

N° d'ordre : 3352

THESE DE DOCTORAT

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Ecole Doctorale Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement

UFR de Physique

Pour obtenir le titre de **Docteur**

Discipline : **Sciences des Matériaux**

par

Pascal ANTOINE



INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COEFFICIENT D'ECROUISSAGE DES ACIERS SANS INTERSTITIELS STABILISES AU TITANE (ACIERS Ti-IF)

Thèse soutenue publiquement le 20 octobre 2003 devant la commission d'examen :

B. De Cooman	Professeur à l'Université de Gand	Rapporteur
G. Lesoult	Professeur à L'Ecole des Mines de Nancy	Rapporteur
J. Foct	Professeur à l'Université de Lille 1	Examineur
J.P. Morniroli	Professeur à l'Ecole Nationale Supérieur de Chimie de Lille	Examineur
J.H. Schmitt	Docteur, Centre de Recherche d'Isbergues (Groupe Arcelor)	Examineur
S. Vandeputte	Docteur, Centre de Recherche OCAS (Groupe Arcelor)	Examineur
J.B. Vogt	Professeur à l'Ecole Nationale Supérieur de Chimie de Lille	Directeur de thèse

Remerciements

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (LMPGM) de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, dirigé par le Professeur J. Foct, et au centre de Recherche OCAS du groupe Arcelor, dirigé aujourd'hui par le Dr. Ir. S. Vandeputte. Je leur exprime ma sincère gratitude pour l'accueil qu'ils m'ont réservé et je remercie Monsieur le Professeur J. Foct d'avoir présidé le jury de ma thèse.

Que les Professeurs B. De Cooman, Professeur à l'Université de Gand et G. Lesoult, Professeur à l'Ecole des Mines de Nancy, rapporteurs de cette thèse, trouvent ici l'expression de ma reconnaissance. Je tiens également à remercier les Professeurs J. Foct, J-P. Mornioli et J.B. Vogt, les Docteurs J-H. Schmitt et S. Vandeputte, pour avoir participé au jury de cette thèse.

Je tiens tout particulièrement à remercier le Professeur J.B. Vogt et le Dr. Ir. S. Vandeputte, qui ont tous deux encadré ce travail, en qualité de directeur de thèse et de responsable industriel du projet, respectivement. Leur grande implication dans cette étude, l'apport de leurs connaissances dans le domaine de la métallurgie et les nombreuses discussions scientifiques que nous avons eues tout au long de ces quatre dernières années ont contribué à l'accomplissement de cette étude.

Je remercie également tout le personnel du LMPGM, et tout particulièrement le Professeur J.P. Mornioli pour son enseignement, ses discussions concernant les techniques de la Microscopie Electronique en Transmission et sa participation à ce travail de recherche, les Professeurs A. Legris et P. Perrot pour la qualité des discussions scientifiques.

Je remercie également tout le personnel du centre de recherche OCAS, et tout particulièrement l'équipe du département chimie pour la mise à disposition des différentes installations techniques et leur participation à cette étude, ainsi que le Laboratoire de Métallurgie de l'Université de Gand, dirigé par le Professeur B. De Cooman, pour la préparation des échantillons utilisés dans cette étude.

Enfin, je remercie le Groupe Arcelor pour avoir financé cette étude.

Table des matières générale

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS.....	1
LIST OF SYMBOLS AND ABBREVIATIONS.....	3
INTRODUCTION.....	5
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	11
1. ACIERS ULTRA BAS CARBONE SANS INTERSTITIELS.....	14
1.1. Caractéristiques des aciers IF.....	14
1.2. Métallurgie des aciers IF.....	14
1.2.1. Réduction de la teneur en carbone.....	15
1.2.2. Réduction des éléments interstitiels.....	15
1.3. Propriétés d'emploi des aciers IF.....	16
2. COEFFICIENT D'ECROUISSAGE DANS LES ACIERS.....	17
2.1. Introduction et définition du coefficient d'écrouissage.....	17
2.1.1. Essai de traction uniaxial.....	17
2.1.2. Courbes de traction.....	19
2.1.2.1. <i>Courbe de traction conventionnelle</i>	19
2.1.2.2. <i>Courbe de traction rationnelle</i>	20
2.1.3. Equation de la courbe rationnelle : définition du coefficient d'écrouissage....	22
2.1.4. Analyse fine de la courbe de traction.....	23
2.1.4.1. <i>Courbe de traction en coordonnées logarithmiques</i>	23
2.1.4.2. <i>Analyse par la méthode différentielle de Crussard-Jaoul</i>	23
2.1.5. Signification physique du coefficient d'écrouissage.....	24
2.2. Relation entre le coefficient d'écrouissage et l'aptitude à l'emboutissage des tôles minces.....	25
2.2.1. Description simplifiée de l'emboutissage.....	25
2.2.2. Appréciation des caractéristiques d'emboutissabilité des tôles minces.....	26
2.3. Influence de la microstructure sur le coefficient d'écrouissage des aciers ultra bas carbone (ULC steels) et des aciers sans interstitiels (IF steel).....	28
2.3.1. Influence de la composition chimique.....	28
2.3.2. Effet de la taille de grains sur les propriétés mécaniques et sur le coefficient d'écrouissage des aciers ULC et IF.....	30
2.4. Influence de la température et de la vitesse de déformation sur le coefficient d'écrouissage.....	32

3. ECROUISSAGE DES ACIERS.....	33
3.1. Durcissement d'écroissage dans les aciers.....	33
3.1.1. Description de l'état mécanique du matériau.....	33
3.1.2. Relation entre la contrainte d'écoulement/limite d'élasticité et la densité de dislocations.....	34
3.2. Analyse de l'écroissage à partir des courbes $(\theta, \sigma, \epsilon)$	36
3.2.1. Analyse des courbes (θ, σ) : théorie de l'écroissage.....	36
3.2.1.1. <i>Différents stades de la théorie de l'écroissage</i>	36
3.2.1.2. <i>Stades I et II de la théorie d'écroissage</i>	37
3.2.1.3. <i>Stade III de la théorie de l'écroissage :</i> <i>comportement collectif des dislocations</i>	37
3.2.2. Analyse des courbes (θ, ϵ) : relation entre écroissage et n	37
4. MECANISMES DE DURCISSEMENT MICROSTRUCTURAL.....	40
4.1. Durcissement par solution solide.....	40
4.2. Durcissement par précipitation : le modèle d'Ashby-Orowan.....	41
4.3. Durcissement par les joints de grains.....	44
5. CONCLUSION.....	44
Références bibliographiques du Chapitre I.....	47
CHAPITRE II : TECHNIQUES, PROCEDURES EXPERIMENTALES ET FIABILITE DES MESURES.....	49
1. MATERIAU ETUDIE.....	52
1.1. Composition chimique.....	52
1.2. Traitements thermomécaniques.....	52
1.3. Détermination de la taille de grains.....	54
2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	55
2.1. Essais mécaniques et mesure des coefficients d'écroissage.....	55
2.1.1. Essai de traction.....	55
2.1.2. Evaluation des coefficients d'écroissage.....	56
2.1.2.1. <i>Mesure du coefficient d'écroissage n_{10-20}</i>	56
2.1.2.2. <i>Mesure du coefficient d'écroissage instantané n_i</i>	56
2.1.3. Essai de relaxation.....	57
2.2. Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	58
2.2.1. Préparation des échantillons.....	58
2.2.1.1. <i>Méthode de préparation des lames minces</i>	58
2.2.1.2. <i>Méthode de préparation des répliques extractives</i>	59

2.2.2. Techniques utilisées en MET.....	59
2.2.2.1. <i>Contraste d'image</i>	61
2.2.2.2. <i>Diffraction en Sélection d'Aire (SAD)</i>	62
2.2.2.3. <i>Diffraction en faisceau convergent (CBED)</i>	64
2.2.3. Microanalyse par dispersion des rayons X (EDS).....	66
2.2.4. Mesure de la densité de dislocations par Microscopie Electronique en Transmission.....	66
2.2.4.1. <i>Méthode d'interception de Ham</i>	66
2.2.4.2. <i>Difficultés propres à la mesure de la densité de dislocations par la méthode de Ham</i>	68
2.2.5. Mesure d'épaisseur d'une lame mince.....	69
2.2.5.1. <i>Mesure de l'épaisseur à partir d'un cliché de diffraction en faisceau convergent</i>	69
2.2.5.2. <i>Etude de la variation de l'épaisseur d'une lame mince par microanalyse</i>	70
2.3. Analyse des extraits de précipités par diffractométrie des rayons X.....	73
2.3.1. Extraction électrolytique et filtration des précipités.....	73
2.3.2. Diffractométrie des rayons X.....	74
3. PROCEDURES EXPERIMENTALES ET FIABILITE	
DES RESULTATS	74
3.1. Procédure pour la mesure de la densité de dislocations.....	74
3.1.1. Nombre de mesures à effectuer.....	74
3.1.2. Influence de l'épaisseur de la lame sur la densité de dislocations.....	76
3.2. Procédure pour la caractérisation de l'état de précipitation.....	77
3.2.1. Nombre de précipités à analyser.....	77
3.2.2. Répétitivité de la mesure.....	78
3.3. Synthèse.....	79
Références bibliographiques du Chapitre II.....	80
CHAPITRE III : ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA PRECIPITATION SUR "n"	81
1. RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION	84
1.1. Propriétés mécaniques.....	84
1.2. Etude de l'influence des paramètres thermomécaniques sur le coefficient d'érouissage n_{10-20}	85

1.3. Relation entre le coefficient d'écroissage n_{10-20} et les propriétés mécaniques	86
1.3.1. Sélection des échantillons.....	86
1.3.2. Relation entre l'allongement homogène et le coefficient d'écroissage n_{10-20} ..	88
1.3.3. Relation entre la résistance mécanique et le coefficient d'écroissage n_{10-20} ...	88
1.4. Synthèse.....	91
2. ETUDE DE L'ETAT DE PRECIPITATION DES ECHANTILLONS SELECTIONNES.....	93
2.1. Etat de précipitation des échantillons sélectionnés.....	93
2.2. Influence de la température de réchauffement de la brame (SRT) sur l'état de précipitation.....	96
2.2.1. Etude de l'influence de SRT sur la taille des précipités.....	96
2.2.2. Influence de SRT sur la séquence de précipitation.....	99
2.2.3. Influence du traitement de recuit sur la précipitation.....	99
2.3. Discussion et synthèse.....	101
3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE PRECIPITATION SUR L'ECROISSAGE DE L'ACIER TI-IF.....	104
3.1. Analyse des courbes d'écroissage de l'acier Ti-IF.....	104
3.1.1. Le double comportement en "n"	104
3.1.1.1. <i>Application de la méthode de Crussard-Jaoul pour la détermination du double comportement en "n"</i>	<i>104</i>
3.1.1.2. <i>Analyse de l'évolution du coefficient d'écroissage instantané $n_i(\epsilon)$.....</i>	<i>106</i>
3.1.2. Etude des courbes d'écroissage (θ , ϵ).....	107
3.2. Etude de l'évolution des structures de dislocations en cours de déformation et de l'influence de la précipitation.....	110
3.2.1. Observation par Microscopie Electronique en Transmission de l'évolution des structures de dislocations en cours de déformation.....	110
3.2.2. Résultats des mesures expérimentales sur l'évolution des densités de dislocations et de la taille moyenne des cellules de dislocations.....	114
3.2.2.1. <i>Résultats des mesures de densités de dislocations déterminées par la méthode de Ham.....</i>	<i>114</i>
3.2.2.2. <i>Résultats des mesures de taille de cellules de dislocations.....</i>	<i>116</i>
3.3. Synthèse et discussion.....	118
4. CONCLUSION.....	121
Références bibliographiques du Chapitre III.....	122

CHAPITRE IV : ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS SUR "n".....	124
1. CARACTERISATION DE L'ETAT MICROSTRUCTURAL DES ECHANTILLONS.....	127
1.1. Variation de la taille de grains.....	127
1.2. Analyse de l'état de précipitation des échantillons présentant des tailles de grains différentes.....	130
1.3. Etude des facteurs influençant l'effet de taille de grains.....	133
1.3.1. Etude de la distribution des précipités dans les joints de grains et au voisinage des joints de grains.....	133
1.3.2. Etude de la désorientation cristallographique.....	137
1.3.2.1. Analyse quantitative de la désorientation.....	137
1.3.2.2. Mesure par CBED de la désorientation entre deux grains adjacents.....	140
1.4. Synthèse.....	143
2. PROPRIETES MECANIQUES DES ECHANTILLONS PRESENTANT DES TAILLES DE GRAINS DIFFERENTES.....	145
2.1. Résultats des essais de traction.....	145
2.2. Etude de l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques ainsi que sur n_{10-20}	147
2.2.1. Effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité.....	147
2.2.2. Relation entre la taille de grains et n_{10-20}	148
2.3. Synthèse et discussion.....	149
3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS SUR L'ECROUISSAGE DE L'ACIER TI-IF.....	152
3.1. Influence de la taille de grains sur les courbes d'écrouissage (θ , ε).....	152
3.2. Etude de l'influence de la taille de grains sur les structures de dislocations.....	153
3.2.1. Observation par MET de l'influence de la taille de grains sur les structures de dislocations.....	153
3.2.2. Résultats des mesures expérimentales sur les densités de dislocations et les tailles de cellules de dislocations.....	153
3.3. Synthèse et discussion.....	156
4. CONCLUSION.....	158
Références bibliographiques du Chapitre IV.....	160

CHAPITRE V : RELATION MICROSTRUCTURE - COEFFICIENT D'ECROUISSAGE.....	161
1. DECOMPOSITION DE LA LIMITE D'ELASTICITE.....	164
2. DETERMINATION DE LA CONTRAINTE EFFECTIVE.....	166
2.1. Résultats des essais de relaxation des contraintes.....	166
2.2. Calcul de la contrainte effective.....	168
2.2.1. Contrainte de Peierls.....	168
2.2.2. Contribution des atomes en solution solide.....	168
3. DETERMINATION DE LA CONTRAINTE INTERNE.....	170
3.1. Calcul de la contribution de la précipitation σ_{PCT} sur la limite d'élasticité.....	170
3.1.1. Applicabilité du modèle d'Ashby-Orowan pour les aciers Ti-IF.....	170
3.1.2. Détermination expérimentale des variables \bar{r} et f_v	171
3.1.2.1. Rayon moyen des précipités.....	171
3.1.2.2. Détermination de la fraction volumique de précipités.....	172
3.1.3. Résultats des calculs.....	174
3.1.3.1. Hypothèses de calculs.....	174
3.1.3.2. Résultats des calculs de σ_{PCT}	175
3.1.3.3. Vérification des conditions d'applicabilité du modèle d'Ashby-Orowan.....	178
3.1.3.4. Variation de σ_{PCT} avec l'analyse de l'état de précipitation.....	179
3.1.4. Synthèse.....	181
3.2. Calcul de la contribution des dislocations σ_D à la limite d'élasticité des aciers Ti-IF.....	182
3.2.1. Evaluation de σ_D à partir des mesures expérimentales de la densité de dislocations et de la contribution des joints de grains.....	182
3.2.2. Validation de la méthode de calcul pour σ_{PCT}	183
3.2.3. Effet des carbures de titane sur la limite d'élasticité et sur la valeur de n_{10-20}	183
3.2.4. Synthèse	185
4. RELATION EMPIRIQUE RELIANT n_{10-20} A LA MICROSTRUCTURE.....	186
4.1. Relation entre n_{10-20} et la limite d'élasticité.....	186
4.2. Signification physique des constantes A et B.....	188
4.2.1. Signification physique de la constante B.....	188
4.2.2. Signification physique de la constante A.....	189
4.3. Relation entre n_{10-20} et la microstructure.....	189
4.4. Synthèse.....	191
5. CONCLUSION.....	192

Références bibliographiques du Chapitre V.....	195
CONCLUSIONS GENERALES.....	196
ANNEXES.....	205
ANNEXE 1 : Norme ISO 10275.....	206
ANNEXE 2 : Statistique des données.....	210
ANNEXE 3 : Résultats des tests de traction.....	211
ANNEXE 4 : Résultats des mesures de densités de dislocations.....	212
ANNEXE 5 : Résultats des mesures de tailles de cellules de dislocations.....	218
ANNEXE 6 : Détails des calculs de la contribution de la précipitation	221

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

A (cm ²)	aire
A_{80} (%)	déformation totale (de l'origine à la rupture)
A_u, A_{hom} (%)	déformation homogène
b (m ⁻¹)	vecteur de Burgers
b.c.c.	cubique centré
CBED	diffraction en faisceau convergent
CT	température de bobinage
d (mm)	diamètre 3-D (taille de grains)
d_c	taille moyenne des cellules de dislocations
e (%)	déformation conventionnelle
EDS	spectroscopie à dispersion d'énergie
f_v	fraction volumique de précipités
g	vecteur de diffraction
G (MPa)	module de Young
k	constante
k_y (MPa.mm ^{1/2})	coefficient de durcissement
L (nm)	espacement moyen entre les particules
LACBED	diffraction en faisceau convergent à grand angle
L_c (cm)	longueur totale de la série de cercles
L_p (cm)	longueur totale projetée des lignes de dislocations
\bar{l} (µm)	segment moyen intercepté
\bar{l}_d (nm)	distance moyenne entre les dislocations
M_a (g.mol ⁻¹)	masse atomique
M	facteur de Taylor
N	nombre d'intersections
N_a	nombre d'Avogadro
n_{10-20}	coefficient d'écroissage calculé, valeur- n
n_i	coefficient d'écroissage instantané
n_a	nombre d'atomes par cellule
r	coefficient d'anisotropie
\bar{r}	rayon moyen des particules
R_m (MPa)	contrainte maximale
$R_{p0.2}$ (MPa)	limite d'élasticité à 0.2 %
s	contrainte conventionnelle
SRT	température de réchauffement de la brame
t (in nm)	épaisseur de la lame mince
V	volume unitaire de la cellule
ε	déformation rationnelle
$\dot{\varepsilon}$	vitesse de déformation
σ (MPa)	contrainte rationnelle
σ_o (MPa)	contrainte de friction
σ_y (MPa)	contrainte rationnelle à la limite d'élasticité
$\sigma_{Dislocations}$ (MPa)	contraintes dues aux dislocations
$\sigma_{Grain Boundary}$ (MPa)	contraintes dues aux joints de grains
$\sigma_{Peierls}$ (MPa)	contraintes dues au réseau

$\sigma_{precipitates}$ (MPa)	contraintes dues aux précipités
$\sigma_{Solute\ Atoms}$ (MPa)	contraintes dues aux atomes en solution solide
ρ (cm^{-2})	densité de dislocations
ρ_y (cm^{-2})	densité de dislocations à la limite d'élasticité
ρ_{TiX} ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	masse volumique du précipité de type TiX
ρ_{Fe} ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	masse volumique du fer

LIST OF SYMBOLS AND ABBREVIATIONS

A (cm ²)	area
A_{80} (%)	total strain (from the origin to fracture)
A_u, A_{hom} (%)	homogeneous strain
b (m ⁻¹)	Burgers vector
b.c.c.	body centered cubic
CBED	Convergent Beam Electron Diffraction
CT	Coiling temperature
d (mm)	3-D diameter (grain size)
d_c	average dislocation cell size
e (%)	engineering strain
EDS	Energy Dispersed Spectroscopy
f_v	volume fraction of precipitates
g	diffraction vector
G (MPa)	shear modulus
k	constant
k_v (MPa.mm ^{1/2})	strengthening coefficient
L (nm)	mean particle spacing
LACBED	Large-Angle Convergent-Beam Electron Diffraction
L_c (cm)	total length of series of circles
L_p (cm)	total projected length of dislocation line
\bar{l} (μm)	mean intercept length
\bar{l}_d (nm)	mean dislocation-dislocation distance
M_a (g.mol ⁻¹)	mass atomic
M	Taylor's factor
N	number of intersections
N_a	Avogadro's number
n_{10-20}	calculated strain-hardening coefficient, strain-hardening exponent, 'n' value
n_i	instantaneous strain-hardening coefficient
n_a	number of atoms per cell
r	anisotropy coefficient
\bar{r}	mean particle radius
R_m (MPa)	tensile strength (at maximum load)
$R_{p0.2}$ (MPa)	0.2 % yield stress
s	Engineering stress
SRT	Slab Reheating Temperature
t (in nm)	thin foil thickness
V	unit cell volume
ε	true strain
$\dot{\varepsilon}$	true strain rate
σ (MPa)	true stress
σ_o (MPa)	friction stress
σ_y (MPa)	true stress at yield stress
$\sigma_{Dislocations}$ (MPa)	stress due to dislocations
$\sigma_{Grain Boundary}$ (MPa)	stress due to grain boundary

$\sigma_{Peierls}$ (MPa)	stress due to the lattice
$\sigma_{precipitates}$ (MPa)	stress due to precipitates
$\sigma_{Solute\ Atoms}$ (MPa)	stress due to atoms in solid solution
ρ (cm^{-2})	dislocation density
ρ_y (cm^{-2})	dislocation density at yield stress
ρ_{TiX} (g.cm^{-3})	density of a TiX type precipitate
ρ_{Fe} (g.cm^{-3})	iron density

**Introduction à l'étude de l'influence de la
microstructure sur le coefficient d'écroissage
des aciers Ti-IF**

Les traitements thermomécaniques procurent aux aciers bas carbone une microstructure spécifique (taille de grains, état de précipitation...) qui leur confère certaines propriétés mécaniques ($R_{p0.2}$, $R_m...$). Parmi ces propriétés mécaniques, le coefficient d'écrouissage (encore appelé valeur- n ou simplement " n ") est largement utilisé de nos jours dans le secteur des produits plats afin de caractériser l'aptitude à l'emboutissage des tôles minces. En effet, une bonne aptitude à l'emboutissage est généralement reliée à une valeur élevée de ce coefficient " n " ainsi qu'à une valeur élevée du coefficient d'anisotropie " r ". Par conséquent, des efforts en recherche et développement doivent être fournis pour comprendre le rôle de la microstructure sur " n " afin d'obtenir des aciers ultra bas carbone avec la plus grande valeur de " n " possible. Ces efforts passent par l'étude de l'influence de certains paramètres microstructuraux comme l'état de précipitation et la taille de grains sur la valeur du coefficient d'écrouissage " n ".

L'état actuel des connaissances dans ce domaine révèle que les résultats ne font pas l'unanimité parmi la communauté scientifique dans le cas des aciers bas carbone et qu'ils font même défaut dans le cas des aciers bas carbone sans interstitiels (dits aciers IF) utilisés pour l'emboutissage des pièces de peau des véhicules dans l'industrie automobile. C'est dans ce cadre que s'inscrit ce projet de recherche, fruit d'une collaboration étroite entre le Centre de Recherche - OCAS (groupe Arcelor) et le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (Université de Lille). En effet, ce projet vise, par le biais d'une étude approfondie de l'influence de la microstructure sur le coefficient d'écrouissage, à développer des aciers Ti-IF hyper emboutissables (à valeur élevée de n) pour l'industrie automobile.

Les deux objectifs de cette étude sont :

1. Distinguer l'influence de l'état de précipitation sur " n " de celle de la taille de grains. Pour cela, deux catégories d'échantillons ont été préparées : une première catégorie d'échantillons pour laquelle la taille de grains est maintenue constante et l'état de précipitation est changé, une deuxième catégorie d'échantillons pour laquelle la taille de grains varie et l'état de précipitation est maintenu aussi constant que possible,
2. Ecrire une loi empirique exprimant la valeur du coefficient d'écrouissage en fonction des paramètres microstructuraux (état de précipitation et taille de grains).

Ce manuscrit présente les résultats de cette étude et se divise en cinq chapitres :

- Le premier chapitre est une synthèse bibliographique sur le coefficient d'écrouissage principalement pour les aciers plats bas carbone et ultra bas carbone sans interstitiels (aciers IF). Après une définition du coefficient d'écrouissage dans son cadre d'utilisation, nous verrons que peu d'études ont été menées jusqu'à présent pour comprendre le rôle de la microstructure sur la valeur- n contrairement par exemple à

l'allongement homogène A_u . De plus, certains résultats contradictoires relevés dans la littérature sur l'influence de la microstructure sur la valeur n seront présentés.

- Le deuxième chapitre présente les différentes techniques expérimentales mises en oeuvre pour caractériser au mieux la microstructure du matériau étudié, que ce soit à l'échelle macroscopique ou à l'échelle microscopique. Nous verrons que la Microscopie Electronique en Transmission (MET) couplée à la microanalyse chimique par spectroscopie des rayons X (EDS) est la technique la mieux adaptée pour cette étude étant donné qu'elle permet à la fois d'étudier les structures de dislocations, de caractériser les états de précipitation et d'observer les interactions entre les particules de seconde phase, les dislocations et les joints de grains.
- Les chapitres trois et quatre sont respectivement consacrés à l'étude de l'influence de la précipitation et de la taille de grains sur le coefficient d'érouissage. Ces deux chapitres ont la même construction : les microstructures sont d'abord caractérisées, ensuite les propriétés mécaniques sont mesurées, une analyse fine des données de traction est faite et des mesures de paramètres concernant les structures de dislocations sont présentées pour venir confirmer les résultats.
- Le dernier chapitre de ce manuscrit, le chapitre cinq, est consacré au calcul de chaque contribution (atomes en solution solide, précipités, taille de grains ...) à la limite d'élasticité de l'acier Ti-IF à partir des résultats expérimentaux obtenus dans cette étude et de modèles présents dans la littérature. Finalement, une loi empirique donnant la valeur du coefficient d'érouissage " n " en fonction des paramètres microstructuraux est établie. Une comparaison entre les valeurs mesurées expérimentalement de " n " et celles obtenues à partir de la loi empirique est présentée et discutée.

Un plan de lecture sous forme d'un organigramme est proposé sur la figure de la page 10.

English version :

Mechanical properties ($R_{p0.2}$, R_m ...) of Ti-IF steel grade depend on microstructure (grain size, precipitation state...) that can be changed by varying thermomechanical processing parameters. Among the mechanical properties, the strain-hardening coefficient (named n -value or simply “ n ”) is commonly used by flat product consumers to characterise the deep-drawing ability of steel sheets. Indeed, a good deep-drawing ability is linked to a high n -value. Therefore, a lot of efforts in R&D have to be made to understand the role of microstructure on the strain-hardening coefficient “ n ” so as to produce an ultra low carbon steel grade with a very high n -value. The influence of grain size and precipitation state on the value of the strain-hardening coefficient “ n ” have to be investigated.

The results about the influence of microstructure on n -value are not accepted unanimously in low carbon steels and are still overdue in ultra low carbon steels (IF steels) used in automotive industry. Therefore, a research project took place in the framework of a narrow collaboration between the ‘Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux’ and the research centre OCAS of the Arcelor Group. This research project aims at developing hyper deep-drawing quality Ti-IF steel grade (very high n -value) by studying the influence of microstructure on n -value.

The two objectives of this research project are :

- 1. Studying the influence of grain size and precipitation state on n -value trying to distinguish each influence. Two series of specimens have been prepared : one in which the specimens present different precipitation states and a constant grain size, one in which the specimens present different grain sizes and a precipitation state as constant as possible,*
- 2. Writing an empirical relationship giving the value of the strain-hardening coefficient as a function of microstructural parameters which characterise precipitation state and grain size.*

This manuscript sums up the main results of this study in five chapters :

- In the first chapter, after remembering the definition of the strain-hardening coefficient, a literature survey is made about the current results concerning the influence of microstructure on the strain-hardening coefficient in low carbon steels and in IF-type ultra low carbon steels. The fact that very few experimental studies have been performed on this issue, compared with studies about the influence of microstructure on homogeneous elongation for instance, is underlined in this chapter. Moreover, contradictory results are reported in this chapter concerning the effect of grain size on n -value.*

- *The second chapter is a presentation of the different experimental techniques used in the present study at both macroscopic and microscopic scales. The TEM-EDS coupled technique is well adapted to study the dislocation structures, to characterise the precipitation state and to observe interactions between second phase particles, dislocations and grain boundaries.*
- *The third chapter and the fourth chapter present the results concerning the influence of precipitation state and grain size on the strain-hardening coefficient. Both these chapters have the same structure : firstly, the microstructure is characterised; then, the mechanical properties are presented; finally, tensile test data are finely analysed and measurements of dislocation structure parameters used to support the analysis of the results are presented.*
- *The last chapter presents the calculation of each contribution (solid solution, precipitates, grain size...) to the yield stress for the studied Ti-IF steel grade taking into account the experimental characterisation of microstructure made in this study. Finally, an empirical relationship giving the measured n -value as a function of the different microstructural parameters is established. Moreover, the calculated n -values according to the empirical relationship is compared to the measured n -values.*

Problématique

1. Quelle est l'influence sur la valeur de n
 - des structures de dislocations,
 - des précipités,
 - des joints de grains.
2. $n = f$ (microstructure)

Objectifs

1. Caractérisation de la microstructure
2. Etude de l'influence de l'état de précipitation sur n
3. Etude de l'influence de la taille de grains sur n

Chapitre I

Etude bibliographique

Définir le coefficient d'écroutissage des aciers IF et donner un aperçu de l'état actuel des connaissances de l'influence de la microstructure sur la valeur n

Chapitre II

Techniques et méthodologie expérimentales

Présentation des moyens mis en oeuvre pour répondre à la problématique posée

Chapitre III

Etude de l'influence des précipités sur n

1. Caractérisation microstructurale
2. Etude des propriétés mécaniques
3. Etude des courbes d'écroutissage

Chapitre IV

Etude de l'influence de la taille de grains sur n

1. Caractérisation microstructurale
2. Etude des propriétés mécaniques
3. Etude des courbes d'écroutissage

Chapitre V

Relation microstructure - coefficient d'écroutissage

1. Calcul des différentes contributions à la limite d'élasticité
2. Relation empirique donnant n en fonction des paramètres de microstructure

Chapitre I

Etude bibliographique

Table des matières du chapitre I

1. ACIERS ULTRA BAS CARBONE SANS INTERSTITIELS.....	14
1.1. Caractéristiques des aciers IF	14
1.2. Métallurgie des aciers IF	14
1.2.1. Réduction de la teneur en carbone	15
1.2.2. Réduction des éléments interstitiels	15
1.3. Propriétés d'emploi des aciers IF.....	16
2. COEFFICIENT D'ECROUISSAGE DANS LES ACIERS	17
2.1. Introduction et définition du coefficient d'écroissage.....	17
2.1.1. Essai de traction uniaxial	17
2.1.2. Courbes de traction	19
2.1.2.1. Courbe de traction conventionnelle	19
2.1.2.2. Courbe de traction rationnelle	20
2.1.3. Equation de la courbe rationnelle : définition du coefficient d'écroissage.....	22
2.1.4. Analyse fine de la courbe de traction	23
2.1.4.1. Courbe de traction en coordonnées logarithmiques	23
2.1.4.2. Analyse par la méthode différentielle de Crussard-Jaoul	23
2.1.5. Signification physique du coefficient d'écroissage.....	24
2.2. Relation entre le coefficient d'écroissage et l'aptitude à l'emboutissage des tôles minces	25
2.2.1. Description simplifiée de l'emboutissage	25
2.2.2. Appréciation des caractéristiques d'emboutissabilité des tôles minces.....	26
2.3. Influence de la microstructure sur le coefficient d'écroissage des aciers ultra bas carbone (ULC steels) et des aciers sans interstitiels (IF steels).....	28
2.3.1. Influence de la composition chimique	28
2.3.2. Effet de la taille de grains sur les propriétés mécaniques et sur le coefficient d'écroissage des aciers ULC et IF.....	30
2.4. Influence de la température et de la vitesse de déformation sur le coefficient d'écroissage	32
3. ECROUISSAGE DES ACIERS.....	33
3.1. Durcissement d'écroissage dans les aciers.....	33
3.1.1. Description de l'état mécanique du matériau	33

3.1.2. Relation entre la contrainte d'écoulement/limite d'élasticité et la densité de dislocations.....	34
3.2. Analyse de l'écrouissage à partir des courbes (θ , σ , ϵ).....	36
3.2.1. Analyse des courbes (θ , σ) : la théorie de l'écrouissage	36
3.2.1.1. Différents stades de la théorie de l'écrouissage.....	36
3.2.1.2. Stades I et II de la théorie d'écrouissage	37
3.2.1.3. Stade III de la théorie d'écrouissage : comportement collectif des dislocations.....	37
3.2.2. Analyse des courbes (θ , ϵ) : relation entre écrouissage et n	37
4. MECANISMES DE DURCISSEMENT MICROSTRUCTURAL	40
4.1. Durcissement par solution solide	40
4.2. Durcissement par précipitation : le modèle d'Ashby-Orowan	41
4.3. Durcissement par les joints de grains	44
5. CONCLUSION	44
Références bibliographiques du Chapitre I	47

1. ACIERS ULTRA BAS CARBONE SANS INTERSTITIELS

La sidérurgie s'efforce depuis plusieurs décennies de répondre, en développant de nouvelles classes d'aciers, aux exigences toujours plus croissantes de ses clients en terme de propriétés mécaniques, de politique de réduction des coûts et de respect de l'environnement. C'est dans ce cadre que des aciers ultra bas carbone à emboutissabilité améliorée, appelés aciers sans interstitiels ou aciers IF (pour Interstitial Free), ont vu le jour il y a une vingtaine d'années principalement pour l'emboutissage sous presse d'éléments de carrosserie automobile^[1].

1.1. Caractéristiques des aciers IF

Le développement de ces aciers ultra bas carbone à emboutissabilité améliorée (aciers IF) est dû principalement à trois facteurs^[2] :

1. Une augmentation de la productivité afin de répondre à la croissance économique,
2. L'utilisation de la galvanisation à chaud afin d'accroître la durée de vie des produits,
3. La nécessité de développer des aciers à haute résistance (High Strength Steel).

Les deux premiers facteurs précédemment cités ont été bénéfiques au développement d'aciers ultra bas carbone (Ultra Low Carbon steels) sans interstitiels appelés aciers IF (Interstitial Free steels). Les aciers IF ont une teneur massique en carbone inférieure ou égale à 0.005 pour cent comme les aciers ultra bas carbone (Ultra Low Carbon steels) et il y a en plus une stabilisation complète des éléments interstitiels qui leur confère une bonne aptitude à l'emboutissage. Par conséquent, ces aciers ont occupé une position prépondérante parmi les aciers pour emboutissage profond, spécialement dans le secteur automobile car l'acier destiné à la réalisation de pièces de peau des véhicules doit posséder une excellente aptitude à l'emboutissage.

1.2. Métallurgie des aciers IF

Les deux principales caractéristiques des aciers IF sont :

- Une faible teneur massique en carbone de l'ordre de quelques dizaines de ppm,
- Une réduction des éléments interstitiels en solution.

Par conséquent, une métallurgie pour cette classe d'acier s'est développée dans le but de réduire la teneur en carbone et de piéger les éléments interstitiels en solution.

1.2.1. Réduction de la teneur en carbone

C'est l'utilisation de la technique du dégazage sous vide^[3] qui a permis de réduire la teneur en carbone des aciers IF. Auparavant, avec des teneurs en carbone supérieures à 50 ppm, il était nécessaire de soumettre le matériau à des durées de recuit très longues à des températures élevées afin de précipiter tout le carbone. Mais l'amélioration au cours de la dernière décennie des procédés de décarburisation^[4] permet aujourd'hui d'atteindre des teneurs en carbone en dessous des 10 ppm et ainsi de réduire les durées de recuit afin que tout le carbone en solution solide précipite.

1.2.2. Réduction des éléments interstitiels

L'autre caractéristique des aciers IF est que les éléments interstitiels, le carbone et l'azote, sont complètement piégés c'est à dire précipités grâce à des additions d'un ou plusieurs éléments carburigènes et/ou nitrurigènes tels que le titane et le niobium^[5]. Cette réduction de la teneur en éléments interstitiels en solution se fait par précipitation lors des différentes opérations de mise en forme des bobines (schématisées sur la figure 1.1). La précipitation des éléments interstitiels tout au long du processus de fabrication va jouer un rôle important sur les propriétés d'emboutissage des pièces.

Les propriétés mécaniques des aciers IF vont être étroitement liées au type de stabilisation, c'est-à-dire liées à la nature, à la distribution en tailles et à la fraction volumique des précipités présents dans le matériau. Trois voies chimiques de fixation (dites voies de stabilisation) du carbone et de l'azote sont utilisées : addition de titane, addition de niobium ou addition de titane et de niobium. De plus, un excès limité des éléments carburigènes et/ou nitrurigènes s'avère aussi favorable en terme d'aptitude à l'emboutissage.

Le tableau 1.1 donne des exemples de compositions chimiques d'aciers IF.

Tableau 1. 1 – Exemples de compositions chimiques d'aciers IF au titane et au titane-niobium (composition massique en ppm)^[6].

Table 1. 1 - Examples of chemical composition of titanium and titanium-niobium IF steels (composition in mass ppm)^[6].

Steel	C	Mn	P	S	Al	Ti	Nb	N	Cu	Fe
Ti-IF	26	1400	70	40	480	750	/	30	75	Bal.
Ti-Nb-IF	38	1200	44	75	120	140	260	32	70	Bal.

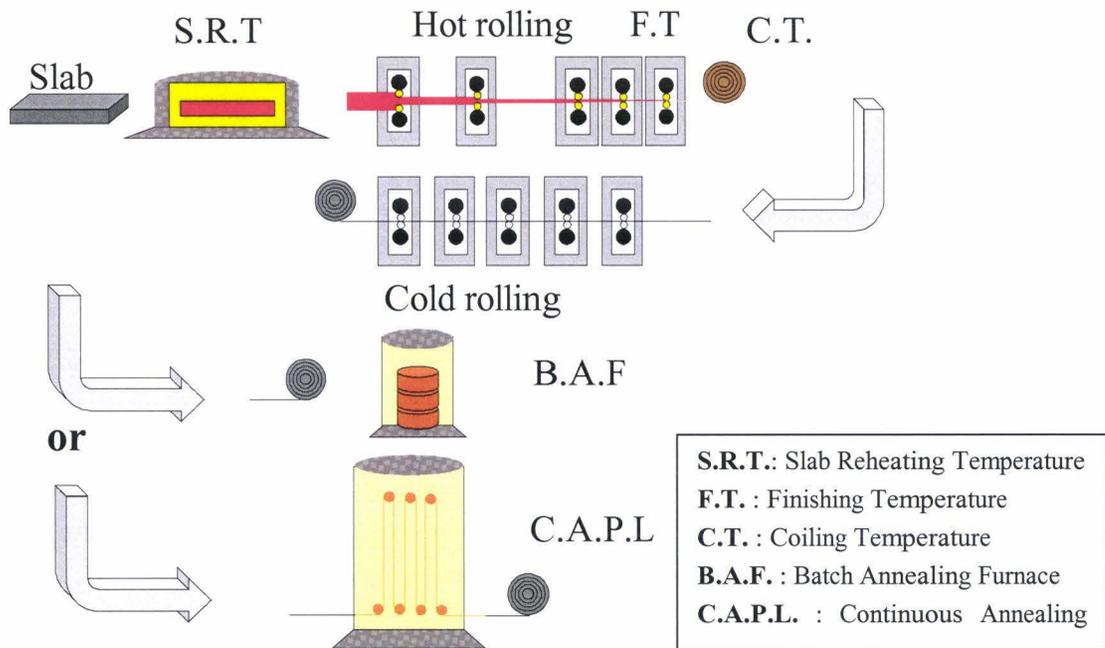


Figure 1.1 – Procédé de fabrication des bobines d'acier IF^[1].

Figure 1.1 – Fabrication process of IF steel coils^[1].

1.3. Propriétés d'emploi des aciers IF

Le principal but de la R&D pour les aciers IF est l'amélioration de la formabilité et tout spécialement l'amélioration de l'aptitude à l'emboutissage profond. L'optimisation de l'aptitude à l'emboutissage profond de l'acier passe par la recherche en terme de caractéristiques mécaniques :

- Une limite d'élasticité R_e la plus basse possible afin de réduire les contraintes de mise en forme,
- Un allongement uniforme A_u le plus élevé possible,
- Un coefficient d'anisotropie r le plus grand possible,
- Un coefficient d'écroutissage n le plus grand possible afin d'obtenir une consolidation importante en cours de mise en forme et de mieux répartir les déformations au cours de l'emboutissage.

L'attention de la R&D s'est principalement portée sur les trois premières caractéristiques mécaniques, c'est-à-dire R_e , A_u et r .

Les propriétés mécaniques des aciers IF vont varier avec les paramètres thermomécaniques utilisés lors du procédé de mise en forme des bobines (voir figure 1.1). Un exemple de propriétés mécaniques obtenues pour un acier IF en changeant le type de recuit est présenté dans le tableau 1.2.

Tableau 1. 2 – Exemples de propriétés mécaniques pour des aciers Ti-IF^[6].

Table 1. 2 – Example of mechanical properties of Ti-IF steels^[6].

Steels (annealing treatment)	R_e (MPa)	R_m (MPa)	A_u (%)	r_{90}	n_{90}
Ti-IF (continuous annealed)	138	307	43.0	2.24	0.250
Ti-IF (batch annealed)	124	302	44.2	2.48	0.260

Par conséquent, plusieurs qualités d'aciers IF vont pouvoir voir le jour en fonction de leur aptitude à l'emboutissage caractérisée par leurs propriétés mécaniques. Un exemple des qualités utilisées dans l'industrie automobile chinoise^[7] est résumé dans le tableau suivant.

Tableau 1. 3 – Les différentes qualités d'aciers IF et leur application.

Table 1. 3 – The different grades for IF steels and their application.

Grades	Steels	Parts
DDQ (Deep Drawing Quality)	Ti-IF	Inside door panel, fuel tank
EDDQ (Extra Deep Drawing Quality)	Ti-Nb-IF	Oil pan, outside quarter panel
SEDDQ (Super-Extra Deep drawing Quality)	Ti-Nb-IF	

2. COEFFICIENT D'ECROUISSAGE DANS LES ACIERS

2.1. Introduction et définition du coefficient d'écaillage

2.1.1. Essai de traction uniaxial

L'aptitude d'une tôle mince à l'emboutissage peut être appréciée à partir des caractéristiques déduites d'un essai de traction. Le test de traction uniaxiale est l'essai le plus couramment utilisé pour caractériser les propriétés mécaniques d'un matériau.

L'intérêt de cet essai tient en deux points principaux^[6] :

- La simplicité de son principe et de sa mise en oeuvre qui se prête bien, notamment, à une automatisation complète,
- L'extrême richesse des informations qu'il permet d'obtenir, moyennant un dépouillement poussé et soigné des courbes de traction.

Dans son principe, l'essai de traction consiste à exercer sur une éprouvette plate (pour les produits plats) de l'acier étudié une déformation croissante dans la direction de plus grand élanement jusqu'à rupture de l'éprouvette. La déformation est imposée à l'aide d'une machine de traction : l'éprouvette (fig. 1.2) est dotée à ses extrémités de têtes qui permettent de l'amarrer par l'intermédiaire de mors auto-serrants sur les deux traverses de la machine de traction, dont l'écartement progressif provoque la déformation (fig. 1.2). Durant l'essai, l'évolution de la force nécessaire pour déformer l'éprouvette est mesurée, force qui caractérise la résistance unidirectionnelle du matériau, à la déformation. La force mesurée est reportée en fonction de l'allongement de l'éprouvette, obtenant ainsi la courbe expérimentale de traction.



Figure 1. 2 – Machine de traction et éprouvette de traction A_{80} .

Figure 1. 2 – Tensile test machine and A_{80} tensile test specimen.

2.1.2. Courbes de traction

2.1.2.1. Courbe de traction conventionnelle

La figure 1.3 représente la courbe de traction conventionnelle. En abscisses, la déformation est reportée en pour-cent.

$$e \% = 100 \frac{\Delta l}{l_0} = 100 \left(\frac{l}{l_0} - 1 \right) \quad (1.1)$$

Où l_0 est la longueur utile entre les repères, l sa longueur sous charge, et en ordonnées, la contrainte, c'est-à-dire le quotient de la charge par la section initiale A_0 donné par :

$$s = \frac{F}{A_0} \quad (1.2)$$

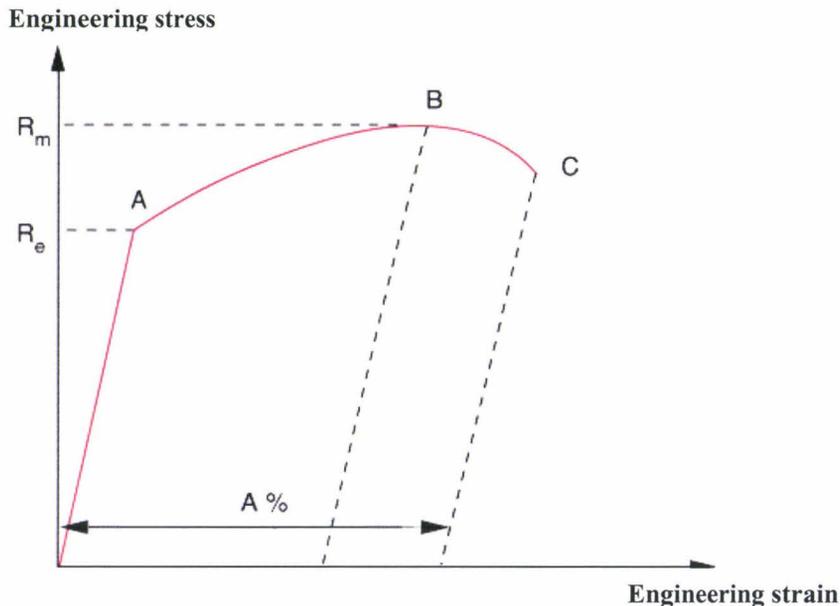


Figure 1.3 – Courbe conventionnelle de traction^[6].

Figure 1.3 – Engineering stress-strain curve^[6].

Les caractéristiques classiques de traction du matériau étudié sont ainsi obtenues à partir de la courbe conventionnelle. Ces caractéristiques, qui sont exhaustivement définies, pour les matériaux métalliques, dans la norme européenne NF EN 100021, se déduisent de l'allure générale de la courbe de traction (fig. 1.3). La contrainte augmente d'abord rapidement, ce qui correspond au domaine élastique où la déformation est réversible et proportionnelle à la contrainte selon la loi de Hooke. Ce domaine ne représente que quelques dixièmes de pour-cent en déformation. La courbe présente ensuite un vaste domaine où la déformation, de type plastique, est irréversible. Elle passe par un maximum qui correspond à l'apparition de la striction : la déformation n'est plus homogène sur toute la longueur de la base mais se localise

dans une section droite de l'éprouvette. Enfin, la courbe décroît jusqu'à la rupture de l'éprouvette dans la section droite de striction.

Les principales caractéristiques classiques sont les suivantes^[6] :

- La limite apparente d'élasticité " R_e ", valeur de la contrainte qui délimite le domaine élastique du domaine plastique où commence la déformation irréversible (point A, fig. 1.3). La valeur la plus communément retenue est la limite conventionnelle d'élasticité $R_{p0.2}$ qui est la valeur de la contrainte pour une déformation conventionnelle de 0.2 pour cent (en %),
- La résistance à la traction " R_m ", charge unitaire correspondant à la charge maximale atteinte durant l'essai (point B, fig. 1.3),

Remarque : R_e et R_m caractérisent la résistance mécanique du matériau.

- La déformation conventionnelle après rupture appelée allongement à rupture et notée " A_{80} " pour des éprouvettes plates dont la longueur initiale entre repères est de 80 millimètres (point C, figure 1.3),
- La déformation conventionnelle sous contrainte maximale appelée allongement homogène " A_u " (point B, figure 1.3),
- Le coefficient de striction " Z ", réduction en % de section de l'éprouvette rompue, soit, en notant S_u la section minimale après rupture :

$$Z = 100 \frac{S_0 - S_u}{S_0} \quad (1.3)$$

Remarque : A_u , A_{80} et Z caractérisent la ductilité du matériau.

- Le coefficient d'anisotropie r car les métaux ne se déforment pas de façon homogène et isotrope. Il est défini par $r = \frac{\epsilon_2}{\epsilon_3}$ où ϵ_2 et ϵ_3 sont respectivement les déformations rationnelles en largeur et en épaisseur pendant l'essai de traction.

2.1.2.2. Courbe de traction rationnelle

La courbe de traction conventionnelle ne tient pas compte de la diminution de la section de l'éprouvette au cours de sa déformation par conséquent l'interprétation de ce type de graphique est limitée car les grandeurs retenues présentent l'inconvénient de ne pas avoir de signification physique précise. C'est pour cela que la courbe rationnelle qui prend en compte l'évolution de la section en cours de déformation est habituellement utilisée. La

contrainte vraie est reportée en ordonnées et la déformation vraie en abscisses (voir figure 1.4). La contrainte vraie est donnée par :

$$s = \frac{F}{A_i} \quad (1.4)$$

où A_i est la section instantanée.

La déformation vraie est donnée par :

$$\varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln(1 + e) \quad (1.5)$$

Remarque : 1.4 et 1.5 sont calculables jusqu'à la striction.

La contrainte vraie est particulièrement utile pour le design des pièces embouties car les contraintes vraies sont additives contrairement aux contraintes conventionnelles.

La courbe présente l'allure générale décrite sur la figure 1.4. A la différence de la courbe conventionnelle, elle est continûment croissante. Le domaine élastique est semblable à celui de la courbe classique car les déformations élastiques sont très faibles. La courbe présente ensuite une courbure jusqu'au point B qui correspond à la charge maximale et à l'apparition de la striction, puis une inversion de concavité jusqu'au point C où se produit la rupture. Dans ce dernier domaine, la striction conduit à un effet de concentration de contraintes dans la section minimale où l'état de contraintes ne peut plus être considéré comme uniaxial.

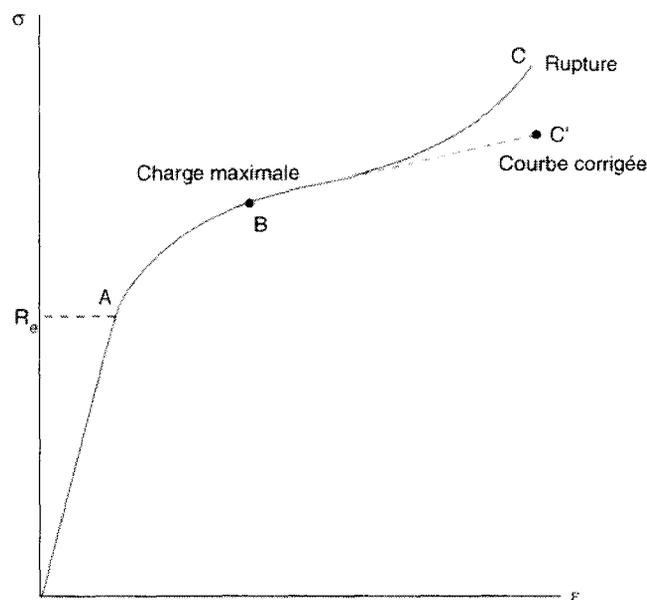


Figure 1. 4 – Courbe rationnelle de traction^[6].

Figure 1. 4 – True stress-strain curve^[6].

2.1.3. Equation de la courbe rationnelle : définition du coefficient d'érouissage

Dans son domaine plastique (entre les points A et B de la figure 1.4), la courbe rationnelle de traction décrit l'érouissage homogène de l'acier sous sollicitation uniaxiale. La littérature présente de nombreuses équations constitutives, parfois même très complexes et sans réelle signification physique, qui reproduisent le domaine plastique des courbes rationnelles de traction. L'expression la plus utilisée est de la forme ^[8] :

$$\sigma = K\varepsilon^n \text{ ou bien } \sigma = \sigma_p + K\varepsilon^{n'} \quad (1.6 \text{ a et b})$$

Où

- σ et ε sont la contrainte vraie et la déformation vraie,
- σ_p n'est pas rigoureusement la limite d'élasticité mais la contrainte vraie au départ de la déformation plastique,
- K est appelé coefficient de force et correspond à la valeur de la contrainte vraie pour une déformation vraie égale à 1,
- n ou n' est le coefficient d'érouissage (ou de consolidation), encore appelé valeur- n .

Le coefficient d'érouissage " n " est calculé selon la norme ISO 10275 (voir annexe 1) pour un nombre fixé de points ' N ' répartis selon une progression géométrique et, pris dans la partie de la courbe de traction monotone et continue entre deux niveaux de déformation dans le domaine plastique. Le coefficient d'érouissage est donné par

$$n = \frac{N \sum_{i=1}^N (\log \varepsilon_i \log \sigma_i) - (\sum_{i=1}^N \log \varepsilon_i \sum_{i=1}^N \log \sigma_i)}{N (\sum_{i=1}^N \log \varepsilon_i)^2 - (\sum_{i=1}^N \log \varepsilon_i)^2} \quad (1.7 \text{ a})$$

Le coefficient d'érouissage instantané est défini par :

$$n_i = \left(\frac{\varepsilon_i}{\sigma_i} \right) \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right)_i \quad (1.7 \text{ b})$$

2.1.4. Analyse fine de la courbe de traction

La connaissance de la forme exacte de toute la courbe de traction donne des renseignements très précieux sur le phénomène d'écroutissage et les modifications de structure qui l'accompagnent. Il est toujours très intéressant de voir comme ce fût le cas dans le paragraphe précédent si une courbe expérimentale peut être représentée sur toute sa longueur par une formule simple et générale. Pour cela, la partie correspondant au domaine plastique de la courbe de traction est tracée en coordonnées logarithmiques.

2.1.4.1. Courbe de traction en coordonnées logarithmiques

Si la partie correspondant au domaine plastique des courbes de traction peut être représentée par des relations de type Hollomon ou Ludwik, alors en reportant sur un diagramme le logarithme de la contrainte en fonction du logarithme de la déformation, les points obtenus s'alignent sur une droite de pente n , valeur du coefficient d'écroutissage comme cela est illustré sur la figure 1.5.

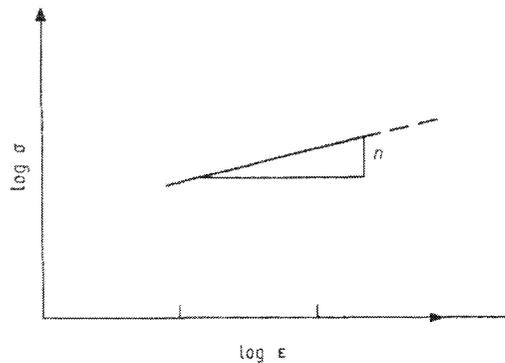


Figure 1.5 – Courbe représentant $\log \sigma$ en fonction de $\log \epsilon$.

Figure 1.5 – Log σ versus log ϵ curve.

2.1.4.2. Analyse par la méthode différentielle de Crussard-Jaoul

La méthode est basée sur l'utilisation de la formule de Ludwik (formule 1.6 b) :

$$\sigma = \sigma_p + K\epsilon^n$$

Crussard et Jaoul^[9] ont employé une méthode différentielle qui ne suppose pas la connaissance de σ_p . Les déformations vraies sont prises en progression géométrique, les

contraintes vraies correspondant à ces déformations sont mesurées. Ensuite les différences $\Delta\sigma_n = \sigma_{n+1} - \sigma_n$ sont calculées et le logarithme de $\Delta\sigma_n$ en fonction de ε_n est reporté sur un diagramme. La formule de Ludwik est vérifiée lorsque les points s'alignent sur une droite de pente n' . Le matériau est caractérisé par un "simple comportement en n ". Crussard et Jaoul^[10] ont montré que pour certains matériaux la totalité du domaine plastique d'une courbe de traction ne pouvait pas être représentée par une seule relation du type Ludwik. Deux relations de type Ludwik peuvent être alors utilisées pour couvrir la totalité du domaine plastique de la courbe de traction expérimentale. Le matériau est alors caractérisé par un "double comportement en n ".

2.1.5. Signification physique du coefficient d'érouissage

Si l'acier testé obéit à la loi empirique représentée par la relation d'Hollomon (formule 1.6 a), alors à la force maximale où $dF = 0$,

En écrivant,

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (1.8)$$

soit

$$dF = \sigma dA + A d\sigma = 0 \quad (1.9)$$

par conséquent

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = -\frac{dA}{A} \quad (1.10)$$

comme

$$-\frac{dA}{A} = \varepsilon \quad (1.11)$$

alors

$$\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_u = (\sigma)^n \quad (1.12)$$

qui constitue le critère d'instabilité de la déformation plastique.

Et, en utilisant la relation d'Hollomon (formule 1.6 a), à la striction :

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = nK\varepsilon^{n-1} = \sigma = K\varepsilon^n \quad (1.13)$$

soit

$$n = \varepsilon \quad (1.14)$$

En fait, ε est la déformation homogène notée ε_u .

Une propriété importante de l'équation d'Hollomon est l'égalité entre le coefficient d'érouissage n et la valeur de l'allongement homogène, comme celui-ci est difficile à mesurer avec précision directement sur la courbe de traction, le coefficient d'érouissage peut être utilisé pour apprécier cet allongement qui caractérise la ductilité de l'acier et l'aptitude à répartir la déformation de façon homogène.

En effectuant le même type d'analyse que précédemment à partir de la relation de Ludwik (formule 1.6 b) :

$$\sigma = \sigma_p + K\varepsilon^n$$

cela donne :

$$n' = \varepsilon_u \frac{\sigma_u}{(\sigma_u - \sigma_p)} \quad (1.15)$$

qui diffère de la relation précédente par la contribution du terme σ_p .

Par conséquent le coefficient d'érouissage n est une mesure directe de la capacité d'un acier à se déformer de façon homogène, ce qui est particulièrement important dans les opérations d'emboutissage.

2.2. Relation entre le coefficient d'érouissage et l'aptitude à l'emboutissage des tôles minces

L'intérêt porté à la valeur du coefficient d'érouissage provient du fait qu'elle est largement utilisée pour caractériser l'aptitude à l'emboutissage des aciers puisque comme cela a été montré précédemment, le coefficient d'érouissage est relié à la valeur de la déformation homogène du matériau (relations 1.14 et 1.15). Cette partie n'a pas pour but de présenter en détails l'emboutissage des tôles minces (le lecteur pourra se reporter aux ouvrages spécialisés) mais de rappeler simplement et clairement le lien existant entre le coefficient d'érouissage et l'aptitude à l'emboutissage des tôles minces.

