentales supérieures aux prévisions. Ceci résulte sans doute d'une quantification de l'effet gammagène du nickel trop importante dans la relation (II-5)

lorsque la teneur en nickel est supérieure à 0,359%. Toutefois, quelle que soit la nuance, la température de transformation est inférieure à 800°C. Le choix de la TFL, fixée à 800°C, est donc validé.

La température de réchauffage et la température de fin de laminage étant fixées, il reste à définir la température de fin de première phase et la température de reprise. Outre certains aspects métallurgiques, détaillés aux paragraphes suivants, le choix de ces deux températures est également limité par des contraintes technologiques: la puissance du laminoir, le nombre de passes à effectuer pour obtenir le corroyage désiré au cours de la première et de la seconde phase de laminage et le refroidissement interpasses qui est inévitable compte tenu des faibles dimensions des produits de simulation.

II.1.2.1.c) Température d'arrêt de la première phase $T\Phi_1$

Il a été montré [15, 16], que l'optimisation des conditions de laminage à haute température au cours de la 1ère phase pouvait améliorer de façon importante les propriétés de traction et de résilience. En effet une température de fin de 1ère phase $T\Phi_1$ élevée permet une recristallisation maximale de l'austénite pendant le temps d'attente avant le début de la seconde phase de laminage. Si la structure austénitique n'est que partiellement recristallisée, la structure en fin de laminage conserve une hérédité de cette recristallisation incomplète sous la forme d'une hétérogénéité de taille des grains. Cette hétérogénéité est néfaste notamment pour la résilience [15]. Cependant, pour une température $T_2\Phi$ de reprise constante, si $T\Phi_1$ est trop élevée, la structure austénitique sera grossière et la ferrite n'aura ni la finesse, ni l'homogénéité maximale désirée, ce qui dégradera les propriétés de traction et de résilience (lois de Hall et Petch et de Cottrell et Petch). Il faut donc trouver le bon compromis entre recristallisation maximale et taille des grains qui permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques souhaitées. Cette optimisation doit par ailleurs tenir compte de la déformation par passe qui gouverne également l'aptitude du matériau à la recristallisation [15]. Pour ces raisons, et compte tenu des contraintes technologiques, la température $T\Phi_1$ a été fixée à 1010°C, avec une réduction par passe d'environ 12% au cours de la 1ère phase.

II.1.2.1.d) Température de reprise de la seconde phase $T_2\Phi$

Au cours du laminage, la précipitation des éléments dispersoïdes dans l'austénite doit être limitée car trop grossière et donc non durcissante. La

précipitation du niobium, favorisée par la déformation, est accélérée vers 900°C [17]. Le laminage ne doit donc pas être effectué dans ce domaine de température.

Par ailleurs, la seconde phase de laminage est destinée du point de vue métallurgique à écrouir l'austénite par accumulation des déformations successives. Il est donc nécessaire d'éviter la recristallisation de l'austénite au cours de cette phase. La recristallisation étant un phénomène thermiquement activé, il existe une température en deçà de laquelle la recristallisation devient impossible. Cette température de non-recristallisation T_{nr} est fonction de la composition chimique de l'acier. BARBOSA et al. [18] ont déterminé, dans le cadre du laminage de bandes minces sur laminoir de type Steckel, une loi de variation de T_{nr} dont le domaine d'application correspond aux aciers étudiés:

$$T_{nr} (^{\circ}\text{C}) = 887 + 464.C + (6445.Nb - 644.\sqrt{Nb}) + (732.V - 230.\sqrt{V}) + 890.Ti + 363.Al - 357.Si$$

(concentrations en % pondéraux)

L'application de ce modèle conduit à une température de non recristallisation T_{nr} de 859°C pour l'acier C.

Cependant, pour le type de laminoir envisagé par BARBOSA, les bandes sont bobinées et débobinées de part et d'autre de la cage de laminage. Ceci a pour conséquence des temps interpassé d'environ 30 s. Cette durée est supérieure aux temps interpassé généralement nécessaire au laminage des plaques de fortes épaisseurs. C'est pourquoi, l'équation ci-dessus sous-estime la température de non recristallisation dans le cadre de la présente étude, puisque les temps interpassés utilisés par BARBOSA autorisent la recristallisation de l'austénite entre les passes de laminage. De façon à respecter les aspects métallurgiques mentionnés et en tenant compte des contraintes technologiques (Cf paragraphe II.1.2.1.b), la température de reprise $T_{2\Phi}$ a été fixée à 855°C.

Le schéma de laminage ainsi défini fait l'objet du tableau 3. Les plus faibles réductions employées en fin de laminage assurent une bonne planéité du larget. Les lopins sont de dimensions 70 x 70 x 200 mm³ à l'enfournement, tandis que les largets en fin de laminage ont une épaisseur de 12 mm, une largeur de 90 mm et une longueur d'environ 1000 mm.

| | | Epaisseur (mm) | Réduction par passe % | Température de début de passe (°C) |
|-------------------------|----|-------------------|-----------------------------|--|
| Préchauffage | | 70 | | 1100 |
| temps d'attente = 85 s | | | | |
| Phase 1 | P1 | 70/61,7 | | 1037 |
| | P2 | 61,7/54,4 | 12 | 1024 |
| | P3 | 54,4/48 | | 1010 |
| temps d'attente = 200 s | | | | |
| Phase 2 | P4 | 48/33,6 | 30 | 855 |
| | P5 | 33,6/23,5 | 30 | 845 |
| | P6 | 23,5/16,5 | 30 | 833 |
| | P7 | 16,5/14 | 15 | 819 |
| | P8 | 14/12 | 14 | 800 |

Tableau 3: Schéma de laminage 4e.

II.1.2.2) Simulations de refroidissement accéléré

L'étude porte sur les effets de la vitesse de refroidissement en phase γ avant transformation (V_{γ}) et de la température de fin de refroidissement (TFR). Les vitesses de refroidissement retenues sont de 7°C/s , 15°C/s et 25°C/s pour les nuances A et C et de 7°C/s et 25°C/s pour l'acier B. Ces vitesses sont mesurées entre la température de début de refroidissement TDR et la température A_{r3} de début de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Pour référence on effectue également un refroidissement naturel à l'air après laminage pour chacune des nuances A, B et C. Le refroidissement à l'air peut se comprendre comme étant un refroidissement accéléré pour lequel la température de fin de refroidissement (TFR) est égale à la température de début de refroidissement (TDR). En conséquence, pour les différentes vitesses, la TFR est comprise entre 250°C et 775°C (TDR $\approx 775^{\circ}\text{C}$).

II.1.2.3) Enregistrements temps-température

Les enregistrements de température au cours du processus thermomécanique s'effectuent à l'aide d'un thermocouple inséré à la sortie du four à mi-épaisseur du lopin, en position milieu perpendiculairement à l'axe de laminage.

La figure 28 présente, à titre d'exemple, la reproduction de deux courbes de laminage et de refroidissement accéléré relatives à la nuance C, pour une vitesse de refroidissement V_{γ} visée de $7^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et des TFR de 352°C et de 594°C . La première phase de laminage n'est pas reproduite à la figure 28. Les enregistrements font apparaître entre les températures $T_{2\Phi}$ et TFL des pics correspondant au réchauffement du larget provoqué par le passage entre les cylindres du laminoir aux différentes passes. Les températures de début de refroidissement TDR, de début de transformation A_{r3} et de fin de refroidissement TFR sont caractérisées par un changement de pente sur les courbes temps-température.

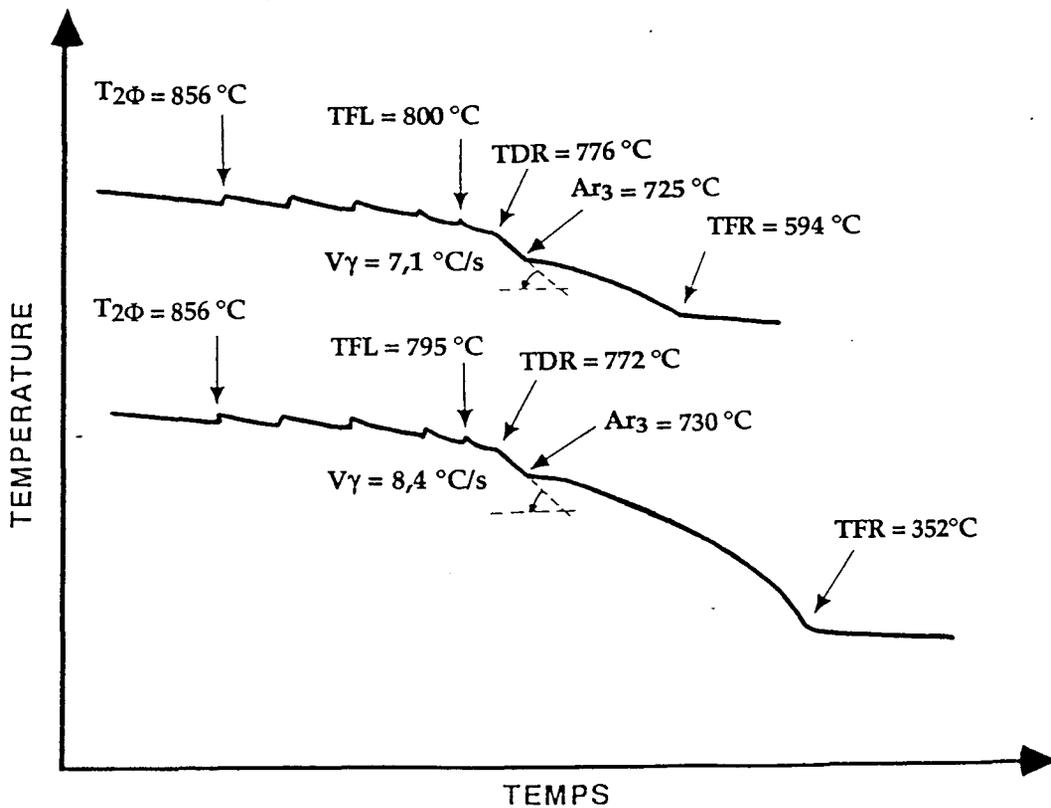


Figure 28: Exemples d'enregistrement de courbe temps-température au cours du laminage et du refroidissement accéléré.

II.2) CARACTERISATION MECANIQUE

Les propriétés mécaniques étudiées sont les propriétés de traction: limite d'élasticité, charge de rupture, allongements et striction, et les propriétés de résilience: température de transition ductile-fragile et niveau d'énergie du palier ductile.

II.2.1) Schéma de prélèvement des éprouvettes

Après simulation, trois éprouvettes de traction TB5, trente éprouvettes de résilience Charpy V ainsi que 3 barreaux destinés aux observations microscopiques sont prélevés par larget. Les éprouvettes de traction, de résilience et les barreaux pour études micrographiques sont prélevés dans le sens travers long, symétriquement par rapport au plan moyen et à l'axe long du larget. Les prélèvements de traction sont repérés sur la figure 29 par les numéros 16 17 et 18, et les éprouvettes de résilience par les numéros 1 à 15 et 19 à 33.

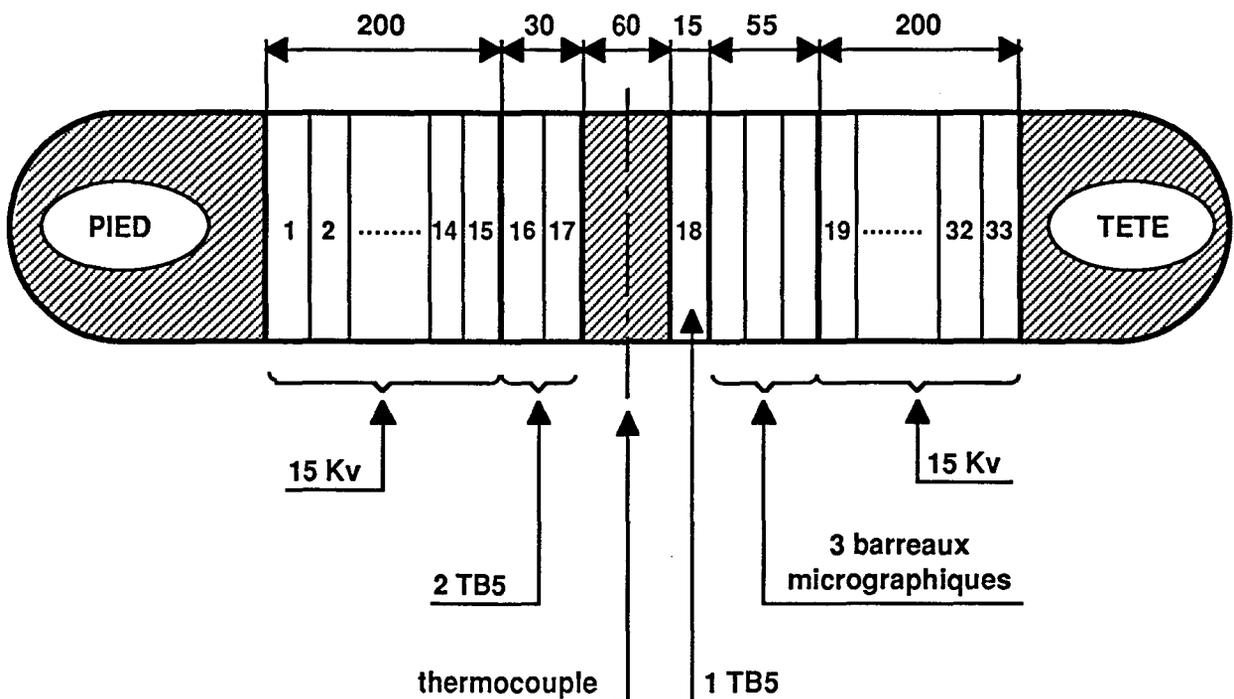


Figure 29: Schéma de prélèvement des éprouvettes de traction et de résilience, et des barreaux micrographiques.

II.2.2) Essais de traction

Les essais de traction sont effectués à température ambiante à la vitesse nominale de $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sur des éprouvettes cylindriques à têtes filetées dont la partie utile se caractérise par un diamètre de 5 mm et une longueur de 30 mm. Ces éprouvettes, nommées TB5, répondent à la norme AFNOR NF A 03-151 de juin 1978. Les essais sont effectués sur une machine de traction SCHENCK TREBEL dont la charge maximale est de 100 kN.

II.2.3) Essais de résilience

Les essais de résilience Charpy sont réalisés à l'aide d'un mouton pendule SCHENCK TREBEL de 600 J d'énergie potentielle. Les éprouvettes de dimensions $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$ sont à entaille en V (norme AFNOR NF A 03-161 de juin 1978). De façon à obtenir les courbes de résilience et de cristallinité dans leur totalité, les éprouvettes Charpy sont rompues à des températures comprises entre -130°C et $+20^\circ\text{C}$, à raison de trois éprouvettes par température.

II.2.4) Essais de microdureté

La dureté intrinsèque des phases est estimée par microdureté Vickers sous une charge de 2 g.

II.3) CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE

II.3.1) Microscopie optique et analyse d'image

L'observation des structures métallographiques est effectuée suivant un axe parallèle au sens travers long du larget (figure 30). Les échantillons sont prélevés, sur les barreaux micrographiques, au plus près de l'axe des largets. La mesure de la taille des grains par la méthode des intercepts linéaires, ainsi que la détermination sur le plan de coupe de la fraction surfacique des secondes phases (perlite, martensite,...) sont effectuées sur un système informatisé d'acquisition et d'analyse d'images après révélation de la microstructure. Les tailles moyennes de grains sont mesurées à grossissement constant ($G = 500$). Elles résultent de l'interception d'un grand nombre de grains, compris entre 1000 et 11000. Ce nombre dépend de la surface moyenne des grains qui est fonction de l'histoire thermique et de la composition chimique des échantillons. La microstructure est étudiée après polissage mécanique. Différents réactifs sont utilisés pour l'identifier.

1) Révélation des anciens joints de grains austénitiques après trempe:

- Réactif de BECHET-BAUJARD [19]

Il s'agit d'une solution aqueuse saturée d'acide picrique additionnée de quelques gouttes d'agent mouillant (Teepol). L'attaque métallographique s'effectue

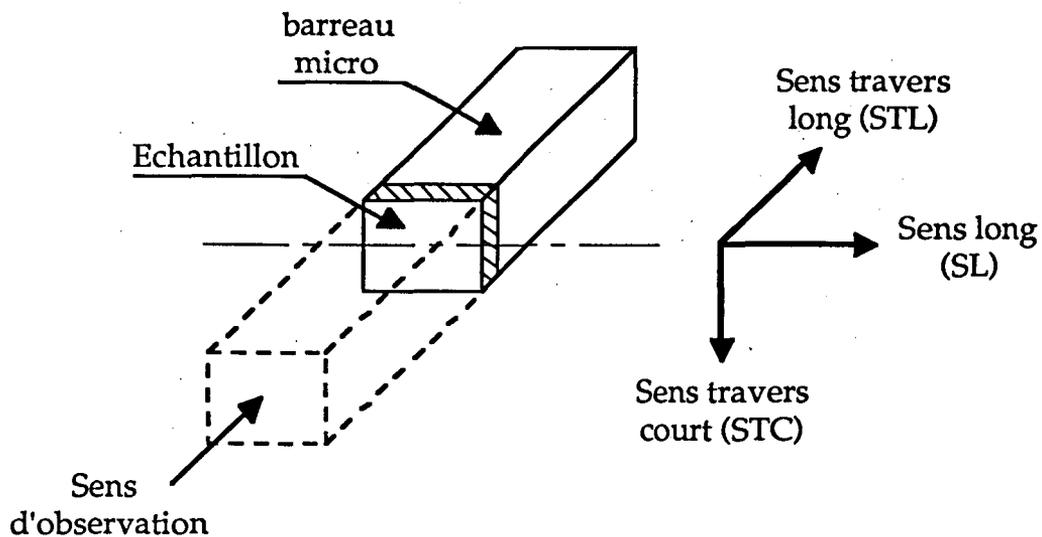


Figure 30: Schéma de prélèvement des échantillons micrographiques.

généralement à température ambiante, pendant une durée qui dépend de l'échantillon. Si la révélation des anciens joints de grains est difficile, la solution peut être chauffée à environ 60°C de façon à augmenter la solubilité de l'acide picrique.

2) Révélation des structures de transformation:

trois réactifs complémentaires sont utilisés à température ambiante: le nital et les réactifs de Marshall et de Lepera

- Le nital est une solution de 2 à 4% d'acide nitrique dans l'alcool éthylique.

Ce réactif révèle l'ensemble d'une structure ferrito-perlitique. Cependant si la structure contient des phases trempantes (martensite et bainite) l'attaque doit être prolongée, avec les conséquences d'une dissolution exagérée des grains (aspect dédoublé des joints) et la formation de piqûres de corrosion sur la surface polie.

- Réactif de MARSHALL: [20]

Il est composé de 100 ml d'eau, de 100 ml de peroxyde d'hydrogène H₂O₂ 30%, de 5 ml d'acide sulfurique concentrée, et de 5 g d'acide oxalique cristallisée. Pour que la réaction se produise, il faut soit polariser l'échantillon à l'aide d'une alimentation stabilisée, ou soit, plus simplement poser une pointe métallique à la surface de l'échantillon de façon à évacuer les charges électrostatiques.

Le réactif de Marshall permet également de révéler l'ensemble de la structure en quelques secondes, mais sans dédoublement des joints et sans piqûres de la surface. La révélation de la structure est par ailleurs plus uniforme et complète. Une légère attaque au nital 2% est souvent nécessaire après utilisation du réactif de Marshall afin d'améliorer le contraste de la martensite.

- Réactif de LEPERA: [21]

Il s'agit d'un réactif instable qui nécessite la préparation de deux solutions:

Solution A: Picral 4% (solution d'alcool éthylique à 4% d'acide picrique).

Solution B: Solution aqueuse à 1 % de métabisulfite de sodium.

Au moment de l'emploi, on effectue un mélange à 50 % de solution A et à 50 % de solution B. Avec ce réactif, la martensite prend une teinte blanchâtre ou beige très clair, et le reste de la matrice se colore en roux.

II.3.2) Microscopie électronique à balayage

Cette technique est utilisée afin de caractériser les faciès de rupture des éprouvettes de résilience et de traction. Par ailleurs, elle permet de valider ou d'invalider les mesures de ségrégation effectuées à la microsonde de Castaing. Ces investigations sont réalisées sous une tension accélératrice de 20 Kv au moyen d'un microscope PHILIPPS 525, équipé d'un système de microanalyse par dispersion d'énergie des rayons X, EDAX.

II.3.3) Microsonde électronique de Castaing

La quantification de la ségrégation du manganèse, du nickel, du silicium et de l'aluminium sur les nuances A et C après refroidissement à l'air est obtenue à l'aide de la microanalyse par dispersion des longueurs d'onde des rayons X. La microsonde électronique de Castaing utilisée à cet effet est équipée de trois détecteurs. Ceci permet de doser simultanément les éléments chimiques mentionnés ci-dessus.

II.3.4) Microscopie électronique en transmission

Une part très importante des investigations microstructurales est réalisée par microscopie électronique en transmission (MET). La nature des phases constituant

la microstructure des états étudiés est observée sur lames minces et répliques d'extraction à l'aide d'un microscope JEOL 200 CX opérant sous une tension accélératrice de 200 Kv ou d'un microscope PHILIPS CM30 dont la tension accélératrice est de 300 Kv. Ce dernier appareil est équipé d'un système de microanalyse par dispersion d'énergie des rayons X TRACOR, qui utilise un détecteur au germanium sans fenêtre.

Les lames minces sont obtenues par polissage mécanique de façon à obtenir une épaisseur d'environ 80 μm sur une lame de 3 mm de diamètre. Cette fine épaisseur est nécessaire pour limiter les déviations magnétiques du faisceau électronique. Après cette étape de polissage mécanique, les lames de 3 mm de diamètre sont percées électrolytiquement par la méthode des jets. L'électrolyte est composé en volume de 95 % d'acide acétique et de 5 % d'acide perchlorique. L'opération s'effectue à une température proche de la température de solidification de l'électrolyte, soit environ 13 °C, sous une densité de courant de $4 \cdot 10^{-3}$ A/dm². Cette densité de courant correspond à l'application d'une tension d'environ 60 - 65 V aux bornes d'une cellule de polissage STRUERS TENUOL. Les lames minces sont ensuite conservées temporairement dans le méthanol pour éviter l'oxydation des surfaces.

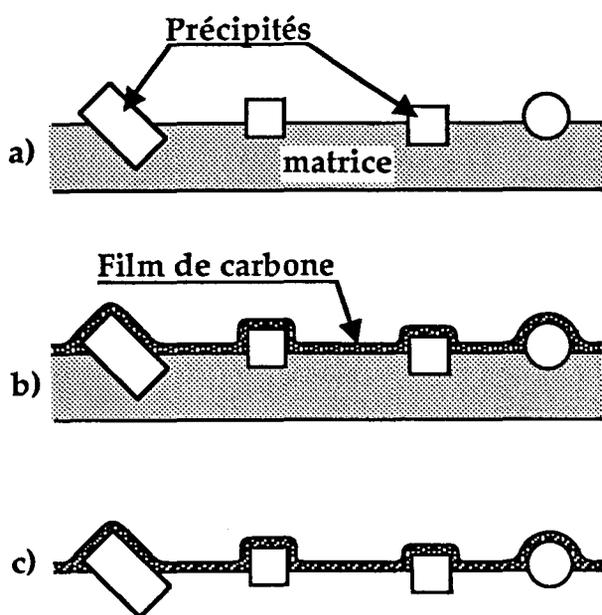


Figure 31: Préparation des répliques d'extraction de précipités.

- a) Polissage + attaque chimique de l'échantillon.
- b) Dépôt sous vide d'un film de carbone.
- c) Dissolution de la matrice.

D'autre part, les différents états de précipitation sont étudiés à partir de répliques d'extraction (figure 31). La technique consiste, après polissage mécanique à la pâte diamantée et révélation de la structure au nital 2%, à déposer sous vide un

film de carbone de quelques nanomètres d'épaisseur sur la surface des échantillons. Après dissolution de la matrice, des fragments du film de carbone qui emprisonne les précipités, sont recueillis sur des grilles de cuivre de 3 mm de diamètre. La dissolution de la matrice s'effectue après avoir tracé au scalpel un quadrillage sur le film de carbone afin de faciliter la pénétration du réactif de dissolution et également pour délimiter les fragments de film qui seront récupérés sur les grilles de cuivre. Le réactif de dissolution est composé en volume de 90 % de méthanol et de 10 % d'acide nitrique. L'échantillon est plongé dans ce bain pendant une durée comprise entre 5 et 10 mn. Ensuite l'échantillon est immergé dans de l'eau distillée pour faciliter le décollement et la récupération du film de carbone. Les tensions de surface sont telles que les fragments de carbone sont plans dans l'eau, alors qu'ils s'enroulent sur eux-même dans l'alcool.

Après observation des répliques par microscopie électronique en transmission, la mesure de la taille des précipités est effectuée manuellement sur les clichés photographiques. Ces clichés sont étudiés à l'aide d'une binoculaire de façon à accroître encore plus le grossissement. La mesure des particules nanométriques s'effectue ainsi sous un grandissement de 10^6 . La taille retenue des précipités correspond à la racine carrée de leur surface apparente et porte sur un nombre de particules qui dépend de leur fraction volumique. Ce nombre est d'environ 600 après trempe en fin de laminage, et d'environ 2000 après refroidissement à l'air ou accéléré.

II.3.5) Diffractométrie des rayons X

Cette technique permet d'identifier et de doser les phases de dimension suffisante dont la fraction volumique est supérieure à $5 \cdot 10^{-3}$ dans un matériau. La méthode consiste à doser l'intensité des rayons X réfléchis par la surface de l'échantillon. Conformément à la loi de Bragg: $\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$, avec " λ " la longueur d'onde du faisceau incident, " d " la distance interréticulaire et " θ " l'angle d'incidence, l'échantillon ne provoque une réflexion significative des rayons X que pour certaines orientations du cristal. Les diffractogrammes ne présentent donc que quelques pics. L'utilisation d'une platine goniométrique $\theta/2\theta$ implique que seuls les rayons X diffractés par les plans réticulaires parallèles à la surface sont détectés. La diffraction des rayons X est utilisée dans le cadre de cette étude afin de doser la teneur en austénite retenue, présente dans certains échantillons. Le diffractomètre utilisé est du type SIEMENS KRISTALLOFLEX 810.

II.3.6) Spectrométrie Mössbauer

Le dosage de la teneur pondérale en carbone de l'austénite retenue après transformation et le contrôle de sa fraction volumique sont rendus possible par l'utilisation d'un spectromètre Mössbauer ELSCINT [22, 23, 24]. Cette technique est basée sur l'absorption résonnante sans recul des photons γ par le noyau atomique [23, 24]. Les échantillons testés se présentent sous la forme de lames minces de 100 mm² de surface et d'environ 40 μm d'épaisseur, et sont préparés par polissage mécanique. Outre la possibilité de doser la teneur en carbone dans l'austénite, l'intérêt de la spectrométrie Mössbauer pour l'analyse des produits laminés est que cette technique est insensible à la texture cristallographique. En effet, contrairement à la diffraction des rayons X, où l'on observe l'interaction entre un faisceau incident et un plan cristallin, on analyse ici l'interaction entre un faisceau incident et un noyau atomique. Cependant, cette technique est d'une mise en oeuvre plus longue et nécessite des temps d'acquisition de plusieurs jours. C'est pourquoi, elle est utilisée dans le cadre de cette étude comme technique étalon pour valider les calculs de fraction volumique d'austénite retenue déterminé par diffraction des rayons X.

II.3.7) Extraction chimique de phases

Le dosage de la fraction pondérale des éléments précipités en fin de laminage dans la coulée C est effectué par dissolution sélective des phases. Par cette méthode, les pourcentages de titane, de niobium et d'azote précipités ainsi que la fraction d'azote liée à l'aluminium peuvent être déterminés.

II.3.8) Dilatométrie

Le diagramme TRC (Transformation en Refroidissement Continu) de la nuance C est réalisé sur un dilato-plastomètre. L'opération consiste, après austénitisation, à comprimer les échantillons avant le début de l'analyse dilatométrique. Un choix judicieux de la température de réchauffage permet de contrôler la taille des grains d'austénite, de façon à avoir une taille de grains sensiblement identique à celle obtenue en fin de laminage. Par cette technique, la déformation maximale de l'austénite dans le domaine de non recristallisation qui a pu être atteinte est de 0,6, soit un taux de réduction de 45 %. Ce taux est inférieur à celui obtenu par le schéma de laminage retenu (75 %). Cependant, le diagramme TRC ainsi réalisé permettra tout de même d'avoir une bonne idée des transformations possibles pour les refroidissements utilisés dans la présente étude.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II

- [1] B.J. THOMAS. *Mécanismes de précipitation des carbonitrides dans les aciers de construction peu alliés*. Rapport IRSID, P 206, juin 1973.
- [2] G. HENRY, B.J. THOMAS. *Le durcissement structural des aciers*. Rapport IRSID, RFP 240, déc. 1977.
- [3] P. DUWEZ, F. ODELL. *J. Electrochem. Soc.*, vol 97, 1950, p 279.
- [4] K.J. IRVINE, F.B. PICKERING, T. GLADMAN. *Grain refined C - Mn steels*. JISI, vol, fév., 1967, pp 161 - 182.
- [5] K. NARITA. *Physical chemistry of the groups IVa (Ti, Zr), Va (V, Nb, Ta) and the rare earth elements in steel*. Trans ISIJ, vol 15, 1975, pp 145 - 152.
- [6] W.C LESLIE, R.L. RICKETT, C.L. DOTSON, C.S. WATSON. *Solution and precipitation of aluminium nitride in relation to the structure of low carbon steels*. Trans ASM, vol 46, 1954, pp 1470 - 1497.
- [7] P. MAYNIER, J. DOLLET, P. BASTIEN. *Influence des éléments d'alliage sur la trempabilité des aciers faiblement alliés*. Rev. Mét., avril 1970, pp 348.
- [8] R.C. SHARMAR, V.K. LAKSHMANAN, J.S. KIRKALDY. *Solubility of niobium carbide and niobium carbonitride in alloyed austenite and ferrite*. Met Trans A, vol. 15, mars 1984, pp 545 - 553.
- [9] J. BEGUINOT, R. PALENGAT, R. BLONDEAU, J. DOLLET. *Influence de l'état de précipitation du vanadium sur les caractéristiques mécaniques d'aciers calmés à l'aluminium*. Mém. Scien. Rev. Mét., n°11, 1979, pp 657 - 666.
- [10] F. VANKEMMEL. *Modélisation des propriétés mécaniques des tôles fortes produites par laminage à température contrôlée*. Rapport de stage, 1985, DMPP, SOLLAC Dunkerque.
- [11] J. GIUSTI, B. CHAMONT, G. BAL-FONTAINE. *Analyse thermique et modélisation de la cinétique de décomposition de l'austénite après laminage contrôlé. Application au refroidissement accéléré doux*. Rapport IRSID, IMSA.RC 88/309, juil. 1988.
- [12] C. OUCHI, T. SAMPEI, I. KOZASU. *The effect of hot rolling condition and chemical composition on the onset temperature of $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation after hot rolling*. Trans ISIJ, vol 22, 1982, pp 214 - 222.

- [13] L.E. COLLINS, M.T. SHEHATA, J.D. BOYD. *Effect of strain on austenite-to-ferrite transformation behaviour of Nb microalloyed steel*. "Phase transformation", Cambridge, Institute of metals, 1987, édition G.W. Lorimer, 1988, pp 530 - 533.
- [14] SUN FU-YU. *Influence des paramètres du laminage contrôlé sur l'évolution des structures des aciers au Nb et V à haute température et les conséquences sur les propriétés mécaniques finales*. Mémoire de thèse soutenue le 10 juillet 1981 à l'université Paris-Sud d'Orsay.
- [15] P. DESHAYES. *Effet du process à haute température sur la structure et les propriétés des aciers produits par laminage à température contrôlée*. Rapport de stage, 1990, DMPP, SOLLAC Dunkerque.
- [16] J.P. DUFOUR, J. RANSON, E. COLLIER. *Effet des conditions de laminage à haute température sur les propriétés mécaniques des aciers produits par LTC*. Rapport interne, 92-03-29 M, avril 1992, CRDM, SOLLAC Dunkerque.
- [17] J.J. JONAS, I. WEISS. *Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels*. Met Science, Mars-Avril 1979, pp 238 - 245.
- [18] R. BARBOSA, F. BORATTO, S. YUE, J.J. JONAS. *The influence of chemical composition on the recrystallisation behaviour of microalloyed steels*. "Microstructure and properties of HSLA steels". Edité par A.J. DeArdo. The minerals, Metals & Materials Society, 1988, pp 51 - 61.
- [19] S. BECHET, L. BEAUJARD. *Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austénitique des aciers trempés ou trempés revenu*. Rev. Mét., L II, n°10, 1955, pp 830 - 836.
- [20] F. HEINRICH, D. HUET. *Emploi du réactif de Marshall pour révéler le joint de grain ferritique des aciers extra-doux*. Note IRSID, MET.361 FH-DH/NG, avril 1984.
- [21] F. HEINRICH. Note IRSID, MET.590 FH-DA, jan. 1988.
- [22] R.L. COHEN. *Applications of Mössbauer spectroscopy*. Vol. 1, Edition Academic Press, New York, 1976.
- [23] J. FOCT, G. LE CAER. *Applications de la spectrométrie Mössbauer à la métallurgie*. Bulletin C.E.M., vol XIII, 1977, pp 381 - 429.
- [24] T. MAURICKX, R. TAILLARD, J. FOCT. *Etude et dosage par spectrométrie Mössbauer de l'austénite dans des aciers microalliés de structure bainitique*. C. R. Acad. Sc. Paris, t. 303, Série II, n°1, 1986.

CHAPITRE III

OXYDATION DES TOLES. CONSEQUENCES SUR LE REFROIDISSEMENT

CHAPITRE III

OXYDATION DES TOLES. CONSEQUENCES SUR LE REFROIDISSEMENT

III.1) INTRODUCTION

Au cours des traitements thermomécaniques, et des traitements thermiques d'un point de vue plus général, une première conséquence de la croissance d'oxydes (calamine) à la surface des produits est la consommation des couches superficielles du métal. Après un recuit d'une heure à 1200°C, l'épaisseur de métal consommé peut en effet atteindre 0,8 mm [1]. D'autre part, la formation de ces couches d'oxydes pendant le réchauffage nécessite une opération de décalaminage avant le début du laminage de façon à éviter l'incrustation d'oxyde dans le métal. Cette opération est réalisée industriellement par des rampes d'eau sous forte pression (de l'ordre de 100 bars).

Enfin, une dernière conséquence de l'oxydation du métal est plus récemment apparue avec les techniques de refroidissement accéléré. En effet, les échanges thermiques entre le métal et le liquide de refroidissement peuvent être considérablement modifiés par la calamine (épaisseur, adhérence, homogénéité dimensionnelle et chimique) dont la conductivité thermique λ_{cal} est très faible ($0,1 < \lambda_{cal} < 0,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$, à comparer avec la conductivité thermique du fer qui est de l'ordre de $25 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ à 800 °C).

Dans le cadre de la présente étude, l'opération de décalaminage par des jets à haute pression est impossible sur les produits de simulation compte tenu de leur volume réduit et en conséquence du risque de refroidissement important avant laminage. La calamine présente peut donc altérer le refroidissement accéléré après laminage selon son épaisseur et son uniformité. Il convient ainsi de préciser et de connaître le rôle exact des oxydes en surface des tôles au cours du refroidissement accéléré. Aussi, dans un premier temps, le rappel des mécanismes de transmission de la chaleur et de la nature des couches de calamine est nécessaire de façon à comprendre leur mode d'action lors du refroidissement à l'eau des produits.

III.2) ECHANGES DE CHALEUR AVEC LE MILIEU DE REFROIDISSEMENT [2, 3]

Lors du refroidissement d'un produit dans un liquide vaporisable, plusieurs étapes se succèdent comme l'illustre la figure 32.

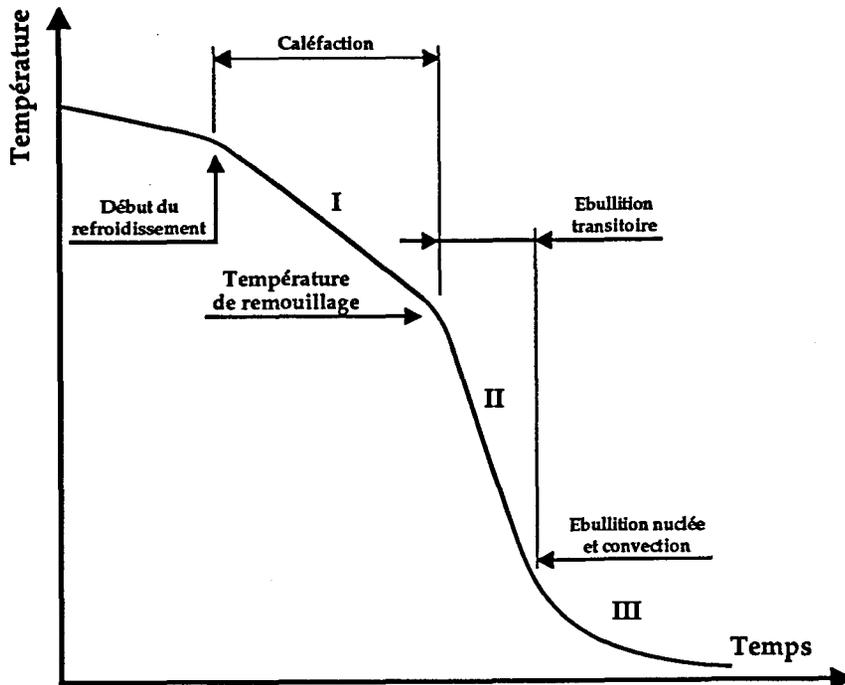


Figure 32: Evolution de la température de surface d'un échantillon au cours du refroidissement à l'eau.

Au début de la trempe, le refroidissement est relativement lent, puis lorsque l'échantillon atteint une certaine température, variable avec la nature et la température du milieu de trempe, il s'accélère brusquement. Finalement, à une température nettement plus basse, la vitesse de refroidissement diminue de nouveau. Ces différents stades du refroidissement correspondent à des mécanismes particuliers d'échange de chaleur, qui sont: la caléfaction, l'ébullition et la convection. Ces derniers se traduisent par une variation du flux de chaleur extrait du corps chaud. A titre d'exemple, la figure 33, issue des travaux de NUKIYAMA [4], représente en fonction de la température de surface la densité du flux de chaleur qui passe d'un solide (fil chauffé électriquement) vers le liquide de refroidissement (eau à 100°C). Les différentes phases du refroidissement dans un liquide vaporisable sont clairement définies sur cette courbe.

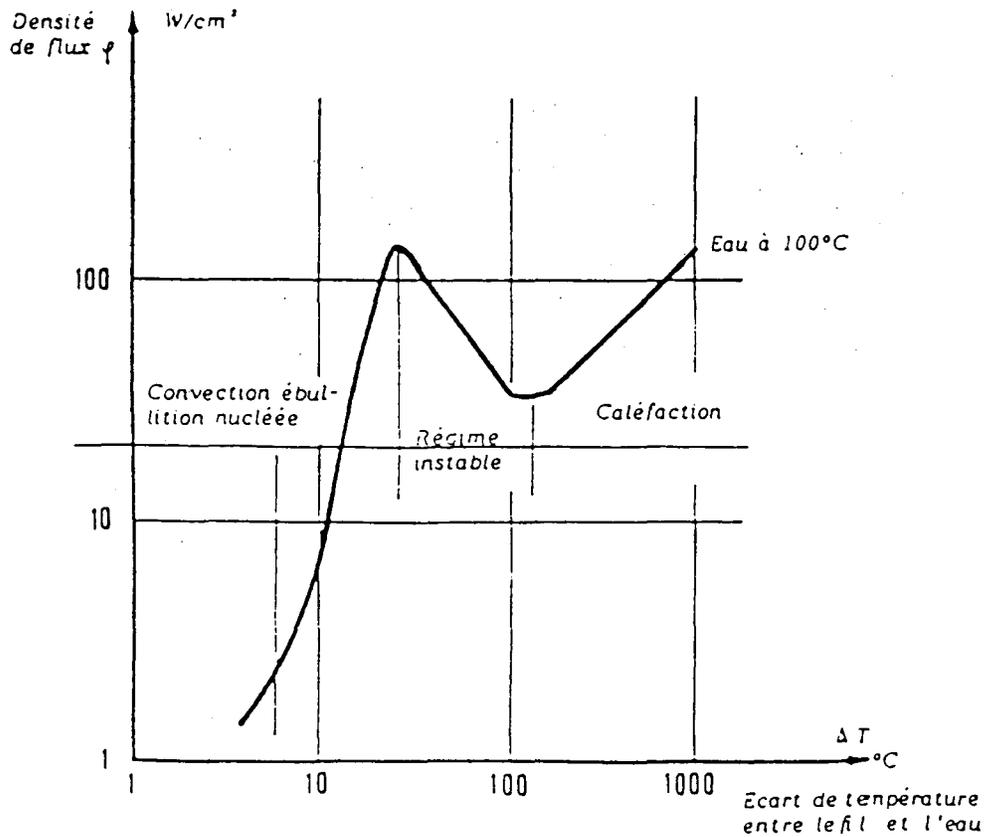


Figure 33: Mécanismes de transfert de chaleur dans un liquide vaporisable. d'après [4].

III.2.1) La caléfaction

C'est le processus thermique de prise de contact brutale entre un solide chaud et un liquide plus froid. Lorsque la température de l'éprouvette est supérieure de plusieurs centaines de degrés à celle du point d'ébullition du milieu de trempe, il se forme immédiatement entre le liquide et la surface de l'échantillon une couche de vapeur (couche de caléfaction) qui isole le liquide de trempe de la surface de l'échantillon. Lors du régime de caléfaction, la transmission de la chaleur s'effectue à travers ce film par rayonnement et convection, et reste donc assez lente. Elle dépend de la vitesse avec laquelle la couche liquide superficielle se renouvelle, de l'épaisseur, de la stabilité, et de la conductibilité du film de vapeur, ainsi que du pouvoir absorbant du liquide.

III.2.2) L'ébullition

Lorsque la quantité de chaleur fournie par le métal chaud devient inférieure à une valeur de transition, la couche de vapeur se trouve alors absorbée par le

liquide de trempe qui vient au contact de l'échantillon. Cette deuxième phase du refroidissement est généralement divisée en deux parties correspondant à deux processus d'ébullition différents: l'ébullition explosive ou transitoire et l'ébullition nucléée. Lorsque la couche de vapeur disparaît, la formation d'une nouvelle quantité de vapeur se produit de façon explosive. Dès lors que la température de la surface du métal a légèrement diminué, l'ébullition explosive fait place à l'ébullition nucléée. Les bulles de vapeur prennent alors naissance sur les irrégularités de la surface de la pièce, les impuretés des bains de trempe, etc... Au cours de cette phase de refroidissement, le liquide bout régulièrement au contact de l'éprouvette, mais les bulles de vapeur abandonnent dans ce cas la surface du métal pour gagner celle du liquide. La destruction de la couche de caléfaction provoque une brutale augmentation des échanges calorifiques.

III.2.3) La convection

Quand la température de la surface de l'éprouvette devient inférieure à celle de vaporisation du liquide de trempe, les échanges de chaleur entre le métal et le liquide sont régis par convection naturelle.

III.2.4) Température de remouillage

La température de transition entre le régime de caléfaction et le régime d'ébullition transitoire est appelée: température de remouillage T_{re} . Cette température comprise entre 350°C et 400°C [5] à la surface du produit dépend du débit d'eau (plus ou moins grande facilité de destruction du film de vapeur). T_{re} peut être reliée au flux de chaleur extrait avant remouillage puisque ce dernier dépend également du débit d'eau (figure 34). L'expérience a montré par ailleurs que cette température de transition est fonction de la conductivité λ_{cal} de la calamine. La température de remouillage peut être décrite par la relation [5]:

$$T_{re}^S = T_{re_0}^S + \beta \cdot \Phi' \quad (III-1)$$

avec: T_{re}^S : température de remouillage à la surface du produit

$T_{re_0}^S$: température de remouillage extrapolée pour $\Phi' = 0$

β : coefficient dépendant de λ_{cal}

Φ' : flux extrait par face de tôle, exprimé en $W.m^{-2}$

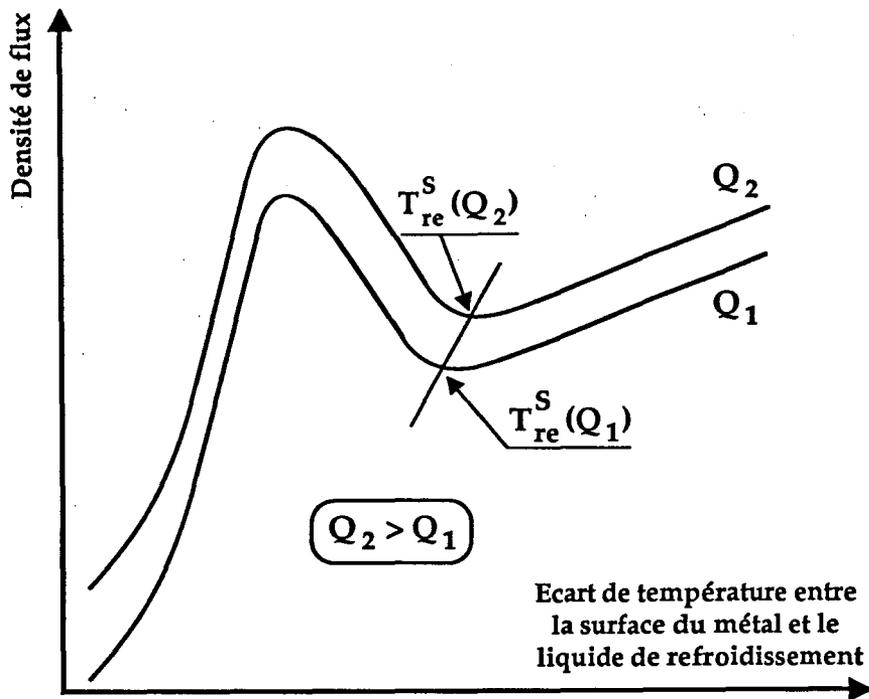


Figure 34: Variations de la densité de flux et de la température de remouillage en surface avec le débit d'eau.

III.3) TEMPERATURE DE REMOULLAGE APPARENTE AU COEUR DES TOLES

Les phénomènes de surface, et notamment les différentes transitions entre les modes de refroidissement sont ressenties dans l'épaisseur du produit. En particulier, le remouillage, effectif en surface, est observé sur les courbes température - temps du coeur des tôles, lieu où est enregistrée la température lors des simulations. Mais dans ce cas il convient de parler de remouillage apparent à coeur puisque l'eau n'est pas directement en contact avec les plans internes du produit.

Le calcul, détaillé en annexe II, de la température apparente de remouillage au coeur des tôles fait apparaître différentes constantes physiques du métal et de la calamine qui rendent compte des échanges de chaleur par conduction entre le plan médian de la tôle et la surface en contact avec le liquide de refroidissement:

$$T_{re}^C = T_{re}^S + \frac{\Phi' \cdot e_{cal}}{\lambda_{cal}} + \frac{7 \cdot \Phi' \cdot e_m}{32 \lambda_m} \quad (III - 2)$$

$$\Leftrightarrow T_{re}^C = T_{re_0}^C + \frac{1}{2} \rho \cdot C_p \cdot e_m \cdot V_r \cdot \left(\beta + \frac{7 e_m}{32 \lambda_m} + \frac{e_{cal}}{\lambda_{cal}} \right) \quad (III-3)$$

avec: T_{re}^C : température de remouillage au coeur de la tôle,

$T_{re_0}^C$ et β : coefficients de la relation (III-1),

ρ : masse volumique du métal,

C_p : capacité thermique massique du métal,

e_m et e_{cal} : épaisseurs respectives de la tôle et de la couche de calamine,

V_r : vitesse de refroidissement à coeur avant remouillage,

λ_m et λ_{cal} : conductivités thermiques respectives du métal et de la calamine.

La figure 35 illustre les gradients de température qui existent dans l'épaisseur de la tôle au moment du remouillage.

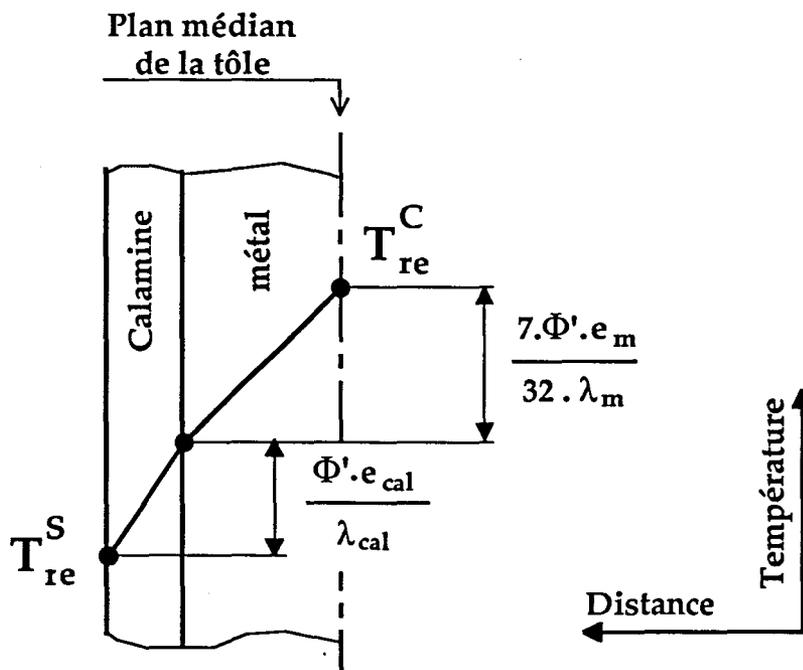


Figure 35: Gradients de température dans la calamine et le métal.

Si le flux avant remouillage est imposé, l'équation (III-2) montre que la température de remouillage à coeur ne dépend que de l'épaisseur de calamine pour

une épaisseur de tôle donnée. Toutes chose égales par ailleurs, si l'épaisseur d'oxyde varie d'un larget à l'autre ou bien sur un même larget, ceci aura pour conséquence des refroidissements différents, et en particulier des températures de fin de refroidissement accéléré TFR non reproductibles comme le schématise la figure 36. Si le temps de passage sous les rampes de refroidissement est identique en tous points du larget, la TFR sera plus basse où l'épaisseur de calamine est élevée.

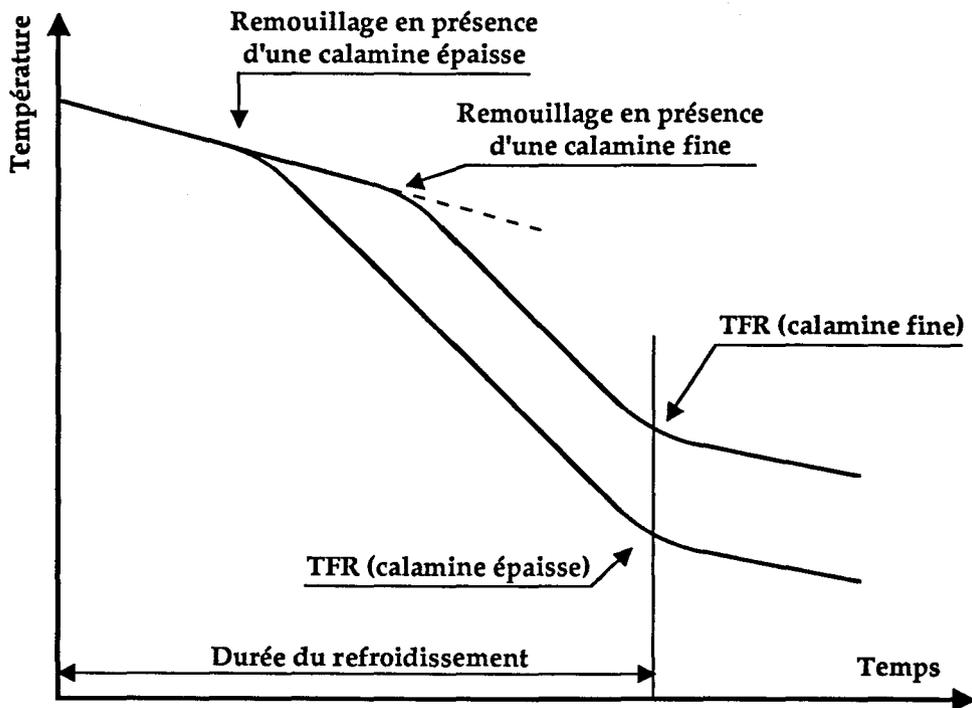


Figure 36: Effet de l'épaisseur de calamine sur la température de fin de refroidissement TFR au coeur des tôles.

Il est donc très clair désormais, que l'un des facteurs prépondérants pour assurer la reproductibilité du refroidissement d'un larget à l'autre et l'homogénéité du refroidissement au sein d'un même larget, est l'état d'oxydation au début du refroidissement caractérisé par l'épaisseur, l'uniformité et l'adhérence des couches de calamine.

Avant d'aborder l'aspect expérimental des phénomènes d'oxydation rencontrés lors des simulations de laminage et de refroidissement accéléré, un bref aperçu bibliographique des constituants de la calamine et des facteurs influençant son adhérence est présenté.

III.4) NATURE DES COUCHES D'OXYDES

La lecture du diagramme d'équilibre Fe-O (figure 37) montre que le fer et l'oxygène peuvent former trois oxydes: le protoxyde de fer FeO (ou wüstite), la magnétite Fe₃O₄ et l'hématite Fe₂O₃. Ces composés définis apparaissent dans cet ordre pour un degré d'oxydation du fer croissant. La nature et la morphologie des calamines formées sur les aciers et leur cinétique de croissance s'apparentent dans une large mesure à celles observées sur le fer pur [1]. Ceci est d'autant plus justifié que les aciers étudiés sont des aciers faiblement alliés.

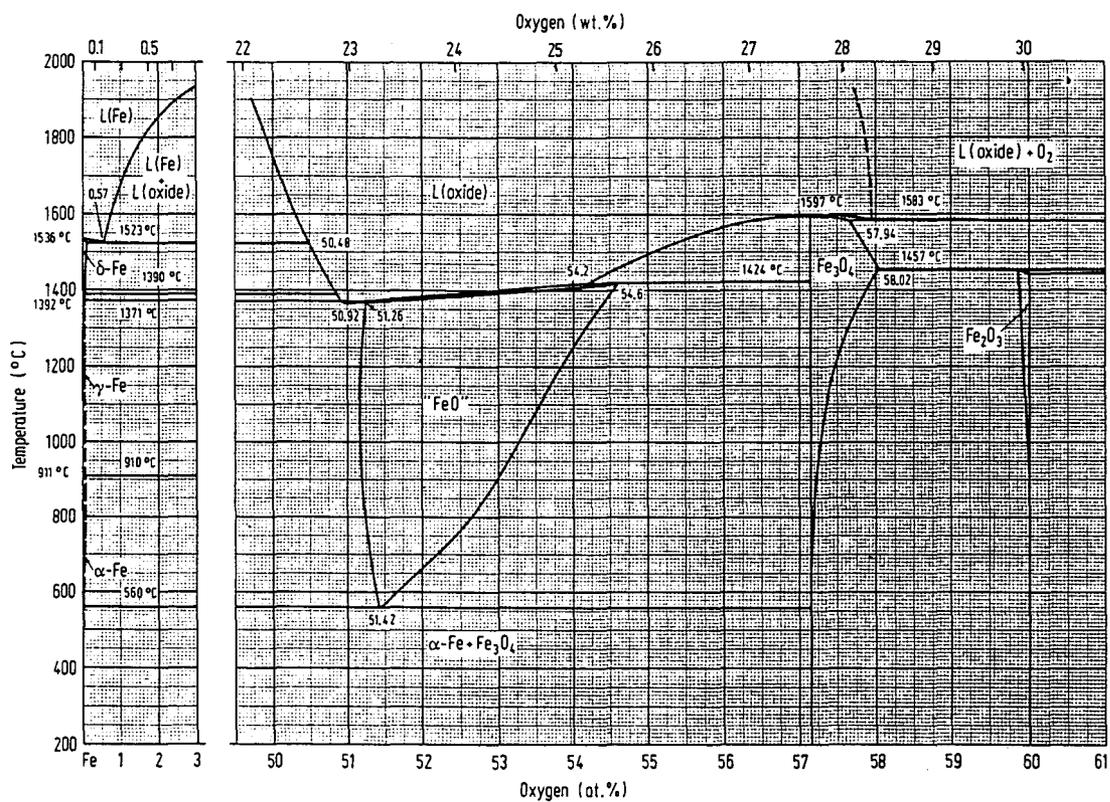


Figure 37: Diagramme d'équilibre fer - oxygène [6].

La figure 38 illustre de façon schématique les différentes couches d'oxyde formées à la surface d'une billette d'acier mi-dur après réchauffage à des températures comprises entre 1100 et 1300°C, ainsi que la partie de métal sous-jacent. Ce schéma est également vérifié dans les aciers bas carbone [7].

En partant de la surface en contact avec l'atmosphère, il apparaît plusieurs zones dans l'épaisseur du produit [1, 7, 8]:

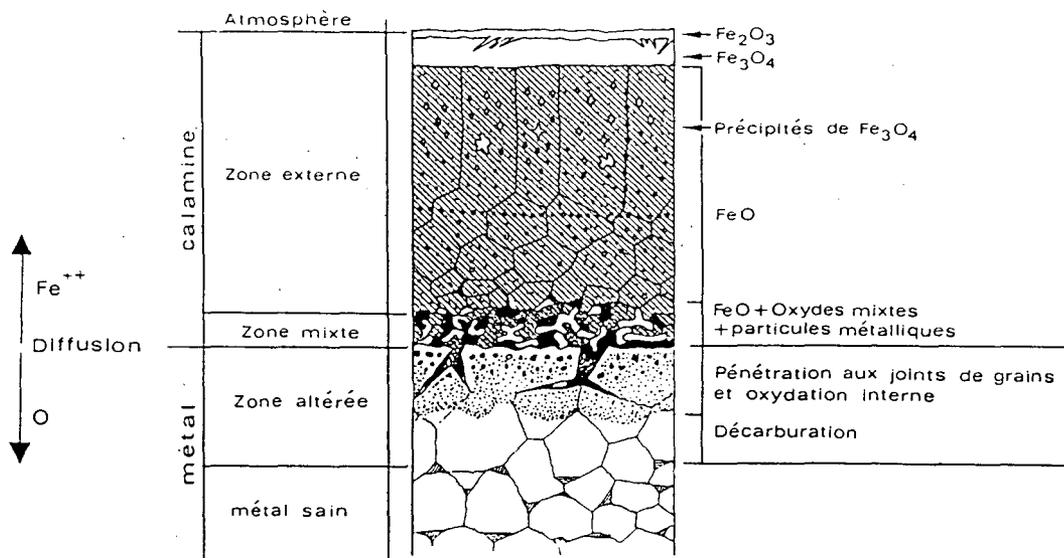


Figure 38: Aspect des couches d'oxydes de réchauffage, et du métal sous-jacent [8].

- La partie externe de la calamine constituée principalement par les trois oxydes de fer Fe_2O_3 , Fe_3O_4 et FeO . Dans cet ordre, les proportions des épaisseurs des trois oxydes sont de 1 %, 4 % et 95 %. La couche de FeO en contact avec Fe_3O_4 se présente tout d'abord sous la forme basaltique, puis la morphologie de cet oxyde devient équiaxe au plus profond de la calamine.
- La zone mixte, située au voisinage du métal, est composée d'un mélange de FeO et des produits de réaction de FeO avec les oxydes de certains éléments d'alliage tel que le silicium. La silice SiO_2 et le protoxyde de fer FeO forment un alliage eutectique Fe_2SiO_4 (fayalite) à bas point de fusion ($1140^\circ C - 1180^\circ C$) [9], qui en pénétrant mouille les joints de grains du métal de base, créant ainsi des points d'ancrage lors du refroidissement de la calamine.
- Une zone d'oxydation interne due à la diffusion de l'oxygène le long des joints du métal de base.
- Le métal sain.

Alors que la couche externe de la calamine formée par les trois oxydes de fer peut se décoller facilement sous l'effet du choc thermique à la sortie du four. La zone mixte quant à elle est très adhérente compte tenu des points d'ancrage dans le métal de base dus à la pénétration de fayalite.

III.5) ASPECT DE LA CALAMINE AU COURS DES SIMULATIONS

III.5.1) Lopins bruts de pré laminage

Les lopins utilisés pour les simulations de laminage et de refroidissement accéléré sont au format 70 x 70 x 200 mm³. Pour obtenir ces dimensions, une opération de laminage est effectuée à la tôlerie forte de Dunkerque sur des brames de 300 à 350 mm d'épaisseur. Après réchauffage à 1200°C, ce pré laminage est effectué sans conditions particulières de températures et sans imposition de décalaminage, puisque seule la mise à épaisseur est souhaitée.

Après cette opération de pré laminage, les plaques obtenues, d'épaisseur 70 mm, présente une couche de calamine en surface. Elles sont ensuite découpées au format des lopins. Compte tenu de la découpe des lopins et de leur manipulation avant les simulations de laminage, la couche de calamine formée au cours du pré laminage peut être en partie supprimée. Ainsi, avant réchauffage à 1100 °C pendant 35 mn, la surface des lopins peut présenter des irrégularités d'épaisseur de calamine.

A la sortie du four, les lopins sont recouvert d'une pellicule de calamine plus ou moins adhérente (couche externe d'oxydes) qu'il est possible, du moins en partie, d'ôter en grattant le lopin avant laminage. Sous cette première pellicule de calamine, il existe une seconde couche d'oxyde (zone mixte), incrustée dans le métal. Cette couche interne est répartie de façon hétérogène sur le lopin. Sa présence, son importance et son adhérence dépendent fortement de la régularité de l'épaisseur des couches oxydées présentes avant enfournement. Par conséquent, la surface des lopins est recouverte avant laminage d'une couche de calamine fortement incrustée et répartie de façon hétérogène.

Après laminage et refroidissement (accéléré ou non), la surface des largets présente des "taches" dispersées de calamine. La position de ces "taches" correspond exactement, à l'allongement près, aux positions des zones sur le lopin où la calamine, fortement incrustée en sortie de four, semble la plus épaisse. Bien entendu, la position de ces "taches" d'oxyde diffère d'un lopin à l'autre. L'épaisseur de calamine à la surface de quelques largets a été déterminée en fin de traitement thermomécanique à l'aide d'un système de mesure reposant sur le principe des courants de Foucault induits dans les masses métalliques. Afin d'obtenir le profil de l'épaisseur de calamine, la surface des largets a été divisée en lignes (A à I) parallèles au sens de laminage et en colonnes transversales, repérées par leur distance au

thermocouple (figure 39). Les colonnes sont repérées respectivement de 1 à 40 cm et de -1 à -40 cm vers la tête et le pied du larget. Les résultats sont présentés à la figure 40 (page 74).

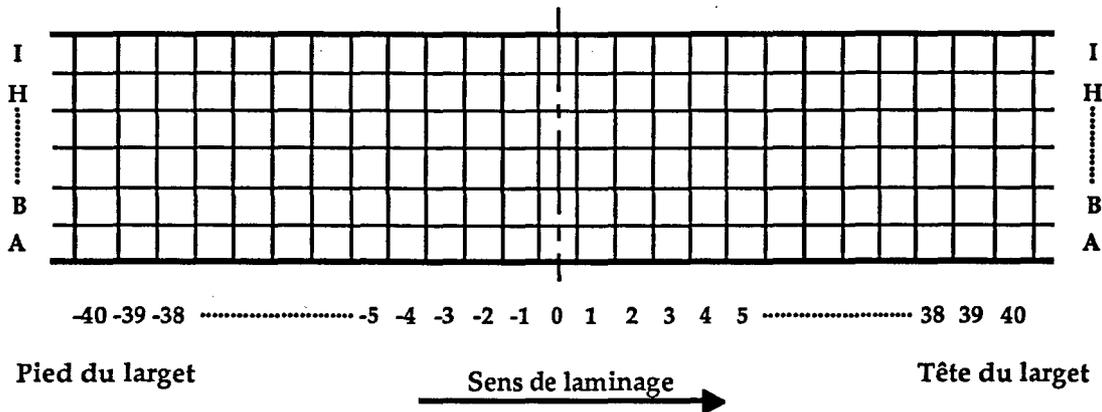


Figure 39: Quadrillage de la surface du larget pour la mesure de l'épaisseur de calamine.

La figure 40 (page 74) illustre parfaitement les variations importantes d'épaisseur de calamine pouvant exister à la surface d'un larget. Les lignes A et I, correspondant aux rives du larget, présentent une très faible épaisseur de calamine. Ceci résulte d'une part de la chute de la calamine des faces latérales du lopin au cours de la première passe de laminage sous l'effet mécanique de compression, et d'autre part au refoulement de l'acier de ces faces latérales vers la peau et la contre-peau lors des passes successives du laminage. Ce processus, schématisé à la figure 41, existe dans tous les cas de figure.

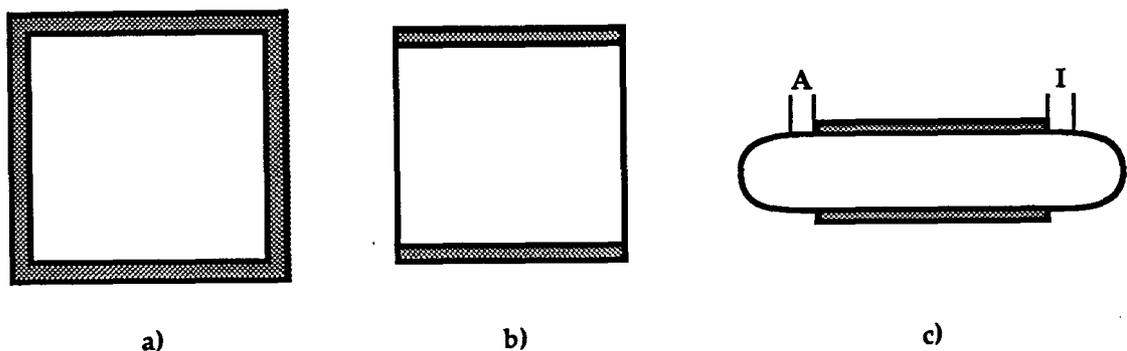
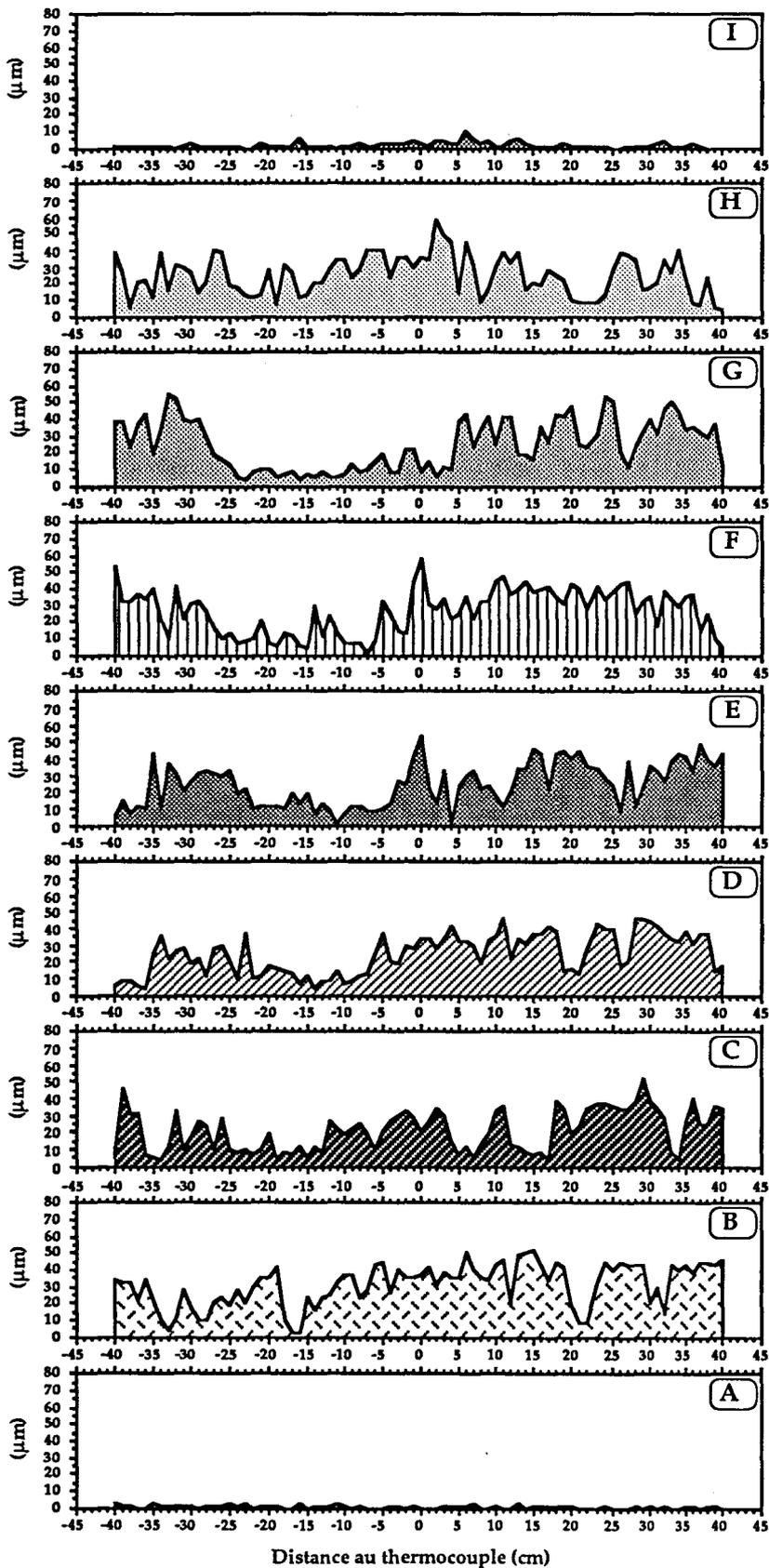
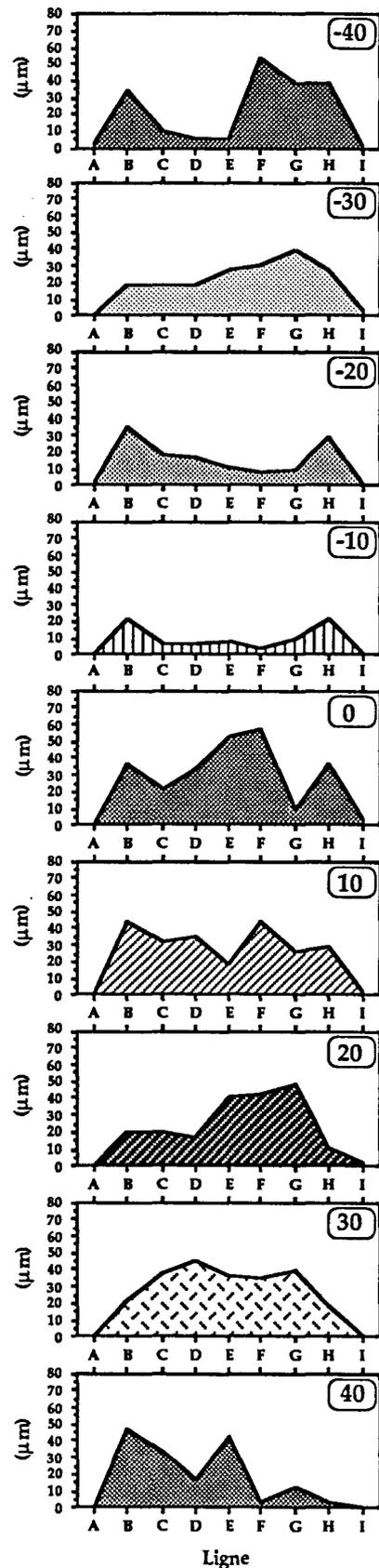


Figure 41: Coupes transversales du lopin et du larget.
 a) Lopin calaminé sur les quatre faces à la sortie du four.
 b) Chute de la calamine des faces latérales lors de la 1ère passe de laminage.
 c) Refoulement du métal vers la peau et la contre-peau.



a)



b)

Figure 40: Variations de l'épaisseur de calamine à la surface d'un larget. Lopin brut de pré laminage. a) Coupe longitudinale. b) coupe transversale.

Hormis les rives A et I, la figure 40 indique des variations d'épaisseur de calamine pouvant atteindre 30 à 40 μm entre zones voisines. A titre d'exemple, le domaine compris entre les repères (0) et (-25) présente une faible épaisseur d'oxyde d'environ 10 μm (ligne D à G) alors que de part et d'autre de ce domaine, l'épaisseur est de l'ordre de 40 à 50 μm .

L'évolution des propriétés mécaniques le long de cearget est parfaitement corrélée aux variations de l'épaisseur de calamine. Comme en atteste la figure 42 (page 76), la limite d'élasticité est minimale dans le domaine correspondant aux plus faibles épaisseurs d'oxyde. Sur cette figure, la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ est associée à une vue de dessus duarget. Les domaines d'égale épaisseur de calamine sont identifiés par une même couleur. Les variations enregistrées de propriétés mécaniques sont dues sans aucun doute à une différence de refroidissement (TFR variable, cf figure 36) entre les zones à forte épaisseur et celles à faibles épaisseur de calamine.

Une autre conséquence de l'irrégularité de la calamine sur les lopins bruts de pré laminage, est une faible reproductibilité du refroidissement. En effet, entre deuxargets dont l'un présente une couche d'oxyde importante à l'aplomb du thermocouple et l'autre une faible couche, la température de fin de refroidissement accéléré TFR enregistrée peut être très différente pour un même débit d'eau (cf figures 36).

III.5.2) Lopins meulés et laminage quartier

Compte tenu de ces différents problèmes rencontrés avec l'utilisation de lopins bruts de pré laminage, des essais ont été effectués sur des lopins meulés avant enfournement. L'usinage des faces du lopin permet de supprimer la couche de calamine présente après l'opération de pré laminage effectuée à la tôlerie de Dunkerque. La calamine formée pendant l'austénitisation des lopins est ainsi indépendante de l'état d'oxydation avant enfournement et doit être plus homogène. La technique du "laminage quartier" a également été testée. Le laminage quartier consiste à tourner le lopin d'un quart de tour, en sortie de four, autour de son axe longitudinal, de façon à amener les faces supérieures et inférieures (peau et contre-peau) en position latérale. La première passe de laminage ainsi effectuée permet de supprimer les couches d'oxyde en peau et contre-peau (Cf figure 41b). Après cette première passe, le lopin est retourné suivant son orientation originale afin de poursuivre le laminage.

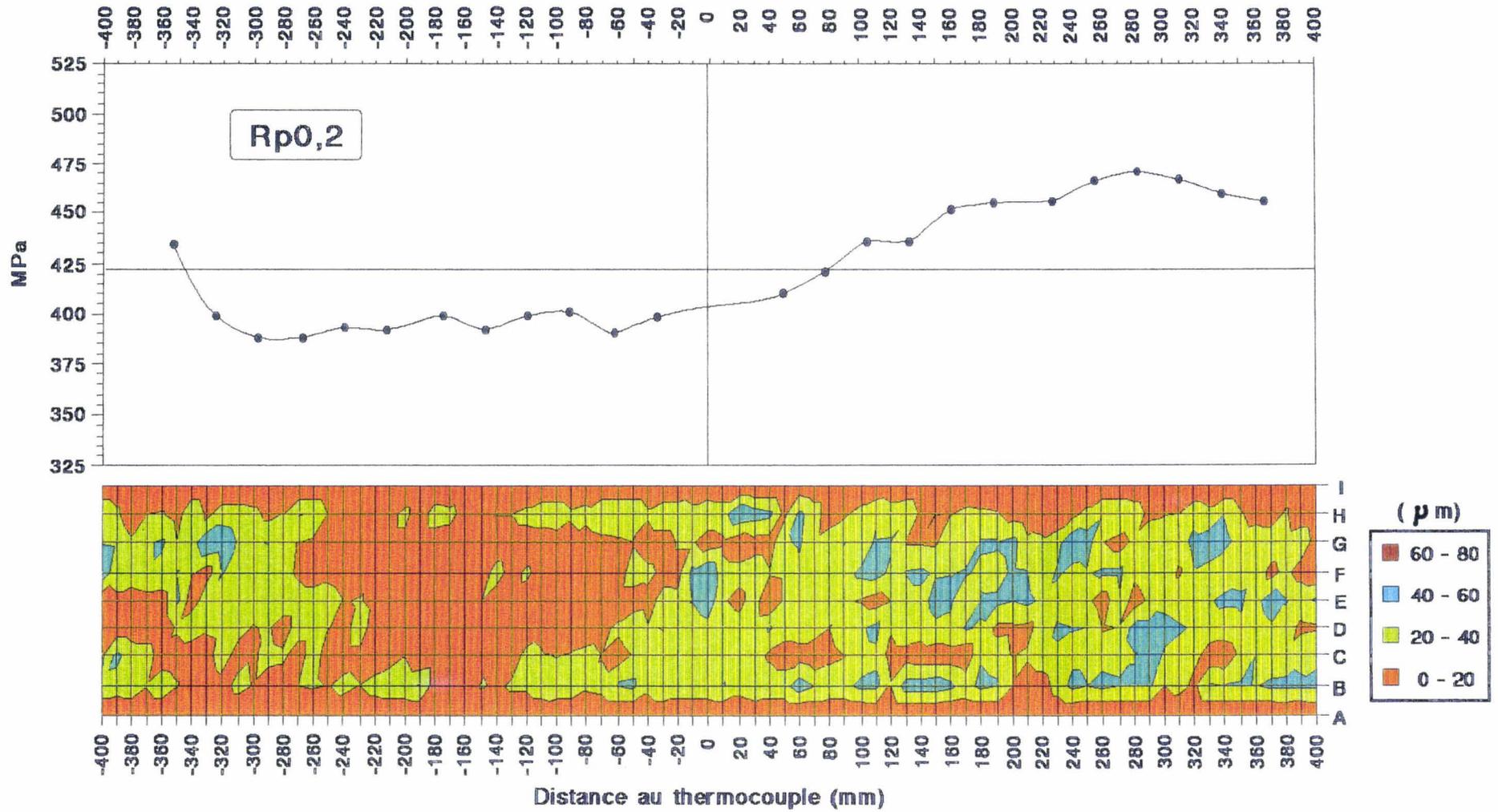


Figure 42: Comparaison des variations de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ et de l'épaisseur de calamine en peau de larget après refroidissement.

La figure 43 (page 78), relative aux lopins meulés, confirme une plus grande régularité de l'épaisseur de calamine à la surface des largets. L'épaisseur moyenne est de 50 μm hors rives. De même, dans le cas du laminage quartier (figure 44, page 79), la surface des largets présente, après refroidissement, une épaisseur d'oxyde relativement constante et proche de 9 μm . La figure 45 (page 80), en comparant la surface des largets, montre clairement une plus grande homogénéité de la calamine soit après meulage des lopins, soit encore après laminage quartier, par rapport aux largets bruts de pré-laminage. Les histogrammes relatifs aux épaisseur de calamine (figure 46) indiquent à ce titre que les différentes épaisseurs sont équiprobables dans le cas des lopins bruts de pré-laminage, tandis qu'elles présentent une distribution de forme gaussienne pour les lopins meulés et le laminage quartier.

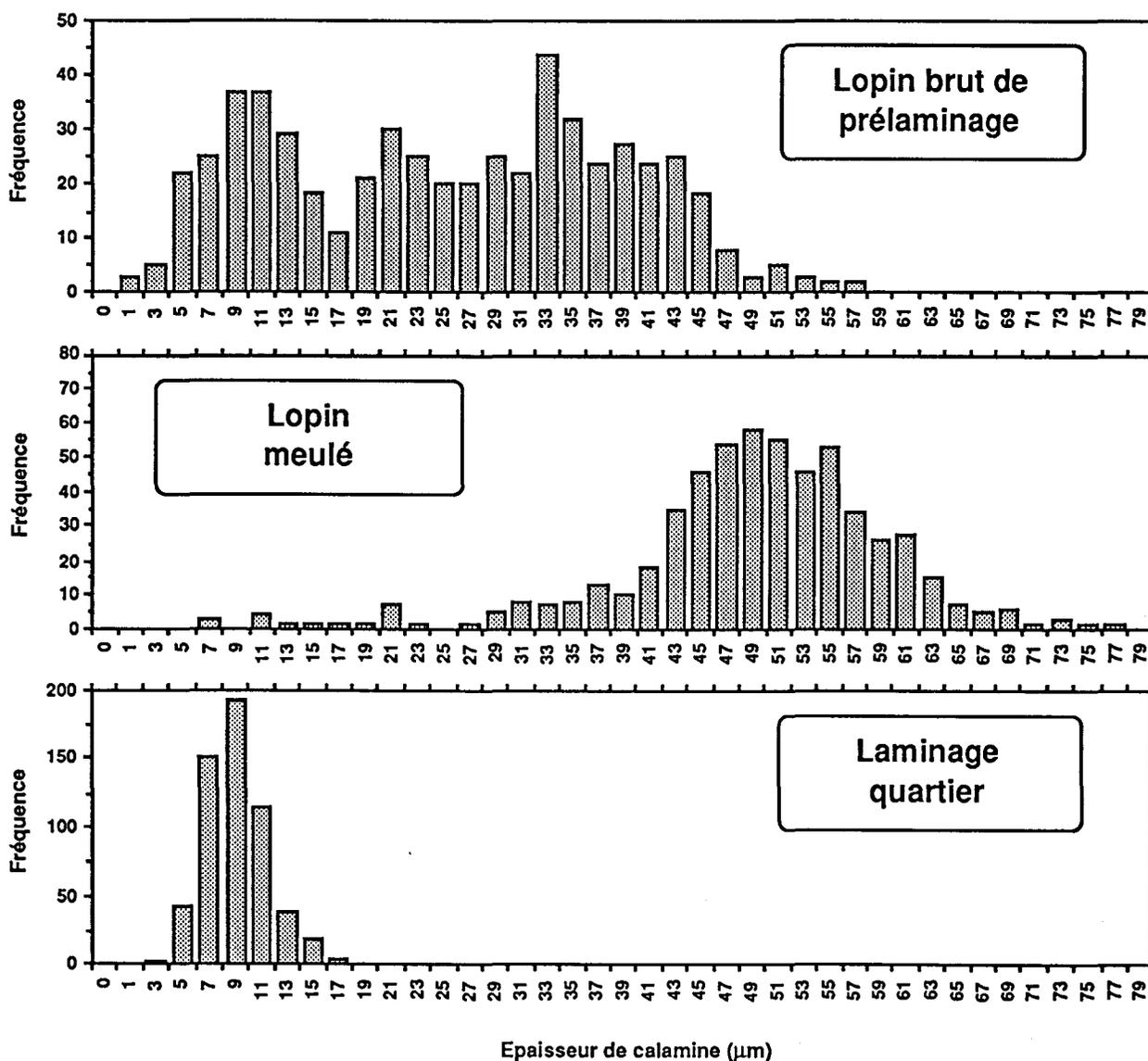
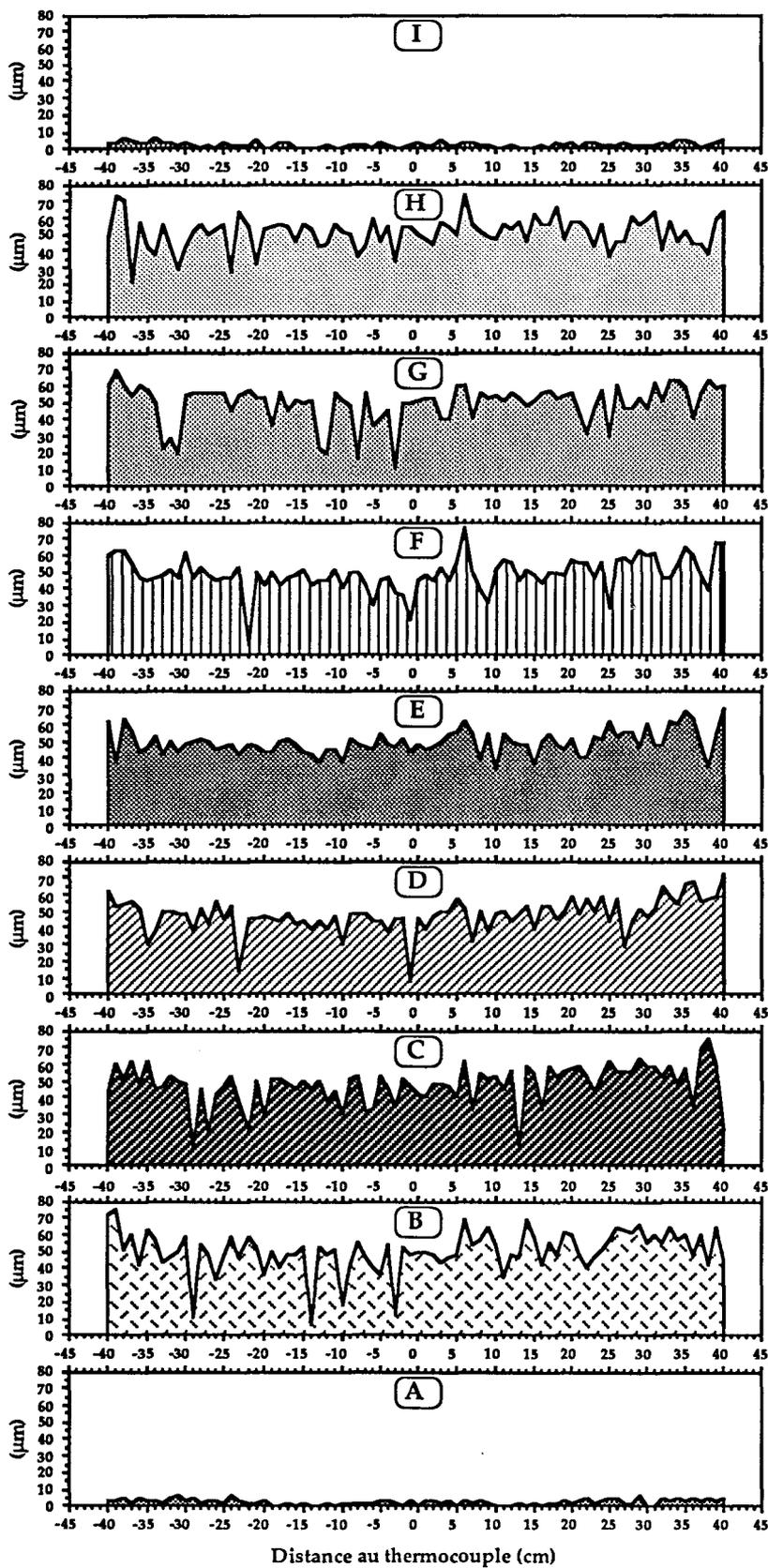
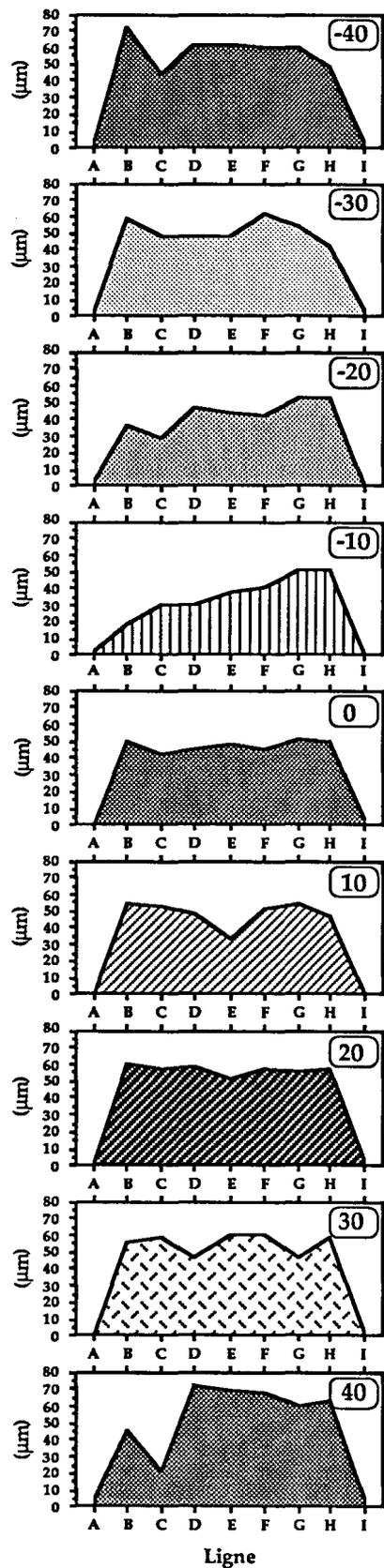


Figure 46: Histogrammes des épaisseurs de calamine suivant le mode de préparation des lopins.



a)



Ligne

b)

Figure 43: Variations de l'épaisseur de calamine à la surface d'un larget. Lopin meulé avant enfournement. a) Coupe longitudinale. b) coupe transversale.

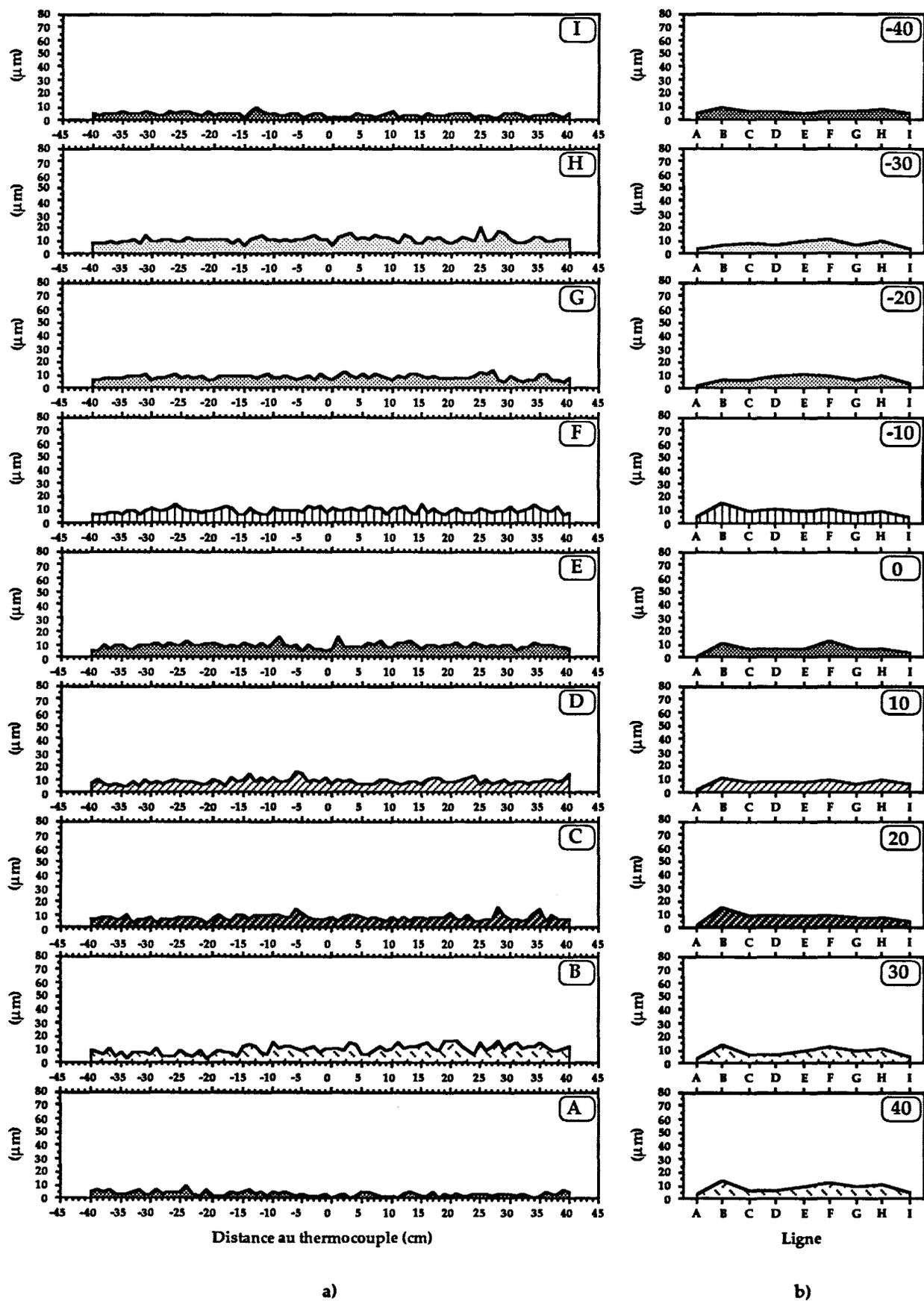


Figure 44: Variations de l'épaisseur de calamine à la surface d'un larget.
Laminage quartier. a) Coupe longitudinale. b) coupe transversale.

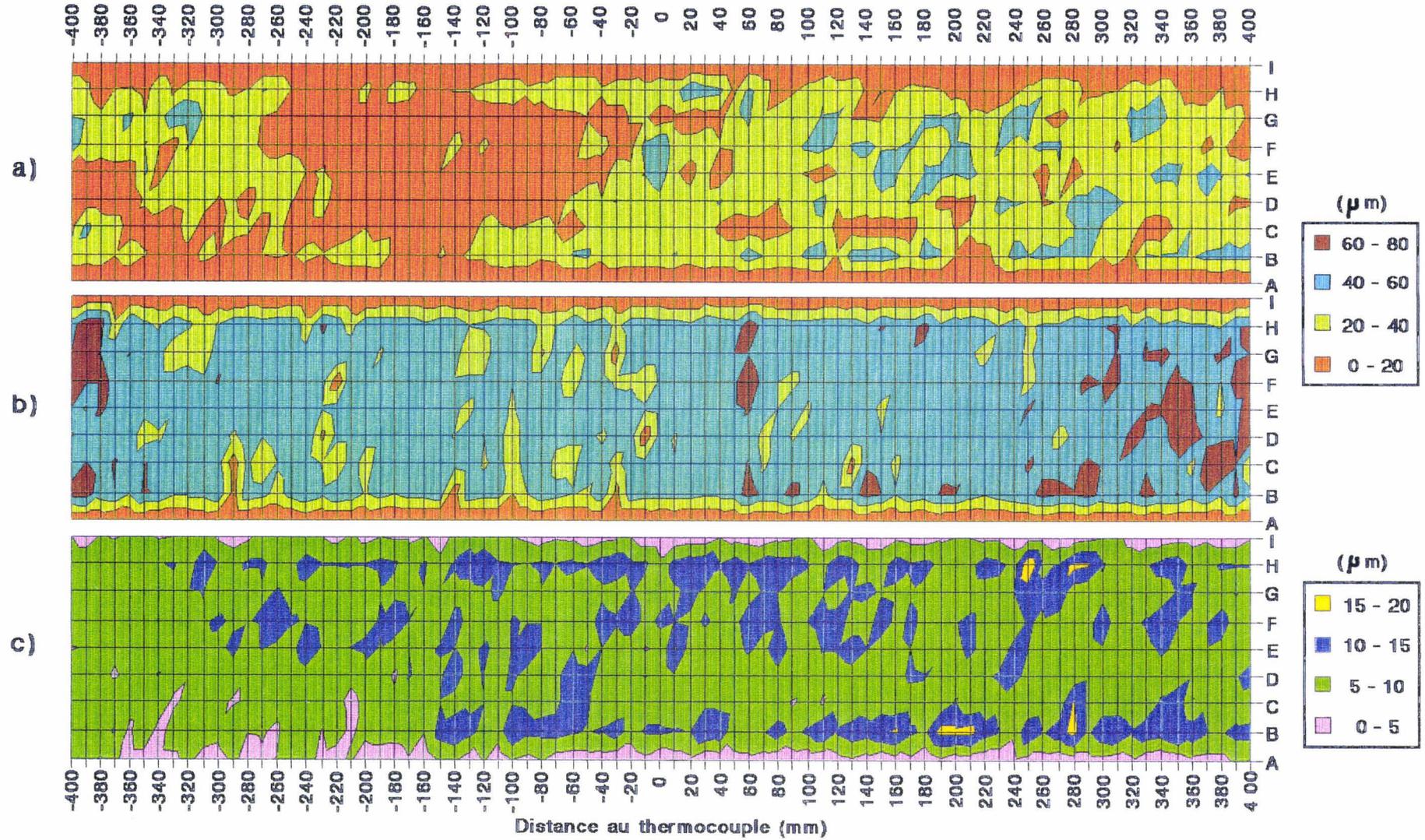


Figure 45: Variations de l'épaisseur de calamine en peau de larget après refroidissement, exprimée en μm .
 a) Lopin brut de pré laminage, b) Lopin meulé, c) Laminage quartier.