2.2.1. Description simplifiée de l'emboutissage

L'emboutissage^[6] consiste à transformer une tôle fine plane en une surface non développable. Il concerne l'ensemble des opérations de formage des pièces à surfaces non développables. Il est généralement réalisé au moyen de presses mécaniques ou hydrauliques. La réussite de l'embouti dépend de trois facteurs qui ne sont pas indépendants les uns des autres.

Ce sont :

- Les caractéristiques de la tôle,
- La forme des outils,
- La lubrification.

L'outil d'emboutissage à la presse se compose de trois éléments principaux : le poinçon et la matrice, qui délimitent respectivement les contours intérieur et extérieur de la pièce, et le serre-flan qui, en pressant le métal contre la matrice, évite son plissement et contrôle son écoulement le long du poinçon (Figure 1.6).

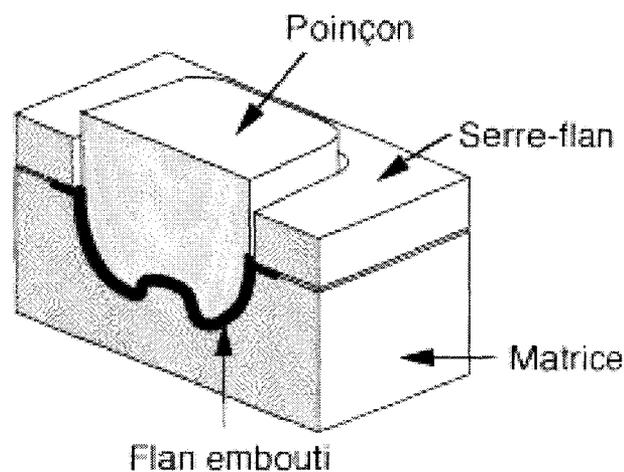


Figure 1.6 – Schéma d'un outil d'emboutissage^[6].

Figure 1.6 – Schematic diagram of a deep-drawing tool^[6].

Les deux principales méthodes de formage sont classées selon le mode d'action du serre-flan :

- L'expansion lorsque le métal situé entre la matrice et le serre-flan est bloqué,
- Le rétreint lorsqu'il s'écoule pour alimenter la hauteur de la pièce.

L'emboutissage d'une pièce métallique peut donc se définir comme la dualité entre deux modes de sollicitations : l'expansion et le rétreint.

2.2.2. Appréciation des caractéristiques d'emboutissabilité des tôles minces

Il est nécessaire de connaître quelles caractéristiques des aciers sont en relation avec l'emboutissabilité afin de savoir si les caractéristiques d'une tôle mince sont suffisantes pour réussir une pièce emboutie.

L'analyse théorique et expérimentale d'essais simulatifs^[11] (essai de coupelle à fond plat et essai biaxiale Jovignot) en supposant une loi d'écroutissement de type Hollomon (voir § 2.1.3) a permis de mettre en évidence l'importance pour l'emboutissabilité, en dehors des caractéristiques mécaniques classiques (limite d'élasticité, résistance à la traction), du coefficient d'écroutissement n et du coefficient d'anisotropie r .

D'une part, l'analyse théorique et expérimentale de l'essai de coupelle à fond plat a mis en évidence le rôle très important du coefficient d'anisotropie r comme critère d'emboutissabilité pour les déformations en rétreint et la faible importance pour ces déformations du coefficient d'écroutissement n .

D'autre part, l'analyse théorique et expérimentale de l'essai biaxiale Jovignot, essai dans lequel prédominent les déformations en expansion, a mis en évidence l'importance, pour ces déformations, du coefficient d'écroutissement n , et la faible importance pour ces déformations, du coefficient d'anisotropie r .

Par conséquent, l'utilisation d'emboutis de forme simple a donc permis de déterminer le comportement de l'acier dans un cas simple de déformation et de mettre en évidence le rôle de deux paramètres importants :

- Le coefficient d'anisotropie r ,
- Le coefficient d'écroutissement n .

De nombreuses études ont montré qu'il existe une relation sérieuse entre le coefficient d'écroutissement n et la capacité d'expansion mesurée. Malgré cela, une erreur communément faite consiste à comparer l'allongement mesuré sur une pièce avec celui donné par un essai de traction. Les chances pour que cette comparaison soit valable sont dérisoires; il faudrait en effet que :

- Le mode de déformation soit le même, c'est-à-dire la tension uniaxiale,
- La base de mesure soit identique (en général 80 mm pour l'essai de traction),
- Les déformations soient homogènes sur toute cette base de mesure.

Mais il est largement admis qu'il faut privilégier un acier à coefficient n élevé (coefficient mesuré à partir d'un essai de traction uniaxial) pour optimiser son aptitude à l'emboutissage. C'est cette propriété reliant la valeur du coefficient d'écroutissement à l'aptitude à l'emboutissage qui intéresse la présente étude. Par conséquent, il est important de connaître l'influence des paramètres microstructuraux du matériau (composition chimique, taille de grains, état de précipitation, etc.) sur la valeur du coefficient d'écroutissement. Le but est d'atteindre la valeur de n la plus élevée, l'augmentation du coefficient d'écroutissement se traduisant par un gain de ductilité uniforme.

2.3. Influence de la microstructure sur le coefficient d'érouissage des aciers ultra bas carbone (ULC steels) et des aciers sans interstitiels (IF steels)

Tous les paramètres qui vont influencer l'érouissage de l'acier pendant sa déformation vont avoir aussi une influence sur la valeur du coefficient d'érouissage. Cette partie donne une vue d'ensemble de l'état actuel des connaissances de l'influence des différents paramètres microstructuraux (composition chimique, taille de grains ...) sur la valeur du coefficient d'érouissage n des aciers ULC et IF.

2.3.1. Influence de la composition chimique

L'étude de l'influence de la composition chimique sur la valeur du coefficient d'érouissage n n'entre pas dans le cadre de cette étude puisque la composition chimique du matériau étudié est fixée au départ de l'étude. Mais il faut noter que selon les relations 1.14 et 1.15, la valeur du coefficient d'érouissage va varier avec la composition chimique du matériau de la même façon que vont varier l'allongement homogène et la déformation totale avec la composition chimique. Par exemple, la figure 1.7 montre l'effet du niobium, du titane et du niobium-titane sur la valeur de la déformation totale pour deux valeurs différentes de la température de bobinage (600°C et 620°C). Par conséquent, compte tenu des relations 1.14 et 1.15, un effet similaire doit être observé sur la valeur du coefficient d'érouissage.

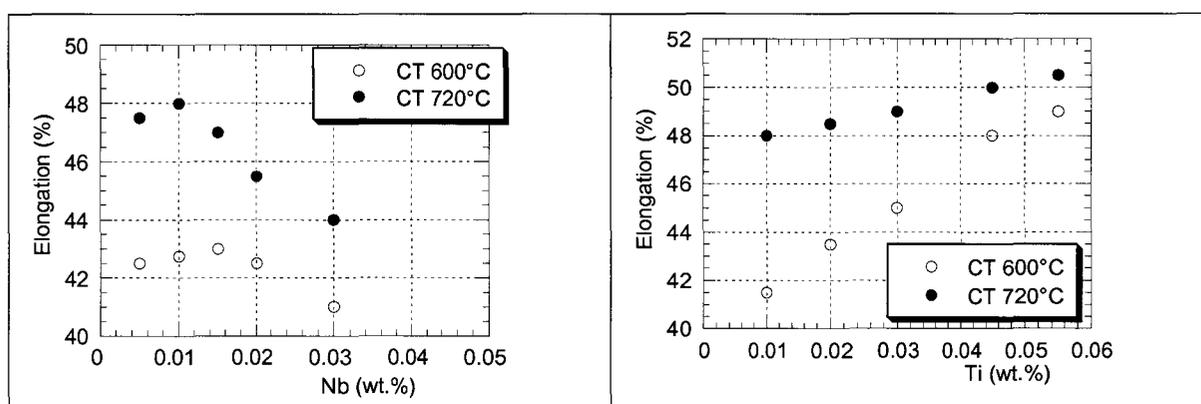


Figure 1.7 – Effets de Nb et Ti sur la déformation totale des aciers Nb-IF (a) et Ti-IF (b) avec 25-30 ppm de carbone^[2].

Figure 1.7 – Effects of Nb and Ti contents on the total elongation of Nb-IF (a) and Ti-IF (b) steels with 25-30 ppm of carbon^[2].

Les autres éléments d'impuretés vont également influencer la valeur de la déformation totale et de l'allongement homogène. La valeur de la déformation totale augmente avec la diminution de la quantité de cuivre, de nickel, d'étain, de chrome (figure 1.8 (a)) ou de phosphore et de manganèse (figure 1.8 (b)).

Une diminution combinée de la teneur en carbone et de la quantité des éléments d'impuretés va entraîner une augmentation de la valeur de la déformation totale (et de l'allongement homogène) comme le montre le graphique de la figure 1.8 (b).

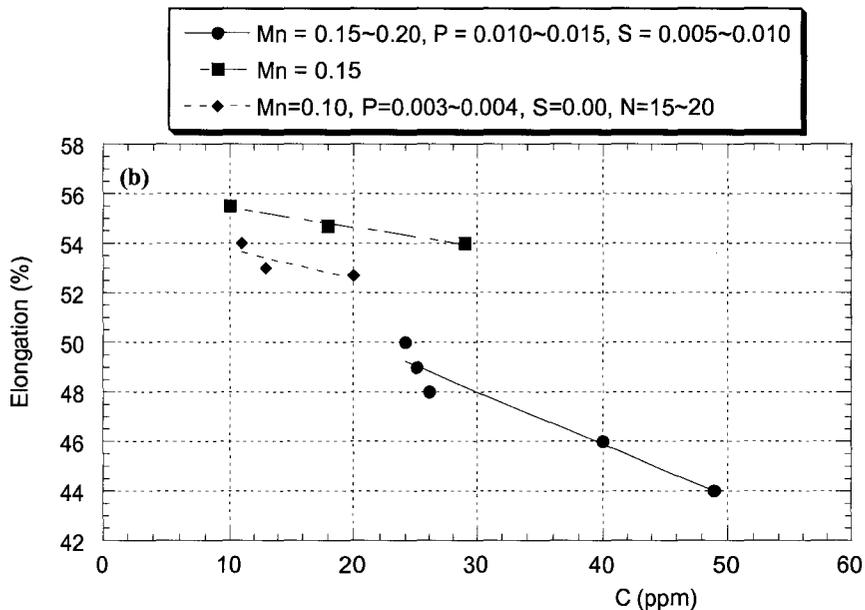
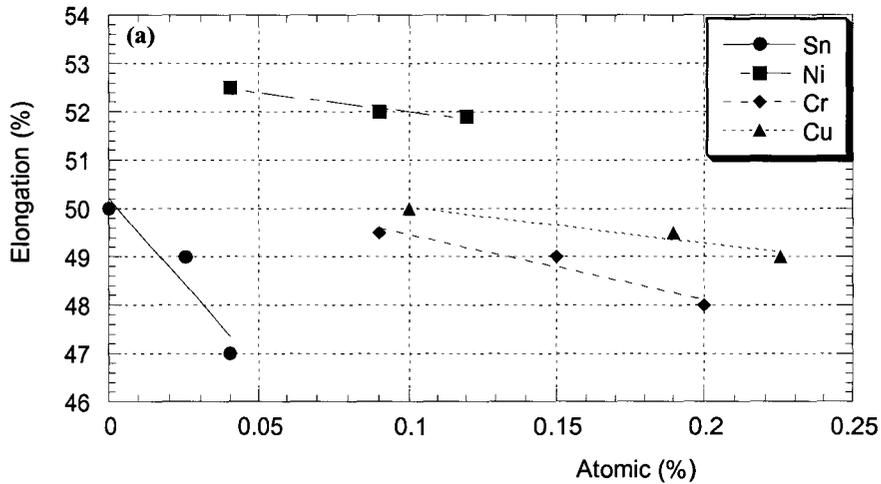


Figure 1.8 – Effets des impuretés sur la déformation totale des aciers plats^[2].

Figure 1.8 – Effect of impurities on the total elongation of steel sheets^[2].

2.3.2. Effet de la taille de grains sur les propriétés mécaniques et sur le coefficient d'écroutissage des aciers ULC et IF

Les différents travaux effectués jusqu'ici sur l'effet de la taille de grains sur le coefficient d'écroutissage qui sont résumés sur les graphes (a), (b) et (c) de la figure 1.9 suivante ne montrent pas une convergence unanime des résultats.

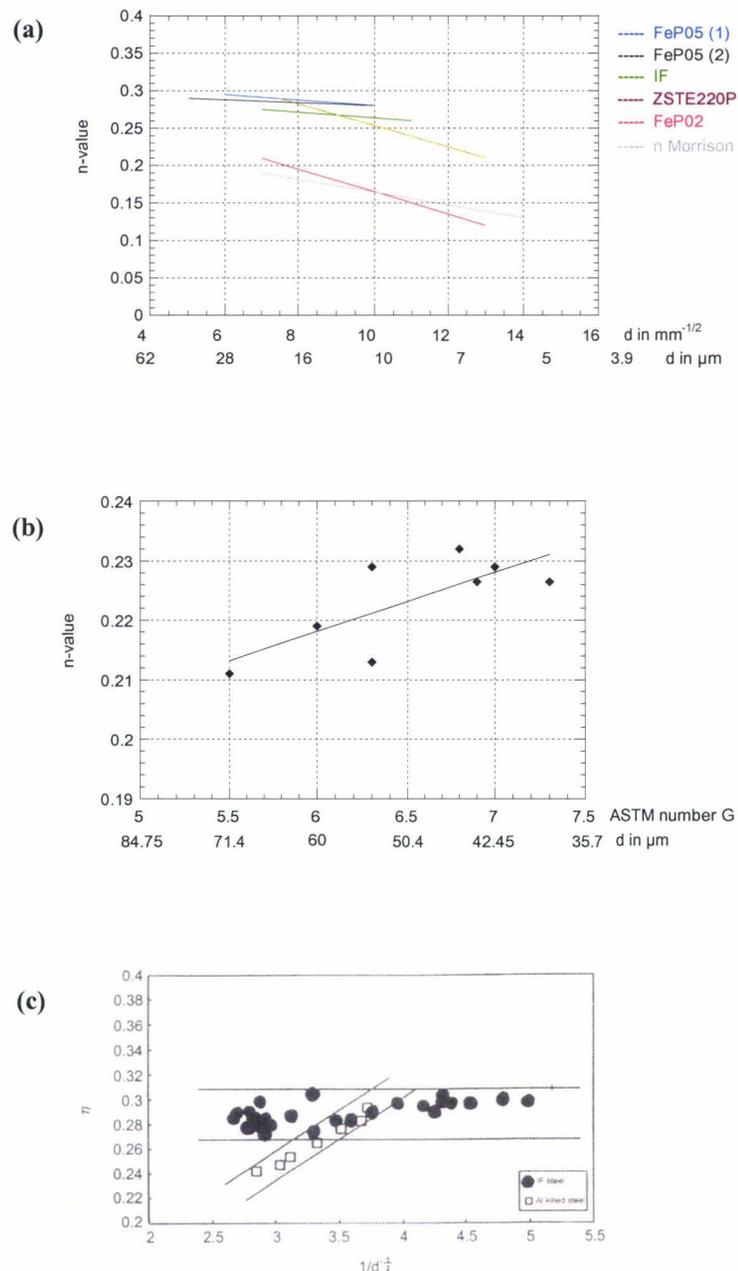


Figure 1.9 – Exemple d'évolution contraire de n avec la taille de grains. ^[13, 14]

Figure 1.9 – Examples of opposite evolution of n -value as a function of the grain size ^[13, 14].

Une grande partie du travail concernant l'effet de la taille de grains sur la valeur- n pour des aciers bas carbone (teneur massique en carbone entre 100-400 ppm) a été conduite par Morrison^[12]. L'analyse des données est faite à partir de l'utilisation des relations d'Hollomon et de Hall-Petch. Morrison fait la différence dans son analyse entre les échantillons qui présentent un comportement simple de n et ceux qui présentent un comportement double de n (voir aussi § 2.1.4.1).

Morrison a ainsi montré dans les aciers bas carbone que :

- Pour des aciers présentant un comportement simple de n , la valeur du coefficient d'érouissage est reliée à la taille de grain d par la relation

$$n = \frac{5}{10 + d^{-1/2}} \text{ où } d \text{ est exprimée en millimètres.} \quad (1.16)$$

et cela quelle que soit la teneur en carbone,

- Pour des aciers présentant un double comportement en n (indices b et c sur la figure 1.10), chacune des portions du domaine plastique de la courbe peut être décrite par une relation de type Hollomon.

$$\sigma = k_b \varepsilon^{n_b} \quad (1.17)$$

$$\sigma = k_c \varepsilon^{n_c} \quad (1.18)$$

Morrison^[12] rapporte que pour les aciers bas carbone présentant un comportement double de n , le coefficient d'érouissage n_c est approximativement constant. Pour des teneurs en carbone ≥ 0.09 pds %, $n_b = n_a$ (voir figure 1.9). Pour des teneurs en carbone < 0.05 pds % la taille de grains n'a pas d'influence sur n_b . Donc selon les résultats de Morrison, les aciers IF dont la teneur en carbone est largement inférieure à 0.05 pds% (de l'ordre de quelques ppm), la valeur du coefficient d'érouissage ne devrait pas dépendre de la taille de grains.

Ces différents résultats montrent que les études menées jusqu'à présent ne permettent pas d'arriver à un consensus sur l'effet de la taille de grains sur le coefficient d'érouissage dans les aciers IF. De plus, les études ne donnent que très rarement une explication physique des phénomènes rencontrés et ne tentent pas d'isoler l'effet de la taille de grains des autres effets (précipitation, texture ...). Par conséquent, un des buts de la présente étude sera d'essayer de distinguer les différentes contributions, c'est-à-dire la contribution des joints de grains et celle des autres paramètres microstructuraux.

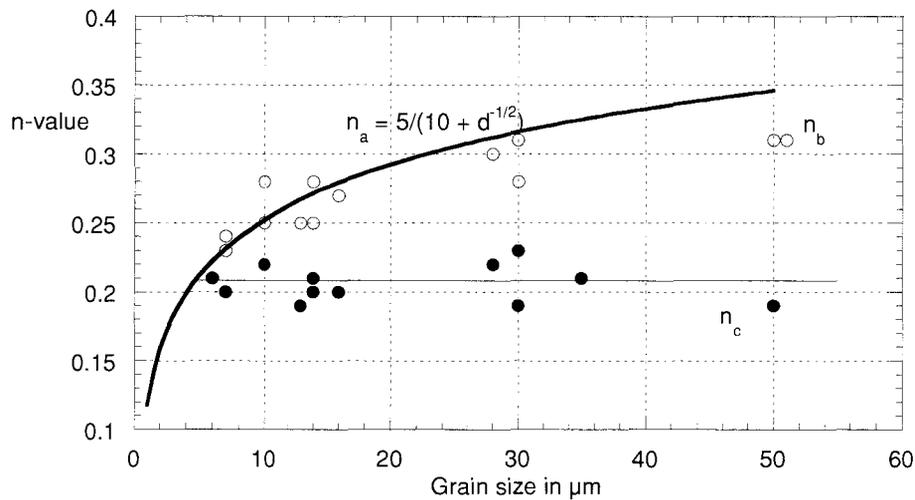


Figure 1.10 – Relation entre n et la taille de grains dans les aciers dont la teneur en carbone va de 0.09% à 0.20%^[12].

Figure 1.10 – Relationship between n and grain size for steels of 0.09% to 0.20% C^[12].

2.4. Influence de la température et de la vitesse de déformation sur le coefficient d'érouissage

Le comportement d'érouissage des aciers variant avec la température, le coefficient d'érouissage sera par conséquent aussi affecté par des changements de température. Monteiro^[15] a montré pour des aciers ferritiques que la valeur n augmente avec l'augmentation de la température au dessous de 25°C et que cette valeur décroît avec l'augmentation de la température au dessus de 25°C.

La vitesse de déformation joue aussi un rôle important sur la valeur du coefficient d'érouissage. En effet, plus la vitesse de déformation est élevée et plus la valeur n diminue. Plusieurs auteurs ont montré cette diminution de la valeur n avec l'augmentation de la vitesse de déformation, par exemple sur la figure 1.11 la pente des courbes de traction pour les aciers bas carbone montre un léger changement avec une variation de la vitesse de déformation.

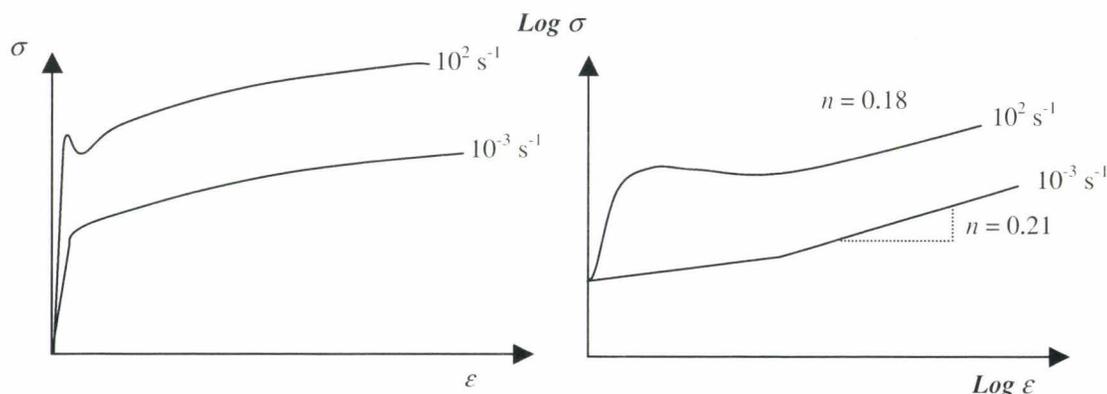


Figure 1.11 – Influence de la vitesse de déformation sur les courbes de traction et la valeur du coefficient d'écrouissage n (aciers bas carbone)^[16].

Figure 1.11 – Influence of the strain rate on the true stress-strain curves and on the value of the strain-hardening coefficient n (low carbon steels)^[16].

3. ECROUISSAGE DES ACIERS

La compréhension du comportement d'écrouissage des aciers en tant que polycristaux est importante car c'est leur capacité d'écrouissage, dont le coefficient d'écrouissage n est une mesure, qui gouverne leur formabilité. Nous allons maintenant donner une vue générale des phénomènes d'écrouissage dans les aciers ferritiques, principalement liés au comportement collectif des dislocations.

3.1. Durcissement d'écrouissage dans les aciers

3.1.1. Description de l'état mécanique du matériau

En premier lieu, la contrainte d'écoulement doit être considérée afin de comprendre l'écrouissage. Selon Hart^[17], la contrainte d'écoulement des métaux est une fonction de la température T , de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et d'un paramètre S , qui caractérise la structure mécanique du matériau :

$$\sigma = \sigma(T, \dot{\epsilon}, S) \quad (1.19)$$

Le paramètre de structure S correspond à une certaine configuration des structures de dislocations et détermine l'état mécanique du matériau. Ce paramètre S est la densité totale de dislocations ρ mais la configuration des structures de dislocations doit être prise en compte lors de l'analyse des phénomènes d'écrouissage. Il est important de remarquer qu'il diffère de la

microstructure, terme qui décrit l'état métallurgique du matériau (composition chimique, taille de grains, état de précipitation, ...)

La densité totale de dislocations est une fonction de l'accumulation de déformation :

$$\rho = \rho(\varepsilon, T, \dot{\varepsilon}) \quad (1.20)$$

Par conséquent, l'histoire entière du matériau, par exemple le traitement thermique et la prédéformation, peut être résumée par la densité de dislocations. Le comportement en écrouissage du matériau est déterminé par l'évolution de structure par l'équation 1.19 via l'équation 1.20.

3.1.2. Relation entre la contrainte d'écoulement/limite d'élasticité et la densité de dislocations

Au cours de la déformation, les dislocations se déplacent, s'annihilent, se multiplient, s'accumulent et s'organisent en sous-structures de dislocations. Taylor^[18] a montré que la contrainte nécessaire pour déplacer des lignes de dislocations est inversement proportionnelle à la distance l entre les dislocations.

$$\tau = \frac{c}{l} = c\sqrt{\rho} \quad (1.21)$$

Où

- c est une constante,
- l la distance entre les dislocations,
- ρ la densité totale de dislocations.

La relation 1.21 est une des relations de base des théories de la déformation plastique. La contrainte appliquée donne lieu à la formation rapide d'un grand nombre de dislocations qui migrent vers des positions d'équilibre causant de la déformation plastique macroscopique. Pour un polycristal, la contrainte d'écoulement peut s'écrire en fonction de la densité totale de dislocations comme :

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha M G b \sqrt{\rho} \quad (1.22)$$

Où

- σ_0 est la contrainte de "friction",
- $\alpha M G b \sqrt{\rho}$ est l'amplitude de la contrainte de Frank-Read nécessaire pour courber les lignes de dislocations utiles à la déformation plastique.

La contrainte de friction " σ_o " qui apparaît dans l'équation précédente est la contrainte en dessous de laquelle une dislocation ne peut pas se déplacer. Cette contrainte ne doit pas être confondue avec la limite d'élasticité qui peut s'écrire à partir de la relation précédente comme:

$$\sigma_{R_{F0.2}} = \sigma_o + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F0.2}} \quad (1.23)$$

Où

- $\alpha M G b \sqrt{\rho_{F0.2}}$ est la contribution des dislocations de la forêt à la limite d'élasticité,
- $\rho_{F0.2}$ est la densité de dislocations de la forêt pour une déformation de 0.2 pour cent.

L'utilisation de la Microscopie Electronique en Transmission, qui a largement contribué à l'étude des phénomènes de plasticité et des dislocations, a permis d'effectuer des mesures de densité de dislocations et ainsi de vérifier l'applicabilité des relations 1.22 et 1.23 pour les aciers bas carbone et ultra bas carbone.

La contrainte de friction " σ_o " décrit la contribution au durcissement des autres mécanismes de durcissement tels que la friction de réseau de Peierls, les atomes en solution solide, les particules de seconde phase et les joints de grains. Par conséquent, la relation 1.23 donnant la valeur de la limite d'élasticité peut donc se réécrire :

$$\sigma_{R_{F0.2}} = \overbrace{\sigma_P + \sigma_{SA} + \sigma_{PCT} + \sigma_{GB}}^{\sigma_o} + \sigma_{F0.2} \quad (1.24)$$

Où

- σ_P est la contrainte de Peierls,
- σ_{SA} est le durcissement par solution solide,
- σ_{PCT} est le durcissement dû aux précipités,
- σ_{GB} est le durcissement dû aux joints de grains,
- $\sigma_{F0.2}$ est le durcissement dû aux dislocations de la forêt.

La contrainte d'écoulement exprimée par la relation 1.24 peut être divisée en la somme d'une composante thermique appelée la contrainte effective (notée σ_{eff}) et d'une composante athermique appelée la contrainte interne (notée σ_i). La contrainte effective dépend des obstacles à courte distance (< à dix fois la distance atomique) parmi lesquels la friction de réseau, les atomes en solution solide. La contrainte interne dépend des obstacles à longue distance parmi lesquels se trouvent des gros obstacles tels que particules de seconde phase, les joints de grains et les dislocations. La relation 1.24 s'écrit :

$$\sigma_{R_{F0.2}} = \underbrace{\sigma_P + \sigma_{SA}}_{\text{Effective stress}} + \underbrace{\sigma_{PCT} + \sigma_{GB} + \sigma_{F0.2}}_{\text{Internal stress}}$$

(Thermal component) (Athermal component)

3.2. Analyse de l'érouissage à partir des courbes (θ , σ , ε)

L'analyse des courbes (θ , σ , ε) permet d'accéder à de nombreux renseignements sur le comportement mécanique des aciers. La description de l'érouissage^[19] peut se faire à partir de courbes portant en ordonnées le taux d'érouissage $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ et en abscisses, soit la contrainte soit la déformation.

3.2.1. Analyse des courbes (θ , σ) : la théorie de l'érouissage

L'évolution de la densité de dislocations peut donc être exprimée comme une fonction de la contrainte d'écoulement. Il est donc naturel de décrire l'érouissage par une courbe portant en ordonnées le taux d'érouissage $d\sigma/d\varepsilon$ et en abscisses la contrainte σ . L'interprétation des courbes (θ, σ) est à l'origine de la théorie de l'érouissage des aciers. En général ces courbes exhibent différents stades dont l'extension et la forme dépendent du matériau testé et dans une même famille de matériaux des variations de la microstructure.

3.2.1.1. Différents stades de la théorie de l'érouissage

Il existe quatre stades d'érouissage (stade I, stade II, stade III et stade IV) correspondant à des microstructures différentes au niveau des dislocations. La figure 1.12 présente une schématisation des différents stades d'érouissage des monocristaux. Le stade III est celui qui va nous intéresser dans cette étude. Dans ce stade, le taux d'érouissage décroît linéairement avec la contrainte comme le montre la figure 1.12.

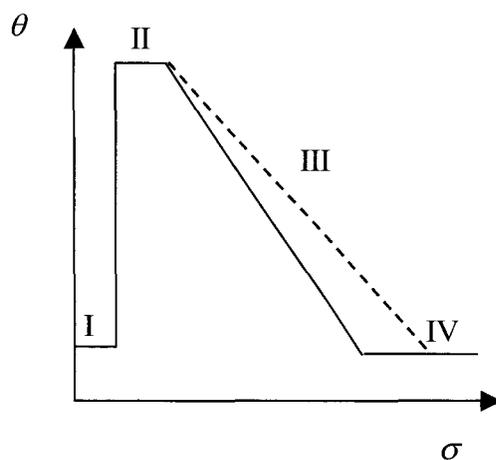


Figure 1.12 – Schéma des différents stades d'érouissage^[19].

Figure 1.12 – Schematic draw of the different work-hardening stages^[19].

3.2.1.2. Stades I et II de la théorie d'écroutissage

Le stade I est un stade de glissement facile observé uniquement dans les monocristaux orientés pour le glissement simple. Du point de vue microstructural le phénomène dominant est l'accumulation de petites boucles et de dipôles de dislocations.

Le stade II résulte de l'action de plusieurs systèmes de glissement. Du point de vue microstructural il y a des formations de jonctions et des accumulations de dislocations devenues immobiles. C'est le mécanisme dominant d'accumulation des dislocations par interaction aléatoire qui se met en place dans ce stade.

3.2.1.3. Stade III de la théorie d'écroutissage : comportement collectif des dislocations

En 1934, Taylor^[19] expliqua dans sa théorie que la forme des courbes de traction était due à un rétrécissement de la distance séparant les dislocations alors que la distance moyenne de libre parcours des dislocations demeurerait constante. C'est à dire qu'à la fin du stade II, les cellules de dislocations cessent de rétrécir mettant fin au principe de similitude. Le principe de similitude caractérise le stade II et associe l'augmentation de contrainte à une diminution de la distance entre les dislocations. Mais à cette époque, les preuves que la taille des cellules de dislocations restait constante dans le stade III manquaient. Le passage du stade II au stade III est associé à l'augmentation de la mobilité des dislocations par l'apparition du glissement dévié. Ce stade est un stade de transition pendant lequel le principe de similitude ne s'applique pas pendant que le glissement dévié se met en place.

Dans le stade III, les structures de dislocations s'organisent en cellules. L'intérieur contient une faible densité de dislocations alors que les murs des cellules ont une densité de dislocations très importante. Les assemblages de dislocations ainsi formés sont associés à une désorientation cristallographique de part et d'autres des murs, signe que les vecteurs de Burgers « positifs » et « négatifs » ne sont pas équilibrés. Cette désorientation des cellules évolue au cours du stade III mais elle reste cependant de l'ordre de quelques degrés, ce qui implique que les murs de cellules contiennent de nombreuses dislocations de signe opposé (qualifiées de redondantes). Le stade III correspond à la mise en œuvre des mécanismes de restauration dynamique qui éliminent ces dislocations redondantes.

3.2.2. Analyse des courbes (θ , ε) : relation entre écroutissage et n

Les courbes (θ, ε) sont principalement utilisées pour décrire la relation entre l'écroutissage et la ductilité en traction^[20]. Sur un même graphe, l'évolution du taux d'écroutissage θ est reportée en fonction de la déformation vraie ε et la courbe de traction

rationnelle. L'écroûissage en cours de la déformation contrôle à la fois le niveau de contrainte et l'amplitude limite de la déformation uniforme. En particulier, la déformation uniforme est la valeur de la déformation pour laquelle l'instabilité plastique se produit, c'est à dire au départ de la striction. En effet, si le matériau étudié suit la loi d'Hollomon alors au point de striction (voir § 2.1.5 relation 1.12) :

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma \text{ quand } \varepsilon = \varepsilon_u$$

$\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ est ici le taux d'écroûissage exprimé en fonction de la déformation vraie et ε_u est la valeur de l'allongement homogène. Cette condition est illustrée sur la figure 1.13 où est représenté sur un même graphique l'évolution du taux d'écroûissage $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ et l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie. Le point d'intersection entre les deux courbes correspond à l'allongement homogène, c'est à dire à la valeur du coefficient d'écroûissage dans le cas où la relation d'Hollomon s'applique pour décrire le comportement en traction de l'acier.

La valeur de la contrainte au point d'intersection σ_u est donc la somme de deux contributions, la contrainte σ_y valeur de la limite d'élasticité et l'incrément de contrainte $\Delta\sigma$ dû à l'écroûissage.

$$\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{\varepsilon_u} = \sigma_y + \Delta\sigma(\varepsilon_u) \tag{1.25}$$

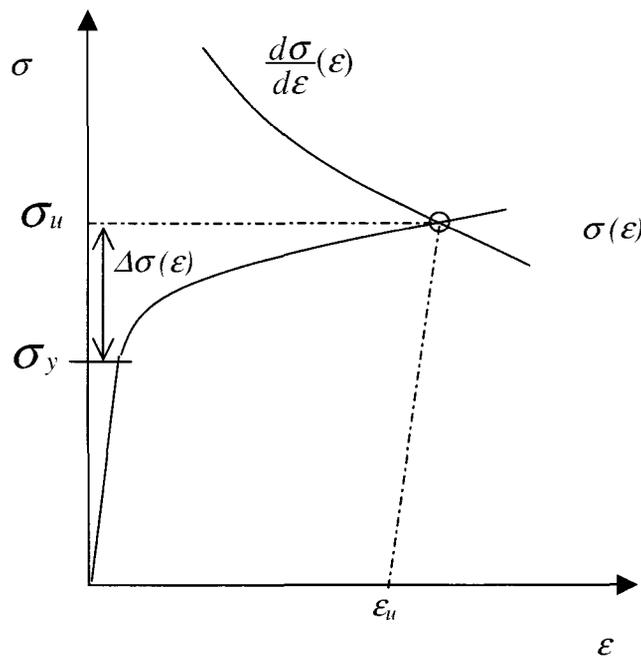


Figure 1.13 – Schéma représentant la condition d'instabilité^[20].

Figure 1.13 – Schematic diagram of the instability condition^[20].

Chacun des termes de droite de l'équation 1.25 peut varier avec la microstructure. Les courbes de la figure 1.14 illustrent la signification de la variation de chaque terme de l'équation 1.25.

Sur la Figure 1.14, deux échantillons (A et B) qui présentent la même évolution de $d\sigma/d\varepsilon$ mais qui diffèrent par leur limite d'élasticité ont une ductilité différente. Dans le cas où deux échantillons (A et C) ont la même limite d'élasticité mais diffèrent par leur comportement à l'écroutissage, la valeur de la ductilité est différente. Si les deux matériaux présentent une limite d'élasticité différente et un comportement à l'écroutissage différent alors il est possible d'obtenir la même ductilité pour les deux matériaux (B et C).

Les matériaux peuvent aussi présenter des comportements à l'écroutissage plus complexes que ceux décrits précédemment. Par exemple, sur la figure 1.15, les trois échantillons présentent la même limite d'élasticité et le même comportement à l'écroutissage à partir d'un certain niveau de déformation mais en dessous de ce niveau des comportements différents à l'écroutissage pour les trois matériaux. Cette différence pour les faibles niveaux de déformation de l'écroutissage entraîne un valeur de la ductilité qui diffère pour les trois matériaux.

Par conséquent, la valeur de la déformation homogène (et par conséquent, la valeur du coefficient d'écroutissage n) au point d'instabilité dépend, de façon complexe, de la limite d'élasticité et de l'évolution du taux d'écroutissage en fonction de la déformation.

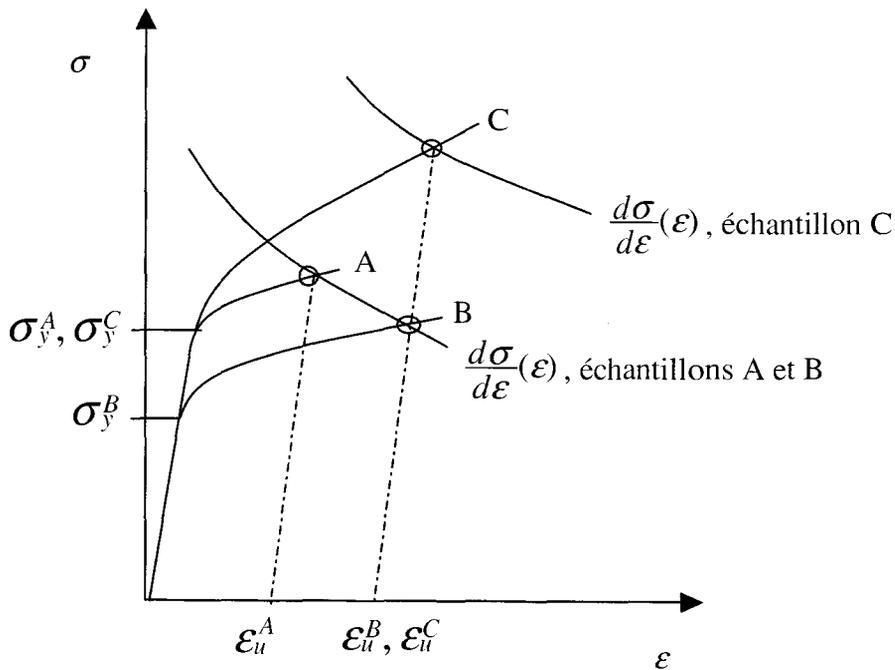


Figure 1.14 – Schéma représentant les effets de la limite élastique sur la valeur de la déformation uniforme pour une même fonction d'écroutissage^[20].

Figure 1.14 – Schematic diagram showing the effects of yield strength on maximum uniform strain for equivalent strain-dependent strain hardening rate function^[20].

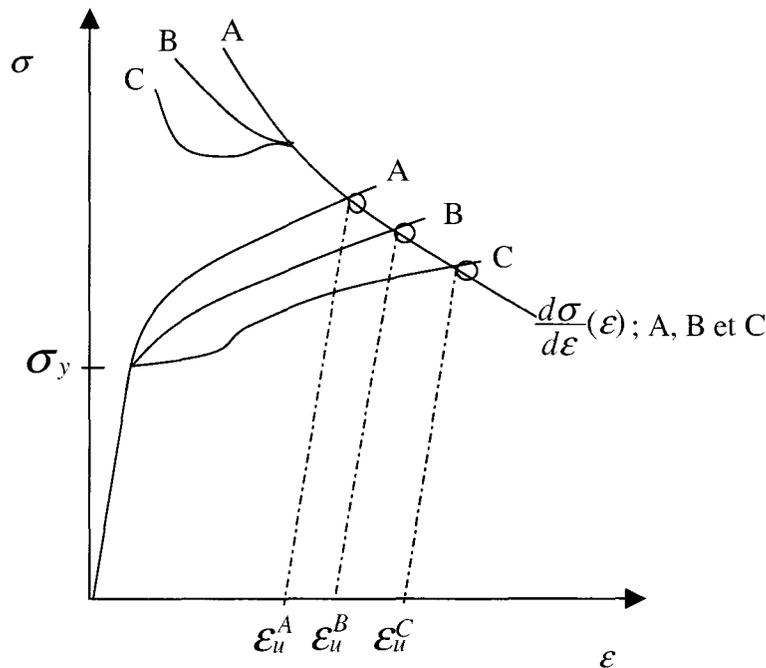


Figure 1.15 – Schéma représentant les effets d'un changement de l'écroutissage pour les faibles déformation sur la ductilité pour une même limite élastique^[20].

Figure 1.15 – Schematic diagram showing the effects of strain hardening behaviour at low strains on the ductility for equivalent yield strength^[20].

4. MECANISMES DE DURCISSEMENT MICROSTRUCTURAL

Ce type de durcissement se fait principalement par le biais des atomes en solution solide, des particules de secondes phases (précipités ...) et des joints de grains qui représentent autant d'obstacles au mouvement des dislocations lors de la déformation plastique de l'acier.

4.1. Durcissement par solution solide

Le durcissement des atomes en solution solide est un phénomène bien connu, il est lié à une entrave au mouvement des dislocations, autrement dit à l'existence d'une force de freinage^[21] qui doit être vaincue par une augmentation de la contrainte (avec l'aide éventuelle de l'agitation thermique).

Les deux phénomènes contribuant au durcissement sont l'addition d'éléments d'alliage en solution de substitution (Mn, Si, Ti ...) et/ou en solution d'insertion (principalement C et N).

Pour les aciers bas carbone et ultra bas carbone, deux formules sont communément utilisées pour calculer la contribution des éléments en solution solide.

Une première relation est due au travail de Pickering^[22] où :

$$\sigma_{SA} = 42 [\text{Mn}]^{0.54} + 750 [\text{P}] + 2400 [\text{Nb}] + 60 [\text{Si}] + 80 [\text{Cu}] + 80 [\text{Ti}] + 5000 [\text{N}] \quad (1.26)$$

Où [X] est la proportion massique (%).

Une deuxième relation est due au travail de Grumbach^[23] qui prend en compte le carbone :

$$\sigma_{SA} = 80 [\text{Mn}] + 500 [\text{P}] + 5000 [\text{C}] + 60 [\text{Si}] + 80 [\text{Cu}] + \alpha' [\text{Ti}]^{0.5} + 5000 [\text{N}] \quad (1.27)$$

Avec α' compris entre 5 et 10.

4.2. Durcissement par précipitation : le modèle d'Ashby-Orowan

Les précipités présents dans les aciers Ti-IF après traitements thermomécaniques sont principalement des particules incohérentes. Par conséquent, le cas des particules cohérentes qui sont cisillées par les dislocations en cours de déformation n'est pas abordé. Dans le cas des particules incohérentes, les précipités sont donc contournés selon le mécanisme d'Orowan^[21].

En effet, la tension de ligne T est donnée par :

$$T \approx \frac{Gb^2}{2} \quad (1.28)$$

Où G est le module de cisaillement et b le vecteur de Burgers.

La tension de ligne représente une énergie par unité de longueur que la dislocation tend à maintenir aussi basse que possible. Sous une contrainte de cisaillement appliquée, la dislocation rencontre un ou plusieurs précipités indéformables. L'équilibre des forces peut s'établir quand la dislocation commence à se courber entre les précipités (Fig. 1.16).

La force de répulsion du précipité, F , est équilibrée par la tension de ligne résolue de la dislocation courbée :

$$F = 2T \sin\theta \quad (1.29)$$

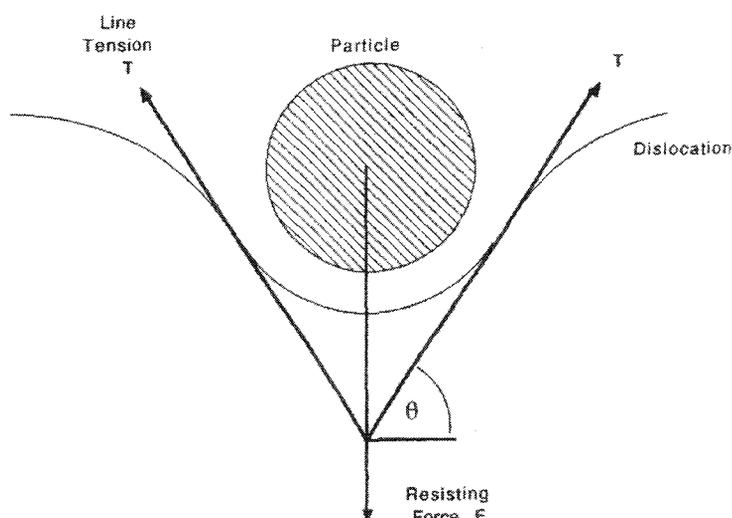


Fig. 1.16 – Equilibre entre la tension de ligne de la dislocation et la résistance de la particule au mouvement de la dislocation^[24].

Fig. 1.16 – The balance between the particle resistance to dislocation movement and the line tension of the dislocation^[24].

La force de courbure, B , est donnée par :

$$B = \Delta\tau \cdot b \cdot L \quad (1.30)$$

Où L est la distance entre le centre des précipités et $\Delta\tau$ est l'augmentation de contrainte nécessaire, due aux particules, définie par :

$$\Delta\tau = \tau_a + \tau_m \quad (1.31)$$

Où τ_a est la contrainte appliquée et τ_m est la contrainte de cisaillement en l'absence de précipités.

Les équations (1.30) et (1.31) donnent :

$$\Delta\tau \cdot b \cdot L = 2T \sin\theta \quad (1.32)$$

Et la force de résistance est maximale quand $\sin \theta = 1$, par conséquent :

$$\Delta\tau_{\max} \cdot b \cdot L = 2T \quad (1.33)$$

En substituant $T \approx \frac{Gb^2}{2}$ dans l'équation précédente, l'équation d'Orowan est obtenue :

$$\Delta\tau_y = \frac{Gb}{L} \quad (1.34)$$

Cette expression est à la base de toutes les théories de durcissement par des particules indéformables de seconde phase. La distance entre particules peut être convertie en fraction volumique et taille de particules en faisant quelques hypothèses sur la distribution des particules.

Les hypothèses suivantes ont été prises en compte afin d'améliorer le modèle d'Orowan qui surestime la contribution des précipités par l'application de la relation 1.34 :

- Une répartition aléatoire des précipités dans le plan de glissement est considérée. En effet, quand les précipités sont disposés de façon aléatoire, plutôt que de manière régulière, les précipités les plus espacés n'offrent pas de résistance aux dislocations,
- La distance entre la surface des précipités est prise en compte plutôt que la distance d'un centre à l'autre. Mais ce point est moins fondamental car dans le cas des aciers ultra bas carbone la taille des précipités est négligeable comparée à la distance séparant les précipités car les fractions volumiques de précipités sont faibles.

En tenant compte de ces considérations et en utilisant le facteur de Taylor pour les polycristaux, la contribution des précipités à la limite d'élasticité est donnée par la relation d'Ashby-Orowan^[25] :

$$\sigma_{PCT} = \left(0.538Gb \frac{f_v^{1/2}}{2\bar{r}} \right) \ln\left(\frac{\bar{r}}{b}\right) \quad (1.35)$$

Où

- G est le module de cisaillement (en MPa),
- b est le vecteur de Burgers (exprimé en mm),
- \bar{r} est le rayon moyen du précipité (en mm),
- f_v est la fraction volumique des précipités.

La distance moyenne entre les précipités dans le plan de glissement est donnée par la relation:

$$L = \left(\frac{2\pi}{3}\right)^{1/2} \frac{\bar{r}}{\sqrt{f_v}} \quad (1.36)$$

4.3. Durcissement par les joints de grains

Les effets des joints de grains dans le processus de déformation plastique sont en connexion avec la dépendance du durcissement polycristallin avec la taille des grains. De tels effets sont traditionnellement traités par l'expression empirique de Hall-Petch qui relie la valeur de la limite d'élasticité et de la contrainte d'écoulement à la taille de grains d exprimée en $d^{1/2}$. Pour le fer et l'acier, la dépendance de la limite d'élasticité et de la contrainte d'écoulement, résumée par la relation de Hall-Petch, a été le sujet de nombreuses études expérimentales et théoriques. Cette dépendance est traduite pour la limite d'élasticité et la contrainte d'écoulement par les relations suivantes :

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y d^{-1/2} \quad (1.37)$$

Et

$$\sigma_f = \sigma_{fo} + k_f d^{-1/2} \quad (1.38)$$

Où

- σ_o est un terme appelé "la contrainte de friction",
- d est la taille moyenne des grains en millimètre,
- k_y et k_f sont des coefficients de durcissement associés à la propagation de la déformation à travers les joints de grains.

La valeur des coefficients de durcissement est dépendante de deux facteurs^[26] :

- Les systèmes de glissement disponibles,
- Les propriétés du joint de grains en tant qu'obstacle.

Malgré son large champ d'application, des écarts à cette expression empirique ne sont pas rares et l'opinion quant à savoir si cette expression s'applique dans le cas du fer par exemple ne semble pas encore faire l'unanimité. Par exemple, Bergström^[27] montra pour du fer recuit qu'en dessous d'une taille de grains de 60 μm , la contrainte d'écoulement est indépendante de la taille de grains alors qu'une relation linéaire est observée au dessus de 60 μm . Mais dans un autre étude, Jago^[28] montra que la loi de Hall-Petch s'applique pour du fer dont la taille de grains varie entre 33 μm et 261 μm .

5. CONCLUSION

Les aciers IF, caractérisés par une très faible teneur massique en carbone (quelques ppm) et où les éléments interstitiels (C et N) sont précipités, doivent posséder d'excellentes aptitudes à l'emboutissabilité. Ces excellentes aptitudes à l'emboutissabilité sont atteintes

lorsque l'acier possède à la fois la valeur la plus basse de sa limite d'élasticité $R_{p0.2}$, la valeur la plus élevée possible de son coefficient d'anisotropie r et de son coefficient d'écroûissage n . C'est ce coefficient d'écroûissage qui apparaît dans les lois empiriques de type Hollomon (lois qui reproduisent le domaine plastique des courbes rationnelles de traction obtenues à partir d'un test de traction uniaxiale) et qui est largement utilisé pour caractériser l'aptitude à l'emboutissabilité des aciers bas carbone et ultra bas carbone. Ce coefficient caractérise en réalité l'aptitude de l'acier à se déformer en expansion et dans une certaine mesure il correspond à la valeur de l'allongement homogène.

A travers cette synthèse bibliographique sur l'influence de la microstructure (composition chimique, taille de grains...) sur la valeur du coefficient d'écroûissage nous avons mis en évidence le peu d'informations disponibles à ce jour et qui sont parfois divergentes. Par exemple, l'influence de la taille de grains sur la valeur du coefficient d'écroûissage pour les aciers IF est encore sujette à controverse et les résultats ne font pas l'unanimité. De plus, des études sur l'effet de l'état de précipitation sur la valeur du coefficient d'écroûissage font encore défauts. Ceci est en partie dû au fait que ces dernières années l'attention de la R&D s'est portée principalement sur l'étude de l'effet de la microstructure sur la valeur de la limite d'élasticité $R_{p0.2}$ ainsi que sur la valeur du coefficient d'anisotropie r . Mais c'est aussi certainement à corrélérer avec la difficulté pour préparer des échantillons où les effets sont séparés clairement (par exemple la taille de grains et l'état de précipitation) ainsi qu'à la quantité de travail expérimentale qui peu apparaître comme laborieuse (par exemple la caractérisation expérimentale de l'état de précipitation).

C'est ce à quoi ce travail va tenter de répondre en étudiant l'influence de la microstructure pour un acier Ti-IF dont la composition chimique restera constante dans toute l'étude mais où d'une part l'état de précipitation sera changé en maintenant la taille de grains constante et d'autre part la taille de grains sera changée en maintenant l'état de précipitation constant.

Les techniques et la méthodologie expérimentales vont être décrites dans le chapitre suivant. Elles vont servir à réaliser :

- Une étude qualitative et quantitative de l'influence de l'état de précipitation sur n ,
- Une étude qualitative et quantitative de l'influence de la taille de grains sur n ,
- Une étude qualitative et quantitative sur l'évolution des structures de dislocations et sur l'influence de la microstructure sur ces structures,
- Une évaluation de la valeur n à partir de l'état microstructural de l'acier.

English version :

A IF-steel grade, which is characterised by both a very low carbon content (some ppm) and interstitial elements (C and N) trapped in precipitates, must have excellent deep-drawing properties. These excellent deep-drawing properties are related to low yield stress

value ($R_{p0.2}$), high anisotropy coefficient (r -value) and high strain-hardening coefficient (n -value). This strain-hardening coefficient is found in the empirical Hollomon's relation to model the plastic field of a true stress-strain curve obtained after uniaxial tensile testing. The strain-hardening coefficient is commonly used to measure the ability of a steel to deform by stretching and may equal to homogeneous elongation.

A literature survey about the influence of microstructure (chemical composition, grain size, ...) on the n -value in LC and ULC steels has revealed very few information available so far and sometimes contradictory. For instance, the influence of grain size on n -value is still a matter of controversy and results are not accepted unanimously. Moreover, experimental results about the effect of precipitates are still overdue. This lack of information is mainly due to extensive research on the influence of microstructure on yield stress and anisotropy coefficient (r -value). Moreover, a certain difficulty for preparing samples that present well-distinguished microstructural characteristics (for instance, precipitation state and grain size) as well as the amount of experimental work (for instance, the characterisation of the precipitation state) should be underlined.

This survey aims at understanding the influence of the microstructure on the strain-hardening coefficient (n -value) for a Ti-IF steel grade for which the chemical composition is constant. To meet this goal, specimens were attempted to be prepared with one individual microstructural parameter that varies while maintaining all other parameters constant. On the first hand, the precipitation state will be changed with the grain size constant. On the other hand, the grain size will be changed with a constant precipitation state.

The experimental methodology and techniques are described in the following chapter. They aim to realise :

- A qualitative and quantitative study of the influence of precipitation state on n -value,
- A qualitative and quantitative study of the influence of grain size on n -value,
- A qualitative and quantitative study of the dislocation structure evolution and the influence of microstructure on dislocation arrangements,
- A modelling of the n -value from parameters which describe the microstructure.

Références bibliographiques du Chapitre I

- ^[11] G. Dupuis, "*Etude de la précipitation des sulfures et des carbosulfures dans les aciers à très bas carbone stabilisés au titane*", Thèse en Sciences des Matériaux, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2001.
- ^[12] T. Asamura, "*Recent development of modern LC and ULC sheet steels in Japan*" in "International Symposium : Modern LC and ULC sheet steels for cold forming : processing and properties", Institute of ferrous metallurgy Aachen, 1998 (Verlag Mainz), p. 1-14.
- ^[13] Y. Tokunaga et H. Kato, *Metallurgy of Vacuum Degassed Steel Products*, R. Pradhan ed. (TMS, 1990).
- ^[14] A. W. Cramb et M. Byrne, *Metallurgy of Vacuum Degassed Steel Products* (TMS, 1990).
- ^[15] A. Jouet et J. Pansera, "*Aciers à très basses teneurs en carbone pour emboutissage profond : métallurgie et propriétés d'emploi*", La Revue de Métallurgie -CIT., p. 717-723 (1989).
- ^[16] G. Béranger, G. Henry et G. Sanz, *Le livre de l'acier* (Lavoisier, 1994).
- ^[17] W. Xianjin, M. Yanwei, K. Yonglin, et al., "*Development and research of automobile steel sheets in China*" in "International Symposium : Modern LC and ULC sheet steels for cold forming : processing and properties", Institute of ferrous metallurgy Aachen, 1998 (Verlag Mainz), p. 27-38.
- ^[18] J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation* (NATHAN-AFNOR, Paris, 1997).
- ^[19] C. Crussard, "*Contribution à l'étude de la forme des courbes de traction des métaux et son interprétation physique*", Revue de métallurgie, Vol.8, p. 589-600 (1950).
- ^[10] C. Crussard, "*Rapport entre la forme exacte des courbes de traction des métaux et les modifications concomitantes de leur structure*", Revue de métallurgie, Vol.10, p. 697-710 (1953).
- ^[111] P. Parnière, "*Appréciation des caractéristiques d'emboutissabilité des tôles minces*", Mise en forme des métaux et alliages,, p. 305-330 (1975).
- ^[12] W. B. Morrison, "*The effect of grain size on the stress-strain relationship in Low Carbon Steel*", Transactions of the ASM, Vol.59, p. 824-846 (1966).
- ^[13] E. Wuijstens, "*Het effect van Cr op de versteviging van Fe-C legeringen*", Thèse en, University of Ghent, 1999-2000.
- ^[14] H. Takechi, "*Research on Metallurgical Behavior and Application of Modern LC and ULC Steels in Japan*" in "International Symposium : Modern LC and ULC Sheet Steels for Cold Forming: Processing and Properties", Institute of ferrous metallurgy Aachen, 1998 (Verlag Mainz), p. 133-144.

- ^[15] N. Monteiro et R. E. Reed-Hill, "*On the double-n behavior of iron*", Metallurgical Transactions, Vol.2, p. 2947-2949 (1971).
- ^[16] S. J. Green, J. J. Langan, J. D. Leasia, et al., "*Material properties, including strain-rate effects, as related to sheet metal forming*", Metallurgical transactions, Vol.2, p. 1813-1820 (1971).
- ^[17] X. F. Fang et W. Dahl, "*Strain-hardening of steels at large strain deformation. Part I: Relationship between strain hardening and microstructures of b.c.c. steels*", Materials Science and Engineering A, Vol.A203, p. 14-25 (1995).
- ^[18] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "*Theory of plastic deformation : properties of low energy dislocation structures*", Materials Science and Engineering, Vol.A113, p. 1-41 (1989).
- ^[19] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, et al., *Métallurgie du minerai au matériau* (Masson, 1998).
- ^[20] D. K. Matlock et G. Krauss, in *Formability and metallurgical structure*, edited by A. K. Sachdev and J. D. Embury, 1987), p. 33-48.
- ^[21] J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, et al., *Métallurgie générale* (Paris, 1984).
- ^[22] F. B. Pickering, "*Constitution and properties of steels*", Materials science and technology, Vol.7 (1992).
- ^[23] M. Grumbach, in *Les techniques de l'ingénieur*, Vol. M307.
- ^[24] T. Gladman, *The physical metallurgy of microalloyed steels* (The institute of Materials, London, 1997).
- ^[25] T. Gladman, "*Precipitation hardening in metals*", Materials science and Technology, Vol.15, p. 30-36 (1999).
- ^[26] R. W. K. Honeycombe, *The plastic deformation of metals* (Edward Arnold Ltd, London, 1997).
- ^[27] Y. Bergström, "*Hall-Petch relationships of iron and steel*", Metal Science, Vol.17, p. 341-346 (1983).
- ^[28] R. A. Jago et N. Hansen, "*Grain size effects in the deformation of polycrystalline iron*", Acta metall., Vol.34 (9), p. 1711-1720 (1986).

Chapitre II

Techniques, procédures expérimentales et fiabilité des mesures

Table des matières du chapitre II

1. MATERIAU ETUDIE.....	52
1.1. Composition chimique.....	52
1.2. Traitements thermomécaniques.....	52
1.3. Détermination de la taille de grains.....	54
2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	55
2.1. Essais mécaniques et mesure des coefficients d'écrouissage	55
2.1.1. Essai de traction	55
2.1.2. Evaluation des coefficients d'écrouissage.....	56
2.1.2.1. <i>Mesure du coefficient d'écrouissage n_{10-20}</i>	56
2.1.3.2. <i>Mesure du coefficient d'écrouissage instantané n_i</i>	56
2.1.3. Essai de relaxation.....	57
2.2. Microscopie Electronique en Transmission (MET)	58
2.2.1. Préparation des échantillons.....	58
2.2.1.1. <i>Méthode de préparation des lames minces</i>	58
2.2.1.1. <i>Méthode de préparation des répliques extractives</i>	59
2.2.2. Techniques utilisées en MET	59
2.2.2.1. <i>Contraste d'image</i>	61
2.2.2.2. <i>Diffraction en Sélection d'Aire (SAD)</i>	62
2.2.2.3. <i>Diffraction en faisceau convergent (CBED)</i>	64
2.2.3. Microanalyse par dispersion des rayons X (EDS)	66
2.2.4. Mesure de la densité de dislocations par Microscopie Electronique en Transmission	66
2.2.4.1. <i>Méthode d'interception de Ham</i>	66
2.2.4.2. <i>Difficultés propres à la mesure de la densité de dislocations par la méthode de Ham</i>	68
2.2.5. Mesure de l'épaisseur d'une lame mince	69
2.2.5.1. <i>Mesure d'épaisseur à partir d'un cliché de diffraction en faisceau convergent</i>	69
2.2.5.2. <i>Etude de la variation de l'épaisseur d'une lame mince par microanalyse</i> ...	70
2.3. Analyse des extraits de précipités par diffractométrie des rayons X	73
2.3.1. Extraction électrolytique et filtration des précipités	73
2.3.2. Diffractométrie des rayons x.....	74

3. PROCEDURES EXPERIMENTALES ET FIABILITE DES RESULTATS	74
3.1. Procédure pour la mesure de la densité de dislocations	74
3.1.1. Nombre de mesures à effectuer	74
3.1.2. Influence de l'épaisseur de la lame sur la densité de dislocations.....	76
3.2. Procédure pour la caractérisation de l'état de précipitation.....	77
3.2.1. Nombre de précipités à analyser	77
3.2.2. Répétitivité de la mesure	78
3.3. Synthèse.....	79
 Références bibliographiques du Chapitre II.....	 80

La première partie de ce chapitre présente le matériau utilisé pour cette étude et les procédés thermomécaniques mis en œuvre afin de faire varier deux paramètres influençant les propriétés mécaniques du matériau : l'état de précipitation et la taille de grains. Ensuite une présentation des différentes techniques expérimentales utilisées dans la cadre de cette étude est faite.

1. MATERIAU ETUDIE

1.1. Composition chimique

Rappelons que l'origine de cette étude exprime la volonté du centre de recherche OCAS de développer un acier ferritique pour emboutissage profond (deep drawing quality) avec une valeur du coefficient d'érouissage élevée, c'est-à-dire un acier de qualité hyper-emboutissable (hyper deep drawing quality) caractérisé par d'excellentes propriétés de déformabilité. C'est l'acier IF stabilisé au titane présentant les meilleures propriétés d'emboutissabilité actuellement disponible qui a été sélectionné pour cette étude afin de voir si son aptitude à l'emboutissabilité caractérisée par la valeur n peut être améliorée. Le tableau ci-dessous donne la composition chimique de l'acier Ti-IF sélectionné.

Tableau 2. 1 - Composition chimique de l'acier Ti-IF (composition massique en ppm).

Table 2. 1 - Chemical composition of the Ti-IF steel (composition in mass ppm).

C	N	S	Ti	Mn	Si	P	Al	Fe
22	25	93	700	1560	36	76	360	bal.

1.2. Traitements thermomécaniques

Pour cette étude, différents traitements thermomécaniques ont été appliqués. Le premier objectif de ces traitements est d'obtenir des plaques avec des états de précipitation différents tout en maintenant une taille de grains constante. Pour atteindre cet objectif, trois paramètres ont été principalement modifiés : la température de réchauffement des brames **SRT** (Slab Reheating Temperature), la température de bobinage **CT** (Coiling Temperature) ainsi que le type et la température de recuit de recristallisation (voir figure 1.1). Deux types de recuit ont été utilisés : le recuit continu en ligne **CAPL** (Continuous Annealing Process in Line) et le recuit sous-cloche **BAF** (Batch Annealing Furnace).

Les échantillons ainsi préparés sont nommés $S_xC_yA_z$:

- S_x indique la température de réchauffement des brames (SRT),
- C_y indique la température de bobinage (CT),
- A_z indique le type de recuit de recristallisation ainsi que la température utilisée.

Le tableau 2.2 donne les caractéristiques des différents paramètres thermomécaniques utilisés pour faire varier l'état de précipitation.

Tableau 2. 2 – Notation et caractéristiques des traitements thermiques pour la préparation d'échantillons présentant différents états de précipitation.

Table 2. 2 – Designation and characteristics of the thermal processes for preparing specimens with different precipitation states.

Sx	SRT in °C	Cy	CT in °C	Az	Annealing treatment*
S1	1050	C1	710-740	A1	CAL 850
S2	1150	C2	570-600	A2	CAL 750
S3	1250			A3	BAF high T
				A4	BAF low T
				A5	CAL 800

* two types of annealing treatment are used :

- B.A.F. : Batch Annealing Furnace,
- C.A.L. : Continuous Annealing in Line.

Le deuxième objectif des traitements thermomécaniques est d'obtenir des échantillons dont la taille de grains varie tout en maintenant autant que possible l'état de précipitation constant. Afin de parvenir à cet objectif, deux paramètres sont changés : le taux de réduction de la tôle pendant le traitement thermomécanique et la température maximale atteinte pendant le cycle de recuit (un exemple de cycle de recuit est illustré sur la figure 2.1). La dénomination des classes d'échantillons et les caractéristiques des traitements thermiques sont détaillées dans le tableau 2.3.

Tableau 2. 3 - Notation et caractéristiques des traitements thermiques pour les échantillons présentant différentes tailles de grains.

Table 2. 3 - Designation and characteristics of the thermal processes for the specimens presenting different grain sizes.

Sample	SRT in °C	CT in °C	Annealing treatment
D	1050	710-740	CAPL*
T	1250	710-740	CAPL

* CAPL : Continuous Annealing Processing in Line.

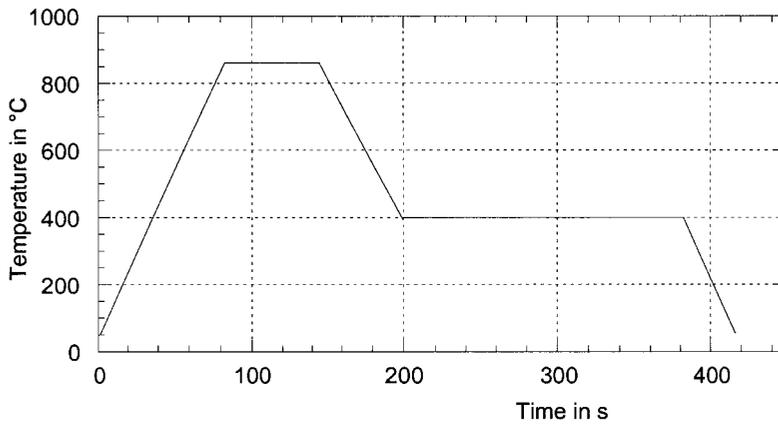


Figure 2.1 – Exemple de cycle thermique de recuit continu en ligne.

Figure 2.1 – Example of a Continuous Annealing Process in Line treatment.

1.3. Détermination de la taille de grains

La taille de grains est mesurée par la méthode du segment intercepté linéaire^[1]. D'abord, les échantillons sont polis mécaniquement en utilisant des papiers abrasifs au SiC de granulométries différentes allant de 600 à 4000, puis à l'aide de draps de polissage diamantés de granulométrie de 6 μm , de 3 μm et de 1 μm . Ensuite, ils sont attaqués à l'aide d'une solution chimique de Nital 2% afin de révéler les joints de grains. Plusieurs polissages au drap de 1 μm suivis d'une attaque au Nital 2% sont nécessaires afin de se débarrasser de la couche écrouie.

Pour mesurer la valeur moyenne du segment intercepté \bar{l} , il faut compter le nombre d'intersections N entre les joints de grains et une ligne de mesure constituée de quatre portions de droite ayant une longueur totale L de 500 mm et disposée de façon à diminuer l'influence de l'anisotropie des grains (selon trois directions: horizontale, verticale et transverse). Le grossissement est choisi de telle façon qu'au moins cinquante intersections pour une seule mesure et au moins 5 champs différents sont analysés.

Soit N le nombre d'intersections, la valeur moyenne du segment intercepté est donnée par la formule :

$$\bar{l} = \frac{L}{N} \quad (2.1)$$

Où

- \bar{N} est la valeur moyenne du nombre d'intersections,
- L est la longueur totale de la ligne de mesure.

L'influence de la taille de grain sur le coefficient d'écroutissage faisant partie de cette étude, il est important de définir avec le plus de précision possible la taille de grains. Par exemple, la taille de grains qui intervient dans la relation quantitative de Hall-Petch (équation 1.37 du Chapitre I § 4.3) et qui relie la limite d'élasticité à la taille de grains n'est pas la valeur moyenne du segment intercepté \bar{l} mais le diamètre moyen du grain d ^[2].

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y d^{-1/2}$$

Il est donc nécessaire de convertir la valeur moyenne du segment intercepté \bar{l} en diamètre moyen d des grains. Cette conversion est basée sur la supposition d'un grain sphérique^[2]. La valeur moyenne du segment intercepté est définie comme le volume de la sphère divisé par l'aire disponible pour l'intersection, soit :

$$\bar{l} = \frac{(4/3)\pi r^3}{\pi r^2} = \frac{4r}{3} \quad (2.2)$$

Où r est le rayon de la sphère et comme le diamètre du grain est donné par $d = 2r$, par conséquent :

$$d = \frac{3\bar{l}}{2} \quad (2.3)$$

Dans la suite de cette étude, chaque fois que nous utiliserons le terme taille de grains, cela fera référence au diamètre moyen des grains d défini par la relation 2.3.

2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1. Essais mécaniques et mesure des coefficients d'écroutissage

2.1.1. Essai de traction

Les essais de traction en condition statique (*i.e.* vitesse de déformation constante) sont effectués au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux de Lille sur une machine de traction électromécanique SCHENK UTS équipée de mors auto-serrant. Tous les essais de traction ont été effectués à température ambiante sur des éprouvettes plates de type A_{80} en asservissant la vitesse de déplacement de la traverse pour que la vitesse de déformation soit égale à 2.10^{-3} s^{-1} . Les éprouvettes de traction standardisées A_{80} sont usinées au centre de recherche OCAS par électroérosion.

Deux séries d'essais de traction sont effectuées :

1. Des essais à rupture afin de mesurer les propriétés mécaniques des échantillons,
2. Des essais interrompus ($\varepsilon = 0.02$, $\varepsilon = 0.05$, $\varepsilon = 0.10$, $\varepsilon = 0.15$ et $\varepsilon = 0.20$) pour étudier par MET l'évolution des structures de dislocations.

2.1.2. Evaluation des coefficients d'érouissage

2.1.2.1. Mesure du coefficient d'érouissage n_{10-20}

La mesure du coefficient d'érouissage est faite automatiquement à partir des données des essais de traction uniaxiale des éprouvettes d'acier IF. La norme appliquée pour le calcul du coefficient d'érouissage est la norme ISO 10275 (voir annexe 1) prescrite pour la détermination du coefficient d'érouissage n des produits plats (tôles et bandes) des matériaux métalliques.

Le coefficient d'érouissage noté ' n_{10-20} ' est calculé pour cinq points pris dans la partie de la courbe de traction monotone et continue entre dix et vingt pour cent de déformation dans le domaine plastique. Ces points sont répartis selon une progression géométrique. Le coefficient d'érouissage est donné par :

$$n_{10-20} = \frac{5 \sum_{i=1}^5 (\log \varepsilon_i \log \sigma_i) - \left(\sum_{i=1}^5 \log \varepsilon_i \sum_{i=1}^5 \log \sigma_i \right)}{5 \left(\sum_{i=1}^5 \log \varepsilon_i \right)^2 - \left(\sum_{i=1}^5 \log \varepsilon_i \right)^2} \quad (2.4)$$

Lorsque le matériau présente un comportement multiple en n (voir Chapitre I § 2.1.4), la même méthode est utilisée pour mesurer chaque valeur de ' n ', l'intervalle de déformation est alors ajusté pour tenir compte de chaque domaine caractérisé par une valeur de n différente. Les valeurs calculées du coefficient d'érouissage doivent être arrondies à 0,005 près.

2.1.3.2. Mesure du coefficient d'érouissage instantané n_i

En ce qui concerne le coefficient d'érouissage instantané noté ' n_i ', sa valeur est calculée directement à partir des données expérimentales de l'essai de traction. Il permet de suivre l'évolution du coefficient d'érouissage instantané en fonction de la déformation.

Le coefficient d'érouissage instantané est défini par :

$$n_i = \left(\frac{\varepsilon_i}{\sigma_i} \right) \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right)_i \quad (2.5)$$

Remarque : le coefficient d'érouissage instantané est relié au taux d'érouissage θ par la relation suivante :

$$n_i = \left(\frac{\varepsilon_i}{\sigma_i} \right) \otimes \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right)_i = \left(\frac{\varepsilon_i}{\sigma_i} \right) \otimes \theta_i \quad (2.6)$$

2.1.3. Essai de relaxation

Les caractéristiques de la relaxation de la contrainte^[3, 4] sont obtenues en déformant un échantillon par traction jusqu'à un taux déterminé, puis en maintenant sa longueur constante et en enregistrant la décroissance de la contrainte au cours du temps (voir figure 2.2 .ci-dessous).

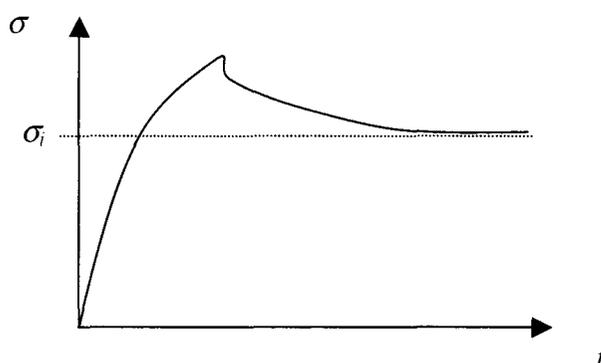


Figure 2.2 – Principe de l'essai de relaxation.

Figure 2.2 – Principle of relaxation test.

Il est généralement admis que la contrainte de déformation σ peut s'écrire sous la forme

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_{eff} \quad (2.7)$$

Où

- σ_i est la contrainte interne correspondant aux forces qui s'exercent à longue distance,
- σ_{eff} est la contrainte effective qui correspond aux obstacles pouvant être franchis avec l'aide de l'agitation thermique.

Les échantillons d'aciers Ti-IF sont déformés à un niveau de déformation prédéterminé de 5% à une vitesse de déformation de 2.10^{-3} s^{-1} , la machine de traction est alors stoppée et la contrainte se relaxe sur une période de une à cent vingt heures. Dans le cas des aciers étudiés dans cette étude aucune relaxation supplémentaire n'a été observée au delà de vingt quatre heures. Par conséquent la contrainte interne σ_i est prise comme la contrainte relaxée au bout de vingt quatre heures.

2.2. Microscopie Electronique en Transmission (MET)

La principale technique utilisée dans le cadre de cette étude est la Microscopie Electronique en Transmission. En effet, la Microscopie Electronique en Transmission permet d'observer et d'étudier le comportement des dislocations après déformation. Deux appareils ont été utilisés, un Microscope Electronique en Transmission Philips CM30 opérant sous une tension de 300kV (au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux) et un JEOL 2010 opérant sous une tension de 200kV (au centre de recherche OCAS). Ces deux microscopes sont aussi équipés d'un système de microanalyse EDS (X-ray Energy Dispersive Spectroscopy) utilisé pour l'analyse des précipités à partir de lames minces et de répliques extractives.

2.2.1. Préparation des échantillons

2.2.1.1. Méthode de préparation des lames minces

Pour observer les aciers par transparence à l'aide du MET, il est nécessaire de préparer une lame mince. Cette lame mince est obtenue à partir d'un échantillon d'environ 2 cm^2 prélevé dans la zone de déformation homogène de l'éprouvette de traction. Cet échantillon est ensuite poli mécaniquement à l'aide de différents papiers abrasifs jusqu'à une épaisseur d'environ $80 \mu\text{m}$. Il est important de faire attention à ne pas déformer les échantillons pendant la préparation pour éviter l'introduction de nouvelles dislocations. Ensuite, des disques de 3 mm de diamètre sont découpés à l'aide d'une estampeuse et finalement polis électrolytiquement par la méthode des jets à l'aide du Tenupol 3 Struers (la séquence de préparation est représentée sur la figure 2.3). Les conditions de polissage sont résumées dans le tableau 2.4.

Tableau 2. 4 - Conditions de polissage électrolytique.**Table 2. 4 - Electrolytic polishing conditions.**

Electrolytical polishing conditions	
Solution	95% glacial acetic acid 5% perchloric acid
Temperature (°C)	16
Intensity (A/dm ²)	2.5
Voltage (V)	32

2.2.1.1. Méthode de préparation des répliques extractives

Les états de précipitation ont été principalement étudiés sur répliques d'extraction au carbone. La procédure suivie est schématisée par la figure 2.4 : après polissage mécanique à la pâte diamantée, la microstructure est d'abord révélée au nital 2%. Un film de carbone de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur est déposé sur la surface de l'échantillon et sous vide. Afin d'essayer de s'affranchir du risque de dissolution des précipités nanométriques, la réplique est ensuite décollée par dissolution électrolytique. Cette dissolution électrolytique est effectuée avec une solution composée de 10% d'acétylacétone dans l'éthanol avec 4% de tétrachlorure d'ammonium. Les fragments de film qui emprisonnent les précipités sont rincés à l'éthanol puis détendus par immersion dans un milieu polaire (eau distillée). Ces répliques sont finalement recueillies sur des grilles de cuivre de 3 mm de diamètre.

2.2.2. Techniques utilisées en MET

Cette partie présente les différentes techniques en Microscopie Electronique en Transmission utilisées dans le cadre de cette étude, c'est-à-dire le contraste d'image qui permet de rendre visible les défauts cristallins (joints de grains, dislocations...) et les différentes techniques de diffraction électronique utilisées principalement pour orienter l'échantillon et obtenir des informations sur l'épaisseur de la zone étudiée.

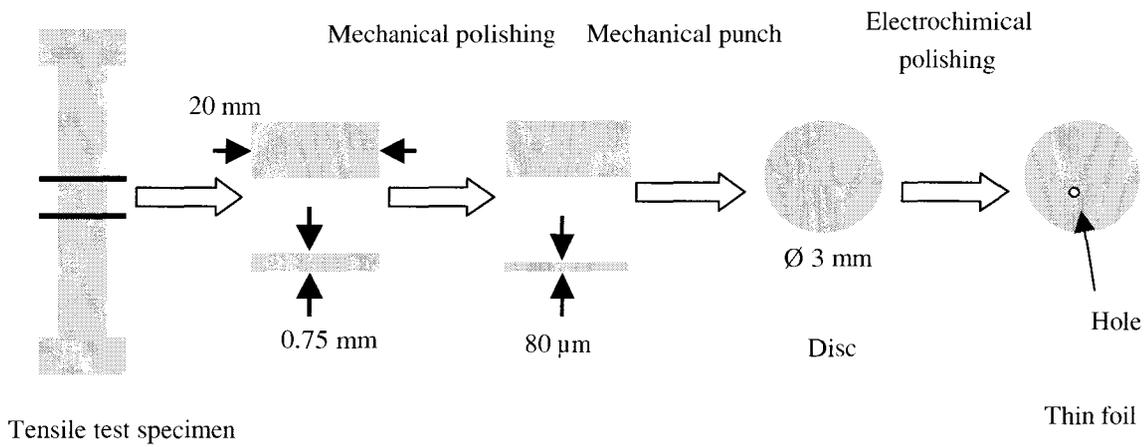


Figure 2.3 - Méthode de préparation des lames minces à partir d'une éprouvette de traction.
 Figure 2.3 - Preparation of thin foils from a tensile test specimen.

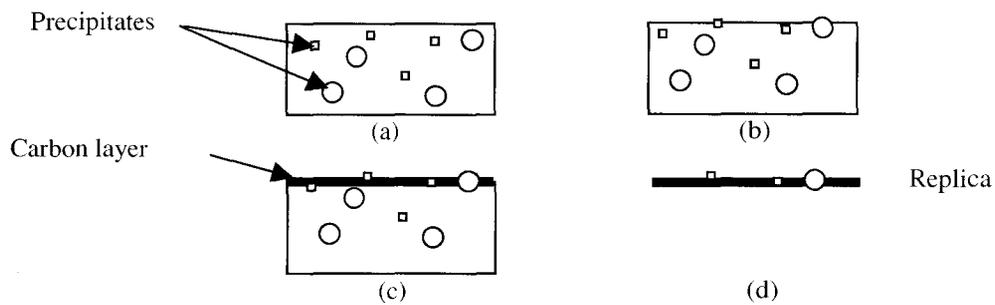


Figure 2.4 – La réplique extractive. L'échantillon (a) est attaqué (b) et recouvert de carbone (c). Une attaque supplémentaire décolle la réplique contenant les précipités (d).

Figure 2.4 – The extraction replica . The specimen (a) is etched (b) and carbon coated (c). A further etch then lifts off the replica containing the precipitates (d).

2.2.2.1. Contraste d'image

Le contraste d'image permet d'identifier et de caractériser les défauts cristallins (dislocations, joints de grains...). Dans notre étude, ce qui nous intéresse c'est de connaître le nombre de dislocations présentes dans l'échantillon, c'est à dire sa densité. Pour cela il est important de rendre visibles les dislocations. Pour comprendre l'origine du contraste des dislocations en microscopie électronique, considérons le cristal représenté sur la figure 2.5. Il contient une dislocation coin et il est orienté de façon à ce que la famille de plans réticulaires notée (hkl) se trouve en position proche de Bragg. En conditions deux ondes, la partie non fautée du cristal ne diffracte pas et donne seulement un faisceau transmis. Dans la partie fautée située autour de la ligne de dislocation, les plans réticulaires sont plus ou moins distordus. Certains d'entre eux peuvent se trouver exactement en position de Bragg et donner localement un rayon diffracté intense et un rayon transmis affaibli. Avec ces conditions expérimentales, l'image de la dislocation est une ligne noire en fond clair et une ligne claire en fond noir.

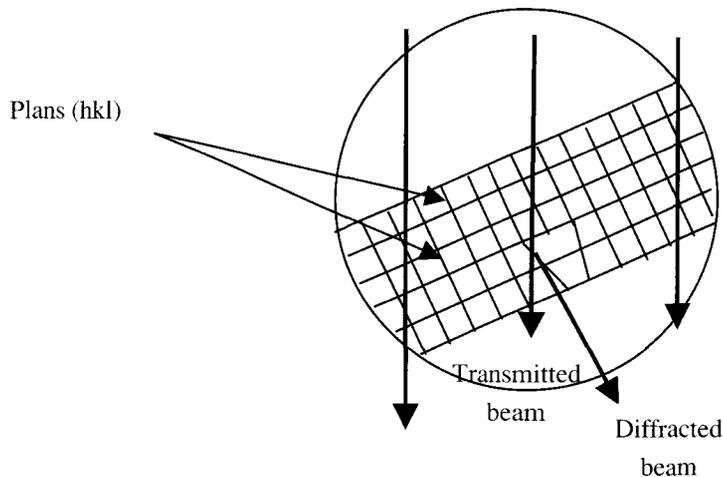


Figure 2.5 – Origine du contraste d'image en Microscopie Electronique en Transmission.

Figure 2.5 – Origin of the image contrast in Transmission Electron Microscopy.

Connaissant la structure cristallographique et les vecteurs de Burgers des dislocations présentes dans le matériau, il est possible de rendre visibles les dislocations en donnant la bonne orientation au cristal. En effet, dans un cristal fauté, un atome est déplacé d'un vecteur \mathbf{R} par rapport à sa position normale dans le cristal parfait. Les dislocations sont des défauts linéaires caractérisés par une direction \mathbf{u} et par un vecteur de Burgers \mathbf{b} . Selon l'orientation de ces deux vecteurs, trois types de dislocations sont définis : des dislocations coin, des dislocations vis et des dislocations mixtes^[51].

Le champ de déplacement R dans un solide isotrope pour une ligne de dislocation le long de l'axe Oy avec :

- Le vecteur unitaire \mathbf{u} parallèle à l'axe Oy ,
- Le vecteur de Burgers $\mathbf{b} = \mathbf{b}_s + \mathbf{b}_e$ dans le plan (xOy) , la composante vis \mathbf{b}_s est parallèle à \mathbf{u} et la composante coin \mathbf{b}_e est perpendiculaire à \mathbf{u} ,

peut être écrit comme^[6] : $R = R_a + R_s$, (2.8)

$$R_a = \frac{1}{2\pi} \left[b \operatorname{artan} \frac{z}{x} + b_e \frac{1}{2(1-\nu)} \frac{xz}{\hat{r}^2} \right], \quad (2.9)$$

$$R_s = -\frac{1}{2\pi} (\mathbf{b} \times \mathbf{u}) \left[\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln \frac{\hat{r}}{r_0} + \frac{1}{4(1-\nu)} \frac{x^2 - z^2}{\hat{r}^2} \right], \quad (2.10)$$

Où

- R est donné en coordonnées polaires,
- $\hat{r}^2 = x^2 + z^2$, r_0 est le rayon de cœur de la dislocation,
- ν est le coefficient de Poisson.

L'amplitude du faisceau diffracté est directement influencée par la valeur de R . L'équation précédente montre que $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ est proportionnel à $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$. Pour cette raison, les images de dislocations sont caractérisées en terme de contraste $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$. Les dislocations sont visibles par microscopie électronique en fonction de la valeur du produit scalaire du vecteur de diffraction \mathbf{g} et du vecteur de Burgers \mathbf{b} . Deux critères sont donc utilisés :

- Le critère de visibilité $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$,
- Le critère d'invisibilité $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ pour les dislocations vis et, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ ainsi que $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u} = 0$ pour les dislocations coin.

Remarque : une dislocation mixte ne peut être complètement invisible puisque $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$ et $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_e$ ne peuvent pas être simultanément égaux à zéro.

2.2.2.2. Diffraction en Sélection d'Aire (SAD)

La diffraction en sélection d'aire est principalement utilisée pour identifier les systèmes cristallins et les paramètres de réseaux de matériaux inconnus. Dans le cas de matériaux connus, elle est employée à la détermination de l'orientation du cristal et à la caractérisation des précipités.

Le cliché de diffraction en sélection d'aire est produit par un faisceau incident parallèle (voir figure 2.6). Lorsque le faisceau électronique incident traverse la lame mince une partie des électrons du faisceau incident est déviée c'est-à-dire diffractée dans des directions et sous des angles variés. L'arrangement régulier de spots obtenus indique que seules quelques familles

de plans, sous la bonne orientation, donnent des faisceaux diffractés. Deux cas de clichés de diffraction sont généralement obtenus, le premier où une seule famille de plans réticulaires (hkl) peut produire un faisceau diffracté et le second lorsque plusieurs familles de plans réticulaires (hkl) peuvent produire des faisceaux diffractés. Dans le premier cas, c'est un cliché de diffraction en conditions deux ondes. Le cliché de diffraction ne contient que le faisceau transmis et le faisceau diffracté. Dans le second cas, c'est un cliché de diffraction en conditions multi-ondes. Le cliché de diffraction contient plusieurs points. Cette technique peut être utilisée pour déterminer par exemple l'orientation des cellules d'écroutissage à partir de l'indexation des clichés de diffraction en sélection d'aire.

Remarquons que les clichés de diffraction en sélection d'aire ne sont pas toujours les clichés de diffraction les plus utiles, en effet les clichés de diffraction obtenus par la technique de diffraction en faisceau convergent permettent d'obtenir des informations supplémentaires, par exemple sur l'épaisseur des zones étudiées de la lame.

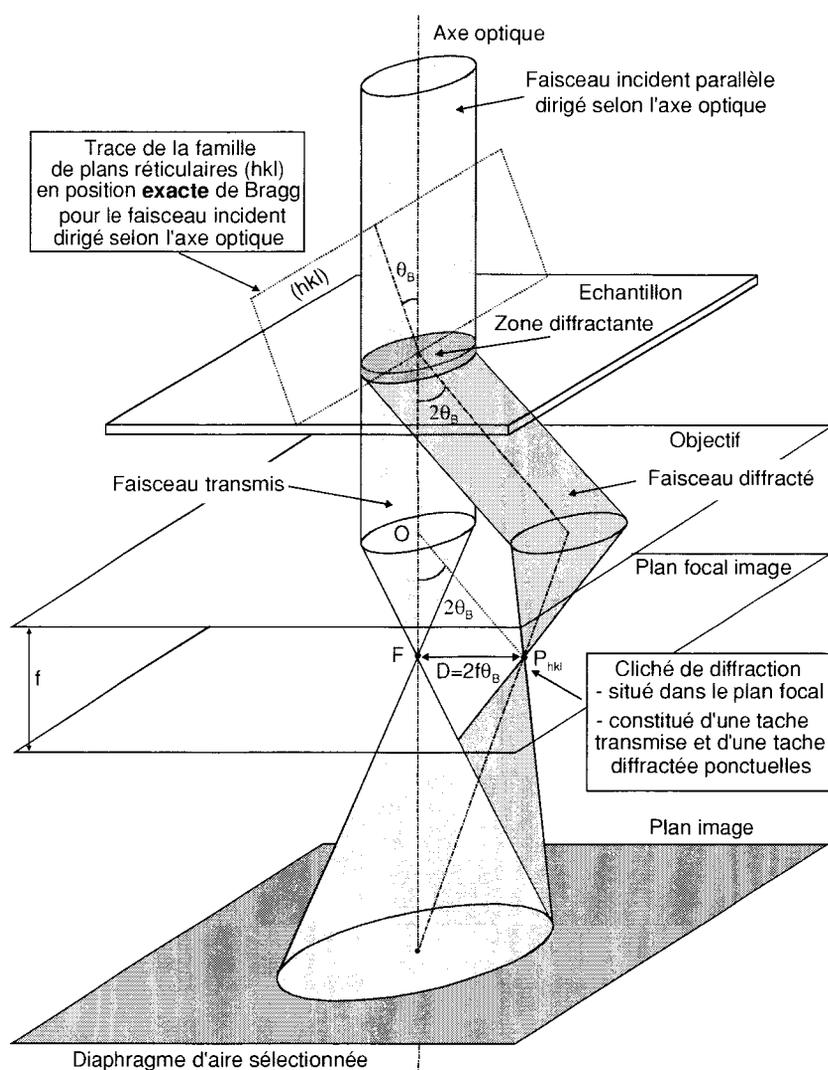


Figure 2.6 – Formation d'un cliché de diffraction en sélection d'aire^[7].

Figure 2.6 – Formation of a SAD pattern^[7].

2.2.2.3. Diffraction en faisceau convergent (CBED)

Contrairement à la technique précédente, cette technique (voir figure 2.8) utilise un faisceau convergent et relativement petit (habituellement 10–100 nm de diamètre). Cette technique permet :

1. L'orientation du cristal en utilisant les clichés de Kikuchi. Une partie des électrons diffusés inélastiquement se retrouve en position proche des conditions de Bragg et sont alors diffusés élastiquement dans l'échantillon donnant lieu à un ensemble de lignes appelé cliché de Kikuchi comme celui représenté sur la figure 2.7 obtenu à partir d'une simulation d'un cliché en axe de zone pour un réseau cubique centré. Les clichés de Kikuchi peuvent être utilisés pour donner une information exacte sur la direction du faisceau et, les lignes et les cartes de Kikuchi représentent une des aides les plus importantes pour orienter facilement le cristal.
2. D'obtenir certaines informations non disponibles par la diffraction en sélection d'aire comme par exemple l'épaisseur de la zone analysée. En effet, la connaissance de l'épaisseur de la lame mince étudiée est nécessaire pour mesurer la densité de dislocations à partir de micrographies de MET (la méthode sera détaillée ultérieurement).

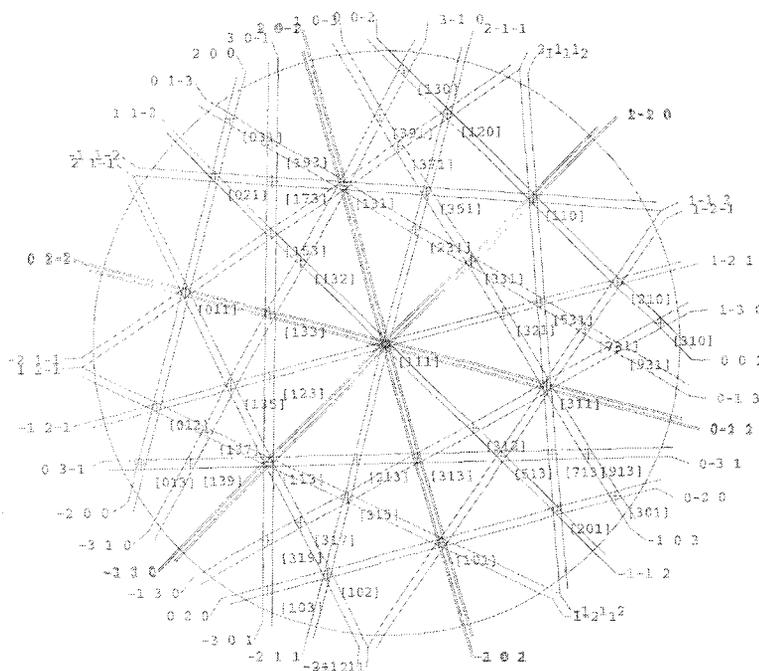


Figure 2.7 – Exemple de cliché de Kikuchi en axe de zone [111] pour un réseau cubique centré (cliché simulé à partir du logiciel Electron Diffraction 6.8).

Figure 2.7 - Example of Kikuchi pattern for a b.c.c. lattice [111] zone axis (obtained by simulation from Electron diffraction 6.8 software).

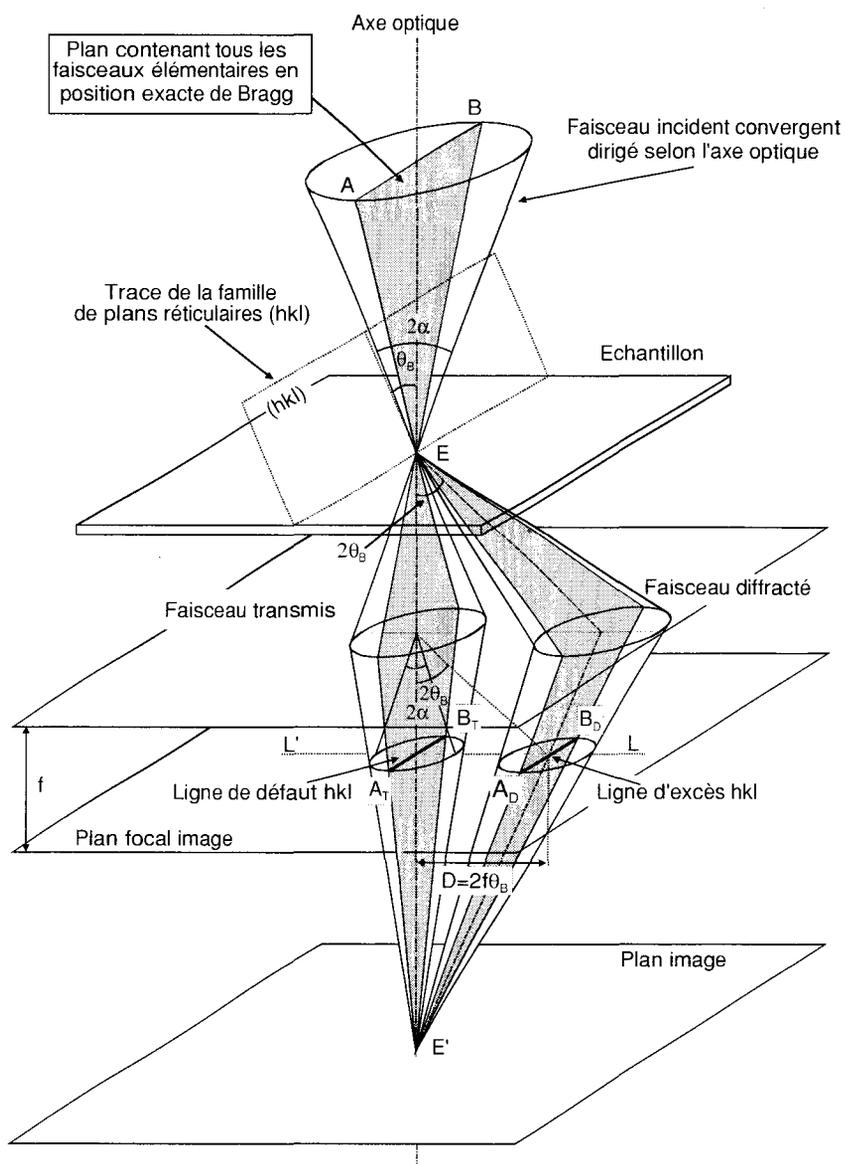


Figure 2.8 – Formation d'un cliché de diffraction en faisceau convergent^[7].

Figure 2.8 – Formation of a CBED pattern^[7].

2.2.3. Microanalyse par dispersion des rayons X (EDS)

La chimie des précipités est caractérisée par spectrométrie X en mode STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy). Le mode STEM consiste en un balayage de la sonde électronique sur l'échantillon. Dans le cas présent, ce mode de fonctionnement est couplé avec un logiciel d'analyse d'images qui permet une reconnaissance de la position et du facteur de forme des précipités (les particules apparaissent en sombre sur une réplique d'extraction). Le faisceau électronique, piloté par le logiciel, est alors balayé sur la surface de chaque inclusion. Les rayons X émis arrivent sur une diode Si-Li qui les classe par énergie. Un spectre est alors obtenu pour chaque particule analysée dans le champ de l'image STEM. Lorsque toutes les particules dans le champ de l'image ont été caractérisées, l'expérimentateur déplace la réplique vers une zone voisine afin de collecter le spectre EDX d'autres particules jusqu'à ce que un nombre suffisant de particules soit analysé.

2.2.4. Mesure de la densité de dislocations par Microscopie Electronique en Transmission

L'obtention par Microscopie Electronique en Transmission d'images de dislocations permet d'en mesurer la densité dans une zone donnée. L'utilisation du MET permet en plus d'avoir des informations sur les structures de dislocations contrairement à d'autres méthodes de mesure de la densité de dislocations telles que la mesure par résistivité électrique^[8] ou par diffraction X^[9].

2.2.4.1. Méthode d'interception de Ham

La méthode d'interception de Ham^[10] est la méthode habituellement utilisée pour évaluer la densité de dislocations dans une lame mince à partir des micrographies de MET. Pour obtenir la densité de dislocations ρ , la longueur totale projetée L_p des lignes de dislocations est mesurée sur une zone donnée A d'une micrographie de MET. Ensuite, en supposant que les segments sont orientés au hasard, la densité de dislocations est donnée par :

$$\rho = \left(\frac{4}{\pi}\right) \frac{L_p}{At} \quad (2.11)$$

Où t est l'épaisseur de la zone étudiée.

Si une série de cercles concentriques d'une longueur totale L_c est posée sur la zone A , et après la mesure du nombre N d'intersections entre les lignes de dislocations et celles de la série de cercles, alors une estimation de la longueur totale projetée L_p peut être obtenue par :

$$L_p = \frac{\pi \cdot N \cdot A}{2 \cdot L_c} \quad (2.12)$$

Et, à condition que le nombre d'intersections N soit assez grand, la densité de dislocations est donnée par :

$$\rho = \frac{2 \cdot N}{L_c \cdot t} \quad (2.13)$$

La méthode de Ham (illustrée sur la figure 2.9) convient pour mesurer des densités allant jusque 10^{11} - 10^{12} cm^{-2} et pour des répartitions homogènes des dislocations dans le matériau. Par contre cette méthode est mal adaptée lorsque les dislocations forment des parois de dislocations.

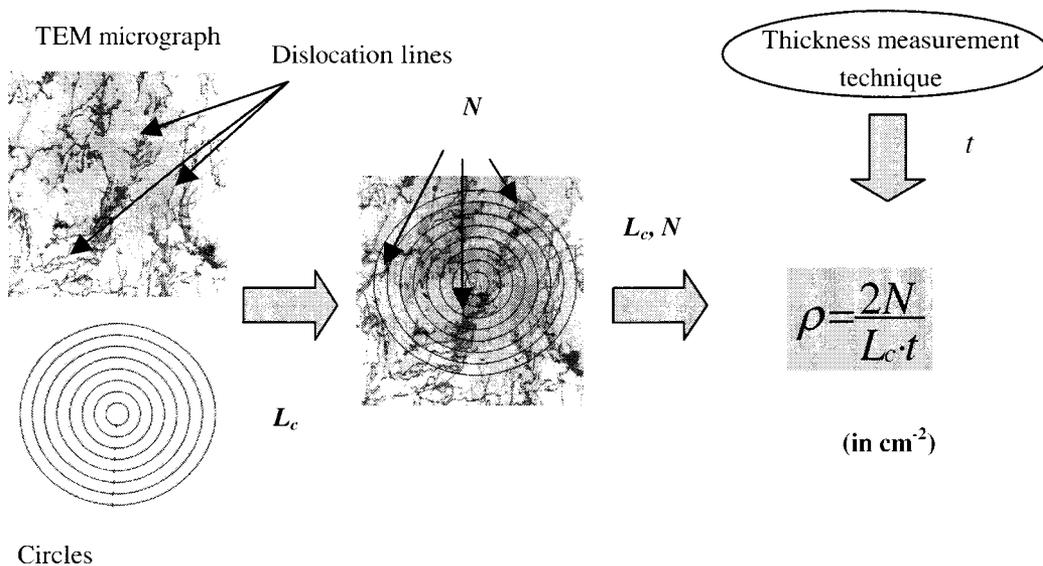


Figure 2.9 - Illustration de la méthode de Ham.
Figure 2.9 - Illustration of the Ham's intercept method.

2.2.4.2. Difficultés propres à la mesure de la densité de dislocations par la méthode de Ham

Certaines difficultés affectant cette méthode de mesure doivent être mentionnées :

1. Des dislocations peuvent être perdues ou introduites pendant la préparation. Selon plusieurs auteurs^[51], il n'y a pas de doute que la plupart des valeurs sont sous-estimées d'environ 30% mais certaines précautions peuvent être prises pour minimiser et prévenir les erreurs. Cependant, le caractère général des structures de déformation est toujours maintenu.
2. Sur les micrographies, certaines dislocations seront invisibles à moins que plusieurs réflexions ne soient utilisées. Cet effet est difficile à prendre en compte à moins que plusieurs micrographies prises sous différentes réflexions simples ne soient préparées et pour lesquelles le pourcentage de dislocations invisibles peut être facilement calculé. Un exemple de ce calcul de pourcentage de dislocations invisibles pour le vecteur de Burgers $a/2[111]$ pour le réseau cubique centré est donné dans le tableau 2.5.

Tableau 2. 5 - Proportion de vecteurs de Burgers $a/2[111]$ invisibles sous différentes réflexions dans le réseau cubique centré

Table 2. 5 - Proportion of Burgers vectors $a/2[111]$ invisible in various reflections from a bcc lattice

hkl	Proportion of invisible Burgers Vectors
111	all visible
1-10	$\frac{1}{2}$
200	all visible
1-21	$\frac{1}{4}$

3. La difficulté majeure reste certainement l'évaluation de l'épaisseur t de la zone analysée. Mais différentes techniques de diffraction électronique ainsi qu'une méthode basée sur la microanalyse permettent d'effectuer expérimentalement cette évaluation de l'épaisseur t de la zone analysée.

2.2.5. Mesure de l'épaisseur d'une lame mince

2.2.5.1. Mesure d'épaisseur à partir d'un cliché de diffraction en faisceau convergent

Le cliché de diffraction en faisceau convergent permet de mesurer l'épaisseur d'une lame mince^[11]. Les disques obtenus sur un cliché CBED contiennent des franges concentriques appelées franges de Kossel. Ces franges contiennent l'information sur l'épaisseur de la zone analysée.

A partir de l'observation du disque hkl , il est alors facile de mesurer la distance entre la frange centrale et chacune des franges sombres avec une précision de ± 0.1 mm. La frange claire est dans les conditions exactes de Bragg (c'est à dire $s = 0$). La distance entre les franges correspond à un angle $\Delta\theta_i$ comme cela est montré schématiquement sur la figure 2.10, et à partir de ces distances, la déviation s_i de la i ème frange peut être obtenue à partir de l'équation:

$$s_i = \lambda \frac{\Delta\theta_i}{2\theta_B d^2} \quad (2.14)$$

Où θ_B est l'angle de Bragg du plan diffractant hkl , d est la distance interréticulaire pour la famille de plans hkl , et la valeur de s est utilisée en ne tenant pas compte de son signe. L'angle $2\theta_B$ sur le cliché CBED est représenté par la distance séparant les disques 000 et hkl . A condition que la distance d'extinction ξ_g soit connue, l'épaisseur de la zone analysée est connue puisque :

$$\frac{s_i}{n_k^2} + \frac{1}{\xi_g^2 n_k^2} = \frac{1}{t^2} \quad (2.15)$$

Où n_k est un nombre entier (k est une constante non reliée à λ). Si la distance d'extinction ξ_g n'est pas connue, une méthode graphique peut être utilisée en reportant la mesure pour plusieurs franges comme ici décrite :

1. Choisir arbitrairement d'affecter à la première frange la valeur 1 au nombre entier n qui correspond à une erreur d'excitation s_1 ,
2. Affecter ensuite la valeur $n = 2$ à la seconde frange, s_2 , et ainsi de suite...
3. Reporter ensuite graphiquement $(s_i/n_k)^2$ en fonction de $(1/n_k)^2$. Si les points sont alignés selon une droite c'est que l'affectation $n = 1$ pour la première frange était correcte. La relation entre I et k est donné par $k = I + j$, ou j est le plus grand entier $< (t/\xi_g)$,
4. Si les points ne s'alignent pas sur une droite, recommencer en affectant cette fois-ci la valeur $n = 2$ à la première frange,
5. Répéter l'opération jusqu'à ce que les points soient alignés selon une droite.

Ceci doit être effectué car l'épaisseur minimale doit être $> \xi_g$. Finalement, la pente de la droite a pour valeur de $1/\xi_g^2$ et l'intersection de la droite avec l'axe des ordonnées vaut $1/t^2$ (comme le schéma de droite de la figure 2.10).

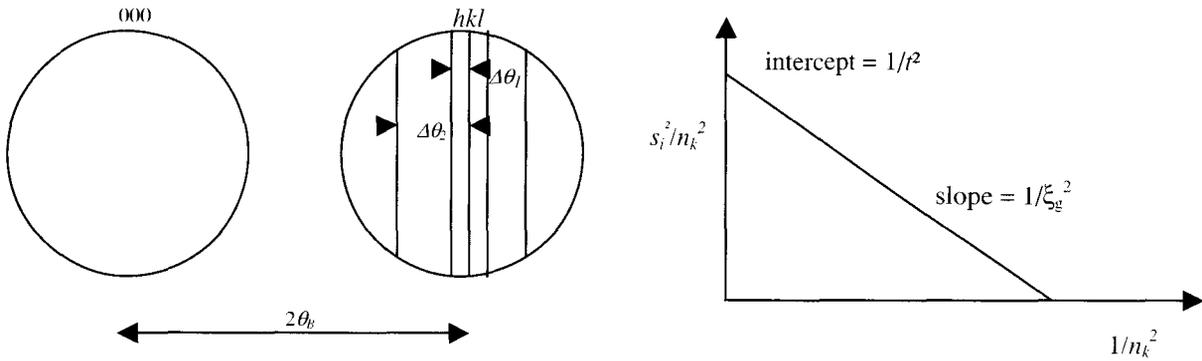


Figure 2.10 - Mesures nécessaires pour extraire l'épaisseur t à partir des franges. A partir des n_i mesures d'espacements $\Delta\theta_i$, on détermine les paramètres de déviations s_i , ensuite on trace (s_i^2/n_k^2) en fonction de n_k^2 . Si la courbe obtenue est une droite, l'intersection avec l'axe des ordonnées donne $1/t^2$ et par conséquent $t^{[12]}$.

Figure 2.10 - The measurements necessary to extract thickness t from fringes. From n_i measure spacings of $\Delta\theta_i$, determine the deviation parameters s_i , then plot (s_i^2/n_k^2) against n_k^2 . If the plot is a straight line, extrapolate to the ordinate to find $1/t^2$ and hence $t^{[12]}$.

2.2.5.2. Etude de la variation de l'épaisseur d'une lame mince par microanalyse

La détermination de l'épaisseur d'une lame mince par mesure quantitative de rayons X est basée sur l'effet de l'absorption sur le nombre de coups enregistrés des raies Fe_K et Fe_L du fer. La distance d'absorption est définie sur la figure 2.11.

Selon la figure 2.11, la distance d'absorption est donnée par :

$$Y = \frac{t}{\sin(14^\circ + \tau)} \quad (2.16)$$

Où τ est l'angle de d'inclinaison. Le rapport des coups mesurés est donné par :

$$\frac{Fe}{Fe^0} = \exp \left[\mu_{Fe} \rho_{Fe} \frac{Y}{2} \right] \quad (2.17)$$

Où

- μ_{Fe} est le coefficient d'absorption massique,
- ρ_{Fe} est la masse volumique du fer.

Ce qui donne :

$$\frac{Fe}{Fe^0} = \exp \left[\mu_{Fe} \rho_{Fe} \frac{t}{2 \sin(14 + \tau)} \right] \quad (2.18)$$

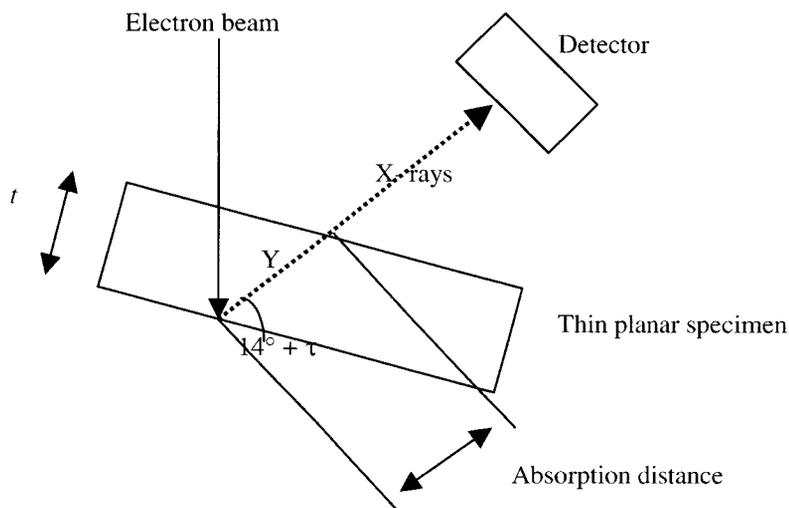


Figure 2.11 - Définition de la distance d'absorption.

Figure 2.11 - Definition of the absorption distance.

Les valeurs des coefficients d'absorption massique pour les raies K et L du fer sont exactement connues (valeurs disponibles dans des tables). Par conséquent,

$$\frac{Fe_L}{Fe_L^0} = \exp \left[- \frac{3430 \times 7.8}{2 \sin (14^\circ + \tau)} t \right] \quad (2.19)$$

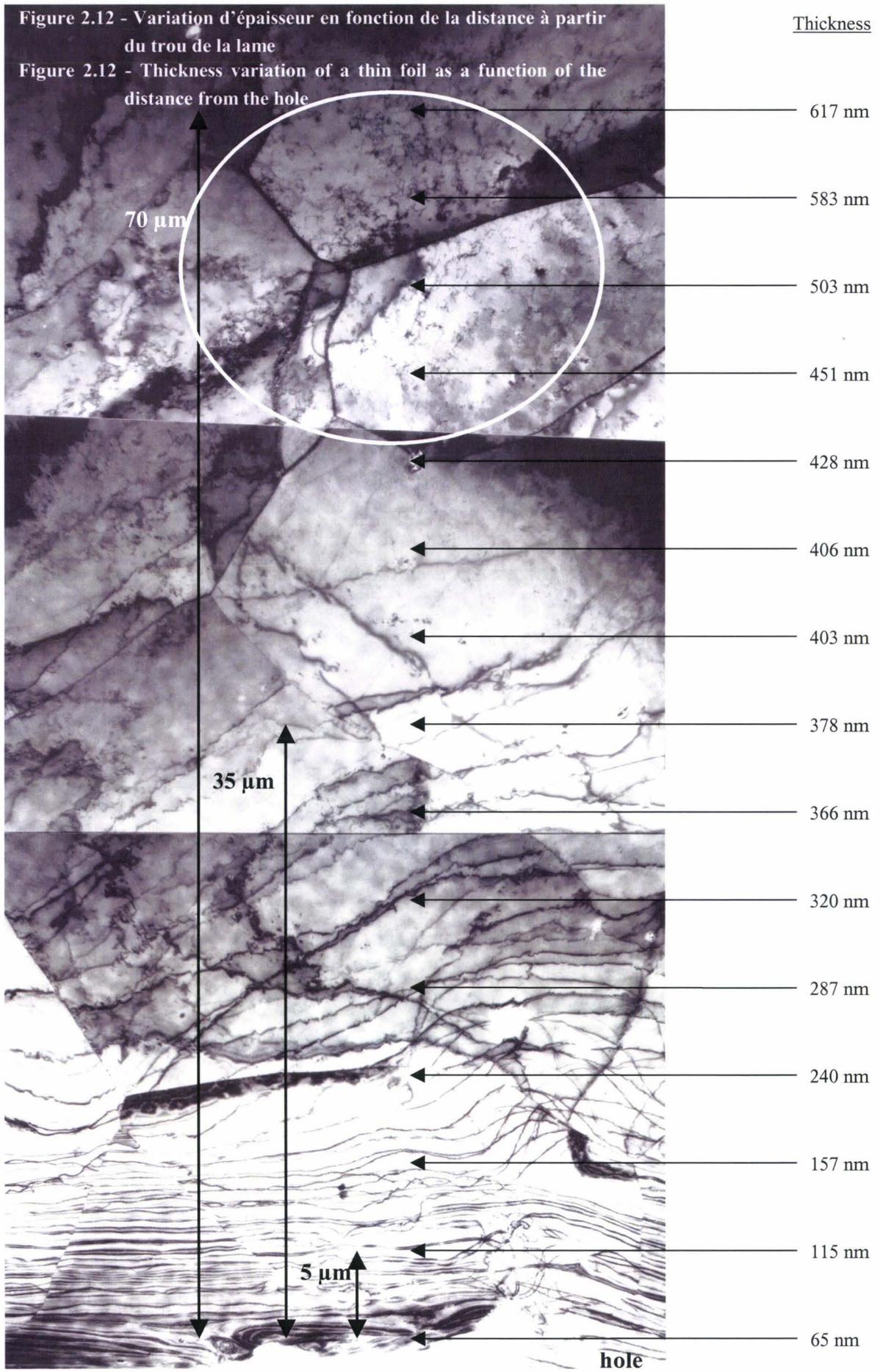
$$\frac{Fe_K}{Fe_K^0} = \exp \left[- \frac{71.4 \times 7.8}{2 \sin (14^\circ + \tau)} t \right] \quad (2.20)$$

Pour un angle d'inclinaison choisi de 20° , à partir des formules 2.19 et 2.20, l'épaisseur ' t ' de la lame mince peut être obtenue directement à partir du rapport des intensités (exprimées en nombre de coups) des raies K et L du fer. Par conséquent, l'épaisseur est donnée par :

$$t = \frac{\ln 0.419 - \ln \frac{Fe_L}{Fe_K}}{0.00234} \quad (2.21)$$

Cette méthode a été appliquée afin d'étudier la variation de l'épaisseur d'une lame caractéristique du matériau étudié du bord de la lame (c'est à dire le trou) vers les zones les plus épaisses. Cette étude nous a permis de définir une épaisseur moyenne de lame dans laquelle les mesures de densités de dislocations ont été faites.

La zone entourée sur la figure 2.12 montre une zone type où les mesures de densités de dislocations sont effectuées. Les épaisseurs correspondantes varient entre 400 nm et 600 nm, par conséquent une épaisseur moyenne de 500 nm pour le calcul des densités de dislocations a été prise dans cette étude. L'erreur de mesure de l'épaisseur de la lame par cette méthode est de l'ordre de 15-20%.