III.5.3) Application au calcul de la température de remouillage des produits de simulation

Comme cela a déjà été mentionné, l'uniformité de la calamine doit engendrer une plus grande homogénéité du refroidissement et des propriétés mécaniques sur un même larget, et doit conduire à une meilleure reproductibilité du refroidissement d'un larget à l'autre en réduisant la dispersion de la température de fin de refroidissement TFR à débit d'eau constant.

A partir de la formule (III-3) et en utilisant les mesures d'épaisseur de calamine effectuées, il est possible de calculer la température de remouillage apparente au coeur des largets et de vérifier l'importance de ces couches d'oxydes sur le refroidissement. Dans la relation:

$$T_{re}^C = T_{re_0}^C + \frac{1}{2} \rho \cdot C_p \cdot e_m \cdot V_r \cdot \left\{ \beta + \frac{7 e_m}{32 \lambda_m} + \frac{e_{cal}}{\lambda_{cal}} \right\} \quad (III -3)$$

la masse volumique ρ et la chaleur thermique massique C_p de l'acier, ainsi que les conductivités thermiques λ de l'acier et de la calamine dépendent de la température et de la composition chimique. Cependant, leurs variations dans le domaine de températures étudié restent relativement faibles [10], et l'effet des éléments d'alliage est négligeable compte tenu de leurs additions restreintes. Aussi, les valeurs retenues pour le métal sont celles du fer pur à l'état austénitique [10] à la température de début de refroidissement (TDR = 775°C), soit:

$$\begin{aligned} \rho &= 7510 \text{ kg.m}^{-3} \\ C_p &= 590 \text{ J.kg}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1} \\ \lambda_m &= 24,7 \text{ W.m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1} \end{aligned}$$

Par ailleurs, l'épaisseur des largets est de 12 mm, et la vitesse de refroidissement à coeur au moment du remouillage est supposée égale à la vitesse V_{ry} .

La conductivité thermique de la calamine n'est pas connue avec une grande précision. Les mesures effectuées lui attribuent une valeurs comprise entre 0,1 et 0,2 $\text{W.m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1}$ [5]. Par conséquent, la relation (III-1) prend différentes valeurs selon la conductivité considérée de la calamine [5]:

$$\left. \begin{aligned} \lambda = 0,10 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1} &\Rightarrow T_{re}^S = 340 + 12.10^{-6} \cdot \Phi' \\ \lambda = 0,15 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1} &\Rightarrow T_{re}^S = 340 + 29.10^{-6} \cdot \Phi' \\ \lambda = 0,20 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1} &\Rightarrow T_{re}^S = 340 + 37.10^{-6} \cdot \Phi' \end{aligned} \right\} \quad \text{(III-4)}$$

Ainsi, la relation entre la température de remouillage apparente au coeur des largets et l'épaisseur de calamine devient:

$$T_{re}^C = 340 + 26585 \cdot V_{ry} \cdot \left(10628 \cdot 10^{-8} + \beta \lambda_{cal} + \frac{e_{cal}}{\lambda_{cal}} \right) \quad \text{(III-5)}$$

T_{re}^C est directement proportionnelle à l'épaisseur de calamine e_{cal} , et le taux de variation est d'autant plus important que la vitesse de refroidissement est élevée. Le calcul de la température de remouillage à coeur pour la vitesse de refroidissement maximale étudiée dans cette étude conduit alors aux résultats présentés à la figure 47.

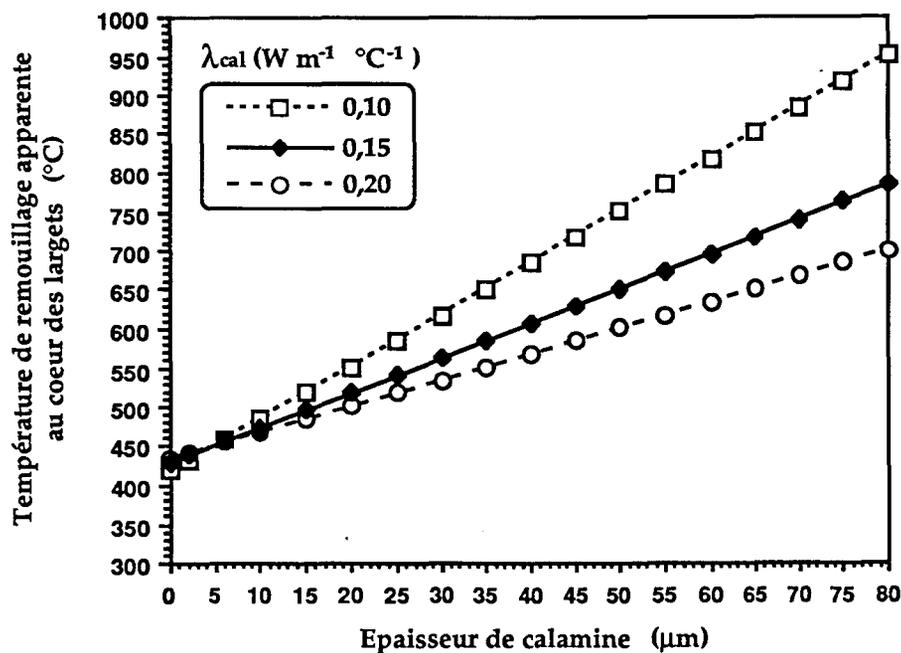


Figure 47: Variations de la température apparente de remouillage au coeur des largets en fonction de l'épaisseur de calamine, pour une vitesse de refroidissement V_{ry} de 25°C/s.

Malgré l'incertitude sur la valeur exacte de la conductivité λ_{cal} de la calamine, la figure 47 montre clairement l'augmentation rapide de la température de remouillage avec l'épaisseur de calamine. A titre d'exemple, dans le cas du larget issu d'un lopin brut de pré-laminage (figures 40 et 42), et pour une valeur moyenne de conductibilité ($\lambda_{cal} = 0,15 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$), la température de remouillage à coeur varie d'environ 150 °C entre les zones à forte et à faible épaisseur de calamine.

III.6) CONCLUSION

L'ensemble des résultats présentés ci-dessus a mis en évidence l'importance de l'état d'oxydation des lopins au début du laminage, sur les conditions de refroidissement et les propriétés mécaniques. L'uniformité de la couche de calamine au début du refroidissement est une condition nécessaire afin d'obtenir un refroidissement homogène sur toute la longueur de la tôle et par conséquent des propriétés mécaniques quasi - constantes, et pour assurer une bonne reproductibilité du refroidissement d'un larget à l'autre.

Le meulage des lopins ou l'opération de laminage quartier permettent d'obtenir une couche de calamine uniforme. Cependant, d'un point de vue pratique, l'opération de laminage quartier est préférée au meulage des lopins dans le cadre des simulations. Le laminage quartier, moins coûteux, s'apparente par ailleurs directement au décalaminage effectué en conditions industrielles. De plus, l'incrustation de calamine dans le métal, rendue possible si le décalaminage n'est pas effectué, peut altérer les propriétés de surface des tôles.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III

- [1] F. GALDON. *Oxydation - Décarburation - Graphitisation*. Rapport IRSID, RFP 88.305, nov. 1987.
- [2] Y. DARDEL. *La transmission de la chaleur au cours de la solidification, du réchauffage et de la trempe de l'acier*. Editions de la Revue de Métallurgie, Paris, .
- [3] F. BERTOLOTTI, B. DE LAMBERTERIE. *Thermique du laminage*. Rapport IRSID, LAM RFP 402, avril 1985.
- [4] S. NUKIYAMA. J. Soc. Mech. Engineers, vol. 37, 1934, p 367.
- [5] Rapports confidentiels.
- [6] O. KUBASCHEWSKI. *Iron binary phase diagrams*. Edition Springer, Berlin, et Stahleisen mbH, Düsseldorf, 1982, p 79.
- [7] J. METIVIER, V. LANTERI. *Phénomènes d'oxydation à la tôlerie forte de Dunkerque (GTSI). Caractérisation des calamines formées au cours du réchauffage*. Rapport IRSID, SCA 91/43, fév. 1991.
- [8] J. MOREAU, M. CAGNET. *Etude du décalaminage des billettes*. Rev. Mét., LIV, n°5, 1957, pp 383 - 403.
- [9] E.M. LEVIN, C.R. ROBBINS, H.F. McMURDIE. *Phase diagrams for ceramists*. Edité par l'American Ceramic Society, Columbus, Ohio, 1964, pp 59 - 61.
- [10] J. GIUSTI, B. CHAMONT, G. BAL-FONTAINE. *Analyse thermique et modélisation de la cinétique de décomposition de l'austénite après laminage contrôlé. Application au refroidissement accéléré doux*. Rapport IRSID, IMSA.RC 88/309, juil. 1988.

CHAPITRE IV
RESULTATS DES CARACTERISATIONS
MECANIQUES

CHAPITRE IV

RESULTATS DES CARACTERISATIONS MECANIQUES

IV.1) INTRODUCTION

Le comportement mécanique des différentes nuances d'aciers étudiées après traitement thermomécanique de laminage à chaud et de refroidissement accéléré est caractérisé par des essais de traction et de résilience.

Les grandeurs mesurées en traction sont: la limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0,2}$, exprimée par la contrainte d'écoulement à 0,2 % de déformation, la charge de rupture R_m , l'aptitude du matériau à la consolidation caractérisée par le rapport $R_{p0,2}/R_m$, l'allongement uniformément réparti $A_g\%$, l'allongement total $A\%$, la striction $Z\%$, ainsi que la longueur du palier de traction. Ces différentes grandeurs sont présentées à la figure 48 sur une courbe de traction schématisée.

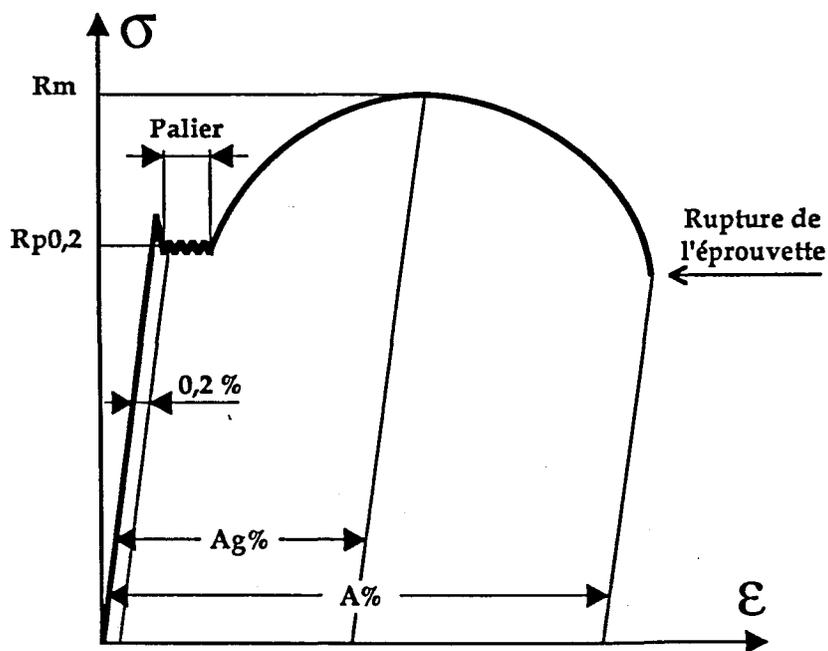


Figure 48: Définition des grandeurs caractéristiques de l'essai de traction.

Dans le cadre des essais de résilience, les trente éprouvettes Charpy V, issues d'un même larget, sont rompues à raison de trois éprouvettes par température d'essai. Dans un premier temps on procède à la casse de sept jeux d'éprouvettes (trois éprouvettes par jeu) à sept températures d'essai différentes. Les trois jeux restants sont destinés à confirmer certains résultats litigieux ou à compléter les courbes. On peut ainsi pour chaque condition de traitement thermomécanique déterminer les courbes d'énergie de rupture et de cristallinité dans leur quasi - totalité (du niveau ductile au niveau fragile).

A titre d'exemple, la figure 49 présente les courbes d'énergie de résilience et de cristallinité obtenues après refroidissement de la nuance A à 7°C/s jusqu'à une TFR de 492°C .

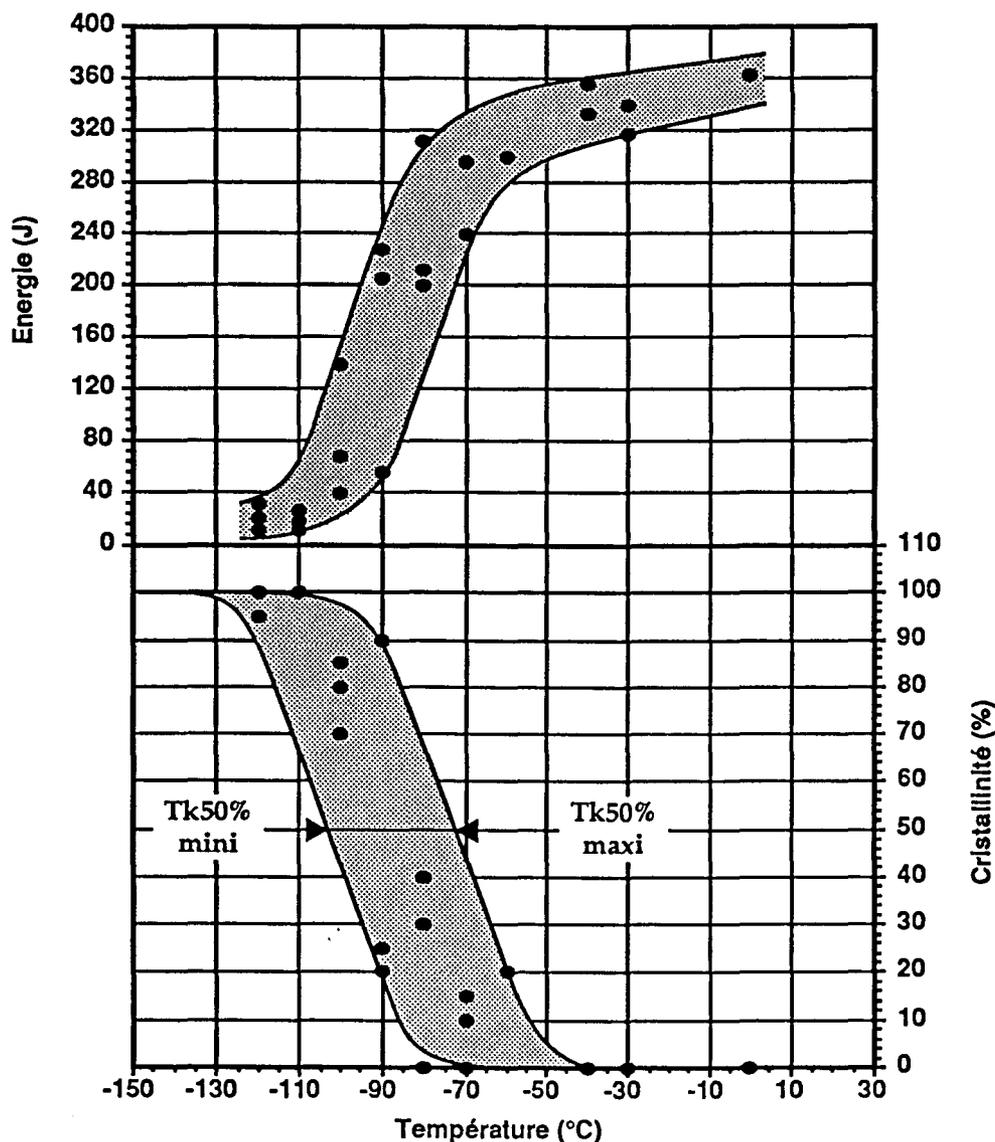


Figure 49: Exemple de courbes d'énergie de résilience et de cristallinité. Nuance A, $VR\gamma = 7^{\circ}\text{C/s}$, TFR = 492°C .

L'ensemble des points expérimentaux définit une bande de dispersion (hachurée sur la figure 49) pour l'énergie de résilience et la cristallinité. La température de transition ductile - fragile est donc caractérisée par les limites de la bande de dispersion à 50% de cristallinité: $T_{k50\% \text{ mini}}$ et $T_{k50\% \text{ maxi}}$.

IV.2) RESULTATS

IV.2.1) Généralités

Dans ce chapitre, on donne une description générale des résultats et de leurs dispersions. Ces résultats sont rassemblés dans des tableaux figurant à l'annexe III. Pour chaque nuance et pour chaque vitesse de refroidissement, les différentes caractéristiques mécaniques sont portées sur des graphes reliant les propriétés mécaniques à la TFR. Les nuances A (C, Mn, Si, Ti) et C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) ont été étudiées aux vitesses de refroidissement V_{ry} de 7, 15 et 25 °C/s, tandis que seules les vitesses de 7 et 25°C/s ont été utilisées pour l'étude de la nuance B (C, Mn, Si, Ti, Ni). Sur ces différents graphes, les propriétés mécaniques après refroidissement à l'air sont également indiquées, puisque le refroidissement à l'air peut être considéré comme un refroidissement accéléré pour lequel les températures de début de refroidissement ($TDR \approx 775$) et de fin de refroidissement (TFR) sont confondues.

A titre d'exemple, la figure 50 illustre les variations de propriétés mécaniques de la nuance C en fonction de la température de fin de refroidissement accéléré, pour une vitesse de refroidissement V_{ry} de 7°C/s. Les différents graphes sont présentés en annexe III.

Outre l'évolution du comportement mécanique avec le traitement de refroidissement accéléré, la figure 48 met en évidence une dispersion importante de chacune des propriétés mécaniques. Après refroidissement naturel à l'air la dispersion est d'environ 20 MPa pour $R_{p0,2}$ et R_m , et de 25°C pour $T_{k50\%}$ (toutes nuances confondues), tandis que cette dispersion peut atteindre 40 à 50 MPa pour $R_{p0,2}$ et R_m et 40 à 50°C pour $T_{k50\%}$ après refroidissement accéléré. La dispersion des propriétés de ductilité (allongement à la rupture A%, allongement uniformément réparti Ag% et striction Z%) semble quant à elle peu ou pas affectée par le refroidissement accéléré. Pour les courbes de traction présentant un crochet, les oscillations de la contrainte le long du palier de traction contribuent à l'imprécision des mesures de limite d'élasticité.

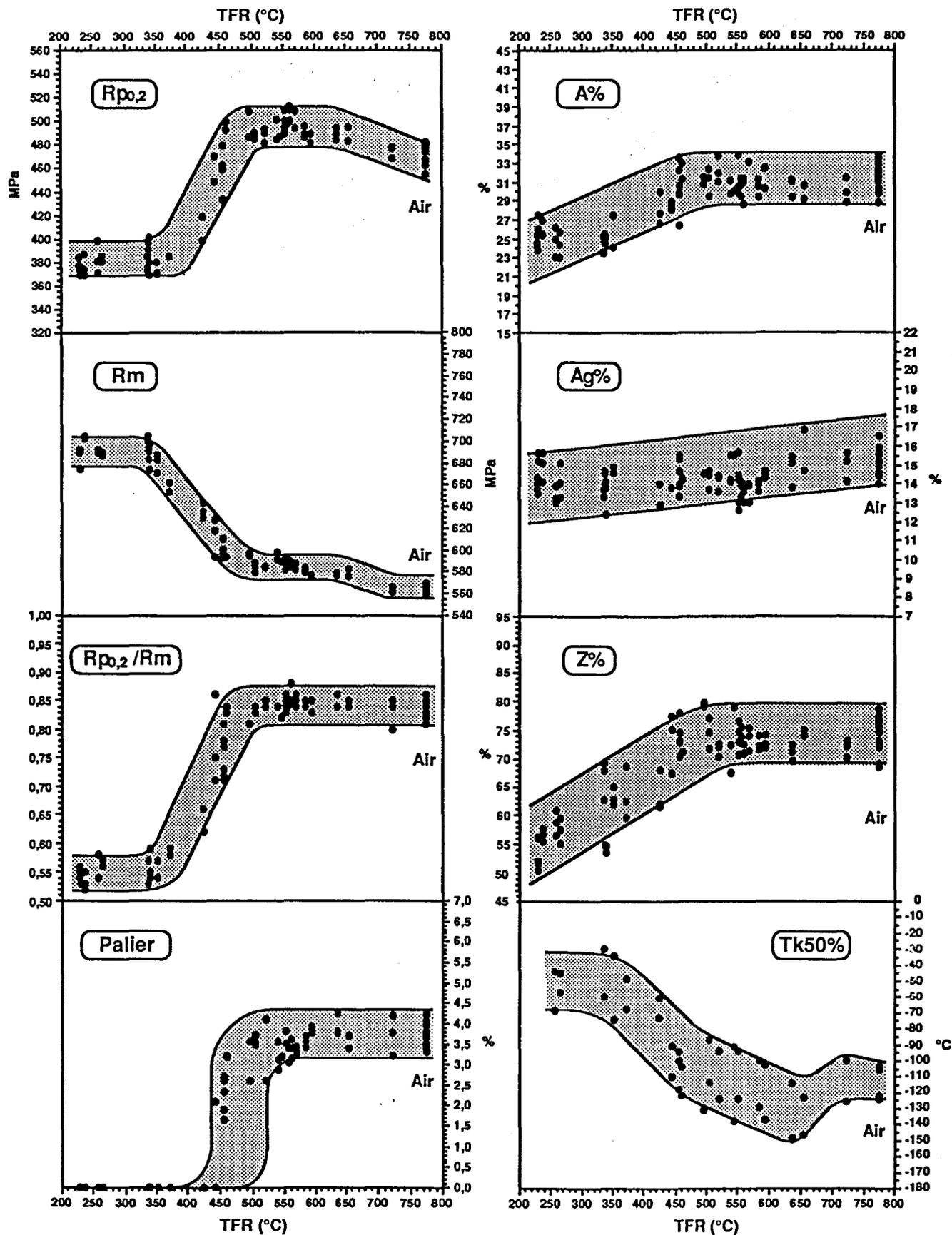


Figure 50: Propriétés mécaniques de la nuance C après refroidissement accéléré à 7°C/s. Caractérisation de la dispersion des résultats.

Les évolutions des propriétés mécaniques des trois nuances A, B et C avec la température de fin de refroidissement TFR présentent certaines similitudes. A titre d'exemple, la figure 51 présente la variation de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ de la nuance C en fonction de la TFR. Cette évolution se décompose en quatre domaines distincts, limités par trois températures caractéristiques de fin de refroidissement T_{C1} , T_{C2} et T_{C3} , définies à la figure 51, telles que $T_{C3} < T_{C2} < T_{C1}$.

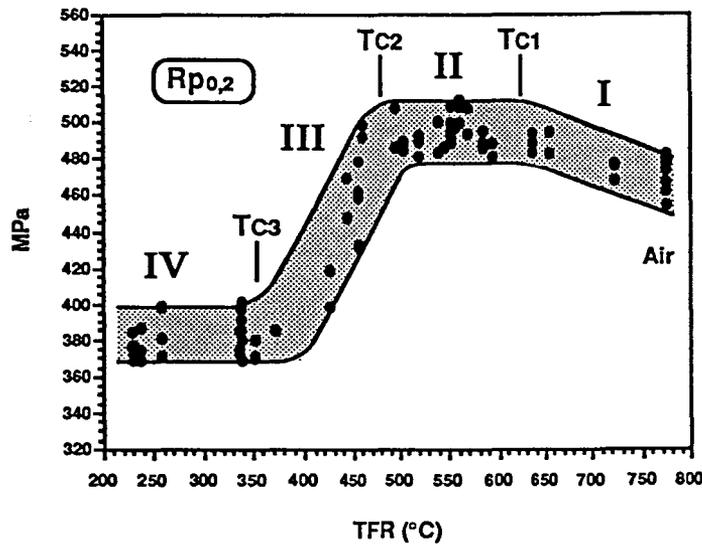


Figure 51: Définition des températures caractéristiques de fin de refroidissement T_{C1} , T_{C2} , T_{C3} . Nuance C, $V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s}$.

L'évolution de $R_{p0,2}$ avec la température de fin de refroidissement TFR se caractérise de la façon suivante :

- | | | |
|------|---------------------------|--|
| I: | $T_{C1} < TFR$: | $R_{p0,2}$ augmente quand la TFR diminue, |
| II: | $T_{C2} < TFR < T_{C1}$: | $R_{p0,2}$ est constante quelle que soit la TFR, |
| III: | $T_{C3} < TFR < T_{C2}$: | $R_{p0,2}$ chute brutalement quand la TFR diminue, |
| IV: | $TFR < T_{C3}$: | $R_{p0,2}$ est constante quelle que soit la TFR. |

Cette description sera utilisée pour chaque nuance et pour chaque vitesse de refroidissement.

Les évolutions de la charge de rupture R_m montrent également des singularités de comportement aux températures caractéristiques définies à partir de la limite d'élasticité.

Les propriétés de ductilité et de résilience présentent aussi certaines

singularités vis à vis de la TFR. Cependant, ces dernières n'existent pas de manière systématique aux différentes vitesses de refroidissement, et n'apparaissent pas toujours au voisinage des températures caractéristiques définies ci-dessus. De plus, il est intéressant de noter que les propriétés de ductilité restent à des valeurs élevées quel que soit le traitement de refroidissement.

De façon à quantifier les variations des propriétés mécaniques avec la température de fin de refroidissement TFR et la vitesse de refroidissement V_{ry} , les courbes d'évolution moyennes centrées sur les bandes de dispersion ont été tracées pour les différentes caractéristiques mécaniques. La figure 52 présente à titre d'exemple la courbe moyenne correspondant à l'évolution de la limite d'élasticité illustrée par la figure 51.

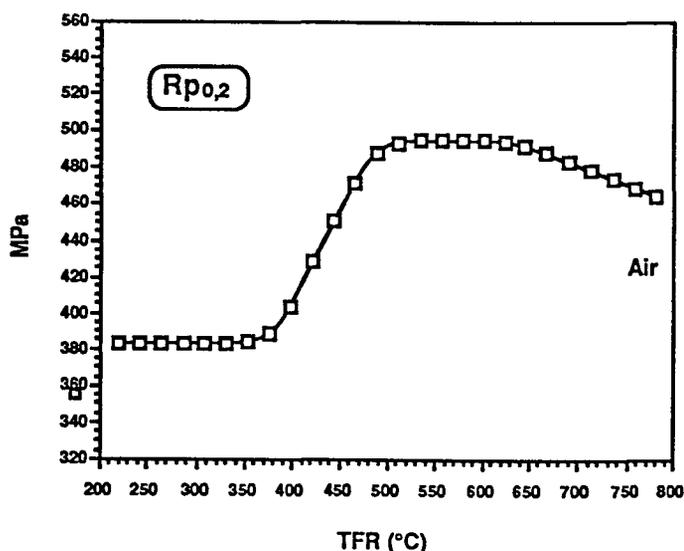


Figure 52: Evolution moyenne en fonction de la TFR de la limite d'élasticité de la nuance C, $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$.

Les motifs (carrés, ronds, losanges) portés sur les courbes moyennes correspondent à des points calculés à partir de la bande de dispersion et ne représentent donc pas des essais réellement effectués.

IV.2.2) Caractérisation mécanique de la nuance A

La figure 53 présente l'influence des conditions de refroidissement sur les évolutions moyennes de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, de la charge de rupture R_m et de la température de transition ductile fragile $T_{k50\%}$.

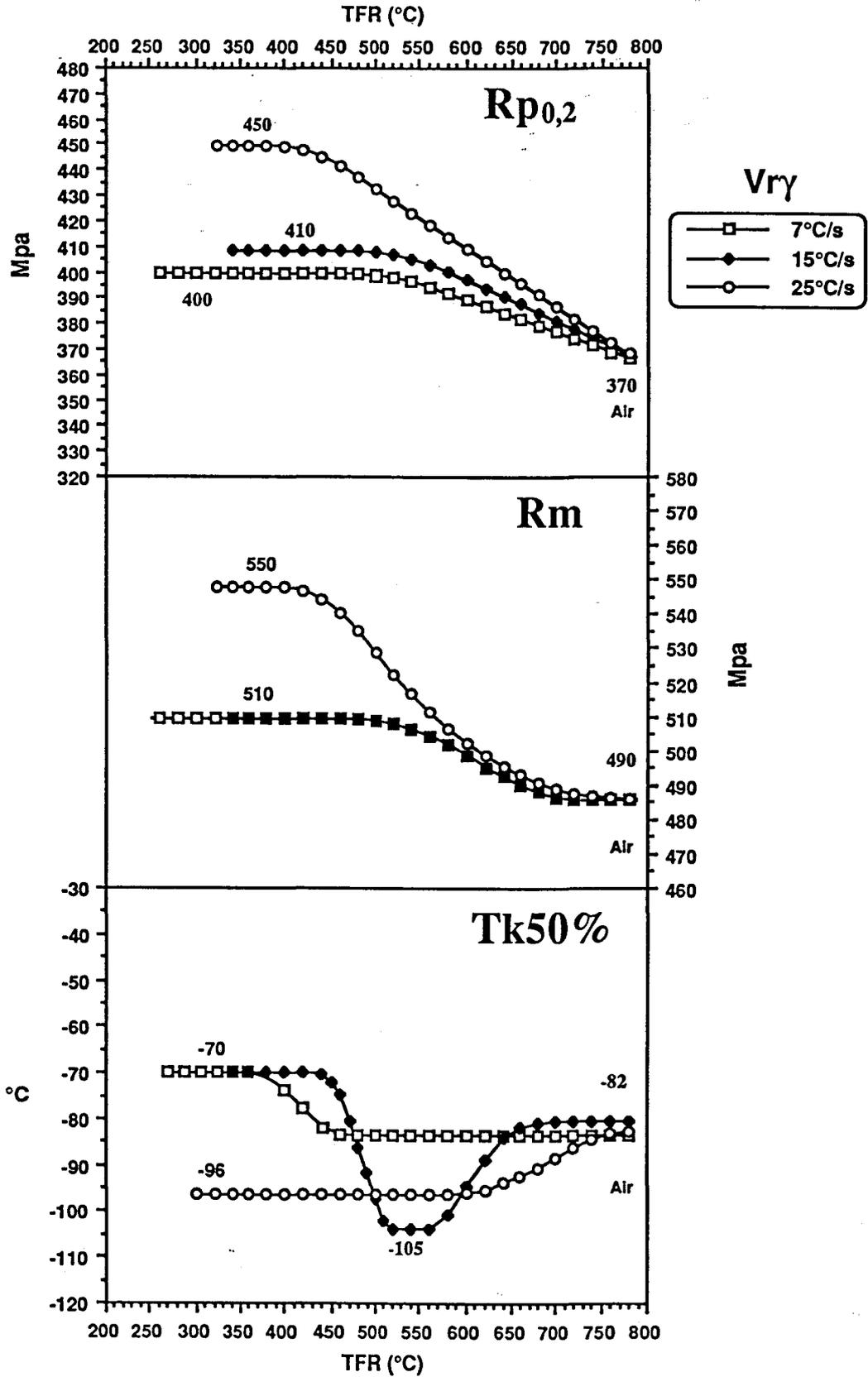


Figure 53: Variations de $R_{p0,2}$, R_m et $T_{k50\%}$ de la nuance A en fonction des paramètres du refroidissement accéléré. Les chiffres reportés sur les courbes correspondent aux valeurs caractéristiques des diverses propriétés.

IV.2.2.1) Propriétés de traction

Quelles que soient les conditions de refroidissement, les courbes de traction relatives à la nuance A présentent toutes un crochet et un palier de Piobert-Lüders.

IV.2.2.1.a) Limite d'élasticité $R_{p0,2}$

La mesure des températures caractéristiques conduit pour la nuance A aux résultats suivants:

| $V_{r\gamma}$ (°C/s) | T_{C1} (°C) | T_{C2} (°C) | T_{C3} (°C) |
|----------------------|---------------|---------------|---------------|
| 7 | 515 | - | - |
| 15 | 530 | - | - |
| 25 | 430 | - | - |

Tableau 4: Températures caractéristiques de fin de refroidissement relatives à la nuance A.

Tant que la température de fin de refroidissement TFR est supérieure à T_{C1} , la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ augmente avec la diminution de la température de fin de refroidissement et avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Le gain maximal par rapport au refroidissement à l'air est de 30 MPa pour $V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s}$, 40 MPa pour $V_{r\gamma} = 15^\circ\text{C/s}$ et 80 MPa pour $V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s}$. Entre le refroidissement à l'air, considéré comme un refroidissement accéléré pour lequel $TFR = TDR$, et la température T_{C1} , l'évolution de la limite d'élasticité est une fonction linéaire de la TFR. $R_{p0,2}$ peut ainsi se définir dans ce domaine de la façon suivante:

$$R_{p0,2} = \alpha - \beta \cdot TFR \quad \text{avec} \quad \begin{array}{lll} \alpha = 459 \text{ MPa} & \beta = 0,12 \text{ MPa}/^\circ\text{C} & \text{si } V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s} \\ \alpha = 497 \text{ MPa} & \beta = 0,16 \text{ MPa}/^\circ\text{C} & \text{si } V_{r\gamma} = 15^\circ\text{C/s} \\ \alpha = 550 \text{ MPa} & \beta = 0,23 \text{ MPa}/^\circ\text{C} & \text{si } V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s} \end{array}$$

La limite d'élasticité augmente d'autant plus vite avec la diminution de la TFR que la vitesse de refroidissement est plus élevée.

IV.2.2.1.b) Charge à la rupture R_m

La charge à la rupture R_m présente des caractéristiques d'évolution similaires

à celles mentionnées pour la limite d'élasticité. En effet, R_m croît avec l'abaissement de la TFR tant que cette température de fin de refroidissement reste supérieure à T_{C1} . Cependant la relation entre TFR et R_m n'est plus linéaire.

Par ailleurs, la charge de rupture ne dépend pas de la vitesse de refroidissement sur l'intervalle 7°C/s à 15°C/s . L'effet de la vitesse de refroidissement n'apparaît que si l'on effectue un refroidissement sévère tel que $V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s}$ et $TFR < 550^\circ\text{C}$. Lorsque TFR devient inférieure à T_{C1} , la charge à la rupture se stabilise et les gains maximaux obtenus par refroidissement accéléré sont de 20 MPa pour $V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s}$ et 15°C/s , et de 60 MPa si $V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s}$.

Après refroidissement accéléré, la charge à la rupture augmente moins que la limite d'élasticité. Ceci conduit à une légère détérioration de la consolidation. Cet effet est d'autant plus marqué que la vitesse de refroidissement est plus élevée. Un exemple en est donné à la figure 54 où les rapports $R_{p0,2}/R_m$ sont calculés pour les TFR inférieures à T_{C1} , conduisant aux valeurs maximales de la limite d'élasticité et de la charge de rupture.

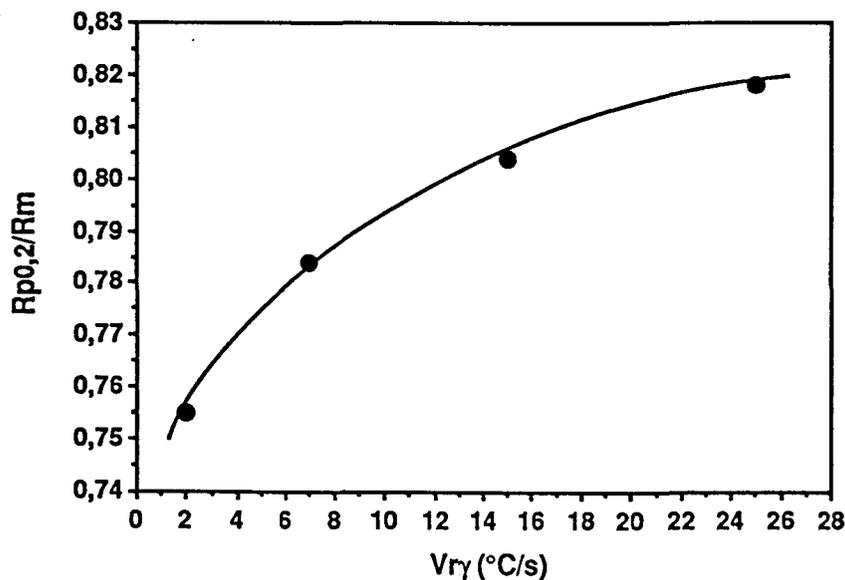


Figure 54: Variation du taux de consolidation de la nuance A avec la vitesse de refroidissement $V_{r\gamma}$, pour $TFR < T_{C1}$.

IV.2.2.1.c) Allongements et striction

Le refroidissement accéléré semble peu affecter les propriétés de ductilité de la nuance A tant que la vitesse de refroidissement $V_{r\gamma}$ est égale à 7 ou 15°C/s (Cf annexe III). En effet, l'allongement à la rupture $A\%$ et l'allongement

uniformément réparti $A_g\%$, égaux respectivement à 36% et à 18% après refroidissement à l'air, conservent des valeurs élevées proches de 32% et de 17% aux plus basses TFR lorsque $V_{ry} = 7$ ou 15°C/s . A l'opposé, lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, la réduction des allongements est plus conséquente puisque $A\%$ décroît de 9% et $A_g\%$ de 6% entre une TFR de 600°C et les TFR les plus basses voisines de 330°C . Le coefficient de striction $Z\%$ quant à lui reste constant quelles que soient les conditions de refroidissement.

IV.2.2.2) Propriétés de résilience

IV.2.2.2.a) *Température de transition $T_{k50\%}$*

L'évolution de $T_{k50\%}$ avec la TFR a été donnée à la figure 53. Avec une vitesse de refroidissement de 7°C/s , le refroidissement accéléré n'affecte pas la température de transition de résilience tant que TFR reste supérieure à 450°C . Si le refroidissement est mené en deçà de cette température, la température de transition ductile-fragile $T_{k50\%}$ se dégrade quelque peu, et passe ainsi de -82°C à -70°C aux plus basses valeurs de TFR.

Contrairement au cas précédent, une vitesse de refroidissement de 15°C/s peut conduire à une amélioration des caractéristiques de résilience. $T_{k50\%}$ diminue ainsi notablement entre un refroidissement accéléré dont la TFR est supérieure à 650°C et pour lequel $T_{k50\%}$ est égale à -82°C , et un refroidissement conduit à des températures voisine de 550°C où $T_{k50\%}$ est abaissée à -105°C . Aux températures de fin de refroidissement inférieures à 550°C , la résilience se dégrade au contraire très rapidement, avec une température de transition qui se stabilise à -70°C aux plus basses TFR (inférieures à 450°C).

D'autre part, lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, la température de transition $T_{k50\%}$ est sensiblement améliorée par rapport au refroidissement à l'air si la température de fin de refroidissement est inférieure à 650°C environ. En deçà de cette température, $T_{k50\%}$ reste constante. Le gain moyen ainsi obtenu est de 14°C entre le refroidissement à l'air et le RAD.

IV.2.2.2.b) *Energie du palier ductile*

La figure 55 indique que le refroidissement accéléré conduit à une légère augmentation de l'énergie de rupture à -20°C lorsque la TFR diminue, et que le

niveau du palier ductile ne semble pas affecté par la vitesse de refroidissement. De plus, quelles que soient les conditions de refroidissement (air ou RAD), il convient de remarquer la valeur élevée de l'énergie de rupture ductile.

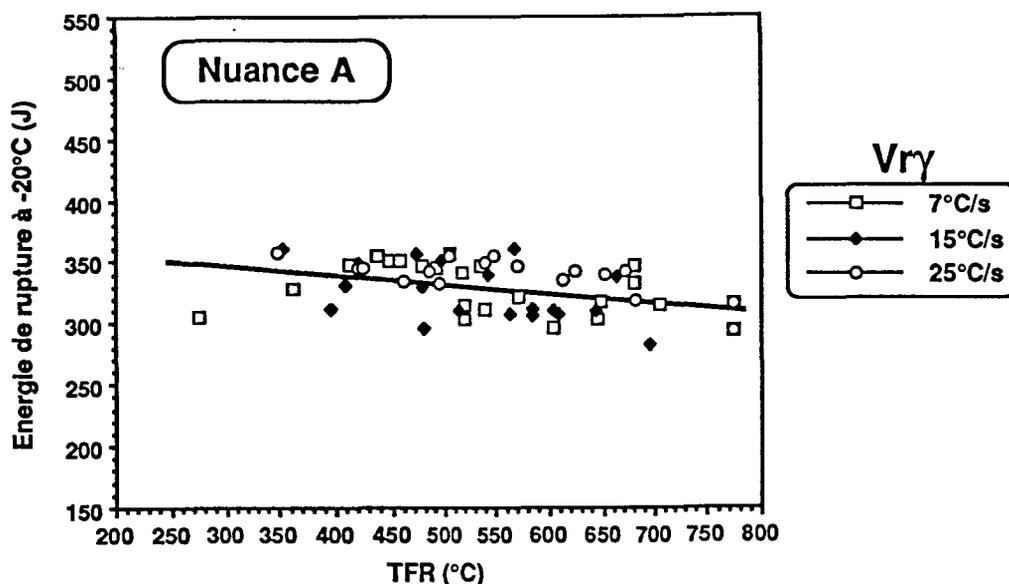


Figure 55: Variation de l'énergie de résilience à -20°C (niveau ductile) de la nuance A avec les conditions de refroidissement.

IV.2.3) Caractérisation mécanique de la nuance B

La figure 56 présente les évolutions, avec les conditions de refroidissement accéléré, de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, de la charge de rupture R_m et de la température de transition de résilience $T_{k50\%}$, relatives à la nuance B au nickel.

IV.2.3.1) Propriétés de traction

Comme pour la nuance A, les courbes de traction de l'acier B présentent toutes un crochet et un palier de Piobert-Lüders. Cependant, la longueur du palier de traction est sensiblement réduite avec la baisse de TFR. La déformation de Lüders passe ainsi de 4% après refroidissement à l'air à 2% pour un refroidissement accéléré mené à une TFR proche de 200°C.

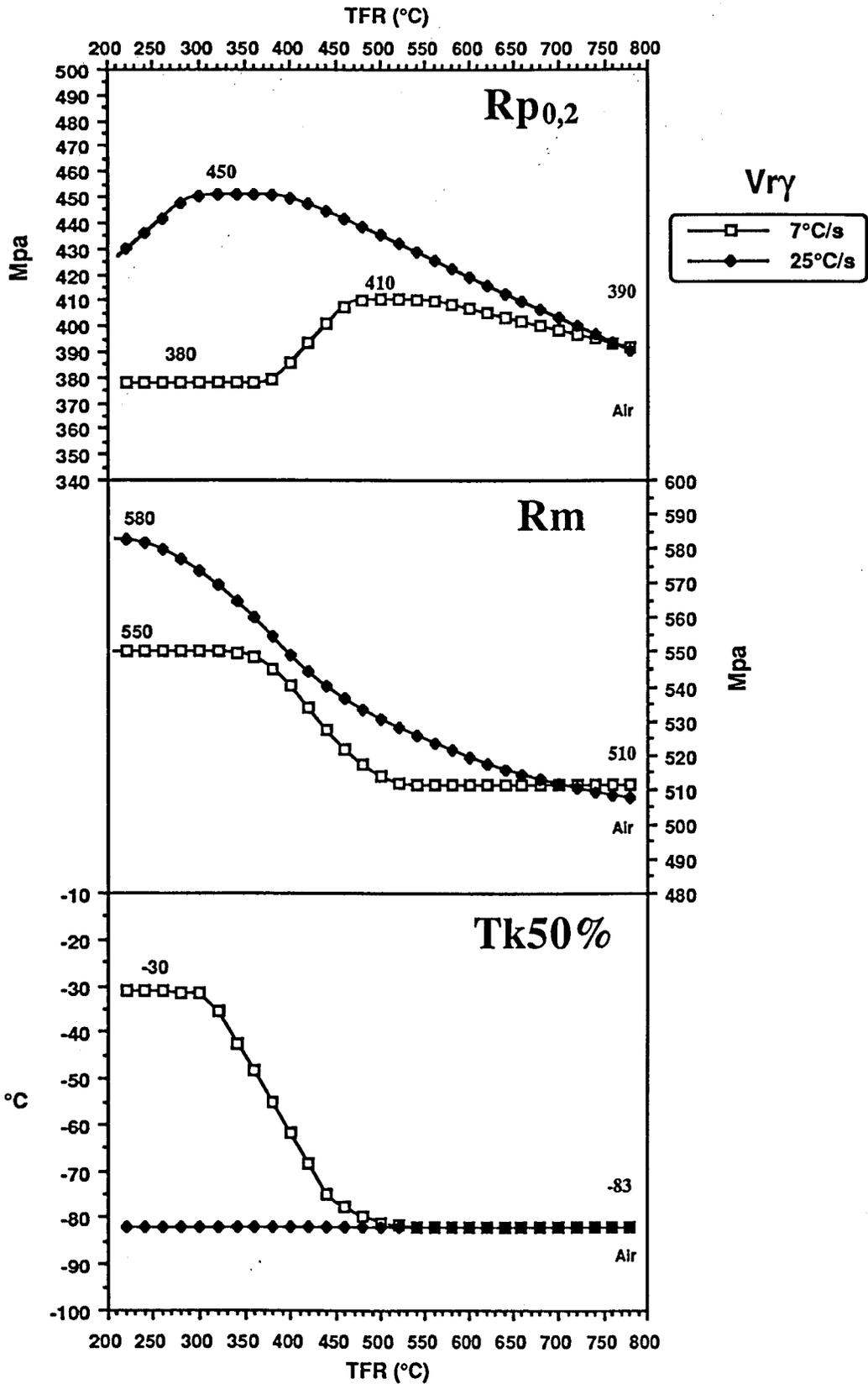


Figure 56: Variations de $R_{p0,2}$, R_m et $Tk_{50\%}$ de la nuance B en fonction des paramètres du refroidissement accéléré. Les chiffres reportés sur les courbes correspondent aux valeurs caractéristiques des diverses propriétés.

IV.2.3.1.a) Limite d'élasticité $R_{p0,2}$

La mesure des températures caractéristiques conduit pour la nuance B aux résultats suivants:

| $V_{r\gamma}$ (°C/s) | T_{C1} (°C) | T_{C2} (°C) | T_{C3} (°C) |
|----------------------|---------------|---------------|---------------|
| 7 | 560 | 465 | 370 |
| 25 | 400 | 290 | - |

Tableau 5: Températures caractéristiques de fin de refroidissement relatives à la nuance B.

Après refroidissement naturel à l'air $R_{p0,2} = 390$ MPa. Lorsque $V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s}$, la limite d'élasticité maximale atteinte pour $\text{TFR} < T_{C1}$ est de 410 MPa, tandis qu'elle atteint 450 MPa entre T_{C1} et T_{C2} pour $V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s}$. Comme pour la nuance A, la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ diminue linéairement avec l'augmentation de la TFR aux températures supérieures à T_{C1} . Pour la nuance B, les paramètres α et β sont:

$$R_{p0,2} = \alpha - \beta \cdot \text{TFR} \quad \text{avec} \quad \begin{array}{ll} \alpha = 462 \text{ MPa} & \beta = 0,09 \text{ MPa}/^\circ\text{C} & \text{si } V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s} \\ \alpha = 344 \text{ MPa} & \beta = 0,16 \text{ MPa}/^\circ\text{C} & \text{si } V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s} \end{array}$$

La comparaison des coefficients β des nuances A et B indique que le gain apporté par le refroidissement accéléré est plus faible dans le cas de la nuance B. En effet, les figure 54 et 56 montrent que le gain maximal par rapport au refroidissement à l'air est de 30 MPa pour la nuance A pour $V_{r\gamma} = 7^\circ\text{C/s}$ contre 20 MPa pour la nuance B, et de 80 MPa (A) contre 60 MPa (B) lorsque $V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s}$. Autrement dit, l'addition de nickel améliore d'autant plus efficacement $R_{p0,2}$ que la vitesse de refroidissement est faible. En effet, la différence entre nuance avec nickel et nuance sans nickel est de 20 MPa après refroidissement à l'air, 10 MPa après refroidissement accéléré à 7°C/s , et devient nulle pour $V_{r\gamma} = 25^\circ\text{C/s}$ (figure 57). Ces écarts sont mesurés à des TFR identiques correspondant aux maximums de limite d'élasticité.

IV.2.3.1.b) Charge à la rupture R_m

L'évolution de R_m avec TFR met en évidence un effet du nickel contraire à celui observé pour la limite d'élasticité. Les gains apportés par le refroidissement

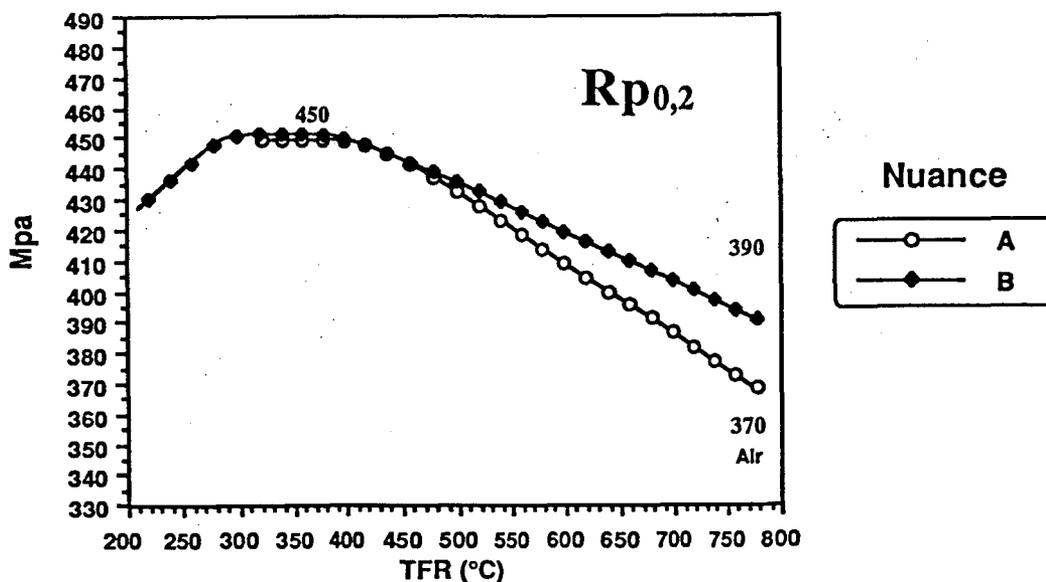


Figure 57: Comparaison de la limite d'élasticité des nuances A et B pour $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$.

accéléré sont plus importants dans le cas de la nuance B. Pour la nuance A le gain maximal par rapport au refroidissement à l'air est de 20 MPa lorsque $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$ contre 40 MPa pour la nuance B, et de 55 MPa (A) contre 65 MPa (B) pour $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$.

IV.2.3.1.c) Allongements et striction

L'allongement total A% de la nuance B est plus faible après refroidissement à l'air que celui de la nuance A (32% contre 36%). Cependant à 7°C/s , A% augmente légèrement dans B avec la réduction de la température de fin de refroidissement pour atteindre 35%. Puis, si TFR devient inférieure à T_{C2} , l'allongement à la rupture se dégrade quelque peu et atteint environ 28% aux plus basses TFR. Lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, l'allongement total A% est stable jusqu'à une TFR voisine de 400°C pour ensuite diminuer et rejoindre le niveau de 28% obtenu à 7°C/s .

L'allongement uniformément réparti $A_g\%$ présente une décroissance quasi-linéaire avec la réduction de la température de fin de refroidissement. $A_g\%$ passe ainsi d'environ 17% après refroidissement naturel à l'air à 15% et à 12% aux plus basses TFR, respectivement aux vitesses de refroidissement de 7 et 25°C/s .

Le coefficient de striction $Z\%$ présente à 25°C/s une totale indépendance vis à vis du refroidissement accéléré, tandis qu'il évolue de façon importante avec la TFR

pour $V_{ry} = 7^{\circ}\text{C/s}$. Après refroidissement à l'air, la striction est de 80%. La baisse de TFR conduit à une légère augmentation de $Z\%$ jusqu'à 85% pour une TFR d'environ 600°C . Ensuite, $Z\%$ décroît de manière marquée avec la réduction de la température de fin de refroidissement pour atteindre 62% aux plus basses TFR ($< 300^{\circ}\text{C}$).

IV.2.3.2) Propriétés de résilience

II.2.3.2.a) *Température de transition $T_{k50\%}$*

La figure 56 met en évidence que les caractéristiques de résilience obtenues après refroidissement à l'air sont conservées lorsque $V_{ry} = 25^{\circ}\text{C/s}$ et quelle que soit la TFR, tandis qu'une détérioration rapide de $T_{k50\%}$ avec l'abaissement de la TFR, en deçà de T_{C2} (égale à 465°C), apparaît pour $V_{ry} = 7^{\circ}\text{C/s}$. La température de transition augmente ainsi de 53°C entre le refroidissement à l'air et le RAD conduit à 7°C/s jusqu'à une TFR inférieure à 300°C .

II.2.3.2.b) *Energie du palier ductile*

Parallèlement à la l'augmentation de $T_{k50\%}$, l'énergie de rupture à -20°C chute brutalement pour $V_{ry} = 7^{\circ}\text{C/s}$ et lorsque TFR est inférieure à T_{C2} (figures 58 et 59).

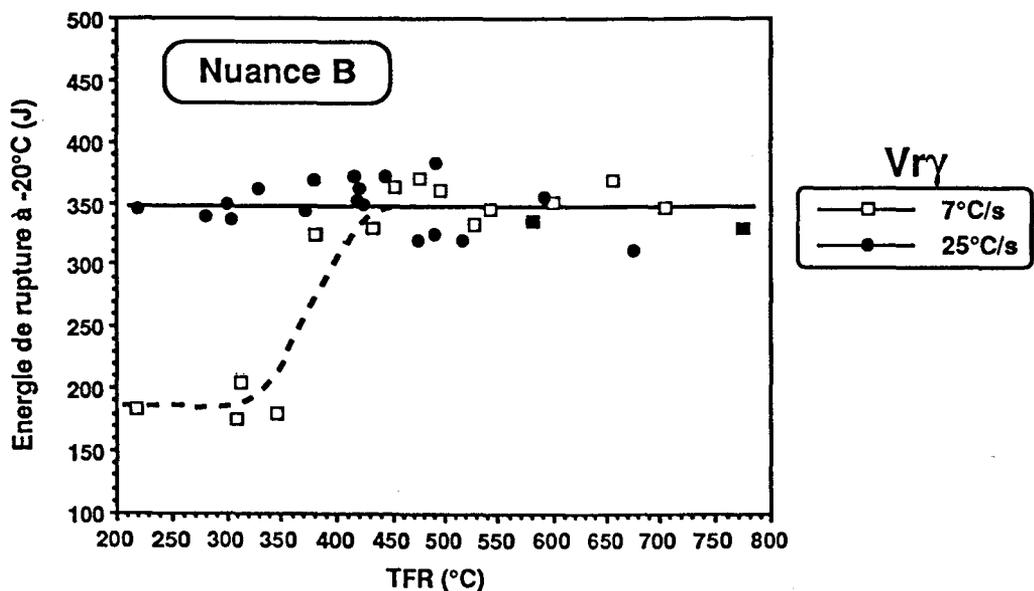


Figure 58: Variation de l'énergie de résilience à -20°C (niveau ductile) de la nuance B avec les conditions de refroidissement.

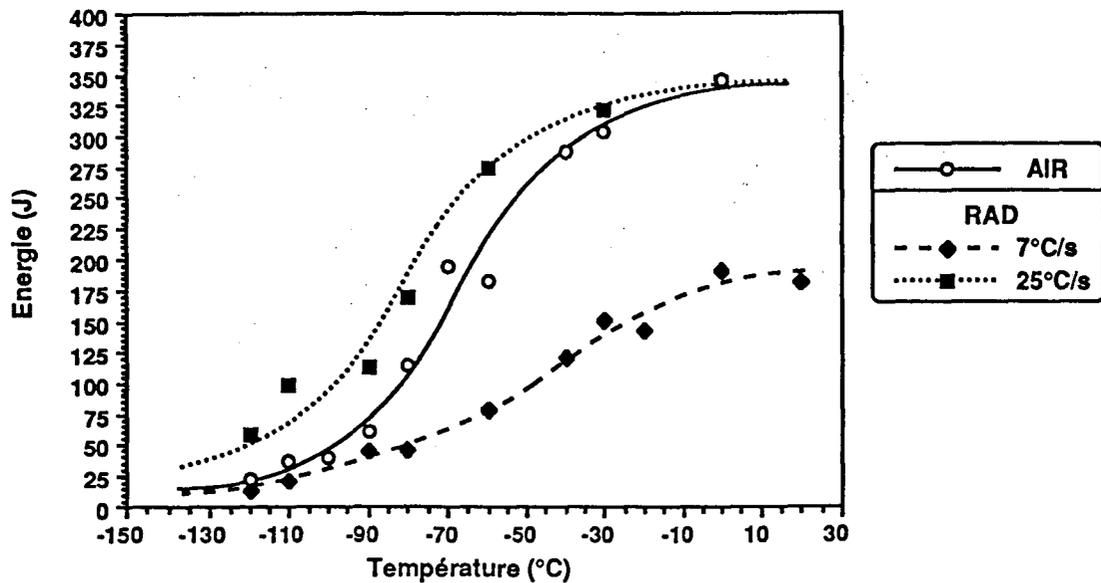


Figure 59: Courbes d'énergie de résilience de la nuance B après refroidissement accéléré. TFR = 300 °C.

Au contraire, lorsque la vitesse de refroidissement est de 25°C/s, le niveau du palier ductile, tout comme la température de transition, n'est pas affecté par le refroidissement accéléré. A titre d'exemple, la figure 57 présente les courbes de transition correspondant au refroidissement à l'air et au RAD pour des TFR voisines de 300°C aux vitesses de refroidissement de 7 et 25°C/s.

IV.2.4) Caractérisation mécanique de la nuance C

Des trois aciers étudiés, la nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) présente la gamme de propriétés la plus étendue (figure 60).

IV.2.4.1) Propriétés de traction

IV.2.4.1.a) Limite d'élasticité $R_{p0,2}$

La présence de niobium confère à cette nuance une limite d'élasticité très élevée. Après refroidissement naturel à l'air, on obtient un gain de 90 MPa par rapport à la coulée A et de 70 MPa par rapport à B. La nuance C présente après RAD les températures caractéristiques mentionnées au tableau 6.

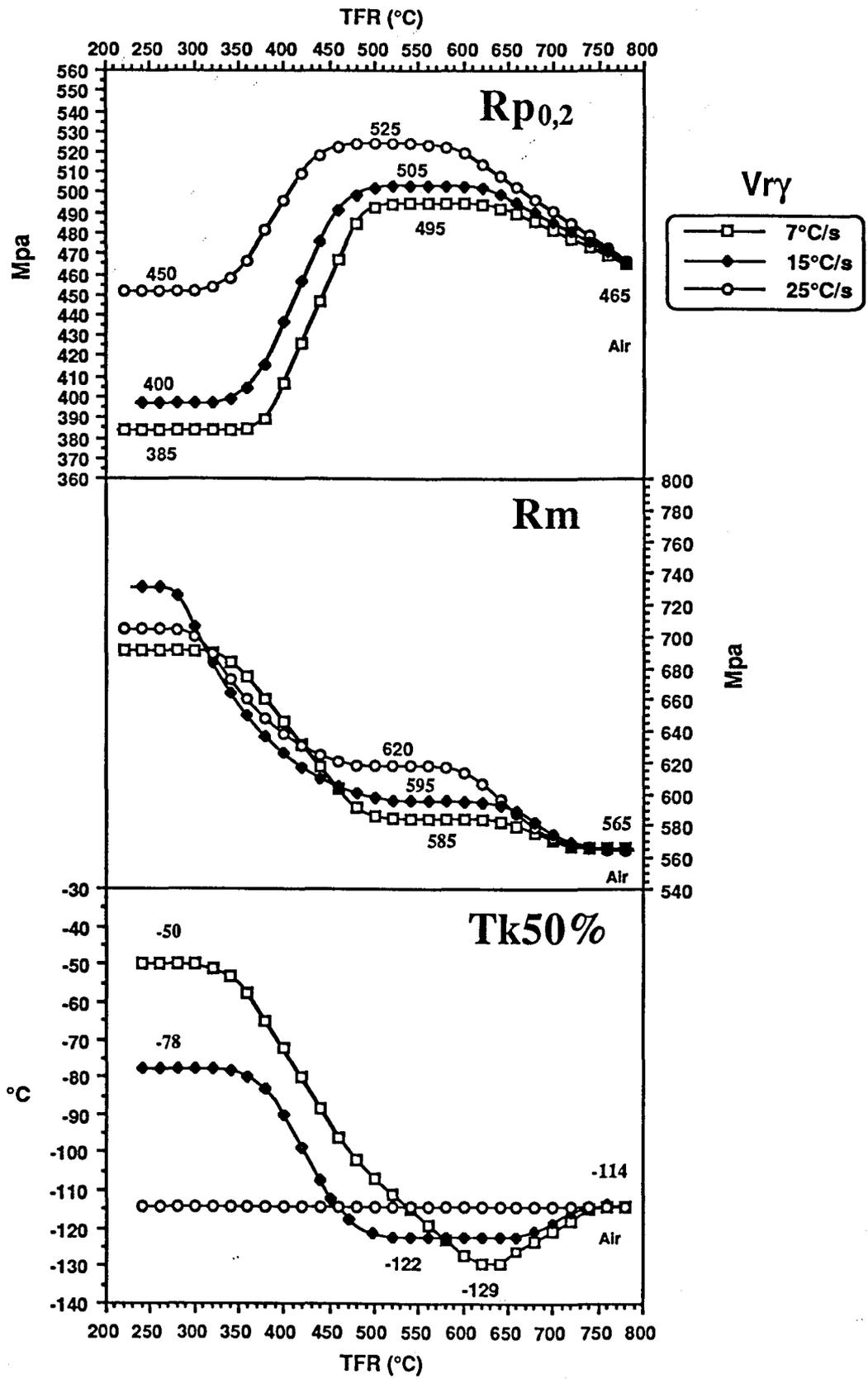


Figure 60: Variations de $R_{p0,2}$, R_m et $T_{k50\%}$ de la nuance C en fonction des paramètres du refroidissement accéléré. Les chiffres reportés sur les courbes correspondent aux valeurs caractéristiques des diverses propriétés.

| V_{γ} (°C/s) | T_{C1} (°C) | T_{C2} (°C) | T_{C3} (°C) |
|---------------------|---------------|---------------|---------------|
| 7 | 635 | 485 | 375 |
| 15 | 620 | 470 | 360 |
| 25 | 585 | 440 | 340 |

Tableau 6: Températures caractéristiques de fin de refroidissement relatives à la nuance C.

Les températures caractéristiques de la nuance C sont plus élevées que dans le cas des aciers A et B. L'augmentation de la limite d'élasticité est toujours proportionnelle à la réduction de la température de fin de refroidissement accéléré tant que la TFR reste supérieure à T_{C1} . Les coefficients α et β de la relation linéaire:

$$R_{p0,2} = \alpha - \beta \cdot TFR \quad \text{sont} \quad \begin{array}{lll} \alpha = 631 \text{ MPa} & \beta = 0,21 \text{ MPa/}^{\circ}\text{C} & \text{si } V_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s} \\ \alpha = 665 \text{ MPa} & \beta = 0,26 \text{ MPa/}^{\circ}\text{C} & \text{si } V_{\gamma} = 15^{\circ}\text{C/s} \\ \alpha = 710 \text{ MPa} & \beta = 0,32 \text{ MPa/}^{\circ}\text{C} & \text{si } V_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s} \end{array}$$

L'augmentation de $R_{p0,2}$ avec la baisse de la TFR est plus rapide pour C que pour A et B.

La valeur maximale de $R_{p0,2}$, obtenue lorsque la TFR est comprise entre T_{C1} et T_{C2} , augmente avec V_{γ} . Le gain maximal obtenu par rapport au refroidissement à l'air est ainsi de 30 MPa pour $V_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, 45 MPa pour $V_{\gamma} = 15^{\circ}\text{C/s}$ et 65 MPa lorsque $V_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$.

La conduite d'un refroidissement accéléré jusqu'à des températures de fin de refroidissement comprise entre T_{C2} et T_{C3} provoque une chute rapide et marquée de la limite d'élasticité. En deçà de T_{C3} $R_{p0,2}$ se stabilise. La perte de limite d'élasticité vis à vis du refroidissement à l'air atteint 80 MPa pour $V_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, 60 MPa pour $V_{\gamma} = 15^{\circ}\text{C/s}$, et lorsque la vitesse de refroidissement est suffisamment élevée ($V_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$), la différence devient négligeable puisqu'elle n'est que de 5 MPa.

Dans le domaine des températures inférieure à T_{C3} , la chute importante de $R_{p0,2}$ conduit à des niveaux de limite d'élasticité comparables à ceux des nuances A et B pour les mêmes TFR, quelle que soit V_{γ} . La figure 61 illustre ce dernier aspect pour la vitesse de refroidissement de 25°C/s , et montre clairement la perte d'intérêt d'une addition de niobium, dans le domaine des basses TFR.

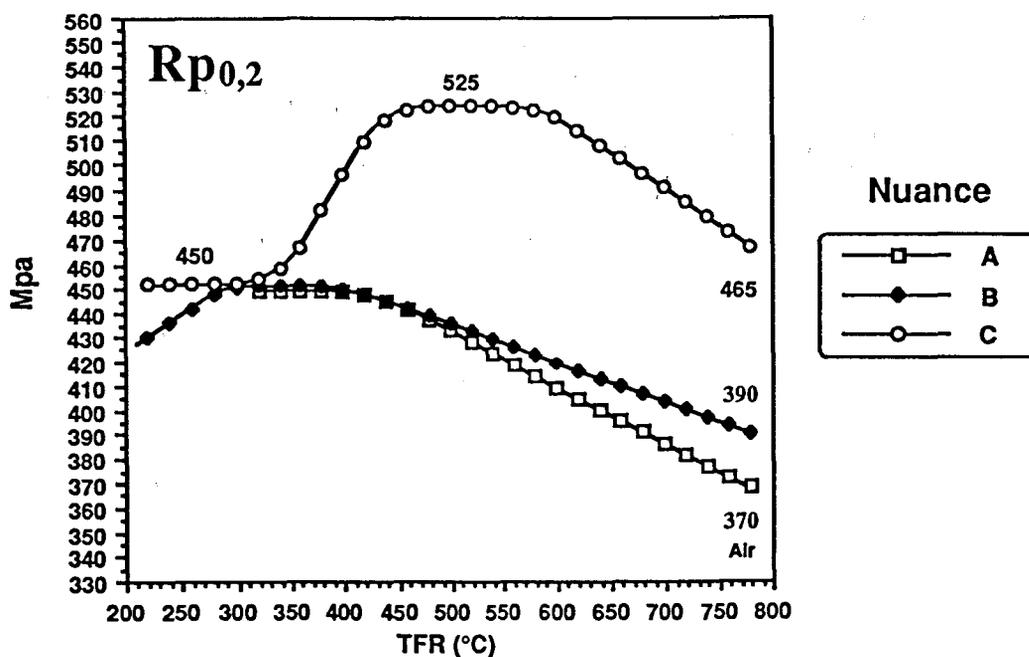


Figure 61: Comparaison de la limite d'élasticité des nuances A, B et C pour $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$.

Par ailleurs, contrairement aux cas des nuances A et B, les enregistrements de traction de l'acier au niobium présentent deux allures différentes. Aux TFR supérieures à T_{C2} les courbes font apparaître un crochet de traction et un palier de Piobert-Lüders, tandis que parallèlement à la chute brutale de $R_{p0,2}$ lorsque la TFR est inférieure à T_{C2} , la longueur du palier de traction diminue jusqu'à absence totale du crochet de traction sur les courbes $\sigma = f(\epsilon)$ aux valeurs de TFR inférieures à T_{C3} . La figure 62 présente les deux types de courbes de traction obtenus.

IV.2.4.1.b) Charge à la rupture R_m

La charge à la rupture de la nuance C présente une évolution comparable à celle des nuances A et B pour des TFR supérieures à T_{C2} . L'augmentation de R_m avec la diminution de TFR se stabilise dès que TFR atteint T_{C1} . Entre T_{C1} et T_{C2} , R_m reste constante et la hauteur du palier est fonction de la vitesse de refroidissement. Le gain obtenu par rapport au refroidissement à l'air lorsque TFR est comprise entre T_{C1} et T_{C2} est de 20 MPa pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, 30 MPa pour $V_{ry} = 15^\circ\text{C/s}$ et de 60 MPa lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$. Si la TFR est inférieure à T_{C2} , R_m croît très rapidement avec l'abaissement de la TFR et semble peu influencée par la vitesse de refroidissement.

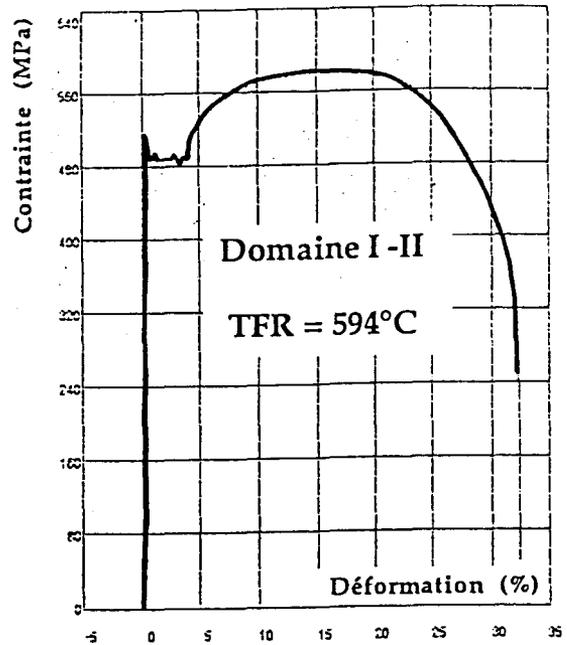
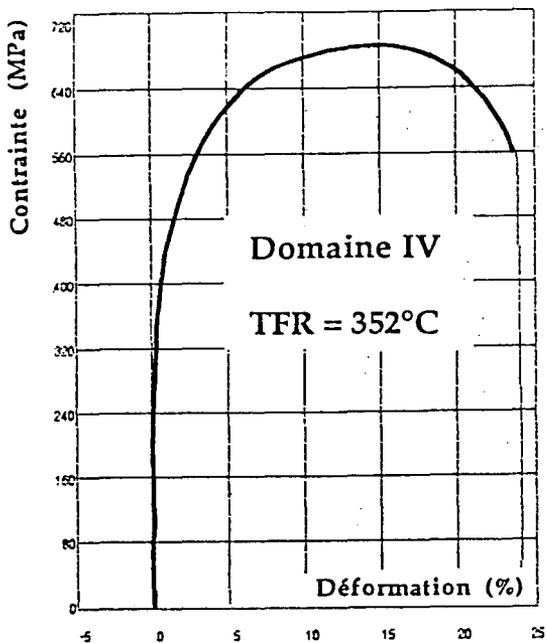


Figure 62: Courbes de traction types montrant la disparition du palier de traction lorsque $TFR < T_{C3}$. Nuance C, $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, $T_{C3} = 375^\circ\text{C}$.

Quand TFR devient égale à T_{C3} , la charge de rupture se stabilise entre 740-780 MPa selon V_{ry} .

IV.2.4.1.c) Allongements et striction

L'allongement à la rupture $A\%$, égal à 30% après refroidissement à l'air, décroît légèrement de façon linéaire avec la réduction de la TFR lorsque $V_{ry} = 15^\circ\text{C/s}$ ou 25°C/s jusqu'à 26% aux plus basses TFR. Au contraire, pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, $A\%$ reste constant et égal à l'allongement obtenu après refroidissement à l'air jusqu'à une TFR proche de 450°C , puis diminue pour atteindre environ 24% pour une TFR de 200°C . L'allongement uniformément réparti $A_g\%$ décroît régulièrement lorsque la TFR diminue, de 15% après refroidissement à l'air à 14%, 13% et 11% après RAD aux vitesses respectives de 7, 15 et 25°C/s . L'évolution du coefficient de striction $Z\%$ avec le traitement de refroidissement est plus singulière. En effet, tandis qu'à 25°C/s $Z\%$ reste constant et égal à 73% quelle que soit la TFR, pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, la striction décroît à partir d'une TFR d'environ 500°C jusqu'à 55% pour une température de fin de refroidissement de l'ordre de 200°C . Lorsque $V_{ry} = 15^\circ\text{C/s}$, $Z\%$ commence par diminuer avec l'abaissement de la TFR puis remonte à environ 78% si $TFR = 400^\circ\text{C}$ avant de diminuer de nouveau jusqu'à 60% aux plus basses TFR.

IV.2.4.2) Propriétés de résilience

IV.2.4.2.a) *Température de transition $T_{k50\%}$*

Pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, l'abaissement de la TFR jusqu'à une température voisine de T_{C1} conduit à une légère amélioration de la température de transition de 15°C par rapport au refroidissement à l'air (Cf figure 60). Aux valeurs de TFR inférieures à T_{C1} $T_{k50\%}$ se détériore puis augmente de façon importante à partir de T_{C2} pour atteindre -50°C aux plus basses TFR.

Avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 15°C/s , l'élévation de la température de transition ne se produit que si TFR devient inférieure à une température proche de T_{C2} . Cependant, l'augmentation de $T_{k50\%}$ aux plus basses TFR est moins importantes qu'à 7°C/s puisque la différence de $T_{k50\%}$ entre l'air et le RAD n'est que de 36°C à 15°C/s contre 64°C à 7°C/s . Le gain de 8°C entre le refroidissement à l'air et un refroidissement accéléré mené à $V_{ry} = 15^\circ\text{C/s}$ et dont la TFR est comprise entre T_{C1} et T_{C2} est essentiellement imputable à l'élargissement de la bande de dispersion.

Comme pour les nuances A et B, le refroidissement accéléré effectué à une vitesse V_{ry} de 25°C/s n'a aucun effet sur la température de transition.

IV.2.4.2.b) *Energie du palier ductile*

Le comportement du niveau du palier ductile de l'acier C en fonction des paramètres du refroidissement (figure 63) est comparable à celui de la nuance B. En effet, lorsque la TFR devient inférieure à T_{C2} , l'énergie du palier ductile chute pour atteindre un niveau d'autant plus bas que la vitesse de refroidissement est faible aux plus basses TFR ($< T_{C3}$).

Cette chute du niveau ductile aux basses TFR se caractérise par un "aplatissement" des courbes de résilience comme l'illustre la figure 64. Cependant, contrairement à la nuance B, l'énergie de rupture ductile est plus faible dans le cas du RAD mené à une vitesse de 25°C/s par rapport à celle obtenue après refroidissement naturel à l'air.

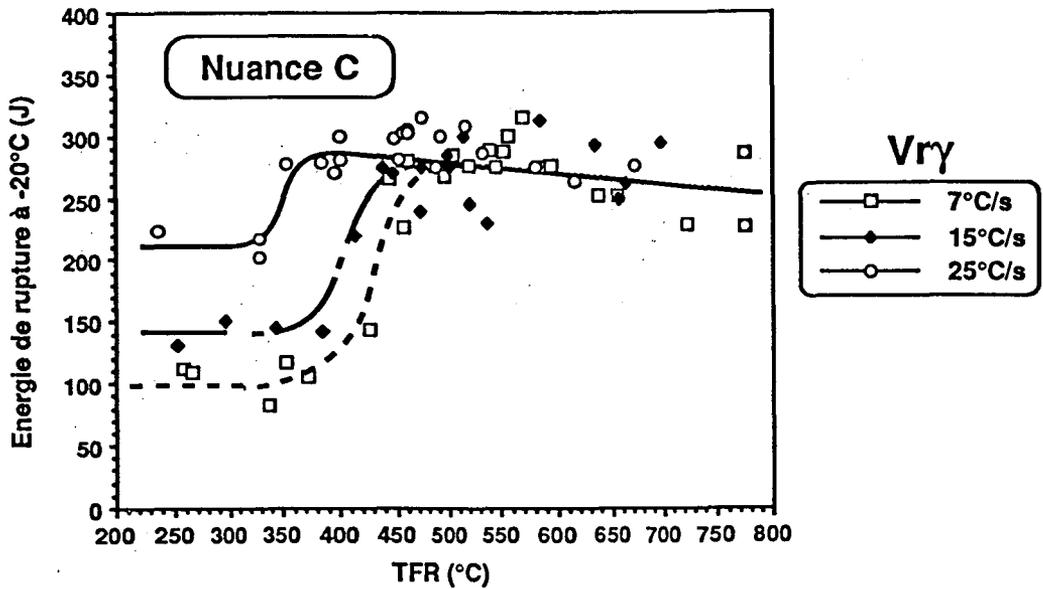


Figure 63: Variation de l'énergie de résilience à -20°C (niveau ductile) de la nuance C avec les conditions de refroidissement.

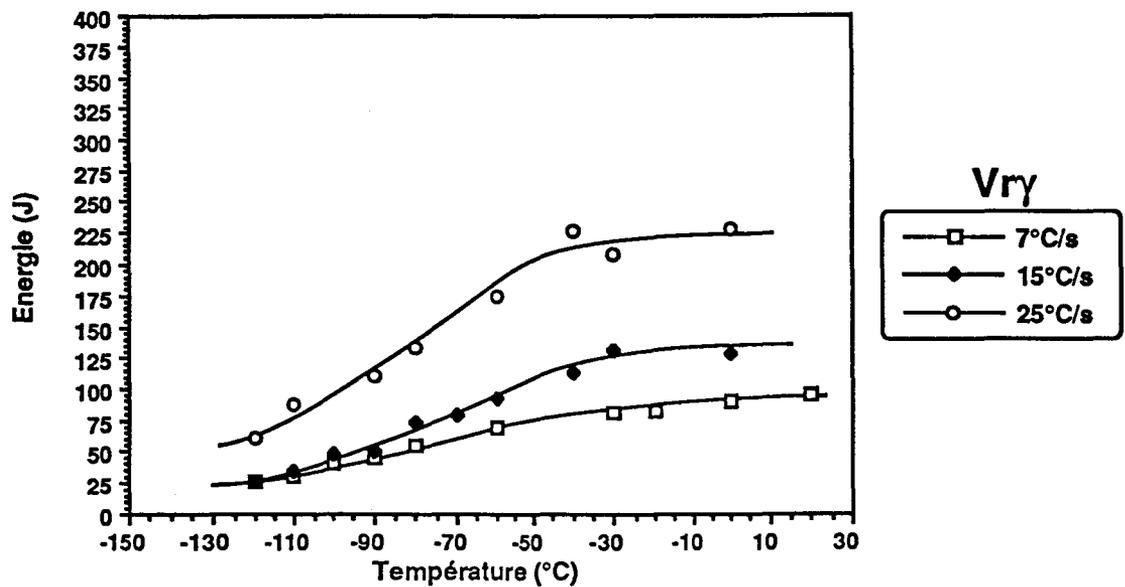


Figure 64: Courbes d'énergie de résilience de la nuance C après refroidissement accéléré. $TFR < T_{C3}$.

IV.3) FACIES DE RUPTURE

Les faciès de rupture en traction et en résilience de l'acier C, correspondant aux refroidissements menés aux basses TFR ($< T_{C3}$), ont été observés en microscopie électronique à balayage. Pour les faciès de résilience, l'examen a porté sur les éprouvettes relatives au domaine ductile.

Il apparaît aux figures 65 (page 112) et 66 (page 113) que la rupture des éprouvettes refroidies à 25°C/s présente une déformation plastique importante caractérisée par de larges et profondes cupules, au fond desquelles on observe souvent des inclusions constituées essentiellement d'aluminium, de calcium et d'oxygène dont les teneurs en chacun de ces éléments leurs confèrent une composition proche d'un mélange d'alumine (Al₂O₃) et de chaux CaO (figure 67). Ces grosses cupules sont reliées par de nombreuses cupules de plus petites dimensions. Aux vitesses de 7°C/s et 15°C/s, les faciès sont également ductiles, mais se singularisent par l'absence de larges et profondes cupules occupées par des inclusions. De plus, lorsque V_{ry} = 7°C/s, il existe au centre des éprouvettes de résilience quelques zones dont la rupture présente un caractère plus fragile du type clivage transgranulaire (figure 68 page 114).

On constate que les éprouvettes présentant un faciès à grosses cupules correspondent à des strictions (figure 65) et des niveaux d'énergie de rupture ductile plus importants (figure 63).

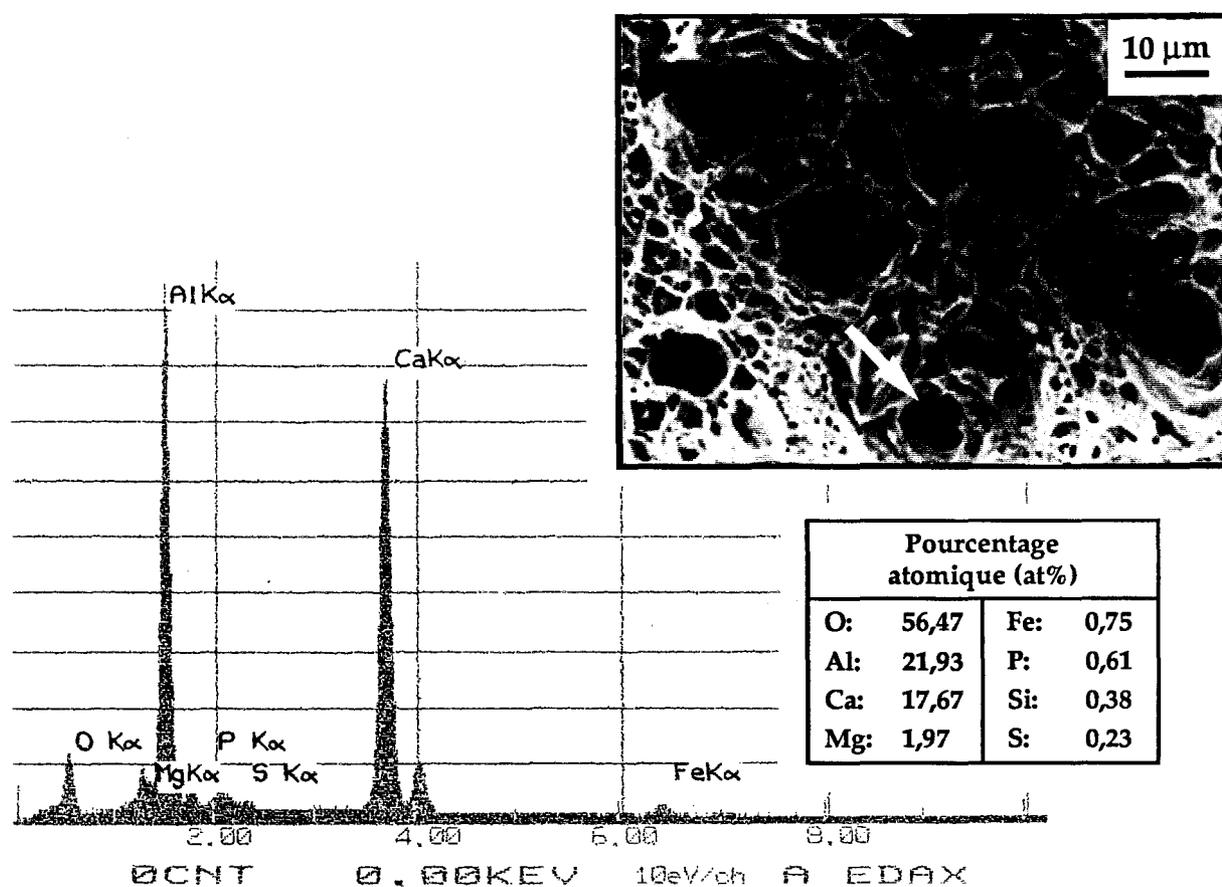


Figure 67: Spectre d'analyse par dispersion d'énergie des rayons X, d'une inclusion d'aluminate de calcium, localisée au fond d'une large cupule du faciès de rupture d'une éprouvette de traction issue d'un larget de la nuance C refroidi à 25°C/s jusqu'à une TFR inférieure à TC₃.

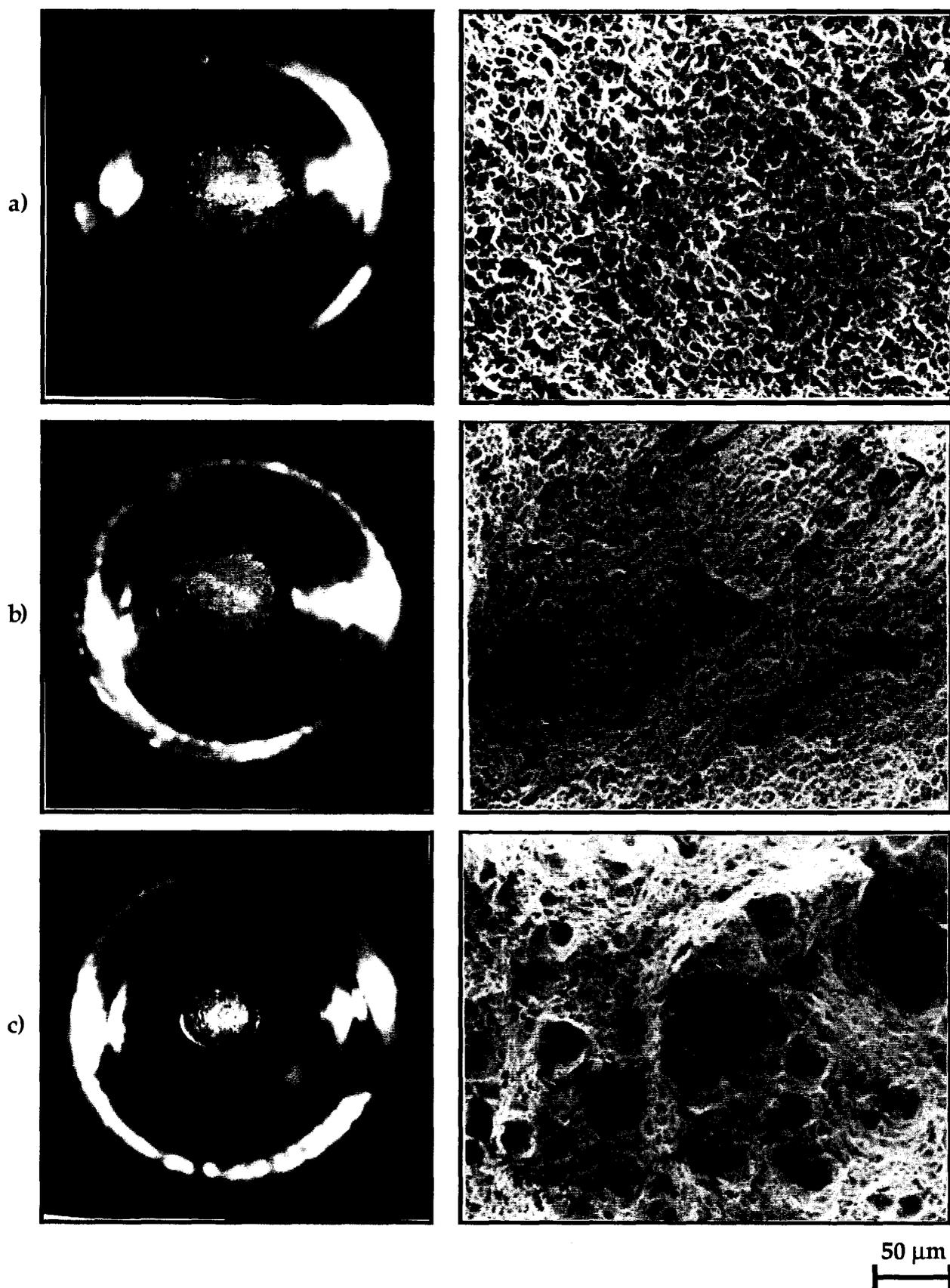


Figure 65: Macrographie optique et micrographie électronique à balayage des faciès de rupture des éprouvettes de traction de la nuance C après RAD aux vitesses de a) 7°C/s, b) 15°C/s, c) 25°C/s à des TFR inférieures à T_{C3} .

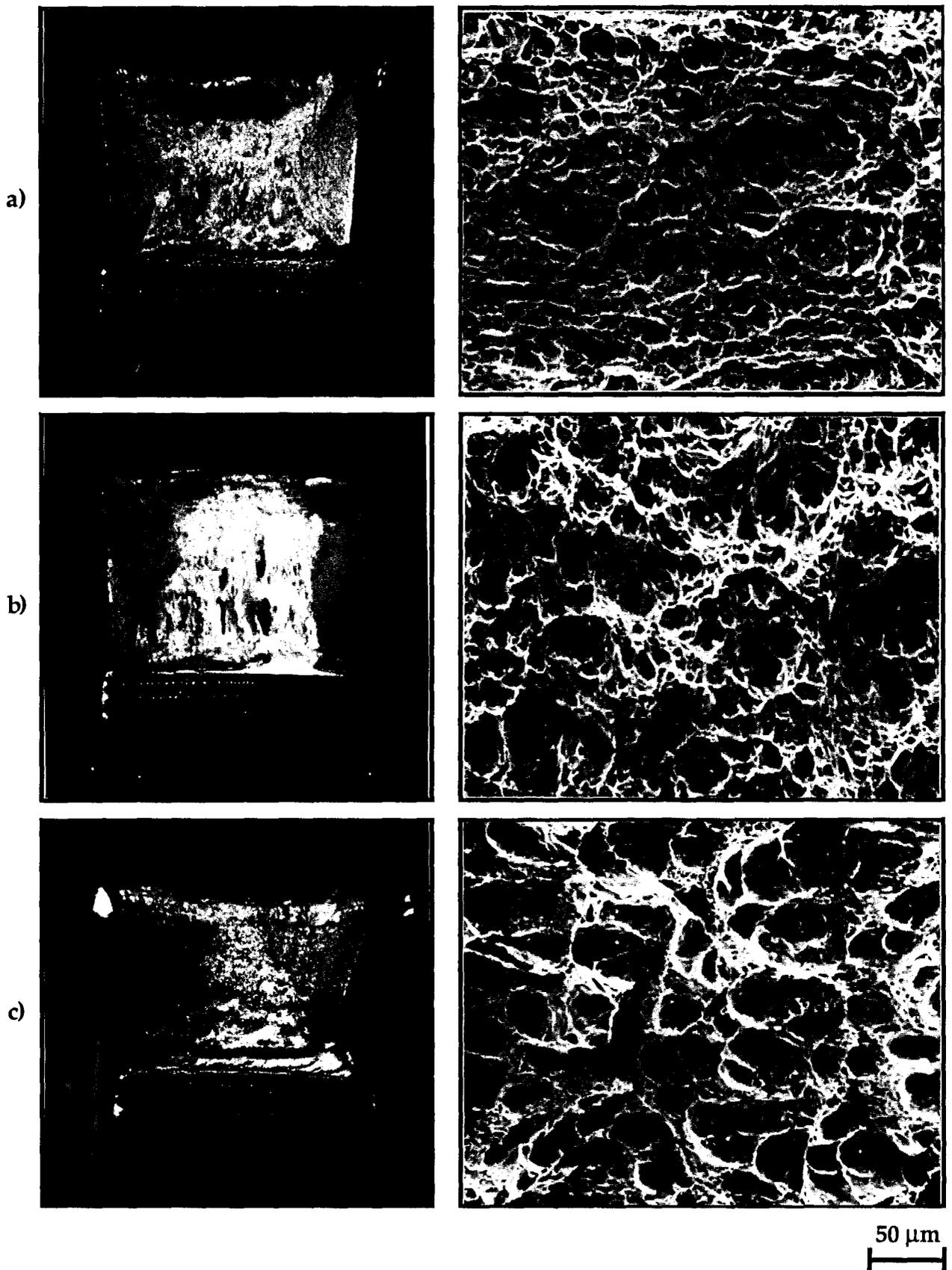


Figure 66: Macrographie optique et micrographie électronique à balayage des faciès de rupture des éprouvettes de résilience ductile de la nuance C après RAD aux vitesses de a) 7°C/s , b) 15°C/s , c) 25°C/s à des TFR inférieures à T_{C3} .

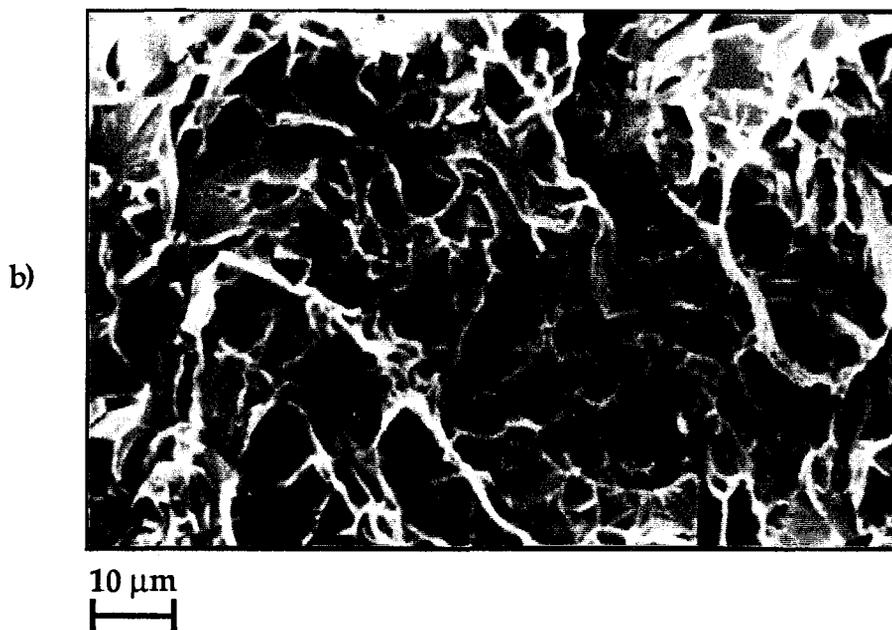
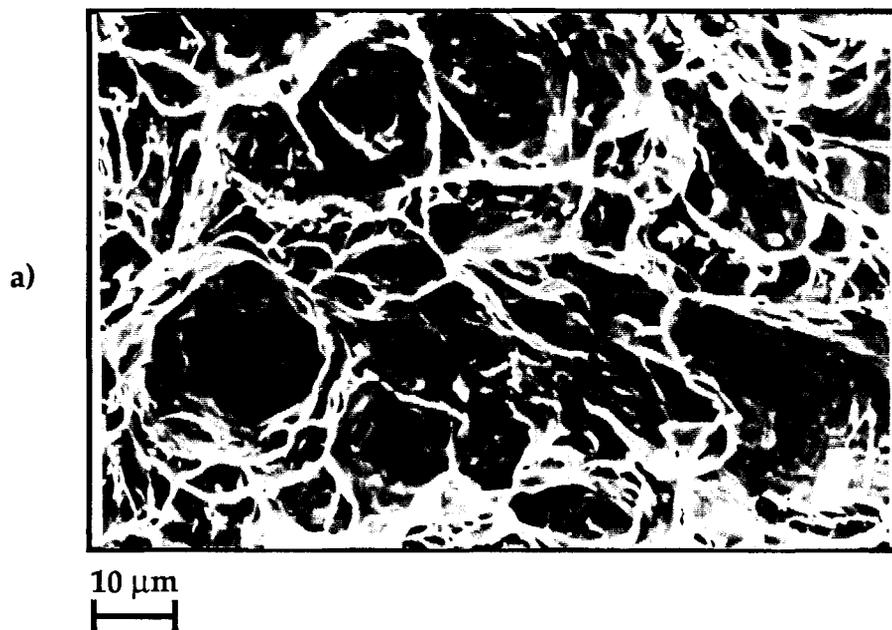


Figure 68: Micrographie électronique à balayage du faciès de rupture des éprouvettes de résilience ductile de la nuance C après RAD à 7°C/s et aux TFR inférieures à TC3.

- a) Aspect générale du faciès: rupture ductile par cupules.*
- b) Domaine de rupture fragile par clivage transgranulaire.*

IV.4) RESUME - CONCLUSION

L'évolution des propriétés mécaniques met en évidence différentes températures caractéristiques de fin de refroidissement T_{C1} , T_{C2} et T_{C3} , telles que $T_{C3} < T_{C2} < T_{C1}$. Chacune de ces températures, définie à partir des variations de la limite d'élasticité, diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement accéléré et la réduction de la trempabilité. Les températures caractéristiques délimitent des domaines d'évolutions monotones I, II, III et IV ainsi définis:

$TDR > \text{domaine I} > T_{C1}$,

$T_{C1} > \text{domaine II} > T_{C2}$,

$T_{C2} > \text{domaine III} > T_{C3}$,

$T_{C3} > \text{domaine IV}$.