2.3. Analyse des extraits de précipités par diffractométrie des rayons X

L'analyse de la précipitation par diffraction des rayons X (DRX) présente de nombreux intérêts. En effet, la mesure est beaucoup plus rapide et moins fastidieuse qu'une étude par Microscopie Electronique en Transmission. De plus, la diffraction X permet d'analyser simultanément un grand nombre de particules. Ces particules sont extraites de l'acier par une procédure qui a été mise au point au cours d'une étude précédente^[13]. La diffractométrie des rayons X sur résidu de précipités fournit alors une image plus représentative de l'état de précipitation au sein de l'échantillon. Les fractions volumiques relatives des phases peuvent être calculées. Néanmoins, l'étude par DRX des précipités contenus dans un acier peu allié nécessite d'établir au préalable une procédure fiable d'extraction électrolytique des particules car leurs fractions volumiques sont trop faibles pour permettre une mesure directe à partir d'un échantillon massif. Une extraction des précipités présente l'avantage de pouvoir être couplée à une procédure de séparation des phases par dissolution sélective. L'analyse chimique des éléments en solution solide dans l'acier mais également les quantités d'éléments précipités avec une précision de l'ordre du ppm. L'amélioration de la procédure d'extraction et de filtration est actuellement en cours au centre de recherche OCAS.

2.3.1. Extraction électrolytique et filtration des précipités

L'extraction électrolytique des phases contenues dans les aciers de cette étude repose sur une attaque de la matrice à un potentiel légèrement supérieur au potentiel d'oxydation du fer dans une solution organique rendue conductrice par 2% de tétrachlorure d'ammonium. Une solution organique doit empêcher la formation lors de l'attaque de complexes tels les hydroxydes de fer. Une solution acide est alors nécessaire mais l'acide choisi ne doit pas dissoudre les précipités. Plusieurs électrolytes ont été testés et l'électrolyte composé de 10% d'acétylacétone dans l'éthanol a été retenu. Cette solution semble ne dissoudre aucune des phases susceptibles de se former c'est-à-dire TiN, TiS, Ti₄C₂S₂ et TiC.

Dans la pratique, une surface connue d'un échantillon est plongée dans l'électrolyte, puis polarisée anodiquement. Une grille inerte en platine placée autour de l'échantillon joue le rôle de cathode dans le circuit. L'électrolyse est réalisée sous une densité de courant de 200A/m² pendant quelques heures jusqu'à dissolution d'environ 1g de matériau. Cette quantité de matériau est imposée par les faibles teneurs en précipités des aciers étudiés et par la nécessité d'obtenir au moins 1 mm³ d'extrait pour l'analyse aux rayons X.

Avant filtration, la solution et l'échantillon sont passés aux ultrasons afin de décoller les précipités fixés sur ce dernier. La filtration est réalisée dans une colonne où une dépression est réalisée par effet Venturi. Les particules sont collectées par un filtre d'alumine amorphe

nanoporeux ($\text{diam}_{\text{pores}} = 0.02 \mu\text{m}$). Après filtration de l'électrolyte, le filtre est rincé avec une solution d'électrolyse neuve afin de dissoudre les dernières traces de composés ferreux.

2.3.2. Diffractométrie des rayons x

La technique permet d'identifier et de doser les fractions volumiques de phases dans un matériau. Conformément à la loi de Bragg^[5], l'échantillon n'engendre une réflexion significative des rayons X que pour certaines orientations du cristal. Les diffractogrammes présentent donc des pics de diffraction. Les mesures sont effectuées à l'aide d'un diffractomètre Siemens D5000 équipé d'une anticathode de cuivre et d'un monochromateur.

3. PROCEDURES EXPERIMENTALES ET FIABILITE DES RESULTATS

Le but de cette partie est de décrire les procédures expérimentales appliquées dans cette étude pour mesurer d'une part la densité de dislocations par la méthode d'interception de Ham (voir § 2.2.4.1) et d'autre part pour caractériser l'état de précipitation des échantillons. Une attention particulière est apportée sur le nombre de mesures à effectuer pour être représentatif de la population des dislocations et des précipités. Pour cela, le test de Student (t test) est appliqué pour le calcul des intervalles de confiance et pour la comparaison des moyennes (voir annexe 2) en supposant que les mesures effectuées dans cette étude suivent une loi normale.

3.1. Procédure pour la mesure de la densité de dislocations

3.1.1. Nombre de mesures à effectuer

La densité de dislocations a été mesurée en appliquant la méthode de Ham sur une quinzaine de grains d'un échantillon. Quatre micrographies sont prises par grain dans des zones différentes du grain, deux dans la région du centre et deux près du joint de grains. La détermination de l'intervalle de confiance est faite au seuil de 1% après la mesure de la densité de dislocations sur cinq grains, dix grains et quinze grains. Les résultats sont résumés dans le tableau 2.6. La valeur moyenne de la densité de dislocations ne varie pas pour une mesure de la densité de dislocations sur cinq, dix ou quinze grains. De plus, la vraie valeur de la moyenne de la densité de dislocations de la population dont est issu l'échantillon se situe dans 99 % des cas dans les intervalles figurant dans la troisième colonne du tableau 2.6. Les intervalles de confiance sont quasi les mêmes quel que soit le nombre de grains analysés. Par

conséquent une mesure sur cinq grains est suffisante pour déterminer la densité de dislocations avec une confiance d'environ 25-30% sur la mesure au seuil de 1%.

Tableau 2. 6 – Détermination du nombre de grains à analyser par échantillon.

Table 2. 6 – Determination of the number of grains to analyse per sample.

Number of grains	Average dislocation density (\pm SD) ($\cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$)	Confidence interval ($\cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$)
5	22 (\pm 4)	[17, 27]
10	23 (\pm 9)	[16, 30]
15	24 (\pm 8)	[19, 30]

Il est maintenant intéressant de savoir si la densité de dislocations mesurée à partir d'une lame mince prélevée sur une éprouvette de traction est représentative de l'ensemble des lames minces issues de la même éprouvette ainsi que de l'ensemble des éprouvettes issues des échantillons préparés avec le même cycle thermomécanique. Pour cela, nous avons mesuré la densité de dislocations sur deux lames minces issues de la même éprouvette et sur deux lames minces issues de deux éprouvettes de traction différentes. Les résultats des mesures de densités de dislocations et les intervalles de confiance sont résumés dans le tableau 2.7.

Tableau 2. 7 – Résultats des mesures de densités de dislocations.

Table 2. 7 – Results of dislocation density measurements.

Thin foil	Tensile test specimen	Average dislocation density ($\cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$)	Confidence interval for the dislocation density ($\cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$)
1	1	22 (\pm 4)	[18, 26]
2	1	23 (\pm 12)	[10, 37]
3	2	28 (\pm 4)	[23, 32]

Maintenant pour savoir si les densités de dislocations mesurées sur deux lames minces extraites de la même éprouvette et sur deux lames minces extraites de deux éprouvettes de traction différentes sont issues de la même population, nous avons effectué un test de Student de comparaison de deux moyennes. Les résultats de ce test figurent dans le tableau 2.8. Comme les valeurs de t_{obs} observées sont dans les deux cas inférieures à $t_{0,01, 8}$ il n'y a donc aucune différence significative entre les moyennes de la densité de dislocations d'une part entre les deux lames minces issues de la même éprouvette et d'autre part entre les deux lames minces issues de deux éprouvettes de traction différentes.

Tableau 2. 8 – t test de comparaison.**Table 2. 8 – t test of comparison.**

Compared thin foil	t_{obs}	$t_{0.01, 8}$
1/2	0.82	3.35
1/3	0.10	3.35

3.1.2. Influence de l'épaisseur de la lame sur la densité de dislocations

Nous avons vu (§ 2.2.4.2) que la mesure expérimentale de l'épaisseur de la zone analysée reste la difficulté majeure pour utiliser la formule de Ham. Afin de minimiser l'erreur sur l'évaluation de ce paramètre, une étude approfondie de la variation de l'épaisseur a été conduite sur un des échantillons. Comme le montre le tableau 2.9, une erreur sur l'épaisseur de 20% entraîne une erreur de l'ordre de 20% sur la valeur de la densité de dislocations (calculs effectués avec une épaisseur de 500 nm et une densité de dislocations de $4.0 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$).

Tableau 2. 9 – Influence de l'épaisseur de la zone étudiée sur la densité de dislocations.**Table 2. 9 – Influence of the thickness of the analysed area on the dislocation density.**

Δt in nm	Δt in %	$\Delta \rho$ in 10^8 cm^{-2}	$\Delta \rho$ in %
+ 50	10	0.4	9
- 50	10	0.5	11
+ 100	20	0.7	17
- 100	20	1.0	25

Compte tenu du nombre important de densités de dislocations mesurées dans cette étude, nous avons décidé d'établir un abaque de la variation de l'épaisseur dans une lame mince type de notre matériau à partir de la zone la plus fine (quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur) vers les zones les plus épaisses (quelques centaines de nanomètres d'épaisseur) afin de l'utiliser pour déterminer par comparaison l'épaisseur de la zone étudiée. Cet abaque est représenté sur la figure 2.12 où l'évolution de l'épaisseur de la zone la plus fine (proche du trou) vers la zone la plus épaisse (plus de 600 nm) a été déterminée expérimentalement par microanalyse et certaines épaisseurs ont été vérifiées par CDEB et par LACBED.

3.2. Procédure pour la caractérisation de l'état de précipitation

3.2.1. Nombre de précipités à analyser

L'état de précipitation d'un échantillon est caractérisé par les différents types de précipités présents dans l'échantillon, la taille des précipités et leur fraction volumique. Il est donc nécessaire de connaître le nombre de précipités à analyser à partir duquel la valeur moyenne mesurée de la taille des précipités est représentative de la population. Pour cela, l'évolution de la valeur moyenne mesurée du rayon des précipités ($\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$, TiFeP et TiC) est étudiée en fonction du nombre de mesures. Les résultats sont résumés sur la figure 2.13 où sont aussi reportés les intervalles de confiance au seuil de 1% (courbes en pointillés). Les courbes montrent que la valeur moyenne du rayon n'évolue plus pour les carbosulfures de titane $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ au delà de soixante mesures, pour les phosphures de titane TiFeP au delà de quarante mesures et pour les carbures de titane TiC au delà de soixante mesures. Par conséquent, l'état de précipitation sera caractérisé à partir de cent soixante mesures.

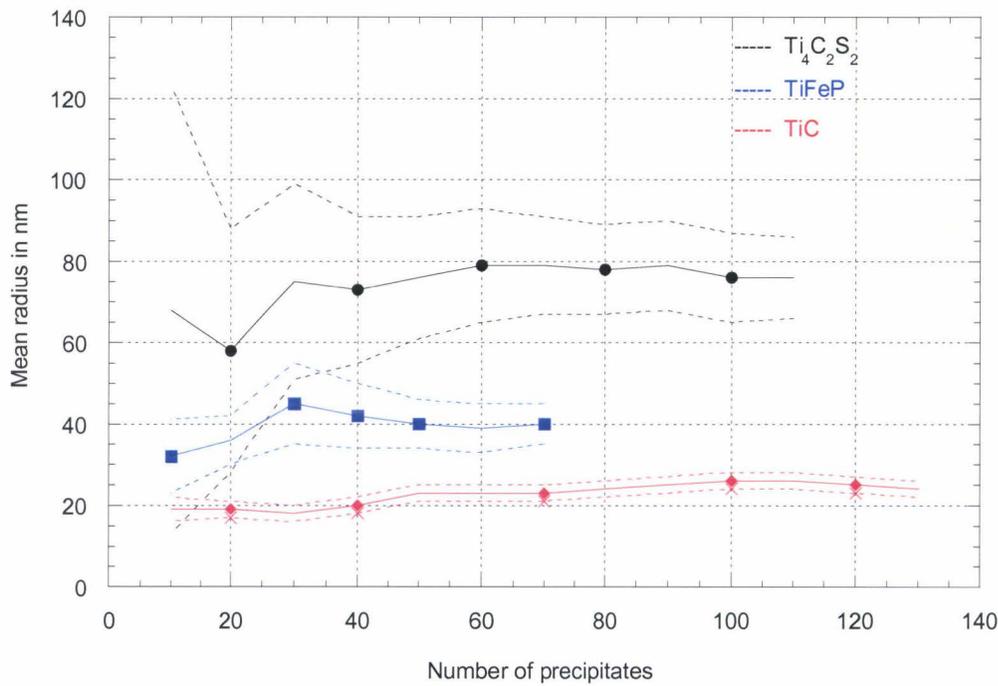


Figure 2.13 – Evolution du rayon moyen des précipités en fonction du nombre de mesures et de l'intervalle de confiance au seuil de 1%.

Figure 2.13 – Mean radius of the precipitates versus the number of measurements and confidence interval at 1% threshold.

3.2.2. Répétitivité de la mesure

Afin de savoir si la caractérisation de l'état de précipitation est reproductible d'une réplique à l'autre, l'état de précipitation a été analysé sur deux répliques différentes préparées par deux opérateurs différents. Les résultats des mesures pour le rayon moyen des précipités sont présentés dans le tableau 2.10. Les rayons moyens mesurés des carbures de titane TiC et des phosphures de fer TiFeP sont identiques pour les deux opérateurs. Par contre, pour les carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$, les résultats sont différents mais l'écart type est important indiquant une large disparité dans les mesures.

Tableau 2. 10 - Résultats de la mesure du rayon moyen (en nm) des précipités pour l'échantillon S3C1A4 faite par à partir de deux répliques différentes.

Table 2. 10 - Results of the mean radius measurement (in nm) of the precipitates for specimen S3C1A4 from two replicas.

	TiC	$Ti_4C_2S_2$	TiFeP	Total of analysed precipitates
Operator 1	12 (\pm 5)	24 (\pm 22)	37 (\pm 28)	160
Operator 2	13 (\pm 8)	52 (\pm 41)	39 (\pm 26)	160

Comme dans le cas des densités de dislocations, nous avons effectué un test de Student de comparaison des moyennes pour les précipités. Les résultats de ce test figurent dans le tableau 2.11. Comme les valeurs de t_{obs} observées sont dans les deux cas inférieures à $t_{0.01, ddl}$, il n'y a donc aucune différence significative entre les moyennes mesurées des rayons de chaque type de précipités au seuil de 1%.

Tableau 2. 11 – Résultats du t test de comparaison des valeurs moyennes des rayons des précipités.

Table 2. 11 – Results of the comparison t test of the average values of the radius of the precipitates.

Type of precipitates	t_{obs}	$t_{0.01, ddl}$
TiC	1.02	2.8
TiFeP	0.67	2.7
$Ti_4C_2S_2$	0.69	2.7

3.3. Synthèse

Cette étude statistique sur la mesure de la densité de dislocations par la méthode de Ham et sur la caractérisation de l'état de précipitation a montré que

- La densité de dislocations sera mesurée à partir de l'étude par MET d'une seule lame mince par éprouvette de traction, de cinq grains par lame mince et de quatre micrographie de MET par grain,
- L'état de précipitation d'un échantillon sera caractérisé à partir de l'analyse par MET-microanalyse d'une population de cent soixante précipités à partir d'une seule réplique par éprouvette de traction.

English version :

The statistical survey about both the dislocation density measurement using the Ham's intercept method and the experimental characterisation of precipitation state showed :

- *The dislocation density is determined using a TEM micrograph-based technique applied on one thin foil per tensile specimen. Five ferritic grains per thin foil are investigated and four TEM micrographs per ferritic grain are taken to be analysed,*
- *The precipitation state is characterised from analysis by TEM-microanalysis coupled technique of around one hundred and sixty precipitates from one extraction replica per tensile specimen.*

Références bibliographiques du Chapitre II

- ^[1] J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation* (NATHAN-AFNOR, Paris, 1997).
- ^[2] T. Gladman, *The physical metallurgy of microalloyed steels* (The institute of Materials, London, 1997).
- ^[3] H. Conrad et K. Okazaki, "A comparison of the athermal component of the flow stress in alpha titanium determined by several methods", *Scripta Metallurgica*, Vol.4, p. 259-266 (1970).
- ^[4] M. D. Duong et O. Dimitrov, "Relaxation de la contrainte dans des monocristaux de fer de haute pureté contenant des quantités contrôlées de carbone", *Mémoires Scientifiques Revue métallurgie*, (Décembre), p. 701-711 (1978).
- ^[5] P. B. Hirsch, *Electron Microscopy of thin crystals* (Butterworths, London, 1965).
- ^[6] R. W. Cahn et P. Haasen, in *Physical Metallurgy* (North-Holland Physics Publishing, 1983), p. 737.
- ^[7] J. P. Morniroli, *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED)* (Société Française des Microscopies, Paris, 1998).
- ^[8] M. Muller et T. Ungar, "Scattering of electrons by dislocations : theory and application", *Solid state phenomena*, Vol.35-36, p. 557-562 (1994).
- ^[9] M. Muller, M. Zehetbauer, A. Borbely, et al., "Stage IV work hardening in cell forming materials, part I : features of the dislocation structure determined by X-ray line broadening", *Scripta Materialia*, Vol.35, p. 1461-1466 (1996).
- ^[10] R. K. Ham, "The determination of dislocation densities in thin films", *Philosophical magazine*, p. 1183-1184 (1961).
- ^[11] P. M. Kelly, A. Jostons, R. G. Blake, et al., *Phys. Stat. Sol.*, Vol.A31, p. 771 (1975).
- ^[12] D. B. Williams et C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy* (Plenum publishing corporation, New york, 1996).
- ^[13] G. Dupuis, "Etude de la précipitation des sulfures et des carbosulfures dans les aciers à très bas carbone stabilisés au titane", Thèse en Sciences des Matériaux, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2001.

Chapitre III

Etude de l'influence de la précipitation sur " n "

Table des matières du chapitre III

1. RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION	84
1.1. Propriétés mécaniques	84
1.2. Etude de l'influence des paramètres thermomécaniques sur le coefficient d'écroissage n_{10-20}	85
1.3. Relation entre le coefficient d'écroissage n_{10-20} et les propriétés mécaniques	86
1.3.1. Sélection des échantillons	86
1.3.2. Relation entre l'allongement homogène et le coefficient d'écroissage n_{10-20}	88
1.3.3. Relation entre la résistance mécanique et le coefficient d'écroissage n_{10-20}	88
1.4. Synthèse.....	91
2. ETUDE DE L'ETAT DE PRECIPITATION DES ECHANTILLONS SELECTIONNES.....	93
2.1. Etat de précipitation des échantillons sélectionnés	93
2.2. Influence de la température de réchauffement de la brame (SRT) sur l'état de précipitation	96
2.2.1. Etude de l'influence de SRT sur la taille des précipités	96
2.2.2. Influence de SRT sur la séquence de précipitation	99
2.2.3. Influence du traitement de recuit sur la précipitation.....	99
2.3. Synthèse et discussion	101
3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE PRECIPITATION SUR L'ECROISSAGE DE L'ACIER TI-IF.....	104
3.1. Analyse des courbes d'écroissage de l'acier Ti-IF.....	104
3.1.1. Le double comportement en "n"	104
3.1.1.1. Application de la méthode de Crussard-Jaoul pour la détermination du double comportement en "n"	104
3.1.1.2. Analyse de l'évolution du coefficient d'écroissage instantané $n_i(\epsilon)$	106
3.1.2. Etude des courbes d'écroissage (θ, ϵ)	107
3.2. Etude de l'évolution des structures de dislocations en cours de déformation et de l'influence de la précipitation.....	110
3.2.1. Observation par Microscopie Electronique de l'évolution des structures de dislocations en cours de déformation	110

3.2.2. Résultats des mesures expérimentales sur l'évolution des densités de dislocations et de la taille moyenne des cellules de dislocations.....	114
3.2.2.1. Résultats des mesures de densités de dislocations déterminées par la méthode de Ham	114
3.2.2.2. Résultats des mesures de taille des cellules de dislocations	116
3.3. Synthèse et discussion	118
4. CONCLUSION	121
Références bibliographiques du Chapitre III.....	122

Ce chapitre présente une analyse de l'influence de l'état de précipitation, dans un acier Ti-IF à composition chimique constante (voir chap. II § 1.1), sur les propriétés mécaniques et en particulier sur le coefficient d'érouissage. Les résultats des essais de traction sont présentés et analysés. Ensuite, après une caractérisation de l'état de précipitation des échantillons présentant les propriétés mécaniques les plus intéressantes, le comportement en érouissage est analysé à partir des courbes d'érouissage $\theta(\varepsilon)$ et de mesures expérimentales de densités de dislocations et de tailles de cellules de dislocations. Le rôle des précipités en début de déformation sera mis en évidence.

1. RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION

Les éprouvettes de traction (de type A₈₀) prélevées dans le sens transverse (TD) ont été soumises à température ambiante à une sollicitation monotone à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

1.1. Propriétés mécaniques

Le tableau 3.1 présente les intervalles dans lesquels ont été mesurées les propriétés mécaniques des échantillons testés (le détail pour les 25 échantillons est présenté dans l'annexe 3). Trois paramètres varient pendant le cycle thermomécanique afin de changer l'état de précipitation : la température de réchauffement de la brame (Slab Reheating Temperature), la température de bobinage (Coiling Temperature) et le type de recuit (Continuous Annealing Process in Line et Batch Annealing Furnace) ainsi que la température de recuit selon les critères indiqués dans le tableau 2.2. Les valeurs du tableau 3.1 sont attendues pour des échantillons présentant une différence uniquement au niveau de leur état de précipitation, les échantillons ayant été traités afin de maintenir la taille de grains constante. Il apparaît clairement dans ce tableau qu'il est possible de faire varier la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} (qui varie ici entre 0.280 et 0.375), la valeur de la résistance mécanique ($R_{p0.2}$ et R_m) et l'allongement homogène en faisant varier l'état de précipitation par l'intermédiaire d'un changement des paramètres du cycle thermomécanique.

Tableau 3. 1 – Intervalles des propriétés mécaniques pour les 25 échantillons testés.

Table 3. 1 – Ranges of the mechanical properties of the 25 tested samples.

Mechanical properties (units)	Range of values
$R_{p0.2}$ (en MPa)	[77, 135]
R_m (en MPa)	[256, 313]
A_u (en %)	[28.9, 33.9]
n_{10-20}	[0.280, 0.375]

1.2. Etude de l'influence des paramètres thermomécaniques sur le coefficient d'érouissage n_{10-20}

De façon générale, la valeur n_{10-20} décroît avec l'accroissement de la température de réchauffement de la brame SRT comme cela est présenté sur la figure 3.1. Cette décroissance est plus marquée entre 1050°C et 1150°C qu'entre 1150°C et 1250°C. Mais des écarts à cette règle sont observés.

Les différents traitements de recuit appliqués (CPAL et BAF) pour les deux températures de bobinage (C1 et C2, correspondant respectivement à 710-740°C et 570-600°C) ont aussi une influence sur la valeur du coefficient d'érouissage. La figure 3.2 (où chaque type de traitement de recuit est distingué afin de faciliter l'analyse) montre qu'à l'exception de deux cas plus la température de bobinage est élevée et plus la valeur de n_{10-20} est élevée, et cela quelle que soit la température de réchauffement de la brame (S1 = 1050°C, S2 = 1150°C ou S3 = 1250°C).

Par conséquent, chaque étape du cycle thermomécanique de préparation des échantillons modifie l'état microstructural (principalement l'état de précipitation) des échantillons entraînant un effet sur la valeur du coefficient d'érouissage. Les valeurs les plus élevées pour n_{10-20} sont obtenues avec une température de réchauffement de la brame de 1050°C, une température de bobinage de 710-740°C et un traitement de recuit continu en ligne (CAPL).

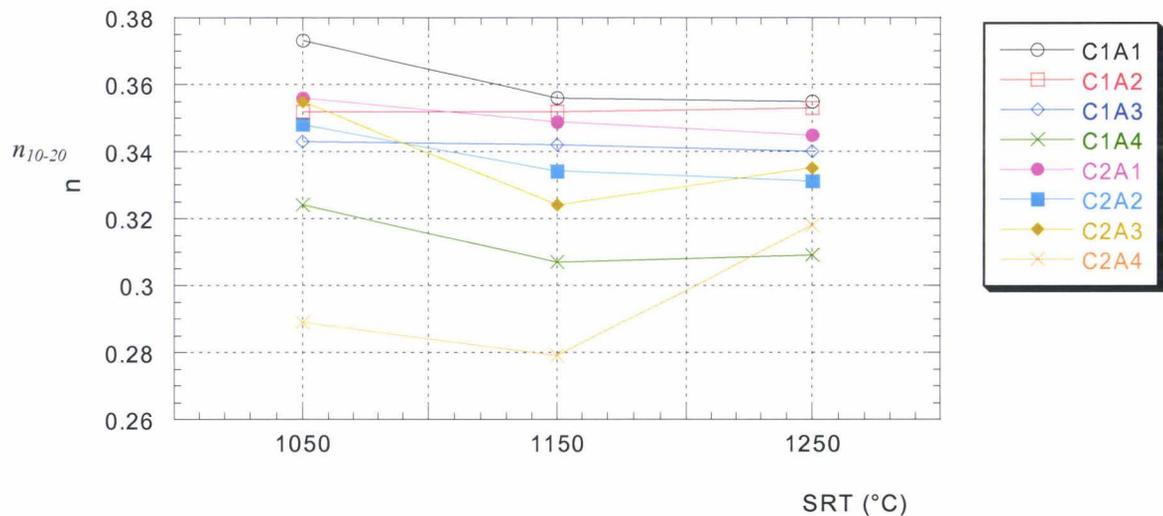


Figure 3.1 - Evolution du coefficient d'érouissage " n_{10-20} " en fonction de la température de réchauffement de la brame.

Figure 3.1 - Evolution of the strain-hardening coefficient " n_{10-20} " as a function of SRT.

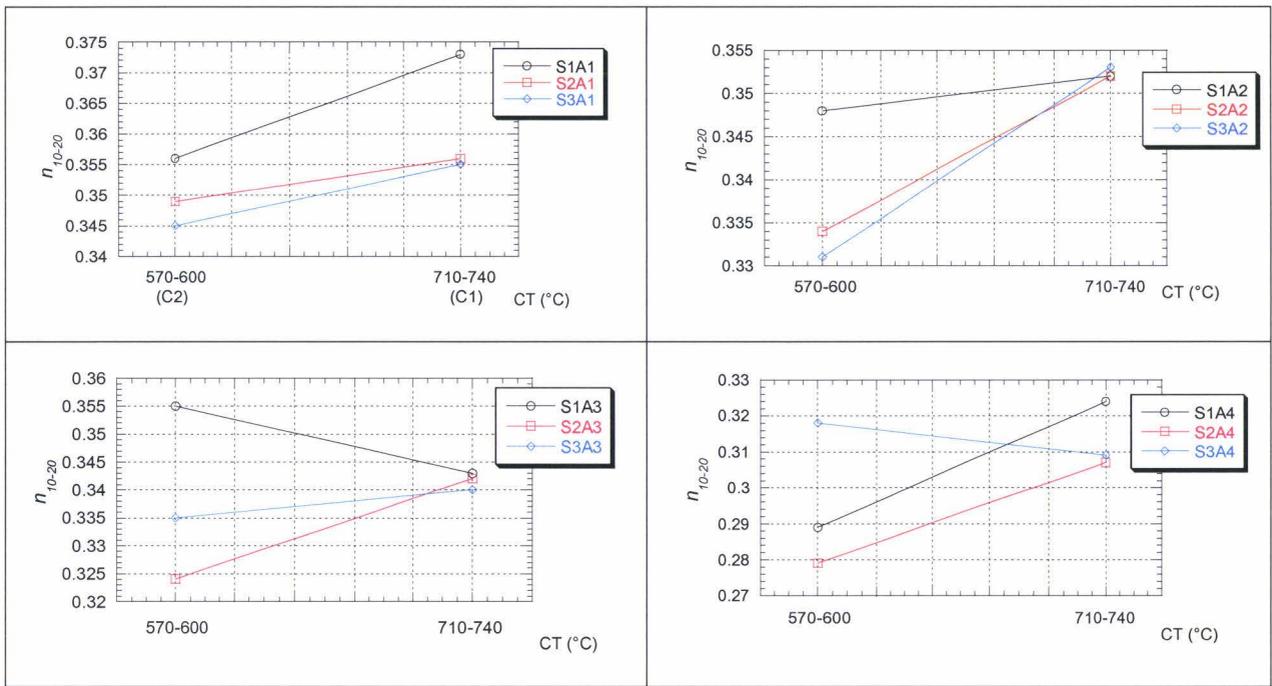


Figure 3.2 - Evolution de ' n_{10-20} ' en fonction de la température de bobinage CT pour différentes SRT et pour chacun des traitement de recuit (A1, A2, A3 et A4).

Figure 3.2 - Evolution of ' n_{10-20} ' as a function of CT for different SRT's for each annealing treatment, A1, A2, A3 and A4.

1.3. Relation entre le coefficient d'écroissage n_{10-20} et les propriétés mécaniques

1.3.1. Sélection des échantillons

Parmi les vingt cinq échantillons testés mécaniquement, neuf échantillons présentant les propriétés mécaniques les plus intéressantes compte tenu de la faisabilité industrielle ont été sélectionnés pour une analyse microstructurale. Ces neuf échantillons sont présentés dans le tableau 3.2. Les deux séries S1C1 et S3C1 ont été sélectionnées afin d'analyser l'effet de la température de réchauffement de la brame (SRT) et des différents types de recuit (A1, A2, A3 et A4) sur la valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} pour une température de bobinage constante C1 de 710-740°C. De plus, les échantillons présentant la plus petite et la plus grande valeur de n_{10-20} , c'est-à-dire S3C1A4 et S1C1A1 ont aussi été retenus pour analyser si des variations microstructurales peuvent expliquer ces valeurs extrêmes. L'échantillon TEST dont le cycle thermomécanique est proche d'un échantillon de type S2C1A3 a été ajouté à la sélection car cet échantillon a été utilisé pour mettre au point toute la méthodologie expérimentale d'étude des structures de dislocations. Ces échantillons vont aussi être utilisés pour vérifier s'il existe un lien entre la valeur mesurée de n_{10-20} et le comportement

macroscopique (en termes de courbes d'écroutissement $\theta(\varepsilon)$) et microscopique (en termes de densités de dislocations et de précipités) pendant la déformation uniaxiale du matériau.

De plus, ces échantillons ont été préparés dans le but de faire varier l'état de précipitation tout en maintenant la taille de grains constante afin de dissocier les deux effets sur n_{10-20} , ce qui est l'un des objectifs de cette étude. La taille de grains a été mesurée pour les neuf échantillons sélectionnés afin de vérifier si elle a pu être maintenue constante malgré les traitements thermomécaniques appliqués. Les tailles de grains des échantillons sélectionnés, mesurées à l'aide de la méthode des segments interceptés (voir chap. 2 § 1.3), sont présentées dans le tableau 3.2. Les neuf échantillons présentent une taille de grains moyenne d de $27.8 (\pm 4.3) \mu\text{m}$ (correspondant à un segment moyen intercepté \bar{l} de $18.5 (\pm 2.9) \mu\text{m}$). La figure 3.3 montre que n_{10-20} varie entre 0.290 et 0.375 alors que la taille de grains est quasi constante. La variation de n_{10-20} résulte bien d'un changement de l'état de précipitation.

Tableau 3. 2 – Propriétés mécaniques et tailles de grains des neuf échantillons sélectionnés.

Table 3. 2 – Mechanical properties and grain sizes of the nine selected specimens.

Tensile specimen	$R_{p0.2}$ in MPa	R_m in MPa	A_u in %	A_{80} in %	r	n_{10-20}	\bar{l} in μm	d in μm
TEST*	100	275	31.3	48.8	2.46	0.315	17.5 (± 1.0)	26.3 (± 1.5)
S1C1A1	77	261	33.1	51.3	2.52	0.375	25.4 (± 2.2)	38.0 (± 3.2)
S1C1A2	102	289	33.9	52.5	2.17	0.350	14.5 (± 1.3)	21.7 (± 1.8)
S1C1A3	100	278	31.3	45.6	2.53	0.345	17.9 (± 1.5)	26.9 (± 2.2)
S1C1A4	115	276	31.4	45.3	2.00	0.325	19.0 (± 1.7)	28.5 (± 2.5)
S1C2A4	133	308	28.9	42.5	1.72	0.290	17.8 (± 1.6)	26.7 (± 2.3)
S3C1A1	89	276	32.1	48.1	2.76	0.355	18.7 (± 0.6)	28.0 (± 0.9)
S3C1A3	115	303	32.8	50.6	2.50	0.340	18.1 (± 1.6)	28.0 (± 2.4)
S3C1A4	132	312	29.6	41.3	2.74	0.310	17.6 (± 1.1)	26.4 (± 1.7)

* specimen TEST is equivalent to specimen S2C1A3

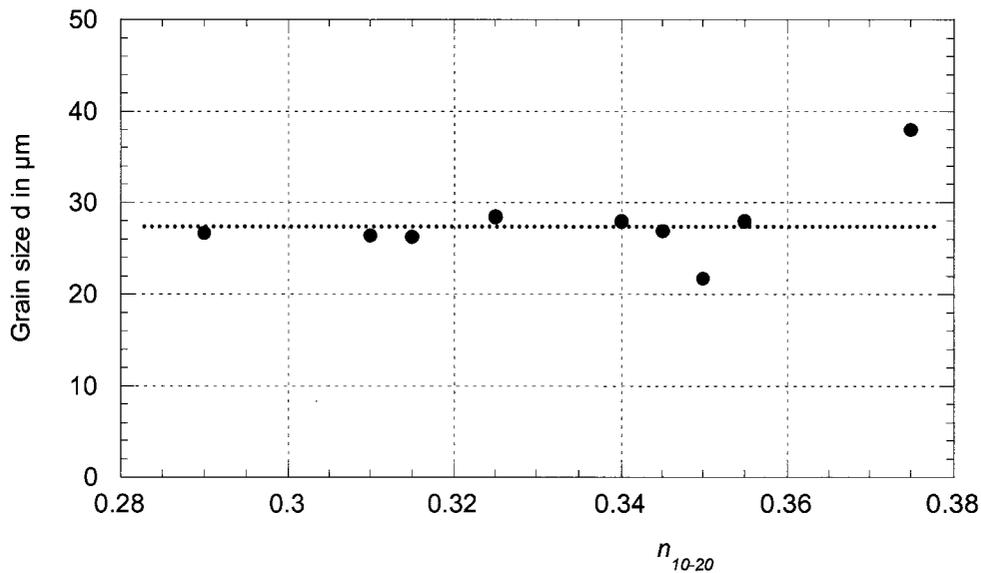


Figure 3.3 – Variation du coefficient d'érouissage ' n_{10-20} ' pour une taille de grain quasi constante.

Figure 3.3 – Variation of the strain-hardening coefficients ' n_{10-20} ' for a quite constant grain size.

1.3.2. Relation entre l'allongement homogène et le coefficient d'érouissage n_{10-20}

Nous avons vu dans le chapitre I § 2.1.5 que si l'acier obéit à une loi empirique représentée soit par une relation de type Hollomon soit par une relation de type Ludwik, la déformation homogène est reliée à la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} . La figure 3.4 montre le lien existant entre l'allongement homogène et le coefficient d'érouissage pour l'acier Ti-IF étudié. Plus la valeur de n_{10-20} est élevée, plus l'allongement homogène est élevé. Par conséquent, le coefficient d'érouissage n_{10-20} mesure l'aptitude de l'acier Ti-IF à se déformer de façon homogène.

1.3.3. Relation entre la résistance mécanique et le coefficient d'érouissage n_{10-20}

Les grandeurs caractéristiques de la résistance mécanique de l'acier étudié ($R_{P0.2}$ et R_m) sont reportées en fonction du coefficient d'érouissage n_{10-20} sur la figure 3.5. Il s'avère que la valeur du coefficient d'érouissage est dépendante d'une part de la limite d'élasticité du matériau et d'autre part de la résistance à la traction. Il est donc nécessaire de séparer chaque influence sur la valeur du coefficient d'érouissage, c'est-à-dire l'influence de la limite d'élasticité et de l'incrément de contrainte dû à l'érouissage.

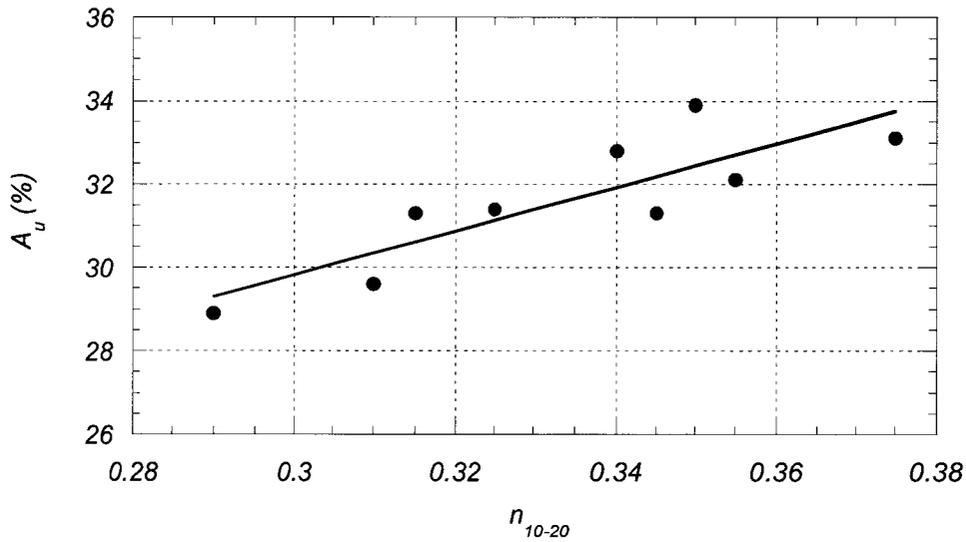


Figure 3.4 – Relation entre l'allongement homogène A_u et le coefficient d'écroutissage ' n_{10-20} '.

Figure 3.4 - Relationship between the homogeneous elongation A_u and the strain-hardening coefficient ' n_{10-20} '.

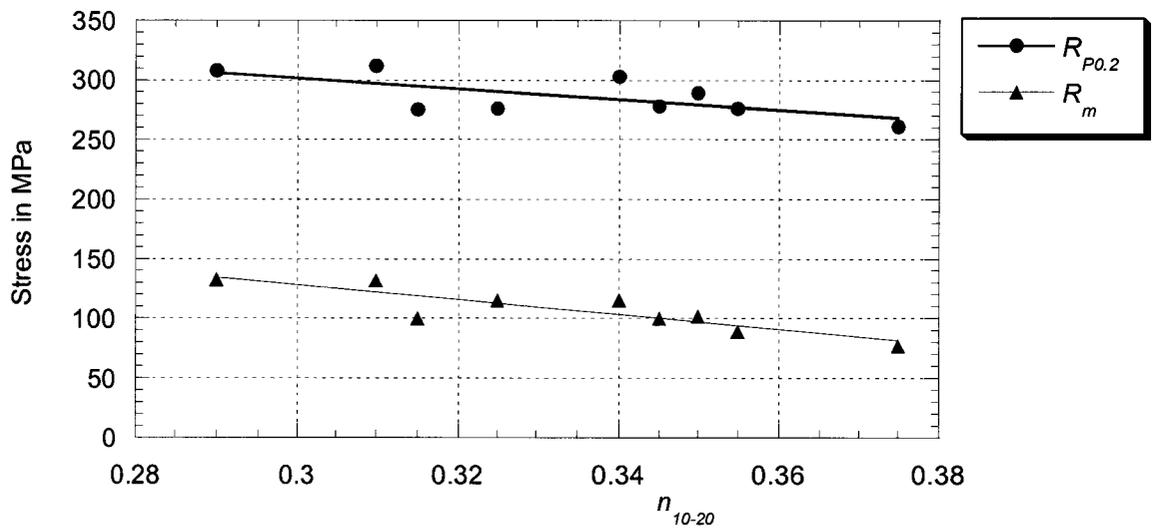


Figure 3.5 - Relation entre la limite d'élasticité $R_{P0.2}$, la résistance à la traction R_m et le coefficient d'écroutissage ' n_{10-20} '.

Figure 3.5 - Relationship between the yield stress $R_{P0.2}$, the tensile strength R_m and the strain-hardening coefficient ' n_{10-20} '.

Cet incrément de contrainte dû à l'écrouissage en cours de déformation plastique est égal à la différence de contraintes entre la limite d'élasticité et la résistance à la contrainte, soit $\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2} = \sigma_{Rm} - \sigma_{Rp0.2}$. La mesure de $\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2}$ pour les neuf échantillons est présentée dans le tableau 3.3.

Tableau 3. 3 - Mesures de l'incrément de contrainte dû à l'écrouissage.

Table 3. 3 – Measurements of stress increment due to strain-hardening.

specimen	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	$\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2}$ (MPa)
S1C1A1	77	261	184
S3C1A1	89	276	187
TEST	100	275	175
S1C1A3	100	278	178
S1C1A2	102	289	187
S1C1A4	115	276	161
S3C1A3	115	303	188
S3C1A4	132	312	180
S1C2A4	133	308	175

Trois cas de figure se présentent pour le matériau étudié :

1. L'incrément de contrainte dû à l'écrouissage est constant pour différentes valeurs de la limite d'élasticité (échantillons S3C1A1, S1C1A2 et S3C1A3 par exemple),
2. L'incrément de contrainte dû à l'écrouissage est différent pour la même valeur de la limite d'élasticité (échantillons TEST, S1C1A3 et S1C1A2 par exemple),
3. L'incrément de contrainte dû à l'écrouissage et la valeur de la limite d'élasticité sont tous les deux différents (échantillons S1C1A1, S1C1A3 et S3C1A2 par exemple).

La valeur moyenne de l'incrément de contrainte dû à l'écrouissage des échantillons sélectionnés est de 179 (± 9) MPa et 180 (± 6) MPa si tous les échantillons sont pris en compte (voir annexe 3). Les valeurs mesurées pour les échantillons sélectionnés varient principalement dans l'intervalle [175 MPa, 188 MPa] avec un échantillon qui présente une valeur de 161 MPa. Ainsi, l'effet du changement de l'état de précipitation des neuf échantillons sur l'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2}$ en cours de déformation plastique peut être considéré comme faible en comparaison à l'effet sur la limite d'élasticité pour les échantillons sélectionnés qui est de 55 MPa. Par conséquent, l'effet de la variation de l'incrément de contrainte sur la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} est moins important que celui de la variation de la limite d'élasticité mais ne peut être totalement négligé comme

le montre la figure 3.6 où le coefficient d'érouissage n_{10-20} est reporté en fonction de la valeur mesurée de l'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{R_m-R_{p0.2}}$. Les valeurs les plus élevées de n_{10-20} sont obtenues pour les incréments de contrainte les plus élevés.

Ce résultat sera pris en compte lors de l'analyse des courbes d'érouissage $\theta(\varepsilon)$ car l'incrément de contrainte dû à l'érouissage intervient dans cette analyse par le biais de la relation 1.25 qui donne la valeur n en fonction de la limite d'élasticité et de l'incrément de contrainte dû à l'érouissage.

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon}(\varepsilon_u) = \sigma_y + \Delta\sigma(\varepsilon_u)$$

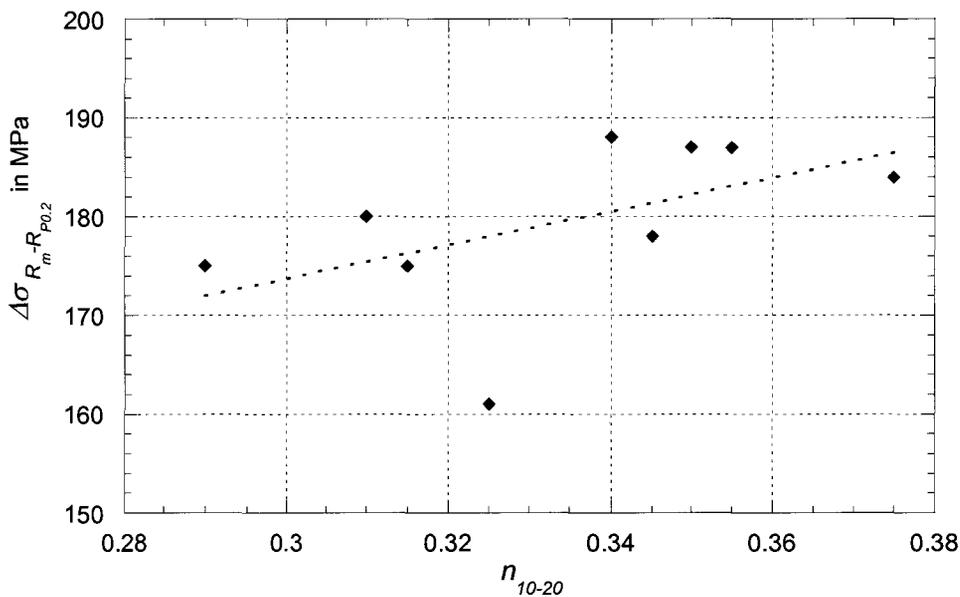


Figure 3.6 - Relation entre le coefficient d'érouissage ' n_{10-20} ' et l'incrément de contrainte dû à l'érouissage.

Figure 3.6 - Relationship between the strain-hardening coefficients ' n_{10-20} ' and the stress increment due to the strain-hardening.

1.4. Synthèse

La valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} définie par la relation 2.4 peut changer en faisant varier les différents paramètres du cycle thermomécanique : la température de réchauffement de la brame (SRT), la température de bobinage (CT) ainsi que le type et la température de recuit (voir chapitre II § 1.2). Ces paramètres ont pour principal but de changer l'état de précipitation des échantillons préparés.

Les essais de traction monotone effectués sur les vingt cinq échantillons ont montré que les valeurs mesurées les plus élevées pour n_{10-20} sont obtenues pour une température de réchauffement de la brame de 1050°C, une température de bobinage de 710-740°C et pour un traitement de recuit continu en ligne (CAPL) (voir figure 3.1). Par conséquent, un changement de l'état microstructural obtenu en changeant les paramètres thermomécaniques va faire varier la valeur du coefficient d'écroutissage de l'acier Ti-IF étudié.

Parmi ces vingt cinq échantillons, les neuf échantillons présentant les propriétés mécaniques et les paramètres thermomécaniques les plus intéressants d'un point de vue industriel ont été sélectionnés.

Ces neuf échantillons présentent une taille de grain moyenne constante d de $27.8 (\pm 4.3) \mu\text{m}$ permettant ainsi de distinguer l'effet des précipités de celui de la taille de grains. A taille de grains constante, n_{10-20} varie entre 0.290 et 0.375 à cause d'un changement de l'état de précipitation. La relation entre la déformation homogène et la valeur de n_{10-20} décrite par les lois empiriques de type Hollomon ou Ludwik est vérifiée pour ces échantillons : plus la valeur de n_{10-20} est élevée, plus l'allongement homogène est élevé. De plus, il existe bien une relation entre la limite d'élasticité et la valeur de n_{10-20} .

La mesure de l'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2}$ pour les neuf échantillons a montré que la variation de l'état de précipitation obtenue pour les neuf échantillons sélectionnés a une influence moins marquée sur l'écroutissage en cours de déformation que sur la valeur de la limite d'élasticité.

La caractérisation précise de l'état de précipitation des échantillons et l'analyse du comportement collectif des dislocations doivent permettre d'expliquer les résultats obtenus concernant l'analyse des propriétés mécaniques.

English version :

The measured value of the strain-hardening coefficient according to formula 2.4 can be different by changing the thermo-mechanical parameters during fabrication process : the Slab Reheating Temperature (SRT), the Coiling Temperature (CT) as well as both the type and the temperature of Annealing treatment (see Chapter II § 1.2). The main result of a change of the thermo-mechanical parameters is to modify the precipitation state of the prepared tensile specimens.

Uniaxial tensile tests performed on twenty five prepared specimens have shown that the highest measured n -values are obtained for a slab reheating temperature of 1050°C, a coiling temperature within 710-740°C and for a continuous annealing treatment (CAPL) (see figure 3.1). Therefore, a change of the microstructural state in the studied Ti-IF steel grade obtained after changing the thermo-mechanical parameters involves a change of the measured strain-hardening coefficient of the studied IF-steel grade.

Nine specimens over twenty five specimens were selected. These specimens present the most interesting thermo-mechanical parameters and mechanical properties for industrial applications.

The average grain size d of the nine selected specimens is constant ($27.8 \pm 4.3 \mu\text{m}$) which permits distinguishing precipitation state effects from grain size effects. The measured n_{10-20} is varying within 0.290 and 0.375 due only to precipitation hardening effects. The existing relationship between homogeneous elongation and strain-hardening n_{10-20} value described by the Hollomon type empirical relation was verified for the studied steel : the higher measured n_{10-20} is, the higher homogeneous elongation is. A relationship between the measured n_{10-20} value and the yield stress value ($R_{p0.2}$) was established.

The stress increment $\Delta\sigma_{R_m-R_{p0.2}}$ due to strain-dependent strain-hardening was measured for the nine selected specimens. The results show that precipitation state does not affect the strengthening phenomena during tensile deformation. Therefore, the yield stress value appears only affected by the precipitation state change.

The fine experimental characterisation of the precipitation state and the analysis of the dislocation behaviour during deformation of the selected specimens should explain the main results obtained in this part about the effects of precipitates on n -value.

2. ETUDE DE L'ETAT DE PRECIPITATION DES ECHANTILLONS SELECTIONNES

L'état de précipitation de huit échantillons parmi les neuf échantillons du tableau 3.2 a été caractérisé : ce sont les échantillons S1C1S1, S1C1A2, S1C1A3, S1C1A4, S1C2A4, S3C1A1, S3C1A3 et S1C1A4. Les précipités présents dans ces échantillons ont été analysés sur des répliques au carbone (voir chapitre II § 2.2.1.1) en couplant l'imagerie en MET et la microanalyse EDS (voir chapitre II § 3.2.1). Les échantillons sont analysés après le traitement de recuit, par conséquent tous les états de précipitation caractérisés dans cette étude sont les états de précipitation après le cycle thermomécanique complet.

2.1. Etat de précipitation des échantillons sélectionnés

Cinq types de précipités sont principalement présents dans les échantillons analysés de cet acier Ti-IF : ce sont essentiellement les carbosulfures de titane $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$, les phosphures de titane TiFeP , les carbures de titane TiC , les nitrures de titane TiN et des sulfures de titane TiS . Nous retrouvons les précipités caractéristiques des aciers ultra bas carbone sans interstitiels stabilisés au titane^[1]. Un exemple d'images obtenues en MET des précipités et des spectres EDS correspondants est illustré sur la figure 3.7 pour trois des cinq types de précipités présents dans les échantillons.

Les intervalles de taille des précipités (c'est-à-dire le rayon des précipités mesuré expérimentalement par MET) sont donnés dans le tableau 3.4 pour chaque échantillon sélectionné SxCyAz et pour chaque type de précipités. Les plus petits précipités présents dans les échantillons sont les carbures de titane dont la taille varie dans l'intervalle [5 nm, 65 nm]. Les carbosulfures de titane ont une taille qui varie dans l'intervalle [5 nm, 300 nm] et celle des phosphures de fer varie dans l'intervalle [5 nm, 250 nm]. Notons enfin que les nitrures de titane TiN et les sulfures de titane TiS sont plus gros comparés aux autres types de précipités.

Les carbosulfures de titane et les phosphures de fer présentent des intervalles de taille similaires mais différent par leur morphologie. En effet, les précipités observés et analysés dans cette étude présentent une morphologie qui est identique à celle observée lors d'études ultérieures^[1, 2] sur le même type de matériau au centre de recherche OCAS, c'est-à-dire en forme :

- De beignet ("doughnut"-shaped) pour les Ti₄C₂S₂,
- De flocon ("flake"-shaped) pour les TiFeP,
- De cube ("cubic"-shaped) pour les TiN,
- De sphère pour les autres.

Tableau 3. 4 – Intervalles de taille (rayon en nm) des précipités présents dans les échantillons.

Table 3. 4 – Ranges of size (radius in nm) for precipitates of the specimens.

Specimen	TiFeP	TiS	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiC	TiN
S1C1A1	9-125	63-415	9-300	/	63-125
S1C1A2	13-210	50-325	21-200	/	63-750
S1C1A3	7-250	125-250	7-150	5-9	/
S1C1A4	5-95	170-625	10-200	5-32	/
S1C2A4	9-95	42	10-170	5-33	/
S3C1A1	10-125	63-400	5-170	5-21	100-190
S3C1A3	13-200	100-190	7-125	5-65	500-2000
S3C1A4	7-170	125-300	7-75	5-25	/

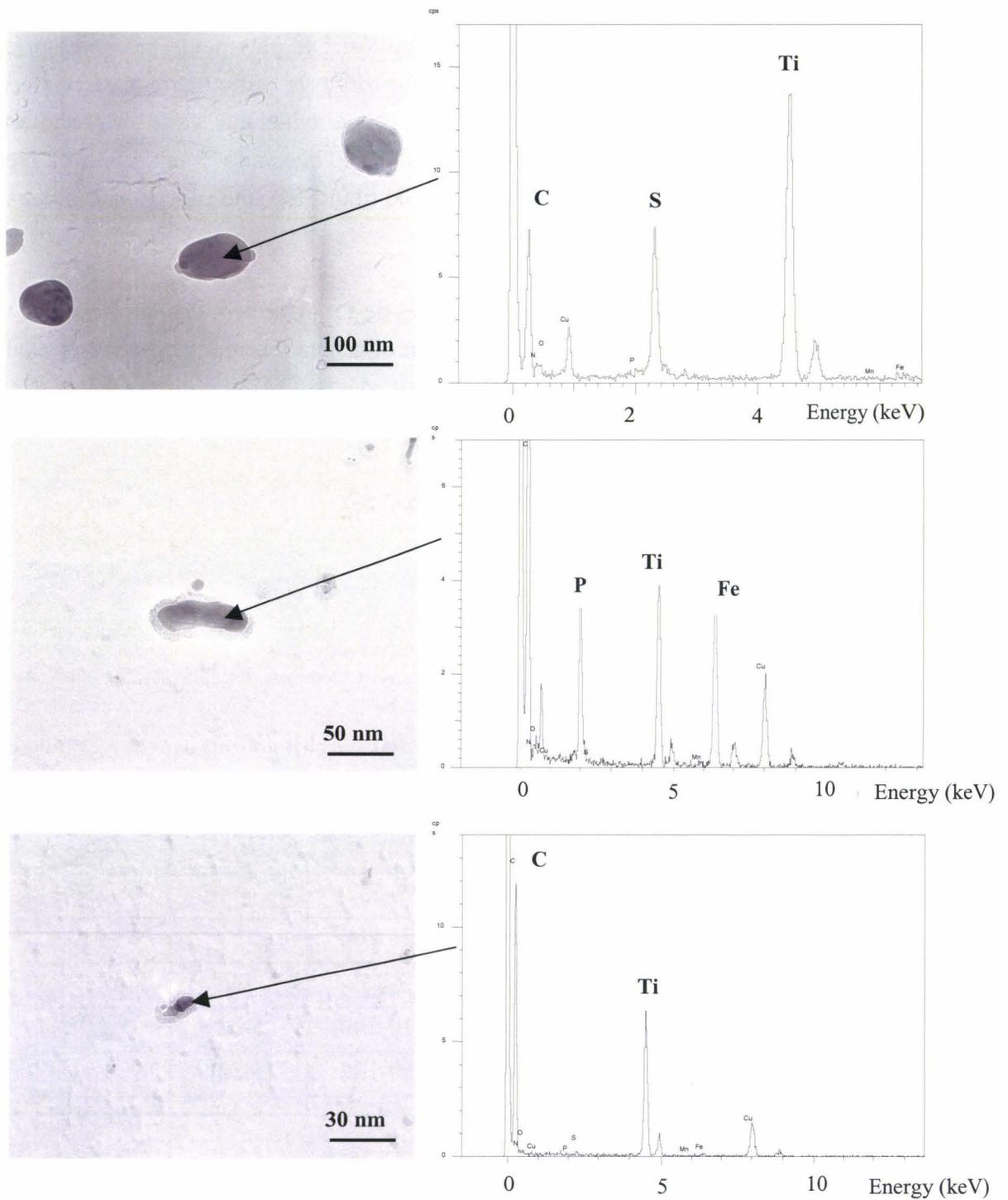


Figure 3.7 – Exemple de micrographies en MET de précipités et des spectres EDS correspondants.

Figure 3.7 – Example of TEM micrographs of precipitates and corresponding EDS spectra.

Les valeurs moyennes des rayons et les intervalles de confiance au seuil de 1% pour les différents types de précipités et échantillons sont présentés dans le tableau 3.5. Les intervalles de confiance pour les mesures effectuées sur les carbures de titane et les sulfures de titane ne figurent pas dans le tableau car le nombre de précipités analysés est trop faible. La valeur moyenne mesurée du rayon des précipités varie entre 31 nm et 41 nm pour les phosphures de titane TiFeP à l'exception de l'échantillon S1C1A2 pour lequel la valeur moyenne du rayon est de 61 nm. Pour les carbures de titane TiC, elle varie entre 7 nm et 18 nm. Pour les carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$, la valeur moyenne mesurée du rayon des précipités varie entre 24 nm et 99 nm. Nous pouvons conclure à ce stade que les paramètres du cycle thermomécanique influencent l'état de précipitation dans les échantillons en termes de tailles et de distribution.

Tableau 3. 5 - Résultats des mesures de taille des précipités présents dans les échantillons (taille moyenne et intervalle de confiance au seuil de 1%).

Table 3. 5 - Results of the size measurements of the precipitates in the specimens (mean radius and confidence interval at 1% threshold).