Selon la nuance étudiée et la vitesse de refroidissement, ces différents domaines ne sont pas nécessairement tous observés. Les coulées A, B et C se distinguent ainsi de la façon suivante:

Nuance A: domaines I et II quelle que soit V_{ry} ,

Nuance B: domaines I à IV pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$,
domaines I à III pour $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$,

Nuance C: domaines I à IV quelle que soit V_{ry} .

De façon plus générale, hormis la charge de rupture R_m qui croît de façon continue avec l'abaissement de la température de fin de refroidissement accéléré, ou bien qui reste stable, quelle que soit la vitesse de refroidissement et la composition chimique, l'ensemble des propriétés mécaniques peut se scinder en deux domaines distincts: le domaine des températures élevées de fin de refroidissement accéléré, supérieures à $450 - 500^\circ\text{C}$ (domaines I et II), et celui des plus basses températures de fin de refroidissement (domaines III et IV).

Pour les refroidissement conduits à des TFR élevées, quelle que soit la vitesse de refroidissement et la nuance, la limite d'élasticité augmente ou se stabilise avec l'abaissement de la TFR, et ceci sans détérioration de la température de transition ductile-fragile. Les caractéristiques de résilience peuvent même être légèrement améliorées. Dans ce domaine de températures de fin de refroidissement, la nuance A sans nickel présente une meilleure température de transition ductile-fragile $T_{k50\%}$ que la nuance B avec nickel, alors que la présence de nickel et de niobium améliore cette propriété.

A l'opposé, lorsque la TFR est inférieure à 450 - 500°C, les évolutions des propriétés mécaniques avec l'abaissement de la TFR sont fonctions du type de propriété, de la vitesse de refroidissement et de la composition chimique. En particulier, la température de transition de résilience $T_{k50\%}$ dépend fortement de la vitesse de refroidissement et de la nuance. Plus la vitesse V_{ry} est faible et/ou plus l'acier est allié (addition de nickel et addition de nickel + niobium), plus la dégradation de $T_{k50\%}$ est importante. Lorsque la vitesse de refroidissement accéléré est de 25°C/s, la température de transition est identique à celle obtenue après refroidissement à l'air, et ceci quelles que soient la température de fin de refroidissement TFR et la nuance. L'énergie de rupture à -20°C des nuances B et C décroît quant à elle lorsque la TFR devient inférieure à T_{C2} (domaine III) pour se stabiliser dans le domaine IV, tandis qu'elle augmente continûment avec l'abaissement de la TFR dans le cas de l'acier A. De même, la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, qui n'est pas ou peu affectée par la diminution de la température de fin de refroidissement dans le domaines des basses TFR dans le cas des nuances A et B, présente au contraire pour l'acier C une décroissance rapide qui s'accompagne d'une disparition du crochet de traction et du palier de Piobert - Lüders. Les amplitudes de chutes de limite d'élasticité de la nuance C ainsi que de l'énergie de rupture ductile des aciers B et C sont fonctions de la vitesse de refroidissement. En effet, plus V_{ry} est faible, plus les réductions de $R_{p0,2}$ et de l'énergie de rupture à -20°C sont conséquentes.

D'autre part, la nuance C au nickel - niobium présente quelles que soient les conditions de refroidissement des niveaux de contraintes d'écoulement ($R_{p0,2}$ et R_m) supérieurs ou égaux à ceux des nuances A et B. Par contre, il est intéressant de noter que l'adjonction de nickel semble pouvoir être supprimée si l'on effectue des refroidissements accélérés dans le domaine des basses TFR. En effet, dans ce cas, la limite d'élasticité et la charge de rupture des nuances A et B sont identiques, tandis que les propriétés de résilience (température de transition et énergie de rupture à -20°C) sont supérieures dans le cas de l'acier A, et ceci sans différence notable des propriétés de ductilité (allongements et striction).

CHAPITRE V
ANALYSE MICROSTRUCTURALE

CHAPITRE V

ANALYSE MICROSTRUCTURALE

V.1) CARACTERISATION DE LA STRUCTURE AUSTENITIQUE AU COURS DU LAMINAGE

V.1.1) Relation entre la structure austénitique et la taille des grains après transformation

Le laminage à température contrôlée permet d'obtenir des structures après transformation qui répondent aux propriétés mécaniques souhaitées, sans traitements thermiques ultérieurs. La base métallurgique du laminage contrôlé repose sur le phénomène de corroyage-recristallisation qui s'accompagne d'un affinement de la structure austénitique.

La première phase de laminage, effectuée à haute température (entre 1100 et 1010°C dans le cadre de cette étude) permet ainsi de réduire la taille du grain austénitique rendu grossier par le réchauffage des produits avant laminage. A l'opposé, la recristallisation de l'austénite au cours de la seconde phase de laminage, menée à plus basse température (entre 855 et 800°C), devient difficile, voire impossible en présence de niobium. Le corroyage de l'austénite au cours de la seconde phase de laminage accroît à la fois la surface de joints de grains austénitiques S_v , et le taux de germination de la ferrite par unité de surface. Ceci a pour conséquence un nombre de grains ferritiques par unité de volume supérieur à celui obtenu sans corroyage de l'austénite, et donc une taille moyenne des grains réduite.

La connaissance de l'état de la structure austénitique au cours du laminage est donc un atout essentiel pour expliquer les éventuelles variations de structures et de propriétés mécaniques après laminage. De nombreuses études ont été menées sur les relations entre la structure ferritique après transformation et la structure austénitique de laminage. En particulier, l'IRSID [1] a déterminé, sur la base des travaux d'UNEMOTO [2], une loi, qui s'applique au refroidissement continu jusqu'à la température ambiante. Cette relation donne la taille moyenne du grain

ferritique $d\alpha$ en fonction de la taille des grains $d\gamma$ de la structure austénitique, de la déformation résiduelle ϵ_r en fin de laminage, de la vitesse de refroidissement dans le domaine ferritique $V_{r\alpha}$ et de la composition chimique. Elle s'écrit

$$d\alpha = a \cdot V_{r\alpha}^{-b} \cdot d\gamma^c \quad (V-1)$$

avec $a = 6,77 - 10 \cdot (\%C) - (\%Mn)$

$$b = 0,175$$

$$c = 0,4 - 0,25 \cdot \epsilon_r^{0,5}$$

Dans le cadre de cette étude, la relation (V-1) n'est applicable qu'aux refroidissements naturels à l'air, compte tenu du caractère continu du refroidissement envisagé par le modèle. L'application de la relation (V-1) pour une teneur en carbone de 0,1% et de 1,5% en manganèse avec une vitesse de refroidissement ferritique de 1°C/s (vitesse mesurée pour une tôle de 12 mm d'épaisseur) conduit aux résultats de la figure 69.

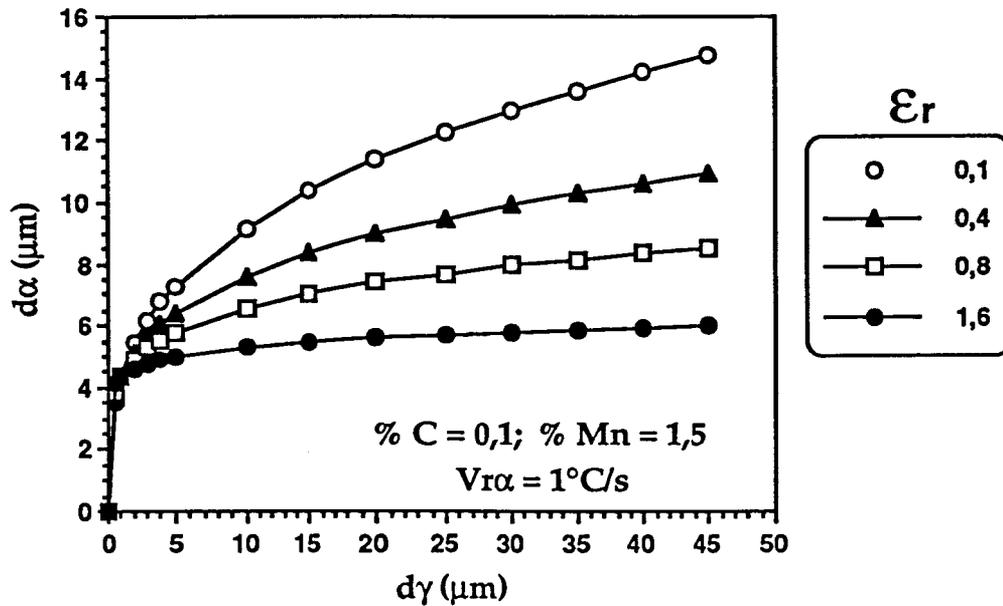


Figure 69: Influences de la taille du grain austénitique et de la déformation résiduelle en fin de laminage sur la taille du grain ferritique après transformation.

La figure 69 met en évidence les importances relatives de $d\gamma$ et de ϵ_r . L'influence de la taille des grains austénitiques diminue lorsque la déformation résiduelle augmente. En particulier, de très important pour $\epsilon_r = 0,1$, l'effet de

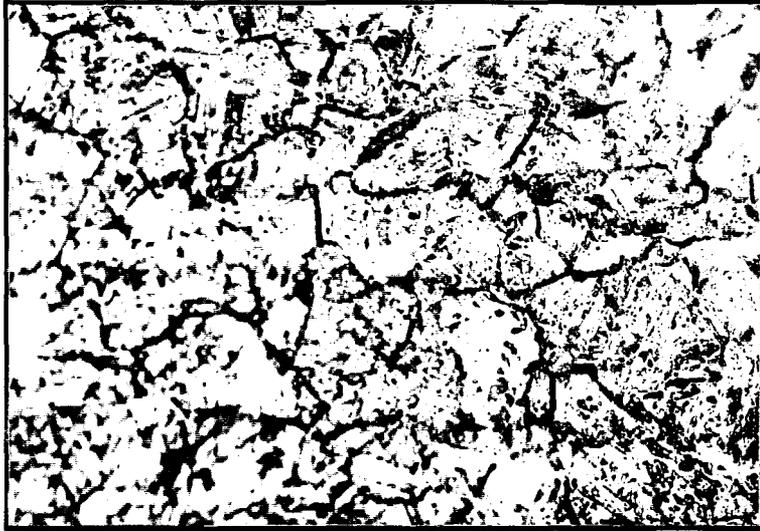
devient négligeable pour $\epsilon_r = 1,6$ (déformation correspondant à un corroyage de 4e en seconde phase de laminage).

V.1.2) Caractérisation de la structure austénitique

L'observation de la structure austénitique à un instant donné du laminage nécessite de tremper le produit de façon à figer la structure du métal. Les anciens joints de grains austénitiques sont ensuite révélés par attaque BECHET-BEAUJARD. Cette technique n'a été satisfaisante que dans les états trempés à la température de reprise de la seconde phase $T_2\Phi$ compte tenu de la taille des grains suffisamment importante et de l'état de recristallisation quasi-totale. La figure 70 présente les micrographies caractéristiques des nuances A et C à la température $T_2\Phi$. De manière plus générale, l'attaque BECHET-BEAUJARD s'est révélée d'un emploi délicat du fait de l'épaisseur trop importante du produit à tremper et/ou de l'état de déformation de la structure qui rend difficile l'observation des joints de grains (grains très allongés, densités de dislocations élevées), ou bien encore de la taille des grains austénitiques au moment de la trempe et de la composition chimique qui conditionnent la trempabilité de la structure. L'utilisation du modèle structural informatique FAST (Force And STructure), conçu à l'IRSID [3], permet de palier à ces difficultés. Ce modèle se décompose en deux parties: une première partie dérivée de résultats d'essais de double déformation par torsion, relie la cinétique d'adoucissement et de recristallisation aux différents paramètres thermomécaniques (composition chimique; taux, vitesse et température de déformation,...). Une seconde partie y associe l'évolution de la taille des grains austénitiques au cours du laminage. L'utilisation du modèle présente l'avantage d'évaluer, pour un schéma de laminage donné, certaines grandeurs de la structure, difficilement mesurables expérimentalement, tels que la fraction recristallisée et la déformation résiduelle après chaque passe de laminage.

Ce modèle a ainsi été utilisé pour déterminer l'évolution de la structure austénitique au cours du laminage, pour les trois nuances A (C, Mn, Si, Ti), B (C, Mn, Si, Ti, Ni) et C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), suivant le schéma de laminage 4e de la présente étude, en dépit de notre méconnaissance de la taille de grains austénitiques d_0 en sortie de four. La figure 71 montre en effet que ce paramètre, bien qu'indispensable à l'emploi du modèle, n'influe pas ou peu sur la taille de grains après quelques passes de laminage, pour des valeurs usuelles de d_0 de 50 μm , 150 μm et de 250 μm . Ce résultat a déjà été par ailleurs observé expérimentalement [4, 5].

a)



50 μm

b)



50 μm

Figure 70: Microscopie optique après attaque Béchet-Beaujard. Taille de grains austénitiques à la température $T_2 \Phi$ de reprise de la seconde phase de laminage. a) Nuance A, b) Nuance C.

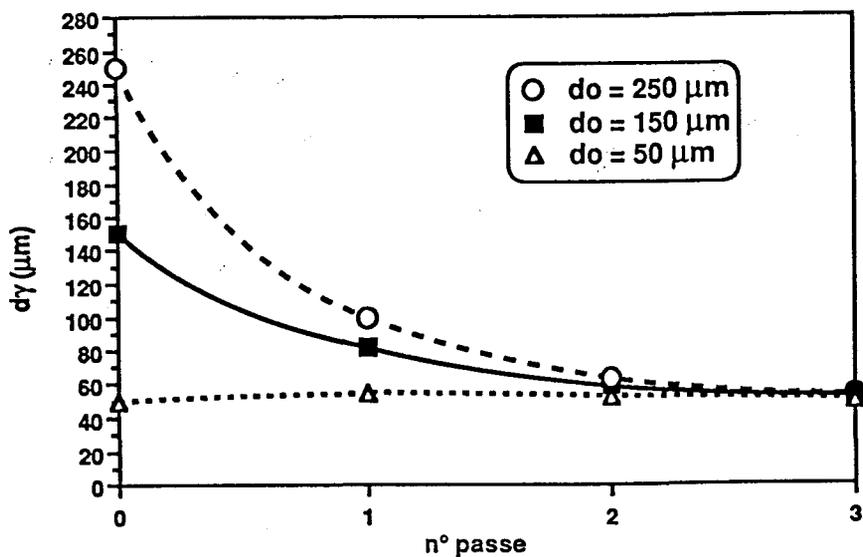


Figure 71: Vérification à l'aide du modèle FAST de l'indépendance de la taille moyenne des grains austénitiques après quelques passes de laminage en fonction de la taille de grain austénitique d_0 en sortie de four. Nuance A.

Les principaux résultats obtenus à l'aide du modèle FAST, à savoir: la taille moyenne du grain austénitique $d\gamma_{2\Phi}$ et la fraction recristallisée $X\%_{2\Phi}$ à la température de reprise de la seconde phase $T_{2\Phi}$, ainsi que la taille moyenne du grain austénitique $d\gamma_{\text{TFL}}$ et la déformation résiduelle ϵ_r en fin de laminage, font l'objet du tableau 7.

| Nuance | MESURES | FAST | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------|--|--------------|
| | $d\gamma_{2\Phi}$ (μm) | $d\gamma_{2\Phi}$ (μm) | $X\%_{2\Phi}$ (%) | $d\gamma_{\text{TFL}}$ (μm) | ϵ_r |
| A (C, Mn, Si, Ti,) | 50 | 52 | 88 | 12 | 0,1 |
| B (C, Mn, Si, Ti, Ni) | - | 52 | 87 | 12 | 0,1 |
| C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) | 38 | 41 | 67 | 41 | 1,6 |

Tableau 7: Caractérisation de la structure austénitique à la température de reprise de la seconde phase et en fin de laminage par le modèle FAST. Comparaison de $d\gamma_{2\Phi}$ mesurée et calculée.

Le modèle indique que les caractéristiques microstructurales des nuances A et B sont identiques au cours du laminage. En particulier, la structure austénitique de ces deux nuances présente une déformation résiduelle quasi-nulle en fin de laminage. A l'opposé, la présence de niobium conduit dans le cas de la nuance C à une déformation résiduelle égale à la déformation cumulée au cours de la seconde phase de laminage. Par ailleurs, les mesures de tailles de grains relatives à la température $T_2\Phi$, effectuées manuellement par la méthode des intercepts linéaires, sont en très bon accord avec le modèle FAST.

V.1.3) Nature de la précipitation intragranulaire en fin de laminage

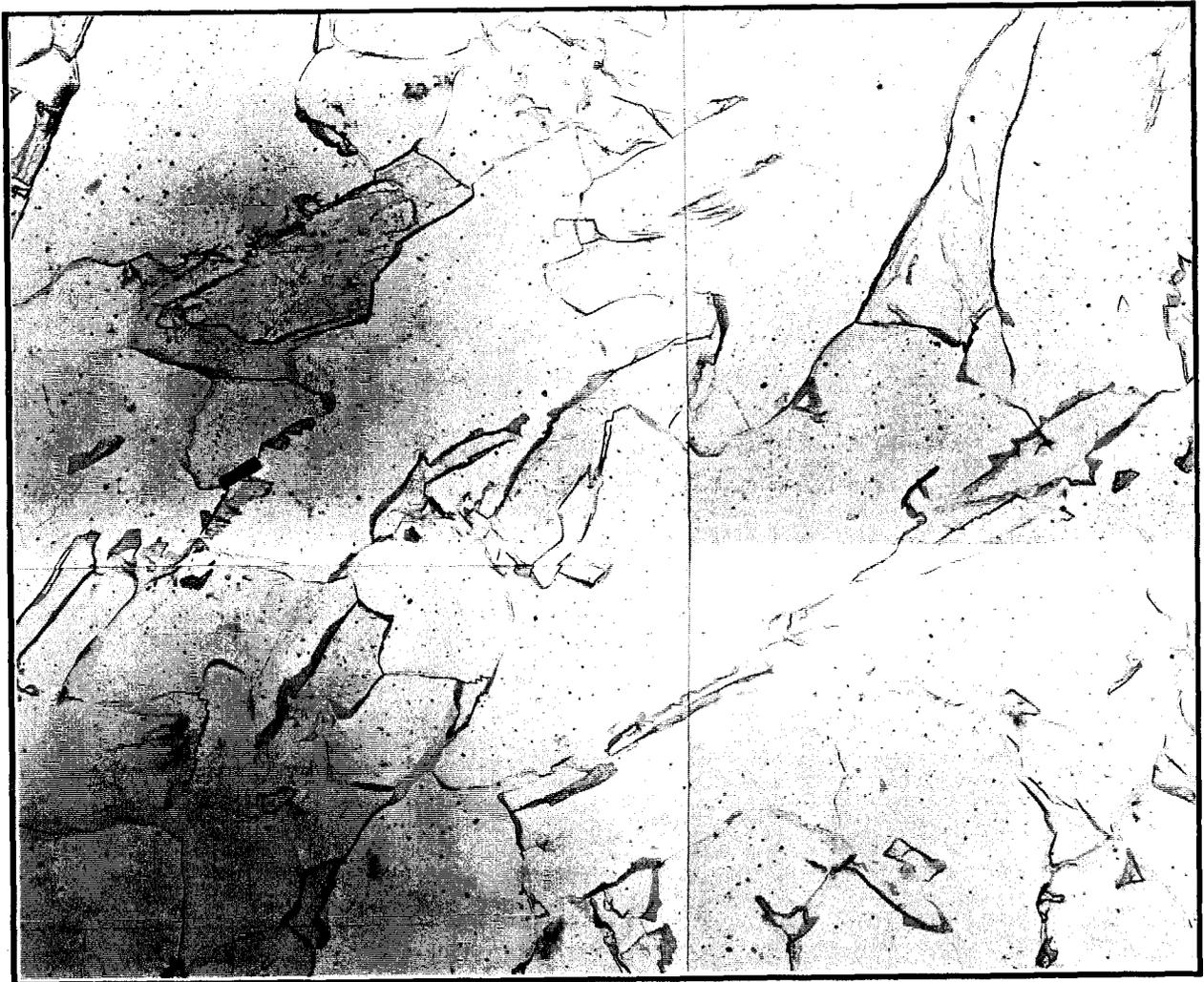
V.1.3.1) Extraction électrolytique

Le dosage des éléments de microalliage (Ti, Al, N, Nb) par dissolution chimique des phases, après trempe en fin de laminage, révèle dans le cas de la nuance C une précipitation totale du titane et de l'azote et une précipitation partielle du niobium à hauteur de $4,2 \cdot 10^{-3}$ %. Cette teneur en niobium précipité au cours du laminage (28% de la teneur initiale) est en bon accord avec les valeurs relevées dans la littérature [6] relatives à la précipitation du niobium induite par la déformation dans des aciers de compositions voisines. Par ailleurs, l'analyse extractive indique que $2,3 \cdot 10^{-3}$ % d'azote est lié à l'aluminium sous la forme de AlN.

V.1.3.2) Microscopie électronique en transmission

La nature, la distribution et la taille des précipités formés au cours du laminage sont étudiées sur des répliques d'extraction au carbone, analysées en microscopie électronique en transmission.

Les figures 72 et 73 (pages 125 et 126) montrent à titre d'exemple la répartition des précipités dans la nuance C, après trempe en fin de laminage. Les précipités, de structure CFC et de paramètre de maille de 0,424 nm sont du type TiN. Leur morphologie est cubique ou parallélépipédique. Les précipités inclus dans l'échantillon de nuance A sont de même structure. La distribution des précipités non remis en solution, ou bien formés au cours du laminage, donc à haute température, semble relativement homogène.

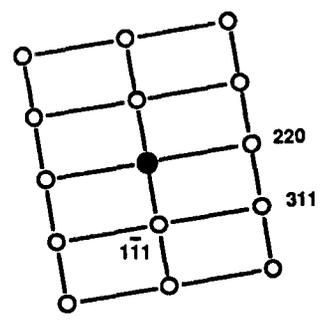


1 μm

a)



b)



Coupe $[11\bar{2}]_{\text{CFC}}$

$a_{\text{moy}} = 0,424 \text{ nm}$

c)

Figure 72: Aspect de la précipitation intragranulaire en fin de laminage dans la nuance C. a) Champ clair. b) Champ sombre centré sur la tache $(220)_{\text{TiN}}$. c) Diagramme de diffraction associé.



0,2 μm

Figure 73: Aspect de la précipitation intragranulaire en fin de laminage. Nuance C.

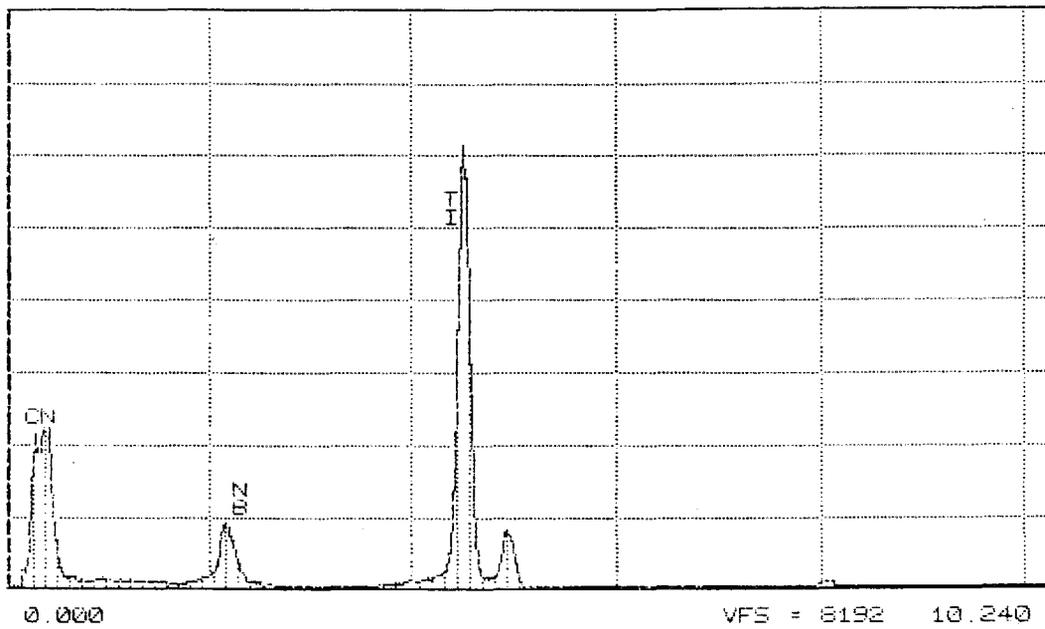


Figure 75: Spectre d'analyse par dispersion d'énergie des rayons X d'un précipité cubique d'une taille de 110 nm. Nuance C, trempe en fin de laminage.

Les mesures de taille de précipités, effectuées selon la méthode décrite au chapitre II, conduisent aux histogrammes présentés à la figure 74. Les précipités sont répartis en classe de 5 nm (par exemple, la classe 10 comprend l'effectif des précipités dont la taille est comprise entre 5 et 10 nm). La distribution de la taille des précipités suit sensiblement une loi log-normale, loi classique pour les distributions de tailles de particules ou de grains [7]. La comparaison des histogrammes relatifs aux aciers A et C en fin de laminage révèle un léger décalage vers les valeurs supérieures de taille de précipités dans la nuance C. La taille moyenne des particules est en effet de 15 nm pour C contre 13 nm dans le cas de l'acier A. Quelques gros précipités cubiques pouvant atteindre une taille de l'ordre du micromètre sont également présents dans les deux nuances. Cependant, leur faible fréquence d'apparition ne permet pas de les présenter à la figure 74.

Par ailleurs, la densité, qui est de 13,5 particules/ μm^2 dans A, est plus élevée dans l'acier C où elle atteint 20 particules/ μm^2 . L'augmentation de la taille moyenne des précipités dans l'acier C s'explique par la précipitation partielle du niobium dans l'austénite. En effet, les nitrures de titane non remis en solution, et observés dans le cas de l'acier A, semblent servir de sites de précipitation pour le niobium. La figure 75 montre à cet égard, l'analyse par dispersion d'énergie des rayons X d'un gros précipité cubique de structure de type TiN contenant à la fois du titane et du niobium.

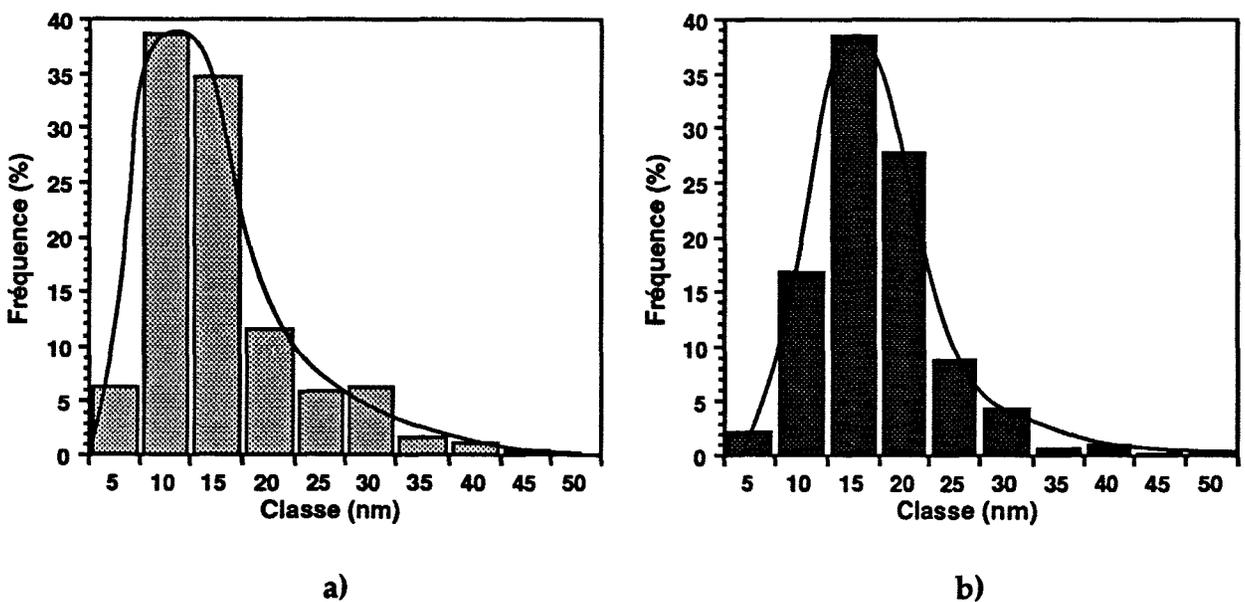


Figure 74: Histogrammes des tailles de précipités en fin de laminage.
a) Nuance A. b) Nuance C.

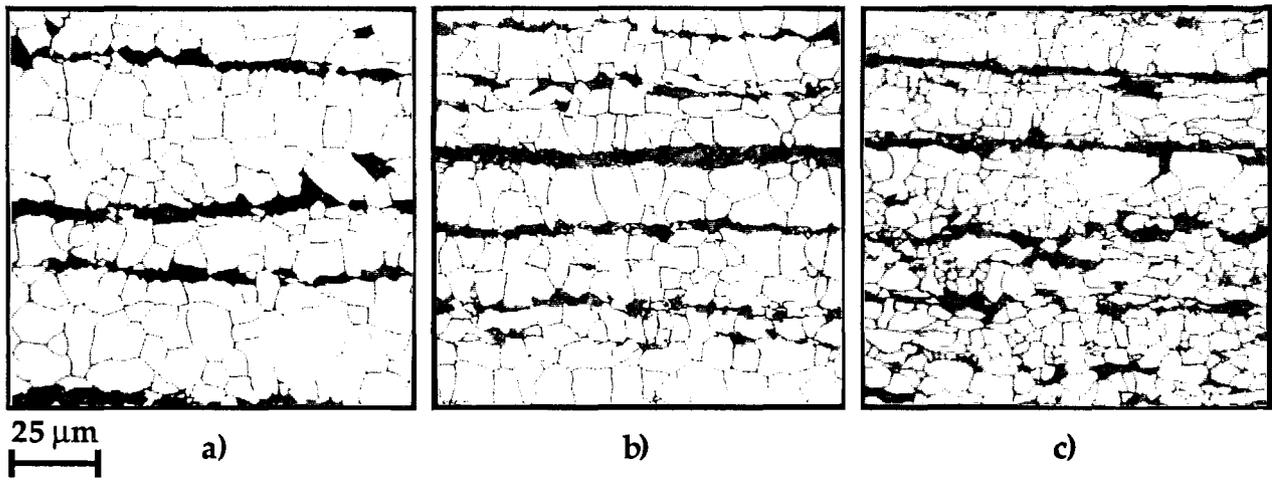


Figure 76: Microscopie optique après attaque nital. Structure ferrito-perlitique en bandes observées au coeur des échantillon après refroidissement à l'air. a) nuance A, b) nuance B, c) nuance C.

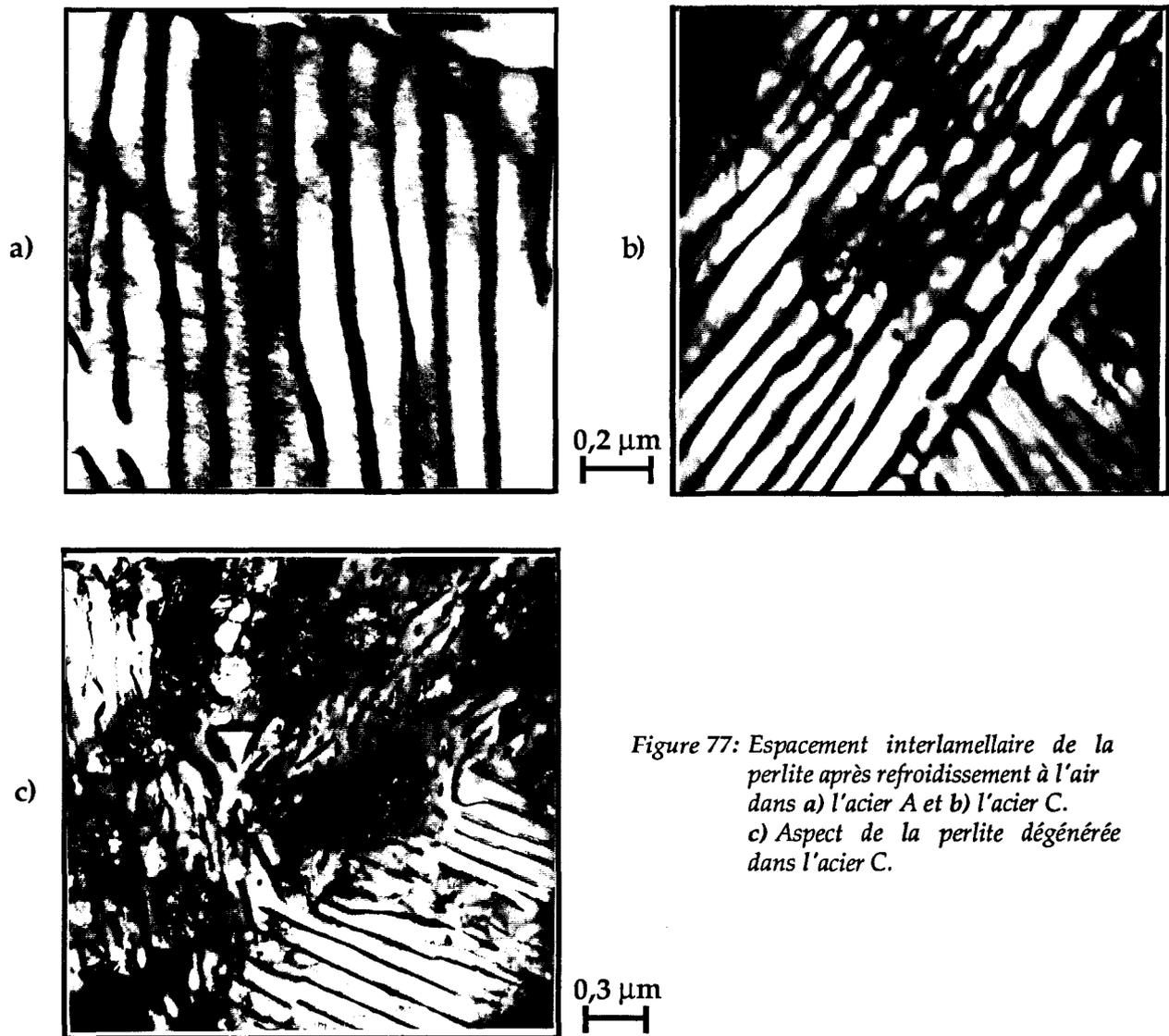


Figure 77: Espacement interlamellaire de la perlite après refroidissement à l'air dans a) l'acier A et b) l'acier C. c) Aspect de la perlite dégénérée dans l'acier C.

V.2) STRUCTURE DE TRANSFORMATION APRES REFROIDISSEMENT A L 'AIR

V.2.1) Natures des phases massives

V.2.1.1) Microscopie optique

Après attaque nital, les trois nuances présentent de façon générale une microstructure ferrito-perlitique en bandes (figure 76), caractéristique des structures des aciers microalliés après laminage contrôlé et refroidissement à l'air. La taille moyenne $d\alpha$ des grains ferritiques estimée par la méthode des intercepts linéaires ainsi que la fraction surfacique de perlite (%) font l'objet du tableau 8. Ces paramètres ont été déterminés à l'aide d'un analyseur d'images. Les grains sont mesurés à différentes épaisseurs dans le larget, suivant les sens long (SL) et travers court (STC) conformément à la figure 30 du chapitre II.3.1.

| Nuance | Peau | | | | 1/4 épaisseur | | | | Coeur | | | |
|--------|------|-----|-----|------|---------------|-----|-----|------|-------|-----|-----|------|
| | SL | STC | moy | % | SL | STC | moy | % | SL | STC | moy | % |
| A | 6,3 | 5,8 | 6,1 | 15,0 | 6,9 | 6,3 | 6,6 | 13,0 | 7,5 | 7,1 | 7,3 | 12,3 |
| B | 5,9 | 5,9 | 5,9 | 14,7 | 7,1 | 6,5 | 6,8 | 13,8 | 6,3 | 5,7 | 6,0 | 13,0 |
| C | 4,0 | 3,4 | 3,7 | 16,7 | 4,9 | 3,9 | 4,3 | 17,4 | 5,2 | 4,1 | 4,6 | 18,6 |

Tableau 8: Taille moyenne des grains de ferrite, exprimée en μm , suivant les sens long (SL) et travers court (STC), et fraction de perlite après laminage et refroidissement à l'air.

La précision statistique sur la taille moyenne peut être calculée à partir de la relation suivante [7]:

$$p = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (\text{V-2})$$

où σ et n sont respectivement l'écart-type de la population et le nombre d'intercepts.

L'erreur sur la moyenne, qui est de $\pm 2.p$ pour un intervalle de confiance de 95% [7], dépend du nombre de grains interceptés. L'incertitude maximale sur la valeur moyenne de la taille des grains est dans ce cas de $\pm 0,2 \mu\text{m}$ pour les échantillons de la nuance A refroidie à l'air, pour lesquels le nombre de grains mesurés est minimal. Cette estimation justifie la précision des mesures rapportées dans le tableau 8.

Ce tableau montre, pour les trois nuances, que la structure présente une décroissance régulière de la taille des grains du coeur vers la peau et la contre-peau. La relation (V-1) conduit, à partir des résultats du tableau 7 déterminés par le modèle FAST, à une taille moyenne du grain ferritique $d\alpha$ à coeur (position du thermocouple) de 5,8 μm pour la nuance C, et de 9,7 μm pour les nuances A et B. La comparaison de ces valeurs à celles mesurées montre que le modèle surestime la taille des grains. Par ailleurs le modèle donne une taille de grains identique entre les aciers A et B, contrairement aux mesures. Cette différence trouve son origine dans l'effet trempant du nickel qui n'est pas pris en compte dans la relation utilisée. Le tableau 8 indique par ailleurs que la taille des grains est sensiblement supérieure en sens long. Ceci rend compte sans aucun doute d'une faible hérédité du corroyage de l'austénite avant transformation.

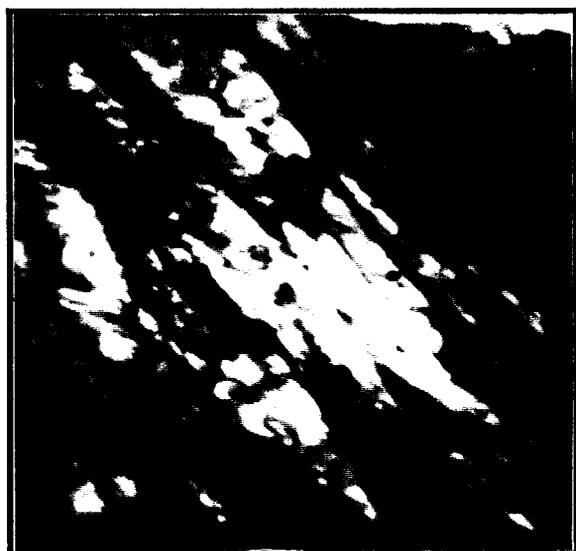
D'autre part, la mesure de la fraction de perlite montre une teneur plus élevée dans la nuance C que dans A et B, pour lesquelles la fraction de perlite est sensiblement identique. Ce dernier point rend compte d'une densité de bandes perlitiques plus élevées dans l'acier C, où la distance moyenne entre bandes est d'environ 20 μm contre 30 μm dans l'acier A, à une largeur de bandes comparables.

V.2.1.2) Microscopie électronique en transmission

L'observation des bandes perlitiques en microscopie en transmission révèle un espacement interlamellaire S_0 différent d'une nuance à l'autre. En effet, comme en atteste les figures 77a et 77b, S_0 est égal à 0,17 μm environ dans le cas de l'acier A contre 0,11 μm pour C. Par ailleurs, pour cette dernière nuance, la morphologie de la perlite présente un caractère dégénéré qui se manifeste par l'existence de bâtonnets de perlite au lieu de plaquettes (figure 77c). La réduction de l'espacement interlamellaire et la présence de perlite dégénérée sont caractéristiques d'une transformation perlitique s'effectuant à plus basse température dans l'acier C [8 à 12].

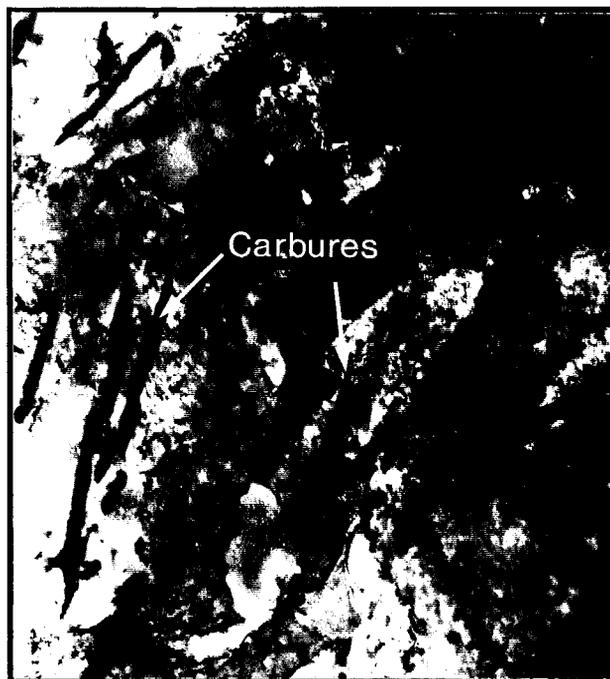
Hormis les bandes perlitiques présentes dans les différents échantillons refroidis à l'air, il apparaît à mi-épaisseur des largets des nuances B et C des bandes de secondes phases de natures non perlitiques. Dans l'acier B, la bande centrale est composée d'une structure martensitique en lattes (figure 78a) dont la largeur est d'environ 0,2 μm .

La microscopie électronique en transmission révèle d'autre part, pour la bande centrale de l'échantillon de nuance C, une microstructure, complexe,



0,3 μm

a)



Carbures

0,5 μm

c)



1 μm

b)

Figure 78: Macroségrégation au coeur des largets. a) Acier B: martensite en lattes b), c) Acier C. b) vue générale de la bande. c) aspect des carbures et de la structure disloquée.

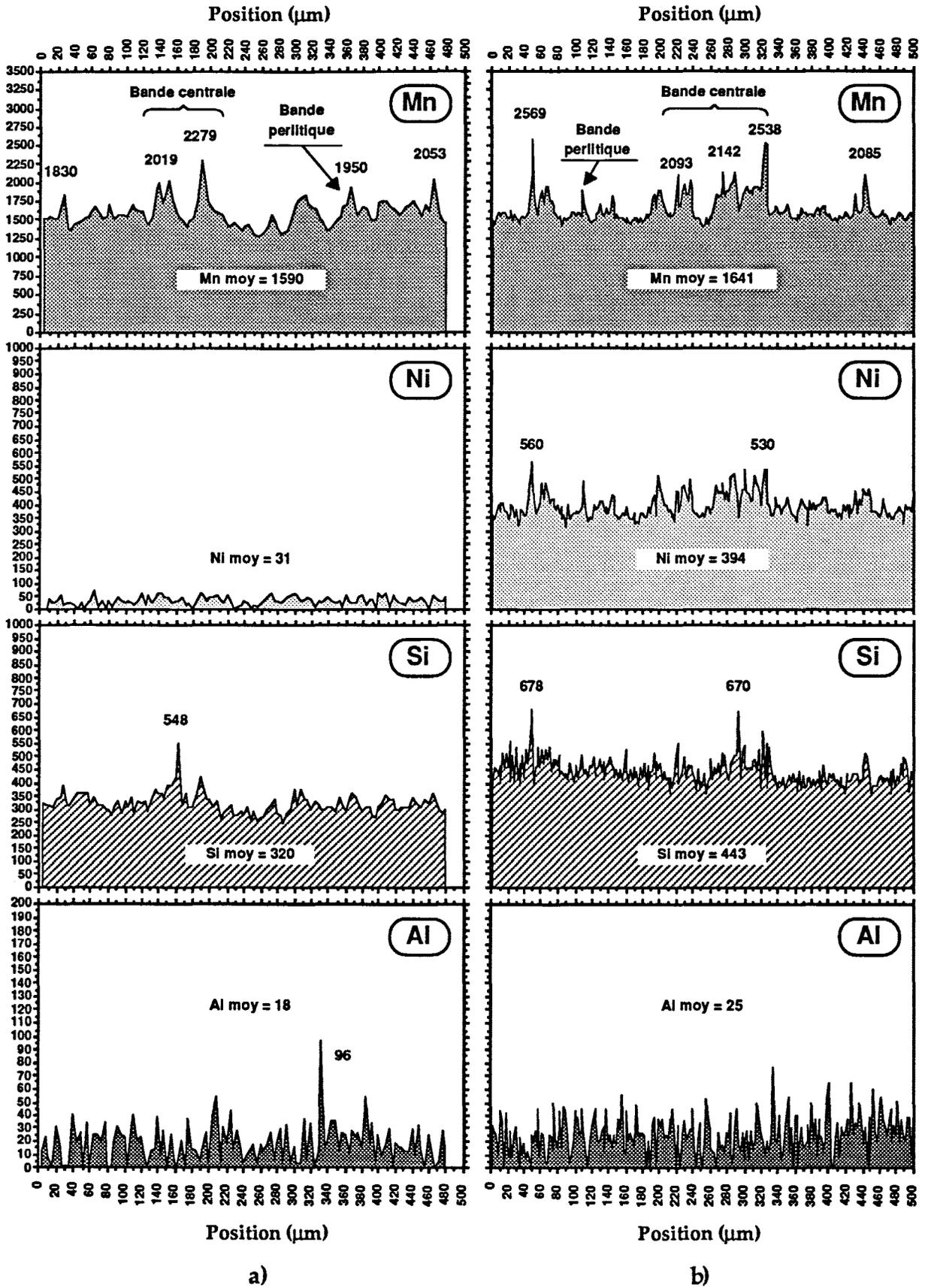


Figure 79: Caractérisation par dispersion des longueurs d'ondes des rayons X des variations de concentrations en Mn, Ni, Si et Al exprimées en 10^{-3} %, au coeur des cibles des échantillons de nuance A (a) et C (b).

multiphasée, composée en majorité de grains de structure cubique centrée, fortement chargés en dislocations et en gros carbures, et de quelques petits grains de ferrite équiaxes peu déformés (figure 78b). La nature des phases constitutives de cette bande la qualifie comme une structure de trempabilité moyenne, intermédiaire entre la perlite (nuance A) et la martensite (nuance B).

V.2.1.3) Analyse de la ségrégation

La structure en bandes résulte de la microségrégation interdendritique d'éléments substitutionnels tels que le manganèse et le nickel lors de la solidification de l'acier et de l'alignement de ces zones enrichies en éléments gammagènes au cours du laminage [13 à 15]. Par ailleurs, le coeur des brames, dernier lieu à se solidifier, voit sa composition moyenne en éléments d'alliage croître du fait des solubilités plus importantes à l'état liquide. Ces enrichissements en éléments conduisent à un phénomène de macroségrégation à coeur.

Les variations des concentrations en manganèse, nickel, silicium et aluminium dans l'épaisseur des largets des nuances A et C refroidis à l'air ont été déterminées à la microsonde de Castaing (figure 79). L'observation par microscopie électronique à balayage des échantillons ainsi analysés par dispersion des longueurs d'onde des rayons X permet d'associer les résultats de la microsonde aux structures rencontrées dans l'échantillon. Ces résultats mettent en évidence un enrichissement en manganèse et en nickel plus important dans la bande de ségrégation centrale vis à vis des autres bandes. Au coeur de l'échantillon de nuance C, les teneurs respectives en manganèse et en nickel sont d'environ 2,55% et 0,53% contre 1,9% et 0,45% dans les bandes perlitiques, pour une teneur nominale dans l'acier de 1,5% en manganèse et de 0,4% en nickel. Pour l'acier A, la teneur en manganèse est d'environ 2,25% à coeur, contre 1,9% dans les bandes perlitiques, pour une teneur nominale de 1,5%. Ces enrichissements dans les bandes en éléments d'alliage provoquent un abaissement des températures de transformations Ar_3 . Il est toutefois impossible de chiffrer ces variations de températures de transformation à partir des mesures des changements de composition effectuées. A notre connaissance, il n'existe pas en effet de modèles reliant Ar_3 et la composition chimique dont les domaines de validité correspondent aux teneurs en manganèse et en nickel dans les bandes ségréguées. De plus dans le cas présent, l'emploi de telles formules souffrirait de notre méconnaissance des enrichissements en carbone dûs au rejet de cet élément des domaines en cours de transformation vers les zones enrichies en manganèse et en nickel.

La microstructure des bandes dans les différents échantillons refroidis à l'air s'explique à partir de ces considérations. L'écart de température de transformation entre la bande centrale et les autres bandes ségréguées de l'échantillon de la nuance A est insuffisant pour induire une différence de nature des secondes phases. Au contraire dans les coulées B et C, les écarts de températures Ar_3 conduisent à une stabilisation de l'austénite plus importante dans la bande centrale que dans les autres bandes, avec la conséquence de la formation de structures plus trempantes au coeur des largets.

V.2.2) Etat de la précipitation intragranulaire

La microscopie électronique en transmission sur répliques d'extraction met en évidence dans l'acier C une importante population de précipités intragranulaires après refroidissement à l'air (figure 80). Cette précipitation est répartie de façon non homogène. Il existe en effet des domaines à faible et à forte densité de particules. Ces derniers se présentent sous forme de bandes, pouvant traverser plusieurs grains, et pour lesquelles la taille des précipités est sensiblement uniforme. D'une bande à l'autre, la taille et la densité des particules varient (figure 80b).

La mesure de la taille des précipités conduit à la distribution de tailles de la figure 81, où est rappelé pour comparaison l'histogramme des dimensions de particules en fin de laminage.

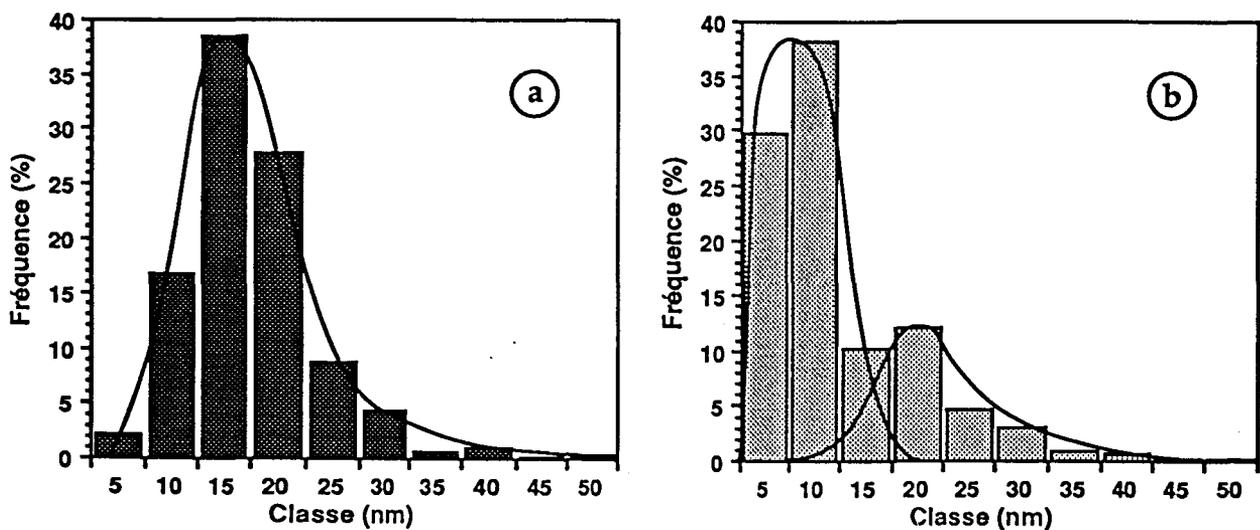
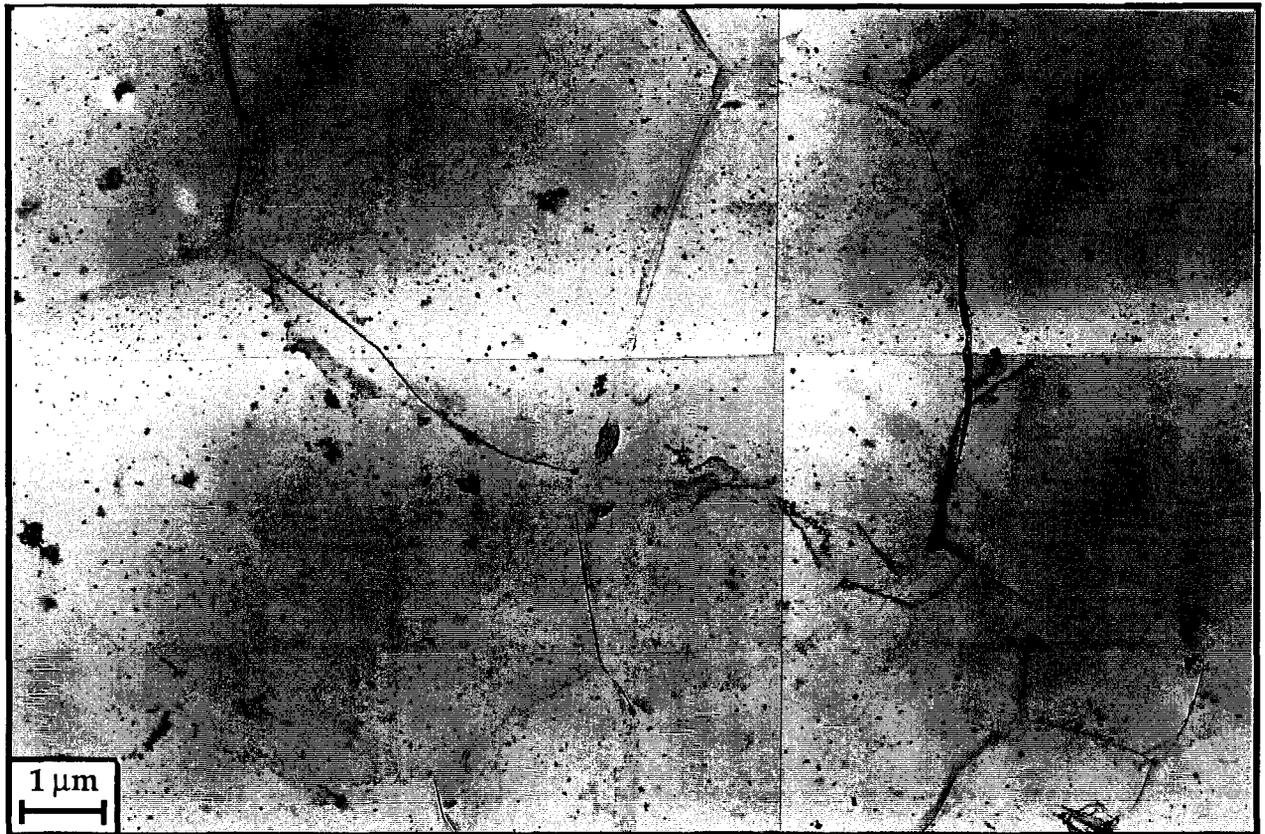
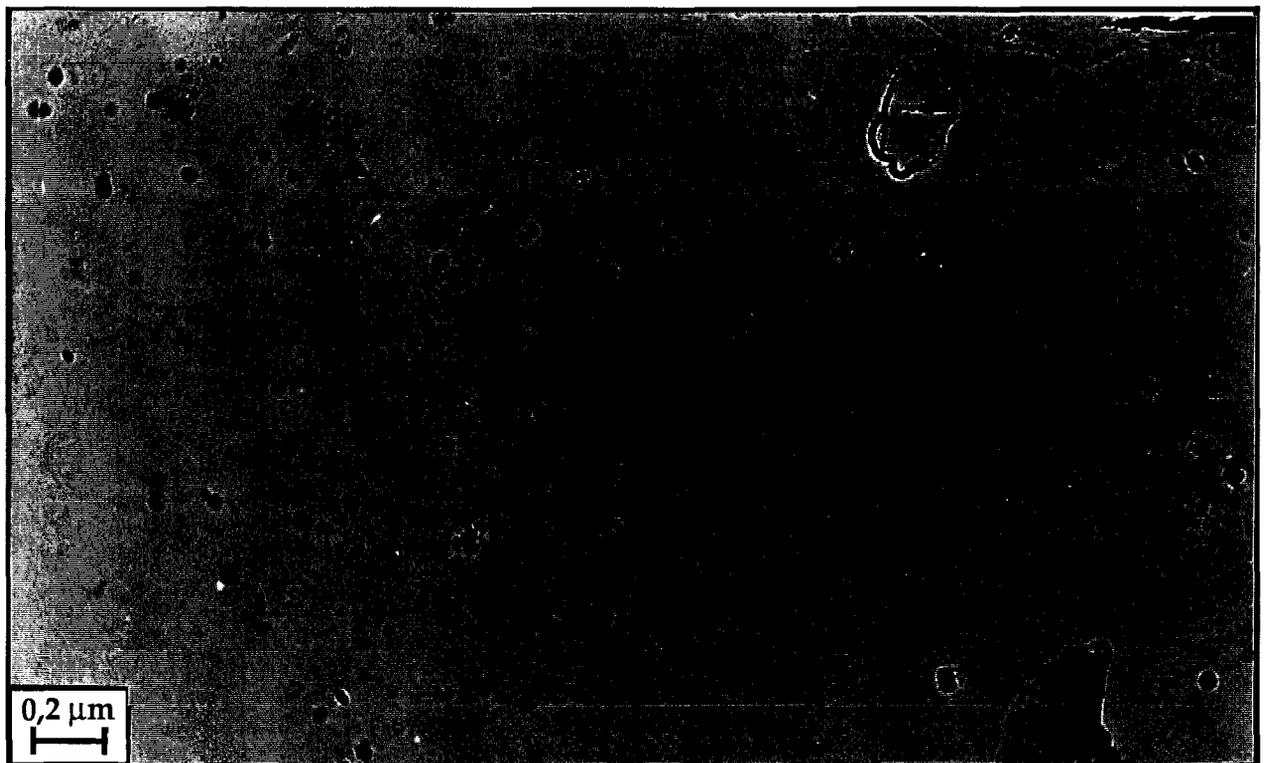


Figure 81: Histogrammes des tailles de précipités dans l'acier C. a) Précipitation en fin de laminage. b) Précipitation après refroidissement à l'air.

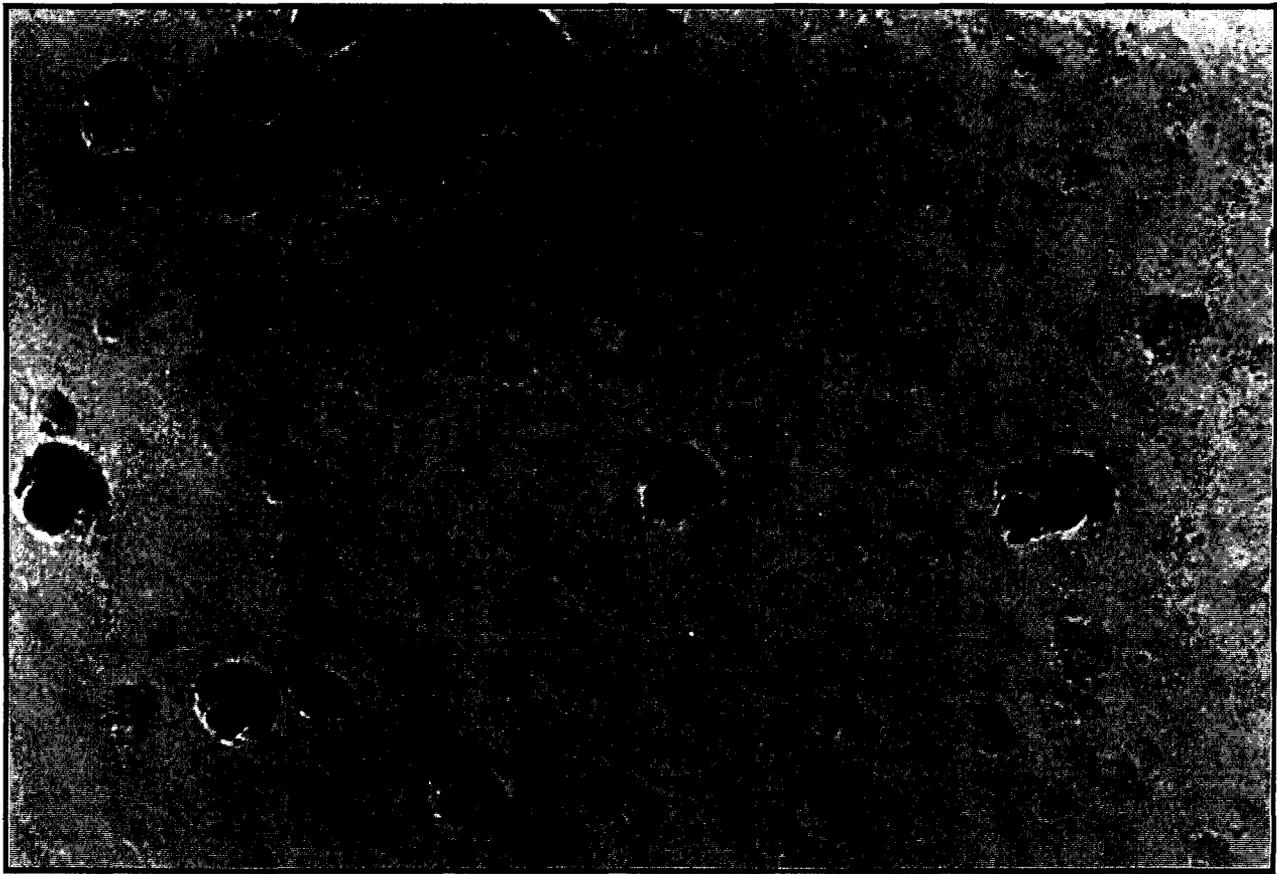


a)



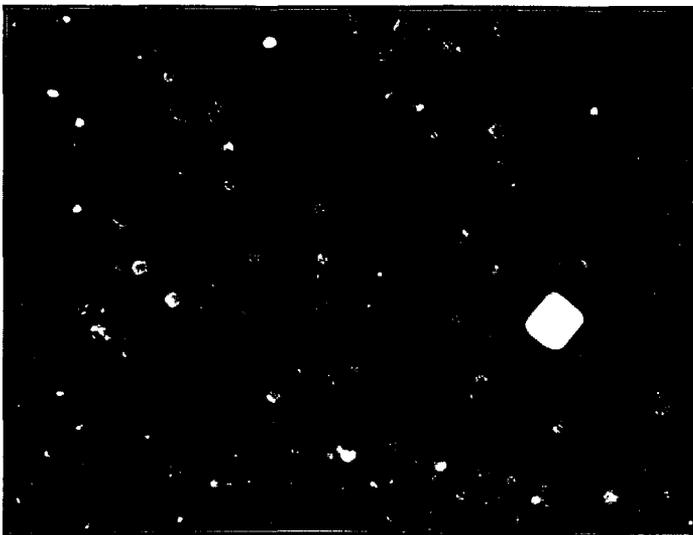
b)

Figure 80: Aspect de la précipitation intragranulaire dans l'acier C après refroidissement à l'air. a) Vue générale de la précipitation. b) Répartition hétérogène des précipités.



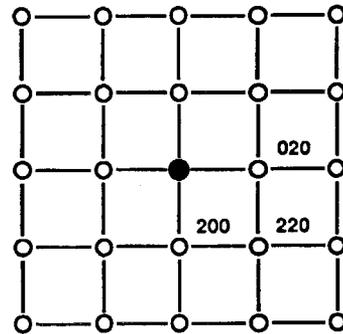
50 nm


a)



0,2 μm


b)



Coupe [001] _{CFC}

$a_{\text{moy}} = 0,424 \text{ nm}$

c)

Figure 82: Précipités intragranulaires nanométriques dans l'acier C après refroidissement à l'air. a) Champ clair. b) Champ sombre centré sur le faisceau $(200)_{\text{TiN}}$. c) Diagramme de diffraction associé.

La figure 81 montre que la précipitation du niobium au cours du refroidissement à l'air vient d'une part grossir les précipités présents en fin de laminage (population des plus grosses particules centrée sur 20 nm contre 15 nm), et d'autre part conduit à une forte population de fins précipités dont la taille moyenne est de l'ordre de 5 nm (figure 82a). Ces fins précipités représentent environ 70 % de l'ensemble des particules. Il résulte de cette précipitation au cours du refroidissement une densité de particules quatre fois supérieure à celle observée en fin de laminage. En l'occurrence, la densité est d'environ 80 particules/ μm^2 contre 20 particules/ μm^2 en fin de laminage.

Les gros précipités déjà observés en fin de laminage dont la taille peut atteindre le micromètre sont bien sûr toujours présents après refroidissement à l'air, mais leur fréquence d'apparition est trop faible pour pouvoir être représentée sur la figure 81.

La microanalyse par dispersion d'énergie des rayons X révèle que les précipités sont des carbonitrides de niobium-titane (Ti, Nb)(C, N). Le dosage quantitatif met en évidence, comme l'illustre la figure 83, une décroissance du rapport concentration de niobium sur concentration de titane avec l'augmentation de la taille des précipités.

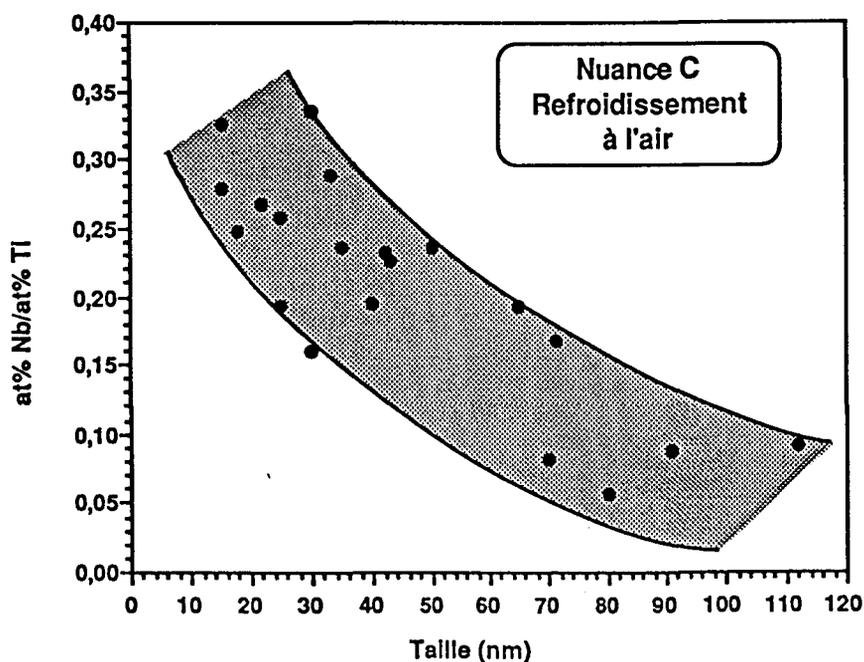


Figure 83: Variation du rapport des concentrations atomiques en niobium et en titane avec la taille des précipités.

De la figure 83, il est possible de déduire par exemple qu'un précipité de 15 nm est composé en moyenne de 25 % de niobium et de 75 % de titane si seuls sont comptés les éléments substitutionnels, alors que la fraction de niobium n'est plus que de 6 % pour un précipité d'environ 100 nm. La microanalyse des fins précipités (< 10 nm) est difficile compte tenu de leur faible contraste. La figure 83 rend en fait compte des concentrations respectives en niobium et en titane dans les précipités présents en fin de laminage, puisque la taille minimale des particules analysées est de 10 -15 nm. Ceci montre que les nitrures de titane non remis en solution au cours du réchauffage peuvent avoir des tailles nanométriques.

D'autre part, les précipités présentent après refroidissement à l'air une morphologie plus variée qu'en fin de laminage. Certaines particules ont en effet une forme plutôt sphérique alors que la morphologie de la plupart des précipités non dissous ou formés au cours du laminage était cubique.

V.3) STRUCTURE DE TRANSFORMATION APRES REFROIDISSEMENT ACCELERE DOUX

V.3.1) Microscopie optique

Après attaque Marshall, les trois aciers se révèle être composée de secondes phases, d'aspect foncé, dispersées de façon plus ou moins aléatoire dans une matrice (claire) de type ferritique (ferrite ou ferrite + bainite). Les figures 84 à 86 sont typiques des structures observées au coeur des largets des trois nuances.

V.3.1.1) Distribution des secondes phases

L'observation des figures 84 à 86 met en évidence une répartition spatiale des secondes phases qui dépend des conditions de refroidissement. En effet, pour les refroidissement les plus doux (faible V_{ry} et hautes TFR), la structure conserve un aspect en bandes alternées de matrice et de secondes phases comparable au refroidissement à l'air. Au contraire, lorsque la vitesse de refroidissement augmente et/ou que la température de fin de refroidissement baisse, la largeur et la continuité des bandes décroît. La réduction du caractère en bandes de la structure conduit à une distribution plus homogène des secondes phases. De plus, lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, il existe un domaine de TFR intermédiaires, comprises entre 400°C et 550°C , où il ne semble plus y avoir de secondes phases.

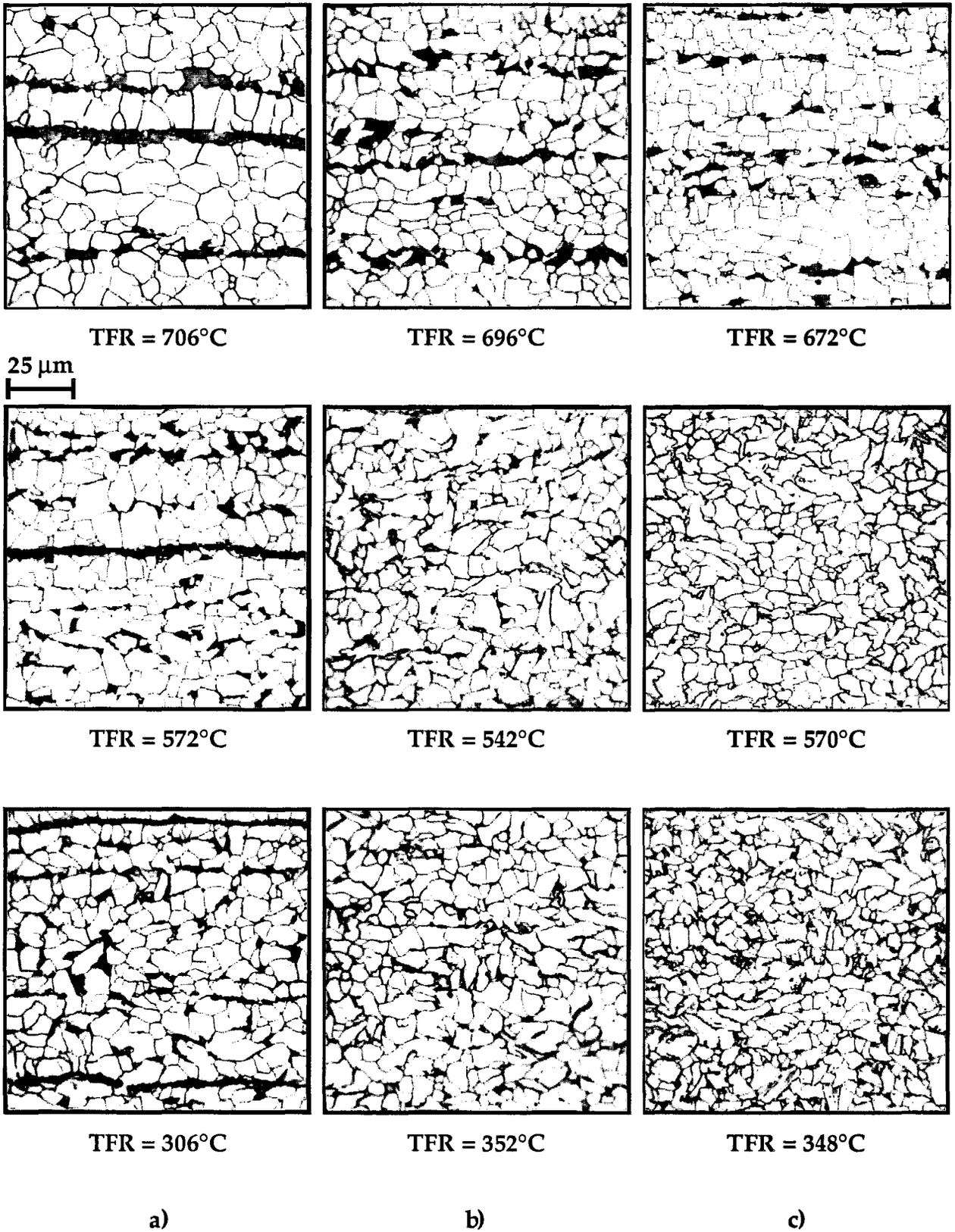
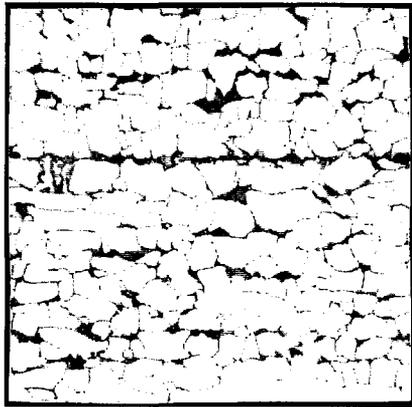
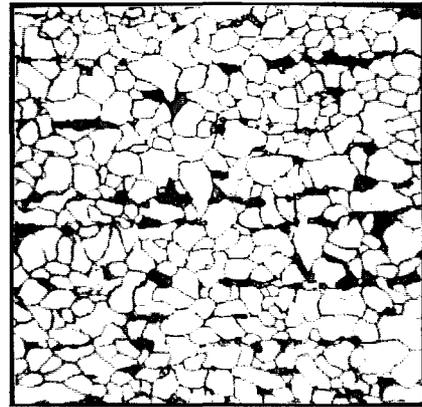


Figure 84: Microscopie optique après attaque Marshall. Effet du refroidissement accéléré doux sur la microstructure à coeur de la Nuance A (C, Mn, Si, Ti). a) $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, b) $V_{ry} = 15^\circ\text{C/s}$, c) $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$.

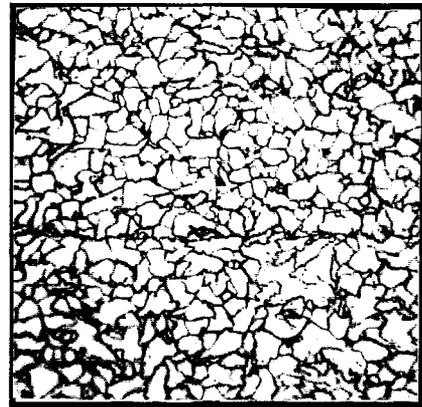
25 μm



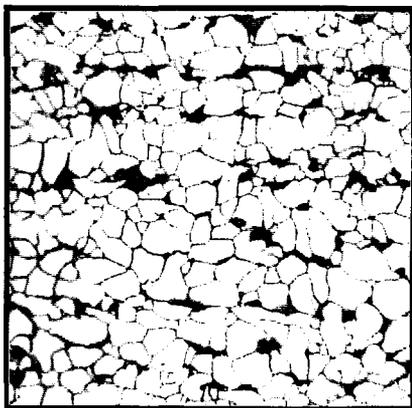
TFR = 496°C



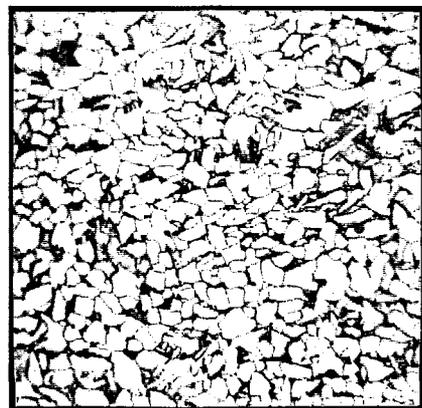
TFR = 676°C



TFR = 492°C



TFR = 218°C



TFR = 220°C

a)

b)

Figure 85: Microscopie optique après attaque Marshall. Effet du refroidissement accéléré doux sur la microstructure à coeur de la Nuance B (C, Mn, Si, Ti, Ni). a) $V_{\text{ry}} = 7^\circ\text{C/s}$, b) $V_{\text{ry}} = 25^\circ\text{C/s}$.

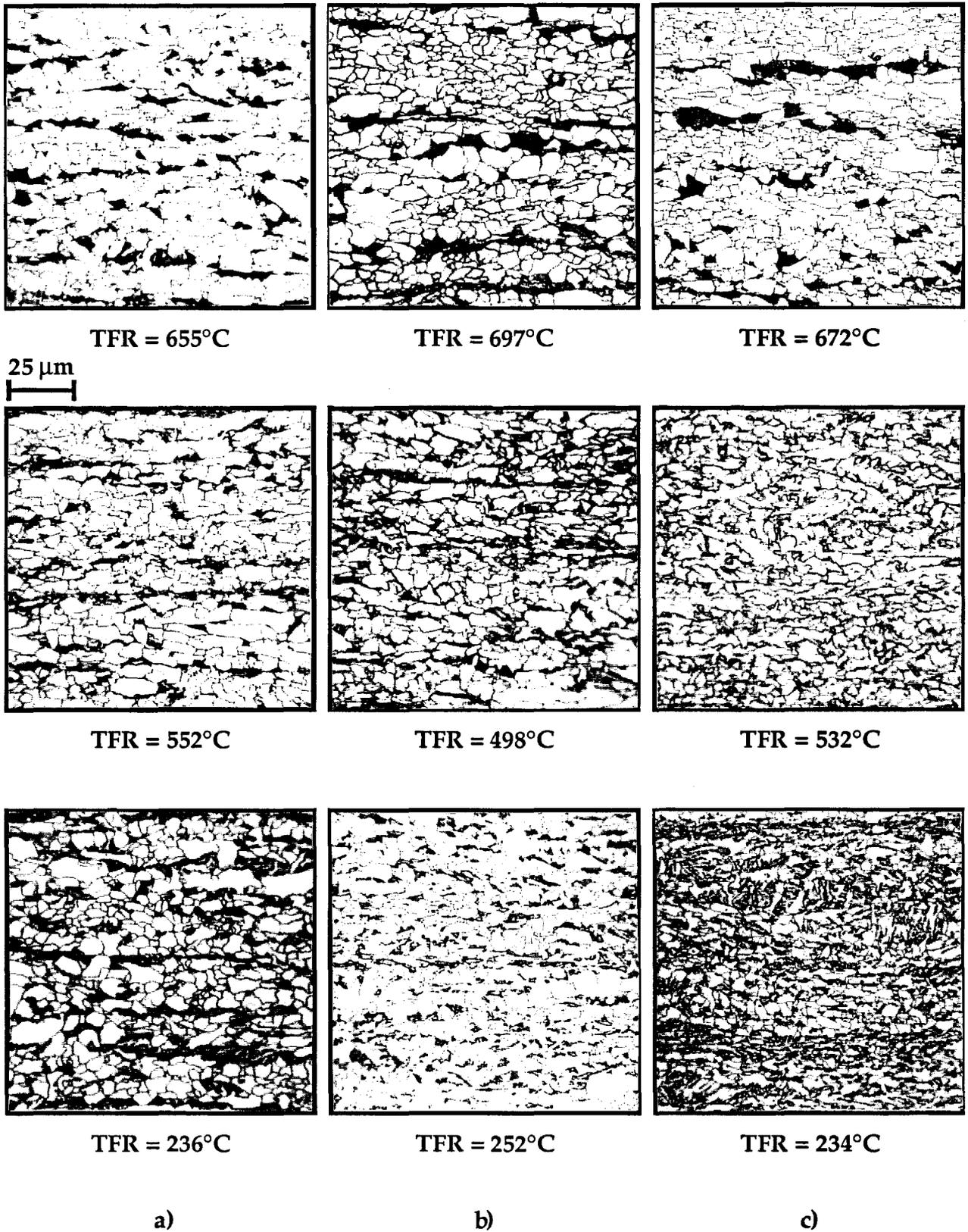


Figure 86: Microscopie optique après attaque Marshall. Effet du refroidissement accéléré doux sur la microstructure à coeur de la Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb).
 a) $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, b) $V_{ry} = 15^\circ\text{C/s}$, c) $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$.

A l'échelle de la microscopie optique, il est difficile, voire impossible, de déterminer la nature des secondes phases. Des essais de reconnaissance de martensite à l'aide du réactif de Lepera ont cependant été effectués, mais ils se sont souvent révélés infructueux car ce réactif, mis au point pour les aciers à très basse teneur en carbone, peut conférer un même aspect à la perlite et à la martensite.

V.3.1.2) Caractéristiques de la matrice

V.3.1.2.a) *Taille des grains de la matrice*

La mesure de la taille de grains, par la méthode des intercepts linéaires, et de la fraction surfacique de secondes phases pour les trois aciers A, B et C a été réalisée à l'aide d'un analyseur d'images. Les résultats de ces mesures sont rassemblés dans les tableaux 9 à 11, où sont également rappelées les mesures effectuées après refroidissement naturel à l'air.

Le refroidissement accéléré doux conduit à une réduction continue de la taille des grains de la matrice avec l'abaissement de la TFR et avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. La figure 87 (page 145) représente cette évolution de la taille de grains ($d\alpha$) au coeur des largets en fonction de la TFR pour les différentes vitesses de refroidissement testées. Sur cette figure, la taille des grains après RAD est comparée à celle obtenue après refroidissement naturel à l'air qui peut toujours être considéré comme un refroidissement accéléré pour lequel les températures de début et de fin de refroidissement accéléré sont confondues.

La figure 87 montre que, de façon générale, la réduction de la taille des grains intervient surtout aux plus hautes températures de fin de refroidissement. L'abaissement de la TFR à des valeurs inférieures à 500°C environ, quelle que soit la vitesse V_{ry} , n'affecte plus en effet la taille moyenne des grains de la matrice.

Cependant, la nuance B présente un comportement plus singulier puisqu'à 7°C/s, la taille des grains est très peu réduite par le RAD, alors qu'à 25°C/s, le refroidissement accéléré a, comme pour les nuances A et C, un effet important. De plus l'acier B, se singularise encore par le fait que la taille minimale des grains n'est obtenue à 25°C/s que lorsque la TFR atteint des valeurs très basses, inférieures à 400°C, contre 550°C pour les deux autres alliages.

| Vry (°C/s) | air | | 7 | | | | | | | | | | | | | |
|-------------|-----|------|-----|------|-----|------|------|------|-------|------|------|------|-------|------|------|------|
| TFR (°C/s) | - | | 268 | | 306 | | 412 | | 448 | | 492 | | 504 | | 572 | |
| Repère | AR2 | | F12 | | F13 | | A012 | | A112Q | | A612 | | A612Q | | A712 | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % |
| Peau | 6,1 | 15,0 | 4,1 | 13,6 | 3,8 | 11,2 | 5,1 | 14,1 | 4,9 | 13,0 | 5,2 | 13,7 | 4,9 | 10,3 | 4,1 | 12,8 |
| 1/4 ép. | 6,6 | 13,0 | 4,9 | 12,6 | 4,8 | 14,5 | 5,2 | 14,9 | 5,5 | 10,7 | 5,3 | 12,5 | 5,3 | 12,9 | 5,3 | 12,7 |
| Coeur | 7,3 | 12,3 | 5,5 | 11,8 | 5,3 | 17,4 | 5,7 | 15,6 | 5,7 | 10,6 | 5,3 | 13,7 | 5,5 | 14,2 | 5,6 | 12,9 |
| 3/4 ép. | 6,9 | 15,7 | 5,6 | 13,3 | 5,5 | 13,7 | 5,9 | 14,2 | 5,3 | 12,7 | 5,4 | 13,4 | 5,4 | 14,2 | 5,6 | 11,1 |
| Contre-peau | 6,3 | 15,6 | 5,0 | 11,9 | 3,3 | 12,6 | 4,6 | 12,5 | 4,1 | 13,4 | 4,2 | 14,4 | 4,4 | 11,6 | 4,6 | 13,2 |

| Vry (°C/s) | 7 | | | | | | 15 | | | | | | | | | |
|-------------|------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|
| TFR (°C/s) | 604 | | 680 | | 706 | | 352 | | 478 | | 542 | | 604 | | 696 | |
| Repère | A412 | | A312T | | A312Q | | A022K | | A122Q | | A222Q | | A422T | | A322Q | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % |
| Peau | 4,6 | 13,9 | 4,3 | 15,6 | 5,1 | 15,5 | 3,2 | 15,6 | 3,1 | 19,8 | 3,4 | 8,3 | 4,9 | 13,0 | 4,0 | 10,7 |
| 1/4 ép. | 5,6 | 12,3 | 5,7 | 10,4 | 5,6 | 14,4 | 4,9 | 10,3 | 3,9 | 10,9 | 4,2 | 9,1 | 5,0 | 10,2 | 5,0 | 13,3 |
| Coeur | 5,5 | 13,6 | 5,9 | 11,3 | 6,0 | 11,0 | 4,7 | 10,6 | 4,8 | 11,0 | 5,0 | 8,6 | 5,0 | 11,5 | 5,3 | 12,0 |
| 3/4 ép. | 5,2 | 14,7 | 5,6 | 12,4 | 5,8 | 13,7 | 4,6 | 12,2 | 4,4 | 18,0 | 5,1 | 11,9 | 4,7 | 8,1 | 5,1 | 11,0 |
| Contre-peau | 4,1 | 14,3 | 4,4 | 13,8 | 4,7 | 16,0 | 4,1 | 14,5 | 4,0 | 16,6 | 4,1 | 10,2 | 3,1 | 20,5 | 4,2 | 10,9 |

| Vry (°C/s) | 25 | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------------|-----|------|-------|------|------|------|-----|------|-----|------|------|-----|------|-----|------|------|
| TFR (°C/s) | 332 | | 348 | | 460 | | 516 | | 552 | | 570 | | 624 | | 672 | |
| Repère | F66 | | A832N | | A132 | | F64 | | F60 | | A232 | | A532 | | A332 | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % |
| Peau | 2,5 | 28,1 | 2,7 | 0,0 | 2,7 | 0,0 | 2,3 | 22,9 | 2,8 | 5,2 | 2,6 | 0,0 | 3,2 | 0,0 | 3,2 | 0,4 |
| 1/4 ép. | 3,3 | 12,7 | 3,9 | 3,3 | 4,0 | 1,1 | 3,5 | 8,8 | 3,8 | 6,2 | 4,0 | 1,3 | 4,1 | 3,6 | 4,5 | 12,1 |
| Coeur | 4,1 | 12,5 | 4,3 | 6,3 | 4,2 | 1,4 | 4,2 | 0,0 | 4,4 | 3,6 | 4,8 | 1,3 | 4,7 | 5,2 | 5,3 | 11,9 |
| 3/4 ép. | 3,9 | 19,1 | 4,2 | 7,5 | 3,9 | 6,3 | 4,1 | 14,2 | 4,2 | 13,0 | 2,8 | 0,0 | 4,2 | 6,6 | 4,9 | 13,1 |
| Contre-peau | 3,1 | 12,5 | 2,9 | 10,0 | 3,1 | 10,0 | 3,3 | 26,6 | 4,0 | 12,9 | 2,6 | 0,0 | 2,9 | 0,0 | 4,3 | 10,9 |

Tableau 9: Evolutions de la taille moyenne ($d\alpha$) en μm des grains de la matrice, et de la fraction de secondes phases (%) en fonction des conditions de refroidissement. Nuance A (C, Mn, Si, Ti).

| Vry (°C/s) | air | | 7 | | | | | | 25 | | | | | | | | |
|-------------|-----|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|-----|-------|------|--|
| TFR (°C/s) | - | | 218 | | 496 | | 220 | | 280 | | 330 | | 492 | | 676 | | |
| Repère | BR2 | | B812N | | B912N | | B832Q | | B832H | | B832N | | B932N | | B332N | | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | |
| Peau | 5,8 | 14,7 | 3,9 | 11,9 | 4,3 | 13,4 | 2,5 | 18,7 | 2,5 | 26,8 | 2,4 | 23,4 | 2,9 | 1,0 | 3,4 | 5,0 | |
| 1/4 ép. | 6,8 | 13,8 | 4,9 | 17,0 | 4,8 | 14,6 | 3,6 | 20,2 | 3,2 | 21,4 | 3,6 | 15,7 | 3,5 | 1,8 | 4,4 | 14,7 | |
| Coeur | 6,0 | 13,0 | 5,5 | 12,5 | 5,3 | 11,5 | 3,7 | 24,4 | 3,3 | 20,5 | 3,7 | 17,2 | 3,8 | 2,0 | 5,0 | 12,7 | |
| 3/4 ép. | 6,2 | 16,3 | 5,3 | 15,5 | 4,8 | 12,1 | 3,9 | 22,5 | 3,5 | 19,5 | 3,8 | 17,8 | 3,8 | 2,1 | 4,9 | 14,2 | |
| Contre-peau | 6,0 | 17,6 | 3,5 | 14,1 | 3,4 | 11,9 | 3,0 | 17,6 | 2,9 | 14,8 | 3,3 | 17,9 | 3,1 | 0,8 | 3,8 | 12,2 | |

Tableau 10: Evolutions de la taille moyenne ($d\alpha$) en μm des grains de la matrice, et de la fraction de secondes phases (%) en fonction des conditions de refroidissement. Nuance B (C, Mn, Si, Ti, Ni).

| Vry (°C/s) | air | | 7 | | | | | | | | | | | | | |
|-------------|-----|------|-----|------|-------|------|-------|------|-------|------|------|------|-------|------|------|------|
| TFR (°C/s) | - | | 236 | | 336 | | 425 | | 456 | | 504 | | 552 | | 655 | |
| Repère | CR2 | | F29 | | C812N | | C012R | | C112N | | C912 | | C212N | | C312 | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % |
| Peau | 3,7 | 16,7 | 2,5 | 19,7 | 2,9 | 25,6 | 2,3 | 15,6 | 2,6 | 20,3 | 2,9 | 20,2 | 2,6 | 14,8 | 2,8 | 16,3 |
| 1/4 ép. | 4,3 | 17,4 | 3,2 | 18,1 | 3,2 | 24,5 | 3,0 | 12,4 | 3,0 | 21,7 | 3,6 | 18,1 | 3,1 | 14,8 | 3,7 | 13,3 |
| Coeur | 4,6 | 18,6 | 3,3 | 21,0 | 3,6 | 25,7 | 3,2 | 15,7 | 3,2 | 22,8 | 3,4 | 22,7 | 3,4 | 14,0 | 3,9 | 14,8 |
| 3/4 ép. | 4,1 | 16,3 | 3,1 | 23,3 | 3,0 | 24,0 | 3,0 | 14,9 | 3,0 | 22,0 | 3,3 | 24,8 | 3,1 | 15,1 | 3,5 | 15,9 |
| Contre-peau | 3,5 | 17,1 | 2,5 | 21,4 | 3,1 | 25,1 | 2,6 | 15,9 | 2,8 | 24,5 | 3,0 | 21,3 | 2,8 | 14,2 | 2,9 | 17,0 |

| Vry (°C/s) | 7 | | 15 | | | | | | | | | | | | 25 | |
|-------------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|------|------|-------|------|-----|------|
| TFR (°C/s) | 722 | | 252 | | 344 | | 446 | | 498 | | 634 | | 697 | | 234 | |
| Repère | C312N | | C822M | | C822T | | C122N | | C922Q | | C422 | | C322N | | F50 | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % |
| Peau | 3,3 | 20,6 | 2,4 | 3,1 | 2,2 | 17,0 | 2,3 | 17,6 | 2,3 | 31,7 | 1,9 | 52,8 | 2,3 | 51,5 | 2,0 | 13,2 |
| 1/4 ép. | 3,9 | 17,4 | 2,4 | 22,4 | 2,6 | 21,0 | 2,6 | 19,9 | 2,6 | 18,7 | 2,8 | 15,7 | 3,5 | 19,1 | 2,0 | 21,3 |
| Coeur | 4,0 | 17,2 | 3,0 | 18 | 3,0 | 19,4 | 3,2 | 14,6 | 3,1 | 16,5 | 3,2 | 14,6 | 3,8 | 18,7 | 2,2 | 29,6 |
| 3/4 ép. | 4,2 | 18,4 | 2,5 | 20,2 | 3,1 | 20,3 | 3,0 | 17,1 | 2,8 | 20,6 | 2,9 | 17,3 | 3,5 | 20,1 | 2,2 | 20,3 |
| Contre-peau | 3,8 | 21,6 | 2,2 | 15,9 | 2,4 | 17,9 | 2,5 | 12,5 | 2,8 | 17,5 | 3,0 | 19,3 | 3,3 | 33,9 | 2,2 | 7,8 |

| Vry (°C/s) | 25 | | | | | | | | | | | | | |
|-------------|-------|------|-------|------|-------|------|-----|-----|------|-----|------|------|-------|------|
| TFR (°C/s) | 264 | | 328 | | 396 | | 473 | | 532 | | 616 | | 672 | |
| Repère | C832R | | C832Q | | C032R | | F45 | | C232 | | C432 | | C332N | |
| | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % | dα | % |
| Peau | 1,8 | 37,2 | 2,1 | 29,5 | 2,2 | 16,3 | 2,5 | 0,0 | 2,4 | 0,0 | 2,2 | 0,0 | 2,4 | 0,8 |
| 1/4 ép. | 2,0 | 38,9 | 2,3 | 29,4 | 2,8 | 6,7 | 2,7 | 0,0 | 2,7 | 0,0 | 2,5 | 0,0 | 2,7 | 13,3 |
| Coeur | 2,4 | 33,3 | 2,6 | 25,5 | 2,7 | 9,3 | 2,8 | 0,0 | 2,7 | 2,0 | 2,6 | 4,4 | 3,2 | 13,2 |
| 3/4 ép. | 2,2 | 33,1 | 2,6 | 27,2 | 2,3 | 17,1 | 2,8 | 0,0 | 2,6 | 2,5 | 2,6 | 15,1 | 3,3 | 15,3 |
| Contre-peau | 2,1 | 30,0 | 2,3 | 29,9 | 2,1 | 21,8 | 2,6 | 0,0 | 2,5 | 6,6 | 2,6 | 14,7 | 3,2 | 16,8 |

Tableau 11: Evolutions de la taille moyenne ($d\alpha$) en μm des grains de la matrice, et de la fraction de secondes phases (%) en fonction des conditions de refroidissement. Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb).

V.3.1.2.b) Distribution de la taille des grains. Modèle de Schwartz - Saltykov

La longueur moyenne interceptée sur une surface polie est statistiquement une bonne définition de la taille des grains [7]. Cependant, ce paramètre n'est pas suffisant pour caractériser une structure. Il est également nécessaire de connaître la distribution de la dimension des grains, puisque la dispersion de la taille de grains peut avoir une incidence importante sur les caractéristiques mécaniques [4, 16].

Afin de déterminer la répartition de la taille des grains il est indispensable de connaître la taille réelle de ces grains. Selon la nature du paramètre mesuré, les diverses méthodes analytiques de conversion de la distribution des sections

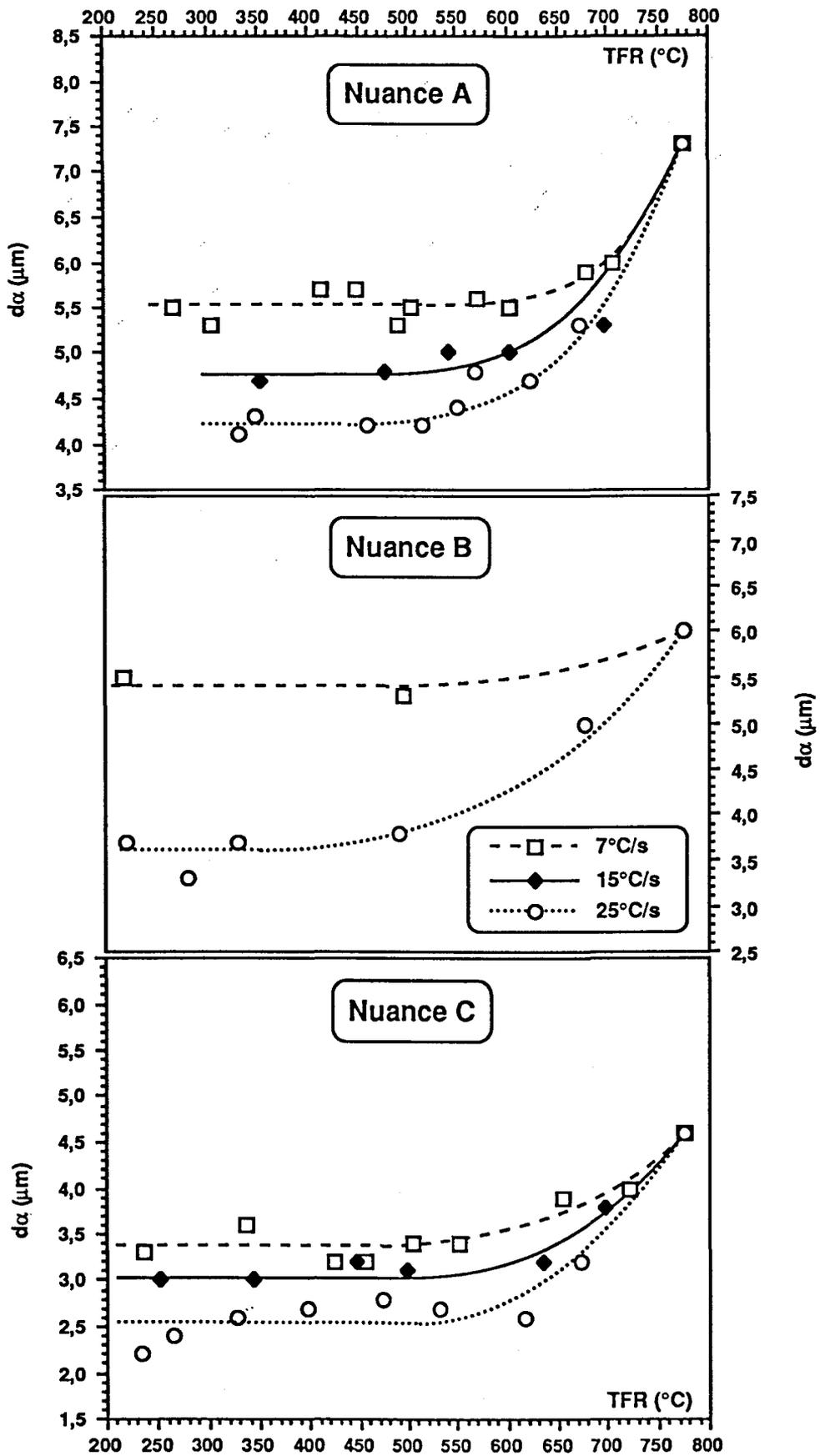


Figure 87: Variations de la taille de grains de la matrice à coeur avec les paramètres du RAD dans les aciers A, B et C.

bidimensionnelles (surfaces polies) en distribution spatiale peuvent se diviser en trois classes. Ces trois variantes se distinguent par: 1) la mesure des diamètres des sections, 2) la mesure des aires des sections et 3) la mesure des longueurs de cordes interceptées. Les différentes méthodes de calcul reposent sur le décompte du nombre de sections observables sur le plan de polissage et sur la mesure de leurs dimensions selon l'un des trois critères retenus. A partir de ces données, il est possible de déduire le nombre et la taille probables des grains qui ont donné naissance à la distribution des sections observées. Dans le cas présent, le premier critère de mesure a été choisi, et la mesure des diamètres des sections de grains a été réalisée sur analyseur d'images. Différents algorithmes de calcul, qui ne seront pas développés ici, existent. Celui retenu est dû à Saltykov qui n'est qu'une amélioration de la méthode de Schwartz [7].

Les histogrammes des diamètres de grains de quelques échantillons des nuances A et C sont représentés à la figure 88. Les distributions des tailles de grains suivent sensiblement des lois log-normales. Cette forme de distribution est généralement la plus proche des résultats expérimentaux [7]. Par ailleurs, Il est intéressant de noter que l'acier C présente une plus faible dispersion de tailles de grains que la nuance A après refroidissement à l'air, alors que la comparaison des structures peut laisser penser le contraire (cf figure 76). Cette différence de dispersion entre les nuances se retrouve quelle que soient les conditions de refroidissement accéléré.

La caractérisation de la distribution par l'écart-type permet de chiffrer la dispersion de la taille des grains et conduit aux résultats de la figure 89. De façon semblable à la réduction du diamètre moyen des grains avec l'augmentation de la sévérité du refroidissement accéléré, la figure 89 met en évidence une réduction de la dispersion. Le refroidissement accéléré doux a donc pour conséquences d'affiner et de rendre plus homogène la structure.

A partir de la distribution des tailles de grains il est possible de calculer un diamètre moyen. la comparaison de ce résultat avec la longueur moyenne interceptée montre en fait que ces deux grandeurs sont directement proportionnelles. A la seule fin de faciliter le rapprochement des présents résultats à ceux d'autres études, la longueur moyenne interceptée est le critère retenu pour caractériser la dimension des grains.

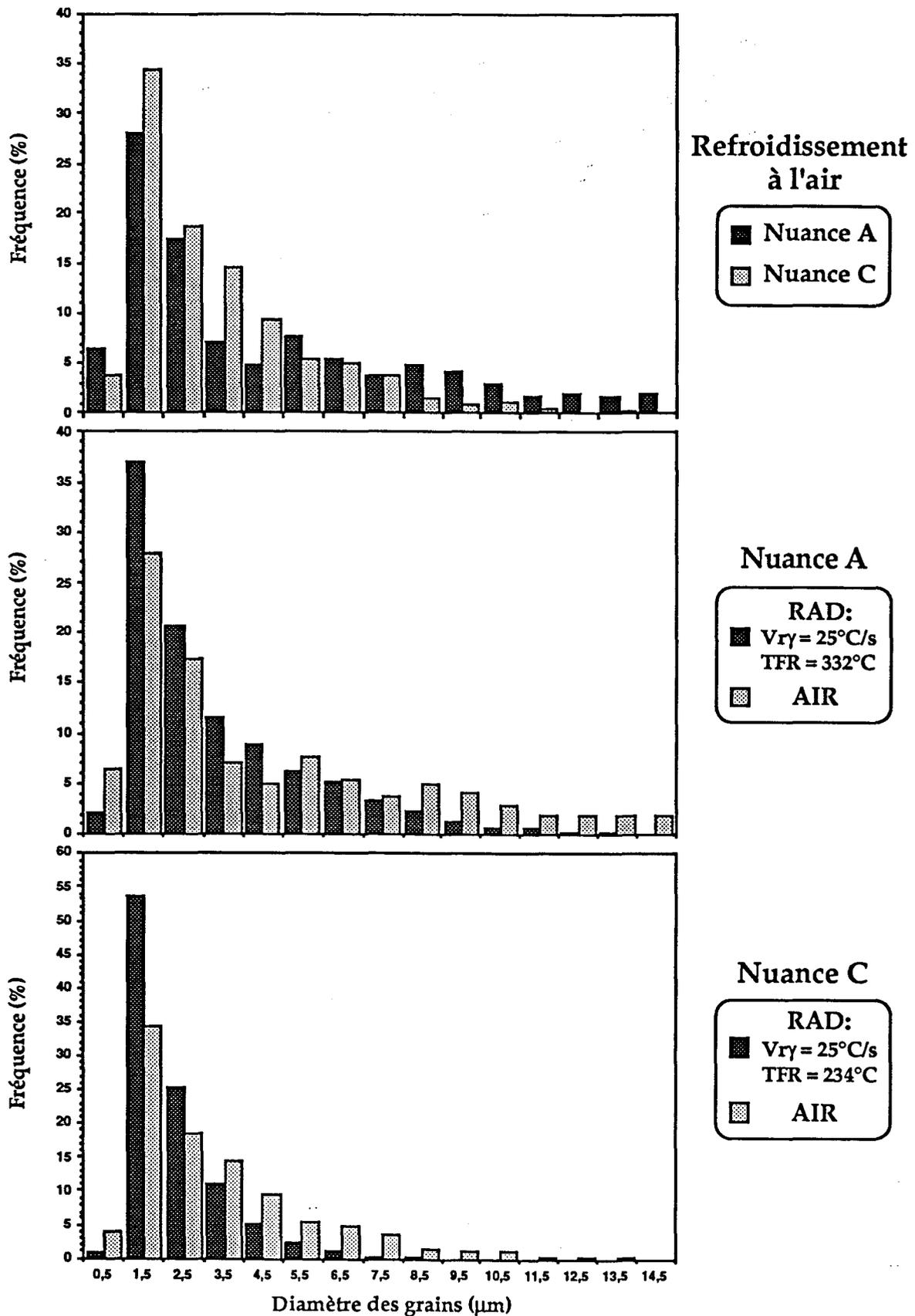


Figure 88: Histogrammes des tailles de grains de la matrice. a) comparaison des nuances A et C après refroidissement à l'air. b), c) effet du RAD sur la distribution des diamètres de grains.

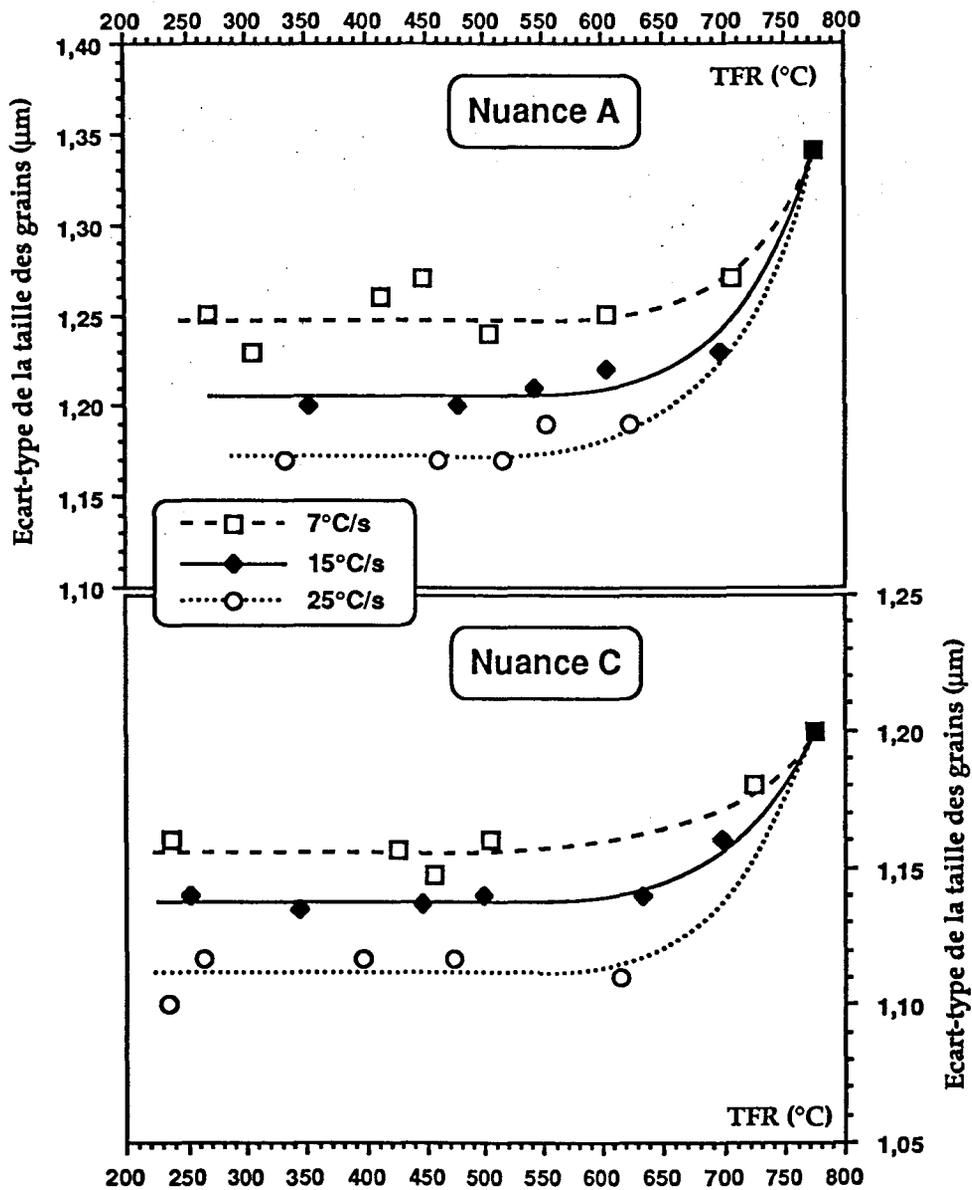


Figure 89: Effet du refroidissement accéléré sur la dispersion de la taille des grains de la matrice.

V.3.1.2.c) Morphologie des grains de la matrice

Parallèlement à la réduction de α_x , les grains de la matrice deviennent de moins en moins équiaxes avec l'augmentation de la sévérité du refroidissement accéléré. L'acicularité de la matrice étant d'autant plus prononcée que la trempabilité de l'acier est élevée. La nuance C présente ainsi aux très basses TFR et quelle que soit la vitesse de refroidissement des domaines où la structure est du type ferrite de Widmanstätten (figure 90). Ces domaines sont généralement en contact avec les bandes de ségrégation.

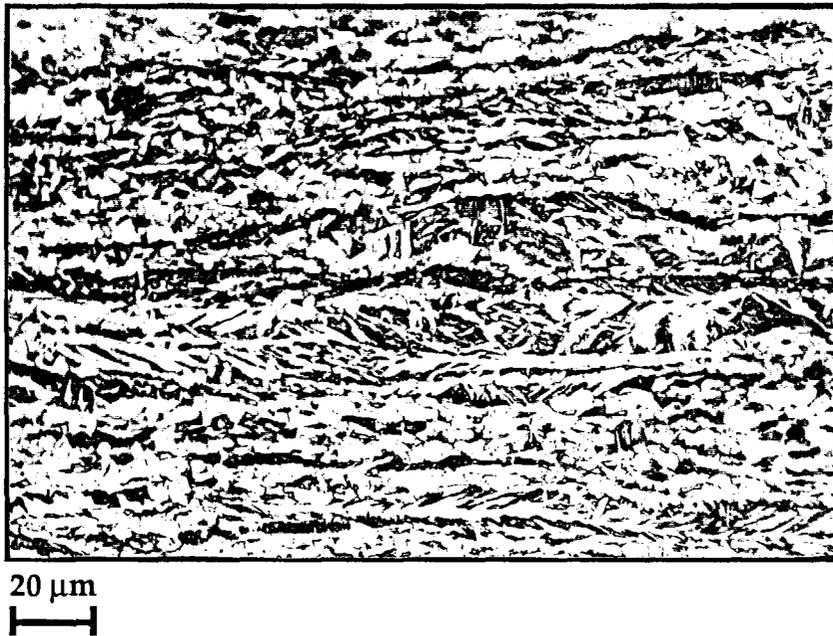


Figure 90: Microscopie optique. Aspect de la structure de Widmanstätten présente dans la coulée C aux basses TFR.

V.3.1.2.d) Variation de la taille des grains dans l'épaisseur des tôles

La microstructure présente un affinement régulier du coeur vers la peau. A titre d'exemple, la taille moyenne des grains de la matrice de la coulée A, refroidie à 25°C/s jusqu'à une TFR de 672°C est de 3,2 μm en peau de tôle, de 4,5 μm à quart-épaisseur et de 5,2 μm à coeur.

La figure 91 (page 150) illustre les évolutions de la taille des grains en surface de larges en fonction de la TFR, pour les différentes vitesses de refroidissement. Sur cette figure, les températures de fin de refroidissement ainsi que les vitesses V_{ry} sont celles mesurées au coeur des produits. Par ailleurs, la taille de grain qui est reportée sur les graphes est égale à la moyenne des mesures effectuées en peau et en contre-peau.

La variation de la taille des grains de surface avec les paramètres du refroidissement accéléré est semblable à celle obtenue à coeur (Cf figure 87), c'est à dire: réduction de $d\alpha$ avec l'abaissement de la TFR et avec l'augmentation de V_{ry} . Toutefois, dans le cas de la nuance C, il n'est plus possible de distinguer une différence de taille de grains entre les échantillons refroidis à 15°C/s et ceux refroidis à 25°C/s.

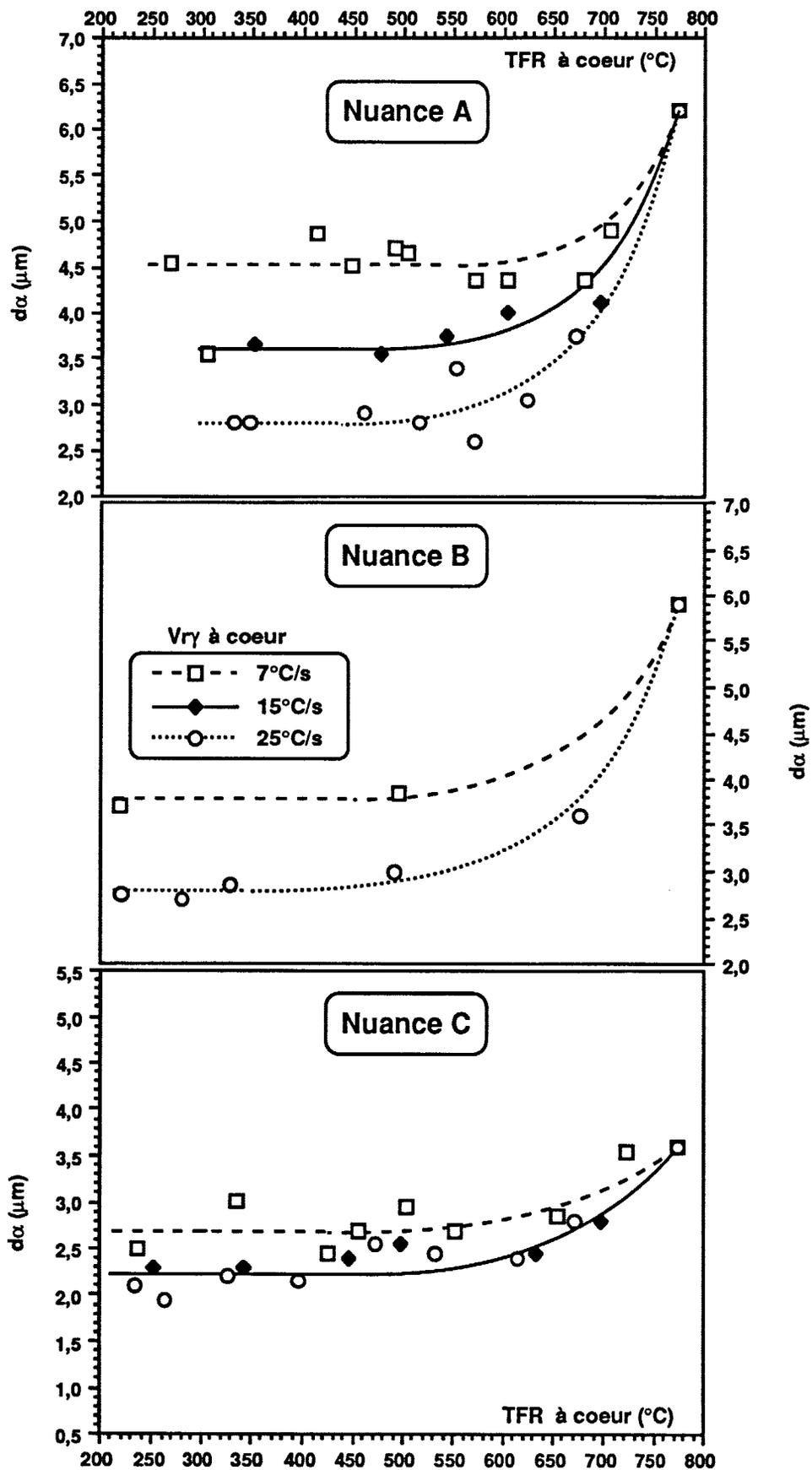


Figure 91: Variations de la taille de grains de la matrice à la surface des largets avec les paramètres du RAD dans les aciers A, B et C.

A partir des figures 87 et 91, il est possible de calculer un écart de taille de grains entre le coeur et la surface des tôles. Cet écart défini par la relation:

$$R = \frac{d\alpha_c - \frac{1}{2} \cdot (d\alpha_p + d\alpha_{cp})}{d\alpha_c} \cdot 100 \quad (V-3)$$

où $d\alpha_c$, $d\alpha_p$ et $d\alpha_{cp}$ sont respectivement les tailles de grains à coeur, en peau et en contre-peau.

est calculé pour chaque vitesse V_{ry} , avec les tailles de grains théoriques obtenues après régression (Cf figures 87 et 91). L'évolution de l'écart R avec les paramètres du RAD, mesurés au coeur des produits, est représentée à la figure 92. Dans le cas de l'acier A, la réduction R augmente lorsque la TFR diminue, pour ensuite se stabiliser à un niveau d'autant plus élevé que la vitesse de refroidissement est importante. Les valeurs de R sont ainsi de 15% après refroidissement à l'air, et valent respectivement environ 19%, 25% et 34% après RAD lorsque V_{ry} est égale à 7°C/s, 15°C/s et 25°C/s. Pour les nuances B et C, l'écart coeur - peau présente un comportement différent en fonction de V_{ry} . Cet écart décroît en effet dans l'acier B lorsque la vitesse de refroidissement augmente, alors qu'il croît tout d'abord, dans l'acier C, lorsque V_{ry} passe de 7 à 15°C/s pour diminuer ensuite lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$. La discussion de ces observations figure au paragraphe VI.1.1.2.

V.3.2) Microscopie électronique en transmission

La microscopie optique, bien qu'indispensable pour déterminer les caractéristiques dimensionnelles et de dispersion des phases, reste cependant insuffisante pour identifier la nature de ces phases. Les techniques de microscopie électronique en transmission (MET), de diffractométrie et de spectrométrie permettent de palier à cette difficulté. Cependant, ces techniques sont d'une mise en oeuvre beaucoup moins immédiate que la métallographie optique. L'ensemble de ces méthodes d'investigation conduit entre autres à la figure 93 (page 153) qui présente les fractions surfaciques des secondes phases, mesurées en microscopie optique par analyse d'images, et la nature de ces secondes phases déterminée par MET et diffractométrie des rayons X.

Les résultats de la figure 93, ainsi que l'étude microstructurale de la matrice vont maintenant être détaillés.

La nuance C présente un large éventail de microstructures. Par conséquent, la description des phases de cet acier est considérée dans un premier temps.

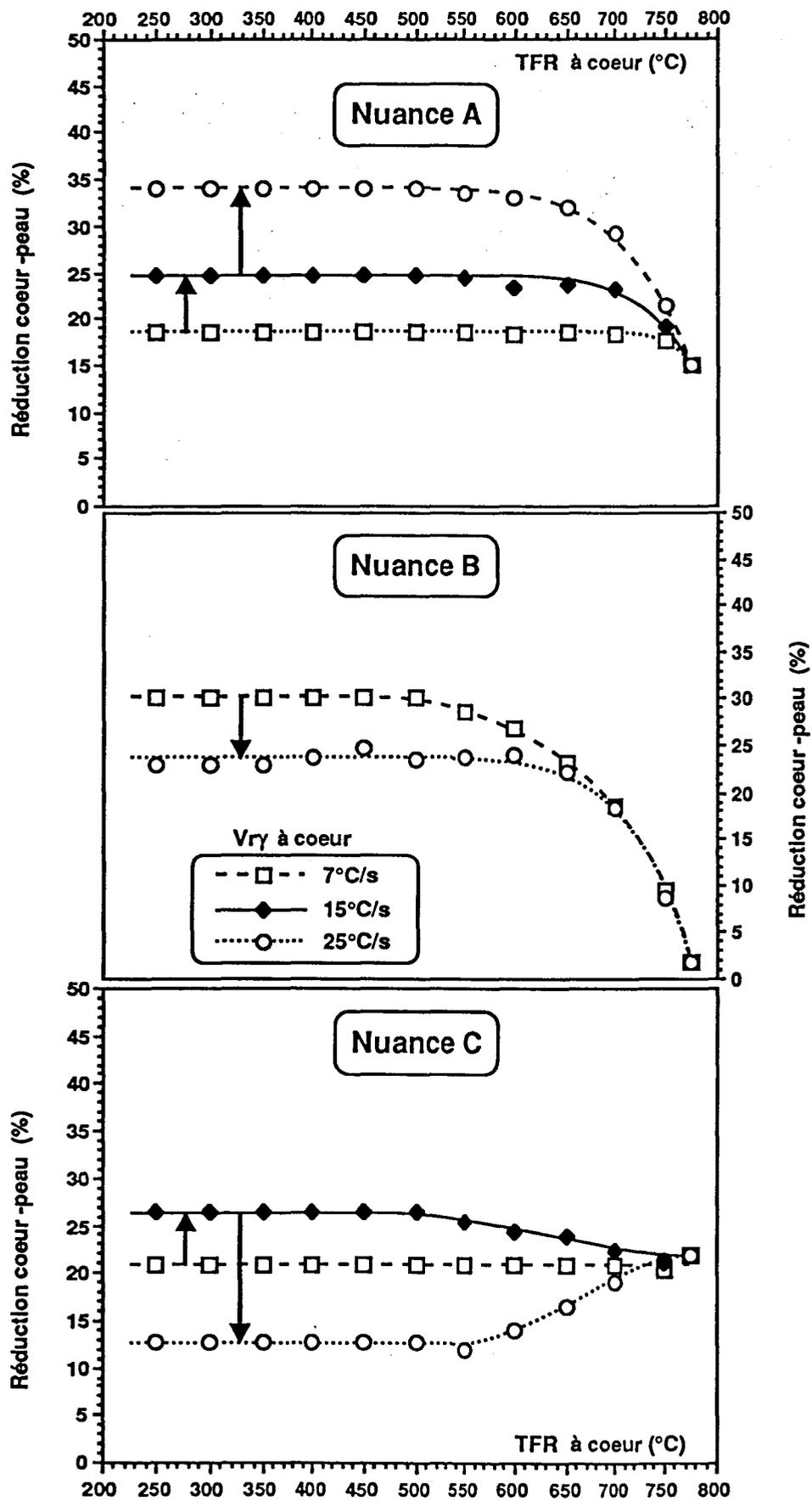


Figure 92: Effet du RAD sur les écarts de tailles de grains entre le coeur et la peau des tôles.

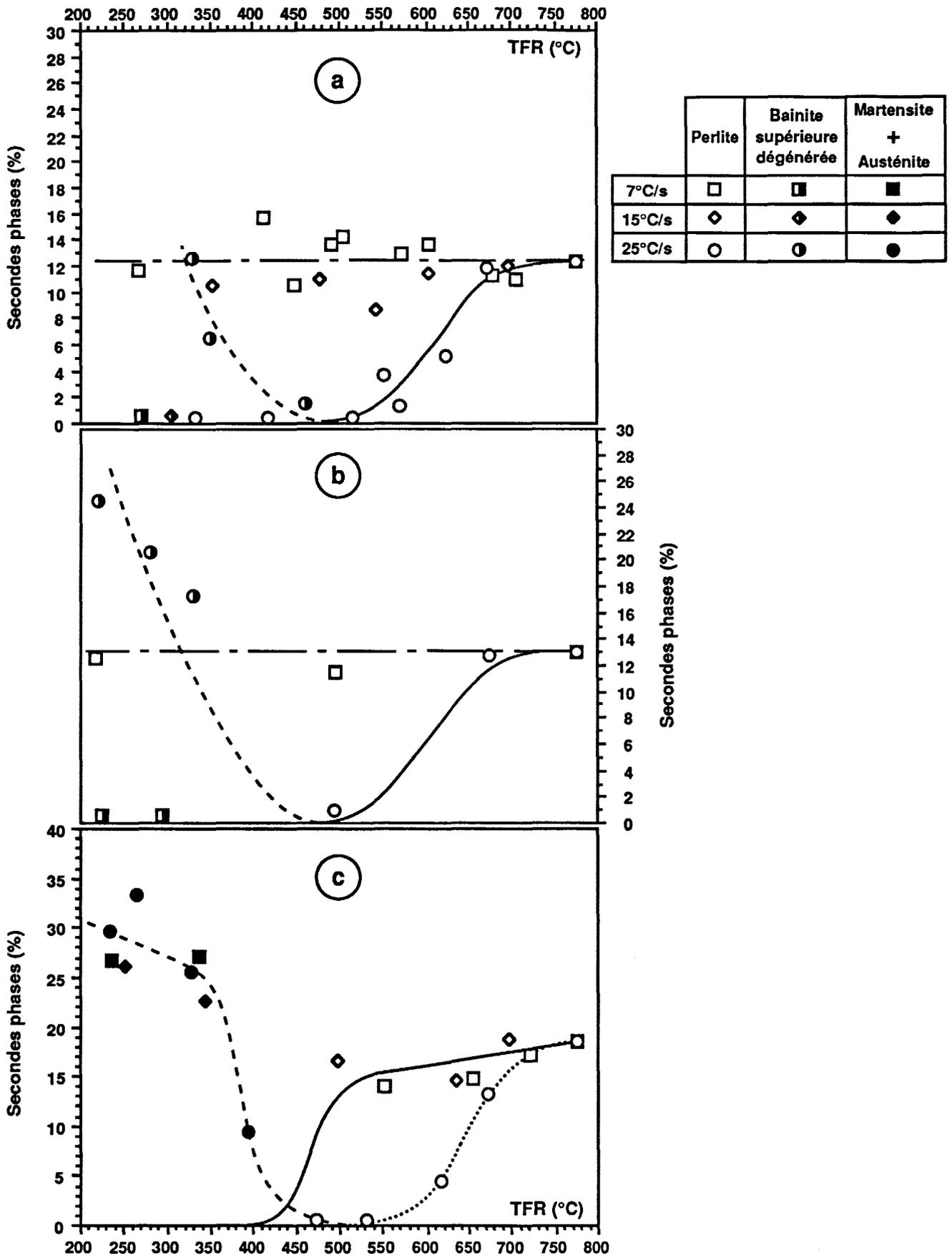


Figure 93: Variations de la nature et de la fraction surfacique des secondes phases avec les conditions de refroidissement. a) Nuance A, b) nuance B, c) nuance C.



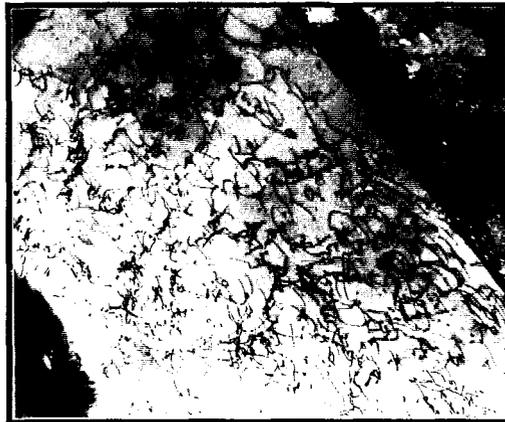
2 μm

a)



2 μm

b)



1 μm

c)

Figure 94: Microscopie électronique en transmission. Nature de la microstructure observée dans l'acier C après RAD avec une vitesse de refroidissement V_{γ} de $7^{\circ}\text{C}/\text{s}$ jusqu'à une TFR d'environ 550°C . a) Vue générale de la structure. b) Secondes phases perlitiques. c) Aspect de la densité de dislocations dans la ferrite.



1 μm

a)

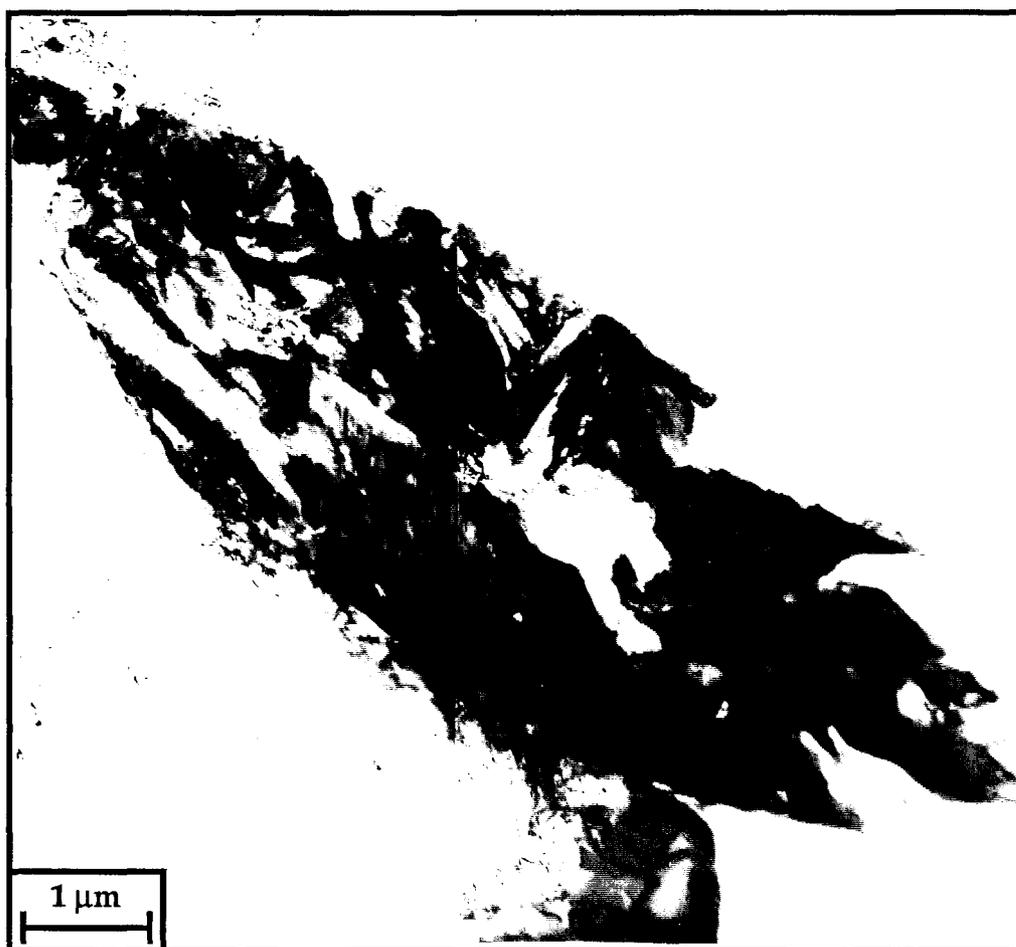


0,5 μm

b)

Figure 95: Microscopie électronique en transmission. Aspect des principales secondes phases observées dans l'acier C pour des TFR comprises entre 350°C et 450°C avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 7°C/s. a) Bainite supérieure en lattes. b) Martensite en lattes.

a)



b)

0,1 μm

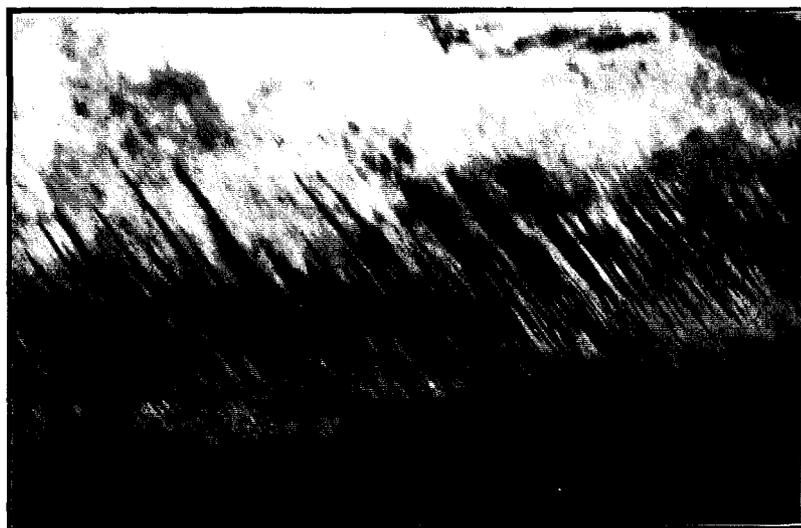


Figure 96: Microscopie électronique en transmission. Aspect des secondes phases martensitiques observées dans l'acier C aux basses TFR (< 350°C) avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 7°C/s. a) Ilots de martensites en lattes et maclées. b) Macles dans la martensite.

V.3.2.1) Caractérisation microstructurale de la coulée C

V.3.2.1.a) *Vitesses de refroidissement V_{γ} de 7°C/s et de 15°C/s*

La structure ferrito-perlitique observée après refroidissement à l'air se conserve lorsque le refroidissement accéléré est conduit à une vitesse V_{γ} de 7°C/s ou de 15°C/s jusqu'à des températures de fin de refroidissement supérieures ou égales à 500°C environ (figure 93c). La figure 94 illustre à cet égard la microstructure obtenue après RAD dans les conditions: $V_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$ et TFR = 550°C. Pour ces conditions de refroidissement peu sévères, l'espacement interlamellaire S_0 de la perlite est égal à 0,11 μm comme après refroidissement à l'air. La densité de dislocations quant à elle est légèrement supérieure à celle observée après refroidissement naturel à l'air. La densité de dislocations, mesurée manuellement, est en effet d'environ $10^9/\text{cm}^2$ contre $10^8/\text{cm}^2$ après refroidissement à l'air.

Lorsque la température de fin de refroidissement devient inférieure à 500°C, le caractère trempant des secondes phases augmente avec la réduction de la TFR (figure 93c). Pour les températures de fin de refroidissement comprises entre 350°C et 500°C, les secondes phases sont essentiellement de nature bainitique supérieure en lattes avec de nombreux carbures interlattes (figure 95). Des îlots de martensite en lattes apparaissent également en plus faible proportion, et il subsiste encore pour ces TFR quelques traces de perlite. La réduction de la TFR dans ce domaine de température conduit à une modification de la fraction spécifique de chacune de ces secondes phases dans le sens des structures de diffusion (perlite) vers les structures displacives (martensite). Cependant il est délicat, voire impossible, de quantifier de façon précise la proportion de chaque phase par microscopie électronique en transmission du fait des forts grossissements inhérents à la technique.

Aux plus basses températures de fin de refroidissement (< 350°C), la structure en bandes conserve un aspect identique en microscopie optique à la structure ferrito-perlitique observée aux plus hautes TFR. elle est cependant d'une nature très différente. En effet aux plus basses TFR, les secondes phases sont constituées de martensites (en lattes et maclées), voir figure 96, et d'austénite (figure 93c). L'existence de cette dernière phase a été démontrée de manière formelle par diffraction des rayons X (voir paragraphe V.3.3). Son identification par microscopie électronique en transmission est beaucoup plus délicate compte tenu de l'épaisseur importante des plages concernées [17, 18]. Par ailleurs, la matrice de structure cubique centrée est plus disloquée qu'aux hautes températures de fin de refroidissement.



1 μm

Figure 97: Microscopie électronique en transmission. Aspect des secondes phases de type bainite supérieure en lattes observées dans l'acier C aux TFR intermédiaires (450°C - 550°C) avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 25°C/s.



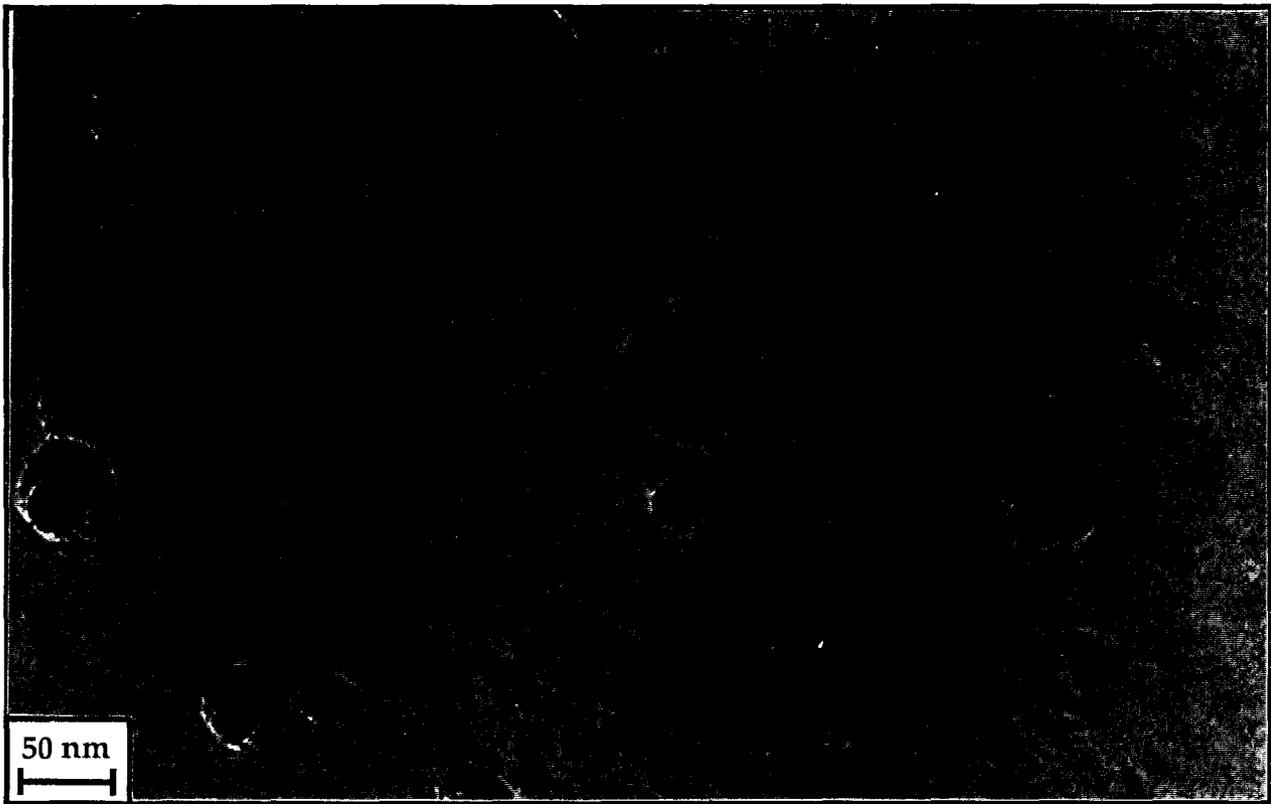
Figure 98: Microscopie électronique en transmission. Aspect de la matrice ferritique observée dans l'acier C aux TFR intermédiaires (450°C - 550°C) avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 25°C/s.



Figure 99: Microscopie électronique en transmission. Aspect de la matrice bainitique observée dans l'acier C aux TFR intermédiaires (450 °C - 550 °C) avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 25 °C/s.



Figure 100: Microscopie électronique en transmission. Aspect de la microstructure observée dans l'acier C aux basses TFR (< 350°C) avec une vitesse de refroidissement V_{ry} de 25°C/s.



a)



b)

Figure 102: Précipités intragranulaires nanométriques dans l'acier C après a) refroidissement à l'air, b) Refroidissement accéléré doux avec $V_{\gamma} = 25 \text{ °C/s}$ et $T_{FR} = 250 \text{ °C}$.

V.3.2.1.b) Vitesse de refroidissement V_{ry} de 25°C/s

Avec la vitesse de refroidissement maximale testée dans cette étude, la nature de la matrice et des secondes phases évolue rapidement avec la baisse de la température de fin de refroidissement.

Les secondes phases de type perlitique présentes aux hautes TFR voient leur fraction volumique décroître brusquement lorsque la TFR diminue (figure 93c). Dans le domaine des températures de fin de refroidissement intermédiaires (450 - 550°C), la fraction de perlite est proche de zéro, seuls quelques rares îlots subsistent. En lieu et place de la perlite, il apparaît dans ces conditions de refroidissement des domaines de bainite supérieure en lattes, finement dispersés au sein de la matrice (figure 97). Toutefois, la fraction totale de secondes phases reste très faible dans la gamme des températures intermédiaires de fin de refroidissement.

Par ailleurs, aux valeurs de TFR inférieure à 550°C, la microscopie électronique en transmission révèle que la matrice est constituée de ferrite et de bainite. Cependant, comme l'illustrent les figures 98 et 99, la distinction de la ferrite et de la bainite peut être délicate, compte tenu du type plutôt granulaire ("lattes" relativement équiaxes) de la bainite. La structure classique en lattes est en effet peu fréquente. La distinction entre les deux constituants ferritique et bainitique de la matrice repose en fait sur trois critères microstructuraux: 1) une densité de dislocations plus élevée dans la bainite granulaire, qui atteint $10^{11}/\text{cm}^2$, 2) une densité de carbures intergranulaires supérieure dans les domaines ferritiques, ce qui est la conséquence d'une température de transformation plus élevée, et 3) une morphologie équiaxe plus prononcée pour la ferrite. Il reste toutefois difficile de quantifier la proportion de chacune de ces deux phases puisqu'elles sont intimement mélangées et que leur aspect voisin rend impossible leur distinction par microscopie optique.

Aux très basses températures de fin de refroidissement ($< 350^\circ\text{C}$), le caractère trempant de la matrice augmente. La proportion de bainite granulaire semble en effet plus importante qu'aux TFR intermédiaires. De plus, il apparaît plus fréquemment des zones de la matrice ayant une structure en lattes (figure 100). Dans ce domaine des basses températures de fin de refroidissement, la fraction de secondes phases est également plus élevée qu'aux TFR intermédiaires. Leur nature est comme aux vitesses de 7°C/s et de 15°C/s exclusivement martensitique (figure 93c). Hormis la taille des grains et la trempabilité de la matrice, la fine

dispersion des flots martensitiques rencontrés aux basses TFR et lorsque $V_{ry} = 25^{\circ}\text{C}/\text{s}$ est la principale différence qui distingue cette structure de celles observées aux plus faibles vitesses de refroidissement.

V.3.2.1.c) Etat de la précipitation intragranulaire

Les histogrammes de la figure 101 sont représentatifs de la distribution des tailles de précipités observés après refroidissement à l'air (figure 101a) et après refroidissement accéléré dans les conditions extrêmes (figure 101b).

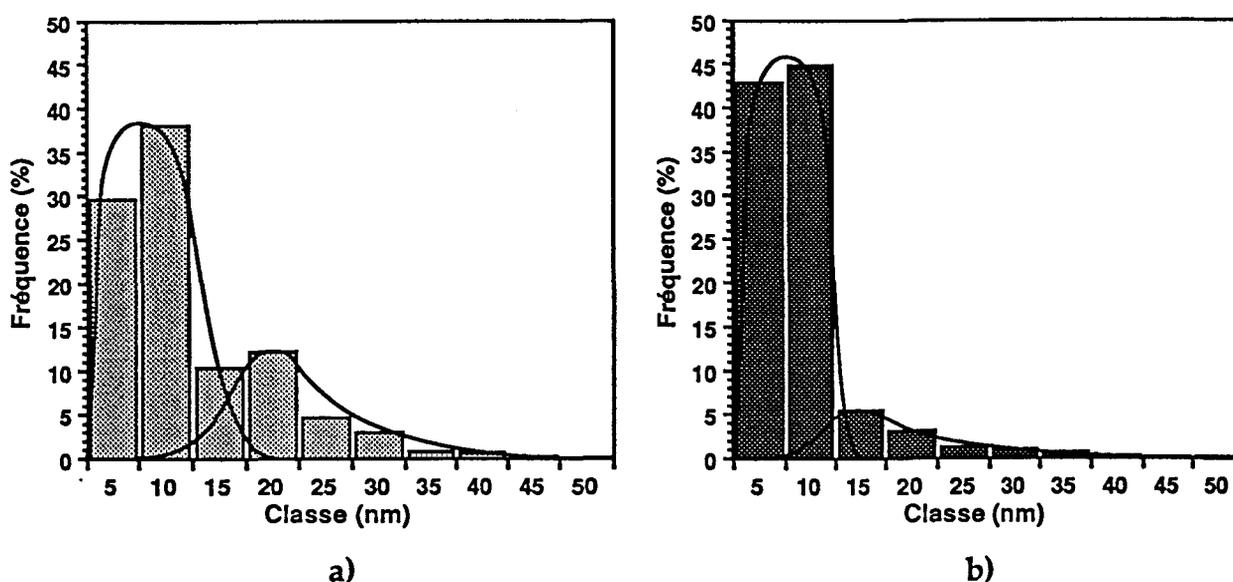


Figure 101: Histogrammes des tailles de précipités dans l'acier C.
 a) Précipitation après refroidissement à l'air.
 b) Précipitation après RAD. $V_{ry} = 25^{\circ}\text{C}/\text{s}$, TFR = 250°C .

La comparaison de ces deux histogrammes montre que l'accélération du refroidissement provoque un affinement des précipités qui se caractérise par une proportion de particules nanométriques supérieure après refroidissement accéléré (figure 102).

Près de 90% des précipités se caractérisent par une dimension inférieure à 10 nm, alors que cette classe de tailles ne représente qu'environ 70% après refroidissement naturel à l'air. Cette augmentation du nombre de fins précipités se traduit par une densité de 120 particules/ μm^2 lorsque $V_{ry} = 25^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et que la TFR est voisine de 250°C , contre 80 particules/ μm^2 après refroidissement à l'air. Par ailleurs,

l'affinement de la taille des précipités se caractérise également par une réduction de la taille des plus grosses particules, puisque leur population est centrée sur 15 nm, contre 20 nm dans l'état refroidi à l'air. Cette taille de 15 nm correspond à celle observée en fin de laminage. Cette dernière constatation suggère que l'accélération du refroidissement empêche la croissance des précipités formés au cours du laminage, au contraire du refroidissement à l'air.

L'état de précipitation pour des conditions de TFR intermédiaires a également été étudié. Ces résultats n'ont pu être exploités car les précipités se sont présentés en amas sur les répliques d'extraction. Ces agrégats sont caractéristiques d'un défaut de polissage avant dépôt du film de carbone [19].

V.3.2.2) Caractérisation microstructurale des coulées A et B

Les nuances A et B ne présentent pas une variation de la nature de leurs phases constituantes aussi importante que la coulée C avec les conditions de refroidissement. Par ailleurs, exception faite de la taille des grains de la matrice, les microstructures des nuances A et B sont très semblables.

V.3.2.2.a) *Vitesses de refroidissement Vryde 7°C/s et de 15°C/s*

Pour ces vitesses de refroidissement, les secondes phases sont de type perlitique quelle que soit la température de fin de refroidissement (figures 93a et 93b). Il apparaît seulement aux très basses TFR (< 350°C) des traces d'une structure intermédiaire entre la perlite et la bainite supérieure en lattes. Cette structure non classique, chargée en dislocations et comprenant de nombreux carbures sous forme de bâtonnets ou de plaquettes, a déjà été observée dans des aciers plus alliés par EDMONDS et al [20]. Ce type de seconde phase est qualifiée dans cette étude de bainite supérieure dégénérée du fait d'une part de son mécanisme de formation semi-displacif et d'autre part du manque de définition des lattes. L'espacement interlamellaire S_0 mesuré aux plus basses températures de fin de refroidissement est d'environ 0,12 μm . Le refroidissement accéléré doux semble donc conduire à une réduction de S_0 puisque la mesure effectuée après refroidissement à l'air donne 0,17 μm d'espacement entre les lamelles de cémentite. Toutefois, ces mesures, effectuées sans tenir compte de l'orientation des plaquettes par rapport au faisceau électronique ne représentent pas l'espacement interlamellaire réel. Par conséquent, elles ne donnent que la tendance de l'évolution de S_0 avec le refroidissement.



a)



b)



c)

Figure 103: Microscopie électronique en transmission. Aspect de la microstructure de l'acier A après refroidissement accéléré à 25°C/s jusqu'à 350°C. a) Vue générale de la structure. b) Perlite lamellaire. c) Bainite supérieure dégénérée.

V.3.2.2.b) Vitesse de refroidissement V_{ry} de 25°C/s

La figure 103 illustre la structure observée dans l'acier A pour une température de fin de refroidissement d'environ 350°C. Lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, le rapport des fractions des secondes phases perlitiques et bainitiques est inversé aux basses TFR. La perlite est en effet à l'état de traces, tandis que la bainite supérieure dégénérée devient prépondérante (figure 93a et 93b). Par ailleurs, la densité de dislocations dans la matrice ne semble pas autant augmenter avec la sévérité du refroidissement que dans l'acier C.

V.3.3) Diffractométrie des rayons X et spectrométrie Mössbauer

La recherche d'austénite est effectuée par diffractométrie des rayons X et par spectrométrie Mössbauer. Cette dernière technique permet de s'affranchir des problèmes de texture cristallographique inhérents aux produits laminés et de doser la teneur en carbone dans l'austénite [21 à 23]. Cependant, la spectrométrie Mössbauer, d'une mise en oeuvre plus longue et nécessitant des temps d'acquisition de plusieurs jours, n'est utilisée dans le cadre de cette étude que pour valider les mesures de fractions volumiques d'austénite obtenues à partir des résultats de diffraction des rayons X.

L'analyse X a permis de révéler la présence d'austénite dans les largets de la nuance C ayant subi un refroidissement accéléré jusqu'aux très basses TFR ($< T_{C3}$), et ceci quelle que soit la vitesse de refroidissement V_{ry} .

Le dosage de l'austénite est réalisé sur des surfaces polies, parallèles au plan de laminage, à différentes positions dans l'épaisseur des largets. La figure 104 (page 168), typique des résultats obtenus par diffractométrie des rayons X, met en évidence différentes familles de plans réticulaires selon la nature des phases présentes et la position dans l'épaisseur des produits. Les plans diffractant sont:

| | |
|--|--|
| $(110)_\alpha, (200)_\alpha, (112)_\alpha$ | pour la ferrite (α), |
| $(111)_\gamma, (200)_\gamma, (220)_\gamma$ | pour l'austénite (γ), |
| $(120)_{\text{Fe}_3\text{C}}$ | pour la cémentite (Fe_3C). |

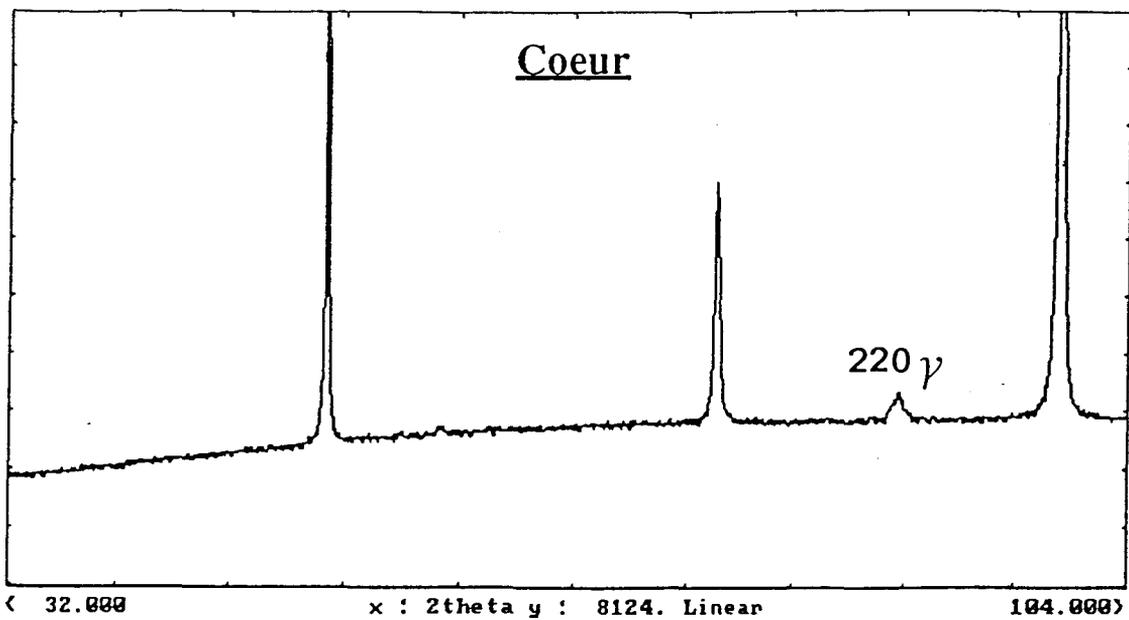
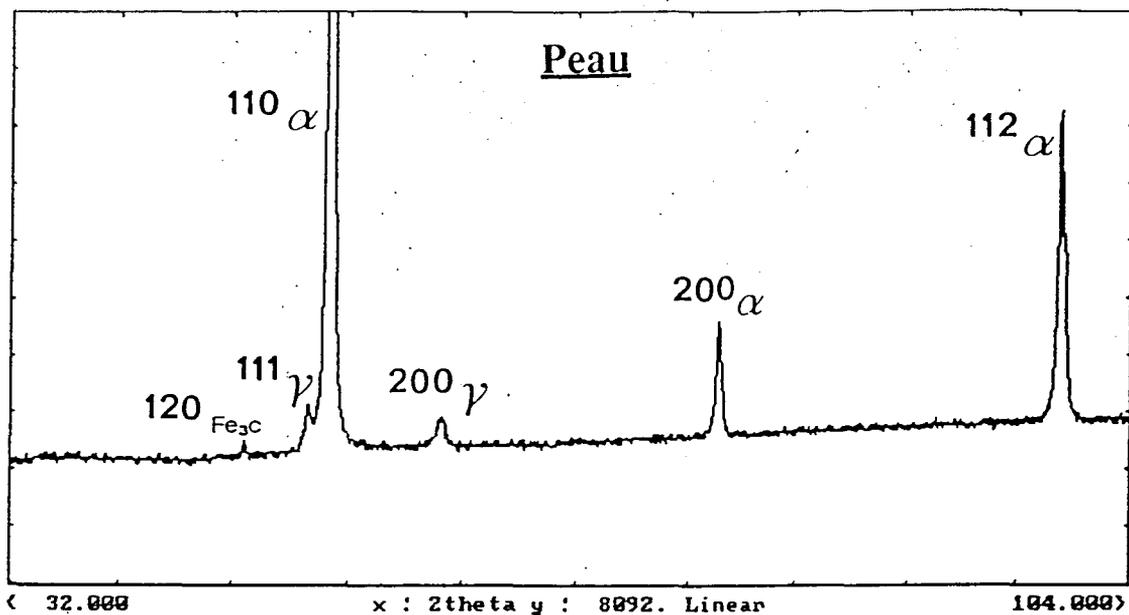


Figure 104: Spectre de diffractométrie des rayons X en peau et coeur des largets de la nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) après RAD, avec $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$ et $\text{TFR} = 340^\circ\text{C}$.

L'intensité de chaque pic est proportionnelle à la fraction volumique de la phase considérée. Si $I_{(hkl)_p}$ est l'intensité diffractée par les plans (hkl) de la phase "p" et C_p la fraction volumique de la phase "p", alors:

$$I_{(hkl)_p} = K_{(hkl)_p} \cdot C_p \quad (V-4)$$

où $K_{(hkl)_p}$ est une constante de proportionnalité qui dépend de différents facteurs cristallographiques, et des caractéristiques du faisceau incident et de l'appareillage [24 à 26]. Le développement de la constante $K_{(hkl)_p}$ est donné à l'annexe IV. Le dosage des fractions volumiques repose sur le calcul des rapports des intensités (aires) des pics de diffraction, mesurées sur les spectres d'analyse. Tous calculs faits (Cf annexe IV), le système d'équations (V-5) obtenu est le suivant:

$$\left(\begin{array}{l} C_\alpha = \frac{1}{1 + \frac{\sum_r K_{(h_r k_r l_r)}^*}{\sum_r I_{(h_r k_r l_r)}_\alpha} \cdot \left[\frac{\sum_s I_{(h_s k_s l_s)}_\gamma}{\sum_s K_{(h_s k_s l_s)}^*} + \frac{\sum_t I_{(h_t k_t l_t)}_{Fe_3C}}{\sum_t K_{(h_t k_t l_t)}^*} \right]} \\ C_\gamma = \frac{1}{1 + \frac{\sum_s K_{(h_s k_s l_s)}^*}{\sum_s I_{(h_s k_s l_s)}_\gamma} \cdot \left[\frac{\sum_r I_{(h_r k_r l_r)}_\alpha}{\sum_r K_{(h_r k_r l_r)}^*} + \frac{\sum_t I_{(h_t k_t l_t)}_{Fe_3C}}{\sum_t K_{(h_t k_t l_t)}^*} \right]} \\ C_{Fe_3C} = 1 - C_\alpha - C_\gamma \end{array} \right)$$

Dans ce système, les coefficients $K_{(hkl)_p}^*$ sont égaux aux coefficients $K_{(hkl)_p}$, simplifiés des caractéristiques du faisceau incident et d'appareillage, et de l'absorption du mélange:

$$I_{(hkl)_p} = K_{(hkl)_p} \cdot C_p = K_{(hkl)_p}^* \cdot \left[\left(\frac{I_0 e^4}{m^2 \cdot C^4} \right) \cdot \left(\frac{\lambda^3 \cdot S}{32 \cdot \pi \cdot r} \right) \cdot \frac{1}{\mu_m} \right] \cdot C_p$$

La minimisation des effets de texture dans le calcul des fractions volumiques est effectuée en utilisant la méthode de BEU [24] qui consiste à considérer non pas un pic par phase, mais la somme des intensités des différents pics de chaque phase, comme illustré dans les relations (V-5).

Le calcul des constantes $K_{(hkl)_p}^*$ conduit aux résultats du tableau 11:

| Phase | Plan | θ (°) | d (Å) | $K_{(hkl)_p}^*$ |
|----------|-------|--------------|-------|-----------------|
| | (110) | 26,3 | 2,027 | 116,9 |
| α | (200) | 38,7 | 1,433 | 15,2 |
| | (112) | 49,9 | 1,170 | 32,9 |
| | (111) | 25,6 | 2,070 | 87,9 |
| γ | (200) | 29,9 | 1,793 | 37,8 |
| | (220) | 44,9 | 1,268 | 20,7 |
| Fe_3C | (120) | 23,8 | 2,218 | 6,3 |

Tableau 12: Valeurs des coefficients $K_{(hkl)_p}^*$ apparaissant dans les relations de dosage des phases par diffractométrie des rayons X.

A partir des résultats du tableau 11, le système d'équation (V-5) devient:

$$\left(\begin{array}{l} C_{\alpha} = \frac{1}{1 + \frac{165}{(I_{(110)_{\alpha}} + I_{(200)_{\alpha}} + I_{(112)_{\alpha}})} \cdot [0,007 \cdot (I_{(111)_{\gamma}} + I_{(200)_{\gamma}} + I_{(220)_{\gamma}}) + 0,16 \cdot I_{(120)_{Fe_3C}}]} \\ C_{\gamma} = \frac{1}{1 + \frac{146,4}{(I_{(111)_{\gamma}} + I_{(200)_{\gamma}} + I_{(220)_{\gamma}})} \cdot [0,006 \cdot (I_{(110)_{\alpha}} + I_{(200)_{\alpha}} + I_{(112)_{\alpha}}) + 0,16 \cdot I_{(120)_{Fe_3C}}]} \\ C_{Fe_3C} = 1 - C_{\alpha} - C_{\gamma} \end{array} \right)$$

Les fractions volumiques d'austénite, de ferrite et de cémentite, dans les largets de la nuance C aux TFR inférieures à T_{C3} et aux V_{γ} de 7 et 25 °C/s, sont calculées selon le système d'équations (V-6) ci-dessus. Les résultats sont reportés à la figure 105 en fonction de la distance à la face supérieure des tôles (peau).

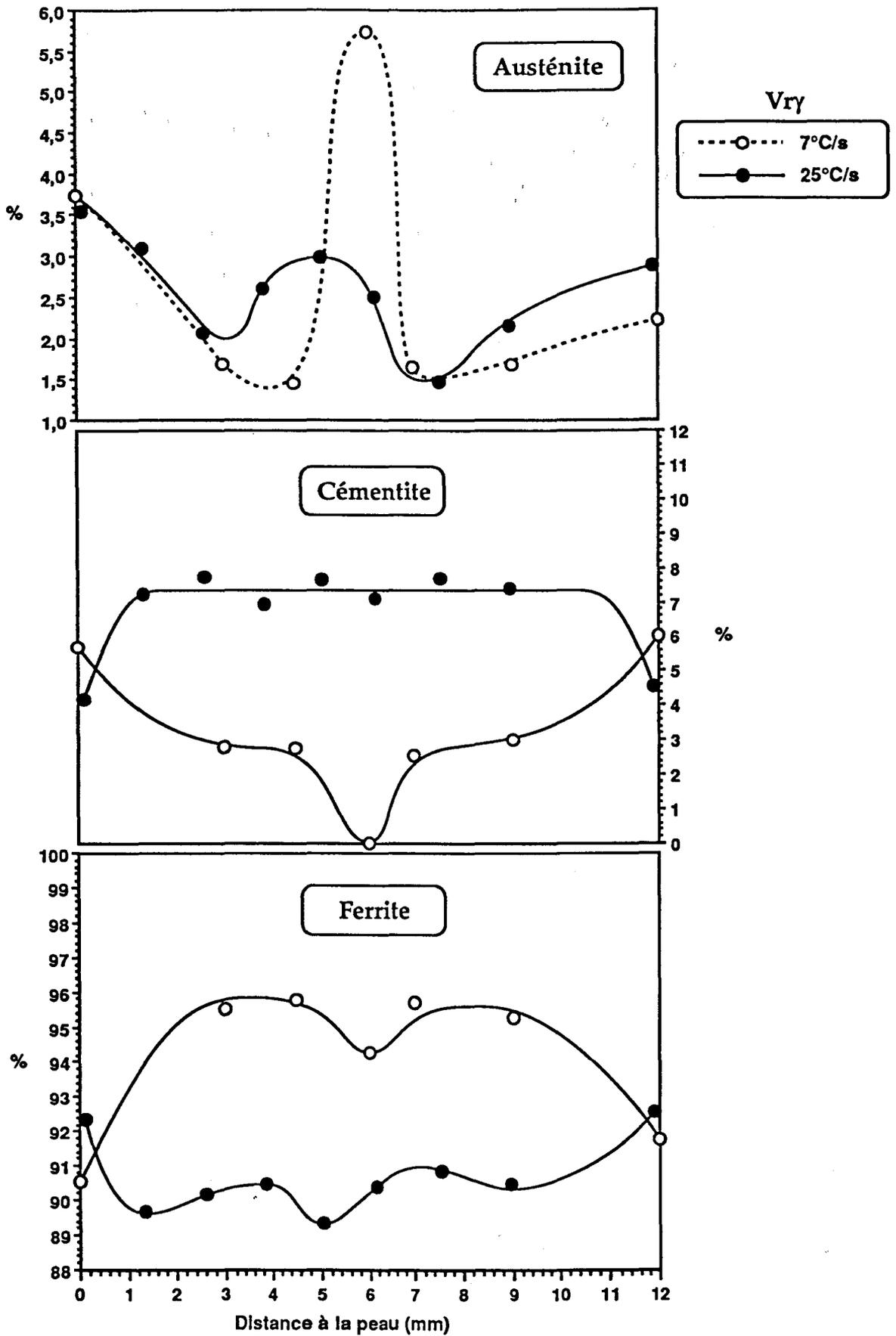


Figure 105: Variations des fractions volumiques d'austénite, de cémentite et de ferrite dans l'épaisseur des largets. Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), TFR < T_{C3}.

Les largets décrits à la figure 105 présentent une dissymétrie des fractions volumiques des différentes phases entre la peau et la contre-peau. En effet, la proportion d'austénite est plus élevée sur la face supérieure des largets. Pour une vitesse de refroidissement V_{ry} de 7°C/s , la fraction volumique d'austénite C_{γ} , égale environ à 5% en peau, décroît jusqu'à 1% à quart-épaisseur avant de remonter à un niveau proche de 4% au coeur des largets. Ensuite, C_{γ} redécroit de nouveau entre le coeur et le plan de la tôle situé aux trois-quarts de l'épaisseur puis semble augmenter légèrement en allant vers la contre-peau sans atteindre le niveau mesuré en peau. La dissymétrie de structure entre la peau et la contre-peau résulte sans aucun doute d'un refroidissement plus sévère en peau de tôle. Lorsque $V_{ry} = 25^{\circ}\text{C/s}$, on observe également une différence de fraction d'austénite entre les deux faces du larget avec cependant un écart nettement plus important qu'à 7°C/s , puisque C_{γ} est dans ce cas d'environ 11% en peau et de 4% en contre-peau. Par contre, la valeur de C_{γ} à coeur semble identique pour les deux vitesses de refroidissement.

Parallèlement à l'évolution de C_{γ} dans l'épaisseur du produit, les fractions volumiques de cémentite et de ferrite varient également. Il convient de noter que la fraction volumique de ferrite mesurée par les techniques de diffractométrie regroupe en fait les fractions des différentes phases de structure cubique centrée ou quadratique centrée: ferrite, bainite et martensite. La faible teneur en carbone des aciers ne permet pas en effet de distinguer ces trois structures par diffraction des rayons X.

Une discussion plus complète de l'évolution des fractions volumiques des différentes phases dans l'épaisseur de la tôle sera effectuée au chapitre VI.

La spectrométrie Mössbauer a également permis la quantification de la fraction d'austénite et de sa teneur en carbone. Cette technique a été utilisée pour les échantillons de peau et de coeur du larget de nuance C, refroidis à 7°C/s jusqu'à 336°C . La figure 106 montre à titre d'exemple l'allure des spectres Mössbauer qui représentent l'intensité transmise à travers l'échantillon en fonction de la vitesse de la source de rayons γ . La variation de la vitesse de déplacement de la source permet de faire évoluer la longueur d'onde du faisceau incident par effet Doppler. Cette technique révèle dans l'échantillon de coeur une fraction d'austénite de 5% et une teneur en carbone de 0,2%. Pour l'échantillon de peau, les résultats sont respectivement de 4,5% et de 0,3%. Les fractions d'austénite déterminées par cette méthode sont très proche de celles calculées à partir des spectres de rayons X. La spectrométrie Mössbauer valide donc les calculs.

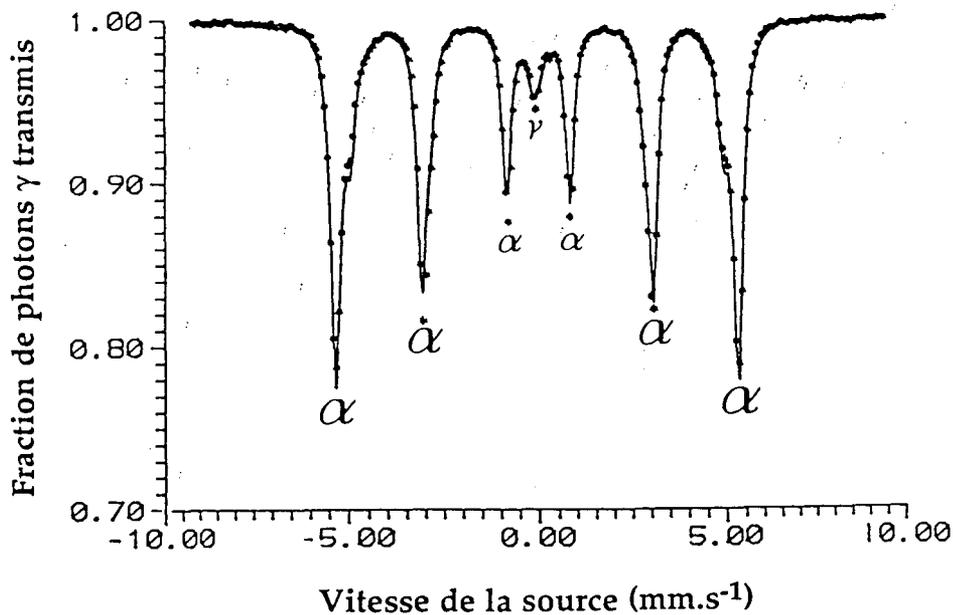


Figure 106: Spectre Mössbauer. Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb),
 $V_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, TFR = 336°C . α = ferrite, γ = austénite.

V.4) RESUME - CONCLUSION

Quel que soit le traitement thermomécanique, la microstructure des aciers est composée de secondes phases dispersées de façon plus ou moins aléatoire avec les phases de la matrice. La nature et la dispersion de ces différents constituants microstructuraux évoluent à la fois avec les conditions de refroidissement et la composition chimique.

V.4.1) Microstructure de la matrice

Pour les différentes conditions de refroidissement, la matrice est composée de ferrite, ou d'un mélange de ferrite et de bainite. La proportion de bainite croît avec la sévérité du refroidissement (augmentation de V_{γ} et/ou diminution de la TFR) et la trempabilité de l'acier (de la nuance A vers la nuance C). Cependant, l'estimation des fractions volumiques de ferrite et de bainite est difficile compte tenu de la similitude de morphologie des deux phases. La microscopie électronique en transmission montre en effet 1) que la ferrite formée par le RAD est d'autant

plus disloquée que les conditions de refroidissement sont sévères, et 2) que la morphologie classique en lattes des bainites est peu fréquente. Quelques traces de bainite en lattes sont uniquement observées dans l'acier C refroidi à 25°C/s jusqu'aux plus basses TFR, voisines de 250°C. De ce fait, la bainite présente de façon générale une morphologie équiaxe de type granulaire. Une étude minutieuse des microstructures est donc nécessaire pour différencier la ferrite de la bainite granulaire. Les critères retenus sont: 1) une densité de dislocations plus élevée dans la bainite granulaire, qui atteint $10^{11}/\text{cm}^2$ dans les conditions de refroidissement les plus sévères, 2) une densité de carbures intergranulaires supérieure dans les domaines ferritiques, ce qui est la conséquence d'une température de transformation plus élevée, et 3) une morphologie équiaxe plus prononcée pour la ferrite. Outre la bainite granulaire et la ferrite disloquée, la matrice de l'acier C contient une quantité notable de ferrite de Widmanstätten dans le cas des refroidissements menés aux basses TFR. Cette dernière structure apparaît seulement au contact des bandes de ségrégation.

Par ailleurs, le refroidissement accéléré conduit à la réduction de la taille moyenne des grains de la matrice ainsi qu'à la dispersion de la taille des grains. L'affinement des grains de la matrice se présente uniquement aux TFR supérieures à 500°C, et cette réduction est d'autant plus marquée que la vitesse de refroidissement V_{ry} est élevée.

V.4.2) Microstructure et distribution des secondes phases

Après refroidissement à l'air, les secondes phases sont constituées essentiellement de perlite en bandes. Ces bandes correspondent aux zones enrichies entre autres en manganèse et parallèles à la surface des tôles. Ce type de structure est observé dans toute l'épaisseur des largets, excepté pour quelques bandes localisées à mi-épaisseur des tôles des nuances B et C. Ces bandes centrales sont constituées de martensite dans l'acier B et d'un mélange de ferrite, de bainite et de carbures dans C.

Après refroidissement accéléré et quelle que soit la vitesse de refroidissement, les secondes phases conservent une nature perlitique tout au moins aux plus hautes TFR. Cette limite en température de fin de refroidissement dépend à la fois de la vitesse de refroidissement et de la composition chimique. La réaction perlitique apparaît dans l'acier C pour des conditions de refroidissement plus restrictives que dans A. Les secondes phases de l'alliage C sont entièrement perlitiques jusqu'à des

températures de fin de refroidissement accéléré d'environ 500°C. Cependant, en dessous d'une TFR de 700°C, la fraction surfacique de perlite est plus faible avec une vitesse de refroidissement de 25°C/s qu'avec une V_{ry} de 7°C/s ou de 15°C/s. Par exemple, dans le domaine des TFR comprises entre 500°C et 700°C, elle reste pratiquement constante et égale à 15% pour $V_{ry} = 7$ et 15°C/s, tandis qu'elle décroît très rapidement lorsque $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, pour devenir nulle si TFR = 500°C. Par ailleurs, quelle que soit la vitesse de refroidissement, aux TFR inférieures à 500°C, la nature des secondes phases de la nuance C se modifie. Aux TFR comprises entre 300°C et 500°C, ces secondes phases sont constituées d'une manière prédominante par de la bainite supérieure en lattes, plus quelques îlots de perlite dégénérée et de martensite. Aux TFR inférieures à 300°C, les secondes phases de l'acier C sont essentiellement de type martensitique (en lattes ou maclées), et comprennent également quelques traces d'austénite. Dans ces conditions de refroidissement, la diffractométrie des rayons X mesure en effet une fraction volumique de 3 à 6% d'austénite à mi-épaisseur des largets.

Au contraire de l'acier C, lorsque V_{ry} est égale à 7 et 15°C/s, et quelle que soit la température de fin de refroidissement, les secondes phases des nuances A et B sont constituées essentiellement de perlite. Pour ces vitesses de refroidissement, la fraction volumique de perlite reste proche de 12 à 13% dans ces deux aciers, même aux plus basses TFR. Dans les échantillons rapidement refroidis à 25°C/s, la fraction surfacique de perlite diminue avec la baisse de la TFR, pour devenir très petite et de l'ordre de 1 à 2% aux TFR inférieures à 500°C. Ces dernières mesures ne sont accessibles que par microscopie électronique en transmission sur lames minces compte tenu de leur faible valeur. Il est intéressant de noter que, comme dans la nuance C, le caractère trempant des secondes phases des alliages A et B augmente avec la baisse de la TFR. En effet, lorsque la TFR devient inférieure à 350°C, il apparaît des secondes phases hautement disloquées, intermédiaires entre la perlite dégénérée et la bainite supérieure en lattes, et comprenant de gros carbures. Cette structure est ici qualifiée de bainite supérieure dégénérée. Lorsque $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, ce type particulier de secondes phases est à l'état de traces, tandis qu'il devient prépondérant pour $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$.

D'autre part, la répartition spatiale des secondes phases dépend à la fois des paramètres du RAD et de la composition chimique. Pour l'acier C, l'épaisseur et la continuité des bandes de secondes phases diminuent avec l'abaissement de la TFR, et surtout avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. La réduction du caractère en bandes de la structure conduit à une distribution plus homogène des

secondes phases. Par ailleurs, l'augmentation de $V\gamma$, et/ou l'abaissement de la TFR, conduisent à une réduction de la taille des flots perlitiques et de l'espacement interlamellaire des plaquettes de cémentite.

V.4.3) Précipitation

Au regard des phénomènes de précipitation, des plaquettes intergranulaires de cémentite et des particules intragranulaires de $(\text{Ti, Nb})(\text{C, N})$ ont été observées. La densité de cémentite intergranulaire diminue avec la formation des phases semi-displacives (bainite). D'autre part, une quantité notable de précipités du type $(\text{Ti, Nb})(\text{C, N})$ est remarquée dans l'acier C à la fin du laminage. Cette observation est en bon accord avec les résultats des analyses chimiques des résidus qui révèlent que 100% du titane et 28% du niobium sont précipités à ce stade du traitement thermomécanique. Après refroidissement à l'air, la densité de carbonitrides de niobium augmente considérablement, et notamment la fraction de précipités d'une taille inférieure à 10 nm. Il est également utile de noter que la teneur en titane diminue avec la taille des particules. Le RAD quant à lui conduit, par rapport au refroidissement à l'air, à un affinement de la précipitation, et n'entrave pas cette dernière même dans les conditions de refroidissement les plus sévères.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE V

- [1] P. CHOQUET, Y. BERTRET. *Prévision de la taille de grain ferritique*. Note IRSID, MS/LAM/PC/FB/5765, juil. 1990.
- [2] M. UNEMOTO. *Grain size estimation from transformation kinetics*. Acta Met., vol 34, n°7, 1986, p 1377.
- [3] C. PERDRIX. *Comportement mécanique et évolution structurale des aciers au carbone pendant le laminage à chaud*. Rapport CESSID, RFP 387, jan. 1985.
- [4] P. DESHAYES. *Effet du process à haute température sur la structure et les propriétés des aciers produits par laminage à température contrôlée*. Rapport de stage, 1990, DMPP, SOLLAC Dunkerque.
- [5] P. CHOQUET, S. GENET, J.J. AERNOUT, H. BIAUSSER. *Optimization of the hot rolling of high grade pipeline steels at the hot strip mill*. "Microalloying 88", Chicago, 1988.
- [6] Y. BERTRET, B. CHAMONT. *Précipitation induite du niobium et du vanadium et influence sur les propriétés*. Rapport IRSID, MS 91-512/BC/FH, août 1991.
- [7] R.T. DEHOFF, F. RHINES. *Quantitative Microscopy*. Edité par McGraw-Hill Book Company, New York, 1968. Traduction française aux éditions Masson et Cie, Paris, 1972.
- [8] M.P. PULS, J.S. KIRKALDY. *The pearlite reaction*. Met Trans A, vol. 3, nov. 1972, pp 2777 - 2796.
- [9] A.R. MARDER, B.L. BRAMFITT. *Effect of continuous cooling on the morphology and kinetics of pearlite*. Met Trans A, vol. 6, nov. 1975, pp 2009 - 2014.
- [10] A.R. MARDER, B.L. BRAMFITT. *The effect of morphology on the strength of pearlite*. Met Trans A, vol. 7, mars 1976, pp 365 - 372.
- [11] B.E. O'DONNELLY, R.L. REUBEN, T.N. BAKER. *Quantitative assessment of strengthening parameters in ferrite pearlite steels from microstructural measurements*. Metals. Technology., fév. 1984, pp 45 - 51.
- [12] N. RIDLEY. *A review of the data on the interlamellar spacing of pearlite*. Met Trans A, vol. 15, juin 1984, pp 1019 - 1036.
- [13] A. KOHN. *Ségrégation dendritique et structure en bandes*. Rev. Mét., n°1, jan. 1970, pp 23 - 36.
- [14] P. BILLOU. *Ségrégation et structure en bandes*. Rapport IRSID, MET 272 PB/NG 311 207, avril 1983.

- [15] S.W. THOMPSON, P.R. HOWELL. *Factors influencing ferrite/pearlite banding and origin of large pearlite nodules in a hypoeutectoid plate steel*. Mat. Sci. and Tech., vol 8, sep. 1992, pp 777 - 784.
- [16] J.P. DUFOUR, J. RANSON, E. COLLIER. *Effet des conditions de laminage à haute température sur les propriétés mécaniques des aciers produits par LTC*. Rapport interne, 92-03-29 M, avril 1992, CRDM, SOLLAC Dunkerque.
- [17] T. MAURICKX. *Effets des éléments dispersoïdes (Ti, Nb) sur la microstructure de la zone affectée par la chaleur d'aciers microalliés, et conséquences sur la résilience*. Mémoire de thèse, soutenue le 23 juin 1987 à l'université de Lille I.
- [18] P. VERRIER. *Influence de l'analyse chimique sur la microstructure et le comportement mécanique de la zone affectée par la chaleur d'aciers microalliés à 0,1% de carbone*. Mémoire de thèse, soutenue le 19 Octobre 1991 à l'université de Lille I.
- [19] V. JAVELAUD. *Mesurer les carbures de niobium dans les aciers HSLA*. Rapport de stage ingénieur EUDIL réalisé à l'IRSID, 1988.
- [20] R.L. COHEN. *Applications of Mössbauer spectroscopy*. Vol. 1, Edition Academic Press, New York, 1976.
- [21] D.V. EDMONDS, A.A. KAYA. *Observations of a non-classical decomposition product of austenite in Fe-C-Cr alloys*. PTM 94, Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials 94. Pittsburgh, Pennsylvanie, U.S.A., juil. 1994.
- [22] J. FOCT, G. LE CAER. *Applications de la spectrométrie Mössbauer à la métallurgie*. Bulletin C.E.M., vol XIII, 1977, pp 381 - 429.
- [23] T. MAURICKX, R. TAILLARD, J. FOCT. *Etude et dosage par spectrométrie Mössbauer de l'austénite dans des aciers microalliés de structure bainitique*. C. R. Acad. Sc. Paris, t. 303, Série II, n°1, 1986.
- [24] P. GUIRALDENQ. *Les possibilités actuelles de l'analyse aux rayons X de l'austénite résiduelle*. Communication présentée à la VIe journée des aciers spéciaux à Toulouse, le 8 juin 1967.
- [25] G. MAEDER, Y. RAMON, G. THOREL, J. BARRALIS. *Dosage par radiocristallographie X de l'austénite résiduelle dans les aciers 16 NCD 13 cémentés*. Mém. Scien. Rev. Mét., n°5, 1975, pp 397 - 405.
- [26] B.D. CULLITY. *Elements of X-ray diffraction*. Edition Addison-Wesley Publishing Company, Inc, 1967.

CHAPITRE VI
DISCUSSION DES RESULTATS

CHAPITRE VI

DISCUSSION DES RESULTATS

VI.1) EFFETS DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DU TRAITEMENT THERMOMECHANIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE

VI.1.1) Constituants de la matrice

VI.1.1.1) Nature et morphologie des grains

Quelles que soient les conditions de refroidissement et la composition chimique, la matrice est constituée soit de ferrite proeutectoïde, soit d'un mélange de ferrite proeutectoïde et de bainite supérieure de morphologie essentiellement granulaire. Cette observation résulte à la fois de la mesure des températures de transformation et de la caractérisation microstructurale des aciers.

La transformation de l'austénite en ferrite au cours du refroidissement conduit à un dégagement de chaleur qui se manifeste par une réduction de la vitesse de refroidissement. Le début de la transformation se caractérise alors sur les enregistrements température-temps par une température nommée Ar_3 à partir de laquelle la pente des courbes diminue. La figure 107 (page 182) illustre les variations de la température de début de transformation Ar_3 , mesurée directement sur les enregistrements, avec la vitesse de refroidissement et la composition chimique des aciers. Cette figure montre que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ se produit à une température d'autant plus basse que la vitesse de refroidissement est plus élevée, et que pour une vitesse de refroidissement donnée, la température Ar_3 diminue d'environ 15 à 20°C de l'acier A à l'acier B, et de B à C. L'écart de température de transformation entre les trois nuances résulte de leurs différences de trempabilité, dues à l'addition de nickel dans B et de nickel et de niobium dans C. Dans le cas de cette dernière nuance, l'effet trempant du nickel et du niobium se manifeste malgré le corroyage important de l'austénite ($\varepsilon = 1,6$) qui favorise la germination de la ferrite. La stabilisation de l'austénite par le niobium n'est pas une propriété intrinsèque de cet élément. Elle résulterait plutôt de son effet carburigène. Du fait de

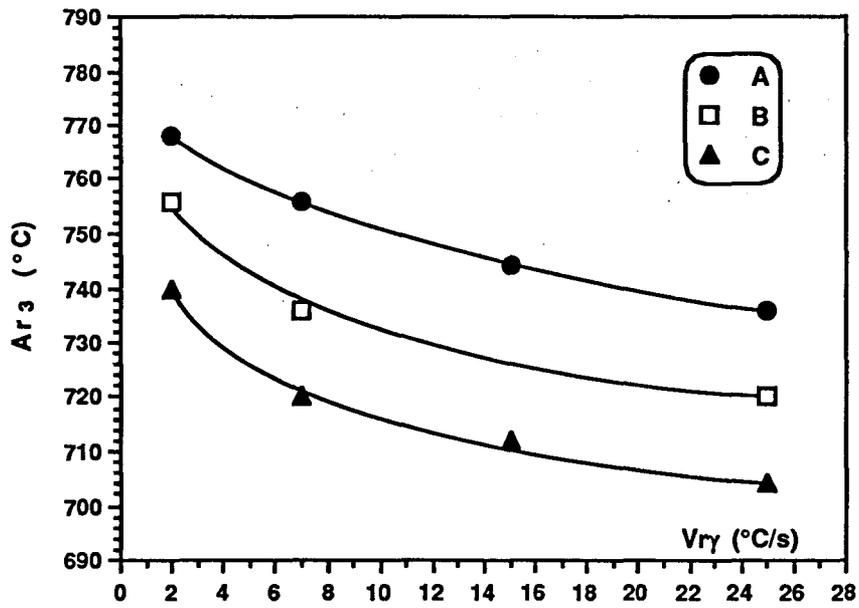
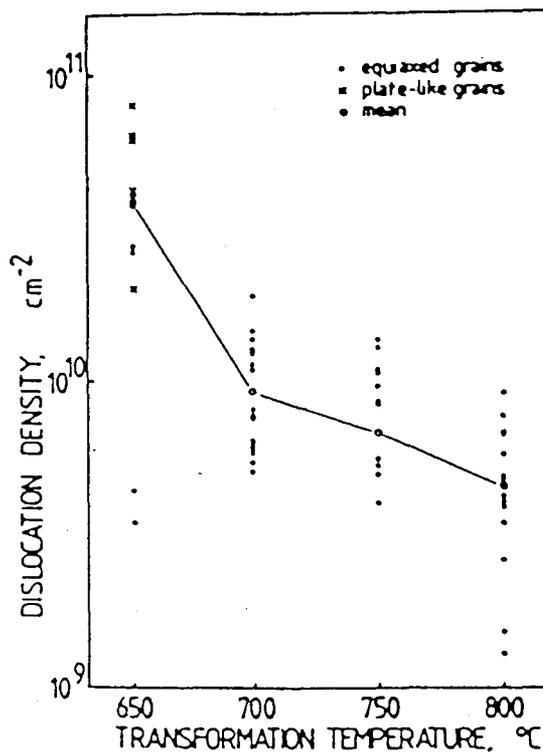


Figure 107: Evolutions de Ar_3 avec V_γ et la composition chimique des aciers.

Figure 108: Variation de la densité de dislocations avec la température de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ [3].



son rayon atomique (0,162 nm) supérieur à celui du fer (0,141 nm), le niobium ségrégerait dans les joints de grains austénitiques. L'affinité chimique du niobium pour le carbone entraînerait un enrichissement en carbone au voisinage des joints avec pour conséquence la stabilisation de l'austénite. Ce mécanisme, connu sous le nom de "solute drag like effect", a été initialement invoqué par BRADLEY[1] et ABE [2] pour expliquer l'effet similaire du vanadium sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Par ailleurs, les valeurs élevées de la température de début de transformation (supérieure à 700°C), montrent que la transformation commence par un mécanisme diffusif. Par conséquent, la ferrite proeutectoïde est toujours présente, tout au moins en partie, dans les trois nuances et pour les différentes conditions de vitesse de refroidissement. Cependant, la densité de dislocations dans la ferrite proeutectoïde augmente avec l'abaissement de la température de début de transformation Ar_3 (cf paragraphe V.3.1), et donc avec la vitesse de refroidissement et la trempabilité des aciers. Cet effet de la température de transformation a déjà été observé par HONEYCOMBE [3] dans les aciers HSLA, et est illustré par la figure 108.

D'autre part, l'établissement du diagramme TRC (diagramme de Transformations en Refroidissement Continu) de l'acier C après déformation à 800°C par compression de $\epsilon = 0,6$ de l'austénite met en évidence la formation de bainite à partir d'une température B_s (Bainite start) quasi-constante de 600°C (figure 109, page 184) pour les vitesses de refroidissements étudiées.

La bainite rencontrée dans les aciers considérés, et notamment dans la coulée C, se caractérise généralement par une morphologie granulaire. Cette structure, initialement dénommée "bainite granulaire" par HABRAKEN [4], est également qualifiée de "bainite sans carbures" par OHMORI et al. [5, 6]. Selon DESALOS [7], la morphologie classique en lattes des bainites ne se rencontre dans les aciers bas-carbone que dans le cas de refroidissements sévères, lorsque la vitesse de refroidissement est proche de la vitesse critique de trempe. Pour les refroidissements utilisés au cours du RAD, la bainite se présente le plus souvent sous la forme de grains aux contours irréguliers. Ces grains, riches en dislocations et sous-joints, isolent entre eux des îlots austéno-martensitiques où se retrouve presque tout le carbone de l'acier [7]. Ces îlots sont effectivement présents dans l'acier C refroidi jusqu'aux plus basses températures de fin de refroidissement TFR (< 350 - 300°C) quelle que soit la vitesse de refroidissement V_{γ} (cf figure 93 page 153). Pour BHADESHIA et al.[8], la bainite supérieure en lattes, formée aux hautes températures, se caractérise par des sous-grains d'autant plus petit que la température de transformation bainitique est basse. Ces sous-grains seraient

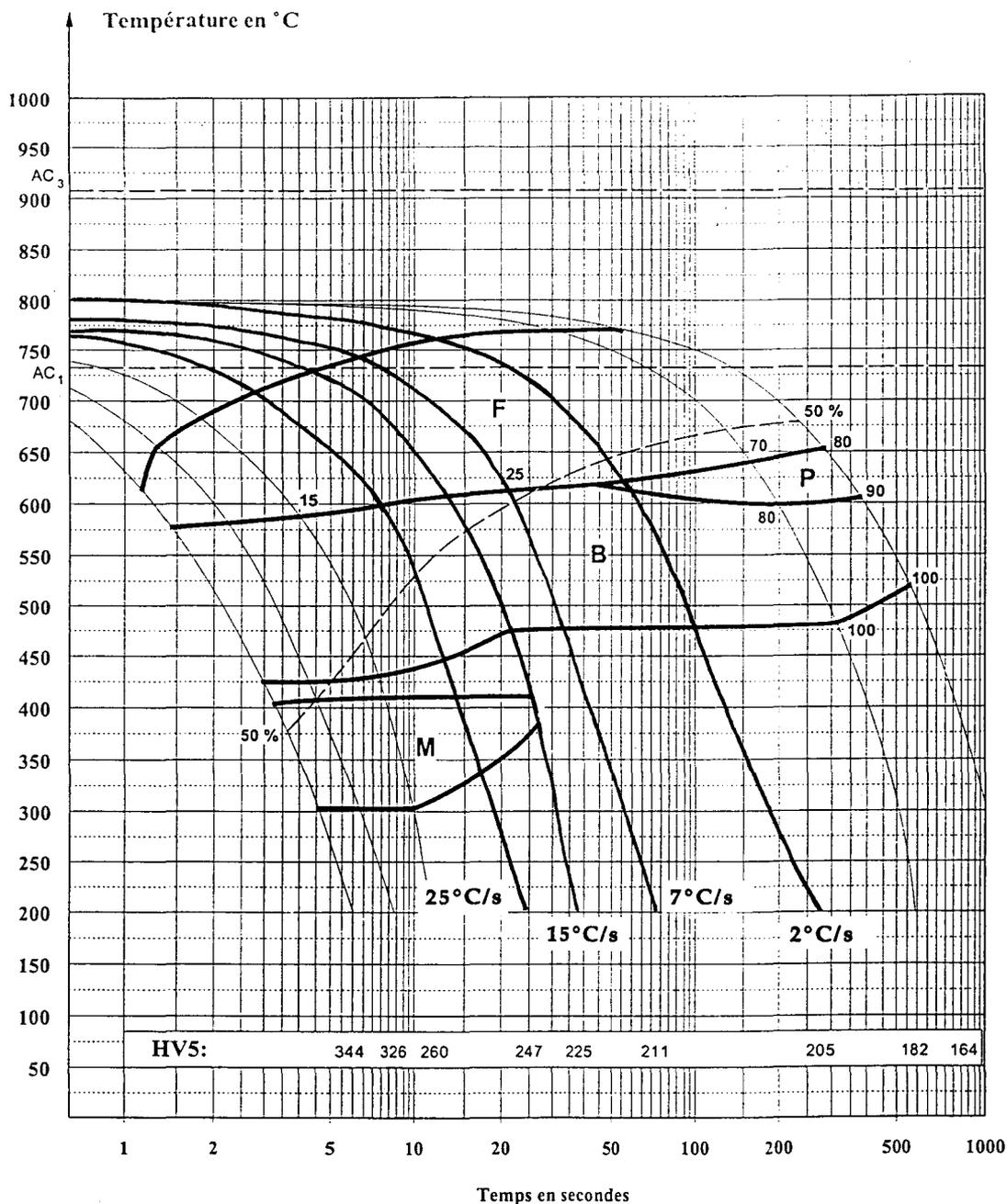


Figure 109: Diagramme TRC de la nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb). Austénitisation à 1050°C pendant 15 mn. $d\gamma = 30 \mu\text{m}$. Déformation par compression de $\epsilon = 0,6$ à 800°C.

probablement le résultat d'une restauration de la structure de dislocations intrinsèque au mécanisme de transformation par cisaillement. La bainite granulaire de nos aciers pourrait, dans ce cas, être une bainite supérieure en lattes dont on ne distinguerait essentiellement que les sous-joints. Aux TFR moyennes, voisines de 500°C, et donc inférieures à Bs, la proportion de bainite est moins importante qu'aux plus basses TFR. Ceci peut s'expliquer par une transformation bainitique

incomplète, suivie de nouveau par une transformation ferritique s'effectuant uniquement par diffusion au cours du refroidissement à l'air qui suit le RAD, et par un adoucissement possible de la bainite formée entre 600°C et 500°C lors du refroidissement à l'air, qui peut en quelque sorte être considéré comme un maintien isotherme compte tenu de la faible vitesse de refroidissement.