Specimen	TiFeP		$Ti_4C_2S_2$		TiC		TiS		TiN	
	\bar{r} in nm		\bar{r} in nm		\bar{r} in nm		\bar{r} in nm		\bar{r} in nm	
S1C1A1	41	[31, 51]	76	[61, 91]	/	/	279		/	
S1C1A2	60	[32, 88]	79	[65, 93]	/	/	151		265	
S1C1A3	37	[30, 44]	74	[57, 91]	7	[4, 10]	208		/	
S1C1A4	31	[26, 36]	89	[69, 109]	14	[9, 19]	377		/	
S1C2A4	33	[28, 38]	99	[77, 121]	9	[7, 11]	/		/	
S3C1A1	33	[24, 42]	44	[35, 93]	11	[10, 12]	223		/	
S3C1A3	40	[32, 48]	32	[20, 44]	18	[14, 22]	/		1400	
S3C1A4	37	[29, 46]	24	[13, 35]	12	[10, 14]	215		/	

2.2. Influence de la température de réchauffement de la brame (SRT) sur l'état de précipitation

2.2.1. Etude de l'influence de SRT sur la taille des précipités

Le tableau 3.6 donne le rayon moyen mesuré et l'intervalle de confiance au seuil de 1% pour les différents types de précipités pour chacune des deux températures de réchauffement de la brame (1050° C et 1250° C). Il apparaît clairement dans ce tableau, qu'une augmentation de la température de réchauffement de la brame SRT entraîne principalement une diminution de la taille moyenne des carbosulfures de titane en fin de

cycle thermomécanique. Pour les phosphures de titane TiFeP, la taille moyenne des précipités reste sensiblement identique entre 1050°C et 1250°C. Le rayon moyen des carbures de titane TiC augmente très légèrement avec une augmentation de SRT. Le rayon moyen mesuré pour les nitrures de titane TiN et les sulfures de titane TiS est reporté uniquement à titre indicatif dans le tableau car leur très faible nombre dans les échantillons (moins de cinq précipités sur cent soixante analysés) ne permet pas d'obtenir des résultats significatifs. De plus, en tenant compte que leur taille est très supérieure à celle des autres types de précipités, leur effet sur les propriétés mécaniques va être négligeable par rapport à celui des autres types de précipités.

Tableau 3. 6 – Evolution du rayon moyen des précipités avec SRT.

Table 3. 6 – Evolution of the average radius of the precipitates with SRT.

	\bar{r} in nm for SRT = 1050°C		\bar{r} in nm for SRT = 1250°C	
TiC	10	[8, 12]	13	[11, 15]
Ti ₄ C ₂ S ₂	80	[73, 87]	40	[33, 47]
TiFeP	36	[33, 39]	38	[33, 43]
TiS	211	/	248	/
TiN	174	/	771	/

La distribution des tailles des précipités va dépendre de la température de réchauffement de la brame. Sur la figure 3.8, les histogrammes des tailles des précipités sont représentés pour les carbosulfures de titane Ti₄C₂S₂ (histogramme a) et phosphures de fer TiFeP (histogramme b) pour les deux températures de réchauffement de la brame S1 et S2. Les deux populations de carbosulfures de titane analysées présentent des distributions binodales de tailles différentes :

- Pour les échantillons préparés avec une température de SRT de 1050°C, la taille des carbosulfures de titane Ti₄C₂S₂ se situe principalement dans les intervalles [10 nm, 30 nm] et [80 nm, 130 nm],
- Pour les échantillons préparés avec une température de SRT de 1250°C, la taille des Ti₄C₂S₂ se situe principalement dans les intervalles [10 nm, 30 nm] et [50 nm, 70 nm],
- La distribution de taille des phosphures de fer TiFeP est proche pour les deux températures de réchauffement de la brame. La taille des TiFeP se situe principalement dans l'intervalle [10 nm, 40 nm].

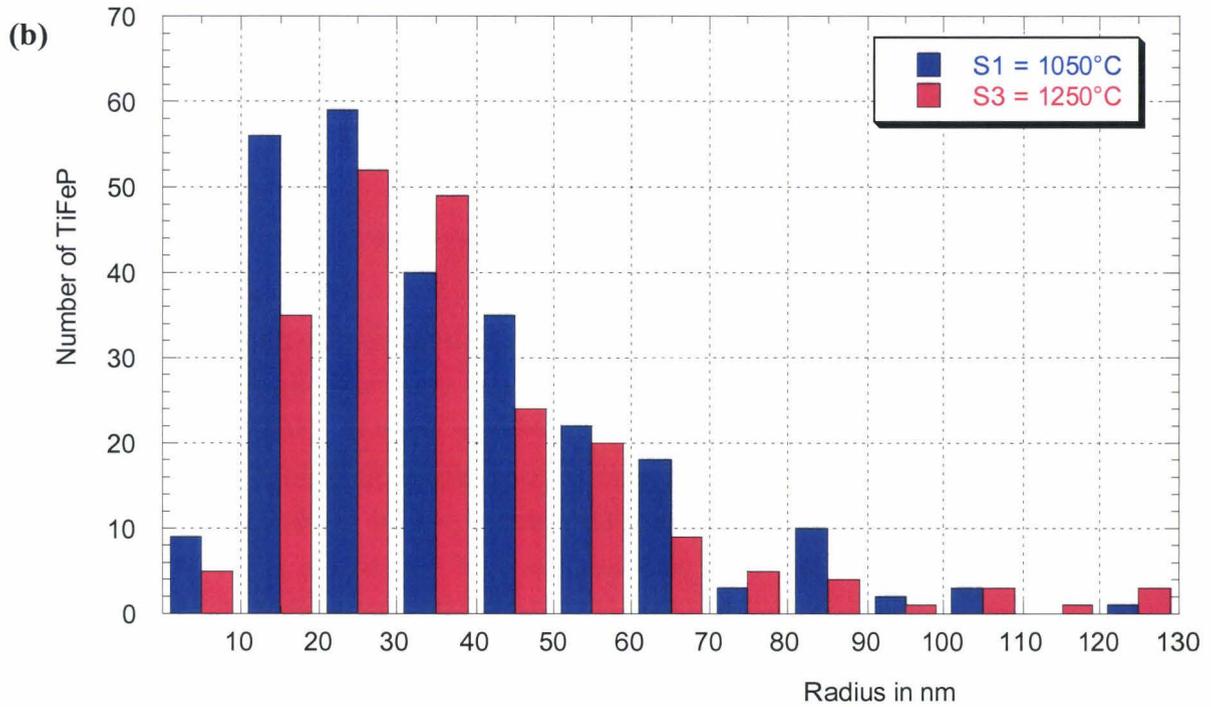
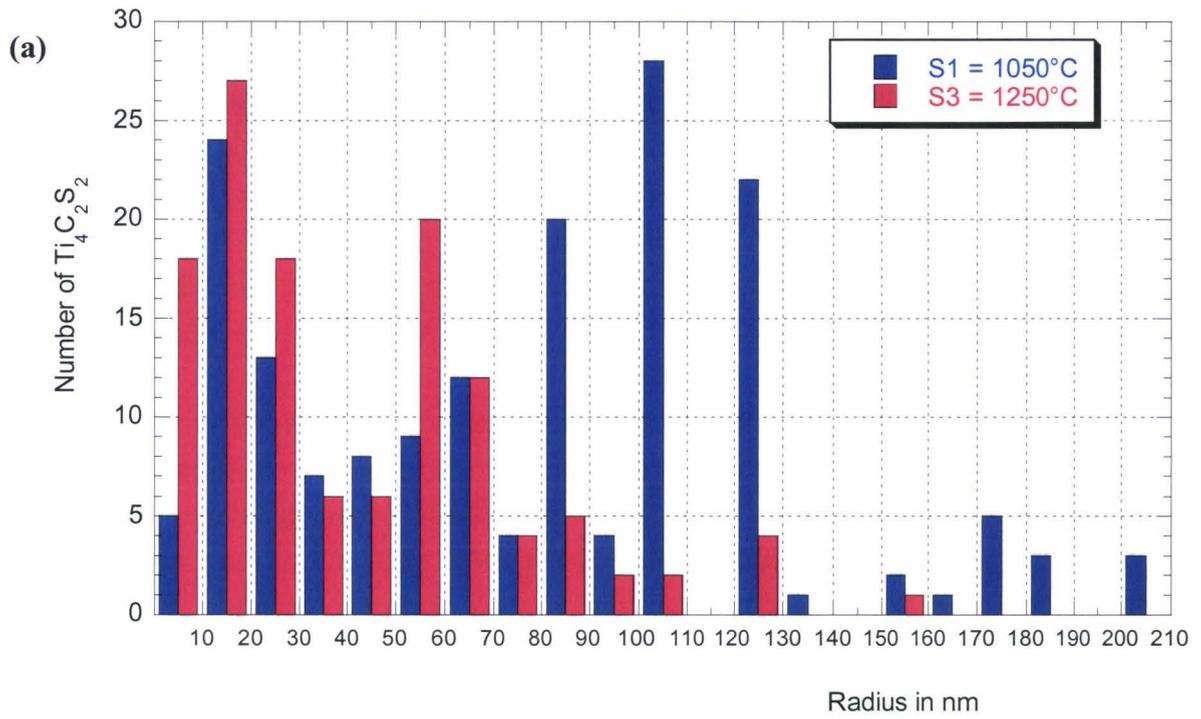


Figure 3.8 – Histogrammes des tailles de précipités pour les deux températures de SRT (a : $Ti_4C_2S_2$, b : TiFeP).

Figure 3.8 – Histograms of precipitate sizes for both the SRTs (a : $Ti_4C_2S_2$, b : TiFeP).

2.2.2. Influence de SRT sur la séquence de précipitation

La température de réchauffement de la brame va jouer un rôle sur la séquence de précipitation dans les échantillons au cours du cycle thermomécanique. En effet, comme elle contribue à la remise en solution du titane plus ou moins complète par dissolution des carbosulfures de titane lors du réchauffement de la brame, la distribution des précipités va dépendre de la quantité de titane en solution solide dans la matrice de fer. Deux températures ont été choisies dans cette étude de l'effet de SRT sur l'état de précipitation ainsi que sur les propriétés mécaniques. Le tableau 3.7 donne les résultats de l'analyse d'une population d'environ cent soixante précipités par échantillon.

L'analyse pour chaque température de réchauffement de la brame (S1 = 1050°C et S3 = 1250°C) d'environ cinq cent précipités montre clairement (voir figure 3.9) qu'une augmentation de la température de 200°C au cours du réchauffement de la brame va entraîner une diminution du nombre de carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ et de phosphures de titane TiFeP présents dans les échantillons en fin de cycle thermomécanique au profit d'une augmentation (voir de l'apparition) des carbures de titane TiC. Une diminution de 15% de la proportion des $Ti_4C_2S_2$ et des TiFeP présents dans les échantillons est observée avec une augmentation de 200°C de SRT.

Les carbures de titane atteignent 30% de la population totale des précipités pour une température de SRT de 1250°C alors qu'ils représentent moins de 5% de la population de précipités pour une température de SRT de 1050°C. Pour cette température de réchauffement de la brame les carbures de titane sont mêmes absents dans certains échantillons.

2.2.3. Influence du traitement de recuit sur la précipitation

Pour la préparation des échantillons, deux types de recuit de recristallisation ont été utilisés lors du cycle thermomécanique, il s'agit du recuit continu en ligne dit "CAPL" (A1 et A2) et du recuit sous cloche dit "BAF" (A3 et A4). Les types de recuit et les températures utilisées vont aussi influencer l'état de précipitation des échantillons quelle que soit la température de réchauffement de la brame. La figure 3.10 qui représente la répartition des précipités en fonction du type de recuit pour les deux SRT montre que :

- L'utilisation du recuit sous cloche va favoriser la précipitation des phosphures de titane TiFeP au dépend des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ quelle que soit SRT,
- L'utilisation du recuit continu va favoriser la précipitation des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ au dépend des phosphures de titane TiFeP quelle que soit SRT,
- Un recuit BAF favorise la précipitation des carbures de titane.

Tableau 3. 7 - Résultats de l'analyse de la population des précipités pour les échantillons sélectionnés.

Table 3. 7 - Results of the analysis of the population of precipitates for the selected specimens.

Specimen	TiFeP	TiS	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiC	TiN
S1C1A1	44	10	103	/	3
S1C1A2	26	28	102	/	4
S1C1A3	112	3	42	3	/
S1C1A4	105	5	38	12	/
S1C2A4	93	1	21	45	/
S3C1A1	31	7	82	38	2
S3C1A3	87	2	6	62	3
S3C1A4	78	4	22	56	/

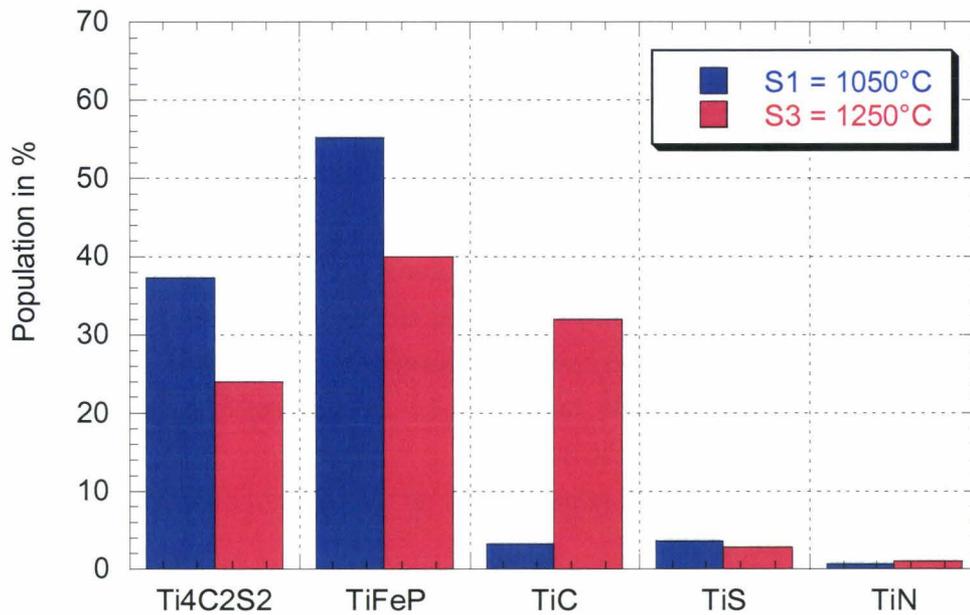


Figure 3.9 – Effet de la température de réchauffement de la brame (SRT) sur la population de précipités.

Figure 3.9 – Effect of slab reheating temperature (SRT) on the population of precipitates.

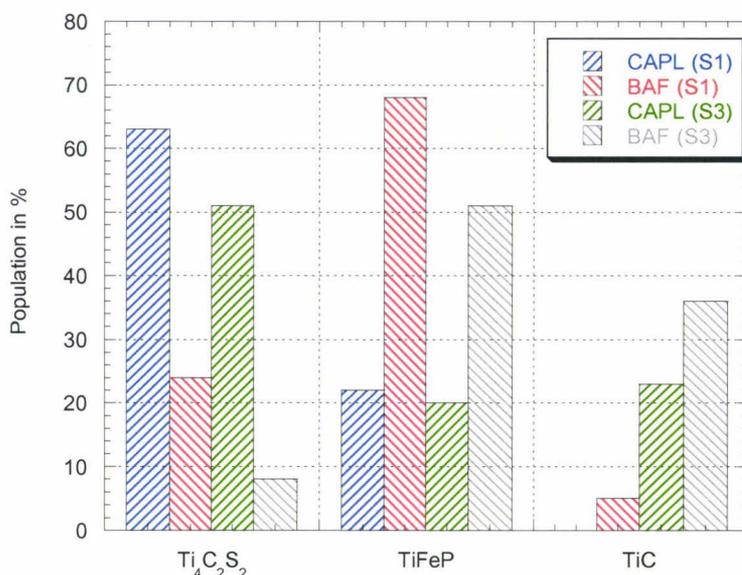


Figure 3.10 – Effet du traitement de recuit sur la population de précipités.

Figure 3.10 – Effect of annealing treatment on the population of precipitates.

2.3. Synthèse et discussion

L'analyse sur répliques extractives d'une population d'environ cinq cent précipités pour chaque température de réchauffement de la brame (S1 = 1050°C et S3 = 1250°C) a montré qu'une augmentation de la température de réchauffement de la brame de 200°C entraîne dans les échantillons à la fin du cycle thermomécanique complet :

1. Une diminution de 15% de la proportion de carbosulfures de titane Ti₄C₂S₂ dans les échantillons,
2. Une diminution de 15% de la proportion de phosphures de titane TiFeP dans les échantillons,
3. Une augmentation de la proportion (voire l'apparition) de fins carbures de titane TiC.

Les carbures de titane TiC atteignent 30% de la population totale des précipités pour une température de SRT de 1250°C alors qu'ils ne sont pas présents ou représentent moins de 5% de la population de précipités pour une température de SRT de 1050°C.

Ce changement de l'état de précipitation avec SRT est lié à la re-précipitation pendant le cycle thermomécanique après dissolution des carbosulfures de titane lors du réchauffement de la brame à 1250°C. En effet, une étude récente sur la précipitation des carbosulfures de

titane dans les aciers IF^[2, 3] a montré que la température de dissolution des carbosulfures de titane dans un acier IF dont la composition chimique est proche de celle de l'acier étudié se situe entre 1150°C et 1200°C. La remise en solution du titane pour les échantillons préparés avec une SRT de 1250°C est à l'origine de l'observation d'une diminution de la taille moyenne des $Ti_4C_2S_2$ qui précipitent lors du cycle thermomécanique. Pendant le cycle thermomécanique, le titane disponible va précipiter pour donner des carbures de titane. Les résultats de cette étude sont cohérents avec ceux obtenus par Miuzi^[4] qui rapporte qu'une augmentation de SRT entraîne une diminution de la fraction molaire de $Ti_4C_2S_2$ et une augmentation de celle de TiC. Les carbures de titane sont plus petits que les carbosulfures de titane, par conséquent ils ont un effet durcissant plus marqué et la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} des échantillons contenant des carbures de titane va diminuer.

Le type de traitement de recuit utilisé lors du cycle thermomécanique va modifier l'état de précipitation des échantillons. La précipitation des carbosulfures de titane sera favorisée par l'utilisation d'un recuit continu et la précipitation des phosphures de titane sera favorisée par l'utilisation d'un recuit sous cloche. En effet, la proportion de carbosulfures de titane est inférieure dans les échantillons qui ont subi un traitement de recuit sous cloche (BA) à celle dans les échantillons qui ont subi un traitement de recuit continu en ligne (CA). Par conséquent, un traitement de recuit sous cloche favorise la précipitation des phosphures de titane TiFeP. Des résultats similaires ont été observés par J. Shi^[5]. Pour les phosphures de fer TiFeP, la taille moyenne des précipités reste sensiblement la même quelle que soit SRT, et est inférieure à celle des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$. Par conséquent il est préférable de privilégier la précipitation des carbosulfures de titane pour obtenir une valeur de n élevée.

La taille moyenne mesurée des nitrures de titane TiN et de sulfures de titane TiS est très supérieure à celle des autres types de précipités par conséquent, en tenant compte en plus de leur très faible proportion dans les échantillons, leurs effets sur les propriétés mécaniques peuvent être considérés comme négligeables.

Nous avons donc vu dans cette partie que la méthode des répliques permet de caractériser l'état de précipitation en termes de morphologie, de nature chimique et de distributions de taille. Compte tenu de la caractérisation précise de l'état de précipitation de chaque échantillon, le comportement en érouissage des échantillons sélectionnés peut être analysé afin d'analyser l'effet de la précipitation sur le comportement en érouissage des échantillons.

English version :

The analysis of a population of around five hundred precipitates for both the slab reheating temperatures ($S1 = 1050^{\circ}\text{C}$ and $S3 = 1250^{\circ}\text{C}$) showed that an increase in 200°C of the slab reheating temperature gives rise at the end of the thermo-mechanical processing to :

1. A decrease in 15% of the number of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ precipitates in the specimens,
2. A decrease in 15% of the number of TiFeP precipitates in the specimens,
3. An increase of the number (or the apparition) of fine TiC precipitates in the specimens.

Titanium carbides TiC represent up to 30% of precipitate population for a slab reheating temperature of 1250°C even though they are not found or represent less than 5% of precipitate population for a slab reheating temperature of 1050°C .

The observed change of precipitation state with SRT is due to a re-precipitation occurring during the complete thermo-mechanical processing after dissolution of the titanium carbosulfides during the slab reheating operation at 1250°C . Indeed, recent surveys on the precipitation of the titanium carbosulfides in Ti-IF steels^[2, 3] have shown that the dissolution temperature of this type of Ti-containing precipitates is observed within 1150°C - 1200°C . The dissolution of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ precipitates for specimens processed with a SRT of 1250°C and the re-precipitation of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ precipitates explain the decrease in the average precipitate size measured at the end of the thermo-mechanical processing. Indeed, the available titanium in solid solution precipitates to form new $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ precipitates during the thermo-mechanical cycle. The results in this study are consistent with Miuzzi' results^[4] who related that an increase in the slab reheating temperature involves a decrease in the molar fraction of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ precipitates and an increase in the molar fraction of TiC carbides. The titanium carbides are smaller than titanium carbosulfides; therefore their hardening effects are higher and may explain the lower values of the measured strain-hardening coefficient n_{10-20} .

The type of annealing treatment used during the thermo-mechanical processing influences the precipitation state in specimens as well. Precipitation of the titanium carbosulfides is favored by a continuous annealing treatment and the precipitation of titanium phosphorus is favored by a batch annealing treatment. Indeed, the number of titanium carbosulfides is lower in the specimens prepared with a batch annealing treatment (BA) than in the specimens prepared with a continuous annealing treatment (CA). Therefore, TiFeP formation is influenced by the type of annealing treatment. Similar results have been found by J. Shi^[5]. The average size of TiFeP precipitates is not influenced by the slab reheating temperature in the present study. Moreover, the average size of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$

precipitates is always higher than that of TiFeP precipitates. Therefore, the precipitation of the $Ti_4C_2S_2$ has to be advantaged so as to obtain higher n-value.

The average sizes of sulfur nitrides TiS and nitrogen nitrides TiN were measured very higher than other types of precipitates. Moreover, their number is very low in the analyzed specimens. Therefore, hardening effects of these two types of precipitates are not expected on the mechanical properties and they are not taken into account in this study.

This part showed that the analysis of extraction replica permit characterizing finely the precipitation state of the specimens in terms of morphology, chemical composition and size distribution. The analysis of the influence of precipitation state on strengthening phenomena in this Ti-IF steel grade can be performed taking into account the fine characterization of precipitation state.

3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE PRECIPITATION SUR L'ECROUISSAGE DE L'ACIER Ti-IF

Le but de cette partie est d'analyser le comportement en écrouissage des échantillons sélectionnés par le biais d'une analyse poussée des courbes d'écrouissage du matériau étudié qui sera renforcée par des investigations par Microscopie Electronique en Transmission du comportement collectif des dislocations en cours de déformation.

3.1. Analyse des courbes d'écrouissage de l'acier Ti-IF

3.1.1. Le double comportement en "n"

3.1.1.1. Application de la méthode de Crussard-Jaoul pour la détermination du double comportement en "n"

La courbe de la figure 3.11, où est reporté le logarithme de la contrainte vraie en fonction du logarithme de la déformation vraie, montre que l'acier Ti-IF étudié ne peut pas être caractérisé par une relation strictement linéaire entre $\ln\sigma$ et $\ln\varepsilon$. En effet, cette courbe présente un point d'inflexion autour de $\varepsilon = 0.05$. Par conséquent, une seule valeur du coefficient d'écrouissage n ne peut pas représenter la courbe entière.

Ch. Crussard^[6] a montré que la représentation directe en diagramme double log était trop optimiste et qu'elle révèle mal les écarts aux lois d'Hollomon et de Ludwik. En particulier, si seule une portion de la courbe obéit à une de ces lois empiriques, et que le reste s'en écarte un peu, il est possible de ne pas s'en apercevoir.

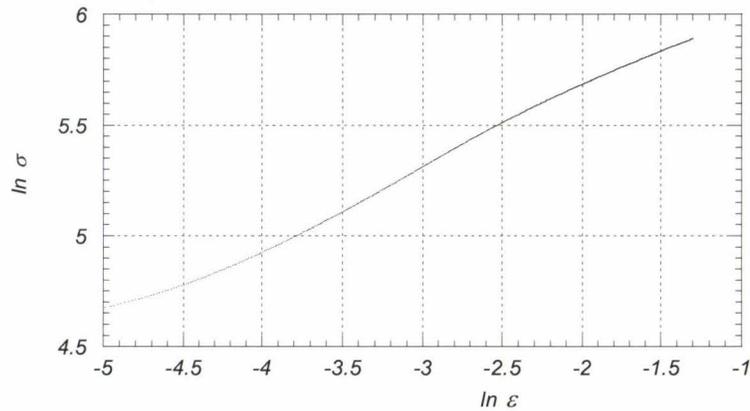


Figure 3.11 – Représentation en coordonnées logarithmiques de la courbe de traction pour l'échantillon TEST.

Figure 3.11 – Double log curve for specimen TEST.

En effet, la méthode de Crussard-Jaoul (voir Chapitre I § 2.1.4.2.) appliquée à notre matériau produit permet de confirmer la présence du point d'inflexion observé sur la courbe de la figure 3.11. Sur la figure 3.12, deux stades caractérisent le comportement en écrouissage avec l'augmentation de la déformation. Un point de transition pour n est observé autour de $\varepsilon = 0.05$. Ce point de transition doit correspondre à un changement au niveau microstructural se produisant en cours de déformation. Ce matériau se déforme donc selon deux stades d'écrouissage, chacun d'entre eux étant associé à une valeur distincte du coefficient d'écrouissage n .

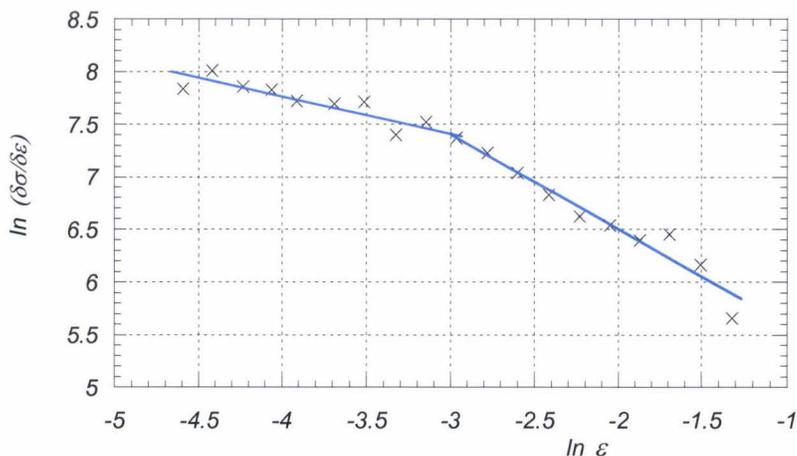


Figure 3.12 – Exemple de double comportement en n pour l'échantillon TEST.

Figure 3.12 – Example of double n behaviour for specimen TEST.

La courbe rationnelle de traction de l'acier Ti-IF étudié peut donc être représentée par deux relations de type Hollomon :

$$\sigma = K_1 \varepsilon^{n_1} \text{ pour } \varepsilon < 0.05 \quad (3.1)$$

Et

$$\sigma = K_2 \varepsilon^{n_2} \text{ pour } \varepsilon > 0.05 \quad (3.2)$$

Les valeurs mesurées pour n_1 et n_2 pour l'échantillon TEST sont respectivement 0.380 et 0.315. Sur la figure 3.13 sont représentées la courbe expérimentale $\sigma(\varepsilon)$ pour l'échantillon TEST et les courbes définies par les relations 3.1 et 3.2. La bonne correspondance entre les deux courbes montre bien que la courbe rationnelle de traction de l'acier étudié peut être représentée par une relation de type Hollomon en tenant compte du double comportement en écrouissage caractérisé par les deux valeurs n_1 et n_2 du coefficient d'écrouissage.

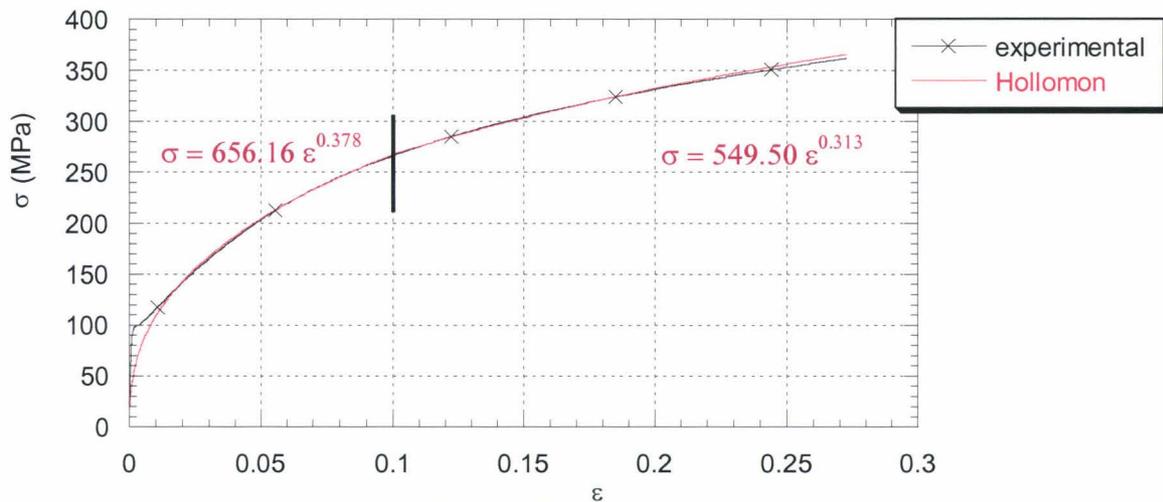


Figure 3.13 – Représentation de la courbe expérimentale et de la relation d'Hollomon tenant compte du double comportement en n de l'échantillon TEST.

Figure 3.13 - Fitting according to Hollomon law for TEST specimen and taking into account the double n behaviour.

3.1.1.2. Analyse de l'évolution du coefficient d'écrouissage instantané $n_i(\varepsilon)$

Le graphe 3.14 représente l'évolution du coefficient d'écrouissage instantané n_i en fonction de la contrainte vraie pour les neuf échantillons sélectionnés, c'est-à-dire présentant des états de précipitation différents et une taille de grains constante. L'allure générale de la courbe est similaire pour tous les échantillons, c'est-à-dire la valeur de n_i croît jusqu'à environ

une déformation vraie de 0.05 correspondant au point d'inflexion, puis la valeur de n_i décroît avec la déformation vraie. Ce résultat est cohérent avec le résultat précédent c'est-à-dire que notre acier Ti-IF est caractérisé par un double comportement en "n" avec un point d'inflexion autour de $\varepsilon = 0.05$.

Remarque : la valeur moyenne du coefficient instantané n_i prise entre $\varepsilon = 0.10$ et $\varepsilon = 0.20$ correspond à la valeur calculée du coefficient d'érouissage n_{10-20} .

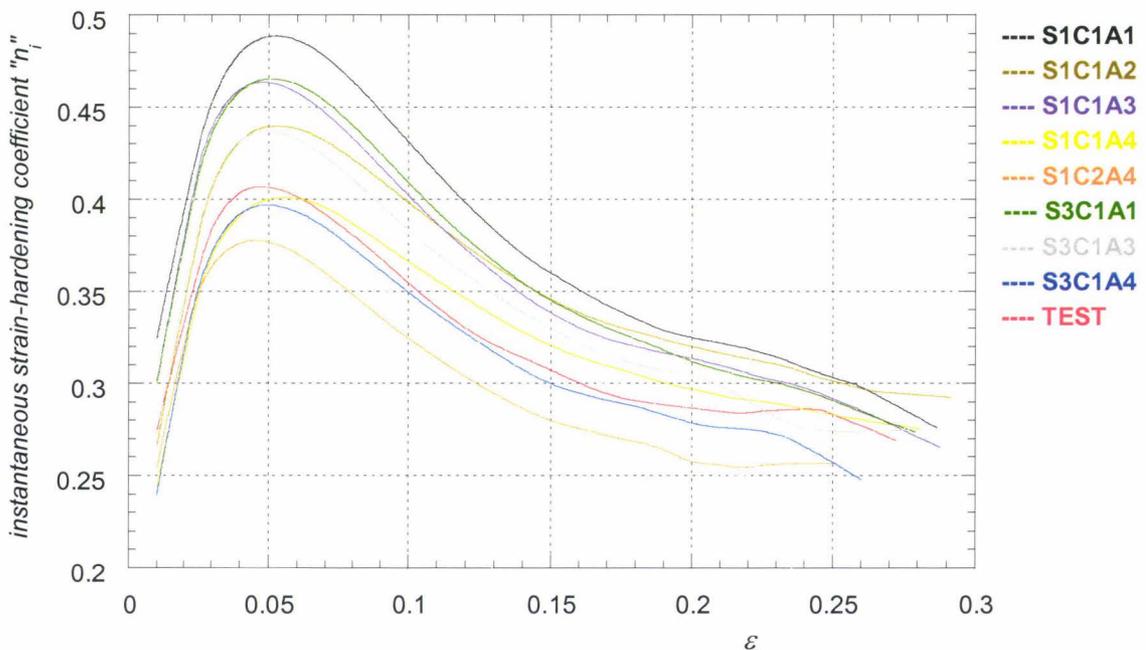


Figure 3.14 - Evolution du coefficient instantané d'érouissage en fonction de la déformation vraie pour les 9 échantillons sélectionnés.

Figure 3.14 - Evolution of the instantaneous strain-hardening coefficient vs true strain for the nine selected specimens.

3.1.2. Etude des courbes d'érouissage (θ , ε)

L'évolution du taux d'érouissage ($\theta = d\sigma/d\varepsilon$) en fonction de la déformation est reportée sur le graphique de la figure 3.15. Seuls six échantillons parmi les huit sélectionnés ont été représentés pour donner plus de clarté au graphique. Tous les échantillons du graphique de la figure 3.15 présentent la même évolution de leur taux d'érouissage θ en fonction de la déformation vraie. Ce taux d'érouissage décroît avec la déformation et cette

décroissance devient moins marquée après une déformation de $\varepsilon = 0.10$. Des différences entre les échantillons sont observables pour des niveaux de déformation inférieurs au point d'inflexion $\varepsilon = 0.05$, mettant en relief le rôle joué par l'état de précipitation des échantillons en début de déformation. Au delà de $\varepsilon = 0.10$ toutes les courbes d'écroissage convergent vers la même valeur. Les résultats des mesures de l'incrément de contrainte (voir tableau 3.3) pour les échantillons sélectionnés confortent ce résultat.

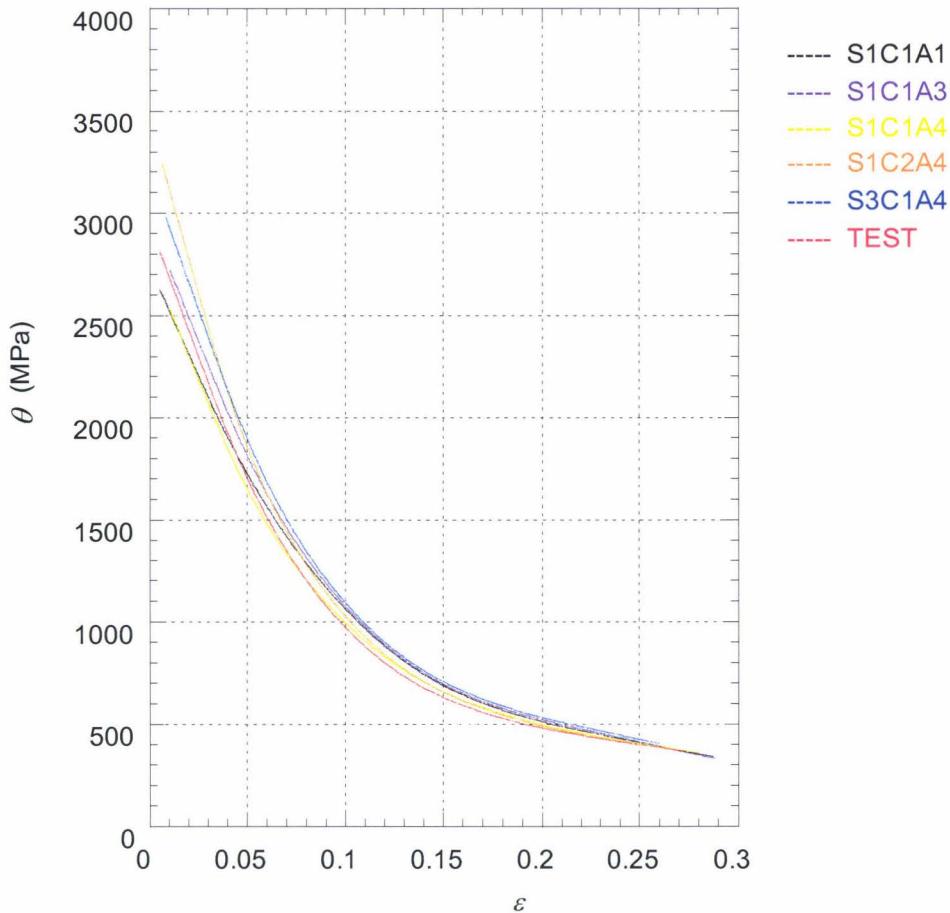


Figure 3.15 - Taux d'écroissage en fonction de la déformation rationnelle pour les échantillons sélectionnés.

Figure 3.15 - Strain-hardening rate versus true strain for the selected specimens.

Maintenant, une seule courbe représentant l'évolution moyenne du taux d'écroissage en fonction de la déformation pour l'acier Ti-IF étudié et les différentes courbes de traction des échantillons testés sont reportées sur une même figure (figure 3.16). En tenant compte de ce qui a été dit au chapitre I § 3.2.2, la différence de ductilité entre les échantillons et par conséquent la différence de la valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} est principalement

due à une variation de la limite d'élasticité conséquence du changement de l'état de précipitation. Le changement d'état de précipitation influence principalement la valeur de la limite d'élasticité (figure 3.16) et par conséquent l'écroutissement en début de déformation (figure 3.15).

Comme il a été montré dans le chapitre bibliographique, la valeur de la contrainte σ_u au point d'intersection entre les courbes $\theta(\varepsilon)$ et $\sigma(\varepsilon)$ est la somme de deux contributions, la contrainte σ_y valeur de la limite d'élasticité et l'incrément de contrainte $\Delta\sigma$ due à l'écroutissement (relation 1.25).

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon}(\varepsilon_u) = \sigma_y + \Delta\sigma(\varepsilon_u)$$

Ici la valeur du terme $\Delta\sigma(\varepsilon_u)$ a été mesurée pour les huit échantillons et la valeur moyenne obtenue est 179 MPa (± 9 MPa). Par conséquent, c'est la valeur de la limite d'élasticité seule qui contrôle la valeur de la ductilité et donc de n_{10-20} .

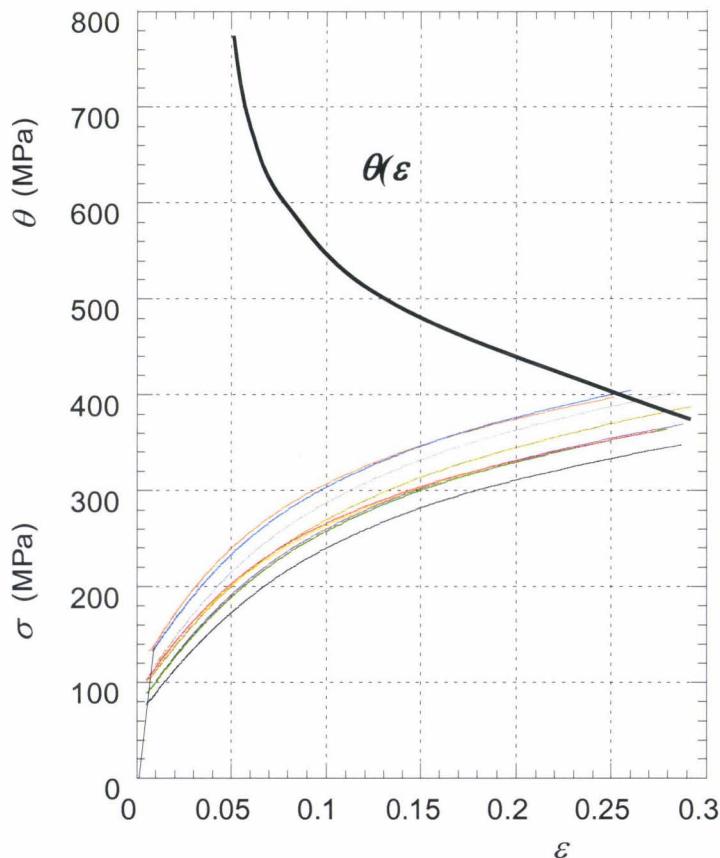


Figure 3.16 – Courbes rationnelles de traction et taux d'écroutissement en fonction de la déformation vraie pour les échantillons sélectionnés.

Figure 3.16 – True stress-strain curves and strain-dependent strain-hardening rate for the selected specimens.

3.2. Etude de l'évolution des structures de dislocations en cours de déformation et de l'influence de la précipitation

L'étude par Microscopie Electronique en Transmission de l'évolution des structures de dislocations permet de comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la déformation plastique de l'acier Ti-IF. La mesure de l'évolution de la densité de dislocations et de la taille des cellules de dislocations à différents niveaux de déformation pour des échantillons présentant des états de précipitation différents doit nous fournir des informations concernant le rôle joué par les précipités sur le comportement collectif des dislocations.

3.2.1. Observation par Microscopie Electronique de l'évolution des structures de dislocations en cours de déformation

Afin d'étudier le comportement collectif des dislocations en cours de déformation, des essais interrompus ont été réalisés à cinq niveaux de déformation à température ambiante et à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Compte tenu de la forme générale des courbes de la figure 3.14 et de l'intervalle de déformation choisi pour le calcul de n_{10-20} , les niveaux de déformation choisis sont $\varepsilon = 0.02$, $\varepsilon = 0.05$, $\varepsilon = 0.10$, $\varepsilon = 0.15$ et $\varepsilon = 0.20$.

La figure 3.17, où sont reportées la courbe de traction rationnelle, la courbe d'évolution du coefficient d'écroutissage instantané et les micrographies des structures de dislocations aux différents niveaux de déformation choisis, montre que deux types de structures de dislocations caractérisent l'acier en cours de déformation :

- Les enchevêtrements de dislocations (micrographies α et β) pour des niveaux de déformation inférieurs à $\varepsilon = 0.05$
- Des structures cellulaires (micrographies χ , δ et φ) pour des niveaux de déformation supérieurs à $\varepsilon = 0.05$. Les cellules de dislocations sont constituées d'une zone pauvre en dislocations entourée par des murs (ou parois) de dislocations très denses comme nous pouvons l'observer sur les micrographies (χ), (δ) et (φ) de la Figure 3.17.

Par conséquent, en comparant l'évolution de la courbe $n_i(\varepsilon)$ et les micrographies des structures de dislocations de la figure 3.17, le point d'inflexion situé autour de $\varepsilon = 0.05$ de la courbe $n_i(\varepsilon)$ marque un changement de la structure des dislocations. Le passage d'un type de structure à l'autre semble être à l'origine du double comportement en n observé pour l'acier Ti-IF étudié.

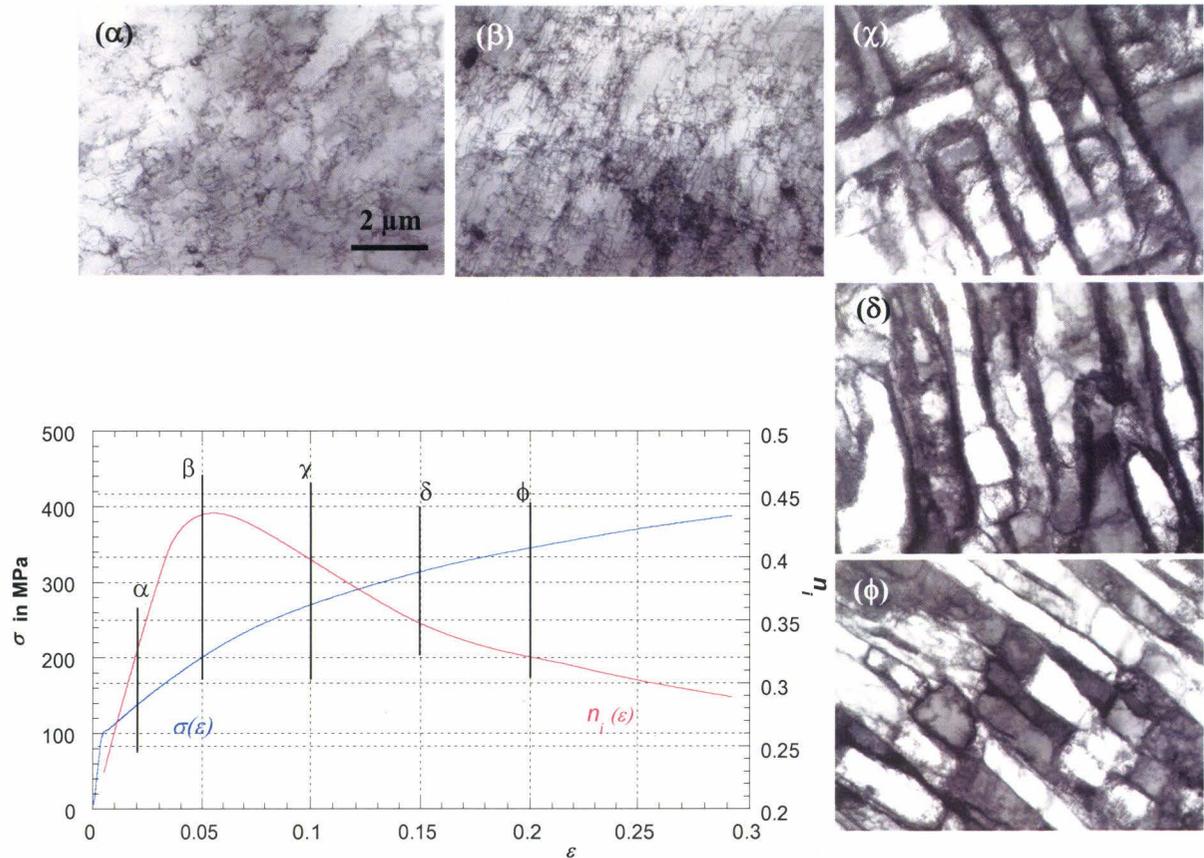


Figure 3.17 – Contrainte vraie et coefficient d'écroissage instantané n_i en fonction de la déformation vraie pour l'échantillon S1C1A2 et évolution des structures de dislocations pour différents niveaux de déformation *i.e.* $\alpha = 0.02$, $\beta = 0.05$, $\chi = 0.10$, $\delta = 0.15$ et $\phi = 0.20$. Le grandissement est le même pour toutes les micrographies ainsi que le vecteur de diffraction [10-1].

Figure 3.17 – True-stress and instantaneous strain-hardening coefficient n_i versus true-strain for the specimen S1C1A2 and evolution of the dislocation structures at different levels of straining *i.e.* $\alpha = 0.02$, $\beta = 0.05$, $\chi = 0.10$, $\delta = 0.15$ and $\phi = 0.20$. All magnifications are the same and all micrographs are taken with the same vector of diffraction [10-1].

Les mêmes structures ont été observées pour les huit autres échantillons analysés par MET. Les micrographies des figures 3.18 et 3.19 présentent les structures de dislocations observées pour les échantillons présentant la plus petite et la plus grande valeur de n_{10-20} . Les deux échantillons analysés ne présentent pas de différences notables au niveau des structures de dislocations et cela quel que soit le niveau de déformation. Ce résultat est en accord avec ce qui a été observé dans la partie concernant l'analyse des courbes d'écroissage. En effet, les courbes présentent le même comportement et se rejoignent après quelques pour-cent de déformation comme cela a été montré sur la figure 3.15. Néanmoins, les micrographies de la figure 3.18 où sont représentées les structures de dislocations pour deux échantillons présentant des limites d'élasticité différentes (77 MPa et 132 MPa) et des valeurs de n_{10-20} très

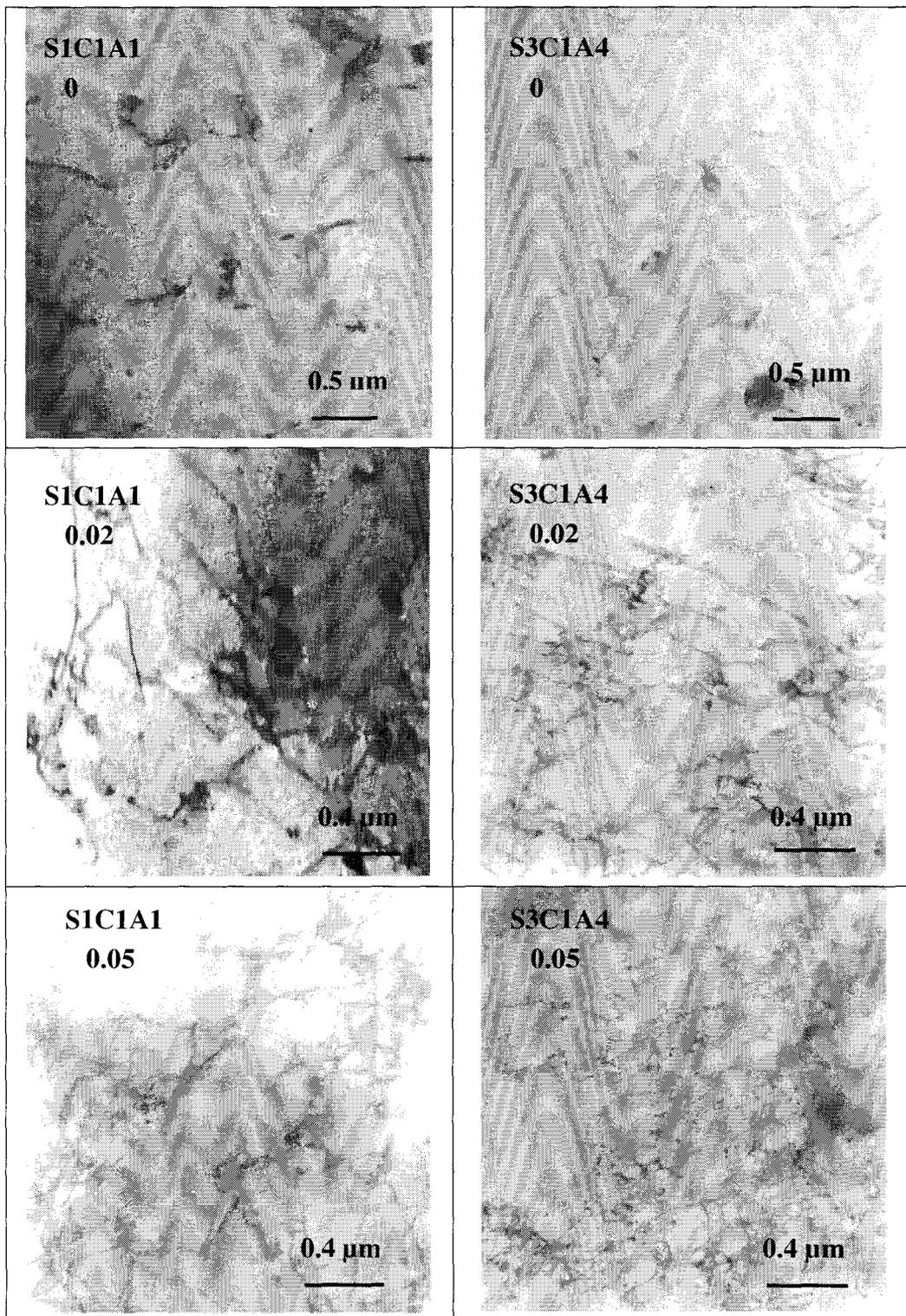


Figure 3.18 - Evolution des structures de dislocations entre $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 0.05$ pour les échantillons S1C1A1 et S3C1A4 (toutes les micrographies sont prises avec le même vecteur de diffraction [10-1]).

Figure 3.18 - Evolution of the dislocation structures between $\varepsilon = 0$ and $\varepsilon = 0.05$ for S1C1A1 specimen and S3C1A4 specimen (all micrographs are taken with the same vector of diffraction [10-1]).

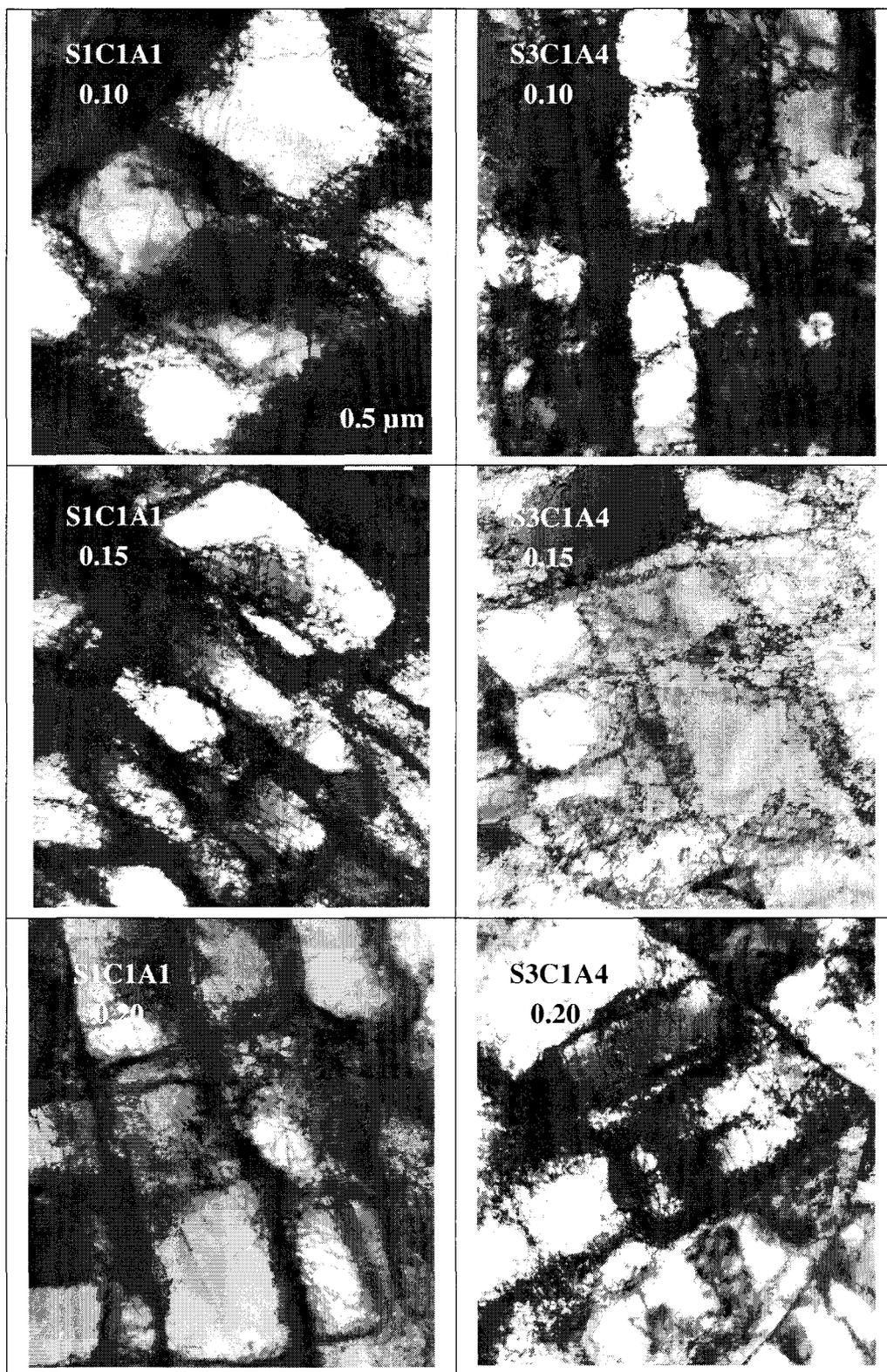


Figure 3.19 - Evolution des structures de dislocations entre $\epsilon = 0.10$ et $\epsilon = 0.20$ pour les échantillons S1C1A1 et S3C1A4 (toutes les micrographies sont prises avec le même vecteur de diffraction [10-1]).

Figure 3.19 - Evolution of the dislocation structures between $\epsilon = 0.10$ and $\epsilon = 0.20$ for S1C1A1 specimen and S3C1A4 specimen (all micrographs are taken with the same vector of diffraction [10-1]).

différentes (0.375 et 0.310), montrent que le nombre de dislocations (par conséquent la densité de dislocations) est plus élevé dans l'échantillon S3C1A4 que dans l'échantillon S1C1A1 ce qui peut être attribué à la présence de fins carbures de titane dans l'échantillon S3C1A4.

3.2.2. Résultats des mesures expérimentales sur l'évolution des densités de dislocations et de la taille moyenne des cellules de dislocations

Les mesures de densités de dislocations et de tailles de cellules ont été effectuées à partir de micrographies de MET. Des mesures ont été faites pour tous les échantillons dont l'état de précipitation a été caractérisé et pour différents taux de déformation.

3.2.2.1. Résultats des mesures de densités de dislocations déterminées par la méthode de Ham

Les densités de dislocations présentées dans le tableau 3.8 ont été mesurées en utilisant toujours la même procédure. La procédure expérimentale utilisée pour mesurer la densité de dislocations est décrite dans le chapitre II § 2.2.4.1 et § 3.1. Les détails des résultats des mesures de densités de dislocations par la méthode de Ham pour chaque échantillon sont présentés dans l'annexe 4. Il n'y a pas de différence notable entre les échantillons avant essai mécanique, c'est-à-dire juste après le traitement de recuit. La densité de dislocations après recuit est en moyenne de $4.0 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ ($\pm 1.5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$) pour le matériau étudié.

Les mesures de densités de dislocations montrent que :

- Les densités de dislocations mesurées dans le centre du grain et près des joints de grains ne présentent pas de différences,
- Les densités de dislocations mesurées dans différents grains d'un même échantillon peuvent varier du simple au double.

Le graphique de la figure 3.20 présente les résultats du tableau 3.8. Les échantillons présentent une variation de la densité de dislocations mesurée à 0.02 et 0.05 de déformation vraie en fonction de leur état de précipitation. La présence de fins carbures de titane dans les échantillons préparés avec une SRT de 1250°C (voir aussi tableau 3.7. et figure 3.9) entraîne une augmentation de la densité de dislocations pour des niveaux de déformation vraie compris entre 0 et 0.05. Les différences sont plus marquées à mesure que le niveau de déformation augmente. Les mesures de densités de dislocations pour les échantillons sélectionnés confirment les observations faites dans la partie 3.2.1 de ce chapitre, l'état de précipitation a une influence sur la densité de dislocations en début de déformation. L'écrouissage en début de déformation est par conséquent différent comme le montrent les courbes $\theta(\epsilon)$ de la figure 3.15 pour des taux de déformation inférieurs à 0.05.