Par ailleurs, les grains de la matrice deviennent de moins en moins équiaxes avec l'abaissement de la température de fin de refroidissement TFR et/ou les augmentations de la vitesse de refroidissement V_{ry} et de la trempabilité de la nuance. Ainsi, l'existence de la ferrite de Widmanstätten dans l'acier C, après refroidissement accéléré jusqu'aux plus basses TFR, s'explique par la prolongation du refroidissement rapide. Cette prolongation retarde à la fois le début (figure 107) et l'achèvement de la transformation ferritique, avec pour conséquence l'augmentation de la quantité d'austénite non transformée et de la force motrice de transformation ferritique. Ce phénomène est amplifié dans l'acier C par l'effet retardateur du niobium sur la germination de la ferrite [1, 2]. DE SY et VIDTS [9] précisent à cet égard que la morphologie de la ferrite dépend à la fois de la vitesse de refroidissement, du degré d'avancement de la réaction $\gamma \rightarrow \alpha$ et de la teneur en carbone: par exemple, pour une vitesse de refroidissement réduite et une basse teneur en carbone, les cristaux de ferrite formés au début de la transformation ont une forme polyédrique avec des arêtes et des angles arrondis. A un stade plus avancé de la transformation, et pour une vitesse de refroidissement plus grande ou une teneur en carbone plus élevée, les cristaux de ferrite ont une forme moins régulière, les arêtes et les angles deviennent plus vifs. Lorsque la vitesse de refroidissement et par conséquent la vitesse de transformations augmentent, ou autrement dit, si une plus grande quantité de chaleur doit être évacuée par unité de temps à travers l'interface austénite-ferrite, la forme de cette interface est modifiée. Dans ce cas, les cristaux de ferrite se présentent sous formes d'aiguilles ou de plaquettes. En effet, cette morphologie est favorisée parce que la chaleur peut se dégager dans de multiples directions, tandis qu'un élément de surface plane ne permet le dégagement de la chaleur que perpendiculairement à lui-même. Cette remarque s'applique également à la diffusion du carbone expulsé par la ferrite dans l'austénite. La diffusion du carbone est en effet d'autant plus difficile que la teneur initiale en carbone est plus élevée ou que la transformation est plus avancée, parce que le carbone s'accumule dans l'austénite au voisinage immédiat de la ferrite. Les cristaux de ferrite deviennent alors plus aigus et prennent finalement la forme d'aiguilles ou de plaquettes croissant vers le centre du grain austénitique où la teneur en carbone est la plus basse. Cette structure est appelée: ferrite de Widmanstätten [9].

VI.1.1.2) Taille des grains de la matrice

VI.1.1.2.a) *Effet de la composition chimique*

La figure 87 du chapitre V (page 145) montre que quelles que soient les conditions de refroidissement, la taille des grains $d\alpha$ de la matrice est plus faible dans l'acier C que dans les aciers A et B. Ceci résulte d'une déformation plus élevée de l'austénite avant transformation dans C ($\epsilon = 1,6$) par rapport à A et B ($\epsilon = 0,1$). Cette différence de déformation trouve son origine dans l'effet du niobium sur la recristallisation de l'austénite (Cf chapitre I). Cet élément retarde effectivement la recristallisation lorsqu'il est en solution [10] ou bien encore de façon plus marquée si il est précipité [11]. L'écroutissage de l'austénite augmente le nombre de germes de ferrite [12, 13] et limite la croissance de ces grains perpendiculairement aux joints de grains de l'austénite [14], ce qui favorise une germination intragranulaire supplémentaire.

L'addition de nickel conduit également à une réduction de la taille moyenne des grains (comparaison des nuances A et B). L'effet de cet élément résulte sans aucun doute de la stabilisation de l'austénite, et donc de l'abaissement de la température de transformation. La réduction de A_{r3} doit limiter la croissance par diffusion des grains de ferrite et peut en conséquence faciliter une éventuelle germination intragranulaire dans l'austénite non transformée.

VI.1.1.2.b) *Effet des paramètres du refroidissement accéléré*

Au regard de l'action des paramètres du RAD sur la taille des grains de ferrite, deux aspects se distinguent: 1) l'augmentation de la vitesse de refroidissement V_{ry} s'accompagne d'une réduction de la taille des grains ferritiques. Ceci s'explique par un accroissement de la force motrice de germination $\Delta G_{\gamma/\alpha}$ due à l'abaissement de la température de transformation (figure 107) par rapport à la température d'équilibre A_{r3} définie par la composition chimique. Il paraît vraisemblable que l'augmentation de $\Delta G_{\gamma/\alpha}$ permette d'activer des sites de germination moins favorables (inter ou intragranulaires), et par ce fait de conduire à une réduction de $d\alpha$. 2) la réduction de la température de fin de refroidissement TFR jusqu'à des valeurs proches de 500°C rend compte également d'une diminution de la taille moyenne des grains. Lorsque la TFR devient inférieure à 500°C, la taille moyenne des grains de la matrice n'évolue plus de manière sensible et tend vers une limite.

Ces évolutions s'expliquent par le ralentissement de la croissance par diffusion des grains de ferrite avec une baisse de la température. La variation de cette taille de grains limite en fonction de la vitesse de refroidissement est représentée à la figure 110.

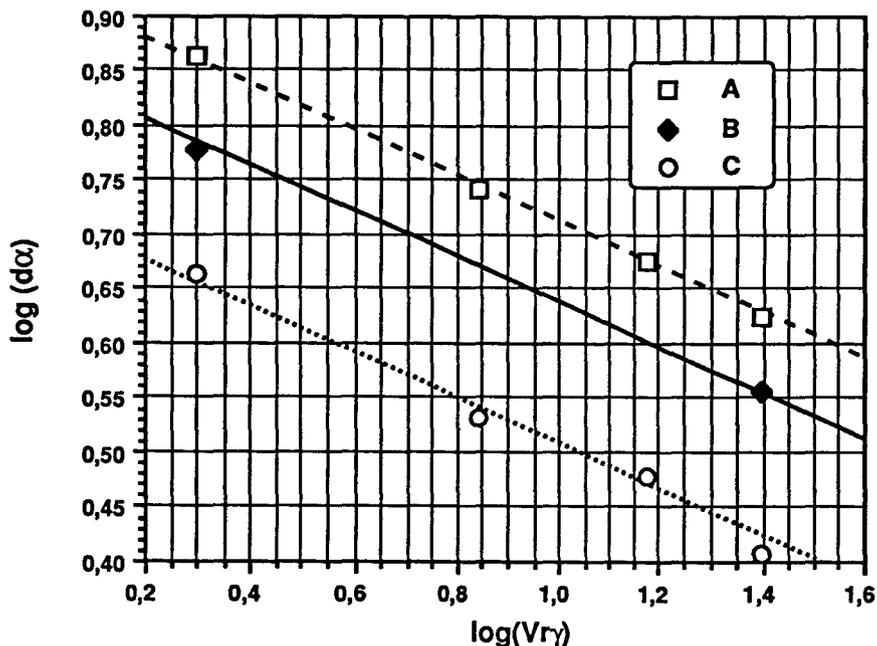


Figure 110: Variations du logarithme décimal de la taille de grains limite $d\alpha$ en fonction du logarithme décimal de la vitesse de refroidissement austénitique $Vr\gamma$.

Cette figure montre que le logarithme de $d\alpha$ est une fonction linéaire décroissante du logarithme de $Vr\gamma$. La relation s'écrit:

$$\log (d\alpha) = \alpha + \beta \cdot \log (Vr\gamma) \quad (\text{VI-1})$$

Dans cette formule, le facteur α dépend de la composition chimique contrairement à β qui est constant pour les trois aciers. Les valeurs de ces coefficients sont:

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_A = 0,926 \quad \text{pour la nuance A} \\ \alpha_B = 0,850 \quad \text{pour la nuance B} \\ \alpha_C = 0,719 \quad \text{pour la nuance C} \end{array} \right\} \quad \text{et } \beta = -0,215$$

La relation (VI-1) peut également se mettre sous la forme suivante:

$$d\alpha = \lambda \cdot V r \gamma^\beta \quad \text{avec} \quad \lambda = 10^\alpha \quad (\text{VI-2})$$

La forme de la relation (VI-2) est analogue à celle de la formule déterminée par l'IRSID [15] qui exprime la taille des grains ferritiques après un refroidissement continu jusqu'à la température ambiante:

$$d\alpha = a \cdot V r \alpha^{-b} \cdot d\gamma^c \quad (\text{VI-3})$$

$$\text{avec} \quad a = 6,77 - 10 \cdot (\%C) - (\%Mn)$$

$$b = 0,175$$

$$c = 0,4 - 0,25 \cdot \varepsilon_r^{0,5}$$

Dans l'expression (VI-3), $d\gamma$ est la taille des grains austénitiques avant transformation, ε_r est la déformation résiduelle en fin de laminage et $V r \alpha$ est la vitesse de refroidissement dans le domaine ferritique.

La similitude entre les relations (VI-2) et (VI-3) est en fait normale, bien que dans le cas du RAD le refroidissement accéléré soit interrompu avant la température ambiante. En fait, puisque la taille des grains de la matrice n'évolue plus lorsque la TFR devient inférieure à 500°C, le refroidissement accéléré interrompu peut être considéré comme un refroidissement continu, tout au moins à l'égard de la taille des grains ferritiques. Le rapprochement entre les deux relations suggère que λ est fonction de la composition chimique, de $d\gamma$ et de ε_r :

$$\lambda = \lambda(\text{composition chimique}, d\gamma, \varepsilon_r)$$

Pour calculer λ , l'hypothèse la plus simple est de supposer que λ est proportionnel au facteur $a \cdot d\gamma^c$ de la relation (VI-3):

$$\lambda = 10^\alpha = K \cdot (a \cdot d\gamma^c)$$

Dans le cas de la nuance A, le calcul de la constante de proportionnalité conduit à:

$$K = \frac{10^{0,926}}{(6,77 - 10 \cdot 0,09 - 1,5) \cdot 12^{(0,4 - 0,25 \cdot 0,1^{0,5})}} = 0,87$$

La formule développée de λ s'écrit donc:

$$\lambda = 0,87.[6,77 - 10.(\% C) - (\% Mn)].d\gamma^{(0,4 - 0,25.\varepsilon^{0,5})}$$

$$\Leftrightarrow \lambda = [5,89 - 8,70.(\% C) - 0,87.(\% Mn)].d\gamma^{(0,4 - 0,25.\varepsilon^{0,5})} \quad (VI-4)$$

La nuance B présente en fin de laminage une structure austénitique (cf tableau 7, page 123) et des teneurs en carbone et en manganèse identiques à celle de l'acier A. Or la constante λ_B diffère de λ_A . Par conséquent, un terme caractéristique de la nuance B doit apparaître dans la relation (VI-4). En l'occurrence, l'acier B se distingue de A par la présence du nickel. Il est donc logique de décrire l'effet du nickel par sa teneur, pondérée d'un coefficient X_{Ni} . Par extension, la présence du niobium dans l'acier C est également considérée en intégrant dans la formule (VI-4) le produit de la teneur en niobium, pondérée par le coefficient X_{Nb} :

$$\lambda = [5,89 - 8,70.(\% C) - 0,87.(\% Mn) + X_{Ni}(\% Ni) + X_{Nb}(\% Nb)].d\gamma^{(0,4 - 0,25.\varepsilon^{0,5})}$$

Pour la nuance B, la teneur en nickel est de 0,4%, et celle en niobium est nulle. Le calcul de X_{Ni} conduit à:

$$X_{Ni} = \frac{1}{0,4} \cdot \left[\frac{10^{0,850}}{12^{(0,4 - 0,25.0,1^{0,5})}} - 5,89 + (8,70.0,09) + (0,87.1,5) \right]$$

$$\Leftrightarrow X_{Ni} = -1,53$$

Pour la nuance C, les teneurs en nickel et en niobium sont respectivement de 0,4%, et de 0,015%. La valeur de X_{Nb} est par conséquent égale à:

$$X_{Nb} = \frac{1}{0,015} \cdot \left[\frac{10^{0,719}}{41^{(0,4 - 0,25.1,6^{0,5})}} - 5,89 + (8,70.0,09) + (0,87.1,5) + (1,53.0,4) \right]$$

$$\Leftrightarrow X_{Nb} = + 43,08$$

La relation finale (VI-5) entre la taille limite des grains et les différents paramètres s'écrit donc:

| |
|--|
| $d\alpha = \lambda \cdot V\gamma^\beta \quad (\text{VI-5})$ |
| <p>avec $\lambda = \left[5,89 - 8,70.(\%C) - 0,87.(\%Mn) - 1,53.(\%Ni) + 43,08.(\%Nb) \right] \cdot d\gamma^c$</p> <p>$\beta = -0,215$</p> <p>$c = 0,4 - 0,25.\varepsilon_r^{0,5}$</p> |

La relation (VI-5) décrit convenablement l'évolution de la taille de grains limite des trois aciers A, B et C en fonction de $V\gamma$ et de l'état de la structure avant transformation. Cependant cette relation est métallurgiquement inacceptable. En effet le paramètre λ , qui rend compte de la "trepabilité de laminage" est égal au produit de deux termes: $\lambda = Y \cdot Z$, avec:

$$Y = 5,89 - 8,70.(\%C) - 0,87.(\%Mn) - 1,53.(\%Ni) + 43,08.(\%Nb)$$

$$Z = d\gamma^c$$

Z représente l'influence de l'état de l'austénite sur la trepabilité. Le terme Y caractérise quant à lui l'effet classique de la composition chimique sur la trepabilité, il reflète donc indirectement la température de début de transformation Ar_3 . Par conséquent, il est inexact d'obtenir une valeur positive du coefficient X_{Nb} alors que le niobium retarde la germination de la ferrite [1, 2]. Ce problème résulte vraisemblablement d'un échantillonnage trop limité. Toutefois, les considérations précédentes mettent en évidence la nécessité d'une analyse physique des résultats mathématiques.

VI.1.1.3) Distribution des tailles de grains

VI.1.1.3.a) Homogénéité des tailles de grains au coeur des larges

VI.1.1.3.a.α) Effet de la vitesse de refroidissement

La figure 111 montre une réduction de la dispersion σ des tailles de grains avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement $V\gamma$. Cette figure est obtenue à

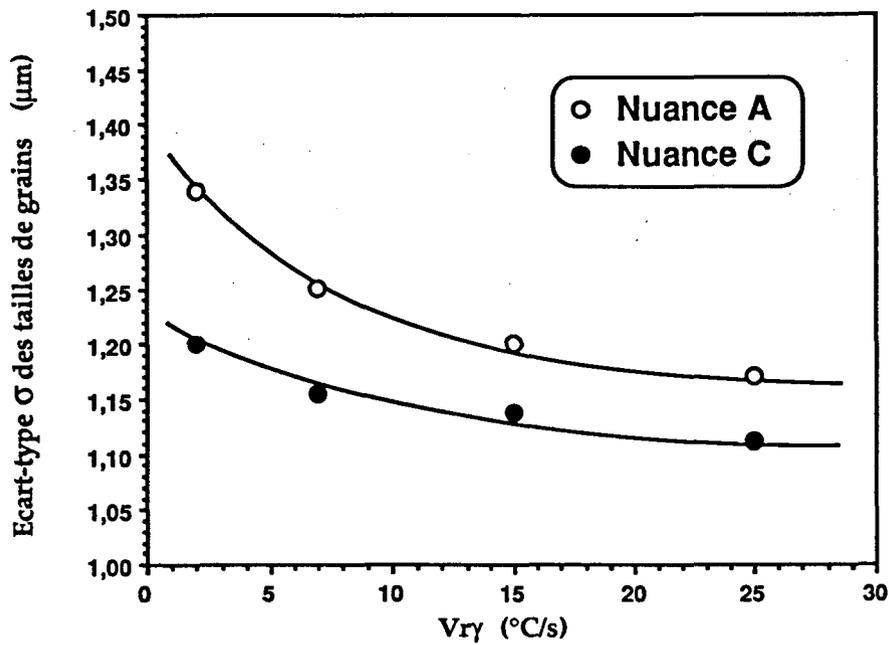


Figure 111: Réduction de la dispersion σ de tailles de grains dans les aciers A et C lorsque la vitesse de refroidissement V_{ry} augmente.

partir des écarts-types représentés à la figure 89 page 148, et relatifs au domaine des basses TFR. La réduction observée de la dispersion des tailles de grains avec l'augmentation de la sévérité du refroidissement s'explique par l'effet bien connu d'un abaissement de la température de transformation qui favorise la germination des grains de phase α au détriment de leur croissance (figure 112).

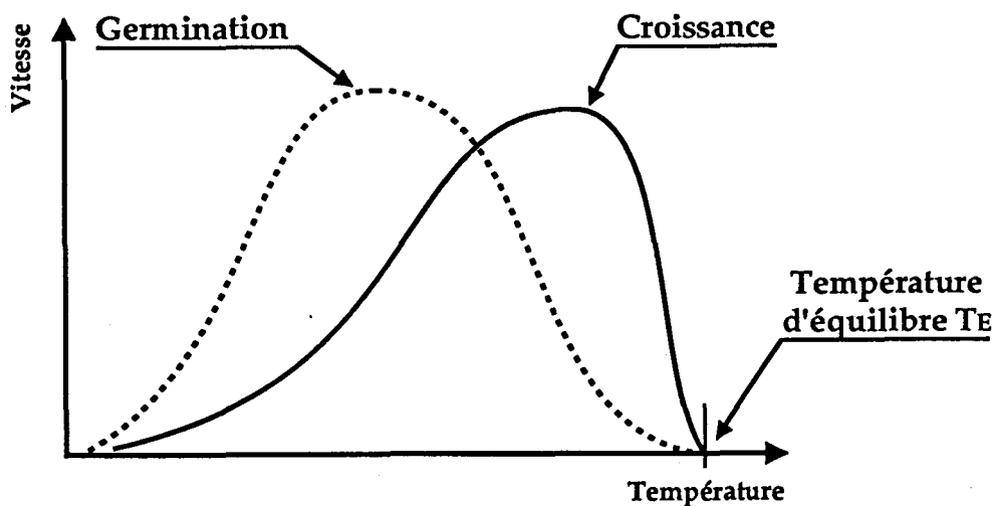


Figure 112: Schématisation des variations des vitesses de germination et de croissance d'une phase en fonction de la température.

Dans le cas d'un refroidissement lent, la transformation débute à une température élevée (voisine de la température d'équilibre T_E). Seuls les sites de germination les plus favorables sont alors activés. La croissance de ces premiers germes est cependant rapide. Ceci a pour conséquence la formation de gros grains. Au cours du refroidissement, les sites de germination secondaires sont activés du fait de l'augmentation de l'énergie motrice de transformation. Pour ces germes, la croissance par diffusion est ralentie, car la température est plus basse. Ces germes secondaires engendrent donc des petits grains. En conclusion, un refroidissement lent favorise une hétérogénéité de tailles de grains. Au contraire, lors d'un refroidissement rapide, la température de transformation diminue et le nombre de sites efficaces pour la germination augmente. La nature de ces sites ne devient plus un facteur dominant, et leurs différences de probabilité d'activation s'estompe. Par conséquent, ces sites sont activés de façon quasi-simultanée. Il en résulte une taille de grains plus homogène.

VI.1.1.3.a.β) Effet de la composition chimique

Les histogrammes de la figure 88 (page 147) et la figure 111 montrent également que la dispersion σ est plus élevée dans la nuance A sans niobium par rapport à l'acier C microallié au niobium. Ceci résulte vraisemblablement de l'effet du corroyage dans ce dernier alliage. En effet, la déformation de l'austénite dans l'acier C augmente le nombre de sites à fort potentiel de germination pour la ferrite, vis à vis de A (figure 113). Par conséquent, le nombre de germes apparaissant dès le début de la transformation dans l'alliage A est plus faible.

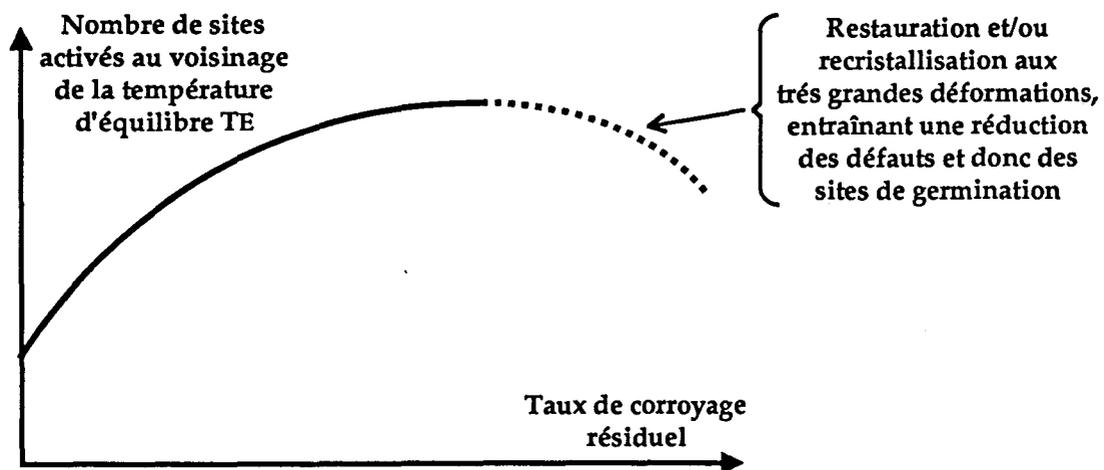


Figure 113: Effet du corroyage résiduel sur le nombre de sites de germination activés au début de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Au cours d'un refroidissement lent, ces premiers germes, plus nombreux dans C vont envahir tout l'espace disponible dans un grain d'austénite avant que des sites moins favorables aient pu être activés par l'abaissement de la température. A l'opposé, dans le cas de la nuance A, le temps nécessaire à la consommation de la phase γ par un nombre réduit de germes est plus important. Par conséquent, des sites moins favorables de germination vont pouvoir être activés au cours du refroidissement. Ces nouveaux germes donneront naissance à des grains de ferrite moins développés que ceux initiés par les germes primaires (figure 114).

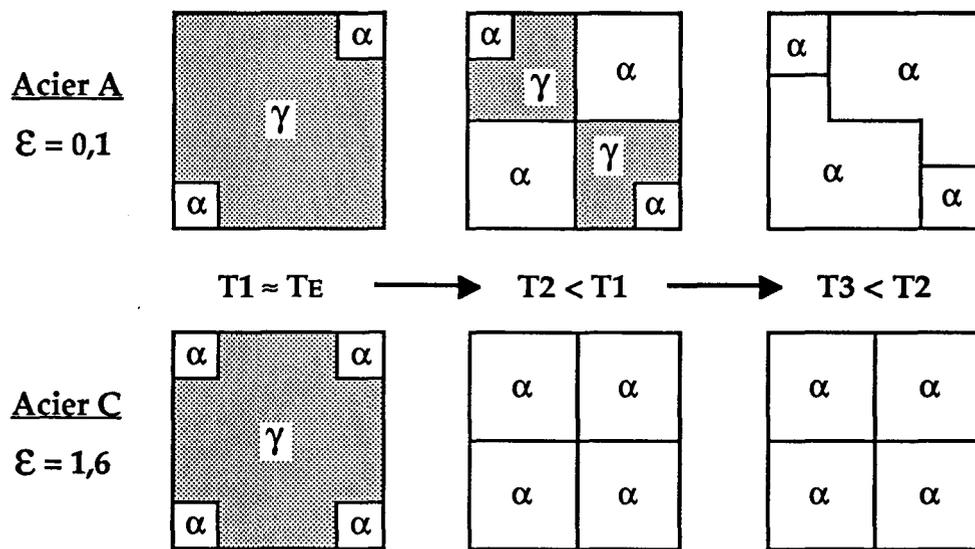


Figure 114: Evolution de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ dans le cas d'un refroidissement lent. Conséquence d'une déformation résiduelle en fin de laminage sur l'hétérogénéité de taille des grains de phase α .

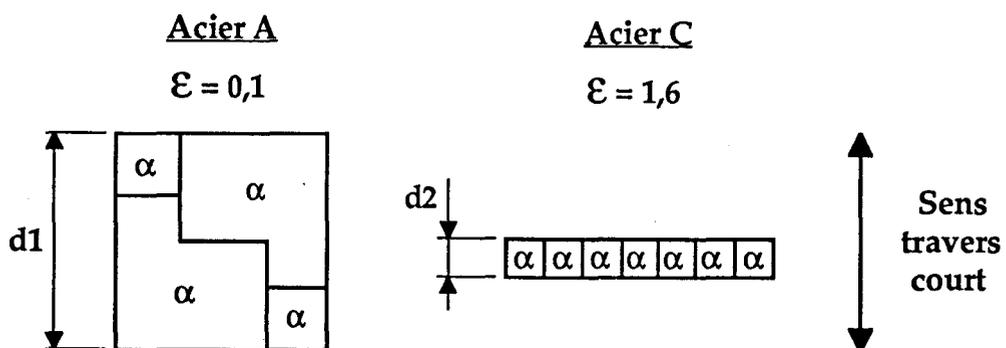


Figure 115: Effet de la morphologie des grains austénitiques sur l'hétérogénéité de taille des grains de ferrite.

Cette différence de comportement entre les deux aciers est de plus amplifiée par la morphologie allongée des grains austénitiques en fin de laminage dans l'alliage C, qui réduit la distance d_i entre deux joints de grains dans le sens travers court (figure 115, page précédente).

De plus, lorsque la vitesse de refroidissement augmente, la différence de dispersion entre A et C diminue comme l'illustrent les figures 111 et 116.

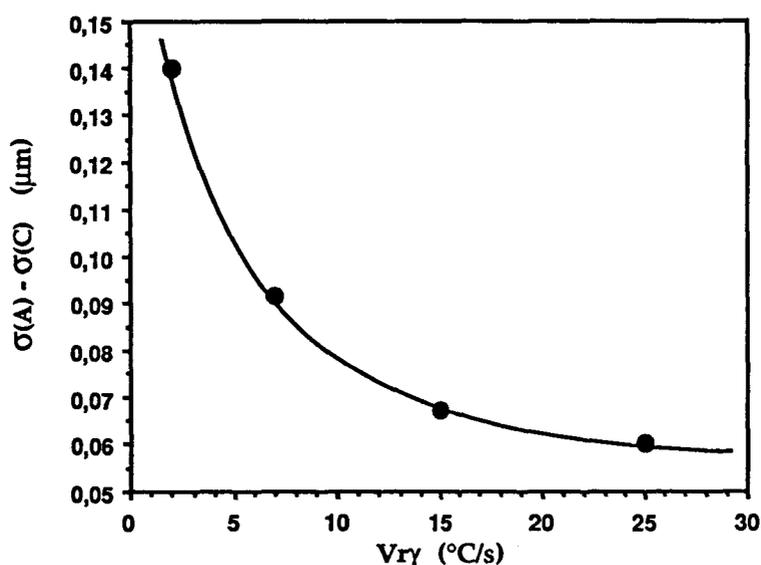
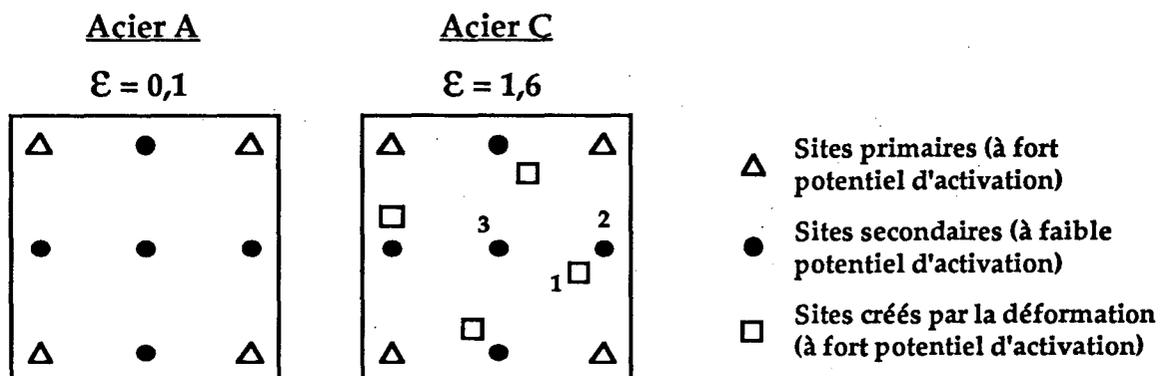


Figure 116: Différence d'écart-type de tailles de grains entre les nuances A et C en fonction de la vitesse de refroidissement.

Ceci s'explique par un effet de V_{γ} sur σ plus prononcé dans l'alliage A que dans C. Entre un refroidissement lent et un refroidissement rapide, l'augmentation du nombre de sites de germination activés est moins important dans C puisque la densités de ces sites est déjà très élevée dès les plus faibles vitesses de refroidissement. Dans ces conditions, les sites supplémentaires à fort potentiel créés par la déformation de l'austénite réduisent l'efficacité des sites secondaires, comme le schématise la figure 117.

VI.1.1.3.b) Ecart peau - coeur

La figure 92 page 152 illustre l'effet du refroidissement accéléré doux sur la différence de taille de grains entre la peau et le coeur des largets. Elle montre tout d'abord que, quelle que soit la nuance et les conditions de refroidissement imposées,



Dans l'acier C, le grain de ferrite formé sur le site (1) consomme le site (2) avant que ce dernier n'ait pu être activé. Au contraire, le site (3), plus éloigné des sites à fort potentiel peut être activé par l'augmentation de la vitesse de refroidissement V_{ry} .

Figure 117: Effet de la déformation de l'austénite sur l'activation des sites secondaires de germination pour la ferrite.

la taille des grains de peau est inférieure à celle des grains de coeur. Ceci s'explique simplement par une vitesse de refroidissement supérieure en peau, et donc par une germination renforcée. Par ailleurs, cette figure montre que l'écart R augmente puis se stabilise avec la baisse de TFR. Les valeurs limites de R obtenues aux plus basses TFR sont reliées à la vitesse de refroidissement V_{ry} sur la figure 118.

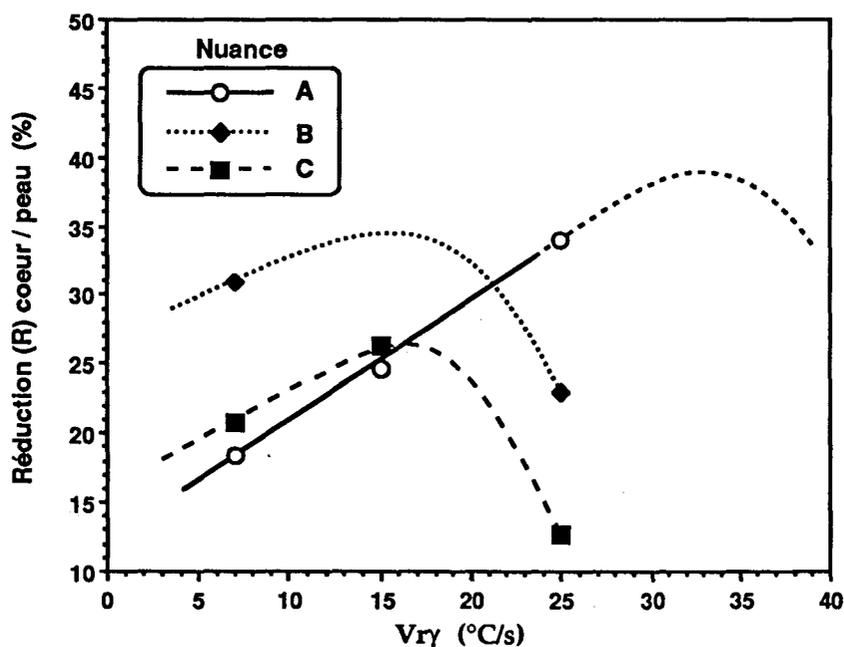


Figure 118: Variation de la différence de taille de grains entre la peau et le coeur des larges suivant la composition chimique et la vitesse de refroidissement V_{ry} .

L'évolution du rapport R avec la vitesse de refroidissement $V_{r\gamma}$ diffère selon la nuance. En effet, pour la nuance A, le facteur R croît continûment lorsque la vitesse de refroidissement nominale passe de 7 à 25°C/s, tandis qu'il passe par un maximum à une vitesse intermédiaire dans le cas de l'acier C. Dans le cas de la nuance A, l'augmentation du rapport entre les tailles de grains de coeur et de peau résulte de la différence de vitesses de refroidissement entre ces deux positions dans l'épaisseur du larget, qui croît avec le débit d'eau imposé. Pour estimer la vitesse de refroidissement en peau, on peut utiliser la formule VI-2, qui relie la taille de grain à la vitesse de refroidissement et à l'état de la structure austénitique avant transformation:

$$d\alpha = \lambda \cdot V_{r\gamma}^\beta \quad \text{avec} \quad \lambda = 10^\alpha \quad (\text{VI-2})$$

Si l'on suppose que la taille des grains $d\gamma$ et le corroyage résiduel ϵ_r de l'austénitique sont indépendants de la position dans l'épaisseur, la constante λ de la relation (VI-2) est identique à celle déterminée à coeur (cf paragraphe VI.1.1.2.b). Par conséquent, puisque la taille de grains en peau de larget a été mesurée (tableau 9, page 143), l'estimation de la vitesse de refroidissement peut s'effectuer par la relation:

$$V_{r\gamma} = \left(\frac{d\alpha}{\lambda} \right)^{\left(\frac{1}{\beta} \right)} \quad (\text{VI-6})$$

Les résultats obtenus sont reportés à la figure 119 ci-dessus en fonction de la vitesse de refroidissement $V_{r\gamma}$ imposée à coeur par le débit d'eau. La vitesse de refroidissement en peau semble cependant surestimée. En effet, cette vitesse a été déterminée expérimentalement sur un larget en insérant un thermocouple sous la peau. Pour une vitesse de refroidissement de 16°C/s et une TFR de 280°C à coeur, nous avons mesurés en peau une vitesse $V_{r\gamma}$ de 29°C/s et une TFR de 150°C. La figure 119 indique quant à elle une $V_{r\gamma}$ d'environ 60°C/s. La surestimation engendrée par le calcul provient sans aucun doute d'une taille de grains $d\gamma$ plus faible en peau et d'un corroyage ϵ_r supérieur. Toutefois, la figure 119 donne la tendance de l'évolution de la vitesse de refroidissement en peau, et montre en particulier l'augmentation de l'écart entre les vitesses de peau et de coeur avec le débit d'eau. Par conséquent, la taille de grains décroît plus vite en peau qu'en coeur, et ceci se traduit donc par une augmentation du rapport R avec l'augmentation de la vitesse nominale.

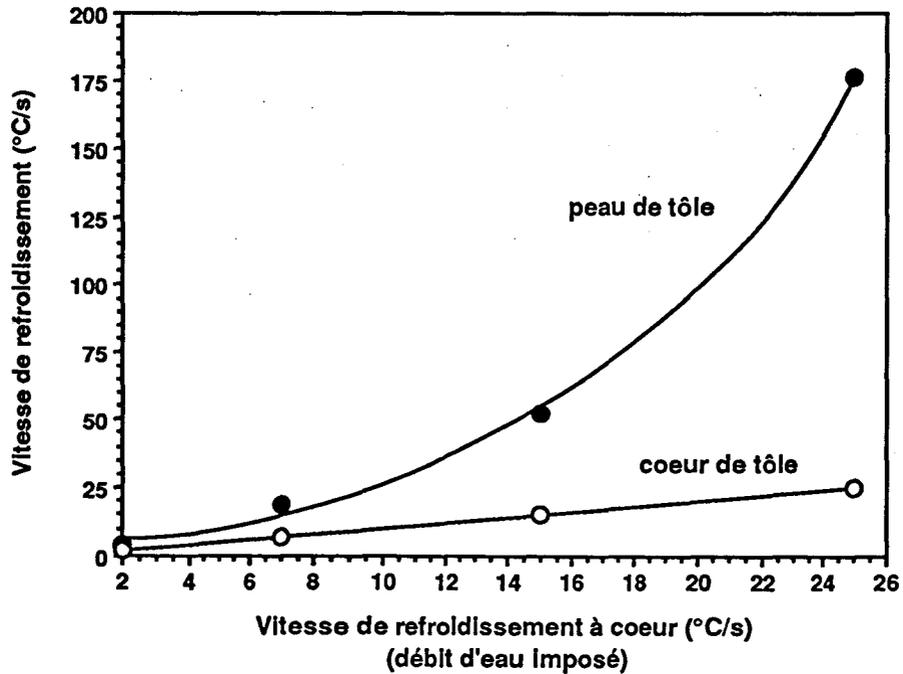


Figure 119: Différence de vitesses de refroidissement entre la peau et le coeur des tôles en fonction du débit d'eau imposé.

Pour l'acier C, la différence de taille de grains entre la peau et le coeur diminue à partir d'une certaine vitesse de refroidissement limite $V_{r\gamma_{lim}}$, après avoir augmenté avec V_{ry} tant que celle-ci restait inférieure à $V_{r\gamma_{lim}}$. Ceci suggère donc que la totalité des sites potentiels de germination pour la ferrite sont activés lorsque $V_{ry} = V_{r\gamma_{lim}}$, et que toute augmentation de la vitesse à une valeur supérieure à cette limite ne permettra pas de réduire encore plus la taille des grains par manque de nouveaux sites à activer. Si la vitesse limite est dépassée en peau, la taille des grains n'évolue plus alors que celle de coeur continue de décroître puisque la vitesse limite n'est pas encore atteinte à coeur. Ceci rend bien compte de la réduction du rapport R, observée à la figure 118. Le même raisonnement semble pouvoir être appliqué à la nuance B puisque, lorsque la vitesse nominale à coeur est de 25°C/s , le rapport R est inférieur à celui calculé pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$. Pour la nuance A, l'inversion du sens d'évolution de R doit apparaître pour une vitesse nominale supérieure à celles utilisées dans cette étude. Ce résultat montre que la vitesse $V_{r\gamma_{lim}}$ dépend de la composition chimique des aciers. Effectivement, puisque le nombre de sites de germination activés dès les plus faibles vitesses est supérieur dans la nuance C vis à vis de la nuance A (cf paragraphe VI.1.1.3.a.β), la saturation des sites interviendra plus tôt dans C avec l'augmentation de la vitesse.

VI.1.2) Microstructure des secondes phases

VI.1.2.1) Perlite

La proportion de perlite dans les échantillons dépend des conditions de refroidissement et de la composition chimique des aciers, comme en atteste la figure 93 du chapitre V, page 153. Dans le cas de l'acier C, si la transformation perlitique s'effectuait au début du refroidissement accéléré, dans le domaine des hautes températures, la perlite devrait exister quelle que soit la température de fin de refroidissement TFR. Or l'absence de perlite dans cet acier, lorsque le refroidissement est conduit aux très basses TFR, témoigne d'une transformation perlitique impossible au cours du RAD. Ceci est d'ailleurs conforme au diagramme TRC de la figure 109, page 184, où l'on observe que le domaine perlitique n'est traversé au cours d'un refroidissement continu que si la vitesse de refroidissement V_{γ} est inférieure ou égale à 2°C/s . Par conséquent, pour les vitesses de refroidissement accéléré utilisées dans cette étude, la perlite ne peut se former qu'au cours du refroidissement à l'air qui suit le RAD. Toutefois, si la TFR est trop basses (inférieure à 500°C lorsque V_{γ} est égale à 7 ou 15°C/s), le refroidissement à l'air ne permet pas de traverser le domaine de transformation perlitique (figure 120). Ceci explique la réduction brutale de la fraction de perlite si la TFR devient inférieure à 500°C et lorsque V_{γ} est égale à 7 ou 15°C/s . Cependant, et en accord avec la précédente interprétation, lorsque $V_{\gamma} = 15^{\circ}\text{C/s}$, nous devrions observer l'absence de transformation perlitique à partir d'une TFR supérieure à celle enregistrée pour un refroidissement effectué à 7°C/s . Cette prévision contredit l'expérience.

Lorsque la vitesse de refroidissement est de 25°C/s , l'abaissement de la TFR conduit très rapidement au "passage" sous le domaine de transformation perlitique. En conclusion, seules les hautes TFR autorisent la formation de perlite au cours du refroidissement à l'air.

Pour les nuances A et B, lorsque la vitesse de refroidissement est égale à 7 ou 15°C/s , la transformation perlitique s'effectue au cours du RAD (déplacement du domaine perlitique du diagramme TRC vers les temps plus courts). Par conséquent, même au plus basses TFR, la perlite est présente. Pour $V_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$, la courbe de refroidissement accéléré ne traverse plus le domaine perlitique. Pour les raisons déjà exposées dans le cadre de la nuance C, la transformation perlitique s'effectue donc au cours du refroidissement à l'air, et la fraction de perlite décroît alors très rapidement avec la réduction de la température de fin de refroidissement accéléré.

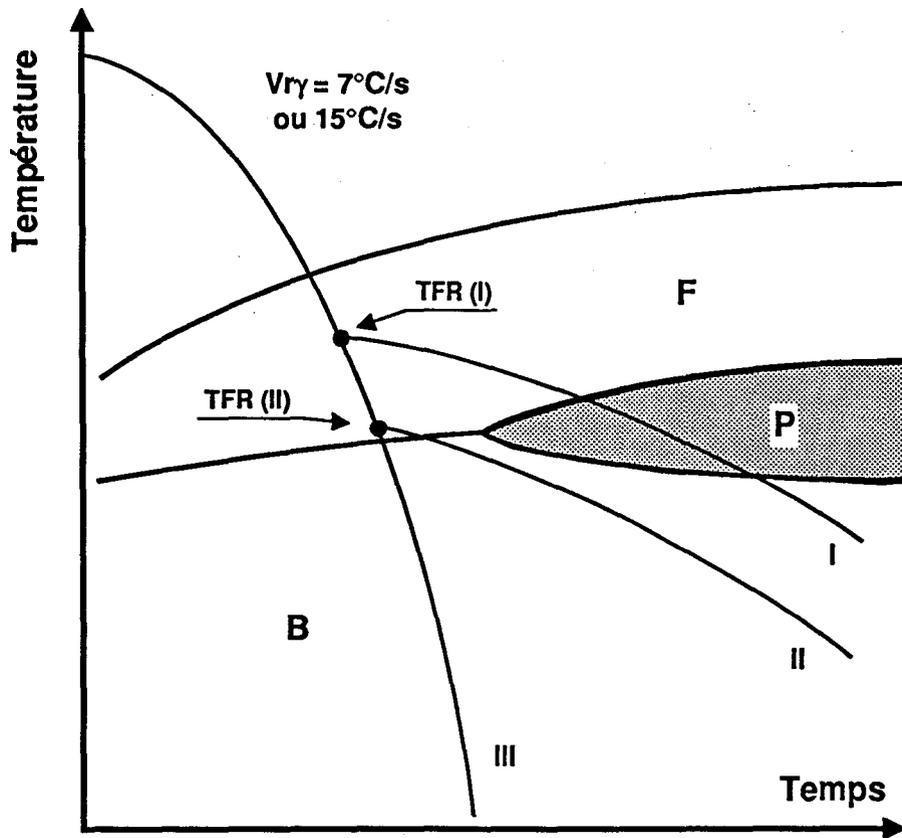
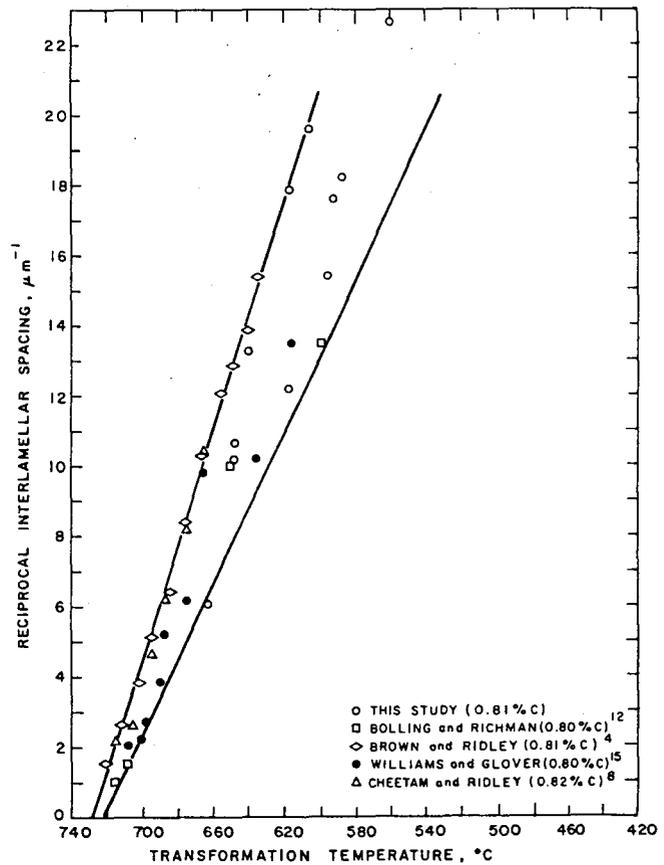


Figure 120: Schématisation du diagramme TRC de l'acier C. F: Ferrite, P: Perlite, B: Bainite. La TFR (I) permet la transformation perlitique au cours du refroidissement à l'air. La TFR (II) interdit la formation de la perlite.

Par ailleurs, la structure de la perlite dépend essentiellement de deux paramètres: sa teneur en carbone et sa température de formation. La microstructure perlitique est caractérisée par deux facteurs distincts reliés à la diffusion du carbone durant la transformation: la distance interlamellaire et la continuité des lamelles de cémentite [16]. Dans le cadre de cette étude, la microscopie en transmission a révélé que l'espacement interlamellaire de la perlite S_0 est plus faible dans l'acier C, et que le refroidissement accéléré conduit à une réduction de S_0 . Par ailleurs, la présence de perlite dégénérée constituée de lamelles discontinues a été observée dans la nuance C. L'espacement interlamellaire est déterminé par la vitesse de croissance de la perlite, qui est elle-même fonction de la température de transformation [17], comme en atteste la figure 121, page suivante.

ZENER a établi la relation entre la vitesse de croissance et l'espacement interlamellaire en supposant que S_0 correspond au maximum de la vitesse de

Figure 121: Effet de la température de transformation sur l'espacement interlamellaire de la perlite [17].



croissance, qui résulte d'un compromis entre la longueur de diffusion du carbone et la force motrice de transformation [18]:

$$\dot{R} = K \cdot \frac{D}{S_0} \cdot \left(\Delta G_0 - \frac{2 \cdot \gamma}{S_0} \right) \quad (\text{VI-7})$$

avec: \dot{R} : vitesse de croissance des lamelles de cémentite,

K : constante de proportionnalité,

D coefficient du diffusion du carbone,

ΔG_0 : enthalpie libre de transformation,

γ : énergie interfaciale ferrite-cémentite, par unité de surface.

$$\dot{R} \text{ est maximum lorsque } d\dot{R}/dS_0 \text{ est nulle, c'est à dire pour } S_0 = \frac{4 \cdot \gamma}{\Delta G_0} \quad (\text{VI-8})$$

$$\text{Or: } \Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (\text{VI-9})$$

$$\text{A l'équilibre, } T = T_e \text{ et } \Delta G = 0 \Rightarrow \Delta S = \frac{\Delta H}{T_e}$$

$$\Rightarrow \Delta G_0 = \frac{\Delta H_0}{T_e} \cdot (T_e - T) \quad (\text{VI-10})$$

| |
|--|
| $\text{d'où: } S_0 = \frac{4 \cdot \gamma \cdot T_e}{\Delta H_0 \cdot (T_e - T)} \quad (\text{VI-11})$ |
|--|

D'autre part MARDER et BRAMFITT [19] ont montré que S_0 est indépendant de la taille du grain austénitique. Par conséquent, la différence d'espacement interlamellaire observée entre les nuances A et C n'est due qu'à l'addition du nickel et du niobium dans la coulée C, qui abaissent les températures de transformation.

La continuité des lamelles de cémentite est également fonction de la température de transformation qui régit la facilité de diffuser du carbone, et donc la teneur en carbone des domaines austénitiques non transformés. Si la teneur en carbone est de 0,8%, les lamelles sont toujours continues, tandis qu'un plus faible pourcentage en carbone conduit à une discontinuité des lamelles [16]. Cette discontinuité de la cémentite dans l'acier C résulte des plus basses températures de transformation qui limitent la longueur de diffusion du carbone et par conséquent la quantité de cet élément dans les domaines austénitiques non transformés.

Lorsque la formation de la perlite est impossible, compte tenu d'une vitesse de refroidissement trop élevée et/ou d'une température TFR trop basse, l'austénite se transforme en bainite dans le cas des nuances A et B, ou partiellement en martensite dans l'acier C au niobium. Ces secondes phases ne sont observées qu'aux très basses TFR.

VI.1.2.2) Martensite - austénite (M/A)

VI.1.2.2.a) *Morphologie de la martensite*

La présence d'îlots de martensite dans l'acier C refroidi jusqu'aux plus basses températures de fin de refroidissement TFR et quelle que soit V_{γ} est due aux plus basses températures de transformation, induites par l'addition du niobium, et la

ségrégation du carbone. Ces changements de composition chimique stabilisent l'austénite (γ) jusqu'à des températures où la diffusion est trop faible pour permettre sa transformation par diffusion. La présence de martensite en lattes ou maclée résulte d'une hétérogénéité locale de la composition en carbone dans l'austénite. En effet, la formation de ces deux types de martensite dépend de la teneur locale en carbone. Aux teneurs supérieures à 0,4%, la martensite est maclée, alors qu'elle se présente sous formes de lattes disloquées aux plus basses concentrations [20]. Il semble que la proportion de martensite maclée diminue lorsque la vitesse de refroidissement augmente. Des observations semblables ont déjà été rapportées dans des aciers de compositions voisines par BANGARU et al. [21]. La réduction de la quantité de martensite maclée avec l'augmentation de la vitesse s'explique sans doute par un manque de diffusion du carbone. Cette insuffisance de diffusion conduit à un gradient de concentration entre l'interface bainite/austénite (α_b/γ) et le coeur du grain austénitique, d'autant plus important que la vitesse de refroidissement est élevée (figure 122). La plus faible concentration en carbone au coeur des grains γ (supposée inférieure à 0,4%) conduit à la formation de martensites en lattes.

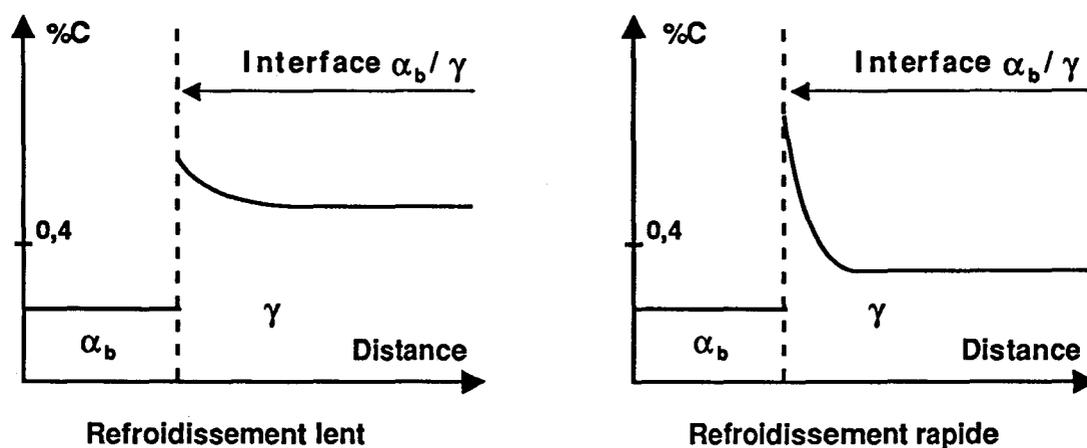


Figure 122: Effet de la vitesse de refroidissement sur le gradient de concentration en carbone dans l'austénite, après la transformation bainitique.

VI.1.2.2.b) Origine des îlots de M/A

La martensite est dans notre cas associée à de l'austénite. La présence de cette dernière phase résulte d'une transformation martensitique incomplète. Ces deux phases sont qualifiées de façon globale de constituant M/A. Ce constituant est

généralement observé lorsque l'on forme de la bainite sans carbures [7, 22]. Cette structure, typique du laminage à chaud des aciers bainitique à bas carbone [23], ou de la microstructure de la zone affectée par la chaleur en soudage [24] est appelée bainite "BI" dans la classification d'OHMORI [5, 6]. Dans cette nomenclature, les structures classiques des bainites, à savoir la bainite supérieure en lattes avec alignements de carbures interlattes, et la bainite inférieure avec carbures intralattes, sont respectivement qualifiées de bainite "BII" et "BIII". Plus récemment, BRAMFITT et al. [25] ont proposé une nouvelle classification des bainites (figure 123) qui introduit de légères nuances par rapport aux observations d'OHMORI. Dans cette dernière classification, les auteurs distinguent essentiellement la position et la nature des microconstituants associés à la ferrite bainitique.

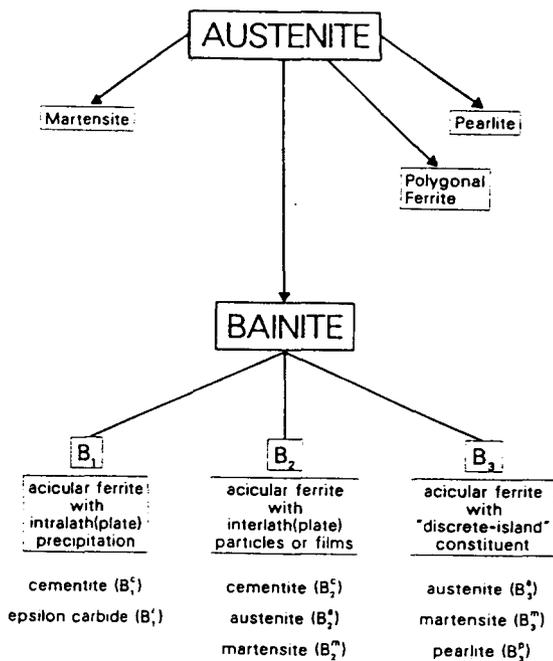


Figure 123: Nomenclature des structures bainitiques selon BRAMFITT et SPEER [25].

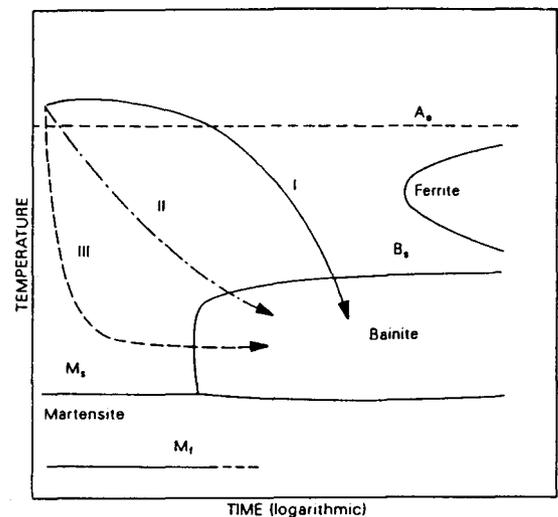


Figure 124: Représentation schématique d'un diagramme TRC montrant la formation des trois types de bainite. I: bainite sans carbures, II: bainite supérieure avec carbures interlattes, III: bainite inférieure avec carbures intralattes [26].

La figure 124, due à HABRAKEN et ECONOMOPOULOS [26], représente de façon schématique les différents "chemins" de refroidissement qui conduisent aux bainites sans carbures (I), supérieures (II) et inférieures (III). Cette figure montre que

la bainite sans carbures associée à des îlots discrets de M/A est obtenue lorsque le refroidissement est conduit à une vitesse relativement lente. La martensite présente dans les îlots de M/A se distingue de la martensite qui est formée lorsque la vitesse de refroidissement est supérieure à la vitesse critique de trempe. En effet la martensite des bainites sans carbures se caractérise par une teneur en carbone supérieure à la teneur nominale de l'acier, contrairement à la martensite des fortes vitesses qui présente une teneur en carbone égale à la composition de l'acier [7]. La formation des îlots de M/A et l'évolution de leur fraction volumique avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement peut s'expliquer de la façon suivante. Lorsque la vitesse de refroidissement est très lente, la décomposition de l'austénite conduit à la formation de ferrite et de perlite. Lorsque la vitesse augmente, la fraction de ferrite diminue et la plus faible quantité de carbone rejetée et surtout les plus basses températures interdisent la formation de secondes phases perlitiques. Lorsque la température devient inférieure à B_s (Bainite start), la transformation bainitique progresse, et le carbone en excès est rejeté dans l'austénite limitrophe non encore transformée. Si la vitesse de refroidissement reste suffisamment lente, le carbone peut diffuser dans toute l'austénite et la stabiliser. Ces domaines austénitiques se transformeront ensuite au cours du refroidissement en martensite lorsque la température sera inférieure à la température M_s locale. Si la vitesse de refroidissement augmente, la diffusion du carbone rejeté par la bainite est plus difficile (cinétique locale rapide, température de transformation bainitique plus basse). Dans ce cas, le carbone ne peut plus diffuser dans tout le volume d'austénite non transformée. Un gradient de concentration apparaît alors entre l'interface bainite/austénite (α_b/γ) et le coeur de l'îlot austénitique [23]. Cette hétérogénéité de composition peut conduire à former de la martensite en lattes au coeur du grain austénitique et de la martensite maclée au voisinage de l'interface (cf figure 122). Si la vitesse de refroidissement augmente encore, la ségrégation du carbone à l'interface est amplifiée, et si la concentration est suffisante, de la cémentite peut précipiter et conduire à un appauvrissement en carbone du coeur de l'îlot. Cette déstabilisation de l'austénite permet éventuellement une transformation bainitique secondaire. Lorsque la vitesse de refroidissement devient trop importante, l'austénite est totalement remplacée par des carbures et des phases ferrito-bainitiques [23], et la bainite sans carbures de type BI laisse place à de la bainite supérieure avec de la cémentite interlattes de type BII. Ce dernier point est vérifié dans l'acier C, dans le domaine des basses TFR, où l'on constate à la fois la présence de bainites BI et BII au coeur des largets, lorsque V_{ry} est égale à 25°C/s (cf figure 100, page 161), alors que seule la bainite BI est observée pour $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$. L'ensemble de ces considérations montre qu'il existe un domaine de vitesses de

refroidissement pour lequel la structure se compose de bainite et d'îlots de M/A. Pour ces derniers, la fraction volumique diminue avec l'augmentation de la vitesse.

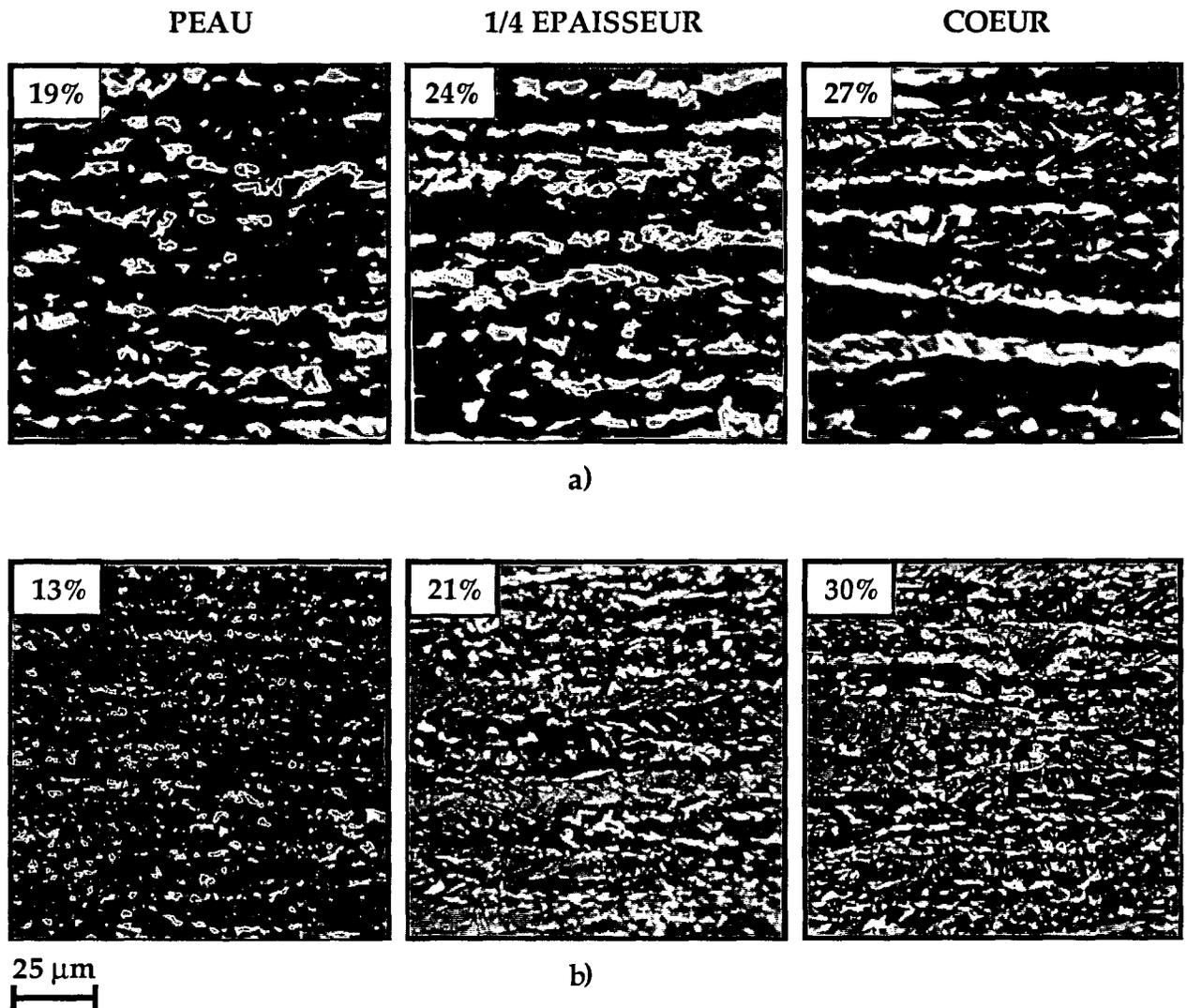


Figure 125: Variation de la fraction de M/A avec la position dans l'épaisseur des tôles de nuance C refroidies jusqu'au plus basses TFR à des vitesses de: a) 7°C/s, b) 25°C/s. Le dosage est effectué par microscopie optique et analyse d'images après attaque Lepera.

La réduction de la fraction de M/A a été observée dans les échantillons refroidis jusqu'aux plus basses TFR. En effet, la mesure des fractions volumiques de M/A dans l'épaisseur des produits, par microscopie optique et analyse d'images,

montre une réduction de la proportion de M/A lorsque l'on se déplace du coeur vers la peau des largets (figure 125), alors que la vitesse de refroidissement croît.

Ces résultats sont conformes à ceux de la littérature [23, 24, 27], et représentent un aspect particulier des aciers bas carbone microalliés. En effet, de façon générale (Cf annexe V), dans les aciers alliés, la fraction de martensite croît continûment avec la vitesse de refroidissement. Au contraire dans le cas présent, il existe un domaine de vitesses où la fraction de M/A diminue avec l'augmentation de la vitesse.

Trois derniers aspects du refroidissement accéléré doux et du laminage à chaud peuvent cependant rendre également compte d'une plus faible proportion de M/A en peau de tôle.

1) Lorsque le refroidissement accéléré, contrôlé par la température du coeur, est stoppé à une TFR donnée, la température en peau de tôle est inférieure à celle du coeur. Par exemple, dans l'enregistrement présenté au chapitre VI.1.1.3.b, pour une TFR à coeur de 280°C, la température en peau est de 150°C (pour une Vry de 16°C/s à coeur et de 29°C/s en peau). Au cours du refroidissement à l'air qui suit le RAD, la peau des tôles est réchauffée par le coeur, comme le schématise la figure 126. L'austénite non transformée en peau peut donc être en partie déstabilisée et conduire à la formation de carbures. Il a été montré en effet que la cémentite peut se former au cours d'un revenu à des températures voisines de 250°C à 300°C [28].

2) L'homogénéisation de la germination de la ferrite avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement est aussi favorable à une réduction de la fraction de M/A. L'accélération du refroidissement permet effectivement d'activer un plus grand nombre de sites de germination, en particulier, des sites intragranulaires. Ceci se traduit par une réduction de l'enrichissement local en carbone (Cf paragraphe VI.1.3), et par conséquent, de la stabilité de l'austénite. Dans ce cas la température limite (Bf) de formation de la bainite diminue et la fraction volumique de cette phase augmente [27].

3) La macroségrégation en manganèse et en nickel au coeur des largets réduit la teneur en carbone nécessaire pour stabiliser l'austénite [27]. Par conséquent, pour une même vitesse de refroidissement, la fraction de bainite devant être formée pour rejeter suffisamment de carbone dans l'austénite et la stabiliser diminue. Dans ce cas, la fraction de M/A augmente.

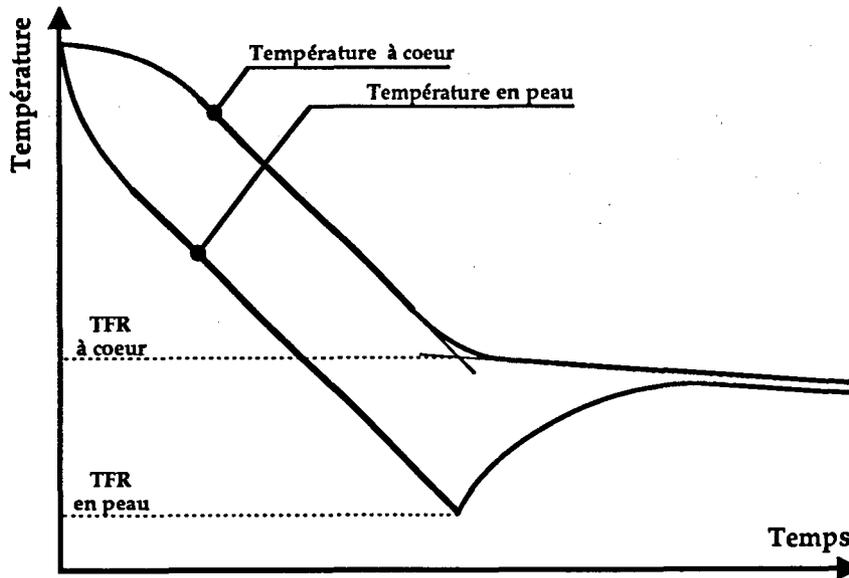


Figure 126: Ecart de températures de fin de refroidissement accéléré ente la peau et le coeur des largets. Conséquence sur l'auto-revenu de la peau.

VI.1.2.3) Evolution de la fraction volumique d'austénite

VI.1.2.3.a) Définitions

De façon générale, la distinction entre austénite résiduelle et retenue est liée aux valeurs de la température de fin de transformation martensitique M_f . En effet, si M_f est inférieure à la température ambiante, température d'observation des échantillons, la transformation martensitique est incomplète, d'où la présence d'austénite non transformée. Dans ce cas, l'austénite est qualifiée de résiduelle. A l'opposé, si M_f est supérieure à la température ambiante, la transformation martensitique devrait être complète. Cependant, l'austénite non transformée à M_s peut être stabilisée soit par des contraintes de compression résultant de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ [29, 30], soit par la composition chimique locale. Dans ce cas, l'austénite observée à la température ambiante est qualifiée de retenue.

Les températures M_s et M_f dépendent de la composition chimique. Des relations empiriques ont été déterminées. Les formules donnant les résultats les plus proches des valeurs expérimentales sont celles de ANDREWS [31]:

$$M_s = 539 - 423.\%C - 30,4.\%Mn - 17,7.\%Ni - 12,1.\%Cr - 7,5.\%Mo \quad (\text{VI-12})$$

$$M_f = 346 - 474.\%C - 33.\%Mn - 17.Ni - 21.\%Mo \quad (\text{VI-13})$$

Pour l'acier C, les températures M_s et M_f ainsi calculées sont respectivement égales à 450°C et 250°C. Compte tenu de la valeur élevée de M_f , l'austénite révélée par diffraction des rayons X (cf figure 105, page 171) et par spectrométrie Mössbauer est de l'austénite retenue. Sa stabilisation, détaillée au paragraphe précédent, résulte au moins de son enrichissement en carbone, puisque la teneur en cet élément (0,2% à coeur, et 0,3% en peau) est supérieure à la composition nominale de l'alliage.

VI.1.2.3.b) Variations de la fraction d'austénite retenue dans l'épaisseur des produits

La figure 105, page 171, montre l'évolution des fractions volumiques des différentes phases, mesurées au rayons X, dans l'épaisseur des produits. Ces fractions volumiques dépendent des conditions de refroidissement et de la composition chimique locale. A titre d'exemple, on peut tenter d'interpréter ces variations dans l'échantillon refroidi à 7°C/s en s'appuyant sur une analyse mathématique décrite ci-dessous.

VI.1.2.3.b.α) Effet des variations de vitesse de refroidissement dans l'épaisseur des produits

Les échantillons analysés sont issus d'un larget refroidi à 7°C/s jusqu'à une température de fin de refroidissement accéléré de 336°C à coeur. Pour calculer les fractions volumiques théoriques d'austénite retenue dans l'épaisseur, il faut tenir compte de la quantité de phases déjà formées lorsque la température atteint la température M_s locale, et des variations de cette température M_s induites par les variations de la teneur en carbone. La figure 127 (page suivante) présente les courbes de refroidissement de la peau (A) et du 1/4 épaisseur (B), et définit les différents paramètres. On se place dans l'immédiat hors du coeur pour s'affranchir des phénomènes de macroségrégation.

La fraction d'austénite X_A déjà transformée en peau est supérieure à la fraction X_B au 1/4 épaisseur. Ceci correspond à la réduction de la quantité de M/A lorsque l'on se déplace vers la peau (voir figure 125). Par ailleurs, la teneur en carbone dans l'austénite diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement, suite à la ségrégation du carbones aux interfaces (cf paragraphe VI.1.2.2.b). En conséquence, la température de début de transformation martensitique en peau, M_{sA} , est supérieure à la température M_{sB} .

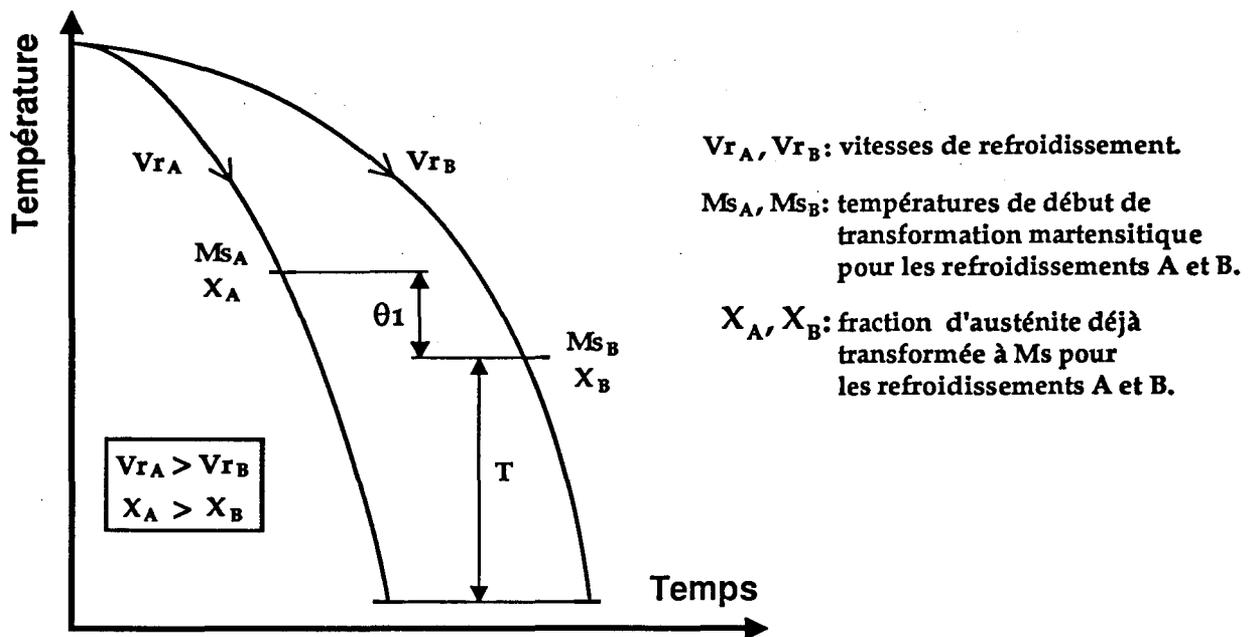


Figure 127: Courbes de refroidissement en peau et en 1/4 épaisseur du larget refroidi à 7°C/s jusqu'à 336°C. Définition des paramètres.

La transformation martensitique étant athermale, la fraction de martensite formée dépend de l'écart de température entre Ms et la température ambiante. A partir de ce fait, et des travaux de KOISTINEN et MARBURGER, MEYZAUD et SAUZAY [32] ont établi expérimentalement, pour les aciers faiblement alliés, une relation entre la fraction d'austénite retenue, la température d'arrêt de la trempe, les fractions d'austénite déjà transformée et la vitesse de refroidissement. Cette relation s'écrit au 1/4 épaisseur des largets:

$$X\gamma_B = (1 - X_B) \cdot \exp[-\lambda \cdot T \cdot (1 - \mu_B)] \quad (\text{VI-14})$$

avec: $\lambda = 0,011$

$$\mu_B = 0,41 \cdot \left\{ 1 - \exp[-0,33 \cdot (\Delta t_B)^{0,6}] \right\} \quad (\text{VI-15})$$

Dans la relation (VI-15), le terme Δt_B , appelé critère de refroidissement, représente le temps mis pour passer de 700°C à 300°C. Il caractérise donc la vitesse moyenne de refroidissement entre ces deux températures. En peau (A), la relation analogue à l'équation (VI-14) s'écrit sous la forme:

$$X\gamma_A = (1 - X_A) \cdot \exp[-\lambda \cdot (T + \theta_1) \cdot (1 - \mu_A)] \quad (\text{VI-16})$$

Après simplification, le rapport des équations (VI-14) et (VI-16) conduit à:

$$\frac{X_{\gamma_B}}{X_{\gamma_A}} = \left[\frac{1 - X_B}{1 - X_A} \right] \cdot \left[\frac{\exp(\lambda \cdot T \cdot \mu_B)}{\exp(\lambda \cdot T \cdot \mu_A)} \right] \cdot \left[\frac{1}{\exp[-\lambda \cdot \theta_1 \cdot (1 - \mu_A)]} \right] \quad (\text{VI-17})$$

Dans le membre de droite de l'équation (VI-17), chacun des deux premiers termes entre crochets est supérieur à l'unité puisque $X_A > X_B$, et $\Delta t_A < \Delta t_B$. Par ailleurs, le facteur $(1 - \mu_A)$ est toujours positif car dans les cas limites, c'est à dire lorsque $\Delta t_A = 0$ (refroidissement infiniment rapide), ou $\Delta t_A = \infty$ (refroidissement infiniment lent), μ_A est respectivement égal à 0 ou à 0,41. En conséquence, le troisième terme entre crochets est également supérieur à l'unité. La relation (VI-17) montre donc que la fraction d'austénite devrait être inférieure en peau. En d'autres termes, cette relation montre que la fraction d'austénite retenue diminue lorsque la vitesse de refroidissement augmente. Ce résultat est contraire aux observations présentées à la figure 105. Ceci suggère donc que d'autres phénomènes tels que les contraintes de compression induites par les transformations $\gamma \rightarrow \alpha$ antérieures, doivent intervenir pour stabiliser l'austénite. Cette stabilisation mécanique de l'austénite semble d'autant plus prononcée que la vitesse de refroidissement est élevée. Ce phénomène est vraisemblablement lié à la réduction de la taille des îlots austénitiques non transformés à la température M_s avec l'augmentation de la vitesse V_{ry} (cf figure 125). Il est en effet généralement observé [33 à 35] que la fraction d'austénite retenue à la température ambiante est d'autant plus importante que la dimension des particules d'austénite non transformée est réduite. L'explication possible de cette liaison entre la taille des îlots et leur stabilité mécanique est la suivante: lors de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, la dilatation de la matrice induit des contraintes de compression dans l'austénite non encore transformée, au voisinage du front de transformation (voir figure 128). Ces forces de compression peuvent donc entraver la transformation de l'austénite puisque celle ci s'accompagnerait d'une expansion volumique. Compte tenu des gradients de contraintes aux interfaces, la stabilité de l'austénite non transformée à M_s sera totale ou partielle suivant la dimension de ces îlots austénitiques. Si leur taille est faible, les champs de contraintes se recouvrent et interdisent la transformation martensitique $\gamma \rightarrow \alpha'$. Au contraire, si leur dimension est plus importante, les fronts de transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ peuvent progresser vers l'intérieur de l'îlot austénitique jusqu'à aboutir à la situation de la figure 128b. Dans le cas de grands îlots austénitiques à la température M_s , il n'est pas exclu non plus que la transformation martensitique s'amorce à la fois aux interfaces ferrito-banitique/austénite et au

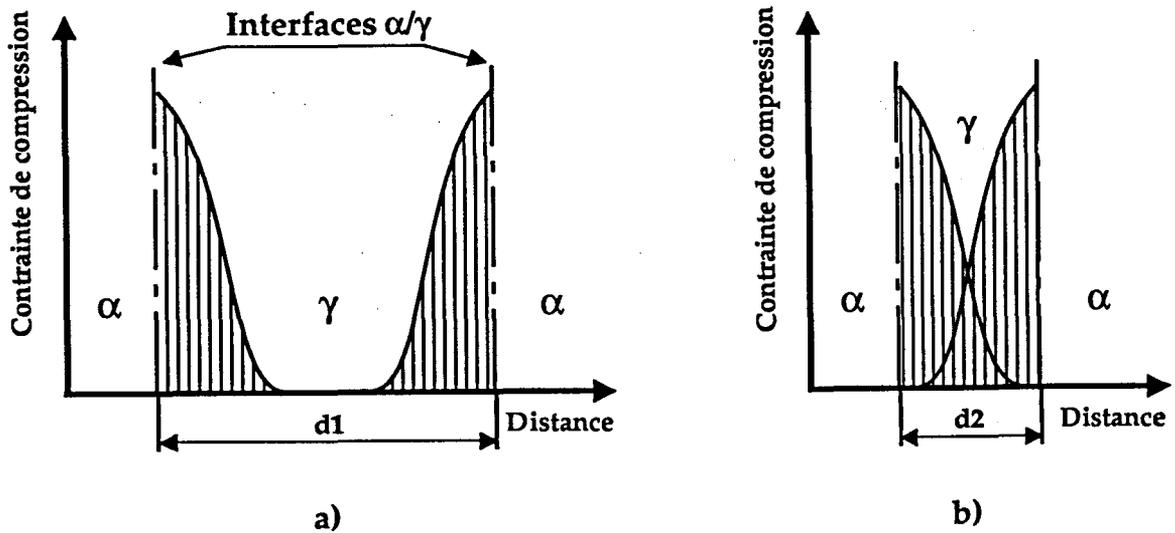


Figure 128: Stabilisation mécanique de l'austénite non transformée par les contraintes de transformations antérieures $\gamma \rightarrow \alpha$. a) Ilot de dimensions importantes partiellement stabilisé. b) Ilot de faibles dimensions totalement stabilisé.

coeur des grains d'austénite. Dans ces conditions, plusieurs zones d'austénite stabilisée peuvent coexister dans un même grain de M/A.

Les présents résultats suggèrent par conséquent que la stabilisation mécanique l'emporte sur la déstabilisation d'origine chimique.

VI.1.2.3.b.) Effet de la macroségrégation à coeur

La stabilité de l'austénite dépend entre autres de sa composition chimique. Par conséquent si l'acier présente des teneurs plus élevées en éléments gammagènes tels que le manganèse et le nickel, la transformation bainitique cessera à plus hautes températures puisque la teneur en carbone nécessaire pour stabiliser l'austénite sera réduite [27]. A ce stade, le volume d'austénite non transformée sera donc plus important et sa teneur en carbone plus faible. A stabilité de l'austénite identique, et pour une même vitesse de refroidissement, les températures M_s de début de transformation martensitique sont équivalentes entre les états ségrévés et non ségrévés, puisque l'augmentation de la teneur en manganèse et en nickel est compensée par une plus faible teneur en carbone. Si X_s est la fraction d'austénite déjà transformée à M_s dans le cas d'une ségrégation et X cette même fraction mais en absence de ségrégation, les fractions d'austénite retenues $X\gamma_s$ et $X\gamma$ s'écrivent:

$$X\gamma_s = (1 - X_s) \cdot \exp[-\lambda \cdot T \cdot (1 - \mu_s)] \quad (\text{VI-18})$$

$$X\gamma = (1 - X) \cdot \exp[-\lambda \cdot T \cdot (1 - \mu)] \quad (\text{VI-19})$$

Or, μ_s et μ sont égaux puisque la vitesse de refroidissement est supposée constante entre les états ségrégués ou non. Ceci implique que:

$$\frac{X\gamma_s}{X\gamma} = \frac{1 - X_s}{1 - X} \quad (\text{VI-20})$$

Puisque X_s est inférieure à X , le membre de droite de l'équation (VI-21) est toujours supérieure à l'unité. Par conséquent, la fraction d'austénite retenue est plus importante en présence de ségrégation d'éléments gammagène.

La superposition des effets de la vitesse de refroidissement et des phénomènes de ségrégation conduisent aux résultats observés à la figure 105.

Par ailleurs, la figure 105 montre que le larget refroidi à 25°C/s présente à coeur une fraction de M/A plus élevée et une fraction d'austénite retenue plus faible que dans le larget refroidi à 7°C/s, malgré une vitesse de refroidissement plus importante. Ceci peut certainement s'expliquer par une différence de macroségrégation en fin de laminage. En effet, si la ségrégation en manganèse et en nickel est plus importante dans l'échantillon refroidi à 25°C/s, la teneur en carbone nécessaire pour stabiliser l'austénite sera plus faible et donc la fraction de bainite formée également. Par conséquent, la proportion de M/A est dans ce cas supérieure à 25°C/s (cf figure 125). La plus faible proportion d'austénite retenue est liée par ailleurs à la formation de la cémentite aux interfaces bainite/austénite, comme cela est précisé au paragraphe suivant.

VI.1.2.3.b.γ) Variation de la fraction de cémentite

Au coeur du larget refroidi à 7°C/s, on remarque l'absence de cémentite, alors que la précipitation de carbures est effective lorsque l'on se déplace vers la peau. Deux raisons peuvent expliquer cette différence. 1) A coeur, la teneur en carbone est plus faible en raison de la ségrégation du manganèse et du nickel (voir remarque 3, page 206). 2) La vitesse de refroidissement relativement lente permet au carbone

rejeté par la bainite de diffuser dans tout le volume d'austénite non transformée. Par conséquent la teneur locale en carbone est trop faible pour permettre la précipitation de cémentite. Lorsque l'on se rapproche de la peau, la vitesse augmentant, la diffusion du carbone est réduite, et le phénomène du gradient de concentration entre l'interface et le coeur de l'îlot austénitique favorise alors la formation de cémentite. Il semble donc surprenant d'observer une fraction volumique de cémentite plus faible en peau dans l'échantillon refroidi à 25°C/s. Ce résultat provient sans doute d'un élargissement exagéré du pic de diffraction de la cémentite, dû à une trop faible taille des carbures en peau [36]. L'élargissement de ce pic rend difficile sa distinction du fond continu, et peut donc conduire à sous-estimer la fraction réelle de cémentite.

VI.1.3) Distribution spatiale des secondes phases

La structure en bandes, observée après refroidissement à l'air et pour les refroidissements accélérés les plus doux a pour origine: la ségrégation du manganèse et du nickel lors de la solidification de l'acier, et l'alignement de ces zones enrichies en éléments gammagènes au cours du laminage [37]. La répartition homogène des secondes phases est favorisée par une vitesse de refroidissement V_{ry} élevée et par une basse température de fin de refroidissement TFR. L'augmentation de la vitesse de refroidissement accroît la force motrice de la transformation ferritique et permet ainsi une germination des grains de ferrite dans tout le matériau, et non seulement aux joints de grains de l'austénite [38]. De ce fait, le carbone est rejeté par la ferrite dans toutes les directions et en tout point de la structure comme l'illustre le schéma de la figure 129. La configuration de la figure 129b limite la ségrégation du carbone dans des domaines privilégiés et évite ainsi la formation de bandes continues de secondes phases. De plus, l'abaissement de la température de fin de refroidissement accéléré contribue à réduire la distance de diffusion du carbone. Aux basses TFR, le rejet des atomes de carbone s'effectue seulement à courte distance, au voisinage des germes de ferrite en cours de croissance, avec pour conséquence une distribution des secondes phases formées dans les zones enrichies en carbone plus homogène qu'avec une plus faible vitesse de refroidissement ou une plus haute TFR. Au contraire, avec ces dernières conditions, la diffusion du carbone à plus longue distance vers les domaines enrichis en manganèse et en nickel conduit à la formation d'une structure en bandes. A cet égard, la figure 130 illustre l'effet du RAD sur la ségrégation du carbone à mi-épaisseur de tôle d'un acier à 0,08% de carbone et à 1,33% de manganèse microallié au titane, au niobium et au vanadium.

VI.1.4) Analyse de la précipitation de (Ti, Nb)(C, N)

VI.1.4.1) Précipitation à l'état liquide

L'existence de très gros précipités de type TiN, dont la taille peut atteindre le micromètre, résulte de leur formation à l'état liquide du fait de la faible solubilité du titane dans l'acier. La mobilité des éléments à l'état liquide étant très importante, ces précipités peuvent croître facilement pour atteindre de grandes dimensions.

VI.1.4.2) Origine de la distribution hétérogène des précipités

L'analyse par microscopie électronique en transmission des précipités de type (Ti, Nb)(C, N) a révélé une hétérogénéité de distribution spatiale de ces particules (cf figure 80, page 135). Les précipités sont en effet généralement regroupés en bandes pouvant traverser plusieurs grains. Entre ces bandes la structure présente une faible densité de précipités. Ce phénomène peut s'interpréter par le schéma de transformation suivant:

1) Lors de la solidification de l'acier, les précipités de TiN formés à l'état liquide servent vraisemblablement de sites de germinations multiples pour l'austénite. En fin de transformation austénitique, ces nitrures se retrouveront donc aux joints de grains. Par ailleurs, pendant la transformation liquide \rightarrow solide, le niobium qui présente une solubilité plus importante dans l'acier liquide, va ségréger dans les espaces interdendritiques. Par conséquent, en fin de solidification, l'austénite présente un gradient de concentration en niobium entre le coeur des grains et les joints. La structure s'identifie alors à la figure 131.

2) Au cours du refroidissement des brames, la précipitation du niobium sur les nitrures de titane est favorisée par l'enrichissement des grains au voisinage des joints, et la faible vitesse de refroidissement de ces produits épais (200 à 300 mm). Ainsi, à la température ambiante, après la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, la structure ferritique des brames est parsemée de grosses particules de (Ti, Nb)(C, N) si l'on admet que tout le niobium a précipité sur les nitrures de titane.

3) Lors du réchauffage des brames, préliminaire au laminage, le niobium est remis en solution. Cependant, compte tenu de la taille atomique de cet élément (supérieure à celle du fer), le niobium en solution tend à ségréger de nouveau aux

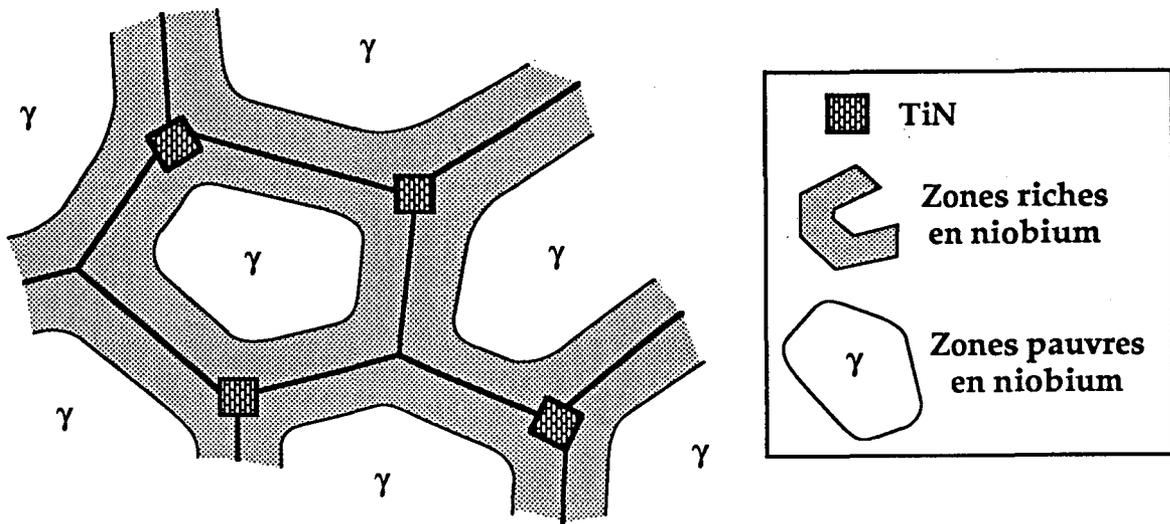


Figure 131: Enrichissement en niobium des domaines limitrophes aux joints de grains austénitiques dû à la solidification.

joints de grains austénitiques [1, 2]. La distribution du niobium est alors analogue à celle obtenue en fin de solidification. Pendant la seconde phase de laminage, l'austénite ne recrystallise pas. Les grains sont par conséquent allongés suivant la direction de laminage, et les domaines riches en niobium sont alignés le long des joints de grains austénitiques, comme le schématise la figure 132, page 217.

4) Après l'opération de laminage à chaud, les grains de ferrite germent sur les joints de grains austénitiques pendant le refroidissement de la tôle. La croissance de ces grains de part et d'autre des joints γ conduit à un rejet du carbone dans l'austénite non transformée et provoque une précipitation du niobium de type interphase devant le front de transformation. En fin de transformation ferritique, les précipités sont contenus dans les bandes initialement riches en niobium en solution. Ces bandes de précipités traversent différents grains de ferrite puisque plusieurs germes de ferrite peuvent apparaître sur le même joint austénitique (cf figure 132). La figure 80b, page 135, montre par ailleurs que, d'une bande de précipités à l'autre, la taille des particules peut être différente. Ce dernier point résulte certainement d'une température de formation variable. Si la précipitation est en effet liée au rejet du carbone au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, plus cette transformation aura lieu localement à basse température, et plus la diffusion du niobium, nécessaire à la croissance des particules, sera limitée. Une variation de la température de transformation ferritique peut être interprétée par une ségrégation des éléments gammagènes différente d'un joint austénitique à l'autre.

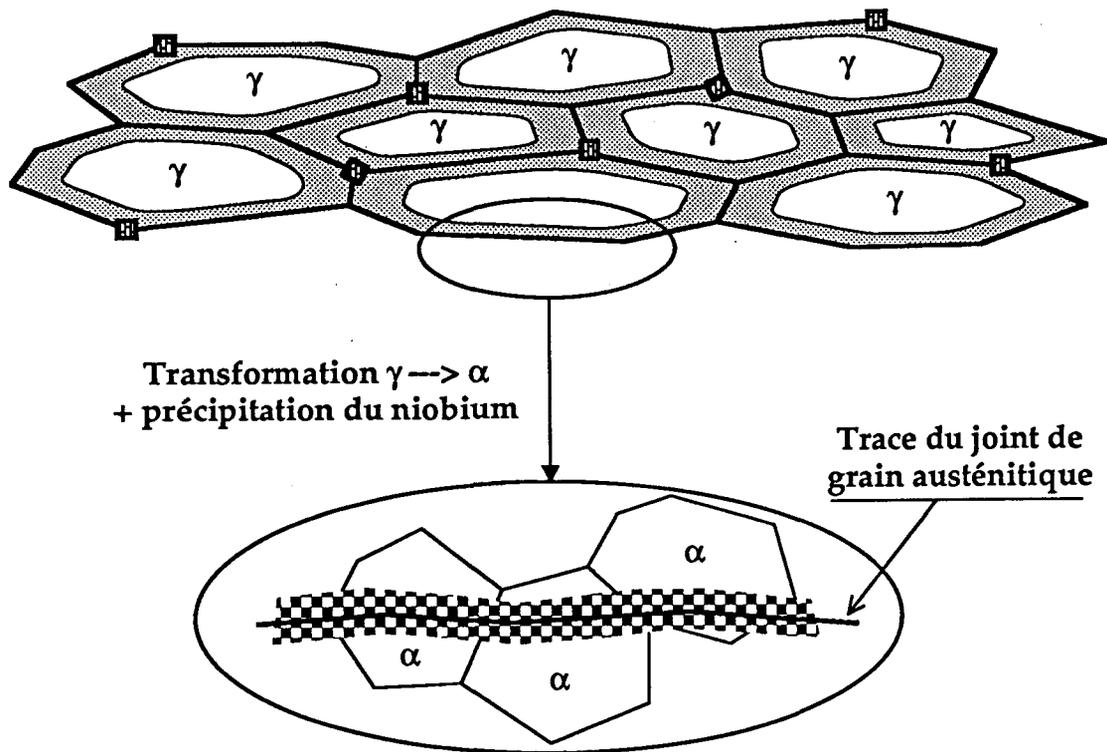


Figure 132: Ségrégation du niobium en solution aux joints de grains austénitiques pendant le réchauffage. Conséquence sur la distribution des précipités dans la phase ferritique après transformation au refroidissement.

Une solution envisageable pour réduire cette précipitation en bandes serait d'augmenter la teneur en niobium des aciers, pour faciliter sa diffusion en volume dans les grains austénitiques dès lors que les joints de grains seraient saturés.

VI.2) CORRELATIONS MICROSTRUCTURES-PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Le comportement mécanique est conditionné par la microstructure (matrice, secondes phases, taille de grains, précipités), qui varie avec les paramètres du refroidissement. Cette influence du RAD s'exerce sur la nature et la dispersion des secondes phases et sur la nature de la matrice. La présentation et l'interprétation détaillées des évolutions microstructurales, décrites précédemment peut se résumer de la façon suivante: l'augmentation de la sévérité du refroidissement (accroissement de V_r et/ou réduction de TFR) conduit à:

- 1) une homogénéisation de la microstructure par disparition de la structure en bandes,

2) une augmentation du caractère trempant de la matrice (densité de dislocations) et des secondes phases. La nature des secondes phases évolue depuis la perlite, dont l'espacement interlamellaire diminue, jusqu'à la bainite supérieure dégénérée dans les aciers A et B, et à la martensite dans l'acier C au niobium,

3) une réduction de la taille des grains " $d\alpha$ " de la matrice,

4) un affinement de la précipitation intragranulaire des carbonitrides de niobium - titane (Nb, Ti)(C, N).

VI.2.1) Limite d'élasticité

Les figures 133 et 134 relatives respectivement aux nuances A et C présentent les évolutions simultanées de la microstructure et de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$. Le cas de l'acier B, comparable à celui de A n'est pas représenté. Sur ces figures, les constituants de la matrice sont inscrits sur fond blanc, tandis que ceux des secondes phases sont écrits sur fond gris. Les phases sont mentionnées de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leur fraction volumique.

VI.2.1.1) Analyse du durcissement

Compte tenu de la description de l'évolution de la microstructure avec les conditions de refroidissement, les variations de la limite d'élasticité mettent en jeu différentes composantes à savoir: un effet de taille de grain (relation de Hall et Petch), un durcissement de forêt (σ_d) occasionné par les dislocations intrinsèques à la structure, un durcissement de précipitation (σ_p), un durcissement de solution solide (σ_{ss}), et une composante de frottement de réseau (σ_r).

Par ailleurs, la limite d'élasticité mesurée $R_{p0,2}$ ne correspond à une contrainte d'écoulement à 0,2 % de déformation qu'aux plus basses TFR (< 350 - 400°C) et uniquement pour la nuance C où la consolidation augmente continûment. Au contraire, aux plus hautes TFR dans l'acier C, et dans tous les cas pour les aciers A et B, les courbes de traction se singularisent par l'existence d'un palier de traction. Il en résulte que $R_{p0,2}$ est alors mesurée pour une déformation de quelques pourcents (3 à 5%). En effet, lors de l'essai de traction, la déformation est

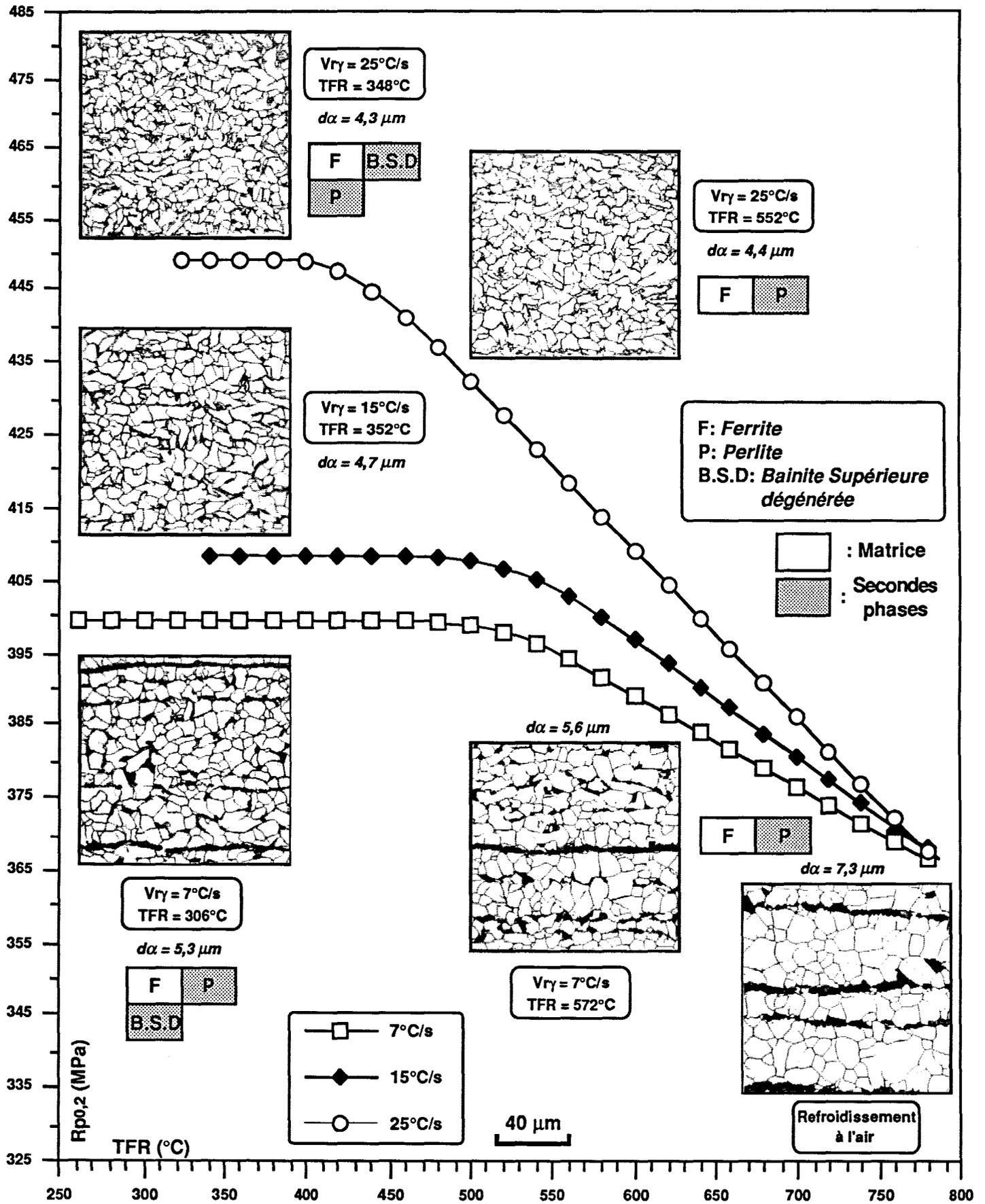


Figure 133: Corrélations entre la microstructure et la limite d'élasticité de la nuance A.

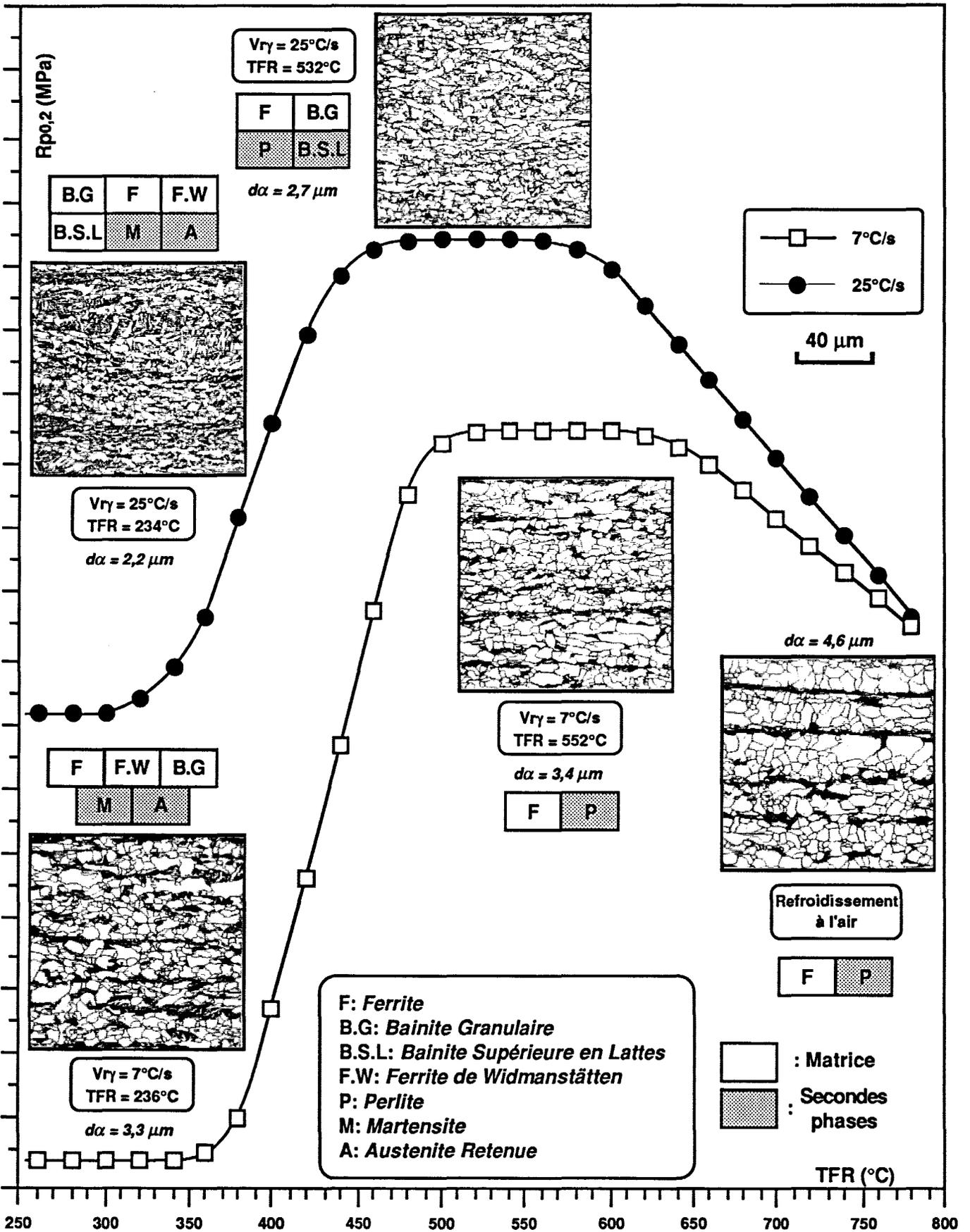


Figure 134: Corrélations entre la microstructure et la limite d'élasticité de la nuance C.

mesurée sur toute la longueur utile de l'éprouvette. Si la déformation est homogène, la déformation mesurée est égale à la déformation locale de la structure (figure 135a). A l'opposée, l'apparition de bandes de Piobert-Lüders se traduit par une déformation plastique locale de quelques pourcents, tandis que le reste de l'éprouvette est déformée élastiquement. Dans ce cas, la déformation mesurée est inférieure à la déformation réelle de la structure (figure 135b), et la limite d'élasticité apparente mesurée sur le palier de traction pour une déformation globale de l'éprouvette de 0,2% par exemple correspond en fait à la contrainte nécessaire pour propager les bandes de Piobert-Lüders, c'est à dire pour généraliser dans l'ensemble de l'éprouvette une déformation de 3 à 5%, correspondant à la longueur du palier.

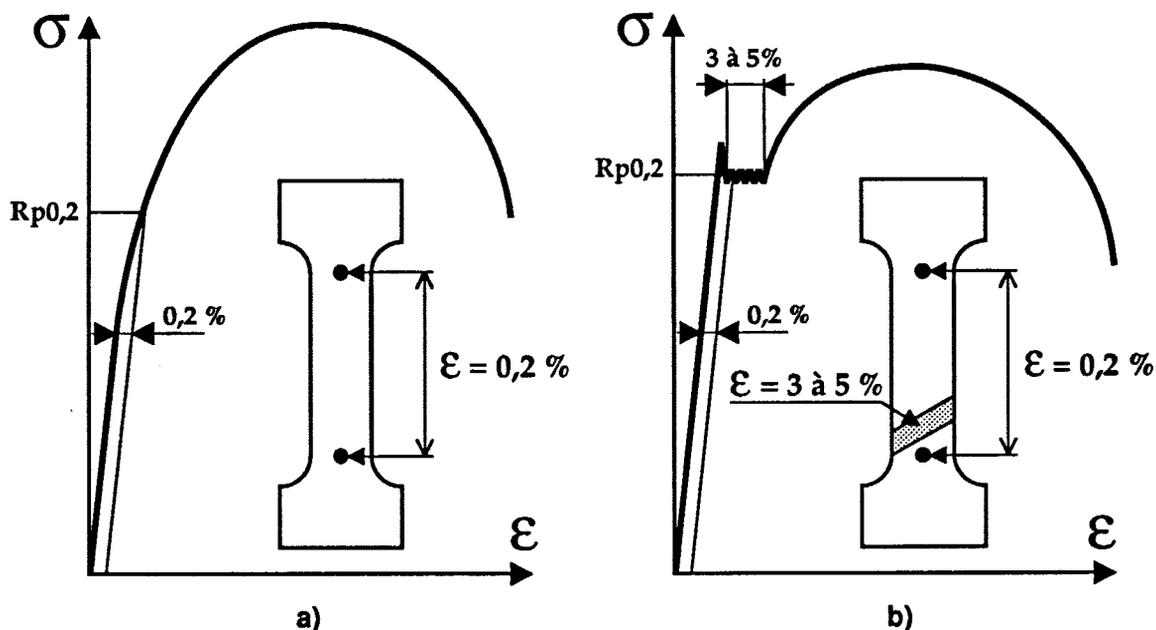


Figure 135: Niveau réel de la déformation locale dans une éprouvette de traction selon a) l'absence, ou b) la présence des bandes de Piobert-Lüders.

A ces niveaux notables de déformation, deux nouveaux aspects interviennent:

1) Les secondes phases sont déformées. La figure 136 (page suivante) montre à cet égard un flot de perlite disloqué, observé par microscopie en transmission sur une lame mince prélevée au coeur d'une éprouvette de traction pour laquelle l'essai a été interrompu au cours de la propagation des bandes à un niveau de déformation globale de 1%. La densité de dislocations est également supérieure dans la matrice au contact des secondes phases. Ces observations se traduisent par une contribution durcissante supplémentaire (σ_{sp}).

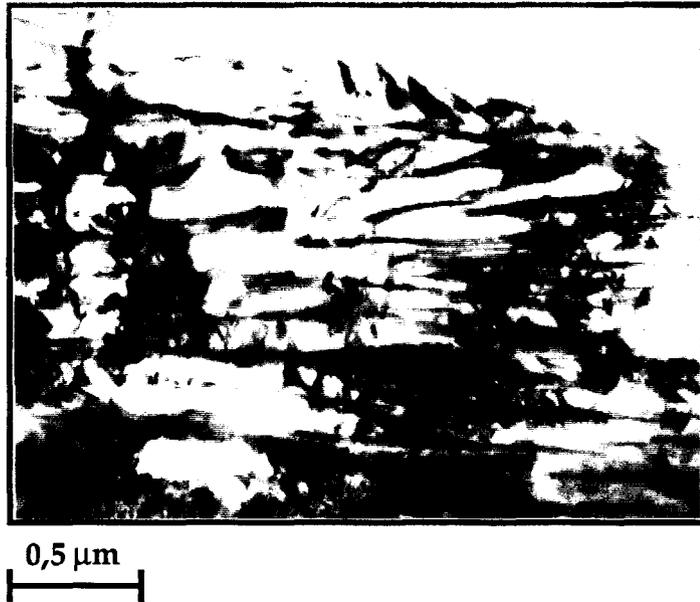


Figure 136: Aspect de la perlite déformée dans une bande de Piobert-Lüders.

2) La plastification se manifeste par un terme de consolidation ($\sigma(\epsilon)$). Ce dernier terme est rarement considéré dans la littérature.

La prise en compte des diverses contributions durcissantes conduit en première approximation à la relation suivante:

$$R_{p_{0,2}} = \sigma_{ss} + \sigma_r + \sigma_d + \sigma_p + \beta \cdot (\sigma_{sp} + \sigma(\epsilon)) + k_y \cdot d_\alpha^{-1/2} \quad (\text{VI-21})$$

Dans cette relation, le coefficient β est respectivement égal à 1 ou 0 en présence ou non d'un palier de traction.

Hormis le durcissement des joints de grains, qui est le facteur prédominant dans la relation de Hall et Petch, les diverses contributions à la résistance des matériaux ne sont pas toujours facilement quantifiables. Il est donc utile de rappeler l'origine et le formalisme de ces composantes du durcissement avant d'essayer d'interpréter l'évolution de la limite d'élasticité par une relation du type (VI-21).

VI.1.2.1.a) Durcissement de solution solide σ_{ss}

Le durcissement de solution solide résulte des interactions entre les dislocations et les éléments d'alliage. Le durcissement induit par les atomes interstitiels (carbone, azote) est généralement supérieur à celui provoqué par les

atomes substitutionnels [40]. Toutefois, ces derniers ont un rôle indirect sur le durcissement par les atomes interstitiels puisqu'ils modifient la solubilité et la mobilité de ces derniers. Les interactions entre les dislocations et les atomes étrangers se subdivisent en deux groupes. Le premier concerne la ségrégation des atomes en solution sur les dislocations à l'arrêt, tandis que le second groupe correspond aux interactions entre les atomes et les dislocations en mouvement. La ségrégation des éléments d'addition sur les dislocations a plusieurs origines. On cite des effets: de taille d'atomes, de module d'élasticité et électrostatiques [40]. L'épinglage des dislocations par les atomes de carbone est à l'origine du crochet de traction dans les aciers doux. Ce phénomène est par ailleurs observé dans la plupart des métaux de structure cubique centrée contenant des impuretés interstitielles. Par ailleurs, de nombreux auteurs se sont intéressés aux interactions entre les dislocations en mouvement et les atomes de soluté. Ils ont ainsi déterminé expérimentalement des relations entre la composition des aciers microalliés et le durcissement de solution solide. A titre d'exemple nous citerons les travaux de GLADMAN et al. [41] et de CHOQUET et al. [42] pour les aciers HSLA:

$$\sigma_{SS} = 37.(\%Mn) + 83.(\%Si) + 2918.(N_{sol}) \quad (VI-22) \quad [41]$$

$$\sigma_{SS} = 23.(\%Mn) + 53.(\%Si) + 700.(\%P) + 5000.(N_{sol}) \quad (VI-23) \quad [42]$$

VI.1.2.1.b) Frottement de réseau σ_r

Lorsqu'une dislocation se déplace d'une position A à une position B (figure 137), elle doit passer par une position intermédiaire qui correspond à une augmentation de l'énergie du cristal, puisque le nombre de liaisons atomiques rompues augmente. Il faut donc fournir de l'énergie pour amener la dislocation de

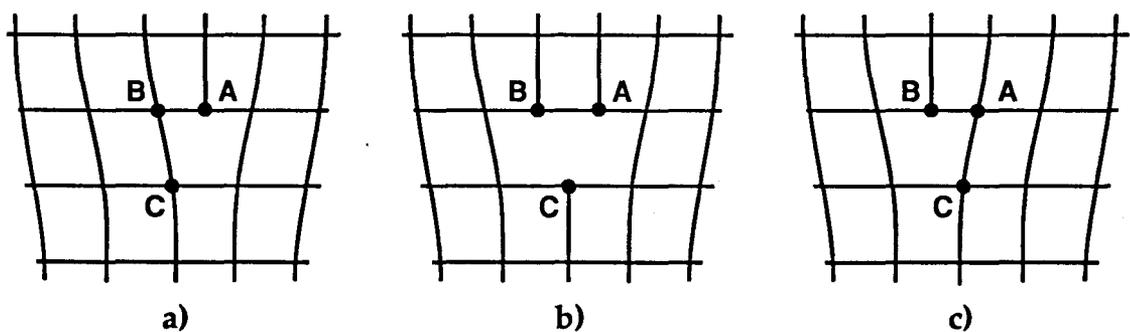


Figure 137: Glissement d'une dislocation dans un réseau atomique. a) et c) position d'équilibre de la dislocation. b) Position d'énergie maximale, d'après [43].

A en B. La contrainte nécessaire au passage de la dislocation est appelée contrainte de frottement ou de Peierls. La valeur de cette contrainte de cisaillement dans le plan de glissement τ_r est donnée dans le modèle de Peierls-Nabarro [43]:

$$\tau_r = \left(\frac{2 \cdot \mu}{K} \right) \cdot \exp(-2 \cdot \pi \cdot d / K \cdot b) \quad (\text{VI-24})$$

avec: μ : module de cisaillement,

d : distance interréticulaire,

b : vecteur de Burgers,

K : constante respectivement égale à 1 ou $(1 - \nu)$ pour les dislocations vis ou coins (ν est le coefficient de Poisson).

En pratique, la contribution des forces de frottement à la résistance au glissement du matériau polycristallin est déterminée par régressions linéaires. Les valeurs obtenues dans les aciers microalliés varient d'environ 60 à 90 Mpa [41, 42].

VI.1.2.1.c) Durcissement de précipitation σ_p

Le mécanisme de durcissement par une phase précipitée intragranulaire dépend de la cohérence ou de l'incohérence cristallographique de cette phase avec la matrice. Si les précipités sont cohérents, les dislocations mobiles pourront les traverser en les cisillant. Dans le cas contraire elles devront les contourner. Il a été montré [44] que les carbonitrides de niobium-titane sont incohérents même pour une taille de particule proche du micromètre. Ceci est d'autant plus vrai que les précipités sont riches en niobium et en carbone, puisque dans ce cas le paramètre de maille des particules augmente [45], avec le résultat d'un accroissement de l'écart à la cohérence avec la matrice. Par conséquent, dans le cas présent, le durcissement de précipitation suit un mécanisme de contournement du type Orowan. La contrainte induite par l'interaction des dislocations avec les précipités s'écrit dans ce cas [41]:

$$\sigma_p = \frac{M \cdot \mu \cdot b}{2 \cdot \pi \cdot \lambda} \cdot \ln\left(\frac{d}{2 \cdot b}\right) \quad (\text{VI-25})$$

avec: M : facteur de Taylor. $M = 2,733$ pour les structures cubiques centrés [46],

μ : Module de cisaillement. $\mu = 80700$ MPa [47],

b : vecteur de Burgers des dislocations. $b = 0,25$ nm,

d : diamètre moyen des précipités dans le plan de glissement,

λ : espacement entre les précipités de surface à surface.

Si N_p est la densité de précipités par unité de surface, l'espacement λ entre ces particules s'écrit dans le cas d'une distribution cubique:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{N_p}} \cdot d \quad (\text{VI-26})$$

Dans l'étude présente, nous avons mesuré, après refroidissement à l'air, une densité de précipités N_p et une taille moyenne de précipités d respectivement égales à 80 particules/ μm^2 et environ 9 nm pour l'acier C, et à 13,5 particules/ μm^2 et 13 nm pour la nuance A. Pour cette dernière nuance, les valeurs de la densité et de la taille des précipités correspondent à celles observées après trempe en fin de laminage. On peut supposer en effet que le refroidissement à l'air ne modifie pas l'état de précipitation. Tout calcul fait, on obtient dans ce cas une différence de durcissement par précipitation de l'ordre de 160 MPa entre les deux nuances. Or la différence de limite d'élasticité entre les deux aciers après refroidissement à l'air n'est que de 95 MPa, desquels il faut déduire de plus les effets de tailles de grains et de la perlite. La taille moyenne des grains et la fraction de perlite sont en effet respectivement inférieure et supérieure dans C. Le calcul ci-dessus surestime donc considérablement le durcissement réel par précipitation. Ce résultat montre que l'hypothèse d'une distribution au hasard des précipités est incorrecte, et qu'il faut évidemment tenir compte de la distribution en bandes des précipités. Ces bandes riches en précipités laissent entre-elles des zones plus pauvres en particules, où les dislocations pourront se mouvoir plus librement qu'au sein d'une précipitation continue.

VI.1.2.1.d) Durcissement par les dislocations σ_d et par écrouissage $\sigma(\epsilon)$

Les deux contributions durcissantes σ_d et $\sigma(\epsilon)$ ne sont pas fondamentalement différentes puisqu'elles représentent toutes les deux des interactions entre les dislocations glissiles et les dislocations sessiles. Toutefois, dans l'analyse phénoménologique présentée, ces contributions sont distinguées pour rendre compte d'une part du durcissement lié aux interactions entre les dislocations intrinsèques à la structure, et d'autre part de celui qui résulte de la consolidation du matériau par la multiplication des dislocations au cours de la déformation plastique. Ce terme de consolidation n'intervient d'ailleurs dans la relation (VI-21) que dans le cas des matériaux présentant un palier de traction, pour lesquels la

limite d'élasticité macroscopique à 0,2% de déformation correspond à une déformation plastique locale de 3 à 5%.

Le durcissement par les dislocations (intrinsèques ou d'écrouissage) trouve son origine dans le fait que, lorsque deux dislocations sont proches l'une de l'autre, leurs champs de distorsions élastiques se superposent, et ceci conduit à une augmentation ou à une diminution de l'énergie élastique totale selon que les distorsions s'additionnent ou se compensent. La force d'interaction entre les dislocations peut donc être soit attractive, soit répulsive. Dans les deux cas, ces forces à courtes distances freinent le déplacement des dislocations mobiles [43]. Une dislocation exerce en un point quelconque du matériau une contrainte τ inversement proportionnelle à la distance r entre la dislocation et ce point. On montre en effet [43] que:

$$\tau = \frac{\alpha \cdot \mu \cdot b}{2 \cdot \pi \cdot r} \quad (\text{VI-27})$$

α est une constante dépendant de la nature des dislocations (vis ou coin). Si r est en particulier la distance moyenne entre les dislocations dans le cas d'une distribution au hasard, alors:

$$r = \frac{1}{\sqrt{\rho}} \quad (\text{VI-28})$$

où ρ est la densité de dislocations. Par conséquent le durcissement dû aux interactions entre dislocations s'écrit sous la forme:

$$\sigma_d = \frac{\alpha}{2 \cdot \pi} \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho_0} \quad (\text{VI-29})$$

$$\sigma(\epsilon) = \frac{\alpha}{2 \cdot \pi} \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho(\epsilon)} \quad (\text{VI-30})$$

Dans la relation (VI-29) la densité ρ_0 ne dépend que de l'état de la structure après le traitement thermomécanique, en l'occurrence des conditions de refroidissement, tandis que la densité de dislocations $\rho(\epsilon)$ de la relation (VI-30) dépend du taux de déformation au cours de l'essai de traction.

VI.1.2.1.e) Durcissement par les secondes phases σ_{sp}

Lorsqu'une structure est composée de différentes phases, la limite d'élasticité théorique est celle de la phase la plus ductile. Or comme cela a été mentionné précédemment, lorsque la courbe de traction présente un palier, la limite d'élasticité macroscopique mesurée correspond à une déformation locale de 3 à 5%. Dans ces conditions, les secondes phases sont également déformées, et la limite d'élasticité (ou plus exactement la contrainte d'écoulement) doit intégrer l'effet de ces phases sur l'écoulement de la matrice. Dans le cadre des structures ferrito-perlitiques, différents auteurs ont déterminé des relations qui expriment la limite d'élasticité de la structure biphasée comme une loi de mélange faisant intervenir les fractions volumiques et les limites d'élasticité propres des deux phases. Nous citerons à titre d'exemple les résultats de GLADMAN et al. [48] qui montrent que la limite d'élasticité d'une structure ferrito-perlitique est décrite par:

$$R_{p_{0,2}}(\text{MPa}) = f_{\alpha}^{1/3} \cdot \left[35,4 + 58,5.(\% \text{Mn}) + 17,4 \cdot d_{\alpha}^{-1/2} \right] + \left(1 - f_{\alpha}^{1/3} \right) \cdot \left[178,6 + 3,9 S_0^{-1/2} \right] + 63,1.(\% \text{Si}) + 425.(\% \text{N}_{\text{sol}})^{1/2} \quad (\text{VI-31})$$

Dans cette relation, la taille des grains ferritiques d_{α} et l'espacement interlamellaire de la perlite S_0 sont exprimé en millimètres.

Les équations du type (VI-31), sont cependant limitées à notre avis aux structures ferrito-perlitiques obtenues après des refroidissements lents, après lesquels la structure est en bandes. Il est en effet justifié de penser que la distribution de la perlite, et des secondes phases en général, affecte également l'effet de ces phases sur l'écoulement de la matrice. Si l'on appelle D_{sp} un coefficient caractéristique de la dispersion des secondes phases, qui tient compte de la taille et de l'espacement des flots, l'équation phénoménologique de la limite d'élasticité d'une structure biphasée doit s'écrire sous la forme:

$$R_{p_{0,2}} = f_{\alpha}^n \cdot \left[R_0 + k_y \cdot d_{\alpha}^{-1/2} \right] + \left(1 - f_{\alpha}^n \right) \cdot D_{sp} \cdot R_{sp} \quad (\text{VI-32})$$

Dans la relation (VI-32), R_{sp} représente la limite d'élasticité des secondes phases. Le facteur n exprime, comme dans la relation (VI-31), la non linéarité de la limite d'élasticité de la structure biphasée avec la fraction volumique f_{α} .

VI.2.1.2) Superposition des contributions durcissantes

Lorsque plusieurs mécanismes de durcissement contribuent à la résistance mécanique du métal, les effets ne sont pas nécessairement additifs comme le présente la relation (VI-21). KOCKS et al. [49] différencient à ce titre différents cas selon la résistance et la densité des obstacles. Dans l'analyse présente, deux types de sommation sont utilisés: 1) Dans le cas de deux familles d'obstacles de résistances et de densités différentes, les composantes de durcissement s'additionnent linéairement. Un tel exemple est la superposition de l'effet des joints de grains et du frottement de réseau. 2) Lorsque les obstacles ont une résistance équivalente mais des densités différentes, le durcissement résultant est égal à la racine carrée de la somme des carrés de chacune des composantes. KOCKS indique de plus que ce dernier type de sommation doit toujours être appliqué quand les diverses obstacles sont impénétrables. Il cite par exemple la présence simultanée de précipités incohérents et de dislocations. Par conséquent, en accord avec cette présentation, et avec la formulation (VI-32) de l'effet des secondes phases, la relation (VI-21) devient:

$$R_{p_{0,2}} = f_{\alpha}^{n\beta} \cdot \left[\left[\sigma_{ss}^2 + \sigma_r^2 \right]^{1/2} + \left[\beta \cdot \sigma(\epsilon)^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 \right]^{1/2} + k_y \cdot d_{\alpha}^{-1/2} \right] + (1 - f_{\alpha}^{n\beta}) \cdot D_{sp} \cdot R_{sp} \quad (VI-33)$$

Excepté la contribution des secondes phases (indice "sp"), les différentes contributions durcissantes de la relation (VI-33) sont relatives aux obstacles intragranulaires qui entravent le déplacement des dislocations mobiles.

La fraction volumique est élevée à la puissance β pour rendre compte de l'écoulement plastique limité à la matrice en l'absence de palier de traction. Dans ce cas, $\beta = 0$, et la relation (VI-33) se résume à:

$$R_{p_{0,2}} = \left[\sigma_{ss}^2 + \sigma_r^2 \right]^{1/2} + \left[\sigma_d^2 + \sigma_p^2 \right]^{1/2} + k_y \cdot d_{\alpha}^{-1/2} \quad (VI-34)$$

VI.2.1.3) Etude des variations de la limite d'élasticité avec les conditions de refroidissement

Les différentes relations permettant le calcul des diverses contributions durcissantes font généralement appel à des paramètres ajustables dont le cumul rend le traitement quantitatif du problème difficile voire impossible dans le cas présent des structures complexes. Par ailleurs, l'incertitude qui entache la mesure de certains facteurs tel que la densité de dislocations peut conduire à des erreurs importantes sur l'estimation des effets durcissants.

Il n'en reste pas moins, que la relation (VI-33) reste intéressante du point de vue phénoménologique, car elle est susceptible d'expliquer qualitativement les variations de propriétés mécaniques en identifiant les contributions prépondérantes. A titre d'exemple, la figure 138 présente les évolutions de la limite d'élasticité R_0 corrigée de l'effet de taille de grains en fonction des paramètres du RAD et de la composition chimique. Faute d'avoir un échantillonnage suffisant pour calculer la valeur de l'exposant n , de la fraction volumique de phase α , celui-ci est fixé à $1/3$ comme dans la relation (VI-31). Le facteur k_y qui apparaît dans le durcissement de joints de grains a été déterminé en reportant la limite d'élasticité des échantillons de la nuance A refroidis à 7 et 15°C/s en fonction du produit $f_\alpha^{1/3} \cdot d_\alpha^{-1/2}$ (figure 139). Pour cet acier et ces conditions de refroidissement, la fraction de perlite reste en effet constante quelle que soit la TFR, et les autres

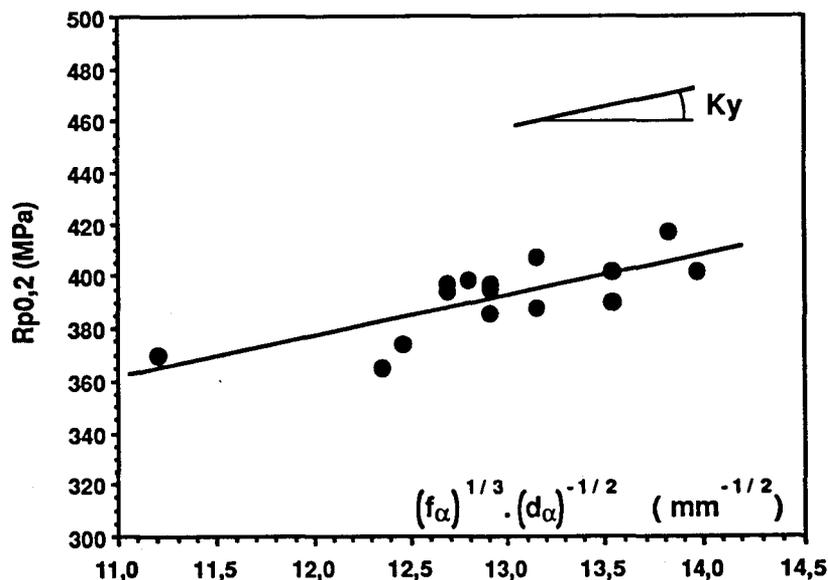


Figure 139: Détermination de la constante k_y de durcissement de joints de grains. Nuance A, $V_{ry} = 7$ et 15°C/s .

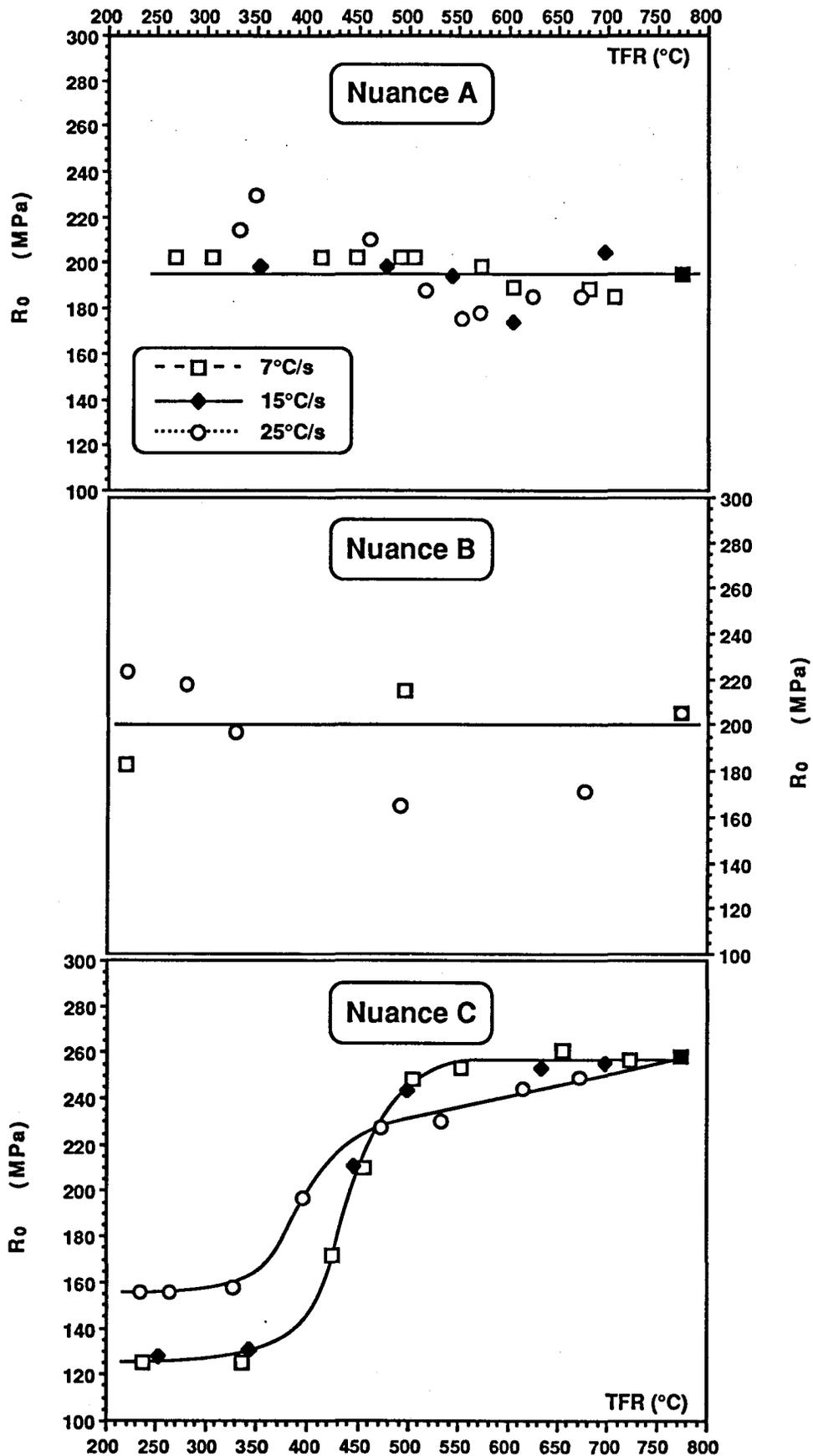


Figure 138: Variations avec la composition chimique et les conditions de refroidissement de la limite d'élasticité corrigée du durcissement de joints de grains: $R_0 = Rp_{0,2} - 15,3.f\alpha\beta^3.d\alpha^{-1/2}$.

contributions durcissantes ne varient pas ou peu, en accord avec la description de la microstructure qui a été effectuée. La régression linéaire conduit à un facteur k_y de 15,3 MPa.mm^{1/2}. Cette valeur est en parfait accord avec la relation (VI-35) extraite des travaux de CHOQUET et al [42].

$$k_y = 15,4 - 30.(\%C) + \frac{6,094}{0,8 + (\%Mn)} \quad (\text{VI-35})$$

VI.2.1.3.a) Refroidissement à l'air

La figure 138 montre qu'après refroidissement à l'air, les limites d'élasticité corrigées R_0 des nuances A et B sont équivalentes. Ceci confirme le fait bien connu [50] de l'absence de durcissement de solution solide par le nickel. Par ailleurs la valeur plus élevée de R_0 dans l'acier C n'est due qu'à la fraction de perlite plus importante et au durcissement de précipitation par les carbonitrides de niobium-titane. En effet, dans ces conditions de refroidissement, la densité de dislocations est négligeable et les durcissements de solution solide, de réseau et d'écrouissage sont identiques entre les trois nuances.

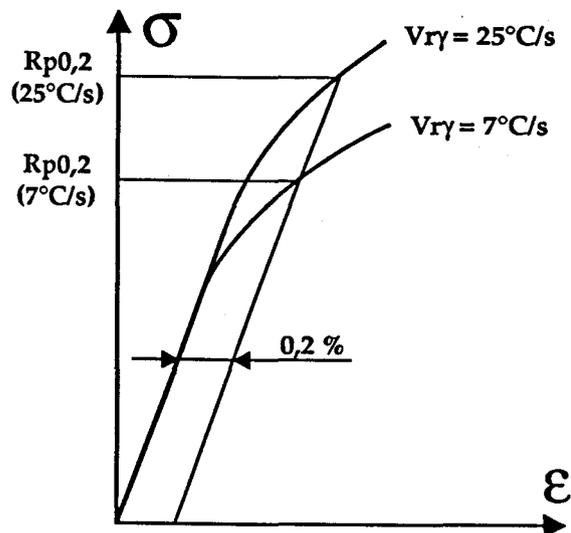
VI.2.1.3.b) Refroidissement accéléré

Lorsque $V_{ry} = 7$ ou 15°C/s , et quelle que soit la TFR, la limite d'élasticité corrigée R_0 des nuances A et B reste sensiblement constante et égale à la valeur obtenue après refroidissement à l'air. Cette invariance de R_0 s'explique par la constance de la fraction de perlite et par le durcissement de dislocations qui reste négligeable. Au contraire, pour $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$, R_0 diminue dans un premier temps avec la réduction de la fraction de perlite pour augmenter de nouveau avec la formation de la bainite supérieure dégénérée.

L'acier C ne présente le comportement des deux autres nuances à $V_{ry} = 7$ ou 15°C/s qu'aux TFR supérieures à 500°C , pour lesquelles la fraction de perlite reste sensiblement constante. A 25°C/s , l'évolution de la limite d'élasticité corrigée de cet acier, aux TFR supérieures à 500°C , résulte de la compétitivité entre des mécanismes d'adoucissement et de durcissement. En effet, tandis que la fraction de perlite diminue, l'augmentation de la densité de dislocations dans la matrice et l'affinement des précipités favorisent le durcissement du matériau. Il semble que la

compétition entre ces diverses composantes se traduit par un effet d'adoucissement prépondérant. Dès que la température de fin de refroidissement devient inférieure à 500°C, et quelle que soit la vitesse de refroidissement, on assiste à une décroissance rapide de R_0 avec l'abaissement de la TFR. Cette réduction importante de R_0 s'accompagne aux plus basses TFR d'une disparition du palier de traction. Ce dernier point rend compte d'une réduction du durcissement de solution solide σ_{ss} qui traduit l'incapacité des atomes de carbone à épingler le nombre accru de dislocations formées dans ces conditions de refroidissement. La densité élevée de dislocations libres résulte d'une part des transformations à basses températures et d'autre part de la déformation plastique de la matrice au voisinage des îlots martensitiques afin de relaxer les contraintes de compression induites par l'expansion volumique au cours de la transformation martensitique [33]. Il est de plus suggéré [33] que le désépinglage des dislocations peut être facilité par d'éventuelles contraintes résiduelles qui subsisteraient après relaxation de la matrice. Par ailleurs, la figure 138 révèle dans l'acier C, aux basses TFR, une limite d'élasticité corrigée R_0 supérieure lorsque le refroidissement est conduit à 25°C/s. Ceci résulte vraisemblablement de la densité de dislocations intrinsèques au matériau plus élevée pour ces conditions de refroidissement. Bien que les dislocations soient mobiles au stade primaire de la déformation plastique (absence de crochet de traction), les interactions entre dislocations interviendront dès les plus faibles taux de déformation si la densité initiale de dislocations est importante. A ce titre, la comparaison des courbes de traction des échantillons refroidis à 7 et 25°C/s montre une consolidation plus importante au début de la déformation plastique dans le cas du refroidissement à 25°C/s (figure 140).

Figure 140: Variation de la consolidation au début de la déformation plastique en fonction de la vitesse de refroidissement $V_{r\gamma}$. Nuance C, TFR < 350°C.



VI.2.2) Charge à la rupture R_m

Dans les structures ferrito-perlitiques, la perlite accommode la déformation plastique de la matrice ferritique. On observe en effet dès les plus faibles déformations (cf figure 136) une structure perlitique disloquée. La déformation de la perlite peut se produire soit par un glissement dans les lamelles de ferrite, soit par un cisaillement des plaquettes de cémentite [51]. Le mécanisme de déformation de cette structure biphasée dépend de l'orientation des îlots perlitiques par rapport à l'axe de traction. Par conséquent, la perlite n'est pas un obstacle impénétrable, et les empilement de dislocations dans la ferrite au contact des grains de perlite sont relativement peu importants. De ce fait, la consolidation, et donc la charge de rupture R_m , d'un matériau de structure ferrito-perlitique dépendent de la déformation de chacune des deux phases. La charge de rupture du matériau peut donc être modélisée par une loi de mélange analogue à la relation VI-33 relative à la limite d'élasticité. La différence entre les deux propriétés se résume essentiellement par une contribution du durcissement par écrouissage qui devient très importante dans le cas de la charge de rupture, compte tenu de la multiplication des dislocations et des interactions entre ces dernières. Il existe dans la littérature bon nombre de relations empiriques caractérisant la résistance à la rupture des structure ferrito-perlitiques. A titre d'exemple la relation VI-36, extraite des travaux de GLADMAN et al. [48] présente une loi dont la forme rappelle celle de la limite d'élasticité (relation VI-31):

$$R_m \text{ (MPa)} = f_{\alpha}^{1/3} \cdot \left[246,4 + 1142,7 \cdot (\%N_{\text{sol}})^{1/2} + 18,2 \cdot d_{\alpha}^{-1/2} \right] + \left(1 - f_{\alpha}^{1/3} \right) \cdot \left[246,4 + 3,54 S_0^{-1/2} \right] + 97 \cdot (\%Si) \quad \text{(VI-36)}$$

La réserve effectuée, à propos de la limite d'élasticité, sur l'emploi d'une telle relation dans le cas d'une seconde phase perlitique dispersée s'applique également à la relation VI-36. Toutefois cette relation met en évidence l'augmentation de la charge de rupture avec d'une part l'affinement du grain ferritique et d'autre part l'augmentation de la fraction volumique de perlite et/ou de sa résistance intrinsèque. En accord avec ce type de relation, l'augmentation de R_m avec la vitesse de refroidissement et l'abaissement de la TFR dans les aciers A et B (figures 53 page 95, et 56 page 100) résulte de l'affinement de la structure et de la réduction de l'espacement interlamellaire de la perlite. Pour l'acier C, ces mêmes considérations expliquent l'augmentation de R_m avec la réduction de la température de fin de

refroidissement accéléré, aux TFR supérieures à environ 450 - 500°C, pour lesquelles les secondes phases sont de nature perlitique.

Pour les nuances A et B refroidies à 25°C/s jusqu'aux plus basses TFR, la bainite supérieure dégénérée se substitue à la perlite. En conséquence, une relation du type VI-36, réservée aux structures ferrito-perlitiques, n'est plus applicable. Toutefois, ce type de secondes phases plus dur que la matrice (présence de carbures, et densité élevée de dislocations) doit exercer comme la perlite un effet durcissant.

Dans les structures ferrito-perlitiques ou composées de ferrite et de bainite supérieure dégénérée, la limite d'élasticité et la charge de rupture évoluent parallèlement.

Au contraire, dans l'acier C, refroidi à des TFR inférieures à 450 - 500°C, on observe une importante augmentation de la charge de rupture R_m tandis que la limite d'élasticité décroît (figure 60, page 105). Ceci résulte en fait du changement de nature des secondes phases et des mécanismes de déformation. Dans les aciers double phase ferrito-martensitiques, les différentes études conduites jusqu'à présent [33, 52 à 54] révèlent que la ferrite est la seule phase à se déformer de façon significative pour les déformations inférieures à l'apparition de la striction. Dans ce cas, la martensite n'accommode pas la déformation plastique, et joue un rôle d'obstacle au glissement dans la matrice. Les dislocations vont par conséquent s'empiler aux interfaces matrice/martensite, ce qui se traduit par une consolidation élevée du matériau.

VI.2.3) Propriétés de résilience

L'existence de deux modes de rupture dans les métaux résulte des variations de ductilité avec la température. Aux températures élevées, la plasticité est importante et par conséquent la propagation d'une fissure exige une grande dépense d'énergie. A l'opposé, aux basses températures, la résistance à la rupture est proche de la limite d'élasticité [55]. Dans ces conditions, la déformation plastique se restreint au voisinage immédiat de la fissure, et l'apport d'énergie nécessaire à la propagation des fissures est réduit. Le domaine des hautes températures correspond donc à une rupture ductile, et celui des basses températures à une rupture fragile. La température de transition entre ces modes de rupture dans les structures ferritiques a été modélisée initialement par PETCH [56] sous la forme:

$$\beta T_c = \ln B - \ln \left(\frac{4q\mu\gamma}{k^*} - k^* \right) - \ln d_\alpha^{-1/2} \quad (\text{VI-37})$$

avec: T_c : température de transition ductile-fragile,

k^* , β , B : constantes,

q : facteur de triaxialité des contraintes ($q = 1/3$ pour les éprouvettes Charpy avec entaille en V,

μ : module d'élasticité,

γ : énergie de surface,

d_α : taille moyenne des grains ferritique.

La relation (VI-37) rend compte de la réduction de la température de transition de résilience avec la taille des grains ferritiques. Cela provient d'une augmentation de la ductilité du matériau avec la réduction de la taille des grains.

VI.2.3.1) Influence de la perlite sur la transition ductile fragile

L'accroissement de la teneur en carbone des aciers conduit à la formation de perlite. Cette phase plus dure que la ferrite est néfaste à la fois pour la température de transition ductile-fragile et l'énergie du niveau ductile. De nombreuses relations ont été déterminées pour rendre compte de cet effet de la perlite. A titre d'exemple, nous citerons la relation VI-38, due aux travaux de GLADMAN et al. [41] dans le domaine des aciers HSLA:

$$T_c (\text{°C}) = 19 + 44.(\% \text{Si}) + 700.(\% \text{N}_{\text{sol}})^{1/2} + 2,2.(\% \text{perlite}) - 11,5.d_\alpha^{-1/2} \quad (\text{VI-38})$$

Les caractéristiques intrinsèques de la perlite, à savoir l'espacement interlamellaire S_0 et la largeur des plaquettes de cémentite t , ont peu d'importance sur la résilience [48]. En effet, l'affinement de l'espacement interlamellaire S_0 est néfaste, mais la réduction de la largeur des plaquettes de cémentite améliore au contraire la résilience. Or généralement, la décroissance de S_0 s'accompagne d'une réduction de t .

VI.2.3.2) Comparaison des effets de la martensite et de la perlite

La figure 141 (page suivante) présente l'évolution comparée de la microstructure et de la température de transition $T_{k50\%}$ avec la TFR pour l'acier C

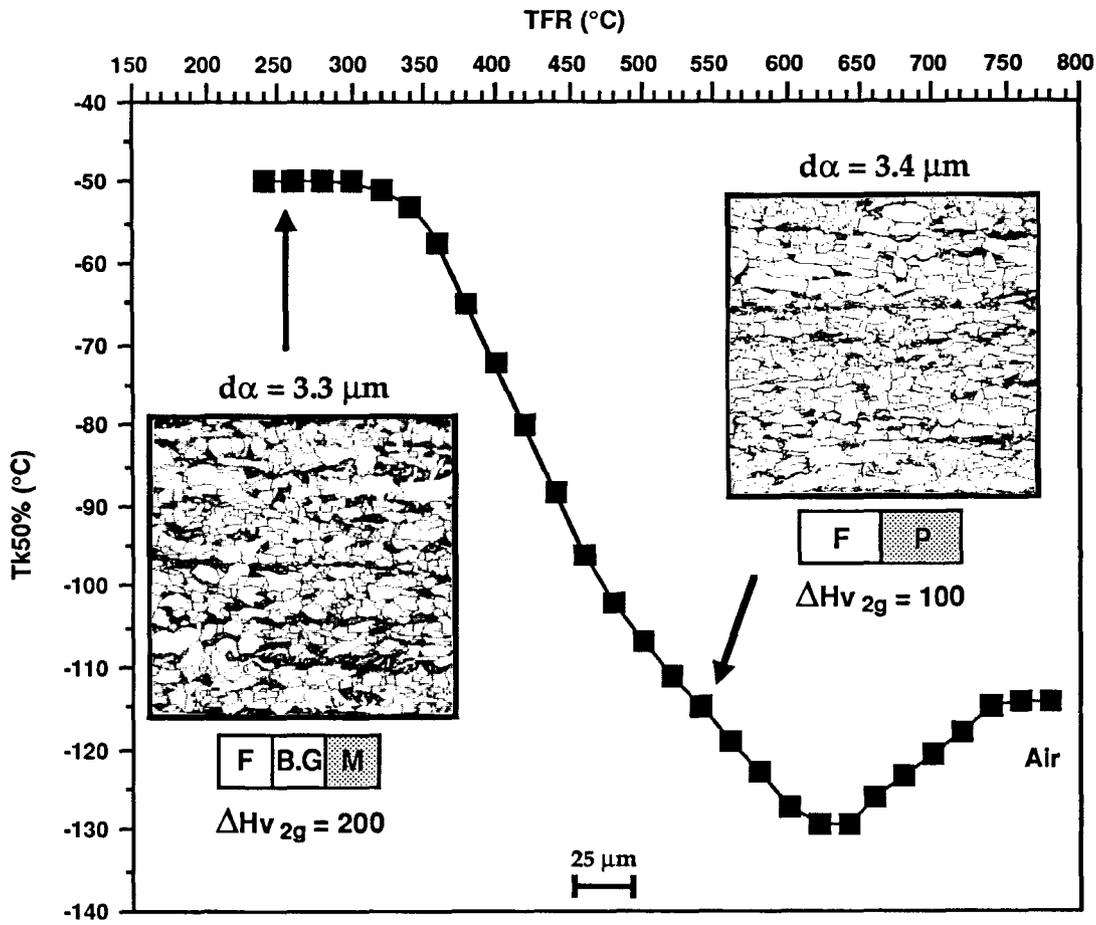


Figure 141: Corrélation entre la microstructure et la température de transition de résilience $Tk_{50\%}$. Nuance C, $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$. Seules les phases principales sont rappelées sur cette figure.

refroidi à 7°C/s . Il convient de remarquer la dégradation de la température de transition entre les TFR de 500°C et 250°C en dépit d'un adoucissement significatif du matériau ($R_{p0,2} = 495 \text{ Mpa}$ si $TFR = 500^\circ\text{C}$, $R_{p0,2} = 385 \text{ Mpa}$ si $TFR = 250^\circ\text{C}$). Par conséquent, cette dégradation ne peut s'expliquer que par la modification de la microstructure. Dans le cas présent, cette modification se résume essentiellement à un changement de nature des secondes phases, sans modification importante de leur morphologie et de la taille des grains de ferrite. En effet, lorsque $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, la martensite se substitue, aux plus basses TFR, aux secondes phases perlitiques observées aux températures intermédiaires de fin de refroidissement accéléré, tandis que la structure en bandes est conservée quelle que soit cette température. La mesure de la dureté Vickers des différentes phases sous une charge de 2 grammes donne une différence de dureté entre les secondes phases et la matrice d'environ 100 Hv dans le cas de la perlite et de 200 Hv si les secondes phases sont martensitiques.

En accord avec les considérations précédentes, la dégradation de la température de transition $T_{k50\%}$ avec la réduction de la TFR peut s'interpréter de la façon suivante: compte tenu de la différence élevée de dureté entre la martensite et la matrice, et par conséquent des différences de ductilité, des concentrations de contraintes vont apparaître aux interfaces des secondes phases martensitiques suite à la déformation plastique plus facile de la matrice ferrito-bainitique. Nous avons vérifié que ces concentrations de contraintes sont à l'origine de l'amorçage de fissures aux interfaces. A l'opposé, dans les structures ferrito-perlitiques, la perlite accommode plus facilement la déformation plastique. Il résulte que les concentrations de contraintes aux interfaces seront faibles et donc que l'amorçage de la rupture sera retardée. La grande fréquence d'amorçage de la fissuration dans les échantillons refroidis à 7°C/s jusqu'aux basses TFR rend également compte de la faible énergie du niveau ductile (cf figures 63 et 64, page 110) et de la faible déformation plastique des éprouvettes de résilience qui se traduit par l'absence de profondes cupules (cf figure 66, page 113).

Dans les aciers A et B, refroidis à 7 et 15°C/s , l'augmentation de la température de transition aux basses TFR (figures 53 page 95, et 56 page 100) n'est pas le fruit d'un changement de nature des secondes phases mais résulte du durcissement de la perlite dû à la réduction de l'espacement interlamellaire. La dégradation plus importante de $T_{k50\%}$ dans l'acier B provient de la plus faible réduction de la taille des grains ferritique avec la TFR (cf figure 87, page 145).

VI.2.3.3) Conséquence de la dispersion des secondes phases

La figure 142 (page suivante) montre pour l'acier C que l'augmentation de la vitesse de refroidissement conduit aux basses TFR à un abaissement très significatif de la température de transition $T_{k50\%}$. Cette évolution est observée malgré une forte augmentation de la limite d'élasticité ($R_{p0,2} = 385 \text{ Mpa}$ si $V_{ry} = 7^\circ\text{C/s}$, $R_{p0,2} = 450 \text{ Mpa}$ si $V_{ry} = 25^\circ\text{C/s}$), et une densité de dislocations intrinsèques accrue lorsque la vitesse de refroidissement est de 25°C/s . En fait dans ce dernier cas, les propriétés de résilience restent pratiquement inchangées quelle que soit la TFR, en dépit des modifications microstructurales. Seule l'énergie du niveau ductile décroît légèrement (figure 63, page 110). La réduction de la taille des grains entre les échantillons refroidis à 7 et 25°C/s pourrait, tout au moins en partie, expliquer la variation de $T_{k50\%}$. Cependant une première approche de la fissuration secondaire, par microscopie à balayage, dans les éprouvettes de résilience rompues dans le

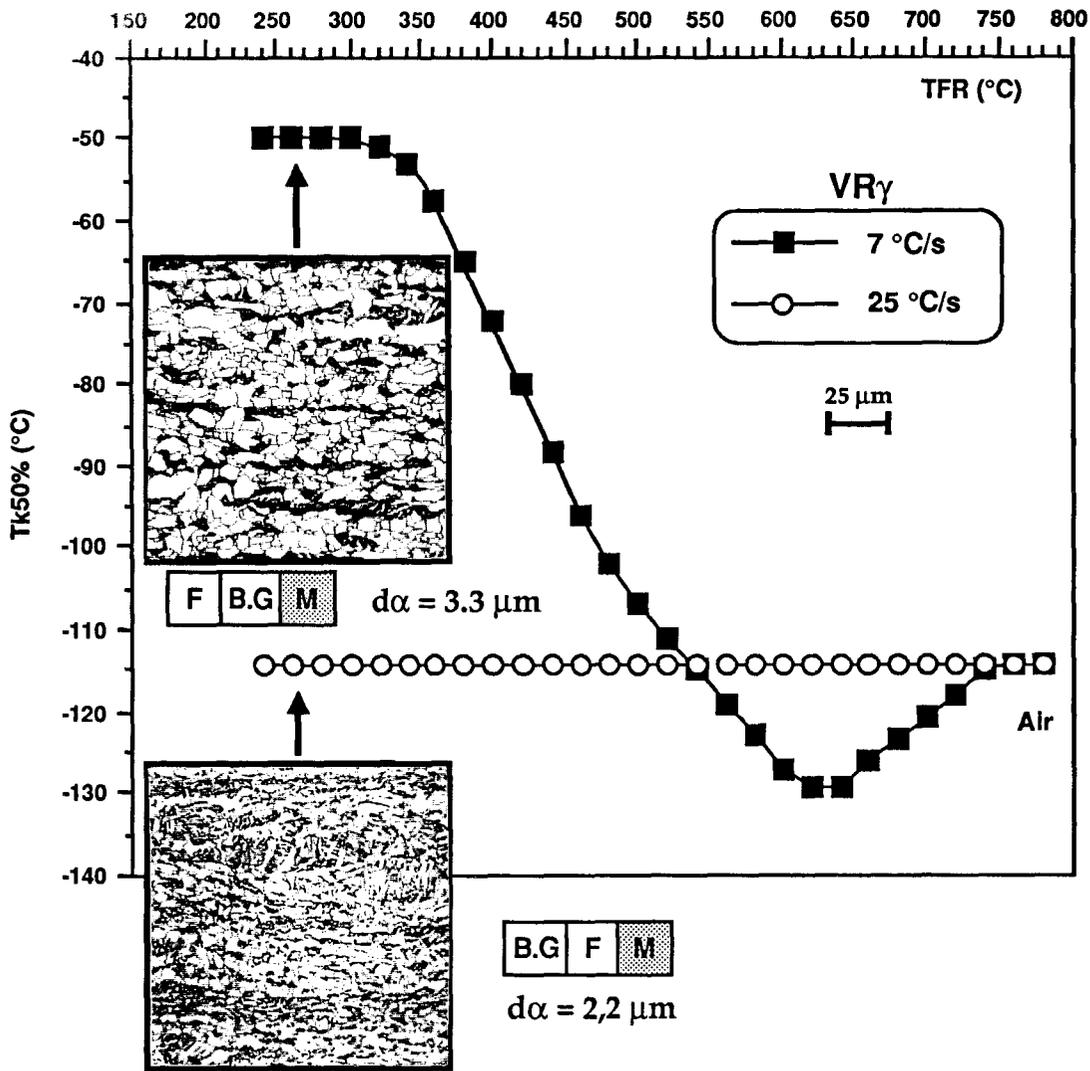


Figure 142: Corrélation entre la microstructure et la température de transition de résilience $Tk_{50}\%$. Effet de la vitesse de refroidissement. Nuance C, $V_{r\gamma} = 7$ et 25°C/s . Seules les phases principales sont rappelées sur cette figure.

domaine fragile, montre une fréquence d'amorçage des fissures beaucoup plus élevée pour l'échantillon refroidi à 7°C/s , qui se caractérise par une structure ferrito-martensitique en bandes. Les fissures sont en outre toujours localisées aux interfaces matrice/martensite. Cette localisation préférentielle résulte d'une différence d'écoulement entre la matrice ductile et les secondes phases martensitiques réputées indéformables [33, 52 à 54]. Par conséquent, la différence de fissuration observée entre les deux échantillons suggère un écoulement plastique de la matrice plus limité dans le cas du refroidissement à 25°C/s . Cette constatation ne peut pas s'expliquer par la réduction de la taille des grains ferritiques qui favorise pour sa part la déformation plastique de la matrice. En conséquence, il semble que se soit la dispersion des secondes phases qui limite l'écoulement de la matrice. Ces

secondes phases sont en effet des obstacles au glissement d'autant plus efficaces qu'elles sont finement dispersées et rapprochées les unes des autres. Cet écoulement restreint de la matrice réduit les concentrations de contraintes aux interfaces et retarde donc l'amorçage des fissures. Afin de justifier ce raisonnement, il pourrait être intéressant d'estimer l'influence de la distribution des secondes phases sur la mobilité des dislocations par mesure de l'effet Bauschinger. En outre, l'énergie du niveau ductile en résilience Charpy est directement lié à la distribution des secondes phases martensitiques [57]. En accord avec ce résultat, la figure 63, page 110, montre dans le cas de l'alliage C une plus faible énergie pour l'échantillon refroidi à 7°C/s dans lequel la martensite se présente en bandes. Cette réduction de l'énergie de rupture résulte de la fréquence élevée d'amorçage des fissures aux interfaces dans ce type de configuration et de leur coalescence facile par rupture des ligaments.

VI.3) RESUME - CONCLUSION

VI.3.1) Microstructure

L'addition de niobium et/ou de nickel conduit à un abaissement de la température A_{r3} de début de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Cette stabilisation de l'austénite favorise dans ce cas une diminution de la taille des grains ferritiques en limitant leur croissance par diffusion. Par ailleurs, si les températures de laminage sont choisies en conséquence, la présence du niobium interdit la recristallisation de l'austénite avant transformation. Le corroyage de l'austénite entraînant un accroissement du nombre de germes de ferrite, la taille moyenne des grains ferritiques s'en trouve réduite. L'accélération du refroidissement retarde également la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Ce retard engendre une augmentation de la force motrice de transformation, qui se traduit par un plus grand nombre de sites de germination activés, avec pour résultat une plus faible taille moyenne des grains ferritiques. L'abaissement de la TFR jusqu'à des températures proches de 500°C rend également compte d'une réduction de la taille des grains de ferrite. Ce dernier point s'explique par la limitation de la croissance par diffusion lorsque la température diminue. En deçà de cette température de fin de refroidissement accéléré, la taille des grains ne dépend que de la vitesse de refroidissement. Une relation analogue à celle obtenue lors d'un refroidissement continu jusqu'à la température ambiante est proposée entre la vitesse de refroidissement et la taille minimale de grains. Celle-ci s'écrit:

$$d\alpha = \lambda \cdot V_r \gamma^\beta$$

Dans la relation précédente, β est une constante, et le facteur λ est fonction de la composition chimique de l'acier et de l'état de la structure austénitique avant transformation (taille des grains γ , déformation résiduelle ε). Le facteur λ caractérise la trempabilité de laminage des aciers.

Toutefois, la comparaison des tailles de grains entre le coeur et la peau des larges montre qu'il existe une vitesse limite au delà de laquelle la taille des grains ferritiques n'évolue plus. Cette vitesse limite dépend de la trempabilité de laminage des alliages. L'invariance de la taille des grains aux vitesses supérieures s'explique par la saturation des différents sites potentiels de germination.

Par ailleurs, il est observé que l'augmentation de la vitesse de refroidissement est favorable à la réduction de la dispersion des tailles de grains. Ceci résulte de l'abaissement de la température qui favorise la germination des grains au détriment de leur croissance. De plus, la dispersion des tailles de grains est plus faible dans le cas de l'acier microallié au niobium. Toutefois la différence de dispersion entre les aciers avec ou sans niobium tend à s'estomper avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement qui favorise pour sa part l'activation de sites de germination secondaires. Dans l'acier C, cet effet est plus ou moins masqué par l'efficacité des sites de germination engendrés par le corroyage de l'austénite.

Le refroidissement accéléré doux influence également sur la nature et la distribution des secondes phases. Il est intéressant de noter à ce titre que ce procédé permet par exemple dans le cas d'une nuance microalliée au niobium de passer d'une structure ferrito-perlitique dans le cas des refroidissements les plus doux à une structure ferrito-martensitique pour les refroidissements sévères. Cette dernière structure est caractéristique des aciers double-phase.

Il a été établi que la transformation perlitique dans l'acier C microallié au niobium s'effectuait au cours du refroidissement à l'air qui suit le RAD, et non au cours du refroidissement accéléré. Par conséquent, l'augmentation de la vitesse et/ou la diminution de la TFR peuvent interdire cette transformation. Au contraire, pour les nuances A et B moins trempantes du fait de l'absence de niobium (cf figure 107, page 182), la transformation perlitique s'effectue au cours du RAD lorsque la vitesse de refroidissement est de 7 ou 15°C/s, puisque dans ces conditions, cette structure est observée même au plus basses TFR voisines de 300°C.

L'origine de la martensite dans l'acier C refroidi jusqu'aux plus basses TFR résulte d'une transformation par diffusion incomplète aux hautes températures. Les plus basses températures de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ dans cet acier amènent

l'austénite non transformée à des températures où la diffusion est trop faible pour permettre sa transformation par ce mécanisme. L'observation simultanée de martensites en lattes et maclées rend compte d'une hétérogénéité locale en carbone. Par ailleurs, on détecte par diffractométrie des rayons X la présence d'austénite retenue associée à la martensite. L'observation à la température ambiante de cette dernière phase semble plutôt provenir d'une stabilisation mécanique que d'une stabilisation chimique.

La réduction du caractère en bandes de la structure et par conséquent la dispersion spatiale des secondes phases s'explique par une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ qui tend à devenir homogène avec l'augmentation de la sévérité du refroidissement. Ceci conduit à une diffusion du carbone dans toutes les directions et non seulement vers les domaines ségrégués en manganèse et en nickel. De plus, l'accélération du refroidissement réduit la diffusion du carbone à longue distance

Enfin, le refroidissement accéléré doux n'interdit pas la précipitation des carbonitrides de niobium puisque celle-ci intervient même dans les conditions de refroidissement les plus sévères. En outre, l'aspect en bandes des précipités de niobium observés en fin de refroidissement peut s'expliquer par la ségrégation de cet élément aux joints de grains austénitiques.

VI.3.2) Corrélation structure - propriétés

L'analyse du durcissement permet d'établir une relation phénoménologique entre la limite d'élasticité et la microstructure. Cette relation s'écrit sous la forme:

$$R_{p_{0,2}} = f_{\alpha}^{n\beta} \cdot \left[\left[\sigma_{ss}^2 + \sigma_r^2 \right]^{1/2} + \left[\beta \cdot \sigma(\varepsilon)^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 \right]^{1/2} + k_y \cdot d_{\alpha}^{-1/2} \right] + (1 - f_{\alpha}^{n\beta}) \cdot D_{sp} \cdot R_{sp}$$

L'application quantitative d'une telle formulation théorique est illusoire dans les systèmes hautement polyphasés car le calcul des diverses contributions durcissantes fait généralement appel à des paramètres ajustables dont le cumul rend le traitement quantitatif du problème difficile voire impossible. Cependant, l'écriture d'une relation phénoménologique est susceptible d'expliquer qualitativement le comportement mécanique en identifiant les contributions prépondérantes.

Par ailleurs, il apparaît à la vue des différents résultats que le paramètre "dispersion des phases" est un facteur très important, au moins pour la ténacité. En effet, la dispersion des secondes phases martensitiques avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement rend compte par exemple d'une amélioration très significative des propriétés de résilience, du fait d'une réduction de la différence d'écoulement plastique aux interfaces qui retarde l'amorçage de la fissuration. Ainsi, le refroidissement de l'acier C à 25°C/s jusqu'aux plus basses TFR confère à cet acier un compromis résistance/ténacité intéressant puisque dans ce cas, la limite d'élasticité et la température de transition de résilience sont au même niveau qu'après refroidissement à l'air tandis que la charge de rupture est augmentée d'environ 135 MPa.

D'autre part, à dispersion identique de secondes phases, leur nature influe sur le comportement mécanique. A titre d'exemple, la résilience d'une structure ferrito-perlitique en bandes est supérieure à celle d'une structure ferrito-martensitique en bandes. Ceci résulte de la déformation plastique de la perlite qui réduit les concentrations de contraintes aux interfaces.

Au cours de l'analyse des corrélations structure - propriétés, un facteur n'a cependant pas été pris en compte. Il s'agit des variations de structure dans l'épaisseur des largets. Ces variations rendent plus complexes les corrélations, notamment pour les éprouvettes de résilience qui ont une épaisseur de 10 mm pour des largets de 12 mm d'épais. De plus, il serait utile, voire nécessaire, d'étudier les variations de la texture cristallographique dans l'épaisseur du produit car ce dernier facteur a un effet non négligeable sur les propriétés mécaniques.

VI.4) PERSPECTIVES D'ETUDES

Hormis la poursuite de la caractérisation fine des structures par microscopie électronique en transmission, pour des conditions de refroidissement intermédiaires à celles déjà observées, de nouvelles manipulations seraient nécessaires pour confirmer ou infirmer les différentes hypothèses émises au cours de cette étude, ou bien encore pour obtenir des compléments d'informations.

1) De façon à suivre la germination et la croissance des grains de ferrite, il faudrait tremper les largets dans le domaine intercritique ($\alpha + \gamma$) pour figer la structure en cours de transformation. Toutefois, la faible trempabilité des aciers bas

carbone faiblement alliés rend difficile, voire impossible, le blocage des transformations par une trempe. Une solution envisageable serait de limiter la réduction au cours du laminage de façon à obtenir une austénite plus grossière et moins corroyée dans le cas d'une nuance microalliée au niobium.

2) Cette étude a mis en évidence l'existence d'une vitesse de refroidissement limite au delà de laquelle la taille des grains de ferrite n'évolue plus. Par conséquent la détermination de cette vitesse et de ses variations avec la composition chimique serait un élément intéressant pour connaître dans chaque cas la structure optimale pouvant être obtenue par refroidissement accéléré.

3) Outre une observation plus complète des précipités à l'aide de répliques d'extraction, l'étude de la précipitation du niobium nécessiterait d'effectuer des dosages après dissolution chimique de la matrice en fin de traitement RAD pour caractériser la fraction volumique de précipités et vérifier si cette précipitation est totale ou partielle selon le traitement de refroidissement accéléré. L'analyse des résidus par diffractométrie des rayons X indiquerait par ailleurs la nature cristallographique des différentes particules et son éventuelle évolution. D'autre part, l'étude du durcissement par précipitation dans le cas d'une distribution spatiale hétérogène des particules s'avère indispensable pour quantifier cette contribution durcissante.

4) La vérification de la stabilisation mécanique de l'austénite pourrait être testée par des essais de traction interrompus, complétés par l'estimation, par diffractométrie des rayons X, de la fraction volumique d'austénite retenue dans les éprouvettes déformées. En outre, la mesure des variations du paramètre de maille de l'austénite, par des techniques de diffraction X ou électronique, permettrait de quantifier les contraintes internes de stabilisation.

5) La mesure des températures et des vitesses de refroidissement à différentes profondeurs dans les plaques faciliterait l'analyse des variations de la microstructure dans l'épaisseur des produits. De plus ceci permettrait de valider le calcul de la température apparente de remouillage à coeur selon l'épaisseur de calamine en surface.

6) La répartition spatiale des secondes phases (perlite, bainite, martensite) exerce un effet non négligeable sur le comportement mécanique. De ce fait, il conviendrait de définir un ou des paramètres quantitatifs traduisant cette

répartition. Ces paramètres devraient prendre en compte la taille des flots ou des bandes ainsi que la distances entre ces secondes phases.

7) La caractérisation des mécanismes de déformation en traction à partir d'une étude métallographique d'échantillons prédéformés permettrait de distinguer les différents effets de la perlite et de la martensite et de leur distribution sur la consolidation des matériaux. Cette étude pourrait être judicieusement complétée par des des mesures de l'effet Bauschinger.

8) Des essais propres à la mécanique de la rupture (CTOD, traction sur éprouvettes entaillées, Charpy instrumenté,...), associés à l'étude de la fissuration secondaire par microscopie à balayage seraient une poursuite logique de l'étude des microstructures, pour caractériser l'aptitude à l'endommagement de ces matériaux.

9) Il serait de plus intéressant d'envisager l'effet d'un revenu après l'opération de refroidissement accéléré ou d'un maintien à la TFR. Ce traitement serait favorable dans le cas des basses TFR à une augmentation de la ségrégation du carbone sur les dislocations, voire à une réduction de la densité de ces dislocations par restauration, et par conséquent à une augmentation de la limite d'élasticité. Par ailleurs, dans le cas d'une précipitation inachevée du niobium pour les refroidissement les plus sévères, ce traitement permettrait une précipitation complémentaire de cet élément. Enfin, la stabilité de l'austénite pourrait être étudiée à l'aide de ce revenu ou de ce maintien à la TFR.

10) Enfin, l'effet du taux de corroyage de l'austénite sur les transformations de phases dans le cas du refroidissement accéléré mériterait d'être considéré.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE VI

- [1] J.R. BRADLEY, H.I. AARONSON. *Growth kinetics of grain boundary ferrite allotriomorphs in Fe-C-X alloys*. Met Trans A, vol. 12A, oct. 1981, pp 1729 - 1741.
- [2] T. ABE, H.I. AARONSON, G.J. SHIFLET. *Growth kinetics and morphology of grain boundary ferrite allotriomorphs in an Fe-C-V alloy*. Met Trans A, vol. 16A, 1985, pp 521 - 527.
- [3] R.W.K. HONEYCOMBE. *Fundamental aspects of precipitation in microalloyed steels*. "International conference on HSLA steels '85". Pekin, Chine, 4-8 nov. 1985.
- [4] L.J. HABRAKEN. "International conference on electron microscopy". Edition Springer, Berlin, 1960, pp 621 - 623.
- [5] Y. OHMORI, H. OHTANI, T. KUNITAKE. Trans ISIJ, vol 11, 1971, pp 250 - 259.
- [6] H. OHTANI, S. OKAGUCHI, Y. FUJISHIRO, Y. OHMORI. *Morphology and properties of low-carbon bainite*. Met Trans A, vol. 21A, avril 1990, pp 877 - 888.
- [7] Y. DESALOS, R. LAURENT. *Microstructures et caractéristiques mécaniques d'aciers bainitiques à basse teneur en carbone*. Mém. Scien. Rev. Mét., n°2, 1979, pp 73 - 107.
- [8] H.K.D.H. BHADSHIA, J.W. CHRISTIAN. *Bainite in steels*. Met Trans A, vol. 21A, avril 1990, pp 767 - 797.
- [9] A. DE SY, J. VIDTS. *Métallurgie structurale*. Edition DUNOD, Paris, France, 1968, pp 279-281.
- [10] S. YAMAMOTO, C. OUCHI, T. OSUKA. *The effect of microalloying elements on the recovery and recrystallization in deformed austenite*. "Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite". Edité par A.J. DeArdo, G.A. Ratz et P.J. Wray. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1982, pp 613 - 639.
- [11] I. WEISS, J.J. JONAS. *Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels*. Met Trans A, vol. 10A, juil. 1979, pp 831 - 840.
- [12] I. TAMURA, C. OUCHI, T. TANAKA, H. SEKINE. *Thermomechanical Processing of High Strength Low Alloy Steels*. Editions Butterworths, Londres, 1988.
- [13] C. OUCHI, T. SAMPEI, I. KOZASU. *The effect of hot rolling condition and chemical composition on the onset temperature of $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation after hot rolling*. Trans ISIJ, vol 22, 1982, pp 214 - 222.

- [14] H. INAGAKI. *Effect of controlled rolling on the ferrite-pearlite transformation in a low-carbon Nb steel*. Z. Metallkunde, vol 77, 1986, pp 36 - 42.
- [15] P. CHOQUET, Y. BERTRET. *Prévision de la taille de grain ferritique*. Note IRSID, MS/LAM/PC/FB/5765, juil. 1990.
- [16] A. SIMON, J.P. HOUIN, G. BECK. *Microstructure et propriétés mécaniques de perlite à teneur en carbone comprise entre 0,2 et 0,8%*. Traitement Thermique, vol 166, 1982, pp 21 - 26.
- [17] A.R. MARDER, B.L. BRAMFITT. *Effect of continuous cooling on the morphology and kinetics of pearlite*. Met Trans A, vol. 6, nov. 1975, pp 2009 - 2014.
- [18] GUILLET, POUPEAU. *Cours de métallurgie générale*.. Ecole Centrale des Arts et Manufacture, 1973.
- [19] A.R. MARDER, B.L. BRAMFITT. *The effect of morphology on the strength of pearlite*. Met Trans A, vol. 7, mars 1976, pp 365 - 372.
- [20] C. M. WAYMAN. *Phase transformations, nondiffusive*. "Physical Metallurgy, tome II", chapitre 15. Edité par R.W. CAHN et P. HAASEN, Elsevier Science Publishers, 1983, pp 1032 - 1074.
- [21] N.R.V. BANGARU, A.N. SACHDEV. *Influence of cooling rate on the microstructure and retained austenite in an intercritically annealed vanadium containing HSLA steel*. Met Trans A, vol. 13, nov. 1982, pp 1899 - 1906.
- [22] D.S. SARMA, F.H. SAMUEL. *On the formation of granular bainite and the martensite-austenite constituent in low alloy steels*. "International conference on solid - solid phase transformation". Edité par H.I. Aaronson, D.E. Laughlin, R.F. Sekerka et C.M. Wayman. Trans. Met. Soc. AIME, 1982, pp 1035 - 1039.
- [23] V. BISS, R.L. CRYDERMAN. *Martensite and retained austenite in hot rolled low carbon bainitic steels*. Met Trans A, vol. 2, août 1971, pp 2267 - 2276.
- [24] H. IKAWA, H. OSHIGE, T. TANOUE. *Effect of martensite-austenite constituent on HAZ toughness of a high strength steel*. Trans. of the Japan Welding Society A, vol. 11, n° 2, oct. 1980, pp 87 - 96.
- [25] B.L. BRAMFIIT, J.G. SPEER. *A perspective of the morphology of bainite*. Met Trans A, vol. 21, avril 1990, pp 817 - 829.
- [26] L.J. HABRAKEN, M. ECONOMOPOULOS. "International symposium on transformation and hardenability in steels". Climax Molybdenum Co., An Arbor, MI, USA, 1967, pp 69 - 106.
- [27] S.C. WANG, J.R. YANG. *Effects of chemical composition, rolling and cooling conditions on the amount of martensite/austenite (M/A) constituent formation in low carbon bainitic steels*. Materials Science and Engineering, vol A154, 1992, pp 43 - 49.

- [28] D. GUTTMANN. *Etude du revenu de la martensite dans des aciers faiblement alliés à 2% de manganèse. Influence de l'antimoine*. Mémoire de thèse, soutenue le 18 février 1974 à l'université de Nancy I.
- [29] M. SARIKAYA, G. THOMAS, J. W STEEDS. *Solute element partitioning and austenite stabilization in steels*. "International conference on solid - solid phase transformation". Edité par H.I. Aaronson, D.E. Laughlin, R.F. Sekerka et C.M. Wayman. Trans. Met. Soc. AIME, 1982, pp 1035 - 1039.
- [30] T.G. NILAN. *Austenite decomposition at high pressure*. "International symposium on transformation and hardenability in steels". Climax Molybdenum Co., An Arbor, MI, USA, 1967.
- [31] I. HVRINAK. *Relation et interdépendance entre le développement de la métallurgie et celui de la technique du soudage*. Soudage Tech. Connexes, 1978, pp 290 - 304.
- [32] Y. MEZAUD, C. SAUZAY. *Traitement thermique et austénite résiduelle*. Traitement thermique, n°81, jan. 1974.
- [33] C.A.N. LANZILLOTTO, F.B. PICKERING. *Structure-property relationships in dual-phase steels*. Metal Science, vol. 16, août 1982, pp 371 - 382.
- [34] N.K. BALLIGER, T. GLADMAN. Metal Science, vol. 15, 1981, p 95.
- [35] K.R. KINSMAN, G. DAS, R.F. HEHEMANN. Acta Met., vol 25, 1977, p 359.
- [36] B.D. CULLITY. *Elements of X-ray diffraction*. Edition Addison-Wesley Publishing Company, Inc, 1967.
- [37] A. KOHN. *Ségrégation dendritique et structure en bandes*. Rev. Mét., n°1, jan. 1970, pp 23 - 36.
- [38] I. KOSAZU, C. OUCHI, T. SEMPEI, T. OKITA. *Hot rolling as a high-temperature thermo-mechanical process*. "Microalloying 75", Washington, édité par M. Korchynsky, 1977, p 120.
- [39] H. TAMEHIRO, R. HABU, N. YAMADA, H. MATSUDA, M. NAGUMO. *Properties of large diameter line pipe steel produced by accelerated cooling after controlled rolling*. "Accelerated cooling of steel", Pittsburgh, 1985, Edité par P.D. Southwick. Trans. Met. Soc. AIME, Warrendale, Pa, 1986, pp 401 - 413.
- [40] P. HAASEN. *Mechanical properties of solid solutions and intermetallic compounds*. "Physical Metallurgy, tome II, chapitre 21". Edité par R.W. Cahn et P. Haasen, Elsevier Science Publishers, 1983, pp 1032 - 1074.
- [41] T. GLADMAN, D. DULIEU, I.D. McIVOR. *Structure-property relationships in high-strength microalloyed steels*. "Microalloying 75", Washington, édité par M. Korchynsky, 1977, p 25 - 47.

- [42] P. CHOQUET, P. FABREGÉ, J. GIUSTI, B. CHAMONT, J.N PEZANT, F. BKANCHET. *Modelling of forces, structure and final properties during the hot rolling process on the hot strip mill*. "International symposium on mathematical modelling of hot rolling of steel", Hamilton, Canada, 26 - 29 août 1990, p 34 - 43.
- [43] J. FRIEDEL. *Dislocations*. Edition Pergamon Press, 1964.
- [44] T. MAURICKX. *Effets des éléments dispersoïdes (Ti, Nb) sur la microstructure de la zone affectée par la chaleur d'aciers microalliés, et conséquences sur la résilience*. Mémoire de thèse, soutenue le 23 juin 1987 à l'université de Lille I.
- [45] H.J. GOLDSCHMIDT. *Interstitial alloys*. Edition Butterworths, Londres, 1967.
- [46] J.M. ROSEMBERG, H.R. PIEHLER. *Calculation of the Taylor factor and lattice rotations for BCC metals deforming by pencil glide*. Met Trans A, vol. 2, jan. 1971, pp 257 - 259.
- [47] G.R. SPEICH, A.J. SCHWOEK. *Elastic constant of binary iron-base alloys*. Met Trans A, vol. 3, août 1972, pp 2031 - 2037.
- [48] T. GLADMAN, I.D. McIVOR, F.B. PICKERING. *Some aspects of the structure property relationships in high carbon ferrite-perlite steels*. JISI, 1972, pp 916 - 930.
- [49] U.F. KOCKS, A.S. ARGON, M.F. ASHBY. *Thermodynamics and kinetics of slip*. Edité par B. Chalmers, J.W. Christian et T.B. Massalski dans la série: Progress in materials Science, vol 19, Pergamon Press, 1975.
- [50] F.B. PICKERING. *Physical metallurgy and the design of steels*. Edité par Applied Science Publishers, Londres, 1983.
- [51] D.A. PORTER, K.E. EASTERLING, G.D.W. SMITH. *The mechanism of deformation of pearlite*. "Mechanisms of deformation and fracture". Lulea, Suède, 1978. Edité par K.E. Easterling, Pergamon Press, 1979, pp 87 - 96.
- [52] A.F. SZEWCZYK, J. GURLAND. *A study of the deformation and fracture of a dual-phase steel*. Met Trans A, vol. 13, oct. 1982, pp 1821 - 1826.
- [53] A.R. MARDER. *Deformation characteristics of dual-phase steels*. Met Trans A, vol. 13, jan. 1982, pp 1821 - 1826.
- [54] F. MOUSSY. *Mécanismes de déformation dans un acier double phase*. Rapport IRSID, RI 1107, avril. 1987.
- [55] A. PINEAU. *Mécanisme de la rupture*. Cours de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris..
- [56] J. HESLOP and N.J. PETCH. *The ductile-brittle transition in the fracture of α -iron*. Philosophical Magazine, vol 3, 1958, pp 1128 - 1136.
- [57] R. TAILLARD, T. MAURICKX, P. VERRIER, J.M. VIGO. *Microstructural factors governing the fracture toughness of the intercritical heat-affected zone*. "Offshore Mechanics and Arctic Engineering", vol III A, 1991, pp 55 - 613.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le procédé de refroidissement accéléré après laminage à chaud des aciers bas carbone permet soit d'accroître les propriétés mécaniques, soit de réduire la quantité d'éléments d'alliage pour un même niveau de propriétés. L'action principale de ce traitement est supposée être la réduction de la taille des grains. Bien que la présente étude confirme cet aspect, elle montre par ailleurs que les structures obtenues sont dans ce cas très complexes. La diversité des structures, associée au nombre important de paramètres thermomécaniques (températures et taux de déformation au cours du laminage, températures de début et de fin de refroidissement accéléré, vitesse de refroidissement) et les effets de la composition chimique des aciers rendent difficile l'établissement de règles générales reliant les paramètres du traitement, la microstructure et les propriétés mécaniques.

Le présent travail a donc été entrepris dans le but de caractériser l'évolution microstructurale de trois aciers à 0,1% de carbone se distinguant par la présence ou non de niobium et/ou de nickel. Le nombre de paramètres thermomécaniques variables a été limité. Seuls les effets de la vitesse de refroidissement (V_{ry}) et de la température de fin de refroidissement accéléré (TFR) ont été étudiés. La caractérisation mécanique de ces trois nuances en fonction des deux paramètres thermomécaniques retenus a été effectuée par des essais de traction à la température ambiante et des essais de résilience Charpy. A ce titre, il convient de souligner le grand nombre d'essais effectués qui confère une grande confiance aux résultats.

Les principaux résultats microstructuraux et mécaniques de cette étude peuvent se résumer de la façon suivante.

De façon générale, la microstructure des différents aciers est constituée d'un mélange de secondes phases distribuées de façon plus ou moins aléatoire au sein d'une matrice de type ferritique. Les évolutions de la nature et de la répartition des différents constituants avec les conditions de refroidissement dépendent de la composition chimique des aciers. La structure en bandes des secondes phases, observée après refroidissement à l'air, est en partie détruite par le refroidissement

accélééré. La dispersion homogène des secondes phases est en effet favorisée par une augmentation de la vitesse de refroidissement et par l'abaissement de la TFR ou l'augmentation de la trempabilité de l'acier. Toutefois ces deux derniers paramètres n'ont pas une influence aussi marquée que la vitesse de refroidissement.

Au contraire, la nature des constituants microstructuraux dépend fortement de la composition chimique et de la température de fin de refroidissement accéléré. Dans les aciers A et B sans niobium, la matrice est essentiellement constituée de ferrite proeutectoïde quelles que soient les conditions de refroidissement, tandis qu'elle se compose d'un mélange de ferrite proeutectoïde et de bainite granulaire dans l'acier C microallié au niobium. La proportion de cette dernière phase croît avec la sévérité du refroidissement (augmentation de V_{ry} et/ou diminution de la TFR). Seule la microscopie électronique a permis d'identifier cette phase car elle présente une morphologie plutôt équiaxe qu'en lattes. Ceci rend sa distinction de la ferrite proeutectoïde délicate par microscopie optique. Seulement quelques traces de bainite en lattes sont observées dans l'acier C refroidi à 25°C/s jusqu'aux plus basses TFR, voisines de 250°C. Par ailleurs dans l'acier C, la densité de dislocations dans la ferrite proeutectoïde et la présence de ferrite de Widmanstätten augmentent également avec la sévérité du refroidissement.

Parallèlement à l'évolution de la nature microstructurale de la matrice, la taille des grains est aussi fonction de la composition chimique et des paramètres du refroidissement. Après refroidissement à l'air, la taille des grains diminue avec l'augmentation de la quantité d'éléments d'alliage. Ceci résulte d'une stabilisation chimique de l'austénite qui se transforme à une température d'autant plus basse que sa composition est riche en éléments gammagènes (nickel, niobium). Le refroidissement accéléré conduit également à une réduction de la taille des grains suite à l'augmentation de la force motrice de germination qui se traduit par une multiplication du nombre de grains pour un volume donné. La taille de grains obtenue après RAD est d'autant plus fine que la TFR est basse et que la vitesse de refroidissement est élevée. Toutefois, en deçà de 500°C, l'abaissement de la température de fin de refroidissement n'a plus d'effets significatifs. Par ailleurs, il existe une vitesse de refroidissement maximale à partir de laquelle la taille des grains reste stable. Cette vitesse limite dépend de la composition chimique.

D'autre part, les secondes phases, de nature perlitique après les refroidissements les plus doux, laissent place à des structures de type bainitique et martensitique aux plus basses TFR. La bainite observée dans les aciers A et B pour

des températures de fin de refroidissement accéléré voisines de 300 - 350°C, et essentiellement lorsque la vitesse de refroidissement est de 25°C/s, se présente comme une structure complexe, riche en dislocations et carbures, intermédiaire entre la perlite et la bainite supérieure en lattes. Le manque de définition de lattes nous a conduit à appeler cette phase de la bainite supérieure dégénérée. Dans l'acier C, quelle que soit la vitesse de refroidissement, on observe la formation de bainite supérieure en lattes et de martensite lorsque la TFR devient inférieure à 500°C. Cette dernière phase, associée à de l'austénite retenue, est la seule présente aux plus basses TFR. La martensite se présente sous ses deux morphologies à savoir: en lattes et maclées. La fraction de martensite maclée semble diminuer avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement qui ralentit la diffusion et favorise les gradients de concentration en carbone.

L'évolution des propriétés mécaniques avec la composition chimique et les conditions de refroidissement est au premier abord plus simple que celle de la microstructure. On peut en effet de façon générale scinder les évolutions des différentes propriétés en deux domaines distincts. Le premier domaine correspond aux températures de fin de refroidissement élevées, supérieures à 450 - 500°C, et le second aux TFR inférieures à 450 - 500°C. Dans le domaine des hautes TFR, quelles que soient la composition chimique et la vitesse de refroidissement, l'augmentation de la résistance des aciers (limite d'élasticité et charge à la rupture) avec l'abaissement de la TFR se fait sans détérioration des propriétés de résilience. Les propriétés de résistance à la traction sont par ailleurs d'autant plus élevées que la vitesse de refroidissement est importante ou que la trempabilité est augmentée (addition de nickel, et addition de nickel + niobium). Toutefois l'effet d'une addition unique de nickel sur la limite d'élasticité s'estompe avec la réduction de la TFR. A l'opposé, lorsque le refroidissement est conduit jusqu'à des TFR inférieures à 450 - 500°C, l'évolution des caractéristiques dépend fortement de la composition chimique. Pour les trois aciers A, B et C, la température de transition de résilience $T_{k50\%}$ est de façon générale dégradée par le refroidissement accéléré, tandis que la limite d'élasticité reste stable pour les aciers sans niobium et qu'elle décroît de façon très significative pour l'acier C microallié au niobium. La réduction de la limite d'élasticité dans ce dernier acier s'accompagne d'une disparition du crochet de traction et du palier de Piobert-Lüders. L'augmentation de la température de transition avec l'abaissement de la TFR, lorsque celle-ci est inférieure à 450 - 500°C, est cependant d'autant plus faible que la vitesse de refroidissement est élevée. Ainsi, lorsque la vitesse V_{ry} est de 25°C/s on ne constate aucune altération de la température $T_{k50\%}$.

Hormis l'effet quantifiable de la réduction de la taille des grains sur l'augmentation de la limite d'élasticité, l'interprétation des propriétés mécaniques reste essentiellement qualitative. La complexité des structures rencontrées et l'évolution simultanée des différents paramètres microstructuraux rendent en effet difficile un traitement quantitatif et absolu du problème. La compréhension, au moins phénoménologique, des propriétés met tout de même en évidence l'effet prépondérant de la nature et de la distribution des secondes phases. A titre d'exemple, la formation de martensite dans l'acier C entraîne une baisse importante de la limite d'élasticité, qui s'explique par une réduction significative du durcissement de solution solide. Par ailleurs, l'amélioration de la température de transition ductile - fragile avec l'augmentation de la vitesse V_{ry} , lorsque le refroidissement est conduit aux plus basses TFR, est due à la destruction du caractère en bandes de la structure.

En conclusion, cette étude a confirmé le double avantage du refroidissement accéléré qui est d'une part l'augmentation de la résistance des aciers (limite d'élasticité et charge de rupture) sans dégradation des propriétés de résilience, et d'autre part d'assurer un niveau de propriétés donné en dépit d'une réduction de la teneur en éléments d'alliage. Le premier effet du refroidissement accéléré est observé pour les trois nuances d'aciers étudiées, au moins dans le domaine des TFR supérieures à 450 - 500°C. Toutefois, dans le cas des nuances non microalliées au niobium, les conditions de refroidissement nécessaires pour obtenir le gain maximal de résistance sont plus sévères que celles utilisées industriellement. Notamment la température de fin de refroidissement accéléré doit être égale pour ces aciers à environ 300 - 350°C. Cependant, à ces très basses TFR, la ténacité des aciers A et B, comme celle de l'acier C, peut être dégradée si la vitesse de refroidissement n'est pas suffisamment élevée. Dans le domaine des basses températures de fin de refroidissement, les présents travaux montrent par ailleurs que l'addition de nickel n'est pas toujours nécessaire puisque la limite d'élasticité de l'acier sans nickel devient égale à celle de l'acier allié au nickel. De plus, l'absence de cet élément confère au matériau une température de transition de résilience ductile - fragile légèrement inférieure. Cependant, l'acier au nickel conserve dans ces conditions de refroidissement une charge à la rupture supérieure. Au contraire, le bénéfice d'une addition de niobium est démontré quelle que soient les conditions de refroidissement puisque l'acier microallié au niobium présente généralement un compromis résistance/résilience nettement supérieur à ceux des nuances non microalliées.

Le prolongement de cette étude consisterait principalement, hormis la poursuite de la caractérisation microstructurale, à identifier les mécanismes de déformation et de rupture pour améliorer, voire quantifier plus finement, les corrélations entre la structure (nature et dispersion) et les propriétés mécaniques.

ANNEXES

ANNEXE I

LES PRODUITS DE SOLUBILITE

Cette annexe est limitée au cas des réactions de précipitation du type:



A.I.1) MISE EN SOLUTION PARTIELLE AU COURS DU RECHAUFFAGE

La quantité maximale d'éléments remis en solution à une température T est déterminée généralement à partir du produit de solubilité Ks. La limite de solubilité Ks de l'élément de substitution M (Nb, V, Ti, Al) et de l'élément interstitiel I (C, N) à la température absolue T est exprimée par une relation du type:

$$\log Ks = \log [M][I] = A - \frac{B}{T} \quad (AI-1)$$

Où [M] et [I] représentent les pourcentages massiques respectifs de M et I en solution.

Les formules du type (AI-1), qui prennent en compte les pourcentages pondéraux des éléments en solution, ne sont applicables sous cette forme qu'au calcul de la température de remise en solution totale. Une transformation de l'équation est nécessaire, afin de calculer une température de remise en solution partielle ou la quantité d'éléments en solution à une température donnée.

Considérons un alliage composé de n éléments.

Soient n_i le nombre de moles de l'élément i, M_i la masse molaire de l'élément i, et m_i la masses des n_i moles.

$$\Rightarrow m_i = n_i \cdot M_i \quad (AI-2)$$

$$\text{Soit } m, \text{ la masse totale d'alliage considérée } \Rightarrow m = \sum_{i=1}^n n_i \cdot M_i \quad (AI-3)$$

Le pourcentage massique [i] de l'élément i est égal à: $[i] = \frac{n_r M_i}{\sum n_r M_i} \cdot 100$ (AI-4)

Considérons maintenant 100 g d'alliage $\Rightarrow [i] = n_r M_i$ (AI-5)

Soit l'équilibre chimique suivant: $TiN \Leftrightarrow Ti_s + N_s$

La constante d'équilibre du système s'écrit conformément à la relation (AI-1):

$$\log [Ti]_s \cdot [N]_s = A - \frac{B}{T} = K \quad (AI-6)$$

Introduisons la relation (AI-5) dans l'équation ci-dessus:

$$\log Ti_s \cdot M_{Ti} \cdot N_s \cdot M_N = K \quad (AI-7)$$

$$\text{or: } Ti_s = Ti_t - Ti_p \quad (AI-8)$$

$$N_s = N_t - N_p \quad (AI-9)$$

$$\text{et } Ti_p = N_p = X \quad (AI-10)$$

Les indices "s", "t" et "p" sont respectivement relatifs aux nombres de moles en solution, totales et précipitées des éléments Ti et N.

$$\Rightarrow \log \left\{ (Ti_t - X) \cdot (N_t - X) \cdot M_{Ti} \cdot M_N \right\} = K \quad (AI-11)$$

$$\Leftrightarrow (Ti_t - X) \cdot (N_t - X) = \frac{10^K}{M_{Ti} \cdot M_N}$$

$$\Leftrightarrow X^2 - (Ti_t + N_t) \cdot X + (Ti_t \cdot N_t - \frac{10^K}{M_{Ti} \cdot M_N}) = 0 \quad (AI-12)$$

Equation du second degré dont le discriminant est égal à:

$$\Delta = (Ti_t - N_t)^2 + 4 \cdot \frac{10^K}{M_{Ti} \cdot M_N} \quad (\Delta > 0)$$

L'équation (AI-11) admet donc deux solutions: $X = \frac{(Ti_t + N_t) \pm \sqrt{\Delta}}{2}$

$$\text{Cependant, } X \leq Ti_t \text{ et } X \leq N_t \Rightarrow X \leq \frac{Ti_t + N_t}{2}$$

par conséquent, la solution $\frac{(Ti_t + N_t) + \sqrt{\Delta}}{2}$ est physiquement impossible.

X représente donc le nombre de moles de titane ou d'azote qui ont précipité dans 100 g d'alliage. Pour obtenir le pourcentage massique en titane et en azote précipités à la température absolue T, il faut multiplier respectivement X par M_{Ti} et M_N . Les teneurs en titane et azote précipités à la température T sont donc égales à :

$$[Ti]_p = \frac{M_{Ti}}{2} \cdot \left\{ \left(\frac{[Ti]_t}{M_{Ti}} + \frac{[N]_t}{M_N} \right) - \sqrt{\left(\frac{[Ti]_t}{M_{Ti}} - \frac{[N]_t}{M_N} \right)^2 + 4 \cdot \frac{10^{(A-\frac{B}{T})}}{M_{Ti} \cdot M_N}} \right\} \quad (AI-13)$$

$$[N]_p = \frac{M_N}{2} \cdot \left\{ \left(\frac{[Ti]_t}{M_{Ti}} + \frac{[N]_t}{M_N} \right) - \sqrt{\left(\frac{[Ti]_t}{M_{Ti}} - \frac{[N]_t}{M_N} \right)^2 + 4 \cdot \frac{10^{(A-\frac{B}{T})}}{M_{Ti} \cdot M_N}} \right\} \quad (AI-14)$$

A.I.2) TEMPERATURE DE REMISE EN SOLUTION PARTIELLE

Pour déterminer la température de mise en solution partielle d'une quantité de titane $[Ti]_s$ ou d'azote $[N]_s$, il suffit de remplacer X par Ti_p ou N_p dans l'équations (AI-11). Soit par exemple $X = Ti_p$, la relation (AI-11) devient dans ce cas :

$$\log \left\{ (Ti_t - Ti_p) \cdot (N_t - Ti_p) \cdot M_{Ti} \cdot M_N \right\} = K$$

$$\Leftrightarrow \log \left\{ Ti_s \cdot (N_t - Ti_p) \cdot M_{Ti} \cdot M_N \right\} = K$$

$$\Leftrightarrow \log \left\{ [Ti]_s \cdot (N_t - (Ti_t - Ti_s)) \cdot M_N \right\} = K$$

$$\Leftrightarrow \log \left\{ [Ti]_s \cdot [N]_t - \left([Ti]_s \cdot ([Ti]_t - [Ti]_s) \cdot \frac{M_N}{M_{Ti}} \right) \right\} = K = A - \frac{B}{T}$$

$$\Leftrightarrow T = \frac{B}{A - \log \left\{ [Ti]_s \cdot [N]_t - \left([Ti]_s \cdot ([Ti]_t - [Ti]_s) \cdot \frac{M_N}{M_{Ti}} \right) \right\}} \quad (AI-15)$$

Une formule analogue peut être écrite en substituant d'une part Ti et N et d'autre part M_{Ti} et M_N dans la relation (AI-15) pour faire apparaître la teneur pondérale en solution $[N]_s$ de l'azote.