Tableau 3. 8 – Densités de dislocations mesurées à $\varepsilon = 0, 0.02$ et 0.05 par la méthode de Ham.

Table 3. 8 - Dislocation density at $\varepsilon = 0, 0.02$ and 0.05 measured by the Ham's intercept method.

Tensile specimen	ρ_0 (10^8 cm^{-2})	$\rho_{0.02}$ (10^8 cm^{-2})	$\rho_{0.05}$ (10^8 cm^{-2})
S1C1A1	5.8 (± 2.4)	13.0 (± 3.5)	26.0 (± 6.9)
S1C1A2	4.0 (± 1.5)	24.0 (± 3.2)	52.2 (± 16.0)
S1C1A3	5.3 (± 2.7)	16.8 (± 3.8)	36.8 (± 9.9)
S1C1A4	3.7 (± 2.0)	25.9 (± 11.2)	50.0 (± 13.5)
S1C2A4	2.4 (± 1.4)	24.6 (± 6.4)	50.0 (± 8.8)
S3C1A1	4.0 (± 1.5)	24.0 (± 2.1)	48.4 (± 2.7)
S3C1A3	4.0 (± 1.5)	21.0 (± 3.0)	61.1 (± 5.3)
S3C1A4	3.1 (± 1.4)	24.0 (± 7.7)	65.1 (± 4.5)

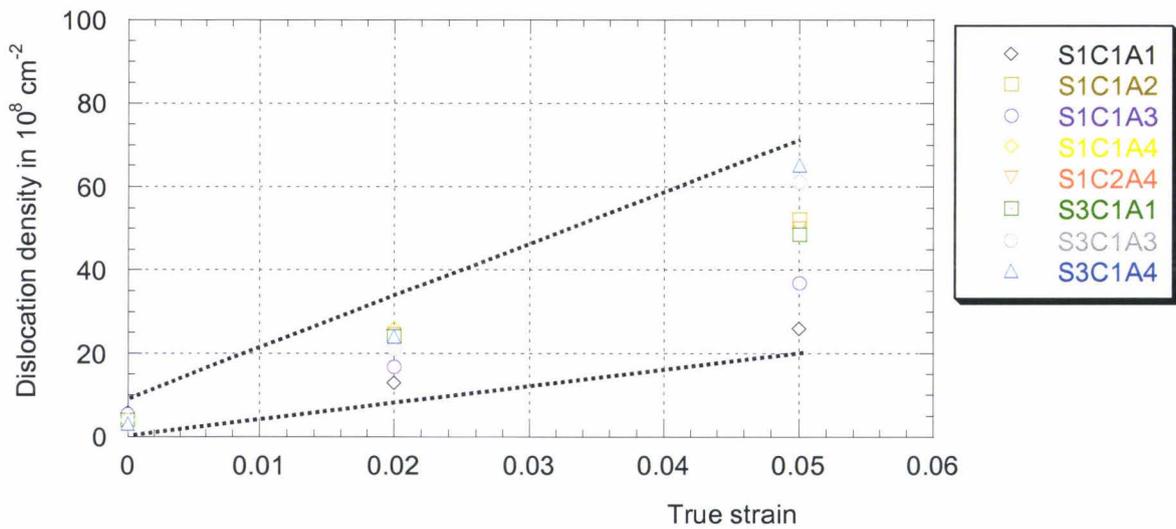


Figure 3.20 – Densités de dislocations après déformation de $\varepsilon = 0.02$ et de $\varepsilon = 0.05$ mesurées par la méthode de Ham^[7].

Figure 3.20 – Dislocation densities after straining at $\varepsilon = 0.02$ and $\varepsilon = 0.05$ measured by the Ham's intercept method^[7].

3.2.2.2. Résultats des mesures de taille des cellules de dislocations

Les cellules de dislocations observées pour des niveaux de déformation supérieurs au point d'inflexion $\varepsilon = 0.05$ présentent une forme rectangulaire caractéristique des cellules de dislocations des aciers ferritiques bas carbone et ultra bas carbone déformés à température ambiante^[8, 9]. Ces cellules sont constituées par des longs murs parallèles (appelés murs primaires) très denses en dislocations et par des murs courts (appelés murs secondaires) qui sont plus ou moins perpendiculaires aux murs primaires et dont la densité de dislocations est moins élevée (voir figure 3.21).

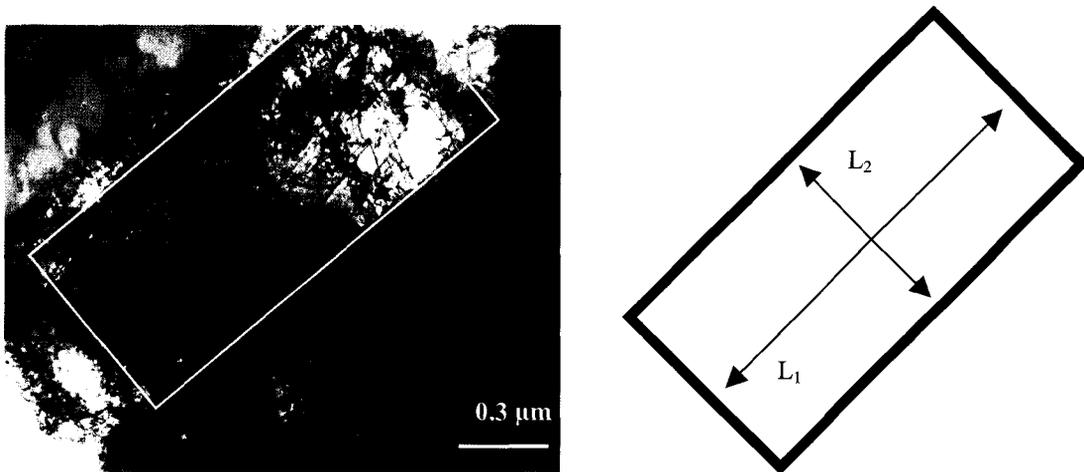


Figure 3.21 – Micrographie MET et croquis de la forme typique d'une cellule de dislocations.

Figure 3.21 – TEM micrograph and sketch of a typical dislocation cell.

La méthode de Ham n'a pas été appliquée pour mesurer la densité de dislocations pour des déformations supérieures à $\varepsilon = 0.10$. En effet, cette méthode n'est pas appropriée lorsque la densité de dislocations est trop importante ce qui est le cas à l'intérieur des murs des cellules (voir aussi figure 3.19). Nous pouvons cependant faire remarquer que dans son étude sur les cellules de dislocations, Y. Lan^[9] a effectué ce travail laborieux dans un acier ultra bas carbone de type Ti-IF. Mais la grande incertitude sur la mesure de la densité de dislocations par la méthode de Ham doit cependant nous rendre vigilant quant à l'utilisation et à l'interprétation physique de tels résultats.

Compte tenu de la forme parallélépipédique des cellules de dislocations, la cellule de dislocations est définie à l'aide de deux paramètres dimensionnels : la distance L_1 séparant les murs secondaires et la distance L_2 séparant les murs primaires (voir figure 3.21).

Des mesures des distances L_1 et L_2 ont été faites sur trois échantillons présentant la plus basse, la plus élevée et une valeur intermédiaire du coefficient d'écroutissage n_{10-20} et cela à trois niveaux de déformation, respectivement à $\varepsilon = 0.10$, $\varepsilon = 0.15$ et $\varepsilon = 0.20$. Les résultats de ces mesures sont présentés sur la figure 3.22 (tous les détails des mesures expérimentales

figurent dans l'annexe 5). Si l'écart type mesuré est pris en compte (de l'ordre de $0.40 \mu\text{m}$ en moyenne), la taille moyenne des cellules qui peut être définie comme $\bar{d}_c = \sqrt{L_1 L_2}$ ne présente pas d'évolution marquée avec la déformation entre $\varepsilon = 0.10$ et $\varepsilon = 0.20$ et entre les différents échantillons analysés. Ces résultats sont cohérents avec la convergence observée au delà de $\varepsilon = 0.10$ des courbes $\theta(\varepsilon)$ de la figure 3.15. Sur la figure 3.23, nos résultats sont comparés à ceux de Lan^[9] qui n'a pas observé de variation de la taille des cellules de dislocations dans les aciers ultra bas carbone sans interstitiels au delà de $\varepsilon = 0.10$. Par conséquent, l'écroutissage au delà de $\varepsilon = 0.10$ apparaît donc indépendant de l'état de précipitation.

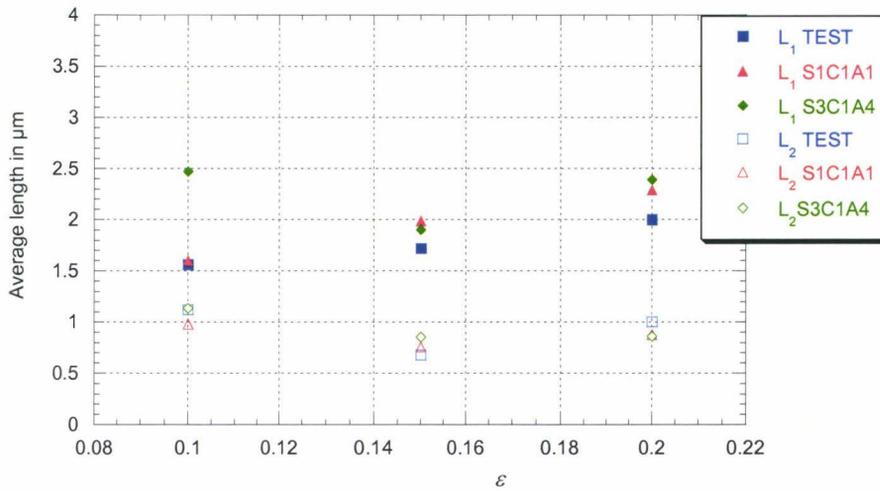


Figure 3.22 – Evolution de la taille moyenne des cellules de dislocations.

Figure 3.22 – Evolution of dislocation cell size.

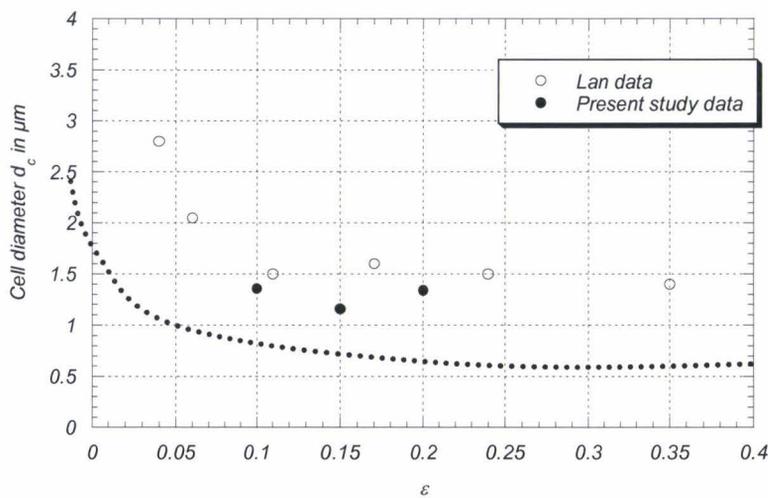


Figure 3.23 – Evolution de la taille des cellules des dislocations avec la déformation dans l'étude de Lan^[9].

Figure 3.23 – Evolution of the cell diameter versus true strain in the Lan's survey^[9].

3.3. Synthèse et discussion

Nous avons montré que l'écroutissage de l'acier Ti-IF est caractérisé par un double comportement en n . Un point d'inflexion mis en évidence par l'utilisation de la méthode de Crussard-Jaoul est observé pour une déformation rationnelle de l'ordre de 0.05. Ce double comportement en n révélé par l'utilisation de l'analyse différentielle de Crussard-Jaoul a aussi été observé pour d'autres aciers ferritiques par différents auteurs comme S.N. Monteiro, R.E. Hill^[10, 11] et plus récemment M. Umemoto^[12]. Ce double comportement se retrouve lorsque les courbes représentant le coefficient d'écroutissage instantané n_i en fonction de la déformation rationnelle ε sont représentées (voir figure 3.14). En effet, toutes les courbes présentent :

1. Une croissance de n_i avec ε pour des niveaux de déformation inférieurs à 0.05,
2. Une décroissance de n_i avec ε pour des niveaux de déformation supérieurs à 0.05.

L'étude des courbes d'écroutissage (θ , ε) pour les neuf échantillons montre :

1. Une décroissance du taux d'écroutissage θ en fonction de ε ,
2. Une convergence de toutes les courbes après une déformation rationnelle de 0.1,
3. Une légère différence entre les échantillons pour des déformations rationnelles inférieures à 0.05.

L'étude par MET de l'évolution des structures de dislocations a permis d'interpréter l'évolution des courbes d'écroutissage. En effet, l'observation à différents niveaux de déformation (0.02, 0.05, 0.10, 0.15 et 0.20) des structures de dislocations a montré que

1. La structure de dislocations est constituée d'enchevêtrements de dislocations avant le point d'inflexion,
2. La structure de dislocations est constituée de cellules de dislocations après le point d'inflexion.

Par conséquent, ce double comportement en n observé pour les aciers Ti-IF est lié à un changement au niveau des structures de dislocations. Le libre parcours moyen des dislocations se réduit à la taille de la cellule de dislocations lors du passage d'un type de structure à l'autre observé après une déformation rationnelle d'environ 0.05.

L'arrangement des dislocations en cellules après quelques pour-cent de déformation est caractéristique des structures de dislocations observées à température ambiante dans les aciers bas carbone^[13, 14] et ultra bas carbone sans interstitiels^[15, 16]. Les cellules se forment après quelques pour-cent de déformation pour constituer des structures de plus basse énergie^[17, 18]. La forme rectangulaire observée est due au fait que les murs s'alignent selon certaines directions cristallographiques^[8, 9, 17]. Le glissement dévié des dislocations pendant la déformation s'effectue dans des plans de glissement perpendiculaires les uns aux autres.

Les mesures de densités de dislocations et de taille de cellules de dislocations à différents niveaux de déformation ont montré que :

1. La densité de dislocations dépend de l'état de précipitation des échantillons en dessous de $\varepsilon = 0.05$. En particulier la présence de petits carbures de titane entraîne une augmentation de la densité de dislocations (tableau 3.8 et figure 3.20),
2. L'évolution de la taille des cellules est quasi-indépendante de l'état de précipitation de l'échantillon et ne semble pas évoluer en cours de déformation au delà de $\varepsilon = 0.10$.

La diminution de la taille des cellules de dislocations avec la déformation est certes à la base d'un grand nombre de théories sur l'écroutissage et a été observée dans de nombreux matériaux. Cependant, des écarts à cette tendance ont été observés^[18]. Lan^[9], qui a travaillé sur un matériau proche de celui étudié, a montré comme indiqué sur la figure 3.22 que la taille des cellules de dislocations cesse de diminuer et tend vers une valeur constante au delà de $\varepsilon = 0.11$. Ce phénomène est dû à un équilibre entre le taux de multiplication et d'annihilation des murs de cellules. Selon D. Kuhlmann-Wilsdorf^[18], alors que le libre parcours des dislocations (équivalent au diamètre de la cellule de dislocations) reste constant, c'est la diminution de la distance entre dislocations qui explique l'écroutissage observé.

Les résultats obtenus sur l'évolution de la taille des cellules en fonction de la déformation sont cohérents avec ceux obtenus par Lan qui a travaillé aussi sur un acier ultra bas carbone de type IF (voir figure 3.23).

English version :

The strengthening of the studied Ti-IF steel grade is characterised by a double n behaviour. Indeed, the application of the Crussard-Jaoul's method shows that an inflexion point is observed at a true strain of 0.05. This double n behaviour revealed by the application of the Crussard_Jaoul's method has also been reported by S.N. Monteiro^[10], R.E. Hill^[11] and more recently by M. Umemoto^[12]. This double n behaviour is also observed on the instantaneous strain-hardening coefficient n_i versus true strain ε curves (see figure 3.14). Indeed, for all the presented $n_i(\varepsilon)$ curves :

1. n_i increases with true strain for true strain below $\varepsilon = 0.05$,
2. n_i decreases with true strain for true strain above $\varepsilon = 0.05$.

The analysis of the strengthening rate curves (θ , ε) showed :

1. The strengthening rate θ decreases with ε ,
2. All the (θ , ε) curves converge after a true strain of 0.10,
3. A difference between the curves is observed for true strains below 0.05.

The investigation by TEM of the evolution of dislocation structures gives information about the evolution of strengthening curves. Indeed, the observation of dislocation structures at different levels of deformation (0.02, 0.05, 0.10, 0.15 and 0.20) showed :

1. Dislocation tangles are representative of the dislocation structures below the inflexion point,
2. Well-formed dislocation cell structures are representative of the dislocation structures above the inflexion point.

The observed double n behaviour for Ti-IF steel grade is due to a change of the dislocation arrangements. The mean free path of dislocations decreases with changing of dislocation arrangements occurring around a true strain of 0.05.

Dislocation cell structures in the specimens after a few percent of deformation represent Low Energy Dislocation Structures (LEDS) and have already been observed in low carbon steels^[13, 14] and interstitial free steels^[15, 16] at room temperature. Dislocation cells form low energy dislocation arrangements after a few percent of deformation. The rectangular shape of the dislocation cells is due to the activation of glide plane in perpendicular directions^[8, 9, 17]. Indeed, cross slip occurs in perpendicular glide planes.

Dislocation density and cell size measurements have been carried out at different levels of deformation and showed in specimens presenting different precipitation states while all other microstructural parameters are constant that :

1. Dislocation density is dependent on the precipitation state for true strain levels below 0.05. In particular, the higher small precipitates are, the higher dislocation density is,
2. Cell size is independent of precipitation state and remains constant with deformation after a true strain of 0.10.

Decrease in dislocation cell size with deformation is commonly reported in literature (to develop strengthening theory) and has been experimentally observed in several materials. But, opposite results have been observed as well^[18]. Lan^[9] worked on a similar material and his results are presented in figure 3.22 : dislocation cell size ceases to decrease after a few percent of deformation ($\epsilon = 0.11$ in his study). This is due to a balance between the multiplication rate and annihilation rate. According to D. Kuhlmann-Wilsdorf^[18], the mean free path remains constant while distance between dislocations decreases so as to produce strengthening.

The results obtained in this study about the evolution of dislocation cell size with deformation are consistent with the Lan's results (see figure 3.23).

4. CONCLUSION

Nous avons montré dans ce chapitre qu'il est possible de faire varier la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} d'un acier Ti-IF entre 0.290 et 0.375 en faisant varier l'état de précipitation par le biais des paramètres thermomécaniques (SRT, CT et le traitement de recuit). Cette variation du coefficient d'érouissage est principalement imputable à un changement de la limite d'élasticité dû à l'effet des précipités au début de la déformation plastique. Ceci a été démontré en couplant les résultats de l'étude des différentes courbes d'érouissage et les mesures par MET de la densité de dislocations pour des niveaux de déformation vraie inférieurs à 0.05. De plus, l'étude de l'effet des précipités sur les structures de dislocations entre une déformation rationnelle de 0.10 et 0.20 a montré que l'état de précipitation n'a quasiment pas d'effet sur le comportement collectif des dislocations.

English version :

This chapter showed that it is possible that the strain-hardening coefficient value varies within 0.290-0.375 by modifying the thermo-mechanical processing parameters (SRT, CT and annealing treatment). The change of the n-value is correlated to hardening effects of precipitates acting in the first percent of tensile deformation. A fine analysis of the different strengthening curves (n_i and θ curves) and experimental measurements of dislocation density and dislocation cell size at different levels of deformation support the previous assertion. Moreover, the study of the effect of the precipitation state on the dislocation arrangements above a true strain of 0.10 showed that dislocation structure evolution is independent of precipitation state for the studied Ti-IF steel grade.

Références bibliographiques du Chapitre III

- ^[11] B. C. De Cooman, R. A. Hubert et A. De Vyt, "*Ti-containing precipitates in IF steels: a review*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 249-258.
- ^[12] G. Dupuis, "*Etude de la précipitation des sulfures et des carbosulfures dans les aciers à très bas carbone stabilisés au titane*", Thèse en Sciences des Matériaux, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2001.
- ^[13] R. A. Hubert, G. Dupuis et R. Taillard, "*Precipitation reactions in Ti-IF steels : a comparison between austenite and ferrite*" in "IF STEEL 2000", Pittsburg, 2000, p. 45-53.
- ^[14] N. Mizui, "*Precipitation control and related mechanical property in ultra low carbon sheet steels*" in "International Symposium : Modern LC and ULC sheet steels for cold forming : processing and properties", Institute of ferrous metallurgy Aachen, 1998 (Verlag Mainz), p. 169-178.
- ^[15] J. Shi et X. Wang, "*Comparison of precipitates behaviours in ultra-low carbon steel sheets under different annealing processes*", Journal of Materials Engineering and Performance, Vol.8 (6), p. 641-648 (1999).
- ^[16] C. Crussard, "*Rapport entre la forme exacte des courbes de traction des métaux et les modifications concomitantes de leur structure*", Revue de métallurgie, Vol.10, p. 697-710 (1953).
- ^[17] R. K. Ham, "*The determination of dislocation densities in thin films*", Philosophical magazine., p. 1183-1184 (1961).
- ^[18] J. Copreaux, S. Lanteri et J.-H. Schmitt, "*Effect of precipitation on the development of dislocation substructure in low carbon steels during cold deformation*", Materials Science and Engineering, Vol.A164, p. 201-205 (1993).
- ^[19] Y. Lan, H. J. Klaar et W. Dahl, "*Evolution of dislocation structures and deformation behavior of iron at different temperatures*", Metallurgical Transactions A, Vol.23A, p. 537-549 (1992).
- ^[110] N. Monteiro et R. E. Reed-Hill, "*On the double-n behavior of iron*", Metallurgical Transactions, Vol.2, p. 2947-2949 (1971).
- ^[111] R. E. Reed-Hill et S. N. Monteiro, "*Concerning the analysis of tensile stress-strain data using log ds/de versus log s diagrams*", Metallurgical Transactions, Vol.4, p. 2665-2667 (1973).
- ^[112] M. Umemoto, Z. G. Liu, S. Sugimoto, et al., "*Tensile Stress-Strain Analysis of Single-Structure steels*", Metallurgical Transactions, Vol.31A, p. 1785-1794 (2000).
- ^[113] J. V. Fernandes et J. H. Schmitt, "*Dislocation microstructures in steel during deep drawing*", Philosophical Magazine, Vol.48 (6), p. 841-870 (1983).

- ¹¹⁴¹ F. D. Rauch, "*The relation between dislocation substructure and mechanical behavior for a low carbon steel*", La revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des matériaux., Vol.Sepembre, p. 1029-1036 (1997).
- ¹¹⁵¹ Y. Lan, H. J. Klaar et W. Dahl, "*Evolution of dislocation structures and deformation behavior of iron at different temperatures : part I. strain hardening curves and cellular structure*", Metallurgical transactions A, Vol.23A, p. 537-549 (1992).
- ¹¹⁶¹ E. V. Nesterova, B. Bacroix et C. Teodosiu, "*Experimental observation of microstructure evolution under strain-path changes in low-carbon steel*", Materials Science and Engineering A, Vol.309-310, p. 495-499 (2001).
- ¹¹⁷¹ A. W. Thompson, "*Substructure strengthening mechanisms*", Metallurgical Transactions A, Vol.8 (A), p. 833-842 (1977).
- ¹¹⁸¹ D. Kuhlmann-Wilsdorf, "*Theory of plastic deformation : properties of low energy dislocation structures*", Materials Science and Engineering, Vol.A113, p. 1-41 (1989).

Chapitre IV

Etude de l'influence de la taille de grains sur " n "

Table des matières du chapitre IV

1. CARACTERISATION DE L'ETAT MICROSTRUCTURAL DES ECHANTILLONS.....	127
1.1. Variation de la taille de grains.....	127
1.2. Analyse de l'état de précipitation des échantillons présentant des tailles de grains différentes.....	130
1.3. Etude des facteurs influençant l'effet de taille de grains	133
1.3.1. Etude de la distribution des précipités dans les joints de grains et au voisinage des joints de grains	133
1.3.2. Etude de la désorientation cristallographique	137
1.3.2.1. Analyse quantitative de la désorientation	137
1.3.2.2. Mesure par CBED de la désorientation entre deux grains adjacents.....	140
1.4. Synthèse.....	143
2. PROPRIETES MECANIQUES DES ECHANTILLONS PRESENTANT DES TAILLES DE GRAINS DIFFERENTES.....	145
2.1. Résultats des essais de traction.....	145
2.2. Etude de l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques ainsi que sur n_{10-20}	147
2.2.1. Effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité.....	147
2.2.2. Relation entre la taille de grains et n_{10-20}	148
2.3. Synthèse et discussion	149
3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS SUR L'ECROUISSAGE DE L'ACIER TI-IF	152
3.1. Influence de la taille de grains sur les courbes d'écroutissage $\theta(\epsilon)$	152
3.2. Etude de l'influence de la taille de grains sur les structures de dislocations	153
3.2.1. Observation par MET de l'influence de la taille de grains sur les structures de dislocations.....	153
3.2.2. Résultats des mesures expérimentales sur les densités de dislocations et les tailles de cellules.....	153
3.3. Synthèse et discussion	156

4. CONCLUSION	158
Références bibliographiques du Chapitre IV	160

Après avoir étudié l'effet de la précipitation sur la valeur du coefficient d'écroutissage, un autre objectif de cette étude est de comprendre l'effet de la taille de grains sur le coefficient d'écroutissage "n" des aciers Ti-IF. Comme signalé dans le chapitre bibliographique (chapitre I § 2.3.2), l'influence de la taille de grains sur la valeur du coefficient d'écroutissage est encore sujet à controverse et cela principalement parce qu'il est difficile de préparer des échantillons en faisant varier un seul paramètre microstructural à la fois^[1]. Au cours de cette étude, des échantillons ne présentant de différence qu'au niveau de la taille de grains ont été préparés tout en conservant les autres caractéristiques microstructurales. Ce chapitre présente l'analyse de l'état microstructural et de la texture de ces échantillons afin de vérifier la constance des paramètres microstructuraux autres que la taille de grains. Ensuite, la relation entre les propriétés mécaniques et "n" est analysée. Finalement, comme dans le chapitre précédent, une analyse des courbes d'écroutissage appuyée par des mesures de densités de dislocations et de taille de cellules est présentée et discutée.

1. CARACTERISATION DE L'ETAT MICROSTRUCTURAL DES ECHANTILLONS

1.1. Variation de la taille de grains

Pour étudier l'influence de la taille de grains sur n , une douzaine d'échantillons avec des tailles de grains différentes ont été préparés en faisant varier principalement le taux de réduction au cours du procédé de mise en forme de la brame et la température-durée de maintien en cours de recuit (les conditions expérimentales sont reportées dans le tableau 4.1). Les échantillons ont été préparés avec deux SRT différentes, 1050°C et 1250°C. Par conséquent, en tenant compte des résultats de l'analyse faite de l'état de précipitation dans le chapitre précédent, deux classes d'échantillons se distinguent :

- Les échantillons de classe 1 préparés avec une SRT de 1050°C et dans lesquels il n'y a pas ou très peu de carbures de titane TiC (voir aussi chapitre III §2.2)
- Les échantillons de classe 2 préparés avec une SRT de 1250°C et dans lesquels de nombreux petits carbures de titane sont présents.

Les échantillons ont été préparés au laboratoire de métallurgie de l'université de Gand à partir des cycles thermomécaniques usuellement appliqués pour la fabrication des tôles plates. Au total, neuf échantillons présentant des tailles de grains différentes ont été préparés avec une SRT de 1050°C et seuls trois échantillons présentant des tailles de grains différentes ont été préparés avec une SRT de 1250°C.

Remarque importante : Compte tenu du faible nombre d'échantillons de classe 2, les résultats dans ce chapitre concernant ces échantillons seront interprétés avec précaution.

Les mesures de taille de grains ont été effectuées en appliquant la procédure présentée dans le chapitre II § 1.3 à partir de micrographies optiques représentant la microstructure de la surface des échantillons après une attaque au nital 2% (voir figure 4.1).

La morphologie des grains est identique pour tous les échantillons comme le montrent les micrographies de la figure 4.1. Les grains des échantillons sont équiaxes.

Pour les échantillons de classe 1, la taille de grains varie entre 18 µm et 75 µm (voir tableau 4.1) et pour les échantillons de classe 2, la taille de grains varie entre 18 µm et 49 µm. Les variations obtenues de la taille de grains pour les échantillons de cette étude peuvent à priori apparaître insuffisantes pour mettre en relief l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques. Même s'il aurait été intéressant pour l'étude de travailler avec des échantillons présentant une taille de grains supérieure à 100 µm et inférieure à 10 µm, malheureusement il n'a pas été possible d'obtenir ces échantillons compte tenu principalement:

1. Des limites de croissance des grains imposées par les cycles thermomécaniques utilisés pour préparer les échantillons. Limites autant plus contraignantes qu'il est important de maintenir un état de précipitation constant dans les échantillons,
2. De la faisabilité industrielle.

Tableau 4. 1 – Conditions expérimentales et tailles de grains des échantillons de classe 1 et de classe 2.

Table 4. 1 – Experimental conditions and grain sizes of the specimens of class 1 and class 2.

	Specimen	Cold reduction in %	Annealing treatment* and temperature in °C	l^{**} in µm	d^{***} in µm
Class 1	D9	25	CAL 850	50.0	75.0
	D8	35	CAL 850-860	37.6	56.4
	D7	90	CAL 850	30.0	45.0
	D6	76	CAL 850	25.4	38.1
	D5	76	CAL 740	20.4	30.6
	D4	90	CAL 780	17.0	25.5
	D3	80	CAL 740	16.3	24.5
	D2	50	CAL 850	16.0	24.0
	D1	90	CAL 720	12.0	18.0
Class 2	T3	35	CAL 850-860	32.6	48.9
	T2	76	BAF 630	17.6	26.4
	T1	80	CAL 740	12.1	18.2

*CAL 850 : 200 m/min, soaking at 850 °C, cooling at 10°C/s, 3 min overaging at 400 °C

BAF 630 : curve ISO, max T 630 °C

** mean intercept distance, *** 3-D diameter : $d = 3l / 2$

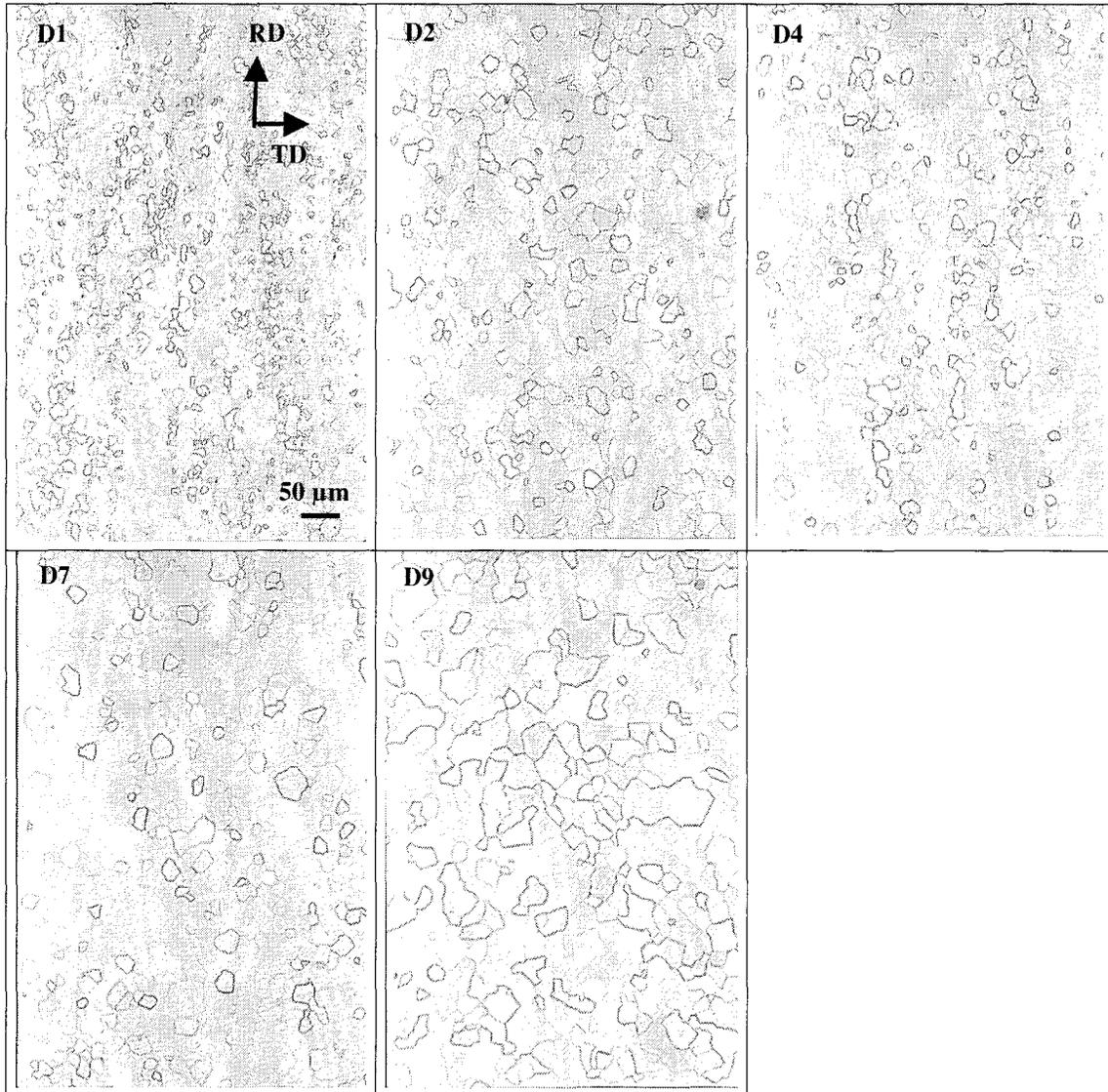


Figure 4.1 – Exemples de microstructure d'échantillons après une attaque au Nital 2%.

Figure 4.1 – Typical microstructure of samples after etching by 2% Nital.

1.2. Analyse de l'état de précipitation des échantillons présentant des tailles de grains différentes

Afin de faire varier la taille de grains des échantillons, deux paramètres ont été ajustés : le taux de réduction au cours du procédé de mise en forme de la brame et la température-durée de maintien en cours de recuit. Puisque ces paramètres influencent aussi l'état de précipitation des échantillons, une analyse de l'état de précipitation doit être opérée sur les échantillons afin de vérifier s'il reste semblable à celui obtenu dans le chapitre précédent. Cette précaution doit être prise pour être en mesure de différencier dans la suite de l'étude un effet de taille de grains de celui induit par les précipités.

Le chapitre précédent a montré que l'état de précipitation des échantillons varie principalement en fonction de la température de réchauffement de la brame et le type de traitement de recuit. En effet, les échantillons traités avec une SRT de 1050°C contiennent principalement des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ et des phosphures de fer TiFeP alors que les échantillons traités avec une SRT de 1250°C contiennent principalement des fins carbures de titane TiC et des phosphures de fer TiFeP. Il est donc important de vérifier si ces caractéristiques de l'état de précipitation des échantillons sont maintenues lors de la préparation des échantillons du tableau 4.1. Pour vérifier si l'état de précipitation est conservé malgré le cycle thermomécanique appliqué pour développer la taille de grains des échantillons, l'état de précipitation de quatre échantillons parmi les neuf échantillons de classe 1 (tous préparés avec le même type de traitement de recuit) et des trois échantillons de classe 2 a été caractérisé de la même façon que les échantillons décrits dans le chapitre précédent.

Les mêmes types de précipités sont présents dans les échantillons, c'est-à-dire des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$, des phosphures de titane TiFeP, des carbures de titane TiC et quelques nitrures de titane TiN et sulfures de titane TiS.

Le tableau 4.2 présente les rayons moyens mesurés pour les trois principaux types de précipités présents dans les échantillons et pour les deux températures de réchauffement des brames. Les résultats obtenus pour le rayon moyen des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ et les phosphures de fer TiFeP sont similaires à ceux du chapitre précédent (voir chapitre III § 2.2.2). De plus, comme précédemment le rayon moyen des carbosulfures de titane diminue avec une augmentation de SRT de 200°C. Par contre, les carbures de titane TiC présentent une taille supérieure dans les échantillons préparés avec une SRT de 1050°C.

Les résultats reportés dans le tableau 4.3 et sur la figure 4.2 de l'analyse d'une population d'environ cent soixante précipités par échantillon montrent que l'état de précipitation des échantillons de classe 1 est caractérisé par une prédominance des carbosulfures de titane (environ 60% des précipités), alors que les carbures de titane prédominent dans les échantillons de classe 2.

Même si des différences apparaissent avec l'état de précipitation des échantillons préparés avec une température de réchauffement de la brame de 1050°C décrits dans le chapitre précédent, l'état de précipitation pour les échantillons de classe 1 (figure 4.2.(a)) est similaire pour les quatre échantillons analysés, c'est-à-dire une prédominance des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$, peu ou pas de carbures de titane TiC (excepté pour l'échantillon D3 où la présence de nombreux carbures de titane semble contredire cette interprétation). Ainsi, les échantillons de classe 1 présentent uniquement entre eux une différence de taille de grains. Par contre, les échantillons de classe 2 présentent des états de précipitation très différents comme le montre la figure 4.2.(b). Compte tenu de la remarque du paragraphe 1.1, les résultats concernant cette catégorie d'échantillons seront reportés à titre indicatif.

Tableau 4. 2 - Effet de la température de réchauffement de la brame sur le rayon moyen des précipités d'échantillons présentant des tailles de grains différentes.

Table 4. 2 - Effect of SRT on the average radius of the precipitates for specimens with different grain sizes.

	Average size in nm	
	SRT = 1050°C	SRT = 1250°C
TiC	26 [18, 34]	14 [11, 17]
$Ti_4C_2S_2$	71 [63, 79]	38 [31, 46]
TiFeP	36 [30, 42]	36 [32, 40]

Tableau 4. 3 - Résultats de l'analyse de la population des précipités pour les échantillons présentant des tailles de grains différentes.

Table 4. 3 - Results of the analysis of the population of precipitates for the specimens with different grain sizes.

	Specimen	TiFeP	TiS	$Ti_4C_2S_2$	TiC	TiN
Class 1	D6 (38.1 μm)	49	9	<u>102</u>	/	/
	D3 (24.5 μm)	/	8	<u>92</u>	60	/
	D5 (30.6 μm)	30	8	<u>104</u>	18	/
	D8 (75.0 μm)	19	13	<u>119</u>	9	/
Class 2	T2 (26.4 μm)	78	4	21	<u>56</u>	/
	T1 (18.2 μm)	22	28	/	<u>110</u>	/
	T3 (48.9 μm)	/	15	92	<u>53</u>	/

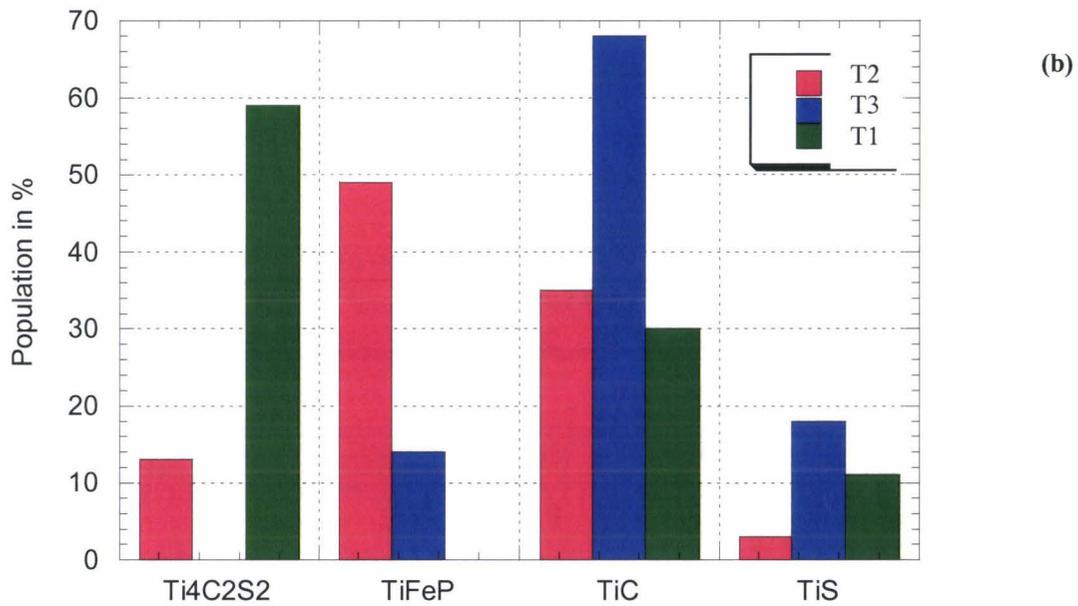
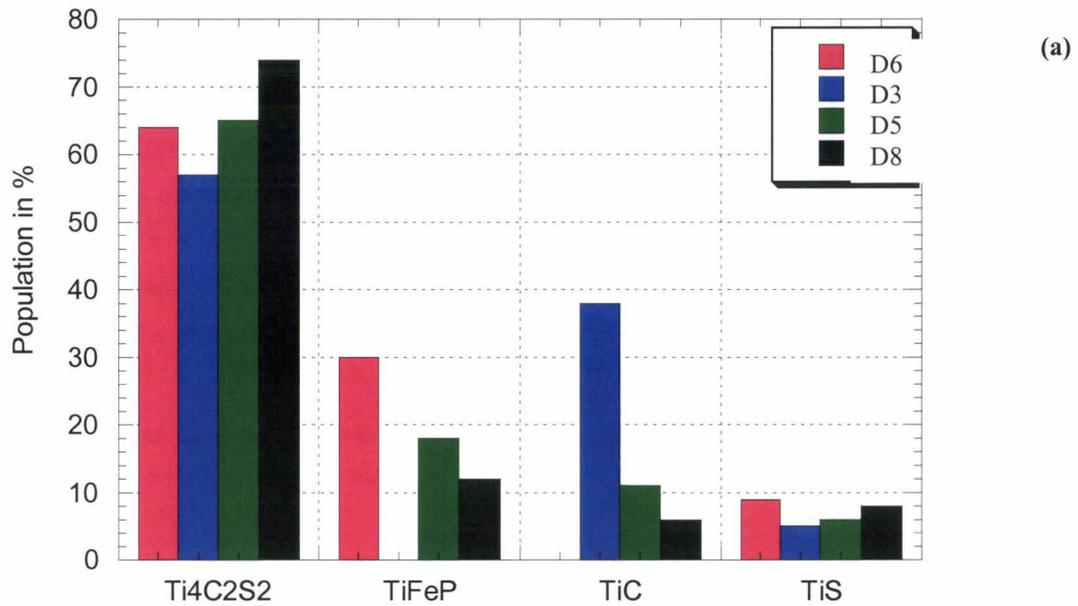


Figure 4.2 – Analyse de la population de précipités dans les échantillons présentant des tailles de grains différentes.

Figure 4.2 – Analysis of the population of precipitates in samples with different grains sizes.

1.3. Etude des facteurs influençant l'effet de taille de grains

Vis-à-vis des propriétés mécaniques, les joints de grains peuvent constituer des obstacles au mouvement des dislocations. Leur capacité à bloquer les dislocations dépend essentiellement de deux facteurs : la présence d'obstacles (les précipités) au voisinage des joints de grains ou dans les joints de grains et l'orientation cristallographique des grains les uns par rapport aux autres (c'est-à-dire un effet de la texture cristallographique). Une étude de ces deux facteurs pour les deux classes d'échantillons est présentée dans ce paragraphe.

1.3.1. Etude de la distribution des précipités dans les joints de grains et au voisinage des joints de grains

Une précipitation préférentielle aux joints de grains va contribuer à l'effet d'obstacle. Une étude par MET de la localisation des précipités dans les deux classes d'échantillons va donner des renseignements sur la présence ou non de précipités au voisinage des joints de grains ou dans les joints de grains. En inclinant l'échantillon dans le microscope, il est possible de rendre invisible les lignes de dislocations qui constituent les joints de grains (lorsque ceux-ci ont une faible désorientation) et ainsi d'observer la présence ou non de précipités. Cette méthode d'observation a été appliquée pour les deux classes d'échantillons. Les quelques exemples de micrographies MET des joints de grains des figures 4.3 et 4.4 montrent que les précipités dans les échantillons préparés avec une SRT de 1050°C se trouvent principalement à l'intérieur des grains, voire au voisinage des joints de grains mais pas à l'intérieur de ceux-ci.

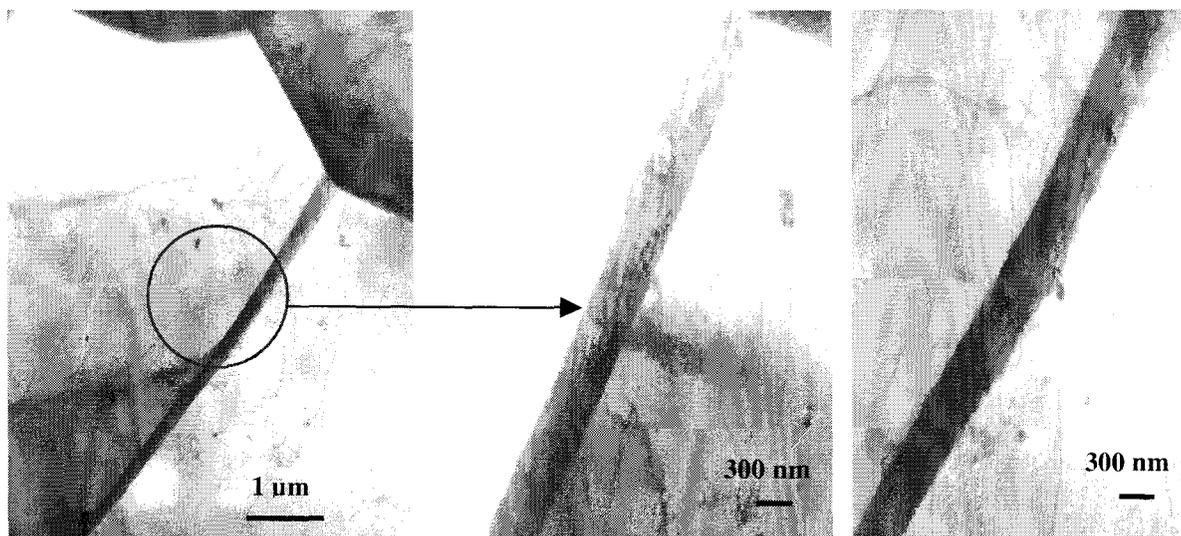


Figure 4.3 – Micrographies de MET montrant l'absence de précipités dans le joint de grains pour un échantillon préparé avec une SRT de 1050°C.

Figure 4.3 – TEM micrograph showing very few precipitates in the grain boundary of a specimen prepared with a SRT of 1050°C.

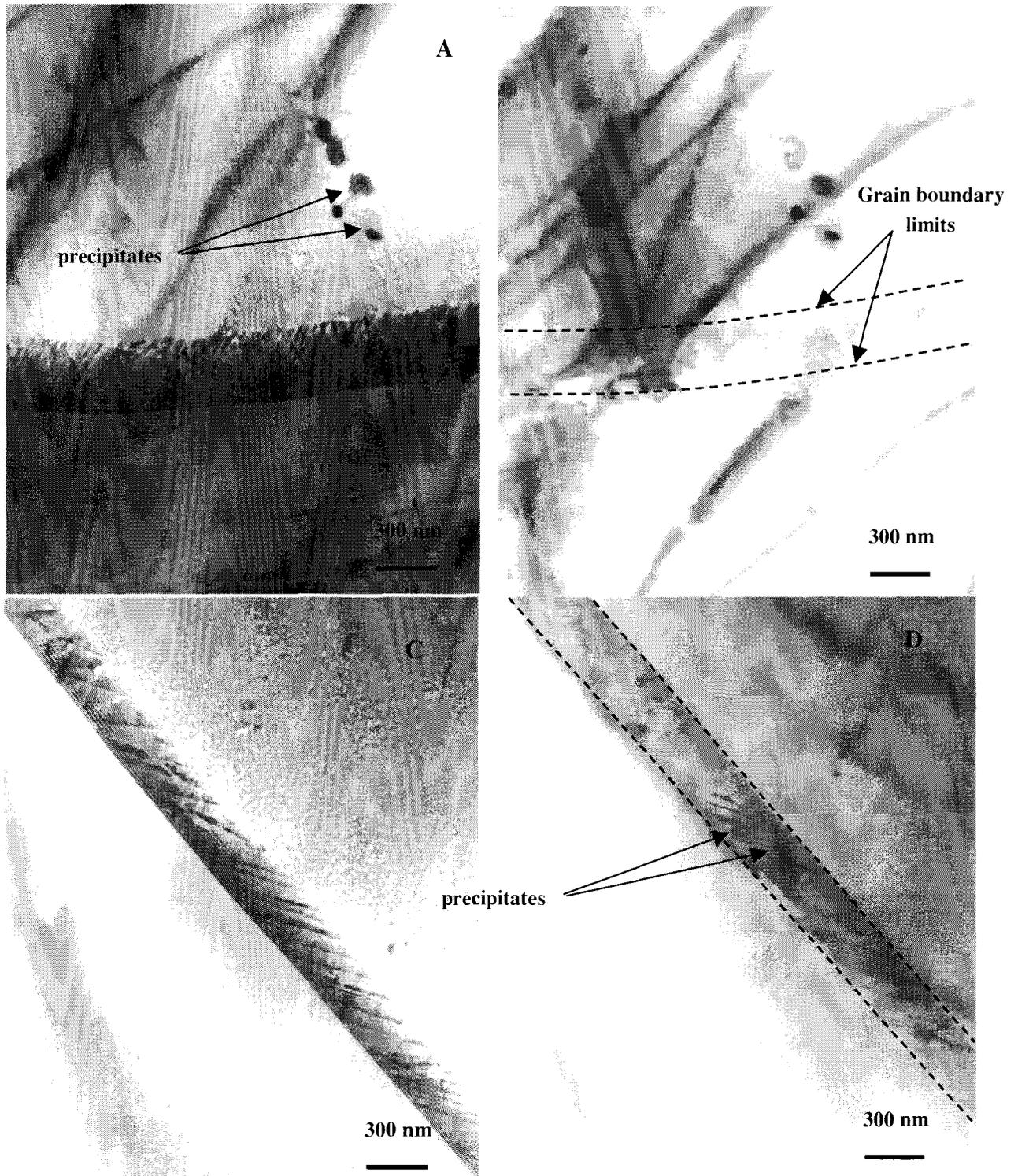


Figure 4.4 – Micrographie de MET montrant des joints de grains pris sous deux inclinaisons différentes pour un échantillon préparé avec une SRT de 1050°C.

Figure 4.4 – TEM micrographs showing grain boundaries under different tilts for a specimen prepared with a SRT of 1050°C.

De la même façon, les échantillons préparés avec une température de réchauffement de la brame de 1250°C ont été analysés. En effet, l'état de précipitation des échantillons préparés avec une température de réchauffement de la brame de 1250°C se différencie de celui des échantillons préparés avec une température de réchauffement de la brame de 1050°C par la présence de fins carbures de titane. Les quelques exemples de micrographies de MET des figures 4.5 et 4.6 montrent des micrographies prises sous différentes inclinaisons. Comme pour les échantillons préparés avec une SRT de 1050°C, les précipités ne se trouvent pas principalement dans les joints de grains.

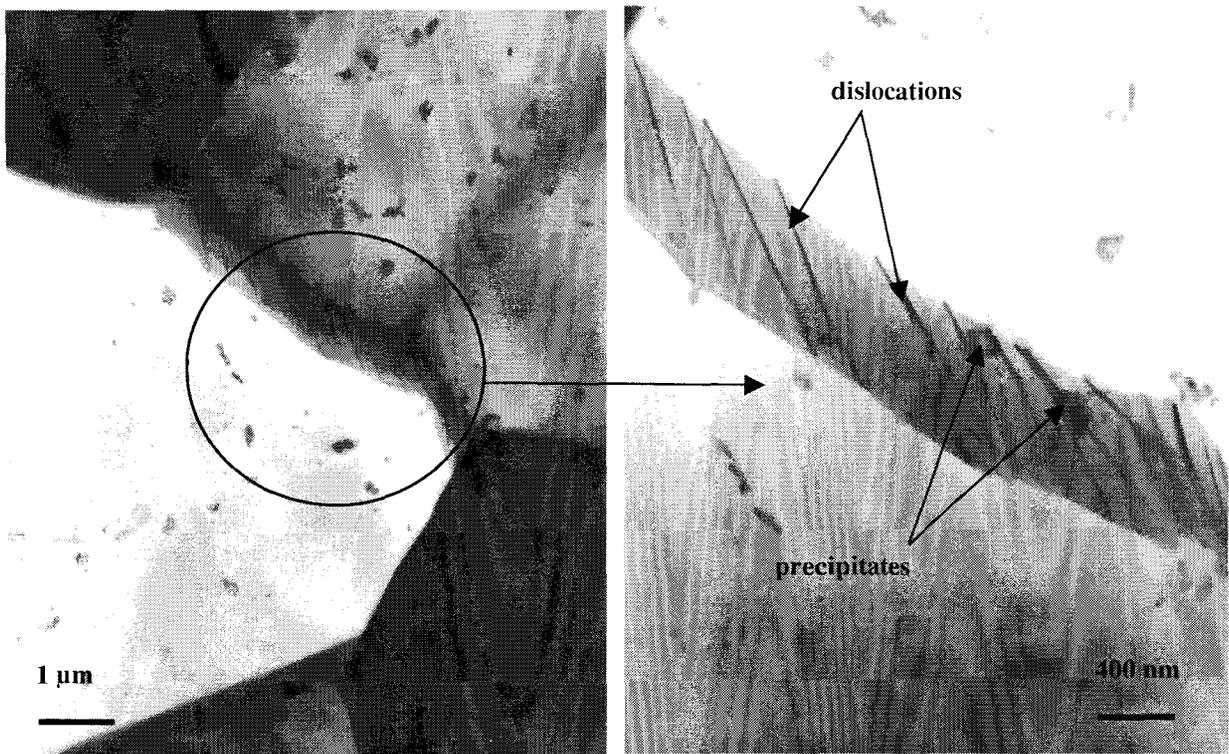


Figure 4.5 – Micrographies de MET montrant peu de précipités dans les joints de grains pour un échantillon préparé avec une SRT de 1250°C.

Figure 4.5 – TEM micrographs showing very few precipitates in the grain boundary of a specimen prepared with a SRT of 1250°C.

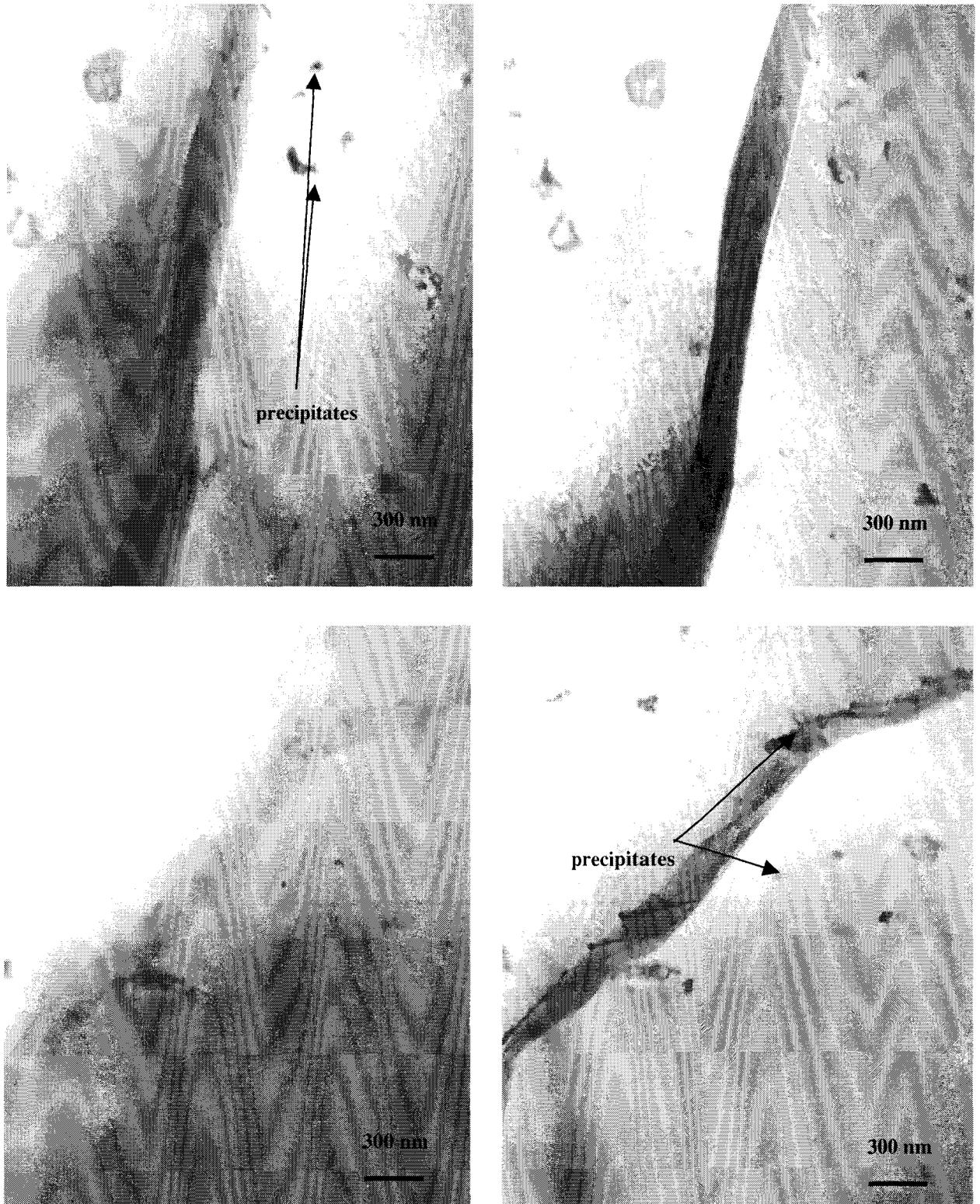


Figure 4.6 – Micrographie de MET montrant des joints de grains pris sous deux inclinaisons différentes pour un échantillon préparé avec une SRT de 1250°C.