A.I.3) TEMPERATURE DE REMISE EN SOLUTION TOTALE

En posant $[Ti]_s = [Ti]_t$ dans la relation (AI-15), la température de remise en solution totale du titane s'écrit:

$$T = \frac{B}{A - \log([Ti]_t \cdot [N]_t)} \quad (AI-16)$$

La relation (AI-16) peut également s'écrire:

$$\log [Ti]_t \cdot [N]_t = A - \frac{B}{T} = \log Ks \quad (AI-17)$$

L'équation (AI-17) identique à la relation (AI-1) montre que la détermination de la température de remise en solution totale des éléments peut se calculer directement à partir du produit de solubilité Ks .

ANNEXE II

ANALYSE THERMIQUE DU REFROIDISSEMENT

Au cours du refroidissement d'une tôle, que ce soit par rayonnement dans l'air ou par trempe dans un liquide de refroidissement, les échanges de chaleur entre l'intérieur de la plaque et la surface sont gouvernés par les lois de la conduction thermique, donc par la nature et les épaisseurs des différentes couches (métal, calamine) constituant la tôle. Les mécanismes de transfert de la chaleur (rayonnement, convection, conduction) avec le milieu extérieur n'interviennent que comme conditions aux limites dans l'analyse du refroidissement.

Compte tenu de la symétrie du problème, le raisonnement est appliqué au demi-volume limité par la surface et le plan moyen de la tôle, en considérant le refroidissement d'une seule face.

A.II.1) FLUX DE CHALEUR A EXTRAIRE [1]

Soit la demi-tôle représentée à la figure ci-dessous:

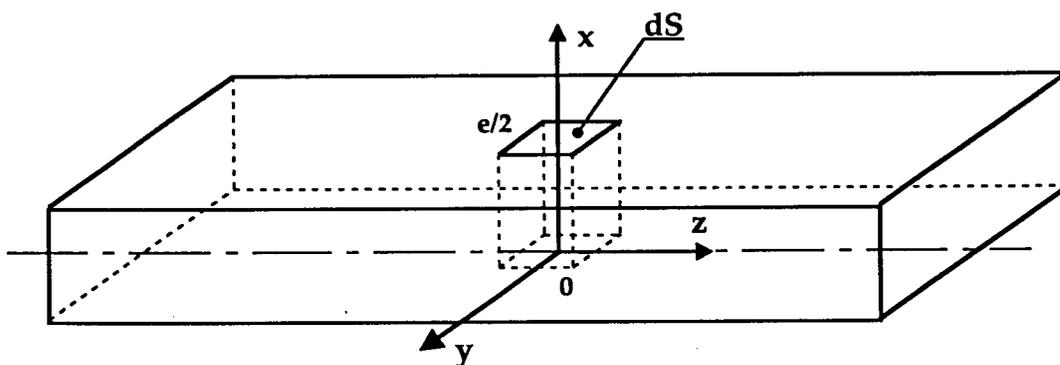


Figure 143: Définition du repère orthogonal lié à la demi-tôle.

avec x : direction du refroidissement, normale au plan de la tôle,
 y : largeur de la tôle,
 z : direction de laminage.

Soit dQ la quantité de chaleur à extraire du volume $(e/2).dS$ pour faire chuter la température de dT au coeur de la tôle. e est l'épaisseur totale de la tôle et dS un élément de surface normal à la direction x :

$$dQ = \rho \cdot \frac{e}{2} \cdot dS \cdot C_p \cdot dT \quad (\text{AII-1}) \quad \text{à pression constante}$$

avec ρ : masse volumique en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$,

C_p : Chaleur thermique massique en $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$.

Le flux est la quantité de chaleur traversant une surface par unité de temps:

$$d\Phi = \frac{dQ}{dt} = \rho \cdot \frac{e}{2} \cdot dS \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} \quad (\text{AII-2})$$

Le flux rapporté à l'unité de surface s'appelle la densité de flux:

$$\Phi' = \frac{d\Phi}{dS} = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot e \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} \quad (\text{AII-3})$$

Or (dT/dt) est la vitesse de refroidissement à l'instant t . Si la vitesse de refroidissement est supposée constante est égale à V_r , la densité de flux devient:

| |
|--|
| $\Phi' = \frac{d\Phi}{dS} = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot e \cdot C_p \cdot V_r \quad (\text{AII-4})$ |
|--|

La densité de flux est la quantité de chaleur extraite par unité de temps et par unité de surface, elle s'exprime en $\text{J} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$, c'est à dire en $\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$. Φ' est donc la puissance dissipée par unité de surface pour refroidir la tôle à la vitesse V_r .

A.II.2) EQUATION DE LA CHALEUR [1]

A.II.2.1) Cas d'une tôle non oxydée en surface

Soit un domaine D interne à la tôle, de surface Σ . Le premier principe de la thermodynamique dit qu'en absence de mouvement du domaine D dans le milieu extérieur et de forces de pression, si D évacue une quantité de chaleur (dQ/dt) par unité de temps, alors:

$$\frac{dU}{dt} = \frac{dQ}{dt} \quad (\text{AII-5}) \quad \text{où } dU \text{ est la variation d'énergie interne de } D$$

En l'absence de rayonnement, (dQ/dt) est la chaleur dissipée par conduction dans D. La loi de Fourier, ou loi de conduction, permet d'établir l'équation différentielle qui régit les échanges de chaleur dans un milieu continu. La loi de Fourier généralisée s'écrit:

$$\frac{dQ}{dt} = \iint_{\Sigma} -\lambda \cdot \vec{n} \cdot \vec{\text{grad}} T \cdot dS \quad (\text{AII-6})$$

où λ est la conductivité thermique, exprimée en $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$. Elle dépend du matériau considéré et de sa température. D'autre part, \vec{n} est un vecteur unitaire normal à dS . Le signe négatif dans la relation (AII-6) indique que la chaleur s'écoule dans le sens des températures décroissantes.

Le théorème d'Ostrogradski permet de passer de l'intégrale de surface à l'intégrale de volume:

$$\frac{dQ}{dt} = \iiint_D \lambda \cdot \nabla^2 T \cdot dV \quad (\text{AII-7}) \quad \text{avec: } \nabla^2 T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2}$$

La variation d'énergie interne s'exprime quant à elle sous la forme:

$$\frac{dU}{dt} = \frac{d}{dt} \iiint_D \rho \cdot C_p \cdot T \cdot dV \quad (\text{AII-8})$$

La conservation de la masse permet d'écrire que:

$$\frac{dU}{dt} = \iiint_D \rho \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} \cdot dV \quad (\text{AII-9})$$

L'égalité entre les équations (AII-7) et (AII-9) conduit à:

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} = \lambda \cdot \nabla^2 T \quad (\text{AII-10})$$

$$\Leftrightarrow \rho \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} = \lambda \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \quad (\text{AII-11})$$

Pour une plaque de longueur et de largeur suffisamment importantes, il est possible de supposer en première approximation que les plans parallèles au plan de

laminage sont des surfaces isothermes, c'est à dire que la température est indépendante des coordonnées y et z. L'équation (AII-11) s'écrit alors:

$$\frac{\lambda}{\rho C_p} \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{dT}{dt} = \theta \quad (\text{AII-12})$$

Une hypothèse couramment envisagée dans ce type de calcul est celle de la quasi-stationnarité de la température, c'est à dire qu'elle se modifie à un taux $(\partial T/\partial t) = \theta$ indépendant de x. L'intégration de l'équation (AII-12) par rapport à x conduit à:

$$\frac{\lambda}{\rho C_p} \cdot \frac{\partial T}{\partial x} = \theta \cdot x + K_1(t) \quad (\text{AII-13})$$

Les valeurs de θ et de $K_1(t)$ peuvent être calculées en exprimant que la densité de flux $(\lambda \cdot \partial T/\partial x)$ est égale à Φ' (équation AII-4) à la surface de la tôle ($x = e/2$), et qu'elle est nulle pour $x = 0$ (symétrie du problème):

$$1) x = 0 \Rightarrow K_1(t) = 0$$

$$2) x = \frac{e}{2} \Rightarrow \lambda \frac{\partial T}{\partial x} = \Phi'$$

$$\Rightarrow \frac{-\Phi'}{\rho C_p} = \frac{\theta e}{2} \Leftrightarrow \theta = \frac{-2 \Phi'}{\rho e C_p}$$

En intégrant une seconde fois, et en remplaçant les constantes θ et $K_1(t)$ par leur valeur, on obtient:

$$\frac{\lambda T(x)}{\rho C_p} = \frac{\theta x^2}{2} + K_2(t) \quad (\text{AII-14})$$

Pour $x = e/2$, la température T est égale à la température de surface T_s .

$$\Rightarrow T(x) = \frac{\rho C_p}{2 \lambda} \theta \left[x^2 - \frac{e^2}{4} \right] + T_s$$

| | |
|--|-----------------|
| $\Leftrightarrow T(x) = \frac{\rho C_p}{2 \lambda} V_T \left[\frac{e^2}{4} - x^2 \right] + T_s \quad (\text{AII-15})$ | d'après (AII-4) |
|--|-----------------|

La relation (AII-15) définit la température en tout point x de l'épaisseur de la tôle. Cette équation montre que la répartition de température dans l'épaisseur est parabolique. L'équation (AII-15) permet le calcul de l'écart de température entre le coeur de la tôle et sa surface:

$$\Delta T_c^s = T_c - T_s = T_{(x=0)} - T_{(x=e/2)} = \frac{\rho C_p V r e^2}{8 \lambda} = \frac{\Phi' \cdot e}{4 \lambda} \quad (\text{AII-16})$$

A.II.2.2) Présence de calamine en surface

Compte tenu des fines épaisseurs de calamine ($< 100 \mu\text{m}$), il est justifié de supposer que la densité de flux de chaleur à extraire est indépendant de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Le calcul du gradient de température ΔT_{cal} dans la calamine se fait donc en supposant que la densité de flux Φ' à extraire de l'ensemble métal + calamine est égal à la densité de flux à extraire d'une tôle non oxydée. La transmission de Φ' à travers la couche d'oxyde conduit à la relation:

$$\Phi' = \lambda_{\text{cal}} \cdot \frac{\Delta T_{\text{cal}}}{e_{\text{cal}}}$$

où λ_{cal} et e_{cal} sont la conductivité et l'épaisseur de la calamine.

$$\Rightarrow \Delta T_{\text{cal}} = \frac{\Phi' \cdot e_{\text{cal}}}{\lambda_{\text{cal}}} \quad (\text{AII-17})$$

A.II.3) TEMPERATURE DE REMOILLAGE [2]

A.II.3.1) Remouillage à la surface des tôles

La température de transition entre le régime de caléfaction et le régime d'ébullition transitoire est appelée: température de remouillage T_{re} . Cette température comprise entre 350°C et 400°C à la surface du produit dépend du débit d'eau (facilité ou non de destruction mécanique du film de vapeur) et donc indirectement du flux de chaleur extrait ainsi que de la conductivité λ_{cal} de la calamine. La température de remouillage peut être décrite par la relation [2]:

$$T_{\text{re}}^s = T_{\text{re}_0}^s + \beta \cdot \Phi' \quad (\text{AII-18})$$

avec: T_{re}^S : température de remouillage à la surface du produit

et Φ' : flux extrait par face de tôle, exprimé en $W.m^{-2}$

La conductivité thermique de la calamine n'est pas connue avec une grande précision. Les mesures effectuées lui attribuent une valeur comprise entre 0,1 et 0,2 $W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1}$. Par conséquent, la relation (A-II-18) prend différentes valeurs selon la conductivité considérée de la calamine:

$$\left. \begin{aligned} \lambda = 0,10 W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1} &\Rightarrow T_{re}^S = 340 + 12.10^{-6} \cdot \Phi' \\ \lambda = 0,15 W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1} &\Rightarrow T_{re}^S = 340 + 29.10^{-6} \cdot \Phi' \\ \lambda = 0,20 W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1} &\Rightarrow T_{re}^S = 340 + 37.10^{-6} \cdot \Phi' \end{aligned} \right\} \quad (AII-19)$$

A.II.3.2) Propagation du remouillage dans l'épaisseur [1]

La figure 144 montre que le remouillage effectif en surface n'est ressenti au coeur des tôles qu'après un certain temps, compte tenu de la vitesse de propagation du front de chaleur. La notion de front de chaleur, ou de profondeur de pénétration, obéit à la relation suivante:

$$x = 4 \sqrt{a \cdot t}$$

avec x : profondeur de pénétration du choc thermique à l'instant t ,

$$\text{et } a = \frac{\lambda}{\rho C_p} : \text{diffusivité thermique du métal en } m^2.s^{-1}$$

Le choc thermique correspondant au remouillage en surface met un temps Δt pour atteindre le coeur de la tôle, temps nécessaire pour traverser la demi-épaisseur du produit, soit:

$$\Delta t = \frac{\rho C_p e_m^2}{64 \lambda_m} \quad (AII-20)$$

où λ_m et e_m sont la conductivité et l'épaisseur du métal.

Pendant le temps Δt , le coeur de la tôle continue de se refroidir à la vitesse V_r , ce qui a pour conséquence une chute de température ΔT_p à coeur entre l'instant où

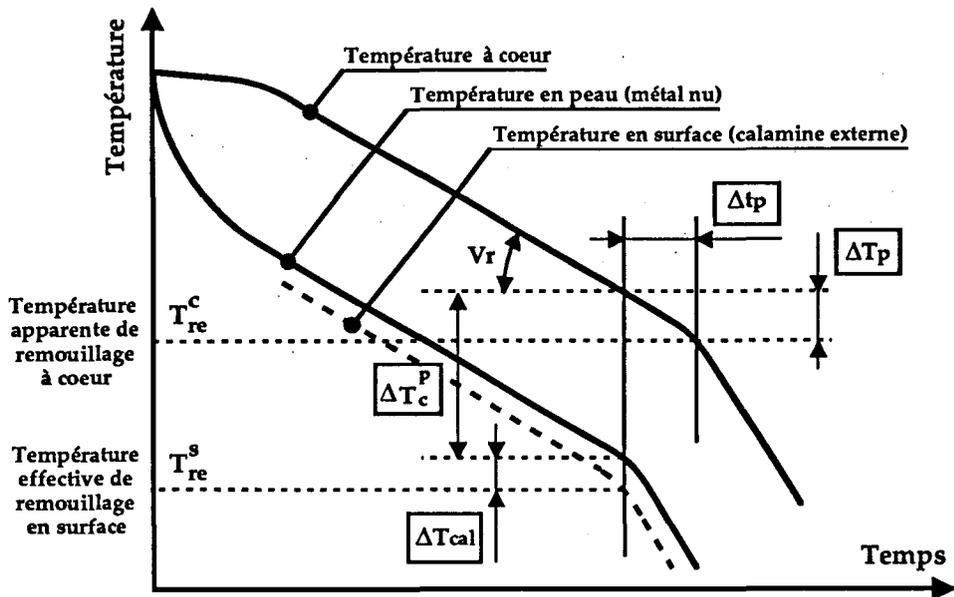


Figure 144: Détermination de la température apparente de remouillage au coeur des tôles lors d'un échange thermique monodimensionnel d'après [2].

le remouillage se produit à la surface et celui où il est ressenti à mi-épaisseur du produit:

$$\Delta T_p = V_r \cdot \Delta t$$

$$\Leftrightarrow \Delta T_p = \frac{\rho C_p V_r e_m^2}{64 \lambda_m} = \frac{\Phi' \cdot e_m}{32 \lambda_m} \quad (\text{AII-21})$$

A.II.3.3) Température apparente de remouillage à coeur

Le calcul de la température apparente de remouillage à mi-épaisseur des tôles est très simple au regard de la figure 144:

$$T_{re}^C = T_{re}^S + \Delta T_{cal} + \Delta T_c^s - \Delta T_p \quad (\text{AII-22})$$

$$\Leftrightarrow T_{re}^C = T_{re}^S + \frac{\Phi' \cdot e_{cal}}{\lambda_{cal}} + \frac{7 \cdot \Phi' \cdot e_m}{32 \lambda_m} \quad (\text{AII-23})$$

$$\Leftrightarrow T_{re}^C = 340 + \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot e_m \cdot C_p \cdot V_r \cdot \left\{ \beta + \frac{7 e_m}{32 \lambda_m} + \frac{e_{cal}}{\lambda_{cal}} \right\} \quad (\text{AII-24})$$

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE II

[1] F. BERTOLOTTI, B. DE LAMBERTERIE. *Thermique du laminage*. Rapport IRSID, LAM RFP 402, avril 1985.

[2] Rapports confidentiels.

ANNEXE III

PROPRIETES MECANIQUES

A.III.1) TABLEAUX DE RESULTATS

Les tableaux 13 à 19 rapportent l'ensemble des résultats obtenus pour la limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0,2}$, la charge de rupture R_m , l'aptitude du matériau à la consolidation caractérisée par le rapport $R_{p0,2}/R_m$, l'allongement uniformément réparti $A_g\%$, l'allongement total $A\%$, la striction à la rupture $Z\%$, la longueur du palier de traction, ainsi que la température de transition de résilience ductile-fragile $T_{k50\%}$, déterminée à partir des courbes de cristallinité. La vitesse de refroidissement V_{ry} réelle et la température de fin de refroidissement TFR sont précisées pour les différentes conditions de simulation.

Les résultats sur fond gris dans les divers tableaux correspondent à des valeurs s'écartant notablement des valeurs moyennes, ou bien, dans le cas des essais de traction, à des courbes de traction dont la forme ne correspond pas aux courbes des conditions de refroidissement voisines (absence de palier de traction au milieu d'un ensemble d'échantillons présentant un palier et vice et versa)

A.III.2) REPRESENTATIONS GRAPHIQUES DES RESULTATS

Pour chaque nuance et pour chaque vitesse de refroidissement, l'ensemble des résultats a été porté sur des graphes reliant les différentes propriétés mécaniques à la TFR (figures 145 à 152).

A.III.2.1) Propriétés de traction

Tous les résultats non aberrants sont reportés sur les différents graphes. Ceci permet d'estimer la bande de dispersion pour chacune des propriétés.

A.III.2.2) Propriétés de résilience

Les trente éprouvettes de résilience Charpy V, issues d'un même larget, sont rompues à raison de trois éprouvettes par température d'essai. Dans un premier temps on procède à la rupture de sept jeux d'éprouvettes (trois éprouvettes par jeu) à sept températures d'essai différentes. Les trois jeux restants sont destinés à confirmer certains résultats litigieux ou à compléter les courbes. On peut ainsi pour chaque condition de traitement thermomécanique déterminer les courbes d'énergie et de cristallinité dans leur quasi - totalité (du niveau ductile au niveau fragile).

| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | RESILIENCE | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|-----|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|-----|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|------|------|-------|------|
| | | | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Palier | | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | |
| F12 | 6,3 | 268 | - | - | - | - | 388 | 395 | 403 | 395 | 514 | 516 | 509 | 513 | 0,76 | 0,77 | 0,78 | 0,77 | - | - | 30,7 | 30,7 | 14,4 | 14,5 | 14,6 | 14,5 | - | - | 75,9 | 75,9 | 2,97 | 2,94 | 3,31 | 3,07 | |
| F15 | 8 | 274 | -90 | -73 | -56 | 305 | 404 | 384 | 399 | 396 | 509 | 513 | 516 | 513 | 0,79 | 0,75 | 0,77 | 0,77 | 32,8 | 31,1 | - | 32,0 | 15,2 | 14,2 | 13,7 | 14,4 | 74,6 | 76,9 | 74,9 | 75,5 | 3,16 | 3,04 | 3,00 | 3,07 | |
| F14 | 7,5 | 304 | - | - | - | - | 402 | 415 | 394 | 404 | 508 | 516 | 504 | 509 | 0,79 | 0,80 | 0,78 | 0,79 | - | 31,1 | 32,5 | 31,8 | 13,9 | 15,7 | 15,5 | 15,0 | 76,3 | 76,3 | 74,1 | 75,6 | 2,67 | 2,81 | 3,18 | 2,89 | |
| F13 | 6,6 | 306 | - | - | - | - | 412 | 403 | 406 | 407 | 528 | 529 | 527 | 528 | 0,78 | 0,75 | 0,77 | 0,77 | 29,2 | 28,2 | - | 28,7 | 14,3 | 13,9 | 12,7 | 14,1 | 78,4 | 72,5 | 72,5 | 74,5 | 2,48 | 2,60 | 2,24 | 2,44 | |
| A812 | 7 | 328 | - | - | - | - | 351 | 379 | - | 379 | 521 | 514 | - | 518 | 0,77 | 0,74 | - | 0,74 | 34,2 | 32,6 | - | 33,4 | 16 | 16,4 | - | 16,2 | 80,9 | 76,9 | - | 78,9 | 3,33 | 3,54 | - | 3,44 | |
| A812N | 7,9 | 362 | -68 | -59 | -50 | 328 | 382 | 386 | 391 | 386 | 498 | 499 | 512 | 503 | 0,77 | 0,77 | 0,76 | 0,77 | 35,8 | 37 | 34,1 | 35,6 | 16,6 | 17,6 | 18,8 | 17,7 | 76,8 | 76,2 | 72,5 | 75,2 | 3,90 | 3,68 | 2,94 | 3,51 | |
| A012 | 6,7 | 412 | -97 | -81 | -65 | 348 | 390 | 398 | 394 | 394 | 518 | 514 | 503 | 512 | 0,75 | 0,77 | 0,78 | 0,77 | 32 | 34,6 | 34,8 | 33,8 | 15,8 | 16 | 17,5 | 16,4 | 73,8 | 79,8 | 78,5 | 77,4 | 2,67 | 2,80 | 3,83 | 3,10 | |
| A012T | 6,4 | 418 | - | - | - | - | - | 389 | - | 389 | - | 497 | - | 497 | - | 0,78 | - | 0,78 | - | 35 | - | 35,0 | - | 17,2 | - | 17,2 | - | 78,7 | - | - | 3,68 | - | - | 3,68 | |
| A012R | 6 | 436 | - | - | - | - | - | 391 | - | 391 | - | 506 | - | 506 | - | 0,77 | - | 0,77 | - | 34,3 | - | 34,3 | - | 17,4 | - | 17,4 | - | 77,7 | - | - | 3,47 | - | - | 3,47 | |
| A012N | 5,6 | 437 | -101 | -84 | -67 | 355 | 385 | 389 | 386 | 387 | 499 | 497 | 501 | 499 | 0,77 | 0,78 | 0,77 | 0,77 | 35,8 | 36,5 | 36,5 | 36,3 | 17,5 | 17 | 17,8 | 17,4 | 82,1 | 85,6 | 81,7 | 83,1 | 3,98 | 3,94 | 3,64 | 3,85 | |
| A112Q | 5,8 | 448 | -90 | -81 | -72 | 350 | 406 | 407 | 378 | 397 | 513 | 520 | 500 | 511 | 0,79 | 0,78 | 0,76 | 0,78 | 33,6 | 33,1 | 32,9 | 33,2 | 16,6 | 16,9 | 17,9 | 17,1 | 78,7 | 73,9 | 73,3 | 75,3 | 3,99 | 3,60 | 4,12 | 3,90 | |
| F76 | 7,2 | 456 | -106 | -93 | -80 | 350 | 403 | 371 | 370 | 381 | 495 | 494 | 498 | 496 | 0,81 | 0,75 | 0,74 | 0,77 | 34,4 | 35,9 | 34,9 | 35,1 | 16,7 | 16,5 | 17,2 | 16,8 | 81,9 | 80,2 | 83,5 | 81,9 | 4,48 | 3,46 | 3,51 | 3,82 | |
| A112N | 8,2 | 460 | -86 | -87 | -78 | - | 418 | 419 | 350 | 419 | 513 | 510 | 511 | 512 | 0,81 | 0,82 | 0,82 | 0,82 | 37,5 | 32 | 34,6 | 34,8 | 16,4 | 16,3 | 17,2 | 16,4 | 81,5 | 81,9 | 82,8 | 81,7 | 3,74 | 3,90 | 0 | 3,82 | |
| F10 | 7,4 | 460 | - | - | - | - | 389 | 384 | 391 | 387 | 497 | 497 | 504 | 497 | 0,78 | 0,77 | 0,77 | 0,77 | 35,4 | 38 | 35,9 | 36,7 | 17 | 17 | 16,7 | 16,9 | 79,8 | 82,9 | 78,5 | 81,4 | 3,37 | 3,65 | 3,12 | 3,51 | |
| F75 | 6,5 | 472 | - | - | - | - | 392 | 385 | 356 | 389 | 496 | 490 | 495 | 494 | 0,79 | 0,79 | 0,77 | 0,79 | 35,7 | 38 | 34,1 | 35,9 | 17,5 | 18 | 17,3 | 17,6 | 83,1 | 83,7 | 82,1 | 83,0 | 4,08 | 4,20 | 1,88 | 4,14 | |
| A612N | 6,8 | 478 | -97 | -85 | -73 | 346 | 383 | 396 | 391 | 390 | 499 | 503 | 500 | 501 | 0,77 | 0,79 | 0,78 | 0,78 | 36,6 | 37,6 | 36,3 | 36,8 | 18,7 | 17 | 17,4 | 17,7 | 82 | 79,3 | 76,4 | 79,2 | 3,84 | 3,89 | - | 3,87 | |
| A612T | 4,8 | 480 | - | - | - | - | - | 391 | - | 391 | - | 501 | - | 501 | - | 0,78 | - | 0,78 | - | 35,6 | - | 35,6 | - | 16,9 | - | 16,9 | - | 81,1 | - | - | 81,1 | - | 3,56 | - | 3,56 |
| A612 | 6,9 | 492 | -101 | -87 | -73 | 345 | 385 | 392 | 387 | 388 | 497 | 496 | 496 | 496 | 0,77 | 0,79 | 0,78 | 0,78 | 36,9 | 37,4 | 35,8 | 36,7 | 17,2 | 19,1 | 17,8 | 18,0 | 83,7 | 83,7 | 81,2 | 82,9 | 4,24 | 3,61 | 3,97 | 3,94 | |
| F9 | 5,3 | 492 | - | - | - | - | 389 | 373 | 400 | 387 | 497 | 499 | 497 | 498 | 0,79 | 0,73 | 0,81 | 0,78 | 35,6 | 35,9 | 35,2 | 35,6 | 16,9 | 17,8 | 15,9 | 16,9 | 80,3 | 81,6 | 81,5 | 81,1 | 2,92 | 2,84 | 4,05 | 3,27 | |
| A612Q | 6,2 | 504 | -88 | -78 | -68 | 356 | 414 | 382 | 396 | 397 | 506 | 518 | 509 | 511 | 0,81 | 0,74 | 0,78 | 0,78 | 33,3 | 31,3 | 31,9 | 32,2 | 16,3 | 17,3 | 17,6 | 17,1 | 80,6 | 77,1 | 78,6 | 78,8 | 4,12 | 3,25 | 3,96 | 3,78 | |
| A912 | 7 | 517 | -113 | -96 | -77 | 341 | 417 | 401 | 421 | 413 | 509 | 517 | 523 | 516 | 0,82 | 0,78 | 0,80 | 0,80 | 31,2 | 27,4 | 27,5 | 31,2 | 16,5 | 16,6 | 13,4 | 13,4 | 78,2 | 76 | 81,4 | 78,5 | 3,78 | 3,49 | 3,23 | 3,50 | |
| A942 | 9,2 | 520 | -107 | -96 | -85 | 303 | 387 | 415 | 398 | 400 | 496 | 507 | 500 | 501 | 0,78 | 0,82 | 0,79 | 0,80 | 37,9 | 35,5 | 38,5 | 37,3 | 17,2 | 16,4 | 16,9 | 16,8 | 82,7 | 82 | 79,5 | 81,4 | 3,88 | 3,80 | 3,76 | 3,81 | |
| A942N | 8,9 | 520 | -101 | -82 | -73 | 314 | 397 | 427 | 387 | 392 | 506 | 510 | 499 | 505 | 0,78 | 0,84 | 0,77 | 0,78 | 33,3 | 30,5 | 31,9 | 31,9 | 16,3 | 16,7 | 16,2 | 16,3 | 74,4 | 78,2 | 73,1 | 75,2 | 4,19 | 3,96 | 4,07 | 4,073 | |
| A242N | 9,2 | 535 | -97 | -85 | -73 | 347 | - | 400 | 398 | 399 | - | 501 | 500 | 501 | - | 0,80 | 0,80 | 0,80 | - | 34,4 | 34,2 | 34,3 | - | 15,7 | 16,6 | 16,2 | - | 75,5 | 76,3 | 75,9 | - | 4,56 | 3,98 | 4,27 | |
| A212N | 7,6 | 540 | -95 | -80 | -65 | 311 | 387 | 387 | 386 | 387 | 493 | 498 | 499 | 497 | 0,78 | 0,78 | 0,77 | 0,78 | 37,2 | 37,4 | 32,5 | 35,7 | 18,5 | 17,9 | 16,5 | 17,6 | 77,3 | 79 | 77,2 | 77,8 | 4,14 | 4,03 | 3,68 | 3,95 | |
| A712 | 6,7 | 572 | -105 | -92 | -79 | 321 | 402 | 404 | 387 | 398 | 503 | 506 | 504 | 504 | 0,80 | 0,80 | 0,77 | 0,79 | 33 | 36 | 32,5 | 33,8 | 16,2 | 17,8 | 15,8 | 16,6 | 77,9 | 77,7 | 77,8 | 77,8 | 3,90 | 3,90 | 3,90 | 3,90 | |
| A412 | 6,4 | 604 | -108 | -90 | -72 | 296 | 386 | 390 | 383 | 386 | 497 | 498 | 495 | 497 | 0,78 | 0,78 | 0,78 | 0,78 | 37,1 | 38 | 34,5 | 36,5 | 17,2 | 17,2 | 17,1 | 17,2 | 80,2 | 77,1 | 77 | 78,1 | 3,98 | 4,08 | 3,71 | 3,92 | |
| A312 | 6,6 | 645 | -122 | -109 | -96 | 303 | 390 | 425 | - | 390 | 506 | 516 | - | 506 | 0,77 | 0,82 | - | 0,77 | 36,9 | 26,7 | - | 36,9 | 18,8 | 10,3 | - | 18,8 | 45 | 83 | 84,0 | 3,00 | 3,30 | - | 3,00 | | |
| A312N | 8,8 | 648 | -122 | -108 | -88 | 317 | 388 | 391 | - | 390 | 498 | 493 | - | 496 | 0,78 | 0,79 | - | 0,79 | 36,2 | 31,5 | - | 33,9 | 18,1 | 15,6 | - | 16,9 | 76,1 | 78,8 | - | 77,5 | 4,68 | 4,62 | - | 4,65 | |
| A312R | 4,9 | 680 | -97 | -85 | -73 | 347 | 385 | 371 | 385 | 380 | 491 | 486 | 484 | 487 | 0,78 | 0,76 | 0,80 | 0,78 | 37,7 | 37,1 | 35 | 36,6 | 18,2 | 18,4 | 16,3 | 17,6 | 84,6 | 77,6 | 80,1 | 80,8 | 3,61 | 4,08 | 4,20 | 3,96 | |
| A312T | 6,6 | 680 | -94 | -82 | -70 | 332 | 387 | 373 | 362 | 374 | 489 | 489 | 486 | 488 | 0,79 | 0,76 | 0,74 | 0,76 | 39,2 | 40 | 38,1 | 39,1 | 17,9 | 18,1 | 17,8 | 17,9 | 77,6 | 79,1 | 79 | 78,6 | 3,97 | 3,99 | 4,17 | 4,04 | |
| A312Q | 6,6 | 706 | -86 | -78 | -70 | 315 | 357 | 374 | 365 | 365 | 483 | 483 | 483 | 483 | 0,77 | 0,77 | 0,76 | 0,77 | 39,8 | 35,5 | 39,1 | 38,1 | 18,5 | 18,4 | 17,7 | 18,2 | 79,8 | 79,6 | 77,2 | 78,9 | 4,14 | 4,34 | 4,22 | 4,23 | |

Tableau 13: Propriétés de résilience et de traction. Nuance A (C, Mn, Si, Ti), Vry = 7°C/s.

| | | RESILIENCE | | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|------|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|-----|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|------|------|------|
| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Palier | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy |
| A022K | 13,4 | 352 | -109 | -91 | -72 | 360 | 390 | 416 | 401 | 402 | 501 | 512 | 509 | 507 | 0,78 | 0,81 | 0,79 | 0,79 | 40,4 | 33,3 | 34,2 | 34,7 | 17,6 | 16 | 16 | 16,5 | 78,9 | 80,9 | 79 | 79,6 | 4,12 | 4,53 | 3,65 | 4,10 |
| A022R | 12,9 | 396 | -85 | -70 | -55 | 312 | 418 | 416 | - | 417 | 521 | 517 | - | 519 | 0,73 | 0,81 | - | 0,77 | 22,1 | 30,1 | - | 30,1 | 12,4 | 14,5 | - | 14,5 | 77,5 | 78,4 | - | 78,0 | 3,25 | 3,51 | - | 3,38 |
| A022 | 13,1 | 408 | -110 | -48 | -59 | 331 | 424 | 428 | 415 | 422 | 518 | 519 | 502 | 513 | 0,82 | 0,80 | 0,79 | 0,80 | 34,7 | 27,5 | 38,9 | 34,7 | 16,9 | 14,2 | 16,3 | 15,8 | 77 | 79,6 | 78,9 | 78,5 | 3,57 | 3,53 | 4,27 | 3,79 |
| A022T | 13,6 | 420 | -89 | -76 | -62 | 350 | 415 | 425 | 417 | 419 | 524 | 506 | 520 | 517 | 0,79 | 0,84 | 0,80 | 0,81 | 34,5 | 30 | 27,3 | 32,3 | 17 | 13,4 | 14,5 | 15,8 | 80 | 83,8 | 81,4 | 81,7 | 3,00 | 3,94 | 4,03 | 3,66 |
| A122 | 15,6 | 466 | -83 | -69 | -54 | 268 | 345 | 397 | 391 | 394 | 544 | 502 | 503 | 503 | 0,63 | 0,79 | 0,78 | 0,79 | 30,4 | 34,7 | 30 | 31,7 | 16,2 | 15,2 | 17 | 16,1 | 80,4 | 82,2 | 78,3 | 80,3 | 1,67 | 4,37 | 4,40 | 4,39 |
| A122N | 17,8 | 472 | -101 | -80 | -59 | 356 | 365 | 379 | 422 | 422 | 550 | 542 | 519 | 519 | 0,66 | 0,70 | 0,81 | 0,81 | 33,1 | 32,4 | 33,5 | 33,0 | 15,2 | 15,4 | 15,6 | 15,4 | 78,1 | 79,4 | 75,8 | 77,8 | 0 | 0 | 3,70 | 3,70 |
| A122R | 16,2 | 477 | -126 | -108 | -89 | 330 | 407 | 404 | 404 | 405 | 500 | 511 | 515 | 509 | 0,81 | 0,79 | 0,78 | 0,79 | 33,1 | 34,7 | 34 | 33,9 | 17,8 | 15,9 | 16,3 | 16,7 | 79,2 | 79,3 | 78,5 | 79,0 | 4,16 | 3,84 | 3,20 | 3,73 |
| A122Q | 13,8 | 478 | -93 | -78 | -63 | 295 | 407 | 424 | 421 | 417 | 512 | 512 | 519 | 514 | 0,80 | 0,83 | 0,81 | 0,81 | 35,2 | 28,1 | 32,9 | 34,1 | 16,6 | 14,1 | 14,8 | 15,2 | 78,6 | 81,1 | 79,3 | 79,7 | 4,22 | 3,49 | 3,64 | 3,78 |
| A922N | 17,3 | 484 | -126 | -118 | -103 | 342 | 390 | 389 | 388 | 389 | 493 | 493 | 491 | 492 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 37,4 | 34,9 | 37,4 | 36,6 | 18,1 | 16,6 | 18 | 17,6 | 78,6 | 73,6 | 81,3 | 77,8 | 3,89 | 3,98 | 3,90 | 3,92 |
| A922Q | 16,7 | 496 | -118 | -98 | -77 | 350 | 397 | - | - | 397 | 495 | - | - | 495 | 0,80 | - | - | 0,80 | 31,3 | - | - | 31,3 | 15,4 | - | - | 15,4 | 80 | - | - | 80,0 | 3,59 | - | - | 3,59 |
| A922 | 16 | 504 | -117 | -99 | -81 | 358 | 426 | 407 | 391 | 408 | 514 | 508 | 494 | 505 | 0,83 | 0,80 | 0,78 | 0,80 | 32,1 | 35,5 | 35,6 | 34,4 | 15,1 | 17,4 | 17,6 | 16,7 | 85,6 | 80,6 | 82,1 | 82,8 | 3,67 | 4,48 | 2,86 | 3,67 |
| A222N | 17,4 | 514 | -115 | -100 | -84 | 310 | 401 | 416 | 406 | 408 | 505 | 503 | 503 | 504 | 0,79 | 0,83 | 0,81 | 0,81 | 37 | 32,4 | 24,7 | 34,7 | 18,3 | 15,5 | 16,5 | 16,8 | 78,2 | 83,9 | 79,8 | 80,6 | 3,83 | 3,87 | 3,61 | 3,77 |
| A222Q | 13,9 | 542 | -122 | -106 | -90 | 340 | 419 | 392 | 395 | 402 | 514 | 490 | 497 | 500 | 0,81 | 0,80 | 0,79 | 0,80 | 32,8 | 32 | 33,1 | 32,4 | 15,3 | 16,8 | 22,4 | 16,1 | 79 | 79,6 | 76,4 | 78,3 | 4,10 | 3,88 | 4,12 | 4,03 |
| A222 | 16,2 | 564 | -100 | -91 | -81 | 308 | 381 | 380 | - | 381 | 488 | 487 | - | 488 | 0,78 | 0,78 | - | 0,78 | 36,8 | 36,3 | - | 36,6 | 19,6 | 17,6 | - | 17,6 | 81,1 | 76 | - | 78,6 | 3,05 | 3,66 | - | 3,36 |
| A222T | 14,4 | 568 | -109 | -96 | -83 | 360 | 411 | 389 | 394 | 398 | 518 | 500 | 499 | 506 | 0,79 | 0,78 | 0,79 | 0,79 | 33 | 36,7 | 35,2 | 35,0 | 19,4 | 18,3 | 16,6 | 17,5 | 82 | 77,8 | 80,8 | 80,2 | 2,50 | 3,20 | 3,98 | 3,23 |
| A422N | 14,5 | 584 | -118 | -103 | -74 | 312 | 396 | 415 | 394 | 402 | 494 | 509 | 493 | 499 | 0,80 | 0,81 | 0,78 | 0,80 | 33,7 | 34,1 | 33,1 | 33,6 | 16,8 | 15,3 | 16,3 | 16,1 | 73,4 | 79,8 | 79,8 | 77,7 | 4,40 | 3,50 | 3,80 | 3,90 |
| A422Q | 13,3 | 584 | -118 | -107 | -80 | 306 | 397 | 407 | 411 | 405 | 494 | 496 | 509 | 500 | 0,78 | 0,77 | 0,79 | 0,78 | 35,1 | 35,2 | 30 | 35,2 | 16,3 | 16,7 | 15,2 | 16,1 | 79,8 | 80,2 | 77,7 | 79,2 | 3,55 | 4,22 | 3,50 | 3,76 |
| A422T | 16,4 | 604 | -110 | -95 | -69 | 310 | 392 | 395 | 383 | 390 | 488 | 489 | 493 | 490 | 0,79 | 0,76 | 0,78 | 0,78 | 36,5 | 30 | 35,5 | 36,0 | 17,8 | 14,7 | 17,7 | 17,8 | 77,7 | 77,7 | 77,6 | 77,7 | 4,22 | 3,80 | 3,55 | 3,86 |
| A422 | 13,9 | 608 | -119 | -100 | -80 | 307 | 385 | 380 | 403 | 389 | 492 | 493 | 510 | 498 | 0,78 | 0,77 | 0,79 | 0,78 | 36,6 | 32,3 | 28,6 | 34,5 | 18,4 | 17,3 | 17,9 | 17,9 | 80,7 | 77,3 | 80,9 | 79,6 | 4,34 | 3,33 | 3,15 | 3,61 |
| A322 | 14,2 | 644 | -110 | -102 | -93 | 310 | 397 | 384 | 380 | 387 | 496 | 497 | 490 | 494 | 0,80 | 0,77 | 0,78 | 0,78 | 34,7 | 32,5 | 11,4 | 33,6 | 17,2 | 16 | 18,2 | 17,1 | 80,7 | 81,8 | 81,1 | 81,2 | 4,31 | 4,32 | 4,61 | 4,41 |
| A322N | 16,3 | 664 | -102 | -89 | -75 | 338 | 381 | 376 | 377 | 378 | 489 | 485 | 486 | 487 | 0,78 | 0,77 | 0,78 | 0,78 | 36,8 | 37,3 | 37,6 | 37,2 | 18,7 | 19,3 | 17,9 | 18,6 | 76,5 | 77,4 | 77,5 | 77,1 | 4,01 | 5,05 | 4,28 | 4,45 |
| A322Q | 14,6 | 696 | -115 | -93 | -70 | 382 | 390 | 381 | 392 | 388 | 491 | 493 | 491 | 492 | 0,80 | 0,77 | 0,80 | 0,79 | 35,5 | 37,9 | 37,2 | 36,9 | 17,3 | 17,6 | 18,9 | 17,9 | 77,8 | 80,7 | 79,8 | 79,4 | 4,72 | 3,69 | 4,04 | 4,15 |

Tableau 14: Propriétés de résilience et de traction. Nuance A (C, Mn, Si, Ti), Vry = 15°C/s.

| | | RESILIENCE | | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|-----|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|------|----------|------|------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|---------|------|------|------|
| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Pallier | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy |
| F66 | 24 | 332 | - | - | - | - | 462 | 424 | 433 | 440 | 556 | 543 | 541 | 547 | 0,83 | 0,78 | 0,80 | 0,80 | 25,4 | 19,6 | 20,5 | 25,4 | 11,3 | 11,7 | 11,9 | 11,6 | 85,2 | 81,7 | 78,6 | 81,8 | 2,98 | 2,82 | 3,11 | 2,97 |
| A832N | 25,9 | 348 | -112 | -95 | -78 | 357 | 465 | 452 | 396 | 459 | 550 | 563 | 590 | 557 | 0,85 | 0,80 | 0,67 | 0,83 | 25,9 | 24,7 | 25,2 | 25,3 | 13,4 | 13,3 | 15,3 | 13,4 | 75,5 | 73,3 | 76,5 | 74,4 | 3,91 | 3,23 | 0 | 3,57 |
| F71 | 24 | 352 | - | - | - | - | 462 | 461 | 455 | 459 | 531 | 536 | 524 | 530 | 0,87 | 0,86 | 0,87 | 0,866 | 24,5 | 27,8 | 26,7 | 26,3 | 11,8 | 10,1 | 12,1 | 12,0 | 84,1 | 84,8 | 85 | 84,6 | 3,67 | 2,65 | 3,55 | 3,29 |
| F72 | 23,5 | 356 | - | - | - | - | 436 | 442 | 438 | 439 | 535 | 538 | 527 | 533 | 0,81 | 0,82 | 0,83 | 0,823 | 30,3 | 31,1 | 30,6 | 30,7 | 13,9 | 14,1 | 15,5 | 14,5 | 81,2 | 83,4 | 80,2 | 81,6 | 3,11 | 3,02 | 3,32 | 3,15 |
| A032K | 22,7 | 388 | - | - | - | - | 446 | 467 | 444 | 452 | 559 | 562 | 536 | 552 | 0,80 | 0,83 | 0,83 | 0,82 | - | 26,1 | - | 26,1 | - | 12,9 | - | 12,9 | 78,9 | 81,5 | 81,8 | 80,7 | 2,42 | 2,62 | 3,76 | 2,93 |
| A032 | 26,8 | 420 | -111 | -97 | -83 | 345 | 429 | 459 | 450 | 446 | 561 | 550 | 556 | 556 | 0,78 | 0,84 | 0,81 | 0,80 | 30,4 | 14 | 27,9 | 29,2 | 13,6 | 12,2 | 12,8 | 12,9 | 82,6 | 82,1 | 79,8 | 81,5 | 2,60 | 2,90 | 2,96 | 2,82 |
| A032Q | 22,7 | 424 | -116 | -100 | -84 | 345 | 434 | 445 | 419 | 440 | 527 | 540 | 516 | 528 | 0,82 | 0,82 | 0,80 | 0,82 | 33 | 32,3 | 32,4 | 32,6 | 14,6 | 13 | 15,2 | 14,3 | 81 | 75,6 | 67,8 | 74,7 | 3,16 | 3,07 | 3,99 | 3,41 |
| A132 | 25,5 | 460 | -112 | -95 | -78 | 334 | 460 | 445 | 432 | 446 | 548 | 542 | 530 | 540 | 0,84 | 0,82 | 0,82 | 0,83 | 28,9 | 29,1 | 29,7 | 29,2 | 12,8 | 13,3 | 13,9 | 13,3 | 78,4 | 77,3 | 80,2 | 78,6 | 3,23 | 3,75 | 3,75 | 3,58 |
| A932 | 27,4 | 484 | -121 | -101 | -81 | 343 | 453 | 412 | 430 | 432 | 541 | 514 | 525 | 527 | 0,84 | 0,80 | 0,82 | 0,82 | 29,9 | 28 | 37,3 | 29,0 | 13,4 | 12,5 | 14,9 | 13,6 | 84,2 | 83,8 | 85,1 | 84,4 | 4,26 | 4,54 | 4,17 | 4,32 |
| A932Q | 25,6 | 495 | -105 | -90 | -75 | 332 | 451 | 435 | 435 | 440 | 546 | 536 | 539 | 540 | 0,83 | 0,81 | 0,81 | 0,82 | 18,8 | 22,7 | 20,4 | 20,4 | 11 | 11,5 | 10,9 | 11,1 | 83,2 | 81,9 | 82 | 82,4 | 3,74 | 4,32 | 3,73 | 3,93 |
| A932N | 23,6 | 504 | -111 | -99 | -87 | 355 | 415 | 418 | 401 | 417 | 510 | 513 | 506 | 510 | 0,81 | 0,81 | 0,79 | 0,81 | 37,6 | 32,9 | 33,7 | 34,7 | 14,6 | 15,6 | 15,8 | 15,3 | 79,2 | 73 | 76,4 | 76,2 | 3,99 | 3,75 | 3,46 | 3,73 |
| F64 | 24,9 | 516 | - | - | - | - | 407 | 419 | 441 | 422 | 519 | 518 | 520 | 519 | 0,78 | 0,81 | 0,85 | 0,81 | 36,5 | 31,4 | 30 | 32,6 | 16,7 | 16 | 14,2 | 15,6 | 79,8 | 79,7 | 80,8 | 80,1 | 3,83 | 3,90 | 3,78 | 3,84 |
| A232N | 25,6 | 540 | -116 | -96 | -76 | 349 | 396 | 397 | 436 | 410 | 506 | 507 | 525 | 513 | 0,78 | 0,78 | 0,83 | 0,80 | 33 | 35 | 36,5 | 34,8 | 15 | 15,2 | 15,6 | 15,3 | 82,9 | 79,6 | 81 | 81,2 | 4,58 | 4,75 | 4,34 | 4,56 |
| F61 | 24 | 548 | -113 | -98 | -83 | 355 | 404 | 399 | - | 402 | 506 | 509 | - | 508 | 0,80 | 0,78 | - | 0,79 | 35,1 | 34,2 | - | 34,7 | 15,1 | 16,5 | - | 15,8 | 78,6 | 77,8 | - | 78,2 | 3,08 | 3,85 | - | 3,47 |
| F60 | 25,1 | 552 | - | - | - | - | 403 | 401 | 415 | 406 | 506 | 506 | 512 | 508 | 0,80 | 0,79 | 0,81 | 0,80 | 32,3 | 32,6 | 33,4 | 32,5 | 14,7 | 14,7 | 13,1 | 14,2 | 74,7 | 74 | 74 | 74,2 | 3,16 | 3,23 | 3,45 | 3,28 |
| A232 | 25,5 | 570 | -115 | -96 | -77 | 346 | 404 | 406 | 408 | 406 | 506 | 513 | 494 | 504 | 0,80 | 0,79 | 0,83 | 0,81 | 31,6 | 37,3 | 29,8 | 32,9 | 15,4 | 16,8 | 14,6 | 15,6 | 81,4 | 83,3 | 83,7 | 82,8 | 3,92 | 3,85 | 3,58 | 3,78 |
| A532N | 26,2 | 612 | -118 | -100 | -82 | 335 | 400 | 403 | 414 | 406 | 501 | 504 | 506 | 504 | 0,80 | 0,80 | 0,82 | 0,81 | 34,2 | 34,6 | 34 | 34,3 | 16,2 | 17,5 | 16,8 | 16,8 | 82,6 | 83,6 | 82,2 | 82,8 | 4,09 | 4,01 | 4,14 | 4,08 |
| A532 | 27 | 624 | -104 | -88 | -72 | 342 | 388 | 405 | 393 | 395 | 490 | 492 | 489 | 490 | 0,79 | 0,82 | 0,80 | 0,80 | 33,5 | 30,7 | 35,4 | 33,2 | 16,4 | 15,3 | 18,3 | 16,7 | 81,1 | 81,4 | 82,2 | 81,6 | 4,38 | 3,86 | 4,14 | 4,13 |
| A332Q | 23,4 | 652 | -109 | -92 | -75 | 339 | 399 | 403 | 396 | 399 | 502 | 506 | 503 | 504 | 0,80 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 33,3 | 33,7 | 32,2 | 33,1 | 17,6 | 19,6 | 18,2 | 18,5 | 73,8 | 79,4 | 75,1 | 76,1 | 4,59 | 5,56 | 4,38 | 4,84 |
| A332 | 26,5 | 672 | -115 | -104 | -93 | 342 | 382 | 395 | 394 | 390 | 491 | 492 | 491 | 491 | 0,78 | 0,80 | 0,80 | 0,79 | 39,9 | 39,6 | 37,9 | 39,1 | 19,1 | 19,7 | 18,3 | 19,0 | 82,8 | 81,9 | 82,7 | 82,5 | 4,05 | 4,46 | 4,43 | 4,31 |
| A332T | 26,9 | 681 | -106 | -88 | -70 | 319 | 400 | 380 | 394 | 391 | 504 | 500 | 500 | 501 | 0,79 | 0,76 | 0,79 | 0,78 | 33,8 | 33,7 | 33,7 | 33,7 | 18,2 | 18 | 17,1 | 17,8 | 77 | 76,2 | 76,1 | 76,4 | 5,02 | 4,26 | 4,08 | 4,45 |
| AR2 | Ref. air | -93 | -82 | -71 | 293 | 360 | 376 | - | 368 | 482 | 488 | - | 485 | 0,75 | 0,77 | - | 0,76 | 34,2 | 35,5 | - | 34,9 | 17,3 | 19,8 | - | 18,6 | 83 | 78 | - | 80,5 | 2,90 | 3,20 | - | 3,05 | |
| AR2N | Ref. air | -93 | -82 | -71 | 316 | 367 | 364 | 337 | 366 | 487 | 485 | 449 | 486 | 0,75 | 0,75 | 0,84 | 0,75 | 21,7 | 34,8 | 26,3 | 34,8 | 16,7 | 18,5 | 10 | 17,6 | 77,1 | 79,6 | 73,8 | 76,8 | 3,40 | 3,80 | 2,55 | 3,25 | |
| AR2Q | Ref. air | - | - | - | - | 370 | - | 371 | 371 | 484 | - | 490 | 487 | 0,76 | - | 0,76 | 0,76 | 38,7 | - | 37,2 | 38,0 | 17,1 | - | 17,2 | 17,2 | 82,2 | - | 83,7 | 83,0 | 3,69 | - | 3,69 | 3,69 | |
| F1 | Ref. air | - | - | - | - | 356 | 365 | 382 | 368 | 474 | 475 | 479 | 476 | 0,75 | 0,77 | 0,80 | 0,77 | 35,6 | 37,3 | 32,4 | 35,1 | 16,7 | 15,8 | 15,7 | 16,7 | 80,5 | 82 | 80,2 | 80,9 | 3,74 | 3,41 | 4,28 | 3,81 | |
| F2 | Ref. air | - | - | - | - | 373 | 352 | 355 | 373 | 480 | 481 | 482 | 481 | 0,77 | 0,74 | 0,74 | 0,77 | 35,9 | 35,9 | 32,5 | 34,8 | 15,6 | 15 | 15,6 | 15,6 | 81 | 81,6 | 80,2 | 80,9 | 3,79 | 1,62 | 2,78 | 3,79 | |
| F62 | Ref. air | - | - | - | - | - | 364 | 384 | 374 | - | 482 | 493 | 488 | - | 0,76 | 0,78 | 0,77 | - | 39,8 | 40 | 39,9 | 20 | 18 | - | 19,0 | - | 78,9 | 81,2 | 80,1 | - | 3,57 | 4,28 | 3,93 | |

Tableau 15: Propriétés de résilience et de traction. Nuance A (C, Mn, Si, Ti), Vry = 25°C/s, ou refroidissement à l'air.

| | | RESILIENCE | | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|------|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|-----|----------|------|------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|------|------|------|
| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Palier | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy |
| B812N | 7,6 | 218 | -46 | -34 | -21 | 184 | 375 | 374 | 388 | 379 | 546 | 534 | 565 | 548 | 0,69 | 0,70 | 0,69 | 0,69 | 28,5 | 27,5 | 28,6 | 28,2 | 15,8 | 15,3 | 15,3 | 15,5 | 64,8 | 69,1 | 59,8 | 64,7 | 2,29 | 2,23 | 1,65 | 2,06 |
| B812 | 7,7 | 308 | -39 | -28 | -17 | 175 | 384 | 367 | 384 | 378 | 552 | 536 | 552 | 547 | 0,69 | 0,69 | 0,70 | 0,69 | 27,8 | 29,5 | 26 | 27,8 | 14,5 | 14,8 | 13,8 | 14,4 | 62,2 | 70,7 | 58,6 | 63,8 | 1,98 | 2,28 | 2,09 | 2,12 |
| B812Q | 7,9 | 312 | -47 | -34 | -20 | 205 | 375 | 372 | 376 | 374 | 557 | 554 | 556 | 556 | 0,67 | 0,67 | 0,68 | 0,67 | 28,4 | 27,8 | 29,7 | 28,6 | 15,8 | 15,6 | 16 | 15,8 | 61,1 | 60,4 | 59,5 | 60,3 | 1,88 | 1,94 | 1,97 | 1,93 |
| B012N | 7,7 | 346 | -51 | -37 | -23 | 179 | 372 | 373 | 371 | 372 | 562 | 560 | 553 | 558 | 0,66 | 0,67 | 0,67 | 0,67 | 30,8 | 27,7 | 29,3 | 29,3 | 16,7 | 15,7 | 15,1 | 15,8 | 65,1 | 63,1 | 58,3 | 62,2 | 1,55 | 1,37 | 1,55 | 1,49 |
| B012Q | 6,9 | 382 | -78 | -63 | -47 | 325 | 404 | 390 | 402 | 399 | 538 | 534 | 526 | 533 | 0,75 | 0,73 | 0,76 | 0,75 | 31,7 | 33 | 32,2 | 32,3 | 17,7 | 17,7 | 15,1 | 16,8 | 69,9 | 72,9 | 73 | 71,9 | 2,61 | 2,39 | 2,40 | 2,47 |
| B012 | 8,1 | 400 | -41 | -26 | -17 | 190 | 388 | 374 | 372 | 378 | 552 | 547 | 562 | 554 | 0,70 | 0,68 | 0,66 | 0,68 | 33,6 | 30,9 | 30,8 | 31,8 | 15,9 | 16,8 | 16,7 | 16,5 | 66,9 | 62,8 | 65,1 | 64,9 | 2,17 | 2,01 | 1,55 | 1,91 |
| B112N | 5,3 | 432 | -70 | -60 | -49 | 330 | 408 | 404 | 404 | 405 | 525 | 531 | 523 | 526 | 0,78 | 0,76 | 0,77 | 0,77 | 32,4 | 32,4 | 35 | 33,3 | 16,5 | 16,8 | 16,7 | 16,7 | 70,9 | 66,7 | 76 | 71,2 | 3,20 | 2,98 | 2,54 | 2,91 |
| B112 | 7,5 | 452 | -92 | -77 | -62 | 363 | 403 | 392 | 407 | 401 | 511 | 511 | 516 | 513 | 0,79 | 0,77 | 0,79 | 0,78 | 32 | 33,5 | 32,3 | 32,6 | 17,1 | 16,8 | 15,3 | 16,4 | 78,4 | 72,8 | 71,8 | 74,3 | 3,53 | 3,41 | 3,50 | 3,48 |
| B112Q | 8,3 | 476 | -98 | -82 | -66 | 371 | 416 | 409 | 413 | 413 | 518 | 518 | 525 | 520 | 0,80 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 37,3 | 32,6 | 30,1 | 35,0 | 16 | 16,4 | 15,2 | 15,9 | 77,5 | 77,5 | 77 | 77,3 | 3,53 | 3,50 | 3,46 | 3,50 |
| B912N | 7,7 | 496 | -94 | -80 | -65 | 360 | 416 | 411 | 417 | 415 | 528 | 524 | 527 | 526 | 0,79 | 0,78 | 0,79 | 0,79 | 33,3 | 32,6 | 33,4 | 33,1 | 15,6 | 16,5 | 16 | 16,0 | 73,2 | 76 | 74,9 | 74,7 | 3,35 | 3,27 | 3,50 | 3,37 |
| B912 | 8,2 | 528 | -93 | -80 | -66 | 333 | 412 | 410 | 414 | 412 | 515 | 516 | 524 | 518 | 0,80 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 37,8 | 33,8 | 32,7 | 34,8 | 17,6 | 17,1 | 16,8 | 17,2 | 74 | 76 | 72,4 | 74,1 | 3,68 | 3,92 | 3,64 | 3,75 |
| B212 | 7,5 | 542 | -90 | -78 | -65 | 345 | 410 | 409 | 412 | 410 | 516 | 520 | 519 | 518 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 0,79 | 30,1 | 34,1 | 34,1 | 34,1 | 14,9 | 17 | 16,2 | 16,0 | 80,4 | 82,2 | 82,3 | 81,6 | 3,11 | 3,53 | 3,37 | 3,34 |
| B712 | 8,1 | 582 | -95 | -81 | -66 | 335 | 405 | 405 | 401 | 404 | 521 | 522 | 514 | 519 | 0,78 | 0,78 | 0,78 | 0,78 | 37 | 33,9 | 35,9 | 35,6 | 16,6 | 16,8 | 17,3 | 17,0 | 82 | 84,4 | 81 | 82,5 | 4,18 | 3,25 | 3,73 | 3,72 |
| B412 | 7,2 | 600 | -104 | -89 | -74 | 351 | 395 | 396 | 392 | 394 | 505 | 504 | 511 | 507 | 0,78 | 0,79 | 0,77 | 0,78 | 32,5 | 29,3 | 35,4 | 34,0 | 15,6 | 16,3 | 16,8 | 16,2 | 83,6 | 80,2 | 80,3 | 81,4 | 3,66 | 3,28 | 3,87 | 3,60 |
| B312 | 5,9 | 656 | -99 | -88 | -76 | 363 | 395 | 407 | 399 | 400 | 502 | 511 | 510 | 508 | 0,79 | 0,80 | 0,78 | 0,79 | 36,3 | 34,1 | 33,6 | 34,7 | 16,1 | 16,9 | 16,1 | 16,4 | 86,9 | 83,4 | 82,4 | 84,2 | 3,50 | 3,74 | 4,37 | 3,87 |
| B312N | 7,2 | 706 | -97 | -82 | -67 | 347 | 395 | 396 | 397 | 396 | 505 | 502 | 508 | 505 | 0,78 | 0,79 | 0,78 | 0,78 | 35,5 | 34 | 34,2 | 34,6 | 17,4 | 17,2 | 17,8 | 17,5 | 77,9 | 80 | 78,1 | 78,7 | 3,58 | 3,84 | 4,16 | 3,86 |
| B832Q | 27,6 | 220 | -100 | -85 | -70 | 345 | 414 | 402 | 432 | 423 | 593 | 609 | 556 | 575 | 0,7 | 0,66 | 0,78 | 0,74 | 29,9 | 28,8 | 25,3 | 27,6 | 14 | 13,8 | 10,7 | 12,4 | 79,6 | 80,7 | 80,8 | 80,2 | 1,56 | 0 | 2,7 | 2,13 |
| B832K | 24,5 | 232 | -96 | -77 | -57 | 265 | 409 | 475 | 415 | 412 | 605 | 561 | 535 | 583 | 0,68 | 0,85 | 0,78 | 0,68 | 29,6 | 30 | 25,3 | 28,3 | 13,6 | 14 | 11,1 | 12,9 | 82,4 | 82,5 | 84,1 | 83,0 | 0,83 | 3,75 | 2,97 | 2,52 |
| B832H | 25,1 | 280 | -84 | -74 | -63 | 340 | 379 | 461 | 419 | 440 | 582 | 595 | 566 | 581 | 0,65 | 0,77 | 0,74 | 0,76 | 31,6 | 30,7 | 24,8 | 27,8 | 14,6 | 14,7 | 10,7 | 12,7 | 83,9 | 84,9 | 83,5 | 84,2 | 0 | 1,84 | 1,34 | 1,59 |
| B832M | 27,5 | 300 | -86 | -76 | -66 | 350 | 433 | 476 | 462 | 469 | 578 | 575 | 555 | 569 | 0,84 | 0,83 | 0,83 | 0,833 | 29,5 | 28,8 | 31,7 | 30,0 | 13,1 | 12,1 | 13,9 | 13,0 | 84,3 | 84,4 | 84,2 | 84,3 | 3,11 | 3,29 | 3,24 | 3,21 |
| B832R | 28,4 | 306 | -85 | -77 | -68 | 337 | 454 | 459 | 452 | 455 | 580 | 595 | 551 | 575 | 0,78 | 0,77 | 0,82 | 0,79 | 30,4 | 27,2 | 29,2 | 28,9 | 13 | 13,4 | 11,9 | 12,8 | 83 | 82,4 | 81,7 | 82,4 | 2,56 | 2,17 | 3,8 | 2,84 |
| B832N | 23,7 | 330 | -98 | -86 | -74 | 360 | 432 | 469 | 446 | 449 | 541 | 579 | 585 | 568 | 0,8 | 0,81 | 0,76 | 0,79 | 27,6 | 27,2 | 29,1 | 28,4 | 12,1 | 13,7 | 13 | 12,9 | 78,2 | 85,3 | 75,9 | 79,8 | 2,96 | 2,4 | 2,81 | 2,72 |
| B032Q | 24,5 | 372 | -95 | -85 | -74 | 344 | 442 | 473 | 446 | 454 | 552 | 574 | 555 | 560 | 0,8 | 0,82 | 0,8 | 0,807 | 31,2 | 27,3 | 26,7 | 28,4 | 13,4 | 12,9 | 12,2 | 12,8 | 84,7 | 83,8 | 83,3 | 83,9 | 2,43 | 3,27 | 3,78 | 3,16 |
| B032N | 25,5 | 380 | -115 | -105 | -95 | 369 | 465 | 422 | 448 | 445 | 560 | 546 | 569 | 558 | 0,83 | 0,77 | 0,79 | 0,797 | 29,2 | 27,2 | 26,5 | 27,6 | 13,3 | 12,3 | 12 | 12,5 | 84,5 | 83,7 | 85,2 | 84,5 | 2,76 | 2,4 | 1,89 | 2,35 |
| B032T | 24,5 | 416 | -93 | -83 | -73 | 372 | 443 | 461 | 422 | 442 | 551 | 556 | 534 | 547 | 0,8 | 0,83 | 0,79 | 0,807 | 31,6 | 32,9 | 32,8 | 32,4 | 15,4 | 15 | 15,6 | 15,3 | 82,6 | 83,9 | 80,5 | 82,3 | 2,5 | 3,51 | 3,06 | 3,02 |
| B032 | 27,2 | 418 | -120 | -112 | -103 | 352 | 448 | 451 | 455 | 451 | 549 | 551 | 547 | 549 | 0,82 | 0,82 | 0,83 | 0,823 | 34,5 | 28,8 | 37,1 | 31,7 | 14,5 | 12,1 | 15 | 13,9 | 81,3 | 82,2 | 78,9 | 80,8 | 3,03 | 3,55 | 3,27 | 3,28 |
| B032R | 23,5 | 420 | -99 | -85 | -70 | 362 | 472 | 458 | 451 | 465 | 566 | 560 | 553 | 563 | 0,83 | 0,82 | 0,82 | 0,83 | 28,3 | 27,9 | 22,9 | 28,1 | 12,9 | 12,2 | 9,8 | 12,6 | 82,2 | 84,5 | 78,3 | 83,4 | 2,83 | 3,11 | 0 | 2,97 |
| B132Q | 23,5 | 424 | -99 | -84 | -69 | 350 | 447 | 450 | 429 | 442 | 558 | 557 | - | 558 | 0,8 | 0,81 | - | 0,805 | 31,4 | 29,6 | - | 30,5 | 13,7 | 13,2 | - | 13,5 | 83 | 83,3 | - | 83,2 | 3,23 | 3,08 | - | 3,16 |
| B132 | 23,7 | 444 | -110 | -99 | -87 | 372 | 434 | 422 | 439 | 432 | 526 | 533 | 540 | 533 | 0,82 | 0,79 | 0,81 | 0,807 | 32 | 30,3 | 33 | 31,8 | 15,9 | 12,7 | 15,2 | 14,6 | 83,6 | 83,4 | 78,1 | 81,7 | 3,5 | 3,18 | 3,49 | 3,39 |
| B632 | 26,6 | 475 | -90 | -79 | -67 | 320 | 436 | 443 | 425 | 435 | 531 | 529 | 527 | 529 | 0,82 | 0,84 | 0,81 | 0,823 | 32,4 | 34,2 | 31,2 | 31,8 | 14,1 | 12,1 | 15,9 | 15,0 | 82,8 | 81,4 | 82,5 | 82,2 | 3,7 | 3,55 | 3,61 | 3,62 |
| B932Q | 22,9 | 490 | -88 | -79 | -69 | 325 | 446 | 418 | 411 | 446 | 551 | 544 | 537 | 551 | 0,81 | 0,77 | 0,76 | 0,81 | 31,4 | 30,9 | 29,1 | 31,4 | 14,5 | 13,4 | 12,8 | 14,5 | 83,7 | 78,8 | 78,8 | 83,7 | 2,3 | 0 | 0 | 2,30 |
| B932N | 26,7 | 492 | -106 | -86 | -66 | 383 | 420 | 442 | 447 | 436 | 526 | 532 | 543 | 534 | 0,8 | 0,83 | 0,81 | 0,813 | 28,6 | 31,8 | 25,2 | 30,2 | 13,9 | 14,2 | 13,5 | 13,9 | 83,5 | 77,9 | 76,9 | 77,4 | 4,28 | 3,42 | 3,45 | 3,72 |
| B932 | 25,9 | 517 | -99 | -84 | -69 | 320 | 423 | 421 | 437 | 427 | 529 | 532 | 517 | 531 | 0,8 | 0,79 | 0,77 | 0,795 | 32,4 | 34,5 | 35,7 | 33,5 | 15,8 | 15,3 | 11,1 | 15,6 | 76,3 | 78,2 | 77,2 | 77,2 | 4,03 | 3,51 | 1,56 | 3,77 |
| B432 | 24,8 | 580 | -95 | -79 | -62 | 335 | 427 | 421 | 421 | 423 | 532 | 525 | 521 | 526 | 0,8 | 0,8 | 0,81 | 0,803 | 26,8 | 32,4 | 31,4 | 31,9 | 15 | 15,8 | 16,4 | 15,7 | 82,1 | 85,6 | 79,3 | 82,3 | 3,78 | 4,01 | 3,78 | 3,86 |
| B432N | 26,2 | 592 | -98 | -84 | -70 | 355 | 411 | 415 | 511 | 413 | 517 | 518 | 507 | 518 | 0,8 | 0,8 | 0,84 | 0,8 | 31,9 | 31,7 | 19,7 | 31,8 | 17,3 | 16,3 | 9,8 | 16,8 | 79,2 | 83,9 | 81,5 | 81,6 | 4,22 | 3,86 | 2,44 | 4,04 |
| B432Q | 22,8 | 606 | -81 | -75 | -68 | 263 | 399 | 414 | 429 | 414 | 517 | 526 | 530 | 524 | 0,77 | 0,79 | 0,81 | 0,79 | 33,2 | 34,6 | 31,1 | 33,0 | 15,7 | 16,1 | 15,2 | 15,7 | 78 | 80,5 | 80 | 79,5 | 2,97 | 4,1 | 3,84 | 3,64 |
| B332N | 27,8 | 676 | -91 | -80 | -69 | 312 | 412 | 402 | 393 | 402 | 521 | 521 | 521 | 521 | 0,79 | 0,78 | 0,75 | 0,773 | 33,6 | 30,5 | 29,2 | 31,1 | 16,2 | 15,5 | 14,1 | 15,3 | 77,4 | 83,7 | 79,1 | 80,1 | 4,77 | 3,25 | 3,12 | 3,71 |
| BR2 | Ref. air | | -86 | -75 | -63 | 330 | 398 | 396 | 386 | 393 | 509 | 506 | 503 | 506 | 0,78 | 0,78 | 0,77 | 0,777 | 30,6 | 31,5 | 32,7 | 31,6 | 16,3 | 17 | 16,8 | 16,7 | 79,1 | 80,5 | 77,9 | 79,2 | 3,49 | 3,38 | 4,12 | 3,66 |

Tableau 16: Propriétés de résilience et de traction. Nuance B (C, Mn, Si, Ti, Ni), Vry = 7°C/s, 25°C/s ou refroidissement à l'air.

| | | RESILIENCE | | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|------|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|-----|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|------|------|------|
| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Palier | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy |
| F23 | 7,4 | 228 | - | - | - | - | 384 | 377 | 376 | 379 | 690 | 691 | 692 | 691 | 0,56 | 0,55 | 0,54 | 0,55 | 25,3 | 24,5 | 24,2 | 24,7 | 14 | 14,3 | 13,7 | 14,0 | 55,9 | 52 | 56,2 | 54,7 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F27 | 7,5 | 229 | - | - | - | - | 373 | 369 | 377 | 373 | 675 | 692 | 691 | 686 | 0,55 | 0,53 | 0,55 | 0,54 | 23,8 | 27,4 | 26 | 25,7 | 13,5 | 15,6 | 15,2 | 14,8 | 51,4 | 50,4 | 52 | 51,3 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F29 | 7,4 | 236 | - | - | - | - | 387 | 374 | 369 | 377 | 705 | 705 | 703 | 704 | 0,55 | 0,53 | 0,52 | 0,53 | 25,5 | 26,9 | 25,3 | 25,9 | 15,1 | 14,1 | 15,6 | 14,9 | 57,5 | 56,7 | 55,4 | 56,5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F24 | 7 | 258 | -69 | -57 | -45 | 112 | 371 | 381 | 399 | 384 | 692 | 690 | 691 | 691 | 0,54 | 0,54 | 0,58 | 0,55 | 26,2 | 23 | 24,9 | 24,7 | 13,9 | 13,9 | 13,2 | 13,7 | 60,9 | 58,7 | 56,5 | 58,7 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C812T | 7 | 265 | -57 | -51 | -45 | 110 | - | 381 | 385 | 383 | 688 | 689 | 690 | 689 | - | 0,55 | 0,56 | 0,56 | 25,6 | 24,6 | 23 | 24,4 | 14 | 15,1 | 13,3 | 14,1 | 55,1 | 59,4 | 57,5 | 57,3 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C812N | 8,4 | 336 | -60 | -45 | -30 | 82 | 385 | 375 | 373 | 378 | 705 | 703 | 700 | 703 | 0,57 | 0,53 | 0,53 | 0,54 | 23,6 | 25,2 | 23,5 | 24,1 | 13,3 | 13,7 | 13,7 | 13,6 | 69,2 | 67,8 | 62,8 | 66,6 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F26 | 7,2 | 338 | - | - | - | - | 397 | 385 | 391 | 391 | 691 | 684 | 695 | 690 | 0,58 | 0,56 | 0,56 | 0,57 | 24,8 | 25,5 | 24,6 | 25,0 | 14 | 14,5 | 14,7 | 14,4 | 49 | 54,7 | 50,8 | 54,7 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F28 | 7,1 | 340 | - | - | - | - | 401 | 369 | 380 | 383 | 674 | 674 | 698 | 682 | 0,59 | 0,55 | 0,54 | 0,56 | 25,2 | 25,2 | 24,5 | 25,0 | 12,4 | 13,8 | 14,1 | 13,4 | 54,6 | 51,8 | 53,5 | 54,1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C812Q | 8,2 | 352 | -74 | -54 | -34 | 117 | 371 | 370 | 380 | 374 | 683 | 688 | 671 | 681 | 0,54 | 0,57 | 0,57 | 0,56 | 24,1 | 27,4 | 21,4 | 25,8 | 14,6 | 14,9 | 12,5 | 14,8 | 62,8 | 65 | 61,9 | 63,2 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C012T | 6,3 | 372 | -68 | -58 | -48 | 106 | 385 | 385 | 385 | 385 | 654 | 662 | 654 | 657 | 0,58 | 0,59 | 0,58 | 0,58 | 18,9 | 20,9 | 20,7 | 20,2 | 11,8 | 11 | 9,9 | 10,9 | 62,5 | 59,6 | 68,7 | 63,6 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C012R | 7,4 | 425 | -73 | -67 | -61 | 143 | 399 | - | 419 | 409 | 644 | 636 | 631 | 637 | 0,62 | - | 0,66 | 0,64 | 27,7 | 29,9 | 26,6 | 28,1 | 14 | 12,8 | 12,9 | 13,2 | 61,6 | 68 | 62 | 63,9 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C112R | 7,6 | 444 | -110 | -100 | -90 | 266 | 448 | 448 | 470 | 455 | 628 | 618 | 594 | 613 | 0,71 | 0,86 | 0,75 | 0,77 | 28,9 | 28,1 | 28,5 | 28,5 | 13,8 | 9,4 | 8,4 | 13,8 | 67,5 | 75,2 | 77,4 | 73,4 | 0 | 0 | 2,10 | 0,70 |
| C112N | 8 | 456 | -118 | -109 | -100 | 227 | 459 | 462 | 432 | 451 | 597 | 594 | 611 | 601 | 0,77 | 0,78 | 0,71 | 0,75 | 29,8 | 30,6 | 26,4 | 28,9 | 14,7 | 15,5 | 13,3 | 14,5 | 70,2 | 73 | 78 | 73,7 | 2,70 | 2,60 | 1,65 | 2,32 |
| C112T | 7,5 | 456 | -118 | -106 | -94 | 280 | 432 | 433 | 490 | 452 | 601 | 593 | 593 | 596 | 0,72 | 0,73 | 0,81 | 0,75 | 33,6 | 29,6 | 32,2 | 31,8 | 14 | 13,9 | 15,3 | 14,4 | 73,2 | 72,8 | 74,7 | 73,6 | 1,91 | 2,33 | 2,64 | 2,29 |
| C612 | 7,5 | 460 | -122 | -113 | -104 | 280 | 492 | 499 | 516 | 496 | 594 | 594 | 599 | 594 | 0,83 | 0,84 | 0,86 | 0,84 | 33 | 31,3 | 27,3 | 32,2 | 14,2 | 14,3 | 10,2 | 14,3 | 58,7 | 71,2 | 67,3 | 71,2 | 3,20 | 3,21 | 0 | 3,21 |
| C912N | 6,9 | 496 | -143 | -137 | -131 | 268 | - | 508 | 486 | 497 | - | 595 | 597 | 596 | - | - | 0,81 | 0,81 | - | 30,8 | 31,5 | 31,2 | - | 11,4 | 14,5 | 13,0 | - | 79,6 | 79,1 | 79,4 | - | 3,57 | 2,62 | 3,10 |
| C912 | 7,3 | 504 | -113 | -100 | -87 | 285 | 488 | 490 | 485 | 488 | 589 | 585 | 580 | 585 | 0,83 | 0,84 | 0,84 | 0,84 | 32,4 | 31,4 | 29,4 | 31,1 | 14,7 | 14,4 | 13,7 | 14,3 | 74,6 | 71,7 | 77,1 | 74,5 | 3,52 | 3,71 | 3,49 | 3,57 |
| C912Q | 7,2 | 520 | -124 | -109 | -94 | 276 | 493 | 490 | 481 | 488 | 584 | 585 | 605 | 585 | 0,85 | 0,84 | 0,80 | 0,85 | 33,7 | 31,9 | 31 | 32,2 | 14,3 | 13,6 | 14,4 | 14,1 | 70,2 | 72,5 | 72 | 71,6 | 4,10 | 4,10 | 2,60 | 3,60 |
| F31 | 7,2 | 540 | -125 | -114 | -104 | 288 | 484 | 501 | 517 | 501 | 606 | 598 | 592 | 595 | 0,80 | 0,84 | 0,88 | 0,84 | 31,1 | 29,7 | - | 30,4 | 15,5 | 14,2 | 14,1 | 14,6 | 72,4 | 67,4 | - | 69,9 | 2,89 | 3,13 | 3,55 | 3,19 |
| C212 | 7,4 | 545 | -139 | -115 | -91 | 275 | 486 | 373 | - | 486 | 590 | 594 | - | 590 | 0,82 | 0,81 | - | 0,82 | 30,1 | 25,3 | - | 30,1 | 15,5 | 15 | - | 15,5 | 79 | 59 | - | 79,0 | 3,20 | 0 | - | 3,20 |
| C212N | 7,4 | 552 | -124 | -109 | -94 | 287 | 493 | 489 | 490 | 491 | 583 | 591 | 590 | 588 | 0,85 | 0,83 | 0,83 | 0,84 | 33,8 | 30,4 | 30,5 | 31,6 | 15,7 | 14,4 | 14,2 | 14,8 | 74,6 | 70,8 | 70,6 | 72,0 | 3,80 | 3,50 | 3,50 | 3,60 |
| F17 | 8,9 | 552 | - | - | - | - | 509 | 500 | 496 | 502 | 591 | 589 | 593 | 591 | 0,86 | 0,85 | 0,84 | 0,85 | 29,8 | 29,7 | 30,5 | 30,0 | 14,2 | 13 | 12,6 | 13,3 | 76,5 | 74,8 | 72,8 | 74,7 | 3,32 | 3,17 | 3,02 | 3,17 |
| F30 | 7,5 | 557 | -133 | -122 | -110 | 300 | 497 | 499 | 516 | 498 | 590 | 592 | 592 | 591 | 0,84 | 0,84 | 0,87 | 0,84 | 31,3 | 29,4 | 30,7 | 30,5 | 13,9 | 13,3 | 14,1 | 13,8 | 72,7 | 75,5 | 73,7 | 74,0 | 3,04 | 3,38 | 3,42 | 3,28 |
| F21 | 7,6 | 560 | - | - | - | - | 509 | 500 | 512 | 507 | 587 | 590 | 584 | 587 | 0,85 | 0,85 | 0,88 | 0,86 | 31 | 28,6 | 31,3 | 30,3 | 13,6 | 13 | 13,8 | 13,5 | 70,9 | 72,5 | 70,7 | 71,4 | 3,62 | 3,40 | 3,15 | 3,39 |
| F20 | 8,3 | 569 | -142 | -126 | -110 | 315 | 494 | 494 | 508 | 499 | 588 | 583 | 588 | 586 | 0,84 | 0,85 | 0,86 | 0,85 | 26,6 | 33,1 | 35,8 | 33,1 | 13 | 14 | 13,9 | 13,6 | 71,3 | 73,9 | 75,4 | 73,5 | 3,45 | 3,36 | 3,26 | 3,36 |
| C412 | 7,6 | 584 | -129 | -115 | -100 | 275 | 496 | 486 | 489 | 490 | 583 | 580 | 584 | 582 | 0,85 | 0,84 | 0,84 | 0,84 | 30,5 | 29,3 | 31,2 | 30,3 | 13,6 | 14 | 14,1 | 13,9 | 74 | 71,4 | 72,1 | 72,5 | 3,68 | 3,56 | 3,42 | 3,55 |
| C412N | 7,1 | 594 | -137 | -120 | -103 | 276 | 481 | 489 | 481 | 484 | 576 | 576 | 577 | 576 | 0,83 | 0,85 | 0,83 | 0,84 | 30,3 | 32,5 | 32,5 | 31,8 | 14,3 | 14,5 | 14,7 | 14,5 | 72,6 | 71,8 | 74,1 | 72,8 | 3,92 | 3,77 | 3,87 | 3,85 |
| C312Q | 8,2 | 636 | -148 | -131 | -114 | 252 | 489 | 494 | 484 | 489 | 579 | 577 | 578 | 578 | 0,84 | 0,86 | 0,84 | 0,85 | 29,3 | 31 | 31,2 | 30,5 | 13,8 | 15,1 | 15,4 | 14,8 | 72,4 | 71,2 | 69,5 | 71,0 | 3,77 | 4,25 | 3,80 | 3,94 |
| C312 | 6,5 | 655 | -147 | -135 | -123 | 252 | 483 | 495 | - | 489 | 576 | 583 | - | 580 | 0,84 | 0,85 | - | 0,85 | 30,6 | 29,1 | - | 29,8 | 16,8 | 14,7 | - | 15,8 | 74 | 75 | - | 74,5 | 3,70 | 3,40 | - | 3,55 |
| C312N | 7,8 | 722 | -126 | -113 | -100 | 228 | 477 | 476 | 468 | 474 | 563 | 562 | 566 | 564 | 0,85 | 0,84 | 0,80 | 0,83 | 29,8 | 28,8 | 31,4 | 30,0 | 15,2 | 14,1 | 15,6 | 15,0 | 72,2 | 70 | 73 | 71,7 | 3,79 | 4,19 | 3,21 | 3,73 |

Tableau 17: Propriétés de résilience et de traction. Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), Vry = 7°C/s.

| | | RESILIENCE | | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|------|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|-----|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|------|------|------|
| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Palier | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy |
| F50 | 23,5 | 234 | - | - | - | - | 451 | 456 | 431 | 446 | 681 | 699 | 727 | 702 | 0,66 | 0,65 | 0,59 | 0,64 | 22,1 | 22,5 | 28,4 | 24,3 | 11,9 | 12,2 | 14 | 12,1 | 73,1 | 67,7 | 81,7 | 70,4 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F48 | 24 | 236 | - | - | - | 225 | 493 | 485 | 429 | 429 | 660 | 666 | 700 | 700 | 0,75 | 0,73 | 0,61 | 0,61 | 10 | 14,4 | 12,9 | 12,4 | 5,2 | 5,6 | 9,1 | 5,6 | 76,5 | 79,5 | 72,6 | 76,2 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C832R | 22,3 | 264 | -139 | -120 | -101 | 279 | 442 | 470 | 440 | 451 | 774 | 651 | 780 | 651 | 0,57 | 0,72 | 0,56 | 0,72 | 28,1 | 25,7 | 25,5 | 26,4 | 11,8 | 10,6 | 11,1 | 11,2 | 75,5 | 76,5 | 73,3 | 74,0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C832 | 26,9 | 328 | -109 | -86 | -83 | 202 | 492 | 466 | 462 | 464 | 640 | 654 | 660 | 651 | 0,77 | 0,72 | 0,68 | 0,70 | 27,8 | 26,1 | 24,6 | 25,4 | 11,7 | 11,1 | 10,7 | 10,9 | 84 | 81,5 | 80,1 | 80,1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C832Q | 24 | 328 | -129 | -114 | -98 | 218 | 472 | 463 | 457 | 454 | 706 | 702 | 675 | 694 | 0,65 | 0,62 | 0,62 | 0,63 | 28,1 | 28,2 | 28,5 | 28,3 | 12,6 | 13,1 | 13,3 | 13,0 | 80,1 | 79,4 | 73 | 77,5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C832T | 21 | 353 | -118 | -101 | -84 | 278 | 440 | 416 | 416 | 440 | 680 | 758 | 700 | 690 | 0,65 | 0,55 | 0,59 | 0,65 | 25,2 | 28,3 | 26,6 | 26,7 | 11,3 | 14 | 12,4 | 12,6 | 75,2 | 68,3 | 72,3 | 71,9 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C032 | 25,5 | 384 | -139 | -115 | -91 | 279 | 460 | 464 | 459 | 461 | 752 | 740 | 706 | 706 | 0,61 | 0,63 | 0,65 | 0,63 | 24,7 | 22,6 | 26,2 | 24,5 | 10,9 | 10,7 | 13,1 | 11,6 | 72,1 | 70,6 | 69,4 | 70,7 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C032R | 22,2 | 396 | -139 | -120 | -100 | 270 | 453 | 521 | 521 | 498 | 638 | 641 | 620 | 633 | 0,71 | 0,81 | 0,84 | 0,79 | 30,3 | 28,5 | 32,7 | 30,5 | 14,2 | 13,7 | 14,2 | 14,0 | 82,2 | 83,5 | 78,9 | 78,9 | 0 | 2,26 | 3,12 | 1,13 |
| C032T | 27,8 | 400 | -127 | -109 | -90 | 280 | 524 | 368 | 396 | 524 | 663 | 698 | 662 | 663 | 0,79 | 0,53 | 0,60 | 0,79 | 24,8 | 22,8 | 22,5 | 23,4 | 10 | 13,8 | 12,5 | 12,1 | 83 | 67,1 | 72,9 | 70,0 | 1,66 | 0 | 0 | 0,55 |
| C032N | 24,8 | 400 | -133 | -125 | -117 | 299 | 531 | 527 | 524 | 527 | 614 | 621 | 620 | 618 | 0,87 | 0,85 | 0,85 | 0,86 | 27,6 | 27,2 | 27,6 | 27,5 | 11,1 | 11,7 | 12,2 | 11,7 | 69,1 | 70,2 | 71,9 | 70,0 | 2,77 | - | 2,64 | 2,71 |
| C132T | 22,8 | 440 | -139 | -120 | -100 | 215 | 508 | 494 | 442 | 501 | 648 | 638 | 729 | 643 | 0,79 | 0,77 | 0,61 | 0,78 | 26,7 | 28,1 | 18,9 | 27,4 | 11,6 | 12,4 | 9,2 | 12,0 | 74,7 | 78,4 | 74,4 | 75,8 | 1,57 | 2,51 | 0 | 2,04 |
| C132Q | 25,7 | 448 | -139 | -126 | -113 | 298 | 541 | 535 | 507 | 528 | 638 | 646 | 660 | 646 | 0,82 | 0,83 | 0,77 | 0,83 | 27,7 | 24,6 | 27,1 | 26,5 | 9,8 | 10,2 | 11,2 | 10,4 | 63,8 | 66,1 | 73,2 | 73,2 | 1,51 | 1,80 | 0,94 | 1,42 |
| C132 | 25,5 | 452 | -135 | -119 | -103 | 281 | 513 | 523 | 530 | 522 | 628 | 630 | 634 | 631 | 0,82 | 0,83 | 0,84 | 0,83 | 28,5 | 27,8 | 27,4 | 27,9 | 11,9 | 11,4 | 11,5 | 11,6 | 70,7 | 72,5 | 69,3 | 70,8 | 2,05 | 1,97 | 2,16 | 2,06 |
| C632 | 25,4 | 456 | -120 | -108 | -95 | 302 | 513 | 513 | 528 | 518 | 611 | 615 | 628 | 618 | 0,87 | 0,83 | 0,84 | 0,85 | 31,4 | 28,7 | 26,3 | 28,8 | 14,1 | 11,7 | 9,6 | 12,9 | 64,2 | 74,4 | 81,7 | 74,4 | 2,86 | 2,81 | 1,83 | 2,50 |
| F44 | 26 | 456 | - | - | - | - | 518 | 494 | 517 | 518 | 607 | 611 | 615 | 611 | 0,85 | 0,81 | 0,84 | 0,85 | 24,7 | 28,6 | 22,9 | 25,4 | 11,9 | 12,4 | 11 | 11,8 | 72,7 | 75,2 | 73,6 | 73,8 | 2,76 | 0 | 2,93 | 2,85 |
| C632N | 24,3 | 460 | -141 | -128 | -115 | 305 | 512 | 514 | 467 | 513 | 637 | 634 | 663 | 636 | 0,80 | 0,81 | 0,70 | 0,81 | 26,8 | 26,4 | 27,5 | 26,6 | 10,9 | 10,4 | 11,4 | 10,7 | 75,8 | 77,7 | 82,7 | 76,8 | 1,61 | 1,79 | 0 | 1,70 |
| C132N | 26,7 | 461 | -126 | -116 | -106 | 302 | 524 | 530 | 519 | 527 | 641 | 638 | 678 | 640 | 0,82 | 0,83 | 0,77 | 0,83 | 27,1 | 28,9 | 26 | 28,0 | 11,8 | 11,1 | 10 | 11,5 | 73,8 | 69,5 | 71,7 | 71,7 | 1,89 | 1,97 | 0 | 1,93 |
| F45 | 25,3 | 473 | -133 | -120 | -106 | 315 | 509 | 520 | 525 | 518 | 610 | 612 | 619 | 614 | 0,83 | 0,85 | 0,85 | 0,84 | 27,2 | 30,1 | 28,9 | 28,7 | 12,7 | 12,5 | 12,7 | 12,6 | 75,8 | 69,6 | 66,4 | 70,6 | 3,00 | 2,74 | 2,59 | 2,78 |
| C932N | 26,1 | 488 | -134 | -121 | -107 | 275 | 534 | 559 | 532 | 532 | 640 | 654 | 621 | 631 | 0,86 | 0,86 | 0,86 | 0,86 | 27,2 | 19,5 | 29,8 | 28,5 | 11 | 8,3 | 12,7 | 11,9 | 77,7 | 76,6 | 75,8 | 76,7 | 2,45 | 2,17 | 2,78 | 2,47 |
| C932 | 25,6 | 492 | -138 | -118 | -98 | 300 | 528 | 529 | 532 | 530 | 622 | 621 | 683 | 622 | 0,85 | 0,85 | 0,78 | 0,85 | 29,7 | 28,9 | 16,4 | 29,3 | 11,6 | 11,3 | 8 | 11,5 | 75,1 | 75,3 | 77,3 | 75,9 | 2,83 | 2,98 | 1,27 | 2,91 |
| F40 | 25,4 | 516 | -138 | -126 | -115 | 308 | 523 | 522 | 525 | 523 | 599 | 596 | 617 | 604 | 0,87 | 0,88 | 0,85 | 0,87 | 30,9 | 27,8 | 25,7 | 28,1 | 13,1 | 13,2 | 10,1 | 13,2 | 68 | 75 | 76,3 | 73,1 | 3,34 | 3,26 | 1,87 | 3,30 |
| C232 | 24,5 | 532 | -141 | -120 | -98 | 286 | 525 | 534 | 523 | 527 | 617 | 619 | 619 | 618 | 0,85 | 0,86 | 0,84 | 0,85 | 23,5 | 21,5 | 26,5 | 25,0 | 10,1 | 9,8 | 11,3 | 11,3 | 70,8 | 69,2 | 73,7 | 71,2 | 3,20 | 3,23 | 3,04 | 3,16 |
| F38 | 26,1 | 536 | - | - | - | - | 508 | 533 | 518 | 520 | 604 | 604 | 611 | 606 | 0,84 | 0,88 | 0,85 | 0,86 | 29 | 27,5 | 28,9 | 28,5 | 13,7 | 12,5 | 12,1 | 12,8 | 73 | 72,5 | 72,4 | 72,6 | 3,36 | 3,02 | 2,47 | 2,95 |
| F42 | 23,5 | 538 | - | - | - | - | 513 | 514 | 516 | 514 | 605 | 604 | 605 | 605 | 0,85 | 0,85 | 0,85 | 0,85 | 23,7 | 27,2 | 24,1 | 25,0 | 12,6 | 12,4 | 12,5 | 12,5 | 70,7 | 69,6 | 78,2 | 72,8 | 3,30 | 3,07 | 3,02 | 3,13 |
| C732 | 27,4 | 580 | -138 | -125 | -112 | 274 | 516 | 515 | 519 | 517 | 611 | 610 | 613 | 611 | 0,84 | 0,84 | 0,85 | 0,84 | 29 | 29,5 | 29,3 | 29,3 | 13 | 12,2 | - | 12,6 | 74,9 | 76,5 | - | 75,7 | 3,65 | 2,85 | 2,78 | 3,09 |
| C432 | 24,5 | 616 | -139 | -119 | -98 | 264 | 516 | 516 | 519 | 517 | 609 | 609 | 618 | 612 | 0,85 | 0,85 | 0,84 | 0,85 | 27,5 | 20,1 | 26,3 | 26,9 | 11,9 | 11,9 | 10,7 | 11,9 | 71,5 | 74,4 | 71,9 | 72,6 | 3,20 | 3,09 | 3,10 | 3,13 |
| C332 | 23,8 | 661 | -142 | -126 | -109 | 205 | 505 | 510 | 506 | 507 | 586 | 597 | 587 | 590 | 0,86 | 0,85 | 0,86 | 0,86 | 28,8 | 26,1 | 27,7 | 27,5 | 14 | 12,3 | 12,8 | 13,0 | 72,4 | 74,6 | 74,7 | 73,9 | 3,79 | 4,12 | 4,00 | 3,97 |
| C332N | 26,1 | 672 | -139 | -128 | -116 | 276 | 494 | 497 | 496 | 496 | 576 | 580 | 581 | 579 | 0,86 | 0,86 | 0,85 | 0,86 | 32,2 | 31 | 30,3 | 31,2 | 14 | 15,4 | 14,7 | 14,7 | 42,5 | 54,6 | 66,4 | 66,4 | 3,83 | 4,01 | 3,74 | 3,86 |
| CR2 | Ref. air | - | -122 | -114 | -105 | 227 | 467 | 478 | - | 473 | 570 | 570 | - | 570 | 0,82 | 0,84 | - | 0,83 | 32,3 | 29,9 | - | 31,1 | 15,7 | 15,9 | - | 15,8 | 72 | 72 | - | 72,0 | 3,40 | 3,40 | - | 3,40 |
| CR2N | Ref. air | - | -124 | -114 | -104 | 286 | 462 | 462 | 455 | 460 | 561 | 560 | 560 | 560 | 0,82 | 0,82 | 0,81 | 0,82 | 31,9 | 33,4 | 32,9 | 32,7 | 15,5 | 16,5 | 15,1 | 15,7 | 75,5 | 76,1 | 73 | 74,9 | 3,80 | 3,50 | 3,80 | 3,70 |
| F3 | Ref. air | - | - | - | - | - | 481 | 476 | 485 | 479 | 569 | 567 | 567 | 568 | 0,85 | 0,84 | 0,84 | 0,85 | 29,7 | 32,1 | 28,8 | 30,2 | 14,6 | 14,4 | 13,1 | 14,5 | 76,7 | 77 | 72,9 | 75,5 | 3,74 | 3,65 | 3,51 | 3,63 |
| F4 | Ref. air | - | - | - | - | - | 478 | 477 | 477 | 477 | 563 | 568 | 566 | 566 | 0,83 | 0,85 | 0,85 | 0,84 | 31,4 | 30 | 31,1 | 30,8 | 15,1 | 14,4 | 14 | 14,5 | 72,4 | 72,5 | 78,7 | 74,5 | 3,36 | 3,31 | 2,74 | 3,14 |
| F53 | Ref. air | - | - | - | - | - | 488 | 480 | 474 | 477 | 565 | 561 | 567 | 564 | 0,86 | 0,86 | 0,84 | 0,85 | 30,4 | 31,6 | 31,7 | 31,2 | 14,9 | 16,5 | 15,5 | 15,6 | 77,5 | 69,1 | 66,3 | 73,3 | 4,21 | 4,08 | 3,79 | 4,03 |
| F79 | Ref. air | - | - | - | - | - | 476 | 482 | 482 | 480 | 566 | 567 | 563 | 565 | 0,84 | 0,85 | 0,86 | 0,85 | 33,6 | 31,5 | 31,9 | 32,3 | 15,1 | 15,5 | 15,2 | 15,3 | 74,6 | 68,5 | 75,9 | 73,0 | 3,76 | 3,80 | 3,96 | 3,84 |

Tableau 18: Propriétés de résilience et de traction. Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), Vry = 15°C/s.

| Rep | Vr (°C/s) | TFR (°C) | RESILIENCE | | | | TRACTION | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------|-------------|---------------|------|------|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|-----|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|------|------|------|
| | | | Tk50% (°C) | | | Energie à -20°C (J) | Rp0,2 N/mm2 | | | | Rm N/mm2 | | | | Rp0,2/Rm | | | | A% | | | | Ag% | | | | Z% | | | | Palier | | | |
| | | | min | moy | max | | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy | Ep1 | Ep2 | Ep3 | moy |
| C822M | 14,8 | 252 | -88 | -73 | -57 | 130 | 410 | 393 | 407 | 403 | 774 | 740 | 746 | 743 | 0,53 | 0,53 | 0,55 | 0,54 | 25,6 | 25,1 | 24,3 | 25,0 | 13,9 | 13 | 13,4 | 13,4 | 55,8 | 57,1 | 65 | 59,3 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C822R | 15,8 | 296 | -98 | -85 | -72 | 150 | 407 | 453 | 405 | 406 | 758 | 632 | 683 | 683 | 0,54 | 0,72 | 0,59 | 0,59 | 25,7 | 31,3 | 30,4 | 28,1 | 13,4 | 14,1 | 15,6 | 14,5 | 66,6 | 74,6 | 72,7 | 69,7 | 0 | 0,98 | 0 | 0 |
| C822T | 13,1 | 344 | -92 | -76 | -60 | 145 | 415 | 405 | 388 | 403 | 647 | 654 | 669 | 657 | 0,64 | 0,62 | 0,58 | 0,61 | 29,8 | 27,6 | 26,6 | 28,0 | 15 | 13,7 | 13,7 | 14,1 | 74,9 | 73,7 | 69,3 | 72,6 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C022Q | 13,1 | 384 | -68 | -44 | -39 | 142 | 456 | 434 | 412 | 434 | 619 | 633 | 719 | 626 | 0,74 | 0,68 | 0,83 | 0,71 | 28,8 | 24 | 26,6 | 26,5 | 12,4 | 11,2 | 15,2 | 12,9 | 69,8 | 70,8 | 59,9 | 71,3 | 1,56 | 0 | 0 | 0,52 |
| C022 | 16,3 | 412 | -130 | -111 | -92 | 220 | 446 | 458 | 430 | 445 | 644 | 640 | 703 | 642 | 0,69 | 0,72 | 0,61 | 0,71 | 24,9 | 27,7 | 25,2 | 25,9 | 11,3 | 11,7 | 11,6 | 11,5 | 80,8 | 80,5 | 78,5 | 79,9 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| C122Q | 12,7 | 438 | -136 | -118 | -99 | 275 | 486 | 493 | 484 | 488 | 617 | 613 | 611 | 614 | 0,79 | 0,80 | 0,79 | 0,79 | 33,5 | 32,3 | 33,1 | 33,0 | 14,8 | 15,2 | 15 | 15,0 | 80,8 | 83 | 84,5 | 82,8 | 2,13 | 2,84 | 2,87 | 2,61 |
| C122N | 13,3 | 446 | -120 | -107 | -94 | 270 | 481 | 482 | 462 | 475 | 617 | 617 | 617 | 617 | 0,78 | 0,78 | 0,75 | 0,77 | 32,6 | 31,7 | 30,7 | 31,7 | 14 | 13,8 | 13,9 | 81,6 | 81,6 | 80,5 | 81,2 | 1,94 | 1,83 | 1,38 | 1,72 | |
| C122 | 13,8 | 472 | -123 | -107 | -90 | 240 | 520 | 524 | - | 522 | 598 | 605 | - | 602 | 0,87 | 0,87 | - | 0,87 | 29,7 | 27,6 | - | 28,7 | 13,3 | 12,1 | - | 12,7 | 74,7 | 73,4 | - | 74,1 | 3,49 | 3,23 | - | 3,36 |
| C122T | 16,3 | 473 | -142 | -128 | -114 | 274 | 536 | 529 | 521 | 521 | 613 | 612 | 617 | 614 | 0,87 | 0,86 | 0,84 | 0,84 | 29,9 | 28,8 | 28,4 | 29,0 | 11,8 | 14,6 | 14,2 | 13,5 | 79,8 | 75,6 | 76,7 | 77,4 | 3,45 | 3,24 | 3,51 | 3,40 |
| C922Q | 14,4 | 498 | -150 | -131 | -112 | 285 | 500 | 514 | 513 | 509 | 599 | 601 | 597 | 599 | 0,83 | 0,85 | 0,86 | 0,85 | 28,1 | 32,2 | 30,7 | 30,3 | 12,6 | 13,1 | 13,8 | 13,2 | 75 | 76,2 | 72,9 | 74,7 | 3,09 | 3,66 | 3,15 | 3,30 |
| C922T | 12,8 | 500 | -129 | -108 | -87 | 275 | 506 | 512 | 419 | 509 | 602 | 600 | 633 | 601 | 0,84 | 0,85 | 0,66 | 0,85 | 30,3 | 26,1 | 21,8 | 28,2 | 13,4 | 13,4 | 9,4 | 12,1 | 80,7 | 78,5 | 77,1 | 79,6 | 3,34 | 3,41 | 0 | 3,38 |
| C922N | 14,8 | 514 | -144 | -126 | -107 | 300 | 505 | 501 | 535 | 503 | 592 | 594 | 623 | 603 | 0,85 | 0,84 | 0,86 | 0,85 | 30,3 | 29,8 | 24,5 | 30,1 | 12,8 | 14,2 | 11,3 | 12,8 | 81,5 | 77,9 | 81,4 | 80,3 | 3,30 | 3,60 | 2,82 | 3,24 |
| C922 | 15,3 | 520 | -138 | -118 | -98 | 245 | 513 | 509 | 515 | 512 | 586 | 595 | 594 | 592 | 0,88 | 0,86 | 0,87 | 0,87 | 27,9 | 28,8 | 29,7 | 28,8 | 14 | 13,7 | 14,4 | 14,0 | 68,6 | 63,5 | 74,2 | 71,4 | 4,01 | 3,75 | 4,23 | 4,00 |
| C222 | 13,9 | 536 | -126 | -107 | -87 | 230 | 506 | 502 | 508 | 505 | 590 | 601 | 598 | 596 | 0,86 | 0,84 | 0,85 | 0,85 | 28,9 | 21,9 | 28,8 | 28,9 | 14,3 | 13,3 | 13,6 | 13,7 | 68,2 | 55 | 67,2 | 67,7 | 3,75 | 3,40 | 3,49 | 3,55 |
| C722 | 15,6 | 584 | -137 | -124 | -111 | 312 | 494 | 498 | 512 | 501 | 586 | 585 | 606 | 592 | 0,84 | 0,85 | 0,85 | 0,85 | 29,6 | 29 | 24,5 | 27,7 | 13,7 | 13 | 10,2 | 13,4 | 60,2 | 70,8 | 74,2 | 72,5 | 3,90 | 3,60 | 3,17 | 3,56 |
| C422 | 13,8 | 634 | -141 | -122 | -103 | 292 | 507 | 498 | 494 | 500 | 601 | 585 | 588 | 591 | 0,84 | 0,85 | 0,84 | 0,84 | 25,3 | 30,3 | 30 | 28,5 | 13,4 | 14,9 | 14,6 | 14,3 | 76,6 | 78,8 | 81,1 | 76,6 | 3,61 | 3,89 | 3,37 | 3,62 |
| C322F | 14,3 | 656 | -133 | -117 | -101 | 249 | 518 | 486 | 495 | 491 | 595 | 583 | 589 | 589 | 0,87 | 0,83 | 0,84 | 0,84 | 28,8 | 29,6 | 31,8 | 30,1 | 13,6 | 14,2 | 15,8 | 14,5 | 71,5 | 66,9 | 63 | 67,1 | 2,96 | 3,75 | 3,80 | 3,50 |
| C322 | 15,8 | 664 | -131 | -116 | -101 | 262 | 504 | 497 | 503 | 501 | 586 | 590 | 592 | 589 | 0,86 | 0,84 | 0,85 | 0,85 | 28,8 | 27,4 | 34,2 | 30,1 | 13,7 | 14,7 | 14,9 | 14,4 | 67,1 | 61,9 | 66,5 | 65,2 | 3,49 | 3,75 | 3,50 | 3,58 |
| C322N | 13,6 | 697 | -141 | -125 | -108 | 294 | 484 | 487 | 475 | 482 | 577 | 579 | 569 | 575 | 0,84 | 0,84 | 0,82 | 0,83 | 29,9 | 30,7 | 30,1 | 30,2 | 14,3 | 13,7 | 14,2 | 14,1 | 81 | 78,2 | 79,5 | 78,9 | 3,65 | 3,97 | 3,68 | 3,77 |

Tableau 19: Propriétés de résilience et de traction. Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), Vry = 25°C/s ou refroidissement à l'air.