Figure 4.6 – TEM micrographs showing grain boundaries under different tilts for a specimen prepared with a SRT of 1250°C.

1.3.2. Etude de la désorientation cristallographique

Le deuxième facteur influençant la capacité de blocage des dislocations par les joints de grains est la désorientation entre grains (c'est-à-dire la continuité des systèmes de glissement disponibles). Par conséquent, il est important de s'intéresser à la texture des échantillons préparés. Ce paragraphe présente une caractérisation macroscopique de la texture pour les échantillons préparés. Ensuite, une mesure précise par CBED de la désorientation entre les principaux plans de glissement est présentée.

1.3.2.1. Analyse quantitative de la désorientation

Une bonne aptitude à l'emboutissage pour les aciers plats est associée à une orientation cristallographique des plans $\{111\}$ contenus dans le plan de la tôle.

Une analyse par OIM (Orientation Imaging Microscopy) a été effectuée sur tous les échantillons du tableau 4.1 afin d'obtenir une cartographie des orientations des grains dans les échantillons. Les échantillons sont polis de telle façon que la surface d'analyse se situe à 15% et 50% de la surface initiale et une analyse par OIM est effectuée. La figure 4.7 représente la figure de pole inverse (001) pour deux des huit échantillons, où les différentes couleurs représentent les différentes orientations des grains dans les échantillons. La couleur bleu prédomine pour les échantillons, ce qui correspond aux plans $\{111\}$ dans le plan de laminage des tôles.

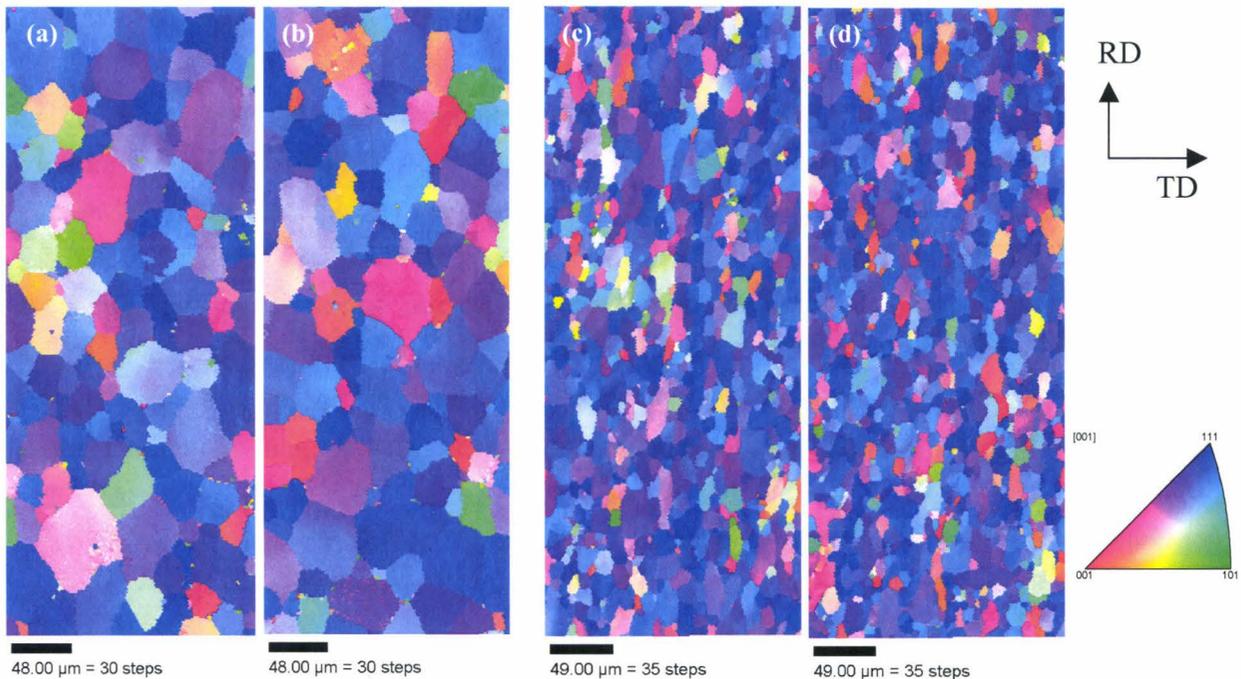


Figure 4.7 – Carte de figures de pole inverse (001) pour les échantillons D6 (a et b) et T2 (c et d).

Figure 4.7 – (001) inverse pole figure mapping for the specimen D6 (a and b) and T2 (c and d).

Afin de compléter cette analyse, la texture des échantillons a été analysée. La texture est décrite en terme de fonctions de distribution des orientations (ODFs – Orientation Distribution Functions) qui est le type de représentation communément employé pour analyser la texture des aciers IF^[2]. Pour les aciers plats laminés, c'est la section ODF pour $\varphi_2 = 45^\circ$ qui est reportée car elle contient presque toutes les composantes de la texture. Sur la section ODF pour $\varphi_2 = 45^\circ$, la fibre gamma (fibre- γ) est vue comme une ligne horizontale où l'angle φ_1 varie de 0 à 90° comme représenté sur la figure 4.8. Toutes les orientations le long de cette ligne ont les plans $\{111\}$ parallèles au plan de la tôle.

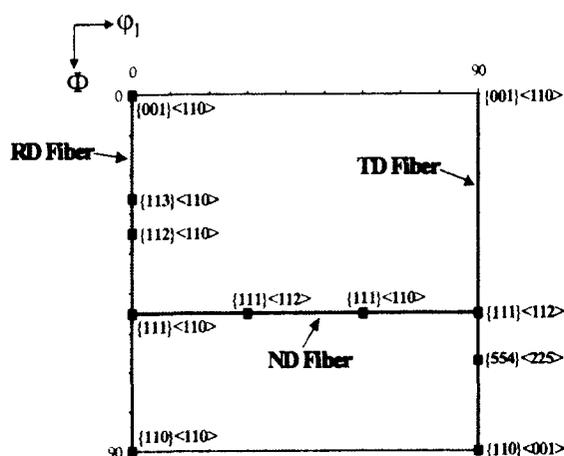


Figure 4.8 – Illustration schématique des orientations importantes pour la section à $\varphi_2 = 45^\circ$.

Figure 4.8 – Schematic illustration of the relevant orientations in $\varphi_2 = 45^\circ$ section used for the steel sheet.

Les échantillons pour les mesures de DXR ont été préparés au centre de recherche – OCAS selon la procédure 120_015 et les mesures de texture ont été effectuées sur les échantillons analysés par OIM. Les sections ODF pour $\varphi_2 = 45^\circ$ pour deux des échantillons analysés sont représentées sur les figures 4.9 et 4.10. La plus grande intensité est uniforme selon les orientations γ . Les deux échantillons présentent une texture similaire caractéristique des aciers Ti-IF après un traitement de recuit^[3, 4], cette texture se compose principalement des composantes E et F de la fibre gamma c'est-à-dire respectivement des composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 121\rangle$. Les grains ont leurs plans $\{111\}$ dans le plan de la tôle avec les directions $\langle 110\rangle$ et $\langle 121\rangle$ parallèles à l'axe RD (Rolling Direction) de la tôle. Par conséquent, les échantillons étudiés présentent une texture similaire et :

- Un effet de texture peut être exclu pour expliquer une différence des propriétés mécaniques entre les échantillons,
- La capacité des joints de grains à entraver le mouvement des dislocations est réduite.

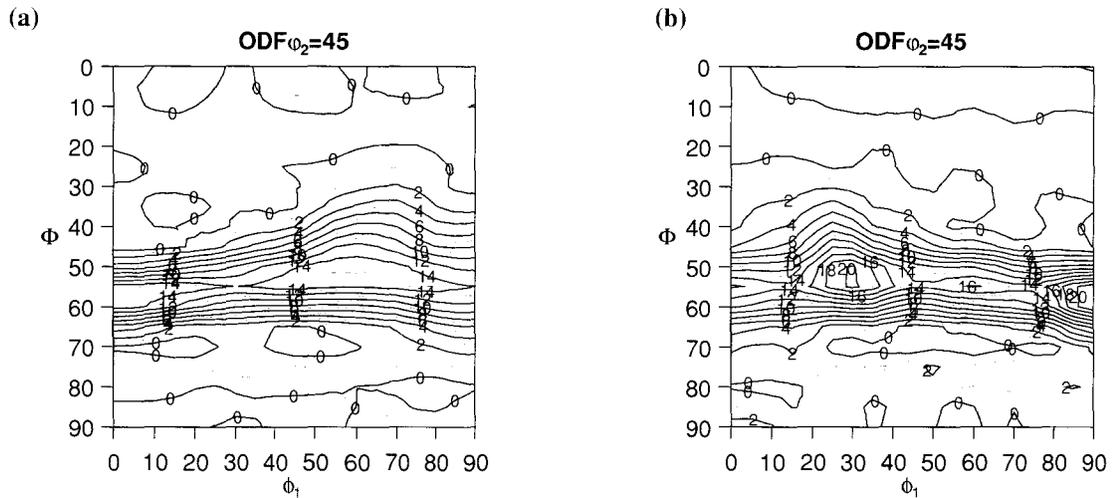


Figure 4.9 – Section ODF pour $\varphi_2 = 45^\circ$ à (a) 15% et à (b) 50% d'épaisseur pour l'échantillon D6.

Figure 4.9 – ODF-section at $\varphi_2 = 45^\circ$ on (a) 15% and (b) 50% thickness of specimen D6.

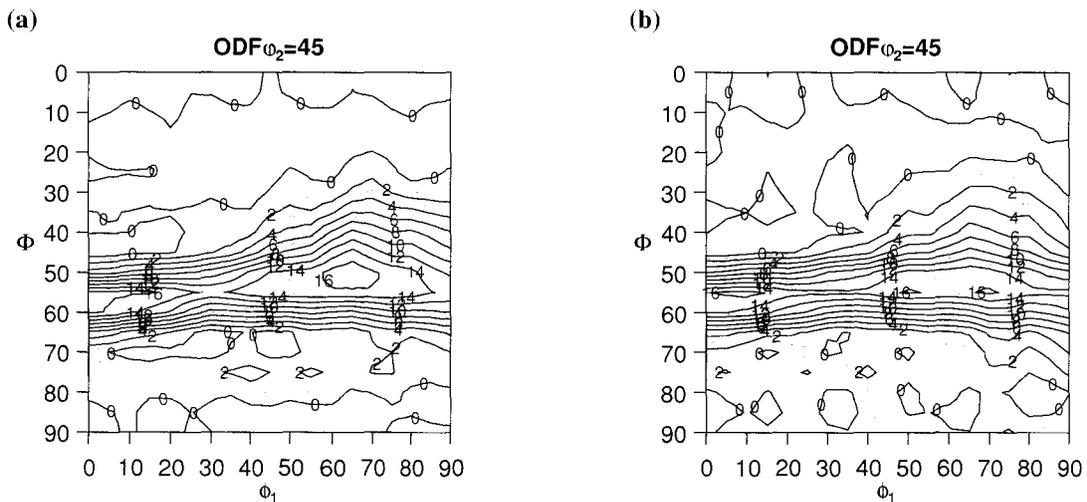


Figure 4.10 – Section ODF pour $\varphi_2 = 45^\circ$ à (a) 15% et à (b) 50% d'épaisseur pour l'échantillons T2.

Figure 4.10 – ODF-section at $\varphi_2 = 45^\circ$ on (a) 15% and (b) 50% thickness of specimen T2.

1.3.2.2. Mesure par CBED de la désorientation entre deux grains adjacents

La désorientation entre les grains est mesurée très précisément par CBED (Convergent Beam Electron Diffraction), ce qui permet d'obtenir des informations sur la désorientation des plans de glissements actifs pendant la déformation. La désorientation entre deux grains est complètement définie par la donnée d'une direction de désorientation $[uvw]$ et par l'angle de désorientation θ . La méthode expérimentale est illustrée sur la figure 4.11. La désorientation entre les deux grains est complètement déterminée à partir de deux clichés de Kikuchi indexés et pris de part et d'autre d'un joint de grains après avoir incliné l'échantillon (voir clichés de Kikuchi (a), (b), (c) et (d) de la figure 4.11). Les résultats des mesures de directions dans chaque grain sont présentés dans le tableau 4.4.

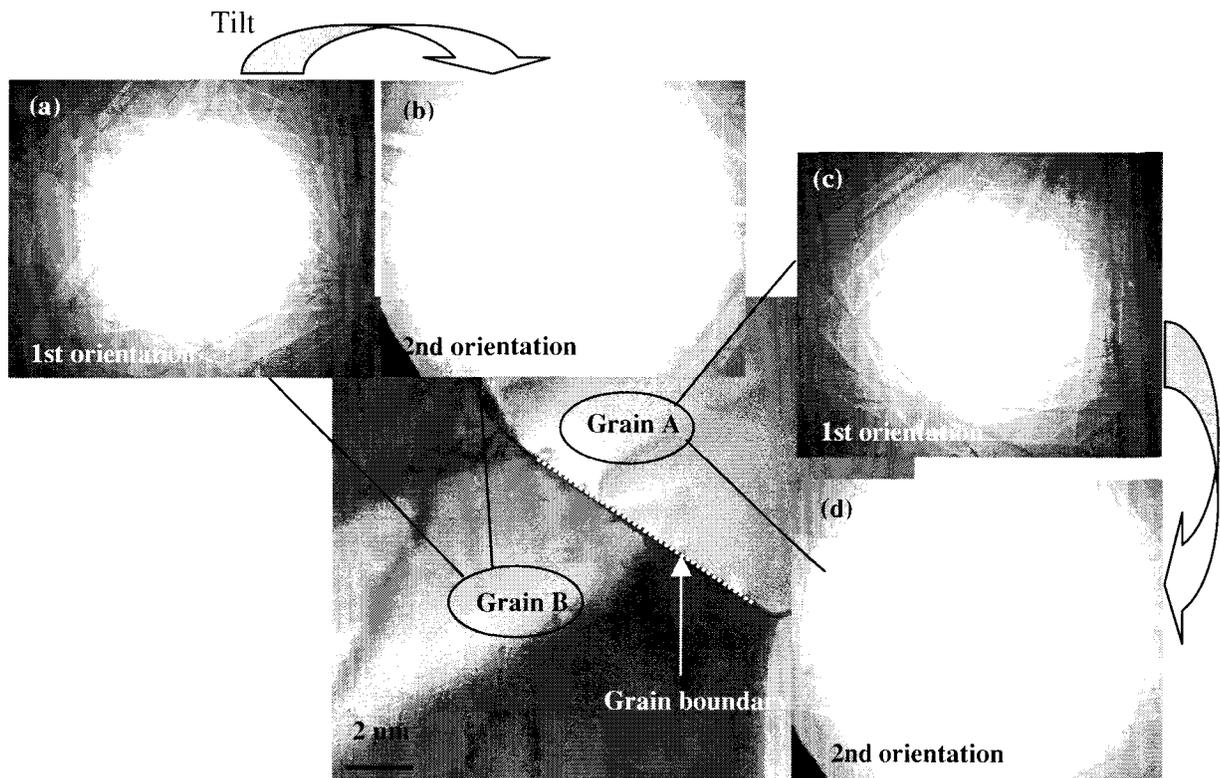


Figure 4.11 – Illustration de la méthode expérimentale de mesure de désorientation entre les grains par CBED.

Figure 4.11 – Illustration of the experimental method for measuring the misorientation between two grains by CBED.

Tableau 4. 4 - Directions de désorientation.**Table 4. 4 - Misorientation directions.**

	Direction I	Direction II
Grain A	[6326, 6086, 10000]	[411, 4330, 10000]
Grain B	[7685, 3470, 10000]	[2954, -372, 10000]

Un logiciel (Electron Diffraction) permet de déterminer la matrice de désorientation, l'axe de rotation et l'angle de rotation entre les deux grains adjacents à partir des deux couples de directions parallèles du tableau 4.4. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.5.

Tableau 4. 5 – Résultats de la mesure de désorientation entre deux grains.**Table 4. 5 – Results of misorientation between two grains.**

Rotation matrix	Rotation axis	Rotation angle in °
0.88207 -0.26846 0.38714 0.42492 0.80822 -0.4077 -0.20346 0.52412 0.82698	[2500, 1585, 1861]	40.66

Remarque : les deux grains de part et d'autre du joint se déduisent l'un de l'autre par une rotation d'angle θ autour d'un axe [uvw] commun aux deux grains.

A partir de l'angle de désorientation entre les deux grains adjacents, il est possible de représenter sur la même projection stéréographique (figure 4.12) les deux grains désorientés l'un par rapport à l'autre d'un angle de 40.66° . Les principaux plans de glissement actifs pendant la déformation pour les matériaux cubiques centrés à température ambiante sont du type {110} et {112}. Plus les points pour une même direction sont rapprochés sur la figure 4.12, plus l'angle entre les plans de glissement est petit. Pour certains plans de glissement, les valeurs des angles sont faibles permettant aux dislocations de se propager d'un grain à l'autre avec facilité.

Ces résultats viennent compléter les résultats de l'analyse quantitative de la désorientation (§ 1.3.2.1 précédent).

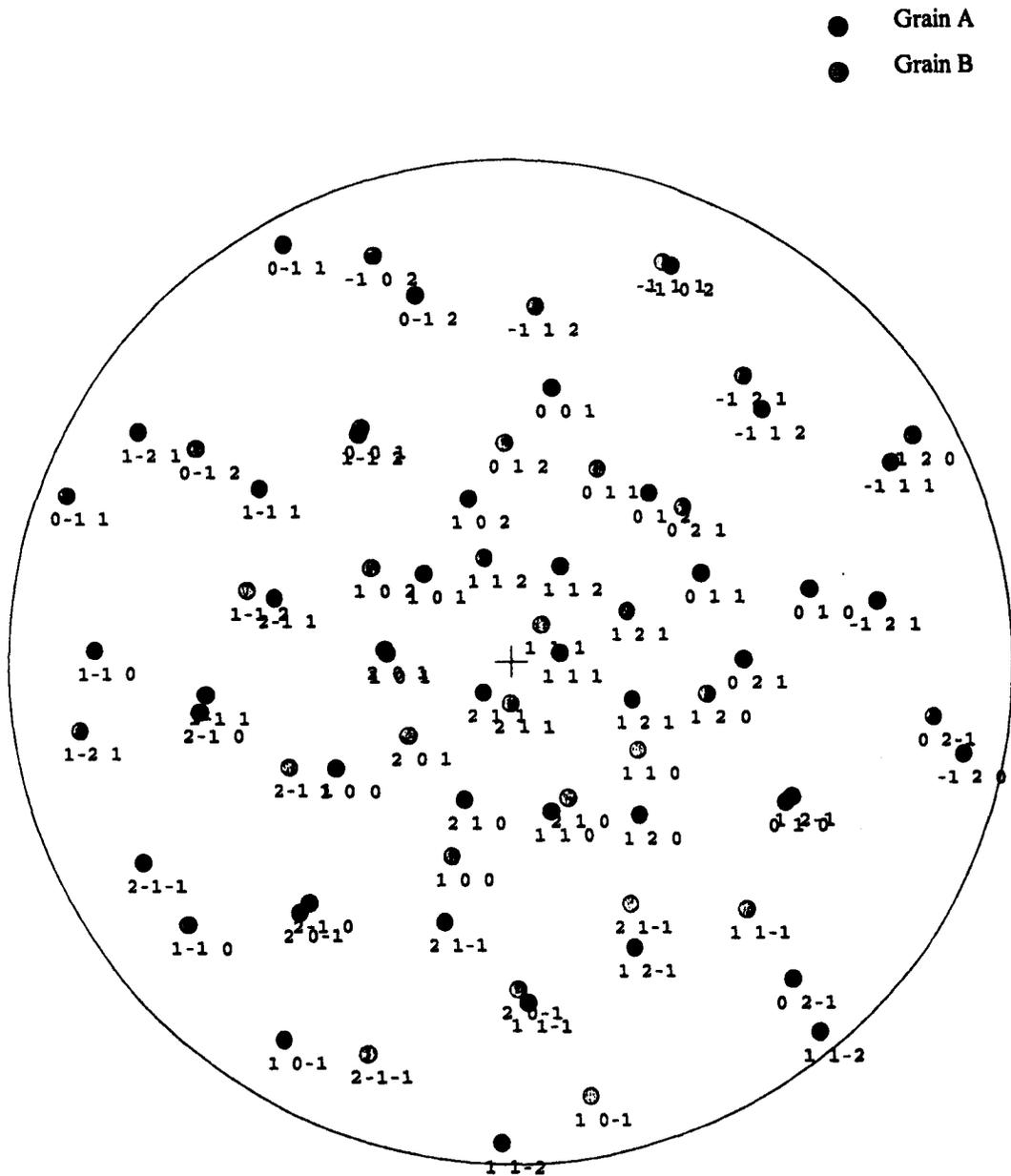


Figure 4.12 – Projection stéréographique représentant la désorientation entre les deux grains adjacents.

Figure 4.12 – Stereographic projection showing the misorientation between both the grains.

1.4. Synthèse

Le but de ce chapitre était d'une part d'analyser l'état de précipitation des échantillons présentant des tailles de grains différentes afin de vérifier si l'état de précipitation a pu être maintenu constant lors de la préparation des échantillons et d'autre part d'analyser les facteurs influençant l'effet de la taille de grains sur les propriétés mécaniques.

De cette analyse, deux classes d'échantillons se sont dégagées avec les caractéristiques microstructurales suivantes :

1. Pour les neuf échantillons de classe 1 :
 - Une taille de grains comprise entre 18 μm et 75 μm ,
 - Un état de précipitation similaire caractérisé par la prépondérance des carbosulfures de titane $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ (65% des précipités) avec une taille moyenne de 75 nm,
 - Pas de précipitation préférentielle à proximité des joints de grains ou dans les joints de grains,
 - Les plans $\{111\}$ sont parallèles au plan de la tôle,
 - Une texture de fibre γ .
2. Pour les trois échantillons de classe 2 :
 - Une taille de grains qui varie entre 18 μm et 49 μm ,
 - Un état de précipitation différent pour l'échantillon T3, la proportion de carbures de titane TiC est double par rapport aux échantillons T1 et T2,
 - Pas de précipitation préférentielle à proximité des joints de grains ou dans les joints de grains,
 - Les plans $\{111\}$ sont parallèles au plan de la tôle,
 - Une texture de fibre γ .

Cette analyse montre par conséquent qu'il a été possible de préparer des échantillons d'acier Ti-IF avec des tailles de grains différentes en maintenant constant l'état de précipitation. La texture, de type fibre γ caractéristique des aciers plats au carbone^[5], est aussi maintenue constante. Par conséquent, l'analyse des propriétés mécaniques des échantillons qui présentent des tailles de grains différentes va révéler le seul effet de la taille de grains sur le coefficient d'érouissage n_{10-20} .

English version :

This chapter aimed at characterizing the precipitation state of specimens presenting different grain sizes and studying the factors which are responsible of effects of grain size on mechanical properties.

Two classes of specimens with the following microstructural characteristics have been prepared :

1. Specimens of class 1 :

- The grain size d is varying from 18 μm to 75 μm ,*
- A similar precipitation state characterised by very numerous titanium carbosulfides $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ (65% of precipitates) with an average precipitate size of 75 nm,*
- Precipitates are not located preferentially in the vicinity of the grain boundary or within the grain boundary,*
- A pronounced $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ texture,*
- Highly textured specimens presenting a γ fibre texture.*

2. Specimens of class 2 :

- The grain size is varying from 18 μm to 49 μm ,*
- A different precipitation state for specimen T3 compared to specimens T1 and T2. Indeed, the number of TiC is double,*
- Precipitates are not located preferentially in the vicinity of the grain boundary or within the grain boundary,*
- A pronounced $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ texture,*
- Highly textured specimens presenting a γ fibre texture.*

The fibre γ type texture is characteristic of low carbon sheet steel^[5]. It was possible to prepare specimens presenting different grain sizes and a precipitation state quasi-constant for both the classes of specimens. Therefore, differences of mechanical properties might be attributed to grain size effects while maintaining all other microstructural parameters constant.

2. PROPRIETES MECANIQUES DES ECHANTILLONS PRESENTANT DES TAILLES DE GRAINS DIFFERENTES

2.1. Résultats des essais de traction

Les conditions expérimentales pour les essais de traction sont celles décrites au chapitre II § 2.1.1 : une vitesse de déformation de 2.10^{-3} s^{-1} et des essais réalisés à température ambiante.

Quelques exemples de courbes de traction (pour six des douze échantillons testés) sont reportés sur la figure 4.13. Ces courbes présentent une évolution semblable de la courbure en cours de déformation pour tous les échantillons, la seule différence semble provenir de la valeur de la limite d'élasticité pour les échantillons de classe 1 (SRT = 1050°C) et ceux de classe 2 (SRT = 1250°C).

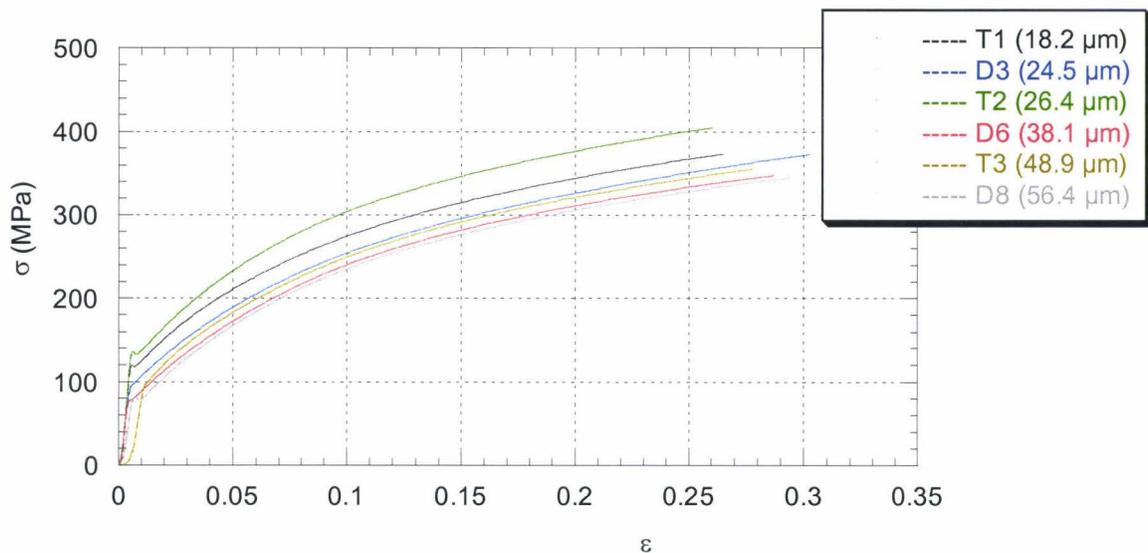


Figure 4.13 – Effet de la taille de grains sur les courbes rationnelles de déformation.

Figure 4.13 - Effect of grain size on the true tensile curves.

Le tableau 4.6 présente les propriétés mécaniques des échantillons testés. Les valeurs reportées sont celles d'échantillons qui ne diffèrent que par leur taille de grains, l'état de précipitation des échantillons pouvant être considéré comme constant (voir § 1.2), même si des différences ont pu être observées, en particulier pour les échantillons de classe 2.

Pour les échantillons testés, la limite d'élasticité varie entre 77 MPa et 105 MPa pour les échantillons de classe 1 et entre 100 MPa et 132 MPa pour les échantillons de classe 2 pour des tailles de grains variant entre 18 μm et 75 μm pour les échantillons de classe 1 et entre 18.2 μm et 48.9 μm pour les échantillons de classe 2. La valeur du coefficient d'écroutissage n_{10-20} varie ici entre 0.340 et 0.390 pour les échantillons de classe 1 et entre 0.310 et 0.375 pour ceux de classe 2. La valeur du coefficient d'anisotropie "r" (coefficient de Lankford) qui caractérise la formation de la texture cristallographique est supérieure à 2 pour les échantillons de classe 1 à l'exception des deux échantillons présentant les deux plus grandes tailles de grains (échantillons D8 et D9).

La valeur moyenne de l'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{Rm-Rp02}$ dû à l'écroutissage pour les échantillons sélectionnés est de 180 (± 3) MPa pour les échantillons de classe 1 et de 171 (± 9) MPa pour les échantillons de classe 2. Par conséquent, quelle que soit la taille de grains des échantillons, l'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{Rm-Rp02}$ peut être considéré comme indépendant de la taille de grains.

Tableau 4. 6 - Propriétés mécaniques pour les échantillons présentant des tailles de grains différentes.

Table 4. 6 - Mechanical properties of the samples with different grain sizes.

	Specimen	d in μm	R_e in MPa	R_m in MPa	A_u in %	A_{80} in %	r	n_{10-20}
Class 1	D9	75.0	78	263	33	45	1.24	0.385
	D8	56.4	80	258	34	49	1.55	0.390
	D7	45.0	84	265	31	45	3.12	0.360
	D6	38.1	77	261	33	51	2.52	0.375
	D5	30.6	82	264	29	42	2.96	0.340
	D4	25.5	93	273	32	48	2.68	0.375
	D3	24.5	98	275	35	50	2.65	0.370
	D2	24.0	85	265	32	47	2.03	0.380
	D1	18.0	105	285	32	45	2.47	0.345
Class 2	T3	48.9	100	262	26	35	1.27	0.375
	T2	26.4	132	312	30	41	2.74	0.310
	T1	18.2	115	288	30	41	2.20	0.340

2.2. Etude de l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques ainsi que sur n_{10-20}

2.2.1. Effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité

L'étude bibliographique (voir chapitre I § 2.3 et 4.3) concernant l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques et le coefficient d'écroutissage des aciers ULC/ULC-IF a montré qu'il n'y avait pas unanimité des résultats. L'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques est traditionnellement exprimée par la loi de Hall-Petch, c'est-à-dire (voir chapitre I § 4.3 relation 1.37) :

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y d^{-1/2}$$

Où d est la taille de grains exprimée en millimètre, et σ_o et k_y sont des constantes du matériau.

Sur la figure 4.14 est représentée la limite d'élasticité en fonction de la taille de grains pour les échantillons de classe 1 et de classe 2.

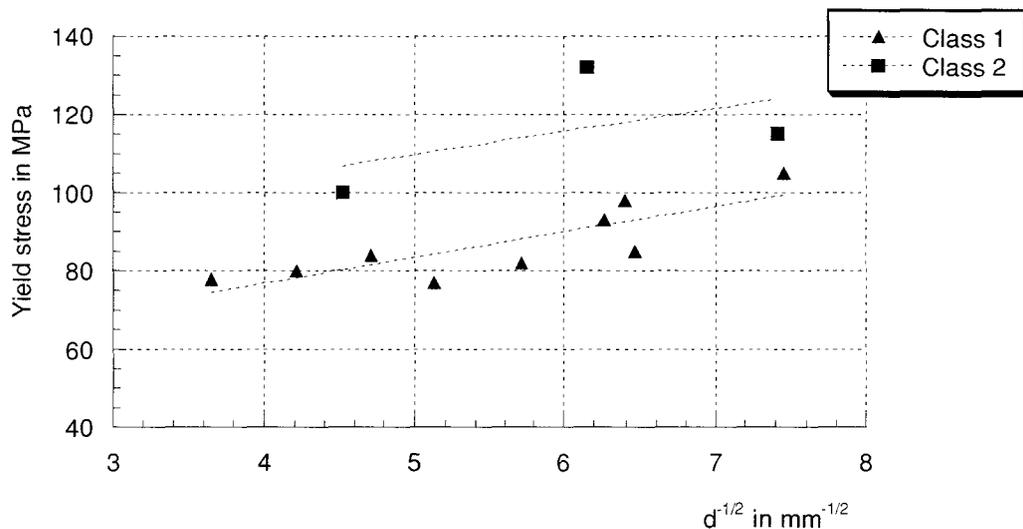


Figure 4.14 – Effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité pour les deux températures de réchauffement des brames.

Figure 4.14 - Effect of grain size on the yield stress for both the Slab Reheating Temperatures.

Si, pour les intervalles de tailles de grains étudiés ici, une loi du type de Hall-Petch est vérifiée, alors le coefficient de durcissement k_y a une valeur de 6.6 MPa.mm^{-1/2} pour les échantillons de classe 1 et 5.9 MPa.mm^{-1/2} pour les échantillons de classe 2 (voir tableau 4.7). Les valeurs obtenues pour σ_o sont respectivement 50 MPa et 80 MPa. Ces valeurs de σ_o sont

compatibles avec la présence de petits carbures de titane dans les échantillons de classe 2 qui entraîne un durcissement du matériau. Rappelons que les résultats concernant les échantillons de classe 2 sont reportés à titre indicatif à cause du faible nombre d'échantillons analysés.

Tableau 4. 7 – Valeurs mesurées des coefficients de la loi de Hall-Petch.

Table 4. 7 – Measured values of the Hall-Petch relation coefficients.

Specimen	k_y in MPa.mm ^{-1/2}	σ_o in MPa	R (correlation coefficient)
Class 1 (SRT= 1050°C)	6.6	50	0.82
Class 2 (SRT = 1250°C)	5.9	80	0.53

2.2.2. Relation entre la taille de grains et n_{10-20}

La valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} est reportée en fonction de la taille de grains pour les deux classes d'échantillons sur le graphe de la figure 4.15. La valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} semble présenter une légère décroissance avec une diminution de la taille de grains, ce qui est confirmé pour les échantillons de classe 1 dans l'intervalle de taille de grains [18,0 µm, 75 µm].

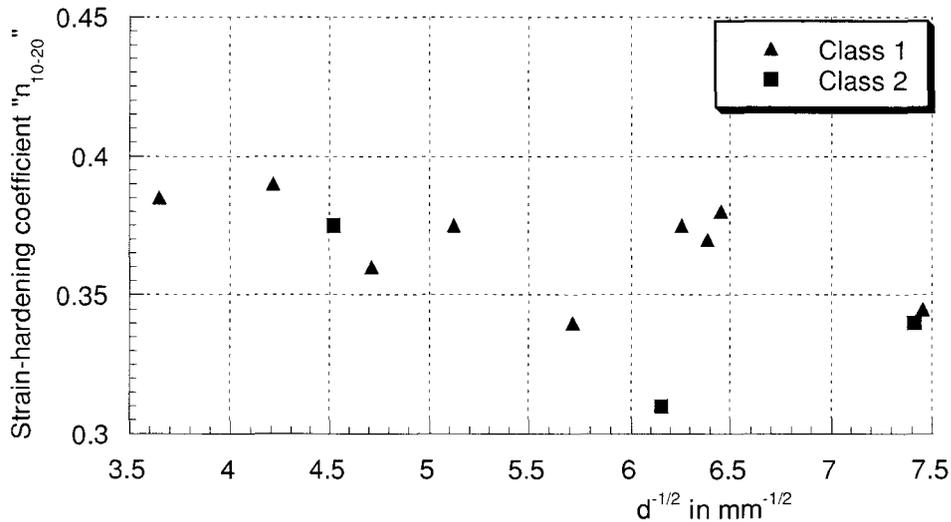


Figure 4.15 - Effet de la taille de grains sur le coefficient d'écrouissage " n_{10-20} " pour les deux températures de réchauffement des brames.

Figure 4.15 - Effect of grain size on the strain-hardening coefficient " n_{10-20} " for both the Slab Reheating Temperatures.

2.3. Synthèse et discussion

L'analyse des propriétés mécaniques pour les neuf échantillons de classe 1 a montré que pour une taille de grains variant dans l'intervalle [18.0 μm , 75.0 μm] :

- 1 - Le coefficient d'érouissage n_{10-20} varie dans l'intervalle [0.340, 0.390],
- 2 - La limite d'élasticité varie dans l'intervalle [77 MPa, 105 MPa],
- 3 - L'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{Rm-Rp02}$ est indépendant de la taille de grains,
- 4 - Le coefficient de durcissement k_y a une valeur de 6.6 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$,
- 5 - La valeur de σ_o est 50 MPa.

L'analyse des propriétés mécaniques pour les trois échantillons de classe 2 (reportée à titre indicatif) a montré que pour une taille de grains variant dans l'intervalle [18.2 μm , 48.9 μm] :

- 1 - Le coefficient d'érouissage n_{10-20} varie dans l'intervalle [0.310, 0.340],
- 2 - La limite d'élasticité varie dans l'intervalle [100 MPa, 132 MPa],
- 3 - L'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{Rm-Rp02}$ est indépendant de la taille de grains,
- 4 - Le coefficient de durcissement k_y a une valeur de 5.9 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$,
- 5 - La valeur de σ_o est 80 MPa.

La validation des résultats pour les échantillons de classe 2 nécessite de préparer de nouveaux échantillons avec des tailles de grains différentes.

Les valeurs mesurées des coefficients de la loi de Hall-Petch pour les deux classes d'échantillons (6.6 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ et 5.9 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$) sont cohérentes avec les valeurs issues de la littérature pour les aciers ultra bas carbone. En effet, dans une étude très récente D. K. Matlock et al.^[1] rapportent des valeurs se situant dans l'intervalle [6 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$, 29 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$] pour k_y et des valeurs se situant dans l'intervalle [19 MPa, 94 MPa] pour σ_o . Il a aussi été constaté que plus k_y est petit et plus σ_o est grand^[1]. Takechi^[6] rapporte pour des aciers IF une valeur de k_y de 4.97 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ et 0.22 MPa pour σ_o . De son côté, De Ardo^[7] rapporte des valeurs comprises entre 5 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ et 13 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ pour k_y dans les aciers IF. Les valeurs du coefficient de durcissement de la loi de Hall-Petch des aciers IF sont plus faibles que celles des aciers bas carbone traditionnels, en effet pour ces aciers des valeurs de l'ordre de 19-22 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ sont rapportées par différents auteurs^[8, 9].

Les faibles valeurs de k_y dans les aciers IF s'expliquent par leurs propriétés; de très faibles quantités d'atomes sont présentes en solution solide dans la matrice ou ségréguées dans les joints de grains, particulièrement C et N qu'il s'agit d'aciers sans interstitiels. De plus, ces aciers pour emboutissage sont très fortement texturés (un coefficient d'anisotropie supérieur à 2 voir 2.5) ce qui va dans le sens d'une faible valeur de k_y . La différence de σ_o entre les échantillons de classe 1 et de classe 2 est en accord avec une augmentation du durcissement provoqué par les fins carbures de titane présents dans les échantillons de classe 2.

L'effet de la taille de grains sur la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} semble, après l'analyse des propriétés mécaniques, être principalement dû à un effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité qui contrôle la valeur du coefficient d'érouissage (voir figure 4.16) comme indiqué dans le chapitre III. Par conséquent la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} semble être essentiellement conditionnée par la valeur de la limite d'élasticité qui dépend de l'état de précipitation et de la taille de grains. Une analyse de l'effet de la taille de grains sur l'érouissage en cours de déformation des échantillons doit permettre de savoir si une variation de la taille de grains dans l'intervalle [18 μm , 75 μm] va influencer le comportement en érouissage de l'acier étudié et par conséquent modifier la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} .

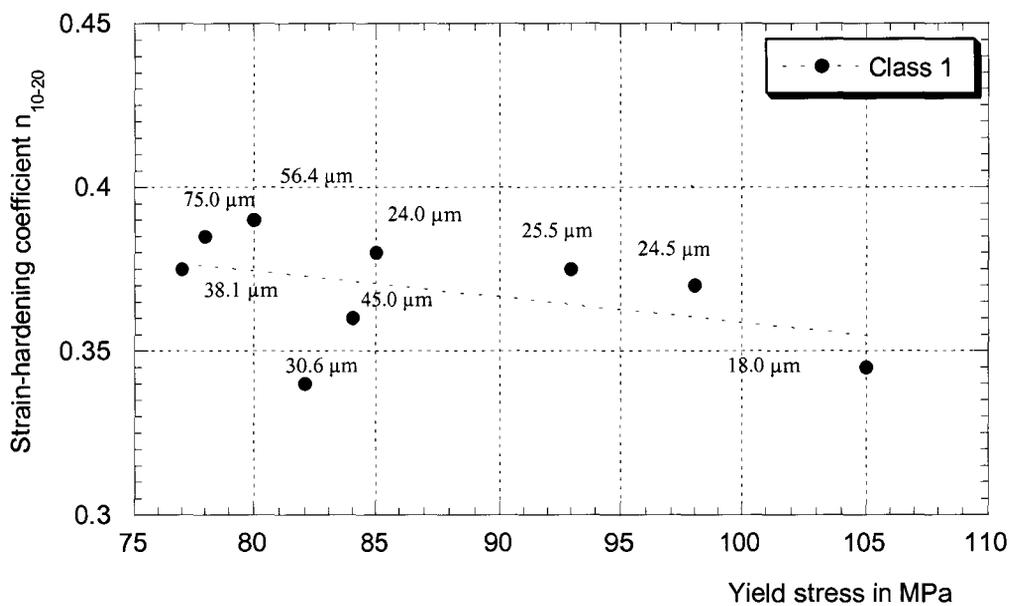


Figure 4.16 – n_{10-20} en fonction de la limite d'élasticité pour différentes tailles de grains.

Figure 4.16 - n_{10-20} versus yield stress for several grain sizes.

English version

The mechanical properties of specimens of class 1 presenting a grain size that is varying from 18.0 μm to 75.0 μm are :

1. The strain-hardening coefficient n_{10-20} is varying within [0.340, 0.390],
2. The yield stress is varying within [77 MPa, 105 MPa],
3. The stress increment $\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2}$ is independent of grain size,
4. The strengthening coefficient k_y is $6.6 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$,

5. The measured value of σ_o is 50 MPa.

The mechanical properties of class 2 specimens presenting a grain size which is varying within [18.2 μm , 48.9 μm] are :

1. The strain-hardening coefficient n_{10-20} is varying within [0.310, 0.340],
2. The yield stress is varying within [100 MPa, 132 MPa],
3. The stress increment $\Delta\sigma_{Rm-Rp0.2}$ is independent of grain size,
4. The strengthening coefficient k_y is 5.9 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$,
5. The measured value of σ_o is 80 MPa.

The measured values of the strengthening coefficient k_y of the Hall-Petch relationship for both the classes of specimens (i.e. 6.6 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ et 5.9 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$) are consistent with reported results in literature concerning IF steel grade. Indeed, in the recent works, D.K. Matlock et al.^[1] related value for k_y which varies within [6 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$, 29 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$] and for σ_o which varies within [19 MPa, 94 MPa]. The lower k_y is, the higher σ_o is^[1]. Takechi^[6] presented a low value for k_y of 4.97 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ and a value for σ_o of 0.22 MPa. De Ardo^[7] found a k_y varying within [5 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$, 13 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$] for IF steel grade. The value of the strengthening coefficient k_y is lower in stabilised IF steel grade than in low carbon steel grade. Indeed, a measured value of k_y is commonly reported of the order of 19-22 $\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$ ^[8, 9].

The low measured values of k_y in IF steel grade are due to the microstructural properties of the Ti-IF steels i.e. a very low content of elements in solid solution (mainly C and N) and very pronounced texture (a coefficient of anisotropy r superior to 2-2.5) that tend to decrease the value of k_y . The different measured values of σ_o for both the classes of specimens are attributed to the presence of fine precipitates present in specimens of class 2.

Therefore, effects of grain size on the strain-hardening coefficient n_{10-20} are mainly attributed to effects of grain size on yield stress according to the analysis of mechanical properties (see figure 4.15). Therefore, the measured value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} depends on grain size through the dependence of yield stress on grain size. A study of effects of grain size on strengthening phenomena occurring during tensile deformation is presented in the next part.

3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS SUR L'ECROUISSAGE DE L'ACIER Ti-IF

3.1. Influence de la taille de grains sur les courbes d'écrouissage $\theta(\varepsilon)$

Le graphe de la figure 4.17 montre que tous les échantillons présentent la même évolution de leur taux d'écrouissage en fonction de la déformation comme c'était le cas pour les échantillons présentant des états de précipitation différents. Les courbes convergent dans l'intervalle de déformation rationnelle [0.10, 0.20], intervalle dans lequel est calculé le coefficient d'écrouissage n_{10-20} . De même, de légères différences sont observables pour des niveaux de déformation inférieurs au point d'inflexion $\varepsilon = 0.05$ (voir chapitre III § 2.1.2) mais principalement entre les deux classes d'échantillons mettant en relief un effet de durcissement dû à la présence de fins carbures de titane dans les échantillons préparés avec une SRT de 1250°C.

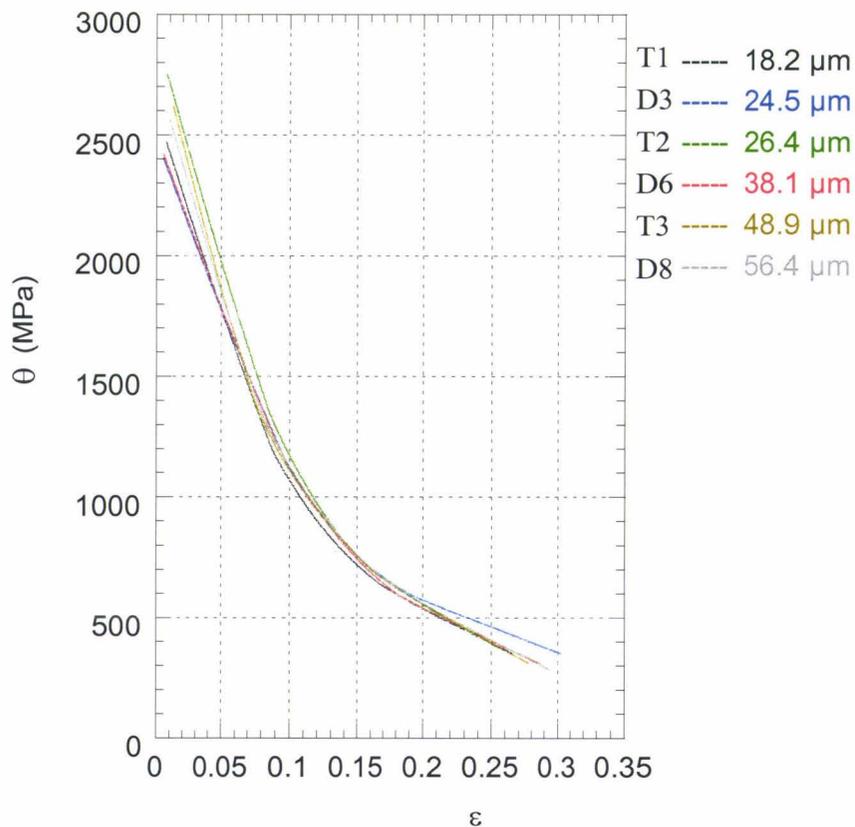


Figure 4.17 - Taux d'écrouissage en fonction de la déformation rationnelle pour les échantillons sélectionnés.

Figure 4.17 - Strain-hardening rate versus true strain for the selected specimens.

3.2. Etude de l'influence de la taille de grains sur les structures de dislocations

3.2.1. Observation par MET de l'influence de la taille de grains sur les structures de dislocations

Des mesures de densité de dislocations ainsi que des mesures de taille des cellules de dislocations pour deux tailles de grains différentes, respectivement 18 μm et 56.4 μm ont été effectuées à différents niveaux de déformation sur des lames minces préparées à partir d'éprouvettes ayant subi des essais de traction interrompus à $\varepsilon = 0.02$, $\varepsilon = 0.05$, $\varepsilon = 0.10$, $\varepsilon = 0.15$ et $\varepsilon = 0.20$.

L'observation par microscopie électronique en transmission de l'évolution des structures de dislocations avec la déformation pour deux échantillons de classe 1 présentant une différence de taille de grains de 38.4 μm (échantillons D1 et D8) ne montre pas de différences notables entre les deux échantillons (voir figures 4.18 et 4.19). Les mêmes structures de dislocations que celles du paragraphe 3.2 du chapitre précédent sont observables : des enchevêtrements de dislocations pour des niveaux de déformation inférieurs à $\varepsilon = 0.05$ (voir figure 4.18) et des structures cellulaires pour des niveaux de déformation supérieurs à $\varepsilon = 0.05$ (voir figure 4.19).

3.2.2. Résultats des mesures expérimentales sur les densités de dislocations et les tailles de cellules

La méthode de Ham a été appliquée pour mesurer les densités de dislocations des échantillons D1 et D8. Les résultats résumés dans le tableau 4.8 et sur la figure 4.20 montrent que la densité de dislocations est peu sensible compte tenu de l'écart type à la variation de la taille de grains dans l'intervalle [18.0 μm , 56.4 μm] même si les valeurs de densités de dislocations mesurées pour une taille de grains de 18 μm sont légèrement supérieures à celles mesurées pour une taille de grains de 56.4 μm .

Tableau 4. 8 - Densités de dislocations mesurées à $\varepsilon = 0, 0.02$ et 0.05 pour deux tailles de grains différentes par la méthode de Ham.

Table 4. 8 - Dislocation densities at $\varepsilon = 0, 0.02$ and 0.05 measured for two different grain sizes by the Ham's intercept method.

Specimen	Grain size in μm	ρ_0 in 10^8 cm^{-2}	$\rho_{2\%}$ in 10^8 cm^{-2}	$\rho_{5\%}$ in 10^8 cm^{-2}
D1	18.0	5.3 (± 1.0)	36.9 (± 5.9)	62.1 (± 15)
D8	56.4	7.4 (± 2.0)	27.6 (± 9.4)	55.0 (± 16)

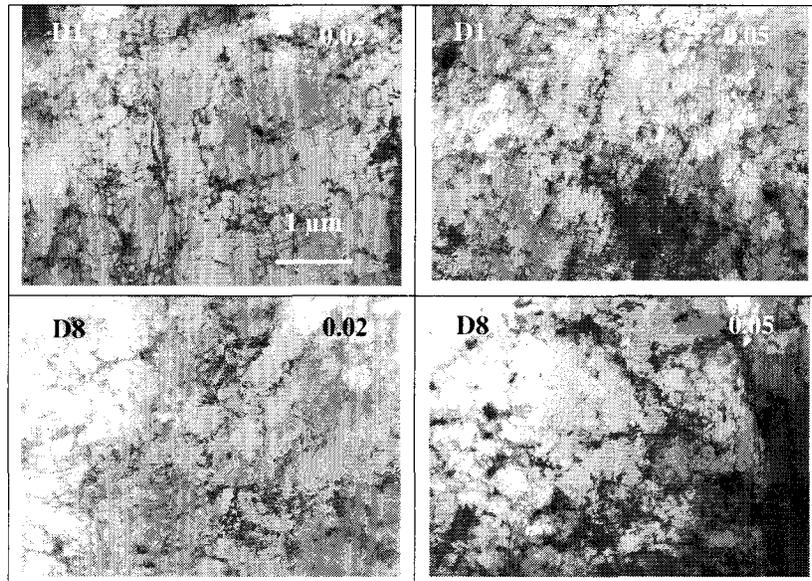


Figure 4.18 - Structures de dislocations à $\varepsilon = 0.02$ et $\varepsilon = 0.05$ pour les échantillons D1 et D8 (toutes les micrographies sont prises avec le même grandissement et le même vecteur de diffraction [10-1]).

Figure 4.18 - Dislocation structures at $\varepsilon = 0.02$ and $\varepsilon = 0.05$ for D1 specimen and D8 specimen (all micrographs are taken with the same magnification and the same vector of diffraction [10-1]).

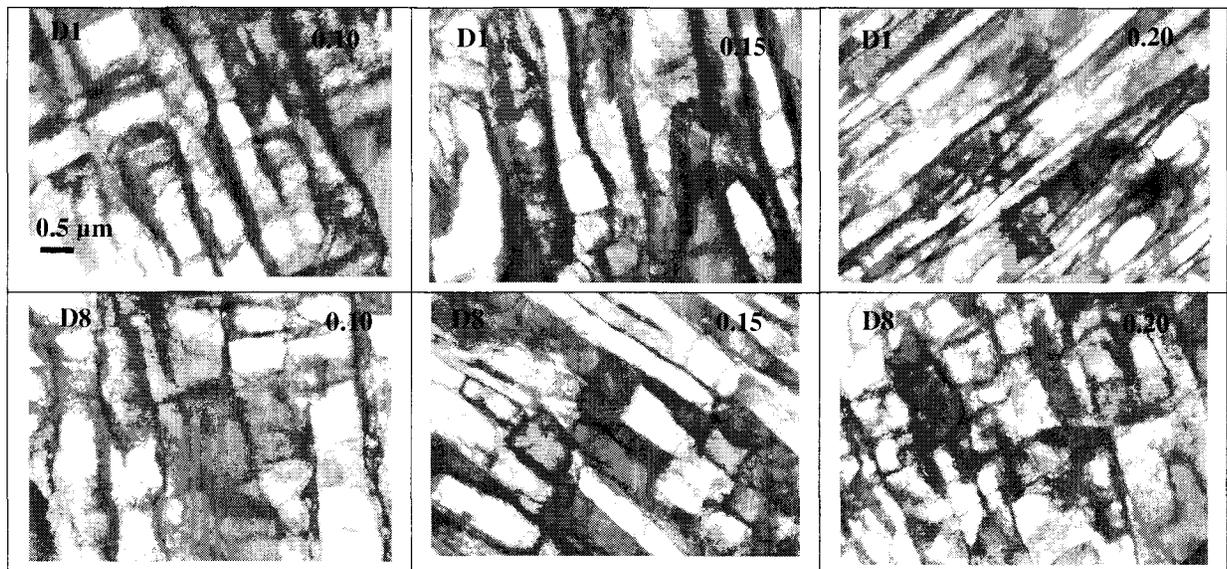


Figure 4.19 - Structures de dislocations à $\varepsilon = 0.10$, $\varepsilon = 0.15$ et $\varepsilon = 0.20$ pour les échantillons D1 et D8 (toutes les micrographies sont prises avec le même grandissement et avec le même vecteur de diffraction [10-1]).

Figure 4.19 - Dislocation structures at $\varepsilon = 0.10$, $\varepsilon = 0.15$ and $\varepsilon = 0.20$ for D1 specimen and D8 specimen (all micrographs are taken with the same magnification and the same vector of diffraction [10-1]).

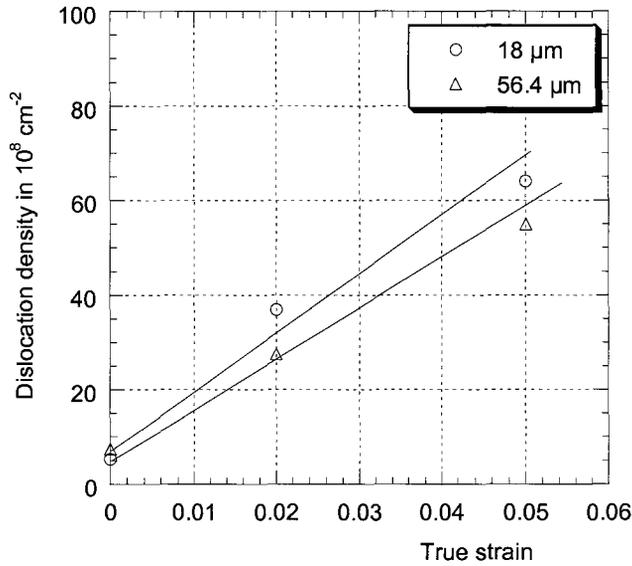


Figure 4.20 – Densités de dislocations pour deux tailles de grains différentes.

Figure 4.20 - Dislocation densities for two different grain sizes.

Les résultats des mesures de taille des cellules de dislocations en fonction de la déformation entre $\varepsilon = 0.10$ et $\varepsilon = 0.20$ effectuées sur les deux échantillons D1 et D8 sont présentés dans le tableau 4.9. Les deux échantillons analysés ne présentent pas de différences sensibles de la taille des cellules de dislocations aux les différents niveaux de déformation étudiés.

Tableau 4. 9 - Taille des cellules ($d_c = \sqrt{L_1 L_2}$) de dislocations mesurées par MET à $\varepsilon = 0.10, 0.15$ et 0.20 pour deux tailles de grains différentes.

Table 4. 9 – TEM measured dislocation cell sizes ($d_c = \sqrt{L_1 L_2}$) at $\varepsilon = 0.10, 0.15$ and 0.20 for two different grain sizes.

Specimen	Grain size in μm	d_c at $\varepsilon = 0.10$ in μm	d_c at $\varepsilon = 0.15$ in μm	d_c at $\varepsilon = 0.20$ in μm
D1	18.0	1.0 (± 0.3)	1.2 (± 0.2)	1.4 (± 0.5)
D8	56.4	1.1 (± 0.2)	0.9 (± 0.3)	1.0 (± 0.3)

3.3. Synthèse et discussion

L'étude des courbes d'écroutissage (θ, ε) pour différentes tailles de grains a montré :

1. Une décroissance du taux d'écroutissage θ en fonction de ε ,
2. Une légère différence entre les échantillons pour des déformations rationnelles inférieures à 0.05 dues à la différence de l'état de précipitation (voir chapitre précédent) entre les échantillons de classe 1 et de classe 2, et à un effet de la taille de grains pour les échantillons d'une même classe,
3. Une convergence des courbes d'écroutissage après une déformation rationnelle de 0.10.

La deuxième assertion est confirmée par l'analyse des résultats de mesures des densités de dislocations à $\varepsilon = 0$, $\varepsilon = 0.02$ et $\varepsilon = 0.05$ pour deux échantillons de la même classe mais présentant des tailles de grains différentes (D1 et D8). Plus la taille de grains est petite, plus la densité de dislocations en début de déformation est élevée. Cet effet de la taille de grains sur la densité de dislocations en début de déformation est rapporté dans différents articles^[10, 11], mais principalement pour des matériaux cubiques à faces centrées.