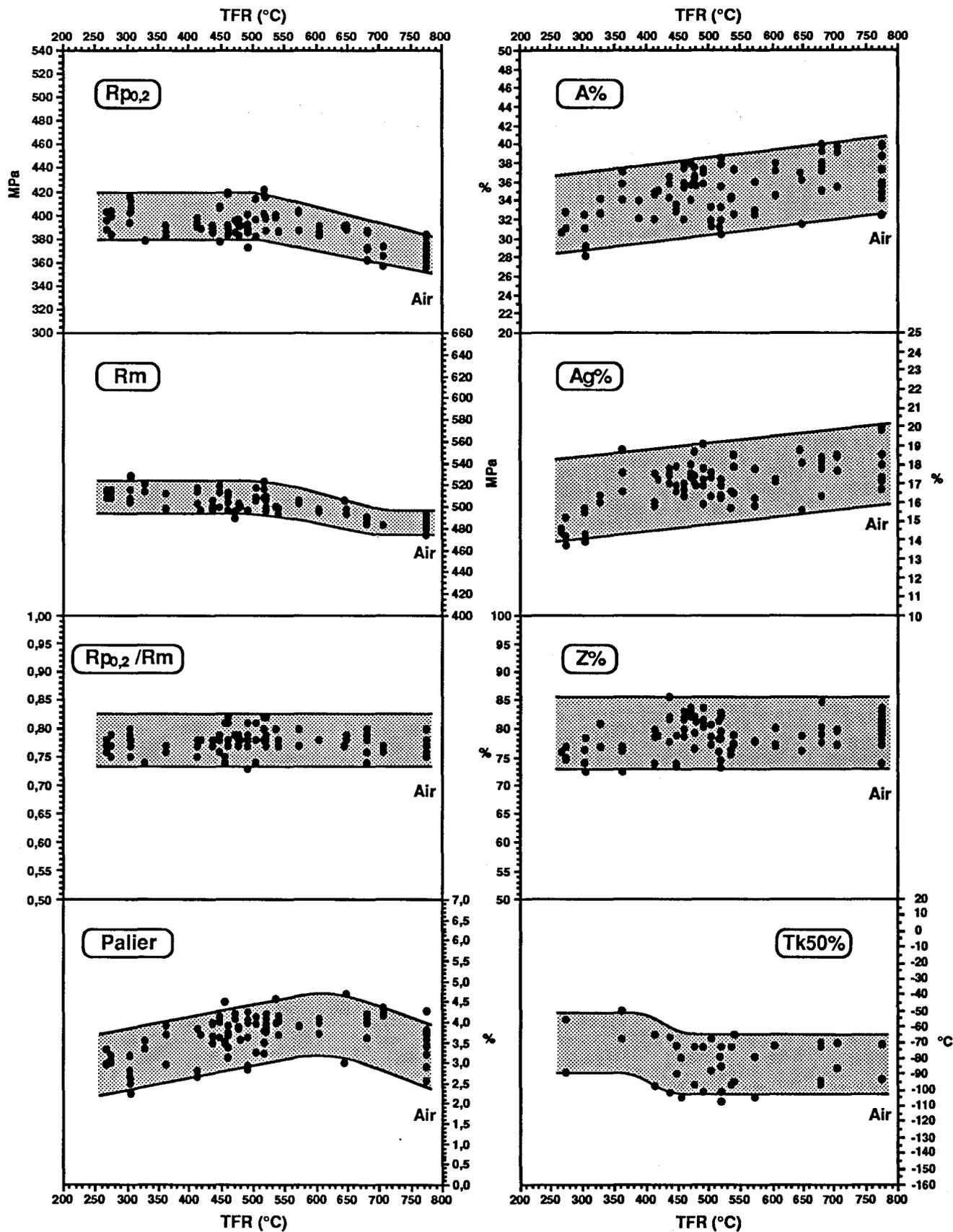


Figure 145: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance A (C, Mn, Si, Ti), pour une vitesse de refroidissement accéléré Vry de 7°C/s.

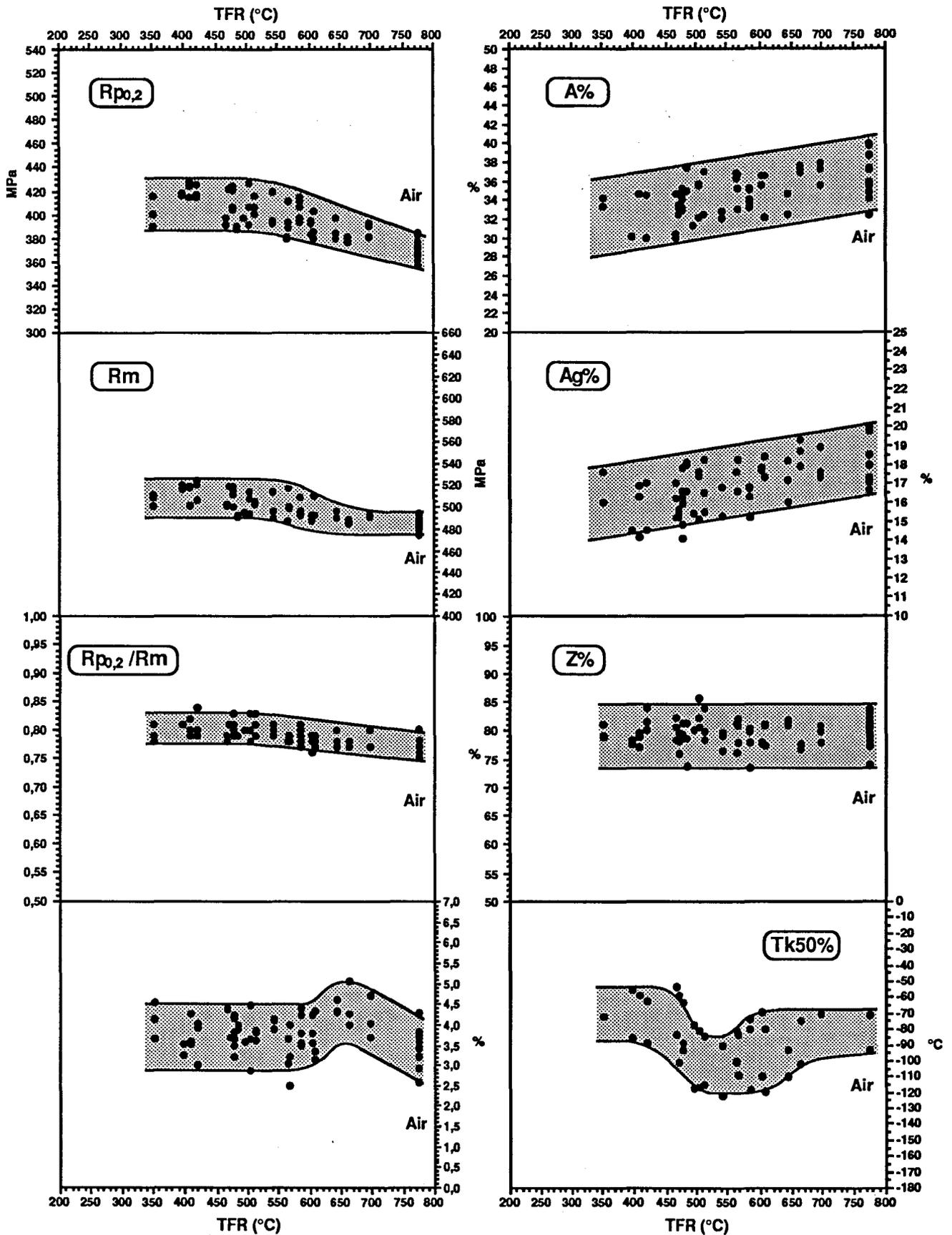


Figure 146: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance A (C, Mn, Si, Ti), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 15°C/s.

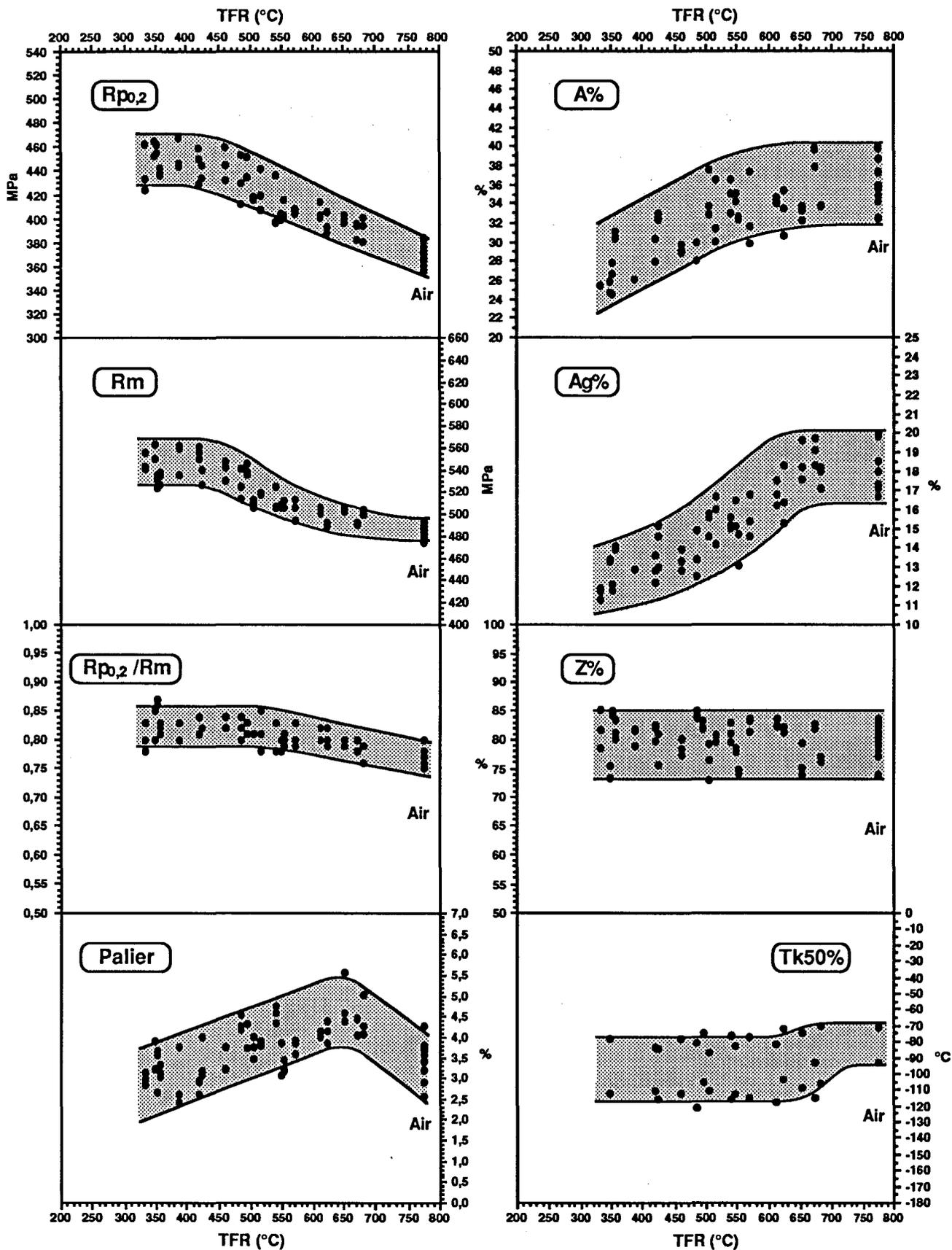


Figure 147: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance A (C, Mn, Si, Ti), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 25 °C/s.

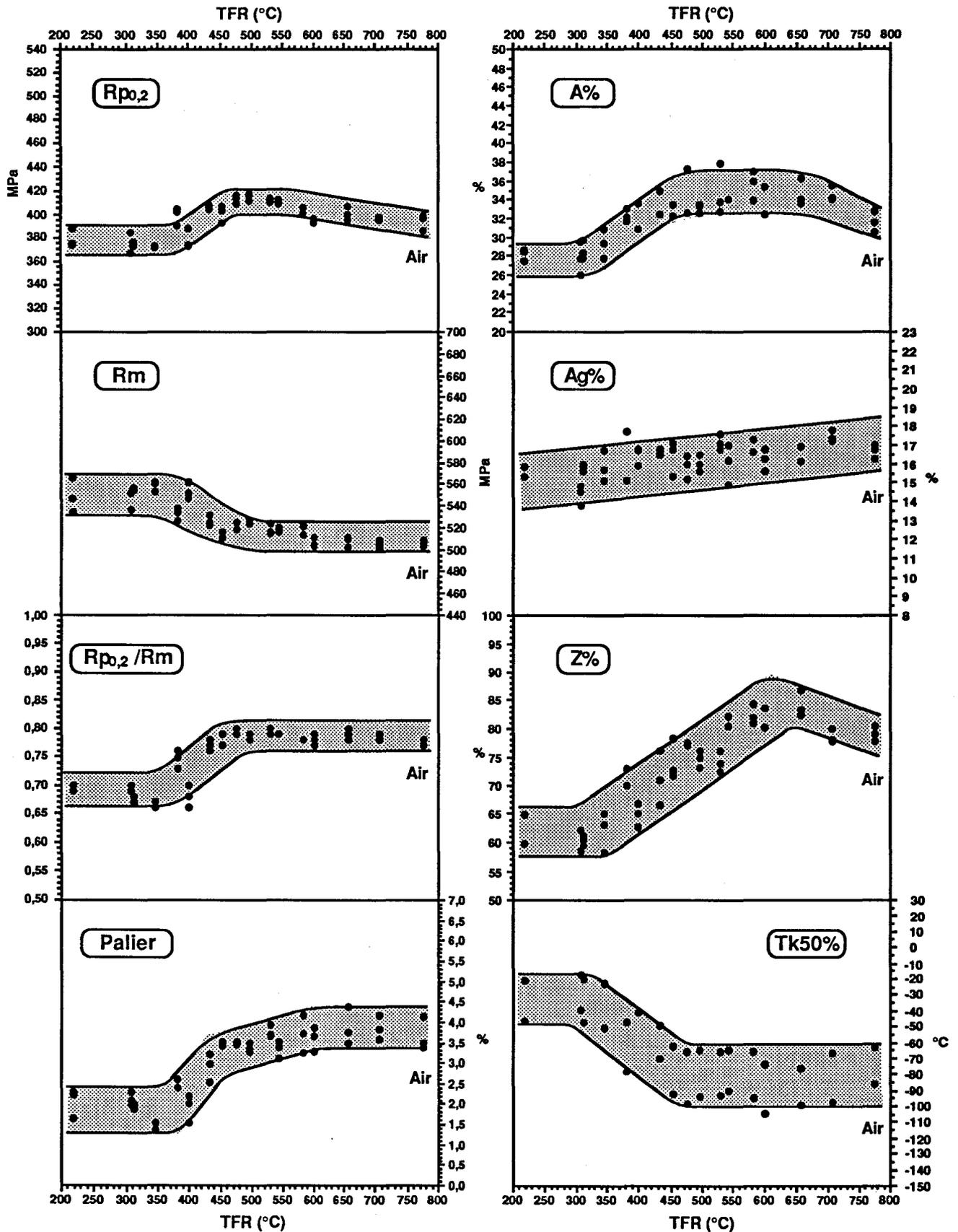


Figure 148: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance B (C, Mn, Si, Ti, Ni), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 7°C/s.

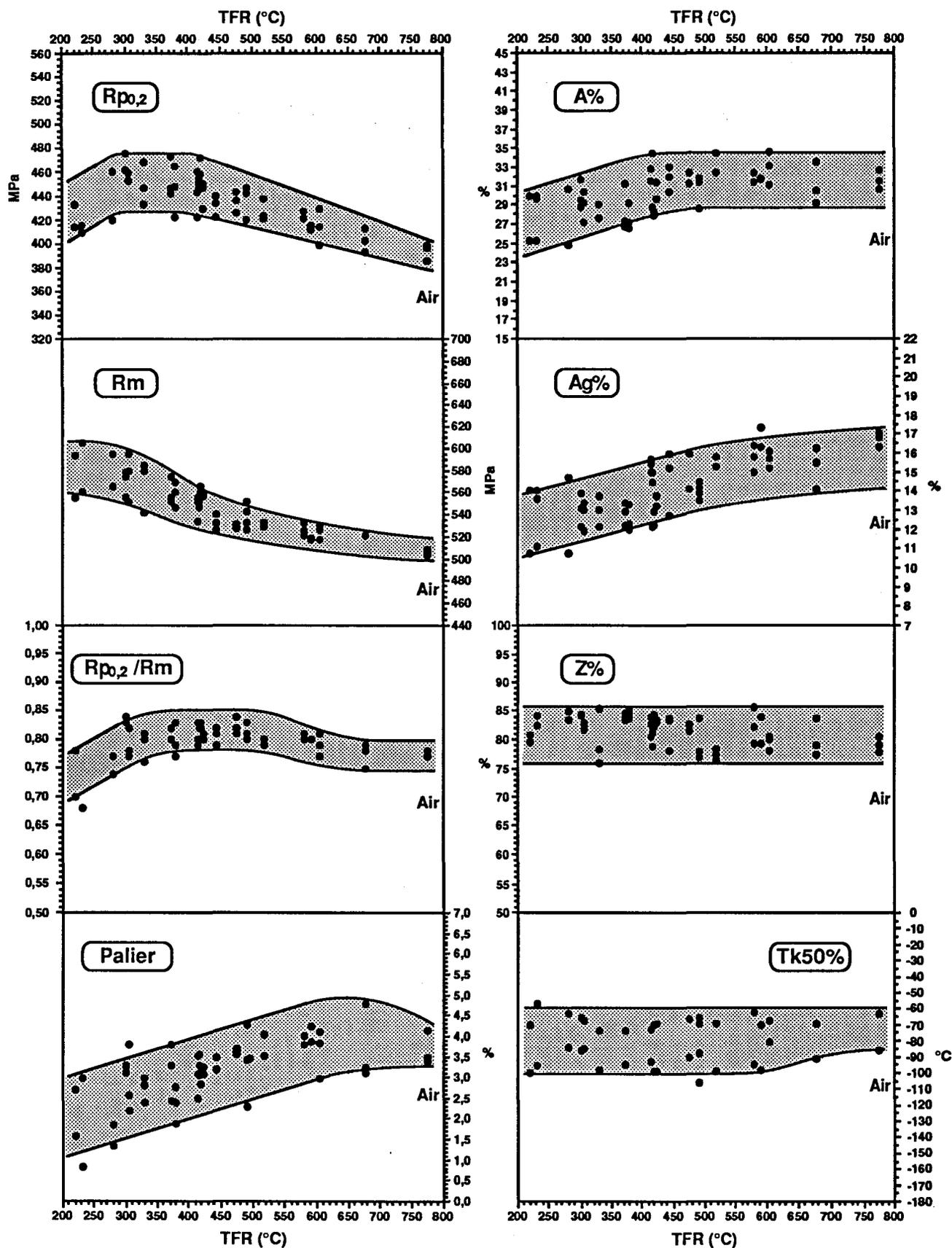


Figure 149: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance B (C, Mn, Si, Ti, Ni), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 25 °C/s.

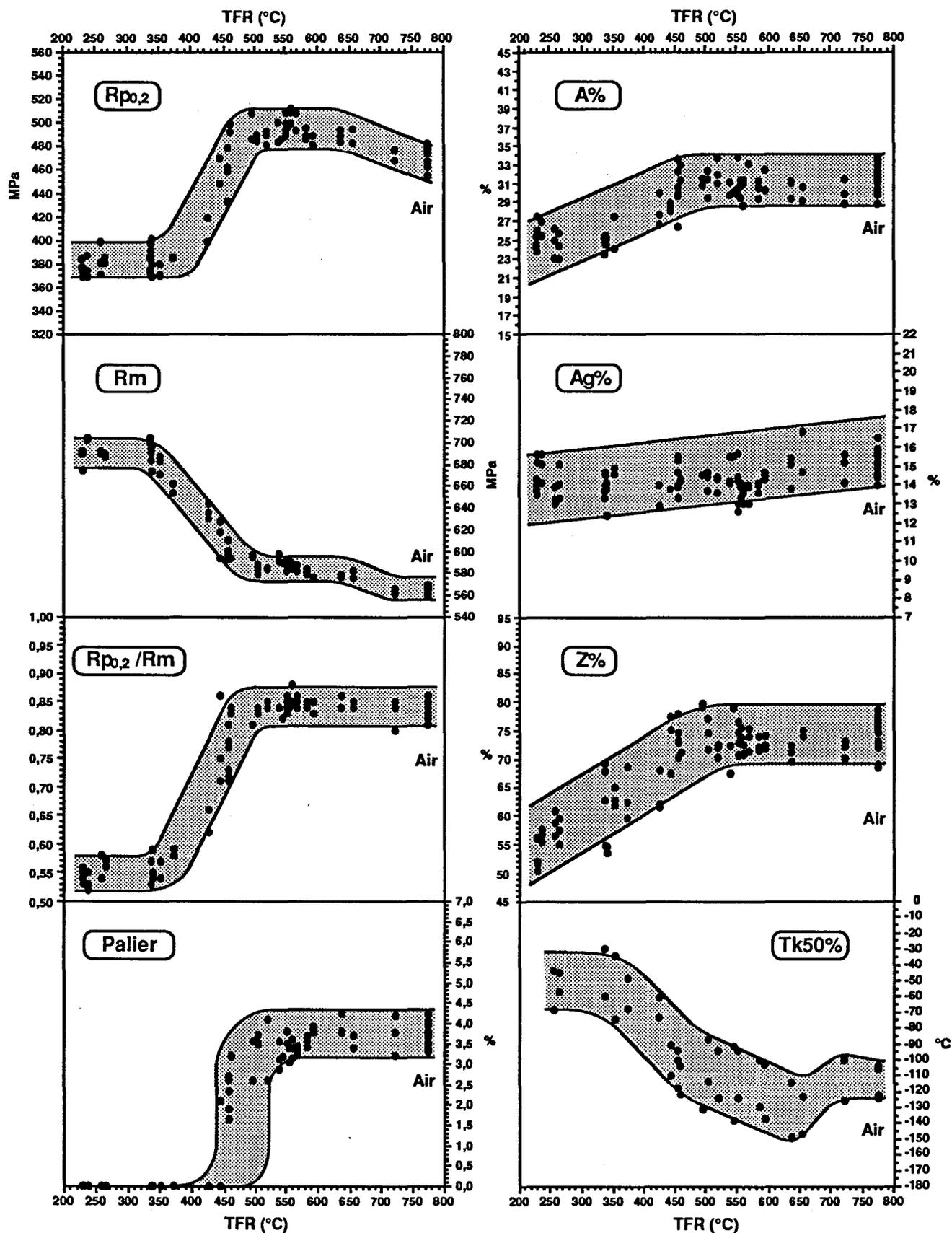


Figure 150: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 7°C/s.

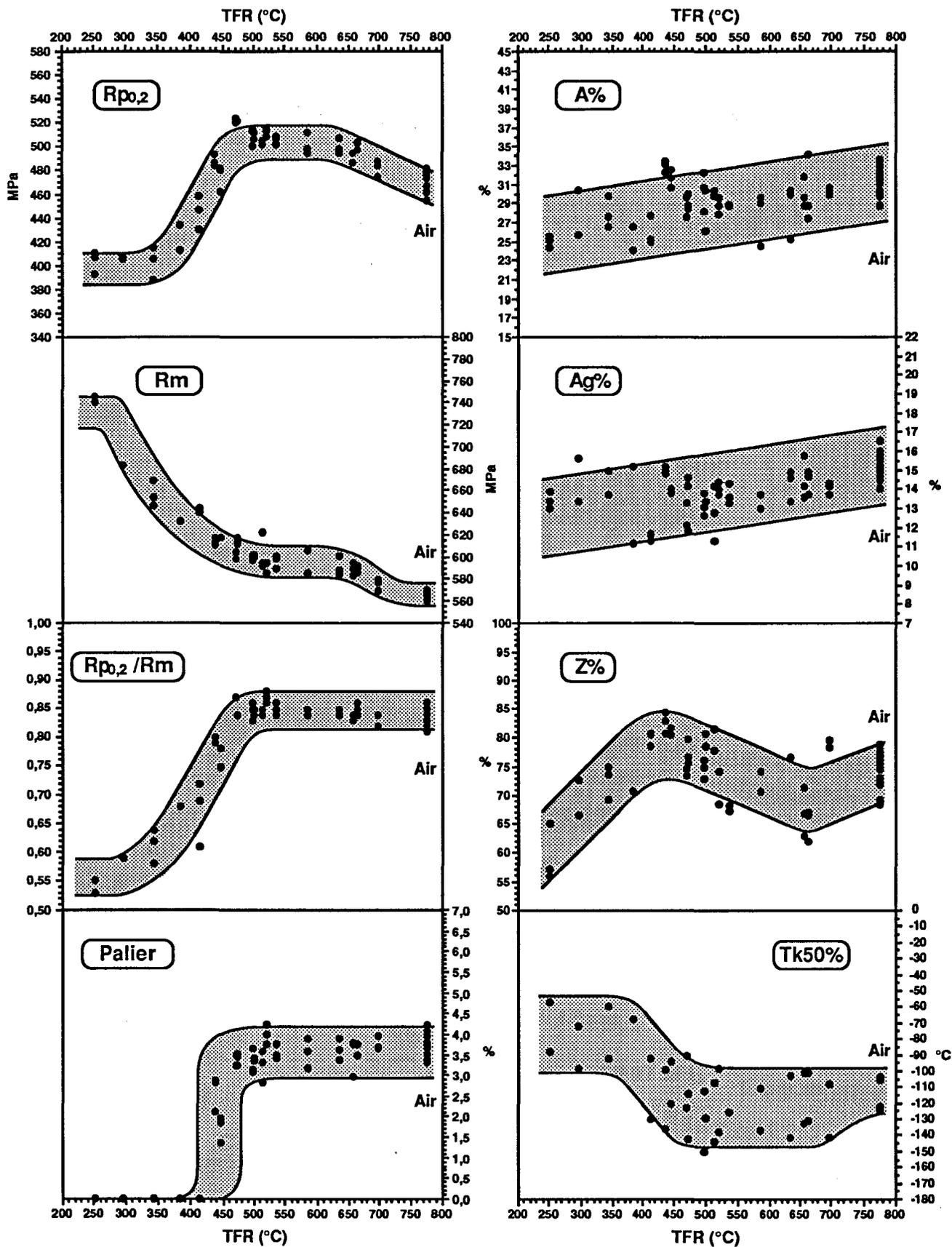


Figure 151: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 15 °C/s.

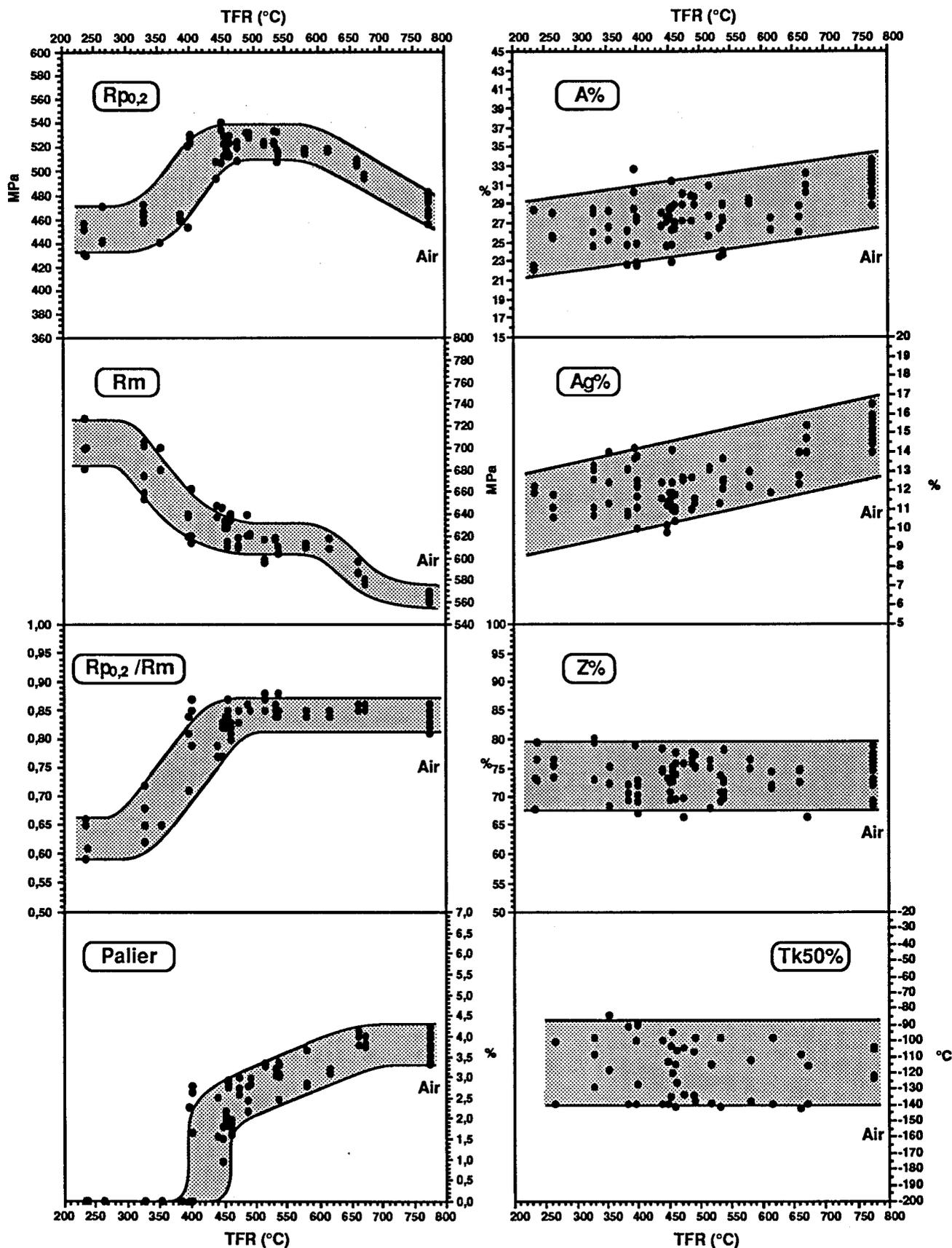


Figure 152: Evolutions avec la température de fin de refroidissement TFR des propriétés de traction et de résilience de la Nuance C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), pour une vitesse de refroidissement accéléré V_{ry} de 25 °C/s.

ANNEXE IV

DOSAGE DES PHASES PAR DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X

AIV.1) GENERALITES

L'analyse quantitative par diffraction des rayons X est basée sur le fait que l'intensité d'un faisceau diffracté par une phase particulière dans un mélange de phases dépend de la concentration de cette phase. L'expression générale de l'intensité $I_{(hkl)\alpha}$ du faisceau diffracté par une famille de plans réticulaires (hkl) d'une phase α de fraction volumique C_α dans un échantillon est donnée par la relation:

$$I_{(hkl)\alpha} = K_{(hkl)\alpha} \cdot C_\alpha \quad (\text{AIV-1})$$

Cette relation entre l'intensité et la concentration n'est généralement pas linéaire car le coefficient $K_{(hkl)\alpha}$ est entre autres fonction du coefficient d'absorption du mélange et que celui ci varie avec la concentration [1]. Le coefficient $K_{(hkl)\alpha}$ dépend en fait d'un ensemble de facteurs d'appareillage, géométriques et microstructuraux [1, 2]:

$$K_{(hkl)\alpha} = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 \cdot C^4} \right) \cdot \left(\frac{\lambda^3 \cdot S}{32 \cdot \pi \cdot r} \right) \cdot \left(\frac{1}{v_\alpha^2} \right) \cdot \left[|F_{(hkl)\alpha}|^2 \cdot n_{(hkl)\alpha} \cdot \frac{P_{(hkl)\alpha} \cdot L_{(hkl)\alpha} \cdot D_{(hkl)\alpha}}{\mu_m} \right] \quad (\text{AIV-2})$$

avec I_0 : intensité du faisceau incident,

e et m : charge électrique et masse de l'électron,

C : célérité de la lumière,

λ : longueur d'onde du rayonnement X,

S : section du faisceau incident,

r : rayon du goniomètre utilisé pour l'enregistrement de l'intensité,

v_α : volume de la maille élémentaire de la phase α ,

$F_{(hkl)\alpha}$: facteur de structure de la famille de plans (hkl) de la phase α ,

$n_{(hkl)\alpha}$: facteur de multiplicité de la famille de plans (hkl) de la phase α ,

$P_{(hkl)\alpha}$: facteur de polarisation,

$L_{(hkl)\alpha}$: facteur de Lorentz,

$D_{(hkl)\alpha}$: facteur de température ou facteur de Debye-Waller,

et μ_m : coefficient d'absorption linéaire du mélange.

AIV.1.1) Le facteur de structure

Le facteur de structure $F_{(hkl)\alpha}$ d'une famille de plans réticulaires (hkl) dépend de la position et de la nature des atomes de la maille élémentaire de la phase considérée. Son expression générale est [2]:

$$F_{(hkl)\alpha} = \sum_1^N f_n \cdot e^{2\pi i \cdot (h \cdot u_n + k \cdot v_n + l \cdot w_n)} \quad (\text{AIV-3})$$

Où N est le nombre d'atomes dans la maille élémentaire, f_n le facteur de diffusion atomique de l'atome n et u_n, v_n, w_n les coordonnées réduites de ce même atome. f_n dépend du numéro atomique Z de l'atome considéré et de l'espacement interréticulaire d des plans (hkl). Les valeurs de f_n sont tabulées en fonction de $(\sin\theta)/\lambda$ pour les différents éléments chimiques [2]. θ est l'angle de Bragg entre les plans (hkl) et le faisceau incident. En pratique, ces facteurs de diffusion atomique peuvent être fortement modifiés si la longueur d'onde incidente est proche (inférieure et même supérieure) de la discontinuité d'absorption λ_K des atomes diffuseurs [2, 3]. Dans ce cas, il faut tenir compte d'un facteur correctif Δf , lui-même fonction du rapport λ/λ_K . La figure 153 présente la variation de Δf avec λ/λ_K et donne à titre d'exemple la correction Δf dans le cas d'une anticathode de Zinc ($Z = 30$) et des atomes diffuseurs de cuivre ($Z = 29$) et de zinc.

AIV.1.2) Le facteur de Lorentz-polarisation

Le facteur de polarisation $P_{(hkl)\alpha}$ relatif au faisceau X monochromatique est un facteur de réduction de l'intensité induit par la non polarisation du faisceau incident [2]. $P_{(hkl)\alpha}$ est fonction de l'angle de diffraction θ :

$$P_{(hkl)\alpha} = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \quad (\text{AIV-4})$$

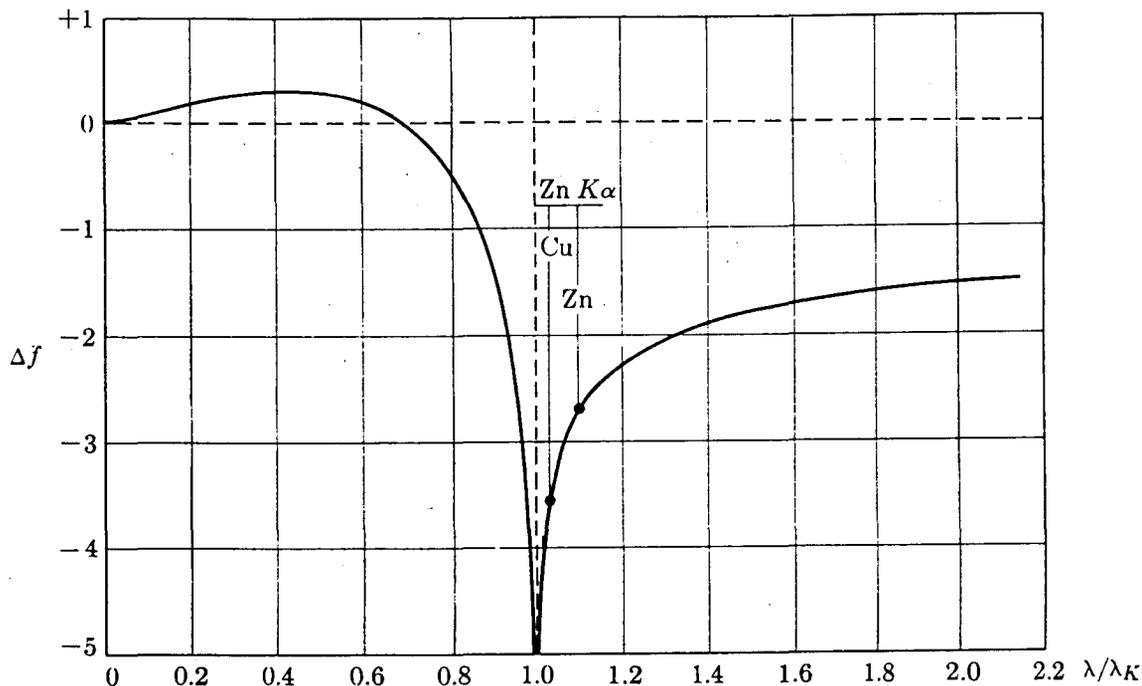


Figure 153: Variation de Δf avec le rapport λ/λ_K [2].

Le facteur de Lorentz trouve quant à lui son origine dans la diffraction du faisceau incident pour un angle présentant un léger écart à l'angle de Bragg. En effet, l'intensité maximale est obtenue lorsque la condition de Bragg est effectivement respectée, mais il existe également une déviation possible à cette condition de telle sorte que l'intensité de la réflexion soit encore appréciable. Cet écart à la loi de Bragg est à l'origine de l'élargissement des raies de diffraction. Pour un cristal massif monocristallin, le facteur de Lorentz s'écrit:

$$L_{(hkl)\alpha} = \frac{1}{\sin 2\theta} \quad (\text{AIV-5})$$

Dans le cas d'une poudre ou d'un cristal massif polycristallin, son expression est un peu plus complexe:

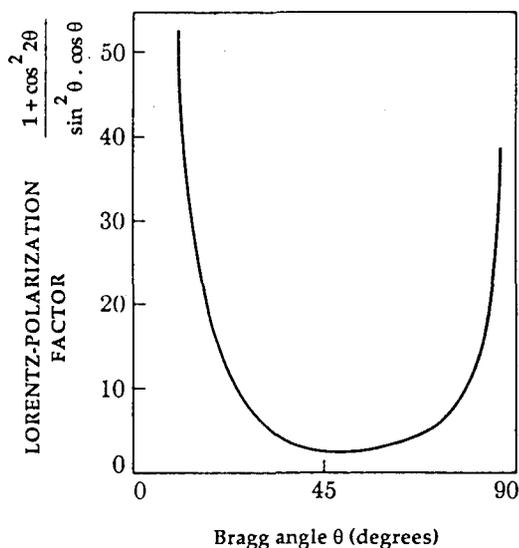
$$L_{(hkl)\alpha} = \frac{\cos \theta}{4 \sin^2 2\theta} \quad (\text{AIV-6})$$

Le produit des équations (AIV-4) et (AIV-6) conduit au facteur de Lorentz-polarisation sous la forme:

$$P.L_{(hkl)\alpha} = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{8 \sin^2 \theta \cdot \cos \theta} \quad (\text{AIV-7})$$

La figure 154 représente la variation de ce facteur en fonction de θ . Cette courbe unique montre une forte atténuation de l'intensité des raies de diffraction lorsque que l'angle de Bragg est proche proche de 50° .

Figure 154: Variation du facteur de Lorentz-polarisation avec l'angle de Bragg θ [2].



AIV.1.3) Le facteur de température

Chaque atome, soumis à des oscillations d'origine thermique, se déplace autour de sa position d'équilibre, et ceci a pour effet de transformer le plan réticulaire idéal en une sorte de "couche" d'autant plus épaisse que la température est élevée. Les plans réticulaires deviennent diffus et l'intensité du rayonnement X diffracté subit un affaiblissement [1]. Il en résulte que le facteur de diffusion atomique est affecté d'un coefficient du type:

$$D_{(hkl)\alpha} = \exp\left(-16\pi^2 \cdot \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \cdot \frac{\overline{\Delta X^2}}{3^2}\right) \quad (\text{AIV-8})$$

où $\overline{\Delta X^2}$ est le déplacement quadratique moyen des atomes sous l'effet de la température. Ce terme est égal à $0,012 \text{ \AA}^2$ pour des mesures effectuées à 20°C [1].

AIV.1.4) Le coefficient d'absorption linéaire

Ce facteur trouve son origine dans l'absorption du faisceau de rayons X primaire à travers une substance homogène [2]. Si le mélange est constitué de deux phases α et β , l'expression du facteur d'absorption μ_m s'écrit:

$$\mu_m = \rho_m \cdot \left[w_\alpha \cdot \left(\frac{\mu_\alpha}{\rho_\alpha} \right) + w_\beta \cdot \left(\frac{\mu_\beta}{\rho_\beta} \right) \right] \quad (\text{AIV-9})$$

avec ρ_m , ρ_α et ρ_β : densités du mélange et des phases α et β ,

μ_α et μ_β : coefficients d'absorption linéaire des phases α et β ,

w_α et w_β : fractions pondérales des phases α et β .

Considérons un volume unité de mélange. Son poids vaut ρ_m et celui de la phase α : $w_\alpha \cdot \rho_m$. Le volume de la phase α est: $w_\alpha \cdot \rho_m / \rho_\alpha$ qui est égal à C_α . Une expression similaire est obtenue pour C_β . L'équation (AIV-9) devient alors:

$$\mu_m = C_\alpha \mu_\alpha + C_\beta \mu_\beta = C_\alpha (\mu_\alpha - \mu_\beta) + \mu_\beta \quad (\text{AIV-10})$$

L'équation (AIV-10) rend compte de la dépendance de μ_m en fonction de C_α , et justifie la relation non linéaire qui existe entre l'intensité diffractée et la fraction volumique, comme cela a été mentionné au début de l'annexe.

AIV.2) METHODE DE CALCUL DES FRACTIONS VOLUMIQUES

Les méthodes primitives de dosage par diffractométrie des rayons X font appel à des échantillons étalons dont on connaît exactement les fractions volumiques des phases considérées. Ces méthodes, bien que très précises, sont d'un emploi fastidieux puisqu'elles demandent pour chaque phase un étalonnage préliminaire à l'aide de plusieurs étalons de fractions volumiques différentes. Pour éviter de telles manipulations, le dosage absolu s'avère très efficace. Il nécessite seulement de calculer de façon la plus précise possible les coefficients théoriques $K_{(hkl)\alpha}$. Considérons trois phases α , β , et γ constituant un matériau. Pour chacune de ces phases, on peut écrire une relation du type (AIV-1):

$$\left\{ \begin{array}{l} I_{(h_1 k_1 l_1)\alpha} = K_{(h_1 k_1 l_1)\alpha} \cdot C_\alpha \\ I_{(h_2 k_2 l_2)\beta} = K_{(h_2 k_2 l_2)\beta} \cdot C_\beta \\ I_{(h_3 k_3 l_3)\gamma} = K_{(h_3 k_3 l_3)\gamma} \cdot C_\gamma \end{array} \right\} \quad (\text{AIV-11})$$

Aux trois relations (AIV-11), vient s'ajouter l'écriture de la concentration totale:

$$C_{\alpha} + C_{\beta} + C_{\gamma} = 1 \quad (\text{AIV-12})$$

Cette dernière relation permet de supprimer l'une des équations (AIV-11) et donc d'éviter le calcul d'un des coefficients $K_{(hkl)}$. Si l'on forme des rapports entre les équations (AIV-11), les constantes figurant dans les coefficient $K_{(hkl)}$ de la relation (AIV-2) disparaissent, notamment les constantes d'appareillage et le coefficient d'absorption du mélange. De ces considérations, il résulte le système d'équations (AIV-13) ci-dessous:

$$\left(\begin{array}{l} \frac{C_{\alpha}}{C_{\beta}} = \frac{\left(\frac{1}{v_{\beta}}\right) \cdot \left[\left| F_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \right|^2 \cdot n_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \cdot PL_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \cdot D_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \right]}{\left(\frac{1}{v_{\alpha}}\right) \cdot \left[\left| F_{(h_1 k_1 l_1)_{\alpha}} \right|^2 \cdot n_{(h_1 k_1 l_1)_{\alpha}} \cdot PL_{(h_1 k_1 l_1)_{\alpha}} \cdot D_{(h_1 k_1 l_1)_{\alpha}} \right]} \cdot \frac{I_{(h_1 k_1 l_1)_{\alpha}}}{I_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}}} \\ \\ \frac{C_{\beta}}{C_{\gamma}} = \frac{\left(\frac{1}{v_{\gamma}}\right) \cdot \left[\left| F_{(h_3 k_3 l_3)_{\gamma}} \right|^2 \cdot n_{(h_3 k_3 l_3)_{\gamma}} \cdot PL_{(h_3 k_3 l_3)_{\gamma}} \cdot D_{(h_3 k_3 l_3)_{\gamma}} \right]}{\left(\frac{1}{v_{\beta}}\right) \cdot \left[\left| F_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \right|^2 \cdot n_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \cdot PL_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \cdot D_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}} \right]} \cdot \frac{I_{(h_2 k_2 l_2)_{\beta}}}{I_{(h_3 k_3 l_3)_{\gamma}}} \\ \\ C_{\gamma} = 1 - C_{\alpha} - C_{\beta} \end{array} \right)$$

Les produits de laminage ou de filage présentent généralement des textures cristallographiques inhérentes aux processus de mise en forme. Par exemple dans le cas du laminage, l'effet de texture se caractérise par la prédominance de certains plans (hkl) parallèles au plan de la tôle et par une direction parallèle à la direction de laminage. L'effet d'une texture cristallographique est donc de renforcer certaines raies du diffractogramme et de réduire l'intensité d'autres raies. Pour éliminer ce problème, tout au moins en partie, il est préférable de faire le dosage non plus avec une seule raie par phase, mais de cumuler l'intensité de plusieurs raies pour chacune des phases. Cette technique est connue sous le nom de méthode de BEU [1].

Après transformation du système (AIV-13) et en appliquant la méthode décrite ci-dessus, le calcul des fractions volumiques des phases s'effectue à l'aide des relations (AIV-14) suivantes:

$$\left(\begin{array}{l}
 C_{\alpha} = \frac{1}{1 + \frac{\sum_r K_{(h_r k_r l_r)}^*}{\sum_r I_{(h_r k_r l_r)}_{\alpha}} \cdot \left[\frac{\sum_s I_{(h_s k_s l_s)}_{\beta}}{\sum_s K_{(h_s k_s l_s)}^*} + \frac{\sum_t I_{(h_t k_t l_t)}_{\gamma}}{\sum_t K_{(h_t k_t l_t)}^*} \right]} \\
 C_{\beta} = \frac{1}{1 + \frac{\sum_s K_{(h_s k_s l_s)}^*}{\sum_s I_{(h_s k_s l_s)}_{\beta}} \cdot \left[\frac{\sum_r I_{(h_r k_r l_r)}_{\alpha}}{\sum_r K_{(h_r k_r l_r)}^*} + \frac{\sum_t I_{(h_t k_t l_t)}_{\gamma}}{\sum_t K_{(h_t k_t l_t)}^*} \right]} \\
 C_{\gamma} = 1 - C_{\alpha} - C_{\beta}
 \end{array} \right)$$

Dans ce système, les coefficients $K_{(hkl)_p}^*$ sont égaux aux coefficients $K_{(hkl)_p}$, simplifiés des caractéristiques du faisceau incident et d'appareillage, et de l'absorption du mélange:

$$I_{(hkl)_p} = K_{(hkl)_p} \cdot C_p = K_{(hkl)_p}^* \cdot \left[\left(\frac{I_{\sigma} e^4}{m^2 \cdot C^4} \right) \cdot \left(\frac{\lambda^3 \cdot S}{32 \cdot \pi \cdot r} \right) \cdot \frac{1}{\mu_m} \right] \cdot C_p$$

AIV.3) APPLICATION AUX ACIERS BAS CARBONE MICROALLIÉS

Dans le cadre de cette étude, le diffractométrie des rayons X a permis de mettre en évidence la présence d'austénite retenue dans les échantillons refroidis à 25°C/s jusqu'aux températures de fin de refroidissement TFR inférieures à T_{C3}. Les phases détectées par cette technique dans le cas présent sont la ferrite, la cémentite et l'austénite. Les plans diffractant sont:

| | |
|--|--|
| $(110)_\alpha, (200)_\alpha, (112)_\alpha$ | pour la ferrite (α), |
| $(111)_\gamma, (200)_\gamma, (220)_\gamma$ | pour l'austénite (γ), |
| $(120)_{\text{Fe}_3\text{C}}$ | pour la cémentite (Fe_3C). |

Pour chacune de ces trois phases il faut calculer le volume de la maille élémentaire, ainsi que les facteurs de structure et les coefficients de multiplicité, de Lorentz-polarisation et de température des différentes familles de plans (hkl) qui diffractent.

Le calcul des facteurs de structure fait intervenir un coefficient de correction Δf du facteur de diffusion atomique qui dépend de la longueur d'onde incidente et de la nature des atomes diffuseurs. Pour simplifier le calcul, nous négligeons les éléments d'addition et supposons que seuls les atomes de fer dont la longueur d'onde d'absorption λ_K est égale à $1,74334 \text{ \AA}$ sont à l'origine de la diffraction dans la ferrite et l'austénite. L'utilisation d'une anticathode de cobalt dont la longueur d'onde moyenne d'émission est de $1,78901 \text{ \AA}$ conduit à un rapport λ/λ_K égal à $1,03$ et donc à une correction Δf de -4 du facteur de diffusion du fer. Pour la cémentite les atomes de carbone ne peuvent pas être négligés compte tenu de leur proportion, mais cet élément n'absorbe pas les rayons X et aucune correction n'est à apporter au facteur de diffusion atomique.

AIV.3.1) Coefficients $K_{(h_r k_r l_r)_\alpha}^*$ de la ferrite

La maille cubique centrée de la ferrite contient deux atomes dont les coordonnées réduites sont $\{0, 0, 0\}$ et $\{1/2, 1/2, 1/2\}$. Le facteur de structure s'écrit donc dans ce cas, conformément à la relation (AIV-3) sous sa forme développée:

$$F_{(h_r k_r l_r)_\alpha} = \left\{ f_{\text{fer}} + \Delta f_{\text{fer}} \right\} \cdot \left\{ 1 + \cos \left[\pi \cdot (h_r + k_r + l_r) \right] + i \cdot \sin \left[\pi \cdot (h_r + k_r + l_r) \right] \right\}$$

La somme $(h_r + k_r + l_r)$ est un entier, ce qui a pour conséquence que le facteur $\sin [\pi \cdot (h_r + k_r + l_r)]$ est égal à zéro quels que soient les indices h_r, k_r et l_r et que le facteur $\cos [\pi \cdot (h_r + k_r + l_r)]$ vaut -1 lorsque $(h_r + k_r + l_r)$ est impaire, et 1 lorsque $(h_r + k_r + l_r)$ est paire. Le facteur de structure de la ferrite est donc égal à:

$$F_{(h_r k_r l_r)_\alpha} = 0 \quad \text{si } (h_r + k_r + l_r) \text{ est impaire.}$$

ou $F_{(h_r, k_r, l_r)_\alpha} = 2 \cdot \{f_{fer} + \Delta f_{fer}\}$ si $(h_r + k_r + l_r)$ est paire.

Soit respectivement 26,7; 20,9 et 17,7 pour les plans (110) $_\alpha$, (200) $_\alpha$ et (112) $_\alpha$.

Ces mêmes plans ont respectivement pour facteur de multiplicité: 12; 6 et 24.

Le paramètre de maille de la ferrite est de 2,866 Å. Le volume élémentaire de la maille cubique est donc de 23,54 Å³.

Les facteurs de Lorentz-polarisation et de température ne dépendent que de l'angle de Bragg, donc pour un plan (hkl) donné, il ne sont fonction que de la longueur d'onde du faisceau incident. Si l'on suppose les distances interréticulaires de la ferrite des aciers étudiés égales à celles du fer pur en phase α , les facteurs de Lorentz-polarisation (simplifiés du quotient 1/8) et de température des trois plans diffractant sont:

| hkl | d (Å) | θ (°) | P.L(hkl) $_\alpha$ | D(hkl) $_\alpha$ |
|-----|-------|--------------|--------------------|------------------|
| 110 | 2,027 | 26,19 | 7,86 | 0,962 |
| 200 | 1,433 | 38,63 | 3,45 | 0,926 |
| 112 | 1,170 | 49,87 | 2,73 | 0,891 |

Tableau 20: Valeurs des coefficients de Lorentz-polarisation et de température pour la ferrite.

Tous calculs faits, les coefficients $K_{(h_r, k_r, l_r)_\alpha}^*$ des plans (110) $_\alpha$, (200) $_\alpha$ et (112) $_\alpha$ de la ferrite sont respectivement égaux à: 116,9; 15,2 et 32,9.

AIV.3.2) Coefficients $K_{(h_t, k_t, l_t)_\gamma}^*$ de l'austénite

La maille cubique à faces centrées de l'austénite contient quatre atomes dont les coordonnées réduites sont {0, 0, 0}, {1/2, 1/2, 0}, {1/2, 0, 1/2} et {0, 1/2, 1/2}. Le facteur de structure s'écrit donc dans ce cas, conformément à la relation (AIV-3) sous sa forme développée:

$$F_{(h_t, k_t, l_t)_\gamma} = \{f_{fer} + \Delta f_{fer}\} \cdot \left[\begin{array}{l} 1 + \left\{ \cos [\pi \cdot (h_t + k_t)] + \cos [\pi \cdot (h_t + l_t)] + \cos [\pi \cdot (k_t + l_t)] \right\} \\ + i \cdot \left\{ \sin [\pi \cdot (h_t + k_t)] + \sin [\pi \cdot (h_t + l_t)] + \sin [\pi \cdot (k_t + l_t)] \right\} \end{array} \right]$$

Quels que soient les indices h_t , k_t et l_t , chacun des sinus est égal à zéro. Par ailleurs, si les indices h_t , k_t et l_t sont de même parité, la somme des cosinus est égale à 3 tandis qu'elle vaut -1 si leurs parités diffèrent. Par conséquent, le facteur de structure de l'austénite est égal à:

$$F_{(h_t k_t l_t)_\gamma} = 0 \quad \text{si } h_t, k_t \text{ et } l_t \text{ sont de parité différente,}$$

$$\text{où } F_{(h_t k_t l_t)_\gamma} = 4 \cdot \left\{ f_{\text{fer}} + \Delta f_{\text{fer}} \right\} \quad \text{si } h_t, k_t \text{ et } l_t \text{ sont de même parité.}$$

Soit respectivement 54,1; 49,2 et 37,7 pour les plans (111) γ , (200) γ et (220) γ .

Ces mêmes plans ont respectivement pour facteur de multiplicité: 8; 6 et 12.

Le paramètre de maille de l'austénite est de 3,585 Å. Le volume élémentaire de la maille cubique est donc de 46,08 Å³.

Si l'on suppose les distances interréticulaires de l'austénite des aciers étudiés égales à celles du fer pur en phase γ , les facteurs de Lorentz-polarisation, au facteur 1/8 près, et de température des trois plans diffractant sont:

| hkl | d (Å) | θ (°) | P.L _{αhkl} | D _{αhkl} |
|-----|-------|--------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| 111 | 2,070 | 25,60 | 8,27 | 0,964 |
| 200 | 1,793 | 29,93 | 5,81 | 0,952 |
| 220 | 1,268 | 44,87 | 2,84 | 0,907 |

Tableau 21: Valeurs des coefficients de Lorentz-polarisation et de température pour l'austénite.

Tous calculs faits, les coefficients $K_{(h_t k_t l_t)_\gamma}^*$ des plans (111) γ , (200) γ et (220) γ de l'austénite sont respectivement égaux à: 87,9; 37,8 et 20,7.

AIV.3.3) Coefficient $K_{(h_s k_s l_s)_{\text{Fe}_3\text{C}}}^*$ de la cémentite

La cémentite présente une maille orthorhombique de paramètres réticulaires: $a = 4,524$ Å, $b = 5,088$ Å et $c = 6,741$ Å. Le volume de la maille élémentaire est par conséquent de 155,17 Å³. Cette maille contient douze atomes de fer et quatre atomes de carbone. Leurs coordonnées réduites sont d'après [4, 5]:

| | repère | u | v | w | Plan |
|----|--------|-------|-------|-------|------|
| Fe | 1 | 0,338 | 0,169 | 0,065 | P1 |
| | 2 | 0,162 | 0,669 | 0,065 | P1 |
| | 3 | 0,822 | 0,030 | 0,250 | P2 |
| | 4 | 0,678 | 0,530 | 0,250 | P2 |
| | 5 | 0,162 | 0,669 | 0,435 | P3 |
| | 6 | 0,338 | 0,169 | 0,435 | P3 |
| | 7 | 0,662 | 0,831 | 0,565 | P4 |
| | 8 | 0,838 | 0,331 | 0,565 | P4 |
| | 9 | 0,322 | 0,470 | 0,750 | P5 |
| | 10 | 0,178 | 0,970 | 0,750 | P5 |
| | 11 | 0,838 | 0,331 | 0,935 | P6 |
| | 12 | 0,662 | 0,831 | 0,935 | P6 |

| | repère | u | v | w | Plan |
|---|--------|-------|-------|-------|------|
| C | 13 | 0,000 | 0,000 | 0,250 | P2 |
| | 14 | 0,500 | 0,500 | 0,250 | P2 |
| | 15 | 0,000 | 0,000 | 0,750 | P5 |
| | 16 | 0,500 | 0,500 | 0,750 | P5 |

Tableau 22: Coordonnées réduites des atomes de fer et de carbone dans la maille orthorhombique de la cémentite Fe_3C [4, 5].

Ces différents atomes se disposent suivant des plans (P1 à P6) parallèles au plan de base formé par les vecteurs a et b (figure 155).

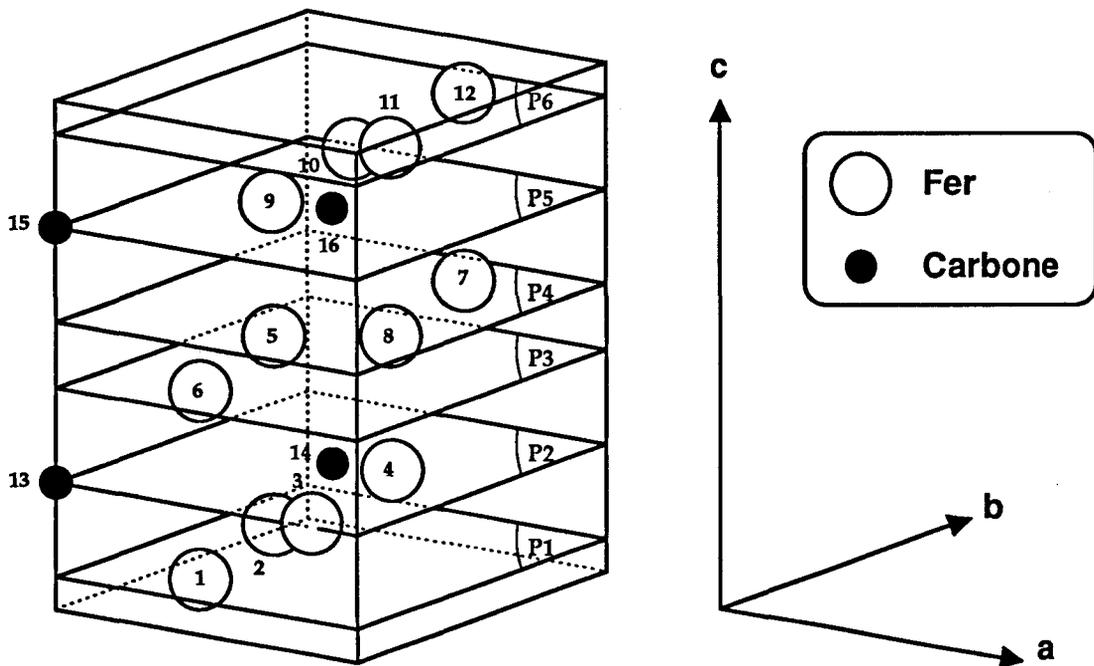


Figure 155: Schéma de la maille orthorhombique de la cémentite.

Le facteur de structure du plan (120) Fe_3C , s'écrit donc conformément à la relation (AIV-3) sous sa forme développée:

$$F_{(120)_{Fe_3C}} = \left\{ f_{Fe} + \Delta f_{Fe} \right\} \cdot \sum_{n=1}^{12} \left\{ \cos \left[2\pi \cdot (u_n + 2 \cdot v_n) \right] + i \cdot \sin \left[2\pi \cdot (u_n + 2 \cdot v_n) \right] \right\} \\ + f_C \cdot \sum_{n=13}^{16} \left\{ \cos \left[2\pi \cdot (u_n + 2 \cdot v_n) \right] + i \cdot \sin \left[2\pi \cdot (u_n + 2 \cdot v_n) \right] \right\}$$

$$\Leftrightarrow \left| F_{(120)_{Fe_3C}} \right|^2 = 3976,5$$

D'autre part, le plan $(120)_{Fe_3C}$ du type $(hk0)$ a un facteur de multiplicité de 4 dans le système orthorhombique.

Les facteurs de Lorentz-polarisation et de température du plan $(120)_{Fe_3C}$ de la cémentite sont respectivement de 9,78 et de 0,968.

L'ensemble de ces résultats concernant la cémentite conduisent à un coefficient $K_{(120)_{Fe_3C}}^*$ de 6,3.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE IV

- [1] P. GUIRALDENQ. *Les possibilités actuelles de l'analyse aux rayons X de l'austénite résiduelle*. Communication présentée à la VIe journée des aciers spéciaux à Toulouse, le 8 juin 1967.
- [2] B.D. CULLITY. *Elements of X-ray diffraction*. Edition Addison-Wesley Publishing Compagny, Inc, 1967.
- [3] A. GUINIER. *Théorie et technique de la radiocristallographie*. Edition Dunod, Paris, 1964.
- [4] T. HAHN. *International tables for crystallography, vol. A, Space-group symmetry*. Publié par D. Reidel Publishing Compagny, 1983.
- [5] P. VILLARS, L.D. CALVERT. *Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases, vol. 2*. Publié par l'American Society For Metals, 1985.

**ENGLISH TITLES
OF FIGURES AND TABLES**

ENGLISH TITLES OF FIGURES AND TABLES

CHAPTER I: REVIEW OF THERMOMECHANICAL TREATMENTS

- Figure 1:** Solution hardening. [ref. 3, chapter I].
- Figure 2:** Effect of carbon content on the toughness vs temperature curves. [ref. 3, chapter I].
- Figure 3:** Stress-strain recording during hot torsion test. Correlation with the microstructure evolution. [ref. 1, chapter I].
- Figure 4:** Structure evolution of austenite during hot rolling. Case of dynamic recrystallization.
- Figure 5:** Structure evolution of austenite during hot rolling. Case of static recrystallization.
- Figure 6:** Schematic evolution of the austenitic structure during rolling according to the temperature of deformation. [ref. 1, chapter I].
- Figure 7:** Effect of niobium induced precipitation on the hardness of 0.17% carbon steels tempered for one hour at 600°C. The induced precipitation arises from hot torsion at 900°C followed by an isotherm treatment at 900°C during t seconds. [ref. 9, chapter I].
- Figure 8:** Kinetics of niobium precipitation in austenite. [ref. 12, chapter I].
- Figure 9:** Kinetics of isothermal recrystallization and R.T.T. (Recrystallization-Time-Temperature) diagram of the work hardened austenite. a) base steel. b) niobium steel. F.R.(%): volume fraction of recrystallized austenite. TD (°C): Temperature of deformation. [ref. 8, chapter I].
- Figure 10:** Kinetics of austenite recrystallization . Effect of niobium. a) Comparison of kinetics of recrystallization with or without niobium. b) Schematic diagram of the effect of solute atoms of niobium on the recrystallization of austenite. c) Superposition of the kinetics of recrystallization and precipitation. [ref. 12, chapter I].
- Figure 11:** Effect of austenite deformation on the ferritic grain size. [ref. 4, chapter I].

- Figure 12:** Influence of the deformation ($\epsilon = 0$ or $\epsilon = 0.35$ at 850°C) on the CCT curves of 18 M 5 Nb steel previously heated at 1200°C . [ref. 32, chapter I].
- Figure 13:** Effects of rolling temperature and of the rate of reduction on the A_{r3} transformation temperature. a) C-Mn-Si steel. b) C-Mn-Si-Nb steel. Reheating at 1250°C . c: C-Mn-Si-Nb steel. Reheating at 1150°C . [ref. 33, chapter I].
- Figure 14:** Effect of the amplitude of deformation on both the grain boundaries area and the density of bands deformation in a 0.03% niobium steel. [ref. 34, chapter I].
- Figure 15:** Dependence of the ferrite grain size on the effective area of grain boundaries in austenite. [ref. 34, chapter I].
- Figure 16:** Schema of the ferrite nucleation in the presence or no of ledge on a grain boundary. [ref. 37, chapter I].
- Figure 17:** Effects of rolling deformation and transformation temperature on the α and β rate constants in the isotherm growth law for a 0.1%C - 1.3 %Mn - 0.04 %Nb steel. heating at 1250°C . 0% or 56% deformation at 830°C . [ref. 39, chapter I].
- Figure 18:** Effect of the acceleration of the nucleation on the A_{r3} transformation temperature.
- Figure 19:** Effect of the stored energy in austenite on the A_{r3} transformation temperature.
- Figure 20:** Shift of the transformation curves with the deformation of austenite.
- Figure 21:** Relation between equivalent carbon and tensile strength. Comparison of the properties after rolling and after accelerated cooling. CR: Controlled Rolling. ACC: Accelerated Controlled Cooling. [ref. 47, chapter I].
- Figure 22:** Effect of cooling rate and of rolling conditions on the tensile properties and toughness for several steels. $FCT = 600^{\circ}\text{C}$. [ref. 37, chapter I].
- Figure 23:** Variations of the tensile properties and toughness of several steels with both the finish cooling temperature and the chemical composition. $CR = 10^{\circ}\text{C/s}$. [ref. 50, chapter I].
- Figure 24:** Variations of the tensile properties and toughness of an 0.03% Nb steel with the finish cooling temperature. Comparison with an non microalloyed high carbon - high manganese steel. $CR = 10^{\circ}\text{C/s}$. [ref. 37, chapter I].

CHAPTER II: MATERIALS AND EXPERIMENTAL PROCEDURES

Table 1: Steels' chemical composition in 10^{-3} wt %.

Table 2: A and B constants in the solubility products for the nitrides and carbides of titanium, aluminium, niobium or vanadium. Solution content in wt %.

Table 3: Rolling schedule.

Figure 25: Definition of the thermomechanical parameters which exert a preponderant effect on the mechanical behaviour and on the microstructure of steels achieved by controlled rolling and accelerated cooling .

Figure 26: Evolution with the temperature of the solubility products K_s of nitrides and carbides of titanium, aluminium, niobium or vanadium. The solubility product of Nb (C, N) is not represented. This latter is too close to the NbC K_s product in ferrite.

Figure 27: Titanium solubility vs reheating temperature.

Figure 28: Examples of time-temperature curves recording during rolling and accelerated cooling.

Figure 29: Localization of prelevements for tensile and toughness specimens, and for micrographic samples.

Figure 30: Schema of prelevement of micrographic samples.

Figure 31: Method of preparation of extraction replica for precipitates. a) Polishing + chemical etching of samples. b) Vacuum deposit of a carbon layer. c) Chemical dissolution of the matrix.

CHAPTER III: OXYDATION OF PLATES. CONSEQUENCES ON THE COOLING TREATMENT

Figure 32: Evolution of sample's surface temperature during water cooling.

Figure 33: Heat transfert mechanisms in a vaporizable liquid. [ref. 4, chapter III].

Figure 34: Variations of heat flow density and of the temperature surface rewetting with the water flow.

- Figure 35:** Temperature gradients in scale and metal.
- Figure 36:** Effect of thickness of scale on the finish cooling temperature FCT in the core of plates.
- Figure 37:** Iron - oxygen equilibrium diagram. [ref. 6, chapter III].
- Figure 38:** Aspect of reheating scale layers, and of the underlying metal. [ref. 8, chapter III].
- Figure 39:** Squaring of the plate surface for the measurement of scale thickness.
- Figure 40:** Variations of the thickness of scale on the plate surface in a) rolling direction, b) transverse direction. In this case (case 1), the simulation slabs were not given any surface treatment after the previous rolling.
- Figure 41:** Transverse cross section of and plate. a) The simulation slab is oxydized on its four faces after reheating. b) Fall of scale of the lateral faces during the first pass of rolling. c) Back-flow of core metal toward plate surfaces.
- Figure 42:** Comparison of the $R_{p0.2}$ bulk proof stress and of the thickness of scale after cooling.
- Figure 43:** Variations of the thickness of scale on the plate surface in a) rolling direction, b) transverse direction. In this case (case 2), the simulation slabs were grounded before heating.
- Figure 44:** Variations of the thickness of scale on the plate surface in a) rolling direction, b) transverse direction. In this case (case 3), the simulation slabs were descaled by turning itself by 90° about the long axis only for the first pass of rolling.
- Figure 45:** Variations of thickness of scale in μm on the plate surface after cooling. a) Case 1, b) case 2, c) case 3.
- Figure 46:** Histograms of the thickness of scale according to the preparation of slabs.
- Figure 47:** Variations of the apparent temperature of rewetting in the core plate with the thickness of scale ($CR\gamma$ of 25°C/s).

CHAPTER IV: MECHANICAL PROPERTIES

Table 4: Characteristic temperatures of finish cooling for steel A.

Table 5: Characteristic temperatures of finish cooling for steel B.

Table 6: Characteristic temperatures of finish cooling for steel C.

- Figure 48:** Definitions of the tensile properties.
- Figure 49:** Examples of Charpy-V impact energy and crystallinity curves. Steel A, $CR\gamma = 7^\circ\text{C/s}$, $FCT = 492^\circ\text{C}$.
- Figure 50:** Mechanical behaviour of steel C accelerated cooled at 7°C/s . Characterization of the scatter of the results.
- Figure 51:** Definition of the T_{C1} , T_{C2} , T_{C3} characteristic temperatures of finish cooling temperatures for steel C cooled at 7°C/s .
- Figure 52:** Mean evolution of the proof stress of steel C cooled at 7°C/s with the FCT.
- Figure 53:** Variations of $R_{p0,2}$, R_m and $T_{k50\%}$ for steel A with the accelerated cooling parameters. The referred values on the curves are the limiting properties.
- Figure 54:** Variation of the yield ratio for steel A with the $CR\gamma$ cooling rate, for $FCT < T_{C1}$.
- Figure 55:** Variation of the Charpy upper shelf energy at -20°C for the steel A with the accelerated cooling conditions.
- Figure 56:** Variations of $R_{p0,2}$, R_m and $T_{k50\%}$ for steel B with the accelerated cooling parameters. The referred values on the curves are the limiting properties.
- Figure 57:** Comparison between the proof stresses of steels A and B cooled at 25°C/s .
- Figure 58:** Variation of the Charpy upper shelf energy at -20°C for the steel B with the accelerated cooling conditions.
- Figure 59:** Effect of cooling rate on the Charpy-V impact energy curves of steel B for $FCT = 300^\circ\text{C}$.
- Figure 60:** Variations of $R_{p0,2}$, R_m and $T_{k50\%}$ for steel C with the accelerated cooling parameters. The referred values on the curves are the limiting properties.
- Figure 61:** Comparison between the proof stresses of steels A, B and C cooled at 25°C/s .
- Figure 62:** Typical tensile curves showing the disappearance of yield elongation zone in steel C cooled at 7°C/s for $FCT < T_{C3}$. $T_{C3} = 375^\circ\text{C}$.

- Figure 63:** Variation of the Charpy upper shelf energy at -20°C for the steel C with the accelerated cooling conditions.
- Figure 64:** Effect of cooling rate on the Charpy-V impact energy curves of steel C for $\text{FCT} = 300^{\circ}\text{C}$.
- Figure 65:** Optical macrograph and scanning electron micrograph of the tensile fracture surfaces of steel C cooled down to $\text{FCT} < T_{\text{C}3}$ at a) 7°C/s , b) 15°C/s , c) 25°C/s .
- Figure 66:** Optical macrograph and scanning electron micrograph of the ductile fracture surfaces of Charpy specimens of steel C cooled down to $\text{FCT} < T_{\text{C}3}$ at a) 7°C/s , b) 15°C/s , c) 25°C/s .
- Figure 67:** X-ray energy dispersion analysis of a calcium aluminate inclusion, localized at the bottom of a wide void on the tensile fracture surface of steel C cooled at 25°C/s down to $\text{FCT} < T_{\text{C}3}$.
- Figure 68:** Scanning electron micrograph of the Charpy fracture surfaces of steel C cooled at 7°C/s down to $\text{FCT} < T_{\text{C}3}$. a) General aspect of the surface: ductile fracture. b) Central brittle zone with transgranular cleavage fracture.

CHAPITRE V: MICROSTRUCTURAL ANALYSIS

- Table 7:** Characterization of the austenitic structure at the beginning of the second stage of rolling and at the end of rolling by a numerical model named FAST. Comparison of the measured and calculated $d\gamma_{2\Phi}$ grain size at the beginning of the second stage of rolling.
- Table 8:** Mean ferritic grain size in μm , in the rolling direction (SL) and in the short transverse direction (STC), plus pearlite content after rolling and air cooling.
- Table 9:** Evolutions in μm of the mean grain size of the matrix ($d\alpha$) and of the second phases content (%) with the cooling conditions. Steel A (C, Mn, Si, Ti).
- Table 10:** Evolution in μm of the mean grain size of the matrix ($d\alpha$) and of the second phases content (%) with the cooling conditions. Steel B (C, Mn, Si, Ti, Ni).
- Table 11:** Evolutions in μm of the mean grain size of the matrix ($d\alpha$) and of the second phases content (%) with the cooling conditions. Steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb).

Table 12: Values of the $K(hkl)_p^*$ parameters for the quantitative measurement of phases content by X-ray diffractometry.

Figure 69: Influences of austenitic grain size and of residual strain at the end of rolling on the ferritic grain size after transformation.

Figure 70: Optical microscopy after Béchét-Beaujard etching. Austenite grain size at the $T_{2\Phi}$ temperature (beginning of the second stage of rolling) for a) steel A, b) steel C.

Figure 71: Verification with the FAST model of the invariableness of the mean grain size of austenite after some rolling pass with the reheating grain size d_0 (Steel A).

Figure 72: Aspect of the intragranular precipitation in steel C at the end of rolling. a) Bright field. b) Dark field centered on the $(220)_{TiN}$ spot. c) Associated diffraction pattern.

Figure 73: Aspect of the intragranular precipitation in steel C at the end of rolling.

Figure 74: Histograms of precipitate sizes at the end of rolling. a) Steel A. b) Steel C.

Figure 75: X-ray energy dispersion analysis of a cubic precipitate with a 110 nm width. Steel C, water quenched at the end of rolling.

Figure 76: Optical microscopy after nital etching. Banded ferrite-pearlitic structure in the core of air cooled samples. a) Steel A, b) steel B, c) steel C.

Figure 77: Interlamellar spacing in pearlite after air cooling in a) steel A and b) steel C. c) Aspect of the degenerated pearlite in steel C.

Figure 78: Effect of macrosegregation on microstructure in plate's core. a) Steel B: lath martensite b), c) steel C. b) General aspect of the band. c) Aspects of carbides and dislocated structure.

Figure 79: Characterization by X-ray wave length dispersion of variations of the Mn, Ni, Si and Al content in 10^{-3} wt %, in the core of plates of steels A (a) and C (b).

Figure 80: Aspect of the intragranular precipitation in steel C after air cooling. a) general aspect of the precipitation. b) heterogeneity of the precipitates spatial distribution.

Figure 81: Histograms of precipitate sizes in steel C: a) at the end of rolling. b) after air cooling.

- Figure 82:** Nanometric intragranular precipitates in steel C after air cooling. a) Bright field. b) Dark field centered on the $(200)_{\text{TiN}}$ spot. c) Associated diffraction pattern.
- Figure 83:** Variation of the ratio of the niobium titanium atomic content with the precipitate sizes.
- Figure 84:** Optical microscopy after Marshall etching. Effect of the accelerated cooling on the core microstructure of the steel A (C, Mn, Si, Ti). a) $CR_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, b) $CR_{\gamma} = 15^{\circ}\text{C/s}$, c) $CR_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$.
- Figure 85:** Optical microscopy after Marshall etching. Effect of the accelerated cooling on the core microstructure of the steel B (C, Mn, Si, Ti, Ni). a) $CR_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, b) $CR_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$.
- Figure 86:** Optical microscopy after Marshall etching. Effect of the accelerated cooling on the core microstructure of the steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb). a) $CR_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, b) $CR_{\gamma} = 15^{\circ}\text{C/s}$, c) $CR_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$.
- Figure 87:** Variations of the matrix grain sizes in the core of plates with the cooling parameters in steels A, B and C.
- Figure 88:** Histograms of the matrix grain sizes. a) comparison of steels A and C after air cooling. b), c) effect of accelerated cooling on the distribution.
- Figure 89:** Effect of accelerated cooling on the matrix grain sizes dispersion.
- Figure 90:** Optical microscopy. Aspect of the Widmanstätten structure in steel C cooled at the lowest FCT.
- Figure 91:** Variations of the matrix grain sizes at the surface of plates with the cooling parameters in steels A, B and C.
- Figure 92:** Effect of accelerated cooling on the difference of grain sizes between the core and the surface of plates.
- Figure 93:** Variations of the nature and content of the second phases with the cooling conditions. a) Steel A, b) steel B, c) steel C.
- Figure 94:** Transmission electronic microscopy. Microstructure in steel C, accelerated cooled at a cooling rate of 7°C/s down to a FCT of about 550°C . a) General aspect of the structure. b) Pearlitic second phases. c) Aspect of the dislocations density in ferrite.
- Figure 95:** Transmission electron microscopy. Aspect of the principal second phases in steel C for a FCT between 350°C and 450°C and a cooling rate of 7°C/s . a) Lath upper bainite. b) Lath martensite.
- Figure 96:** Transmission electronic microscopy. Aspect of the martensitic second phases in steel C, cooled at 7°C/s down to the lowest FCT ($< 350^{\circ}\text{C}$). a) Lath and twinned martensite islands. b) Twins in martensite.

- Figure 97:** Transmission electron microscopy. Aspect of the lath upper bainite second phases in steel C for intermediate FCT (450°C - 550°C) with a cooling rate of 25°C/s.
- Figure 98:** Transmission electron microscopy. Aspect of the ferritic matrix in steel C for intermediate FCT (450°C - 550°C) with a cooling rate of 25°C/s.
- Figure 99:** Transmission electron microscopy. Aspect of the bainitic matrix in steel C for intermediate FCT (450°C - 550°C) with a cooling rate of 25°C/s.
- Figure 100:** Transmission electron microscopy. Aspect of the microstructure in steel C with the lowest FCT (< 350°C) and a cooling rate of 25°C/s.
- Figure 101:** Histograms of the precipitate sizes in steel C. a) Precipitation after air cooling. b) Precipitation after accelerated cooling with $CR_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$, and $\text{FCT} = 250^{\circ}\text{C}$.
- Figure 102:** Nanometric intragranular precipitates in steel C after a) air cooling, b) accelerated cooling with $CR_{\gamma} = 25^{\circ}\text{C/s}$ and $\text{FCT} = 250^{\circ}\text{C}$.
- Figure 103:** Transmission electronic microscopy. Aspect of the microstructure in steel A after accelerated cooling at 25°C/s down to 350°C. a) Général aspect of the structure. b) Lamellar pearlite. c) Degenerated upper bainite.
- Figure 104:** X-ray diffractometry spectrum on the surface and in the core of plates of the steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) cooled at 7°C/s, down to $\text{FCT} = 340^{\circ}\text{C}$.
- Figure 105:** Variations of the volume fraction of austenite, cementite and ferrite in the thickness of plates. Steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), $\text{FCT} < T_{C3}$.
- Figure 106:** Mössbauer spectrum. Steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb), $CR_{\gamma} = 7^{\circ}\text{C/s}$, $\text{FCT} = 336^{\circ}\text{C}$. α = ferrite, γ = austenite.

CHAPITRE VI: DISCUSSION

- Figure 107:** Evolutions of Ar_3 with CR_{γ} and the steels chemical composition.
- Figure 108:** Variation of the dislocations density with the temperature of the $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation. [ref. 3, chapter VI]
- Figure 109:** CCT diagram for steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb). Reheating at 1050°C during 15 mn. $d_{\gamma} = 30 \mu\text{m}$. Compression strain of 0.6 at 800°C.

- Figure 110:** Decimal log-log relationship between the cooling rate and the limiting grain sizes.
- Figure 111:** Reduction of the σ dispersion of grain sizes in steels A and C with an increase of V_{γ} .
- Figure 112:** Schema of the variations of the rates of phase nucleation and growth with the temperature.
- Figure 113:** Effect of residual strain on the number of active nucleation sites at the beginning of the $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation.
- Figure 114:** Evolution of the $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation during a slow cooling. Consequence of the residual strain at the end of rolling on the α grains size heterogeneity.
- Figure 115:** Effect of the morphology of austenitic grains on the α grain sizes heterogeneity.
- Figure 116:** Effect of cooling rate on the difference of grain sizes dispersion between steels A and C.
- Figure 117:** Effect of the deformation of austenite on the activation of ferritic secondary nucleation sites.
- Figure 118:** Variation of the difference of grain sizes between the surface and the core of plates with the chemical composition and the cooling rate.
- Figure 119:** Effect of the water flow on the difference of cooling rate between the surface and the core of plates.
- Figure 120:** Schema of the CCT diagram of steel C. F: Ferrite, P: Pearlite, B: Bainite. The FCT (I) allow the pearlitic transformation during air cooling. The FCT (II) hinder the formation of pearlite.
- Figure 121:** Effect of transformation temperature on the interlamellar spacing in pearlite. [ref. 17, chapter VI]
- Figure 122:** Effect of cooling rate on the carbon content gradient in austenite, after the bainitic transformation.
- Figure 123:** List of bainitic structures according to BRAMFITT et SPEER. [ref. 25, chapter VI]
- Figure 124:** Schema of a CCT diagram showing the formation of the three types of bainite. I: Free carbides bainite, II: lath upper bainite, III: lower bainite. [ref. 26, chapter VI]

- Figure 125:** Variation of the M/A content with the depth in the plate of steel C cooled down to the lowest FCT at the cooling rate of: a) 7°C/s, b) 25°C/s. The measuring of the M/A content is achieved by optical microscopy and image analysis after Lepera etching.
- Figure 126:** Difference of finish cooling temperatures between the core and the surface of plates. Consequence on the auto-tempering of the plate surface.
- Figure 127:** Cooling curves at the surface and at the quarter thickness of the plate cooled at 7°C/s down to 336°C. Definitions of parameters.
- Figure 128:** Mechanical stabilization of untransformed austenite by the stresses of the previous $\gamma \rightarrow \alpha$ transformations. a) Island of large size partially stabilized. b) Island of small size totally stabilized.
- Figure 129:** Aspect of the carbon diffusion during the $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation. a) Case of slow cooling with only intergranular nucleation of ferrite. b) Case of rapid cooling with both intergranular and intragranular nucleation of ferrite.
- Figure 130:** Effect of ACC on carbon segregation [réf. 39, chapitre VI].
- Figure 131:** Enlargement of the niobium content of domains close to the austenitic grains boundaries because of solidification.
- Figure 132:** Segregation of niobium in the austenitic grains boundaries during reheating. Consequence on the precipitates distribution in ferrite after transformation during cooling.
- Figure 133:** Relationship between the microstructure and the proof stress of steel A.
- Figure 134:** Relationship between the microstructure and the proof stress of steel C.
- Figure 135:** Actual level of local deformation in a tensile specimen in a) the absence, or b) the presence of Piobert-Lüders bands.
- Figure 136:** Aspect of the deformation of pearlite in a Piobert-Lüders band.
- Figure 137:** Dislocation slip in an atomic network. a) and c) equilibrium position of the dislocation. b) position of maximum energy. [réf. 43, chapitre VI].
- Figure 138:** Variations with the chemical composition and the cooling conditions of the proof stress corrected of the grain boundary hardening: $R_0 = R_{p0.2} - 15.3.f\alpha \beta/3 .d\alpha^{-1/2}$.
- Figure 139:** Determination of the k_y constant of the grain boundary hardening in steel A cooled at 7 or 15°C/s.

Figure 140: Effect of cooling rate on the work-hardening in steel C at the beginning of plastic deformation (FCT < 350°C).

Figure 141: Relationship between the microstructure and the ductile-brittle transition temperature $T_{k50\%}$ of the steel C cooled at 7°C/s. The principal phases are the only ones referred in the figure.

Figure 142: Effect of cooling rate on both the microstructure and the ductile-brittle transition temperature $T_{k50\%}$ of the steel C cooled at 7 or 25°C/s. The principal phases are the only ones referred in the figure.

APPENDIX II: THERMAL ANALYSIS OF COOLING

Figure 143: Definition of the orthogonal axis bounded to the half of a plate.

Figure 144: Determination of the apparent temperature of rewetting in the core of a plate during a unidirectional thermal exchange [réf. 2, annexe II].

APPENDIX III: MECHANICAL PROPERTIES

Table 13: Toughness and tensile properties of steel A (C, Mn, Si, Ti) accelerated cooled at 7°C/s.

Table 14: Toughness and tensile properties of steel A (C, Mn, Si, Ti) accelerated cooled at 15°C/s.

Table 15: Toughness and tensile properties of steel A (C, Mn, Si, Ti) accelerated cooled at 25°C/s, or air cooled.

Table 16: Toughness and tensile properties of steel B (C, Mn, Si, Ti, Ni) accelerated cooled at 7 or 25°C/s, or air cooled.

Table 17: Toughness and tensile properties of steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) accelerated cooled at 7°C/s.

Table 18: Toughness and tensile properties of steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) accelerated cooled at 15°C/s.

Table 19: Toughness and tensile properties of steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) accelerated cooled at 25°C/s, or air cooled.

- Figure 145:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel A (C, Mn, Si, Ti) cooled at 7°C/s.
- Figure 146:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel A (C, Mn, Si, Ti) at 15°C/s.
- Figure 147:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel A (C, Mn, Si, Ti) cooled at 25°C/s.
- Figure 148:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel B (C, Mn, Si, Ti, Ni) cooled at 7°C/s.
- Figure 149:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel B (C, Mn, Si, Ti, Ni) cooled at 25°C/s.
- Figure 150:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) cooled at 7°C/s.
- Figure 151:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) cooled at 15°C/s.
- Figure 152:** Evolutions with the FCT temperature of tensile and toughness properties of steel C (C, Mn, Si, Ti, Ni, Nb) cooled at 25°C/s.

APPENDIX IV: MEASUREMENT OF THE VOLUME FRACTION OF PHASES BY X-RAY DIFFRACTOMETRY

Table 20: Values of the Lorentz-polarisation and temperature factors in ferrite.

Table 21: Values of the Lorentz-polarisation and temperature factors in austenite.

Table 22: Reduced coordinates of iron and carbon atoms in the orthorhombic cell of cementite Fe₃C [réf. 4, 5, annexe IV].

Figure 153: Variation with λ/λ_K of the Δf correction factor for atomic diffusion [ref. 2, appendix IV].

Figure 154: Variation of the Lorentz-polarisation factor with the Bragg angle.

Figure 155: Schema of the orthorhombic cell of cementite.