La dernière assertion est supportée par l'analyse des résultats de mesure de taille des cellules de dislocations au delà de $\varepsilon = 0.10$. Aucune différences notables sont observées entre les échantillons dont la taille de grains diffère. La même observation a été faite par R. A. Jago et al^[12] dans son étude sur un polycristal dont la taille de grains variait entre 33 μm et 261 μm et la composition chimique était proche de l'acier Ti-IF étudié ici. Il attribue cette convergence des courbes d'écroutissage et la similitude des tailles de cellules de dislocations au début de la restauration dynamique vers $\varepsilon = 0.10$. Mais il rapporte sans présenter de résultats expérimentaux que la taille des cellules continue de diminuer avec la déformation, ce qui n'a pas été vérifiée ici puisque que la taille des cellules en cours de déformation se stabilise au delà de $\varepsilon = 0.10$.

L'étude de l'influence de la taille de grains dans l'intervalle [18.0 μm , 56.4 μm] sur les structures de dislocations a montré que :

- La densité de dislocations pour des déformation inférieures à $\varepsilon = 0.05$ augmente de 28 % en moyenne lorsque la taille de grains diminue et cela pour les trois niveaux de déformation où la densité de dislocations a été mesurée par la méthode de Ham,
- La taille des cellules de dislocations ne semble pas être affectée par la taille de grains. Cette assertion est cohérente avec le fait que les courbes d'écroutissage convergent vers $\varepsilon = 0.10$.

L'étude par MET de l'évolution des structures de dislocations en fonction de la déformation et pour deux tailles de grains différentes (18 μm et 56 μm) est en accord avec les

observations faites sur le comportement des courbes d'érouissage. En effet, l'étude par MET des structures de dislocations à différents niveaux de déformation (0.02, 0.05, 0.10, 0.15 et 0.20) a montré que :

1. La structure de dislocations est constituée d'enchevêtrements de dislocations avant le point d'inflexion,
2. La structure de dislocations est constituée de cellules de dislocations après le point d'inflexion.

English version :

The analysis of the (θ , ϵ) curves for specimens showed :

1. *The hardening rate decreases with true strain whatever the grain size is,*
2. *A difference of hardening rate behaviour is observed below a true strain of 0.05 attributed to effects of grain size for the same class of specimens and grain size and precipitates coupled effects considering both the two classes (1 and 2),*
3. *The (θ , ϵ) curves converge beyond a true strain of 0.10.*

The second assertion is supported by experimental measurements of dislocation density at 0, 0.02, 0.05 for both the specimens presenting respectively the highest and the lowest grain size (D1 and D8). The smaller the grain size is, the higher the dislocation density is. This effect of the grain size on the dislocation density has already been reported by several authors^[10, 11] but mainly for f.c.c. metals.

The last assertion is supported by dislocation cell size measurements beyond a true strain of 0.10. No effect of grain size on dislocation cell size evolution was measured. R. A. Jago et al.^[12] found the same results in a similar Ti-IF steel grade presenting a grain size varying from 33 μm to 261 μm . These results were attributed to the start of dynamic recovery occurring around a true strain of 0.10. Moreover, these authors reported that dislocation cell size keeps on decreasing with increasing deformation, but it has not been observed in the present study.

The study of the influence of grain size on dislocation structures showed that :

- *The dislocation density increases (up to 28 %) with decreasing in grain size,*
- *The dislocation cell size is similar beyond a true strain of 0.10 whatever both grain size and deformation levels are.*

The investigation by TEM of the evolution of dislocation structures gives information about the evolution of strengthening curves. Indeed, the observation of dislocation structures at different levels of deformation (respectively 0.02, 0.05, 0.10, 0.15 and 0.20) for two different grain sizes (18 μm and 56 μm) showed :

1. *Dislocation tangles are representative of dislocation structures below the inflexion point,*
2. *Well-formed dislocation cell structures are representative of dislocation structures above the inflexion point.*

4. CONCLUSION

Nous avons montré dans ce chapitre qu'il est possible de faire varier la taille de grains en maintenant constants les autres paramètres microstructuraux (composition chimique et état de précipitation) ainsi que la texture. La variation du coefficient d'écroissage (de l'ordre de 0.050) est principalement imputable à un changement de la limite d'élasticité induit par la variation de la taille de grains que traduit la loi de Hall-Petch. Les faibles valeurs mesurées des coefficients de durcissement k_y de la loi de Hall-Petch sont dues à l'absence d'obstacles (atome en solution solide et précipités) au voisinage des joints de grains et dans les joints de grains et au fait que le matériau est fortement texturé ce qui favorise la continuité du glissement entre un grain et ses voisins.

Dans l'intervalle de taille de grains de 18 μm à 75 μm , l'effet de la variation de la taille de grains est observable en début de déformation plastique (jusqu'à environ $\varepsilon = 0.05$). Les mesures de densités de dislocations pour $\varepsilon < 0.05$ confirment cette assertion. Ensuite dès la formation des structures cellulaires de dislocations, la taille de grains n'influe plus sur le comportement en écroissage de l'acier Ti-IF ce qui est révélé par l'analyse des courbes d'écroissage $\theta(\varepsilon)$ et les mesures de l'évolution de la taille des cellules de dislocations d_c au delà de $\varepsilon = 0.10$.

English version :

This chapter showed that it is possible to change grain size while maintaining the other microstructural parameters constant (chemical composition, precipitation state, ...) and texture. The different measured values of the strain-hardening coefficient n_{10-20} is due to effects of grain size on the yield stress value. The very low values of the strengthening coefficient of the Hall-Petch relationship obtained in this study are correlated to the absence of obstacles (solid solution atoms and precipitates) in the vicinity of grain boundaries and/or in the grain boundaries. Moreover, this material is strongly textured involving that dislocation glide occurs with ease during tensile deformation.

Effects of grain size from 18 μm to 75 μm are effective in the beginning of plastic deformation up to a true strain of 0.05. Experimental dislocation density measurements carried out in this study support this assertion. Beyond a true strain of 0.05, well-defined dislocation cells form as it was explained in the previous chapter. Dislocation cell size measurements carried out in the specimens at different levels of deformation showed that dislocation cell size is independent of grain size beyond a true strain of 0.10.

Références bibliographiques du Chapitre IV

- ¹¹¹ D. K. Matlock, D. M. Bruce et J. G. Speer, "*Strengthening mechanisms and their applications in extremely low C steels*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 118-127.
- ¹²¹ J. J. Jonas, L. Kestens et O. Humphreys, "*Effect of processing on the texture of IF steels*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 393-402.
- ¹³¹ M. Z. Quadir et B. J. Duggan, "*Annealing of warm rolled IF steels: a study of the role of grain boundary*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 357-360.
- ¹⁴¹ B. Hutchinson et P. Bate, "*Mechanisms of texture development in deep-drawable steels*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 337-346.
- ¹⁵¹ A. Okamoto et N. Mizui, "*Texture formation in ultra-low carbon Ti-added cold-rolled sheet steels*", Metallurgy of vacuum-degassed steel products., p. 161-180 (1990).
- ¹⁶¹ H. Takechi, "*Recent progress in the technology for IF steels in Japan*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 63-71.
- ¹⁷¹ A. J. De Ardo, "*Role of solutes in IF steels*" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 240-248.
- ¹⁸¹ T. Gladman, *The physical metallurgy of microalloyed steels* (The institute of Materials, London, 1997).
- ¹⁹¹ W. B. Morrison, "*The effect of grain size on the stress-strain relationship in Low Carbon Steel*", Transactions of the ASM, Vol.59, p. 824-846 (1966).
- ¹¹⁰¹ A. W. Thompson, M. I. Baskes et W. F. Flanagan, "*The dependence of polycrystal work hardening on grain size*", Acta metall., Vol.21, p. 1017-1028 (1973).
- ¹¹¹¹ N. Hansen, Acta Met., Vol.25, p. 863 (1977).
- ¹¹²¹ R. A. Jago et N. Hansen, "*Grain size effects in the deformation of polycrystalline iron*", Acta metall., Vol.34 (9), p. 1711-1720 (1986).

Chapitre V

Relation microstructure - coefficient d'écrouissage

Table des matières du chapitre V

1. DECOMPOSITION DE LA LIMITE D'ELASTICITE.....	164
2. DETERMINATION DE LA CONTRAINTE EFFECTIVE	166
2.1. Résultats des essais de relaxation des contraintes.....	166
2.2. Calcul de la contrainte effective.....	168
2.2.1. Contrainte de Peierls	168
2.2.2. Contribution des atomes en solution solide	168
3. DETERMINATION DE LA CONTRAINTE INTERNE	170
3.1. Calcul de la contribution de la précipitation σ_{PCT} sur la limite d'élasticité	170
3.1.1. Applicabilité du modèle d'Ashby-Orowan pour les aciers Ti-IF	170
3.1.2. Détermination expérimentale des variables \bar{r} et f_v	171
3.1.2.1. Rayon moyen des précipités	171
3.1.2.2. Détermination de la fraction volumique des précipités	172
3.1.3. Résultats des calculs.....	174
3.1.3.1. Hypothèses de calculs	174
3.1.3.2. Résultats des calculs de σ_{PCT}	175
3.1.3.3. Vérification des conditions d'applicabilité du modèle d'Ashby-Orowan	178
3.1.3.4. Variation de σ_{PCT} avec l'analyse de l'état de précipitation	179
3.1.4. Synthèse	181
3.2. Calcul de la contribution des dislocations σ_D à la limite d'élasticité des aciers Ti-IF	182
3.2.1. Evaluation de σ_D à partir des mesures expérimentales de la densité de dislocations et de la contribution des joints de grains.....	182
3.2.2. Validation de la méthode de calcul pour σ_{PCT}	183
3.2.3. Effet des carbures de titane sur la limite d'élasticité et sur la valeur de n_{10-20}	183
3.2.4. Synthèse	185
4. RELATION EMPIRIQUE RELIANT N_{10-20} A LA MICROSTRUCTURE	186
4.1. Relation entre n_{10-20} et la limite d'élasticité	186
4.2. Signification physique des constantes A et B	188
4.2.1. Signification physique de la constante B	188
4.2.2. Signification physique de la constante A	189

4.3. Relation entre n_{10-20} et la microstructure	189
4.4. Synthèse.....	191
5. CONCLUSION	192
Références bibliographiques du Chapitre V.....	195

Rappelons que l'objectif de cette étude est de relier la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} à la microstructure de l'acier Ti-IF, c'est-à-dire écrire une relation du type :

$$n_{10-20} = f(\text{paramètres microstructuraux}) = f(f_v, \bar{r}, d, \rho, \dots) \quad (5.1)$$

Dans les deux chapitres précédents, l'influence de la limite d'élasticité sur la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} pour l'acier Ti-IF étudié a été clairement mise en évidence. En particulier, c'est la valeur de la limite d'élasticité (dans la gamme des états de précipitation et des tailles de grains obtenus par les différents traitements thermomécaniques appliqués à l'acier étudié) qui contrôle la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} puisque le comportement en écrouissage au delà de $\varepsilon = 0.10$ est quasi-indépendant de l'état de précipitation et de la taille de grains pour les échantillons étudiés. Par conséquent, la relation 5.1 peut se réécrire :

$$n_{10-20} = f(\text{limite d'élasticité}) = f(R_{p,0.2}) \quad (5.2)$$

La description de l'influence de la microstructure sur la limite d'élasticité fait partie des sujets récurrents dans l'industrie de l'acier qui s'efforce depuis de nombreuses années à donner une expression linéaire additive de la limite d'élasticité en fonction de chaque paramètre microstructural^[1-3].

Le but de ce chapitre est d'adapter l'expression linéaire de la limite d'élasticité à la microstructure de l'acier Ti-IF étudié mais aussi de s'appuyer sur tout le travail expérimental effectué pour calculer la valeur de la limite d'élasticité et la comparer à la valeur mesurée afin de valider pour les aciers sans interstitiels les modèles généralement utilisés pour les aciers ferritiques. Enfin, une relation empirique du coefficient d'écrouissage n_{10-20} en fonction des paramètres microstructuraux pour les aciers Ti-IF sera donnée et discutée.

1. DECOMPOSITION DE LA LIMITE D'ELASTICITE

La contrainte d'écoulement peut être divisée en la somme d'une composante thermique σ_{eff} appelée la contrainte effective et d'une composante athermique σ_i appelée la contrainte interne. La contrainte effective dépend des obstacles au mouvement des dislocations à courte distance (< 10 distances atomiques) parmi lesquels se trouvent la barrière de potentiel de Peierls et des obstacles matériels (atomes en solution solide et les défauts ponctuels). La contrainte interne dépend des obstacles à longue distance parmi lesquels se trouvent les gros obstacles (particules en dispersion, précipités et joints de grains) et les dislocations. Par conséquent, la contrainte d'écoulement est donnée par la relation 2.7 :

$$\sigma = \sigma_{eff}(T, \dot{\varepsilon}_p, \text{atomes en solution solide, } \dots) + \sigma_i(\rho, \text{taille de grains, particules, } \dots)$$

Pour de nombreux alliages métalliques dont les aciers ferritiques, la limite d'élasticité σ_y est donnée par la relation 1.23 :

$$\sigma_{R_{p0,2}} = \sigma_o + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F0,2}}$$

Où,

- σ_o est appelé "la contrainte de friction", c'est-à-dire la contrainte en dessous de laquelle les dislocations ne peuvent pas se mouvoir, qui ne doit pas être confondue avec la limite d'élasticité macroscopique,
- $\rho_{F0,2}$ est la densité de dislocations de la forêt à la limite d'élasticité $R_{p0,2}$.

La "contrainte de friction" décrit la contribution au durcissement des mécanismes de durcissement (solution solide, joints de grains, précipités, ...) autre que le durcissement par la forêt de dislocations. Les deux contributions thermique et athermique à la contrainte d'écoulement sont incluses dans la contrainte de friction. La limite d'élasticité $\sigma_{R_{p0,2}}$ en fonction des différentes contributions est donnée par la relation 1.24 du chapitre I § 3.1.2 :

$$\sigma_{R_{p0,2}} = \underbrace{\sigma_P + \sigma_{SA}}_{\substack{\text{Contrainte effective} \\ \text{(Composante thermique)}}} + \underbrace{\sigma_{PCT} + \sigma_{GB} + \sigma_{F0,2}}_{\substack{\text{Contrainte interne} \\ \text{(Composante athermique)}}$$

Où

- σ_P est la contrainte de Peierls,
- σ_{SA} est le durcissement par solution solide,
- σ_{PCT} est le durcissement dû aux précipités,
- σ_{GB} est le durcissement dû aux joints de grains,
- $\sigma_{F0,2}$ est le durcissement dû aux dislocations de la forêt.

Dans cette relation, chaque terme est additionné. Ceci est valable pour les aciers micro-alliés tant que chaque terme de la relation reste du même ordre de grandeur que les autres^[4]. Néanmoins, ces termes sont interdépendants. Par exemple, plus de petits précipités dans le matériau (donc une contribution σ_{PCT} plus élevée) et/ou des grains plus petits (donc une contribution σ_{GB} plus élevée), vont entraîner une élévation de la densité de dislocations donc du terme $\sigma_{F0,2}$. Nous allons, dans la suite, essayer d'évaluer de manière quantitative chacune des contributions de la relation 1.24. La contrainte effective et la contrainte interne seront mesurées expérimentalement à partir de l'essai de relaxation des contraintes. Ensuite chaque terme composant la contrainte effective et la contrainte interne sera évalué à l'aide de modèles empiriques développés ces dernières décennies.

2. DETERMINATION DE LA CONTRAINTE EFFECTIVE

L'essai de relaxation des contraintes ^[5-8] (voir chapitre II § 2.1.3) permet de mesurer la composante thermique et athermique de la contrainte d'écoulement et/ou de la limite d'élasticité. Des essais de relaxation des contraintes ont été effectués dans les mêmes conditions que les essais de traction pour les échantillons présentant des états de précipitation différents.

2.1. Résultats des essais de relaxation des contraintes

Le tableau 5.1 présente les résultats des mesures de relaxation des contraintes pour sept échantillons présentant des états de précipitation différents (voir propriétés mécaniques chapitre III tableau 3.2). La valeur de la contrainte effective mesurée est en moyenne de 33 (± 2) MPa à température ambiante et pour une vitesse de déformation de 2.10^{-3} s^{-1} , et cela quel que soit l'état de précipitation.

Par conséquent la contrainte d'écoulement peut s'écrire pour l'acier IF étudié :

$$\sigma = \underbrace{33 (\pm 2)}_{\text{Contrainte effective}} + \underbrace{\sigma_{PCT} + \sigma_{GB} + \sigma_F}_{\text{Contrainte interne}} \quad (\text{en MPa}) \quad (5.3)$$

Et par conséquent à la limite d'élasticité, la relation (5.3) devient :

$$\sigma_{R_{p0.2}} = 33 (\pm 2) + \sigma_{PCT} + \sigma_{GB} + \sigma_{F_{0.2}} \quad (\text{en MPa}) \quad (5.4)$$

Tableau 5. 1 - Contrainte effective et contrainte interne à la limite d'élasticité.

Table 5. 1 - Effective stress measurement and internal stress at the yield stress level.

Specimen	$\sigma_{\text{effective}}$ in MPa	σ_{internal} in MPa
S1C1A1	34	43
S1C1A2	29	73
S1C1A3	33	67
S1C1A4	34	81
S3C1A2	33	67
S3C1A3	33	82
S3C1A4	35	97
average (SD)	33 (± 2)	

Les résultats des mesures expérimentales des composantes thermique et athermique de la limite d'élasticité en fonction du coefficient d'écrouissage n_{10-20} pour les échantillons du tableau 5.1 sont reportés sur la figure 5.1. Plus la contrainte interne est faible, plus la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} est grande. Par conséquent, le changement de valeur du coefficient d'écrouissage induit par un effet de la microstructure dépend essentiellement du développement des contraintes internes à la limite d'élasticité qui sont principalement dues aux interactions précipités-dislocations, dislocations-dislocations et aux effets dislocations-joints de grains dans le cas présent.

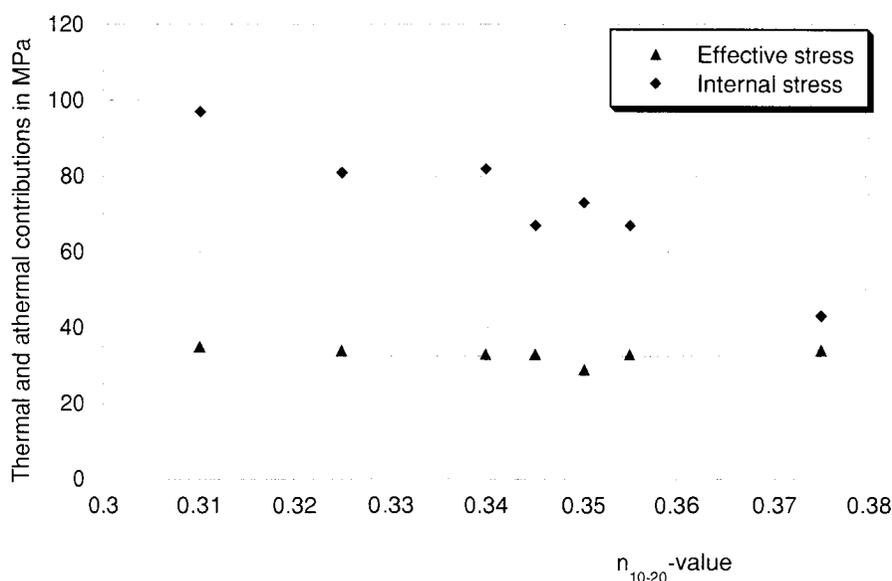


Figure 5.1 – Relation entre les composantes thermique et athermique de la limite d'élasticité et la valeur- n de l'acier Ti-IF.

Figure 5.1 - Relationship between both the athermal and thermal contributions of the yield stress and the n -value of a Ti-IF steel grade.

Compte tenu de ce qui vient d'être dit, n_{10-20} peut s'écrire pour l'acier Ti-IF étudié :

$$n_{10-20} = f(\text{contrainte interne}) = f(\sigma_{PCT} + \sigma_{GB} + \sigma_{F_{0.2}}) \quad (5.5)$$

Chacune des contributions apparaissant dans la relation 5.5 peut être calculée à partir de modèles empiriques applicables aux aciers ferritiques et développés afin de permettre aux métallurgistes de prédire les caractéristiques mécaniques des aciers en fonction de leur microstructure.

2.2. Calcul de la contrainte effective

Les deux contributions à la contrainte effective sont d'une part la contrainte de Peierls liée à la périodicité du réseau cristallin et le durcissement par les atomes en solution solide.

2.2.1. Contrainte de Peierls

Il y a encore des incertitudes sur la valeur de la contrainte de Peierls mais un traitement théorique de Friedel ^[1] a donné comme valeur pour cette contrainte dans le fer α 400 MPa à 0 K et autour de zéro à température ambiante. Cette dernière valeur sera retenue dans cette étude, par conséquent :

$$\sigma_{eff} \approx \sigma_{SA} \quad (5.6)$$

2.2.2. Contribution des atomes en solution solide

Le calcul de cette contribution est fait principalement à partir des deux relations communément utilisées pour les aciers bas carbone proposées par Pickering ^[9] et Grumbach ^[10] (voir chapitre I § 4.1).

Les deux formules sont modifiées pour prendre en compte la composition de l'acier Ti-IF donnée dans le tableau 2.1 et rendre compte de l'effet des traitements thermomécaniques sur la précipitation. En effet, un des buts du cycle thermomécanique est de stabiliser tout le carbone et l'azote contenu dans l'acier tout en gardant du titane en solution solide puisque cet élément est bénéfique pour les propriétés mécaniques (voir chapitre I § 2.3.1).

Les formules de Pickering (relation 1.26) et de Grumbach (relation 1.27) pour le calcul de la contribution des éléments en solution solide deviennent pour l'acier Ti-IF étudié :

$$\sigma_{SA} = 42 [\text{Mn}]^{0.54} + 750 [\text{P}] + 60 [\text{Si}] + 80 [\text{Ti}]$$

Et

$$\sigma_{SA} = 80 [\text{Mn}] + 500 [\text{P}] + 60 [\text{Si}] + \alpha' [\text{Ti}]^{0.5}$$

Remarque :

- [X] est la teneur massique en pourcentage de l'élément X en solution,
- α' est un coefficient qui varie entre 7 et 10.

La quantité de titane restant en solution solide dans la matrice de fer est déterminée par une méthode de filtration sélective des précipités suivie d'une mesure par ICP-MS (Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry) de la quantité de titane qui a précipité dans chaque type de précipités^[11]. La méthode développée au laboratoire de chimie du centre de recherche OCAS comporte plusieurs étapes :

1. Une dissolution anodique de la matrice,
2. Une nano filtration des résidus,
3. Une attaque chimique avec HNO₃,
4. Une mesure de la quantité de titane précipitée par ICP-MS.

Les valeurs mesurées par cette méthode de la quantité de titane présente dans la matrice après le cycle thermomécanique complet sont présentées dans le tableau 5.2 pour sept échantillons. La quantité initiale de titane étant de 700 ppm, environ 220 ppm de titane ont donc précipité au cours des cycles thermomécaniques.

Tableau 5. 2 – Quantité de titane en solution solide (en ppm).

Table 5. 2 – Quantity of titanium in solid solution (in ppm).

Specimens	Ti in solid solution in ppm
S1C1A1	556
S1C1A2	565
S1C1A3	446
S1C1A4	429
S3C1A2	567
S3C1A3	375
S3C1A4	443

A partir des données du tableau 5.2 et de la composition initiale du matériau (voir chapitre II §1.1), les valeurs de la contribution des atomes en solution solide à $\sigma_{Rp0.2}$ sont calculées à partir des formules 1.26 et 1.27. Les résultats de ces calculs sont indiqués dans le tableau 5.3. Les valeurs calculées à partir de la formule de Pickering sont plus proches de la valeur mesurée de la contrainte effective que la valeur calculée à partir de la formule de Grumbach. Mais dans les deux cas, la valeur calculée à partir des formules empiriques sous-estime la valeur réelle mesurée à partir de l'essai de relaxation. Ce résultat montre qu'il faut être prudent lors de l'utilisation des formules empiriques mais qu'elles permettent de donner un ordre de grandeur de la contribution des éléments en solution solide. De plus, il est possible que la valeur de la contrainte de Peierls soit de quelques MPa permettant de combler l'écart entre la valeur mesurée et la valeur calculée de la contrainte effective.

Tableau 5.3 - Contrainte effective calculée et mesurée dans l'acier Ti-IF étudié.

Table 5.3 - Measured and calculated effective stress in the investigated Ti-IF steel.

Formula	Calculated effective stress in MPa	Measured effective stress in MPa
Pickering	[23, 28]	33 (± 2)
Grumbach	≈ 17*	

Calculated with $\alpha' = 10$

3. DETERMINATION DE LA CONTRAINTE INTERNE

3.1. Calcul de la contribution de la précipitation σ_{PCT} sur la limite d'élasticité

La précipitation est un des modes de durcissement microstructural le plus utilisé dans la métallurgie des aciers micro-alliés. Ce mode de durcissement est principalement dû aux interactions entre les précipités et les dislocations.

3.1.1. Applicabilité du modèle d'Ashby-Orowan pour les aciers Ti-IF

Le calcul de la contribution des précipités à la limite d'élasticité se fait à partir de la relation modifiée d'Ashby-Orowan présentée dans le chapitre I § 4.2. L'interaction entre les précipités et les lignes de dislocations est facilement observable par Microscopie Electronique en Transmission comme le montrent les micrographies de la figure 5.2. Les précipités constituent des obstacles au mouvement des lignes de dislocations dans l'échantillon S1C1A3 déformé à $\varepsilon = 0.02$.

Le modèle d'Ashby-Orowan, qui exprime la contribution des précipités à la limite d'élasticité (formule 1.35), s'applique pour les aciers microalliés tant que la distance moyenne L qui sépare les précipités reste supérieure à la distance moyenne \bar{l} (de l'ordre de $1/\sqrt{\rho}$) qui sépare les dislocations. En effet, tant que les précipités sont espacés d'une distance $L > \bar{l}$ alors ils sont contournés selon le mécanisme d'Orowan^[4] et la formule modifiée d'Ashby-Orowan peut être utilisée :

$$\sigma_{PCT} = \left(0.538Gb \frac{f_V^{1/2}}{2\bar{r}} \right) \ln \left(\frac{\bar{r}}{b} \right)$$

Où

- G est le module de Young (en MPa),
- b est la norme du vecteur de burgers (en mm),
- \bar{r} est le rayon moyen des précipités (en mm),
- f_V est la fraction volumique des précipités,

La distance moyenne entre les précipités dans le plan de glissement étant donnée par la

$$\text{relation 1.36 : } L = \left(\frac{2\pi}{3} \right)^{1/2} \frac{\bar{r}}{\sqrt{f_v}}$$

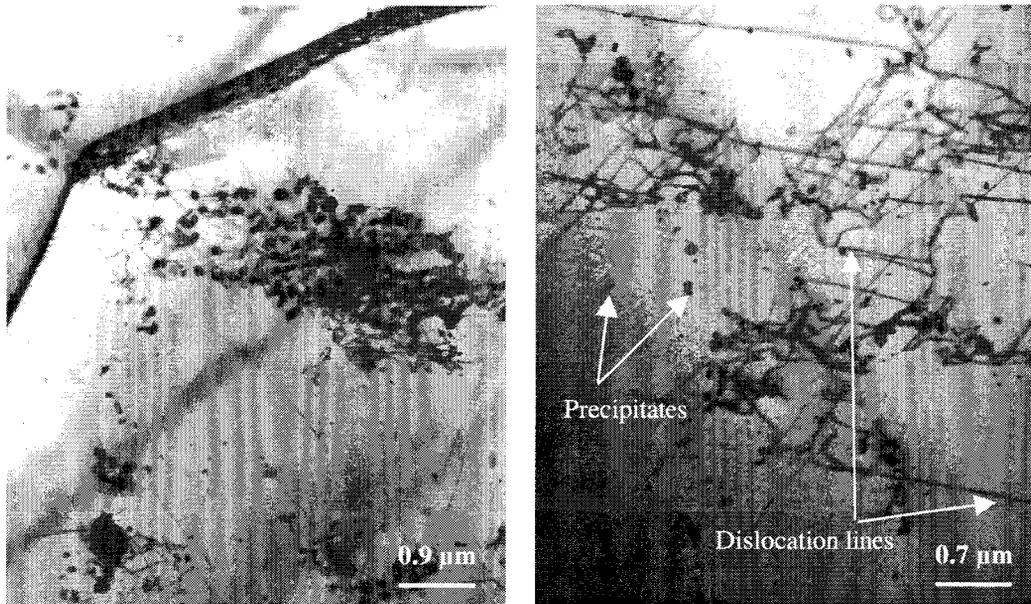


Figure 5.2 – Exemples d'interactions entre des précipités et des dislocations (échantillon SIC1A3 déformé à $\varepsilon = 0.02$).

Figure 5.2 – Examples of dislocation-precipitate interactions (sample SIC1A3 strained at $\varepsilon = 0.02$).

3.1.2. Détermination expérimentale des variables \bar{r} et f_v

La formule empirique d'Ashby-Orowan (relation 1.35) dépend de deux variables : le rayon moyen des précipités \bar{r} et la fraction volumique des précipités f_v . Ces deux variables qui caractérisent l'état de précipitation de l'échantillon sont déterminées expérimentalement.

3.1.2.1. Rayon moyen des précipités

Le rayon moyen des précipités est mesuré à partir de l'analyse par MET-EDS d'un échantillonnage de cent soixante précipités pour chaque échantillon (voir chapitre III). Les résultats pour les huit échantillons analysés sont résumés dans le tableau 5.4 où nous avons reporté le rayon moyen mesuré expérimentalement pour l'ensemble des précipités indépendamment du type de précipités (première colonne) et pour chaque type de précipités présents dans les échantillons (les trois colonnes de droite). Ce sont ces valeurs qui seront

reportées dans la formule modifiée d'Ashby-Orowan pour calculer la contribution de la précipitation σ_{PCT} .

Tableau 5. 4 - Rayon moyen des précipités pour les 8 échantillons sélectionnés.

Table 5. 4 - Mean precipitate radius for the eight selected specimens.

Specimen	\bar{r} of TiX in nm	\bar{r} of Ti ₄ C ₂ S ₂ in nm	\bar{r} of TiFeP in nm	\bar{r} of TiC in nm
S1C1A1	65	76	41	/
S1C1A2	75	79	60	/
S1C1A3	47	74	37	7
S1C1A4	44	89	31	14
S1C2A4	35	99	34	9
S3C1A1	34	45	33	10
S3C1A3	31	33	40	15
S3C1A4	26	23	37	11

3.1.2.2. Détermination de la fraction volumique des précipités

La détermination de la fraction volumique des précipités dans les échantillons est faite à partir de la mesure par ICP-MS de la quantité de titane précipité. Cette méthode expérimentale permet d'obtenir la quantité de titane (en ppm) précipité pour former des carbosulfures de titane Ti₄C₂S₂, des phosphures de fer TiFeP et des carbures de titane TiC. Malheureusement, cette méthode ne permet pas à ce jour de différencier la quantité individuelle de titane qui a précipité dans chacun des trois types de précipités. La répartition de la quantité de titane qui a précipité dans chacun des types de précipités est faite en utilisant les résultats de l'analyse par MET-EDS de l'état de précipitation afin d'approcher la valeur de la fraction volumique pour chaque type de précipités.

Les valeurs reportées dans le tableau 5.5 correspondent aux résultats de la mesure par ICP-MS de la quantité de titane qui a précipité dans chacun des échantillons.

Tableau 5. 5 - Quantité de titane précipité dans $Ti_4C_2S_2$, TiFeP et TiC (en ppm).

Table 5. 5– Quantity of titanium precipitated in $Ti_4C_2S_2$, TiFeP and TiC (in ppm).

Specimen	Ti precipitated in ppm
S1C1A1	144
S1C1A2	135
S1C1A3	254
S1C1A4	271
S1C2A4	322
S3C1A1	133
S3C1A3	325
S3C1A4	257

La fraction volumique des précipités est égale au rapport du volume occupé par les précipités sur le volume occupé par la matrice, soit :

$$f_v = \frac{V_{TiX}}{V_{matrix}} = \frac{\frac{m_{TiX}}{\rho_{TiX}}}{\frac{m_{matrix}}{\rho_{matrix}}} \quad (5.8)$$

Pour les aciers ultra bas carbone, la matrice peut être considérée comme étant du fer pur étant donné le très faible volume occupé par les précipités comparé au volume total de la matrice. Finalement, la fraction volumique des précipités est donnée par :

$$f_{v_{TiX_j}} = \frac{(\text{precipitated } TiX_j \text{ in ppm}) \cdot 10^{-6} \times \rho_{Fe}}{\rho_{TiX_j}} \quad (5.9)$$

Où

- ρ_{TiX_j} est la masse volumique du précipité de type TiX_j ,
- ρ_{Fe} est la masse volumique du fer, soit 7.87 g.cm^{-3} .

3.1.3. Résultats des calculs

3.1.3.1. Hypothèses de calculs

La contribution de la précipitation à la limite d'élasticité est calculée en appliquant la formule d'Ashby-Orowan (formule 1.35) et en ne tenant compte que de l'effet des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$, des carbures de titane TiC et des phosphures de fer TiFeP. Les nitrures et les sulfures de titane (TiS et TiN) ne sont pas pris en compte dans le calcul car ils sont trop peu nombreux dans la matrice (moins de 4%) et très gros (plus de cent nanomètres). Par conséquent leur effet peut être considéré comme étant négligeable comparé à celui des autres types de précipités^{13, 121}.

La contribution de la précipitation σ_{PCT} est calculée de deux façons différentes :

1. En tenant compte de l'influence globale des précipités indépendamment du type de précipités. L'état de précipitation de l'échantillon est caractérisé simplement par une fraction volumique des précipités de type TiX et par son rayon moyen \bar{r} (première colonne du tableau 5.4). La densité du précipité TiX est la densité moyenne des trois types de précipités *i.e.* $\rho_{TiX} = 4.35 \text{ g.cm}^{-3}$ (les densités sont données dans le tableau 5.6). Cette contribution de la précipitation est notée σ_{PCT}^1 ,
2. En tenant compte de l'influence de chaque type de précipités TiX_j. La fraction volumique pour chaque type de précipités est calculée en tenant compte du poids relatif de chaque type de précipités. Cette contribution de la précipitation est notée σ_{PCT}^2 .

Tableau 5. 6 – Masse volumique des principaux type de précipités.

Table 5. 6 - Density of the main types of precipitates.

Precipitate	Structure	Lattice parameters in Å	Density in g.cm ⁻³
Ti ₄ C ₂ S ₂ ^[13]	Hexagonal close packed	a = 3.21 c = 11.20	4.65
TiFeP ^[14]	Hexagonal close packed	a = 5.87 c = 3.46	3.47
TiC ^[14]	Face centered cubic	a = 4.32	4.94

3.1.3.2. Résultats des calculs de σ_{PCT}

Les résultats du calcul de σ_{PCT}^1 et σ_{PCT}^2 pour les huit échantillons analysés sont présentés dans le tableau 5.7. La contribution calculée de la précipitation σ_{PCT}^1 varie dans l'intervalle [7.5 MPa, 21.0 MPa] et la contribution calculée de la précipitation σ_{PCT}^2 varie dans l'intervalle [9.4 MPa, 35.0 MPa]. Globalement, l'augmentation de la contribution de la précipitation à la limite d'élasticité est due d'une part à l'augmentation de la fraction volumique des petits précipités (en particulier TiC) et à une diminution du rayon moyen des précipités avec la température de réchauffement de la brame SRT (voir tableau pour le calcul de σ_{PCT}^1 dans l'annexe 6) comme le décrit le modèle de Ashby-Orowan.

Tableau 5. 7 - Résultats des calculs de la contribution de la précipitation pour les 8 échantillons.

Table 5. 7 - Results of the calculation of the precipitation contribution for the eight specimens.

Specimen	$R_{P0.2}$ in MPa	σ_{PCT}^1 in MPa	σ_{PCT}^2 in MPa
S1C1A1	77	7.5	11.4
S1C1A2	102	6.5	9.4
S1C1A3	100	13.0	22.5
S1C1A4	115	14.2	25.1
S1C2A4	133	18.6	32.4
S3C1A1	89	12.2	22.4
S3C1A3	115	20.6	33.7
S3C1A4	132	21.0	35.1

Le calcul de la contribution de la précipitation σ_{PCT}^2 à la limite d'élasticité permet d'obtenir un renseignement supplémentaire sur la contribution individuelle de chaque type de précipités comme cela est détaillé dans les tableaux de l'annexe 6. Les principaux résultats de ces tableaux montrent que :

- La fraction volumique des carbosulfures de titane est de l'ordre de $1.8 \cdot 10^{-4}$ pour tous les échantillons préparés avec une SRT de 1050°C,
- La fraction volumique des carbosulfures de titane diminue et celle des carbures de titane augmente avec une augmentation de SRT,
- C'est un effet de taille des carbures de titane TiC qui contribue principalement à σ_{PCT}^2 .

La contribution de chaque type de précipités est reportée sur la figure 5.3. Il apparaît que :

- Pour une SRT de 1050°C et de 1250°C, la contribution des carbosulfures de titane est du même ordre que celle des phosphures de fer pour un recuit continu (A1 et A2). Une augmentation de SRT entraîne en plus la présence de fins carbures de titane TiC qui contribue en plus à σ_{PCT}^2 ,
- Pour une SRT de 1050°C et de 1250°C, la contribution des carbosulfures de titane est du même ordre que celle des phosphures de fer pour un recuit sous cloche (A3 et A4) et elle est environ deux fois supérieures à celle d'un recuit continu. La contribution des fins carbures de titane TiC est plus importante pour une SRT de 1250°C.

La comparaison de ces résultats à la valeur de la limite d'élasticité des échantillons (tableau 5.7) montre la forte contribution à la limite d'élasticité des petits carbures de titane TiC (d'une taille moyenne de 10 nm) malgré de très faibles fractions volumiques, inférieures à 10^{-4} (voir les tableaux de l'annexe 6). Les échantillons présentant la valeur de σ_{PCT}^2 la plus élevée sont aussi les échantillons où la proportion des carbures de titane TiC est la plus élevée entraînant une limite d'élasticité plus élevée. La contribution des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ à σ_{PCT}^2 est équivalente dans tous les échantillons et celle des phosphures de fer TiFeP est non négligeable (effet de nombre). Ces derniers sont en effet les plus nombreux et leur fraction volumique peut atteindre $5.9.10^{-4}$ (voir annexe 6).

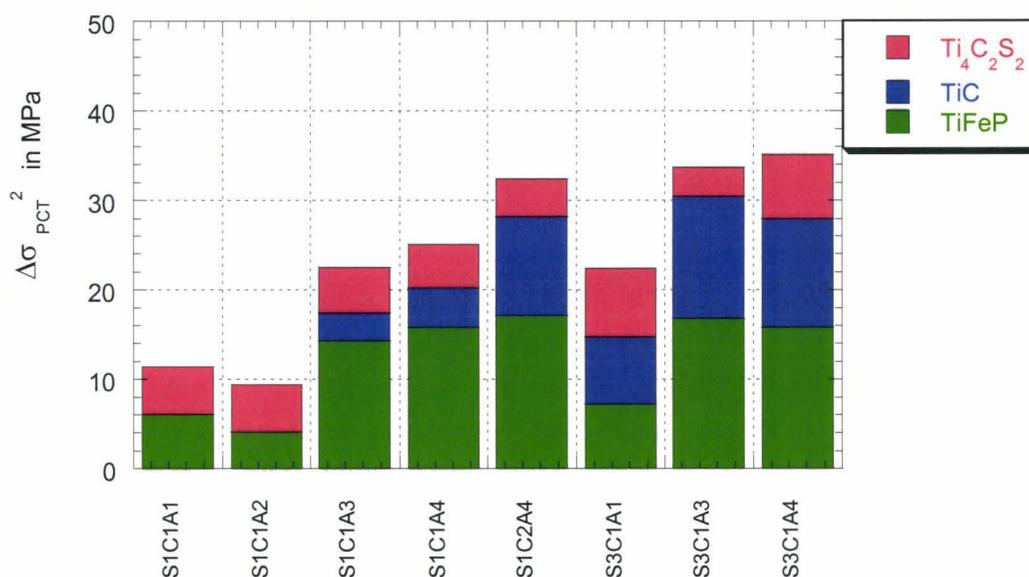


Figure 5.3 – Influence de chaque type de précipités sur la contribution σ_{PCT}^2 .

Figure 5.3 - Influence of each type of precipitates on σ_{PCT}^2 contribution.

En reportant la valeur de la limite d'élasticité en fonction de la contribution de la précipitation (figure 5.4), la limite d'élasticité apparaît être une fonction quasi-linéaire de la contribution de la précipitation. Pour une variation de la limite d'élasticité comprise dans l'intervalle [77 MPa, 133 MPa], la variation de la contribution de la précipitation est comprise dans les intervalles [7.5 MPa, 21 MPa] et [9.4 MPa, 35.1 MPa] pour σ_{PCT}^1 et σ_{PCT}^2 . Par conséquent, l'état de précipitation détermine en partie la valeur de la limite d'élasticité de l'acier Ti-IF étudié.

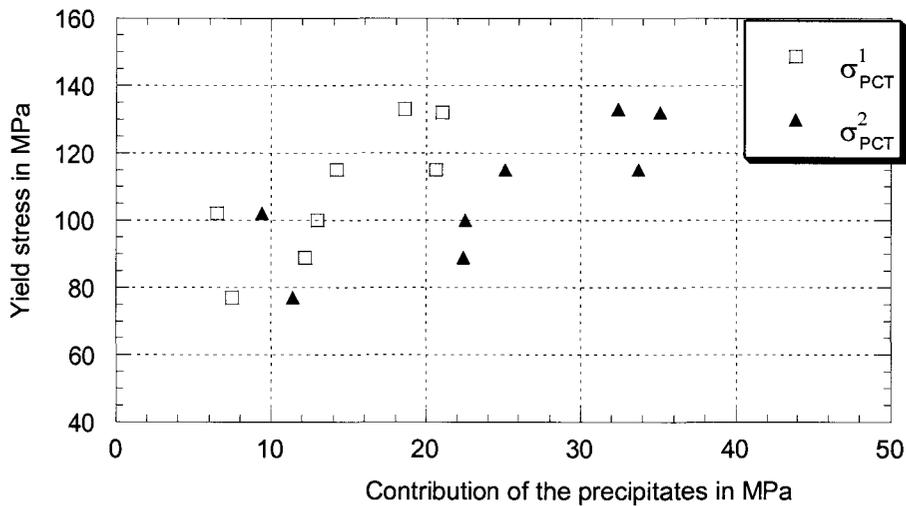


Figure 5.4 – Limite d'élasticité en fonction des contributions de la précipitation.

Figure 5.4 – Yield stress versus precipitation contributions.

Sur la figure 5.5, l'évolution de la limite d'élasticité est reportée pour les huit échantillons étudiés en fonction de la somme de la contribution des joints de grains et des dislocations obtenue à partir de la relation 5.4, en retranchant à la valeur expérimentale de la limite d'élasticité pour chaque échantillon, la valeur de la contrainte effective (tableau 5.1) et la valeur de la contribution des précipités (tableau 5.7). La taille de grains étant constante pour les huit échantillons, l'influence de l'état de précipitation sur la densité de dislocations à la limite d'élasticité apparaît clairement sur cette figure.

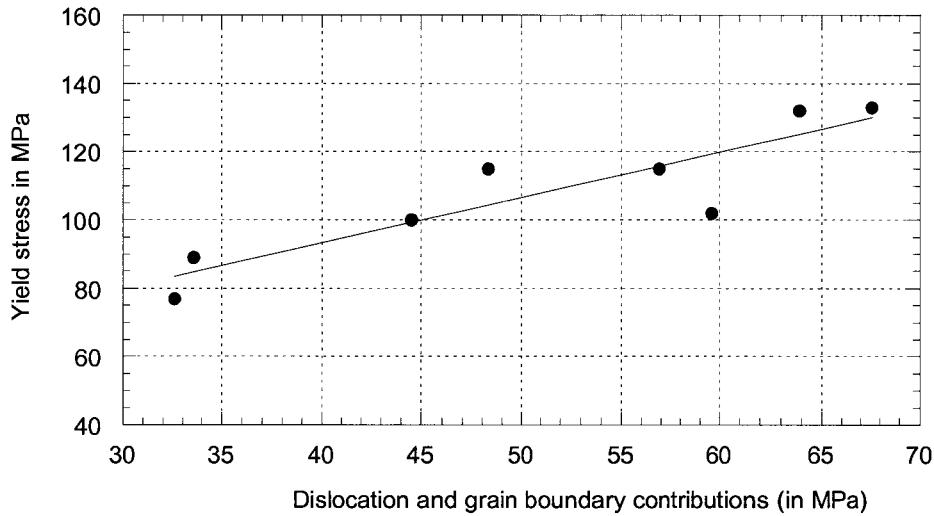


Figure 5.5 – Limite d'élasticité en fonction de $(\sigma_{GB} + \sigma_D)$.

Figure 5.5 – Yield stress versus $(\sigma_{GB} + \sigma_D)$.

3.1.3.3. Vérification des conditions d'applicabilité du modèle d'Ashby-Orowan

Les valeurs calculées de la distance moyenne L entre les précipités à partir de la contribution de la précipitation σ_{PCT}^1 (première colonne) et pour chaque type de précipités pour la contribution de la précipitation σ_{PCT}^2 (dans les trois colonnes de droite) sont présentées dans le tableau 5.8. La distance moyenne L varie de 1.6 μm à 6.4 μm pour σ_{PCT}^1 et de 2.2 μm à 11.5 μm pour σ_{PCT}^2 . Ce résultat valide l'utilisation du modèle d'Ashby-Orowan qui requiert une distance moyenne L entre les précipités supérieure à la distance moyenne \bar{l} entre les dislocations. Or, la densité moyenne de dislocations avant déformation étant de l'ordre de $4 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ pour tous les échantillons (voir chapitre 3 § 3.1.2.1), la distance moyenne calculée entre les dislocations $\bar{l} (\approx 1/\sqrt{\rho})$ est de l'ordre de 0.5 μm , inférieure à la distance séparant les précipités L calculée. Par conséquent, le modèle d'Ashby-Orowan peut s'appliquer aux aciers Ti-IF.

Tableau 5. 8 - Distance moyenne entre les particules L pour chaque contribution σ_{PCT} .
Table 5. 8 - Mean particle spacing L for each σ_{PCT} .

Specimen	L for σ_{PCT}^1 in μm	L_{TiC} for σ_{PCT}^2 in μm	$L_{Ti_4C_2S_2}$ for σ_{PCT}^2 in μm	L_{TiFeP} for σ_{PCT}^2 in μm
S1C1A1	5.4	/	8.1	6.5
S1C1A2	6.4	/	8.5	10.6
S1C1A3	2.9	8.5	8.8	2.5
S1C1A4	2.7	7.1	9.3	2.4
S1C2A4	1.9	2.5	11.2	2.2
S3C1A1	2.9	3.8	5.3	5.3
S3C1A3	1.7	2.3	11.5	2.4
S3C1A4	1.6	2.4	5.0	2.5

3.1.3.4. Variation de σ_{PCT} avec l'analyse de l'état de précipitation

L'état de précipitation d'un échantillon est défini à partir de l'analyse d'environ cent soixante précipités comme exposé dans le chapitre II § 3.2.1. Les résultats de l'étude de la répétitivité de la caractérisation de l'état de précipitation présentés dans le chapitre II § 3.2.2 peuvent être utilisés pour mesurer l'influence des variations de distributions de précipités induite par la méthode expérimentale utilisée pour analyser un échantillonnage sur la valeur calculée de la contribution σ_{PCT} . Le but étant de quantifier l'effet sur la valeur de σ_{PCT} de l'erreur commise sur la caractérisation de l'état de précipitation et de déterminer un intervalle de confiance pour la valeur de σ_{PCT} . Le tableau 5.9 reprend les résultats de l'analyse de l'état de précipitation faite dans le chapitre II § 3.2.2 et la figure 5.6 illustre les résultats de l'analyse de la distribution des précipités pour un même échantillon (S3C1A4) analysé par deux opérateurs différents. La figure 5.6 montre que la distribution de la population de précipités présente des différences entre les deux opérateurs variant entre 7% et 15%.

Tableau 5. 9 – Résultats de la mesure du rayon moyen (en nm) des précipités pour l'échantillon S3C1A4 obtenus par deux opérateurs différents.
Table 5. 9 – Results of the mean radius measurement (in nm) of precipitates for specimen S3C1A4 obtained by two different operators.

	TiC	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	Total of analysed precipitates
Operator 1	12	24	37	160
Operator 2	13	52	39	160

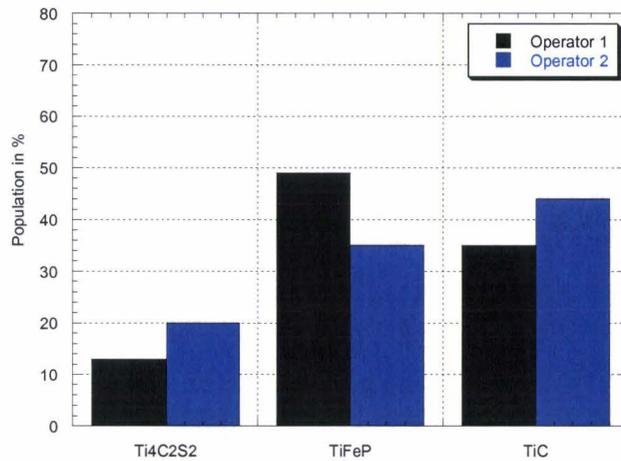


Figure 5.6 – Distribution de la population des précipités pour deux répliques différentes de l'échantillon S3C1A4.

Figure 5.6 – Distribution of the precipitate population for two different replicas of specimen S3C1A4.

Le tableau 5.10 présente les résultats du calcul de σ_{PCT} pour l'échantillon S3C1A4 à partir des mesures du tableau 5.9. Les valeurs de σ_{PCT} sont du même ordre de grandeur avec des différences de l'ordre de 10%. Par conséquent, une erreur relative de l'ordre de 10 % sur la valeur calculée de la contribution de la précipitation σ_{PCT} à la limite d'élasticité est imputable aux erreurs commises sur la caractérisation expérimentale de l'état de précipitation des échantillons.

Tableau 5. 10 - Résultats des calculs de la contribution de la précipitation pour deux analyses de l'échantillon S3C1A4.

Table 5. 10 - Results of the calculation of the precipitation contribution for two analyses of the specimen S3C1A4.

	σ_{PCT}^1 in MPa	σ_{PCT}^2 in MPa
Operator 1	21	35
Operator 2	19	31
Average value	20 (± 1)	33 (± 2)

3.1.4. Synthèse

Dans cette partie, le modèle empirique de Ashby-Orowan décrit par la relation 1.35 a été appliqué pour estimer la valeur de la contribution de l'état de précipitation à la limite d'élasticité à partir de deux variables : le rayon moyen des précipités présents dans le matériau et leur fraction volumique. Ces deux variables ont été mesurées en couplant la caractérisation de l'état de précipitation par MET-EDS et la mesure par ICP-MS de la quantité de titane précipité pour former des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$, des carbures de titane TiC et des phosphures de fer TiFeP.

Le calcul de la contribution de l'état de précipitation à la limite d'élasticité a été effectué de deux façons différentes, en considérant :

- L'influence globale des précipités en moyennant les différents rayons des précipités,
- L'influence individuelle des trois types de précipités.

Les résultats obtenus pour des échantillons dont la limite d'élasticité varie entre 77 MPa et 133 MPa sont les suivants :

- Avec la première hypothèse, la contribution σ_{PCT}^1 varie entre 6.5 MPa et 21.0 MPa,
- Avec la seconde hypothèse, la contribution σ_{PCT}^2 varie entre 9.4 MPa et 35.1 MPa.

La distance moyenne entre les dislocations \bar{l} avant déformation étant de l'ordre de 0.5 μm , inférieure à la distance moyenne L entre précipités dans le plan de glissement calculée (de 1.6 μm à 6.4 μm), le modèle d'Ashby-Orowan peut être appliqué aux aciers Ti-IF. L'erreur sur la valeur de σ_{PCT} provoquée par les incertitudes de la caractérisation de l'état de précipitation des échantillons est de l'ordre de 10 %.

English version :

In this part, the empirical model of Ashby-Orowan given by formula 1.35 was used to calculate the precipitation contribution to yield stress. This relationship depends on two experimentally measured parameters : the mean radius of precipitates and the volume fraction. These two parameters were measured by coupling the TEM-EDS characterisation of precipitates and the measurement by ICP-MS of the precipitated amount of titanium in titanium carbosulfides $Ti_4C_2S_2$, titanium carbides TiC and titanium-iron phosphorus.

Two ways for calculating the precipitation contribution σ_{PCT} were used :

- σ_{PCT}^1 considering the global effect of precipitates,
- σ_{PCT}^2 considering the individual effect of each type of precipitates.

The results of the calculation for a yield stress value within 77 MPa and 133 MPa are :

- σ_{PCT}^1 is varying within 6.5 MPa and 21.0 MPa,
- σ_{PCT}^2 is varying within 9.4 MPa and 35.1 MPa.

The calculated mean particle spacing L in the slip plane (see table 5.8) is lower than the mean dislocation distance l . Therefore, formula 1.35 can be used to calculate the precipitation contribution for the studied Ti-IF steel grade. The reliability about the precipitation contribution calculation was found of the order of 10%.

3.2. Calcul de la contribution des dislocations σ_D à la limite d'élasticité des aciers Ti-IF

3.2.1. Evaluation de σ_D à partir des mesures expérimentales de la densité de dislocations et de la contribution des joints de grains

Les mesures de densités de dislocations effectuées pour différentes valeurs de la déformation (voir chapitre III § 3.1.2.1, tableau 3.8 et figure 3.20) pour les huit échantillons présentant la même taille de grains (28 μm) permettent par extrapolation d'obtenir une densité moyenne de dislocations à la limite d'élasticité de l'ordre de $5.8 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$. En tenant compte de l'écart type et de l'erreur commise sur la mesure de la densité de dislocations par la méthode de Ham (de l'ordre de 30 %), une estimation de la densité totale de dislocations à la limite d'élasticité $\rho_{0,2}$ conduit à un intervalle [$4.1 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$, $7.5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$].

Seule une fraction $\rho_{F_{0,2}}$ de cette densité contribue au durcissement par la forêt à la limite d'élasticité.

La mesure et l'estimation des différents termes de l'équation 5.4 permettent alors d'écrire :

$$\sigma_{F_{0,2}} = \sigma_{Rp_{0,2}} - 33 - \sigma_{PCT} - \sigma_{GB} \quad (\text{en MPa}) \quad (5.10)$$

Avec :

- $\sigma_{Rp_{0,2}} \in [77 \text{ MPa}, 133 \text{ MPa}]$,
- $\sigma_{PCT} \in [6.5 \text{ MPa}, 35.1 \text{ MPa}]$,
- $\sigma_{GB} \in [35 \text{ MPa}, 39 \text{ MPa}]$,

Ce qui conduit à une estimation de $\sigma_{F_{0,2}}$ comprise entre 3 MPa et 26 MPa. De telles valeurs correspondent à une densité de dislocations de la forêt à la limite d'élasticité comprise entre $2.5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ et $1.9 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ d'après la relation :

$$\sigma_{F_{0,2}} = \alpha M G b \sqrt{\rho_{F_{0,2}}} \quad (5.11)$$

3.2.2. Validation de la méthode de calcul pour σ_{PCT}

Les différentes mesures expérimentales effectuées pour mesurer l'effet de l'état de précipitation sur la densité de dislocations à la limite d'élasticité peuvent être utilisées pour valider la méthode de calcul de la contribution de la précipitation σ_{PCT} . En effet, la limite d'élasticité est donnée par la relation 5.4 :

$$\sigma_{R_{p0.2}} = 33 + \sigma_{PCT} + \sigma_{GB} + \sigma_{F_{0.2}} \quad (\text{en MPa})$$

Si la variation de chaque terme due à un changement de l'état de précipitation pour la population d'échantillons analysée veut être déterminée, la relation précédente devient :

$$\Delta\sigma_{R_{p0.2}} = \Delta\sigma_{PCT} + \Delta\sigma_{GB} + \Delta\sigma_{F_{0.2}} \quad (5.12)$$

Or, la taille de grains est constante pour les huit échantillons considérés donc $\Delta\sigma_{GB} = 0$ et la relation 5.12 devient :

$$\Delta\sigma_{F_{0.2}} = \Delta\sigma_{R_{p0.2}} - \Delta\sigma_{PCT} \quad (5.13)$$

$\Delta\sigma_{R_{p0.2}} = 56$ MPa (voir tableau 5.7) et $\Delta\sigma_{PCT} = 14$ MPa pour σ_{PCT}^1 et 26 MPa pour σ_{PCT}^2 (voir tableau 5.7), par conséquent $\Delta\sigma_{F_{0.2}}$ est estimée. Ce qui donne :

$$\text{et } \left. \begin{array}{l} \Delta\sigma_{F_{0.2}} = 42 \text{ MPa pour } \sigma_{PCT}^1 \\ \Delta\sigma_{F_{0.2}} = 30 \text{ MPa pour } \sigma_{PCT}^2 \end{array} \right\} \quad (5.14)$$

Or, la contribution des dislocations de la forêt à la limite d'élasticité varie dans l'intervalle [3 MPa, 26 MPa], soit $\Delta\sigma_{F_{0.2}}$ de l'ordre de 23 MPa. Par conséquent, en comparant cette valeur aux deux valeurs de la relation 5.14, il apparaît que le calcul de la contribution de la précipitation à la limite d'élasticité donne de meilleurs résultats lorsque l'influence de chaque type de précipités est prise en compte dans le calcul de σ_{PCT} à partir de la relation de Ashby-Orowan.

3.2.3. Effet des carbures de titane sur la limite d'élasticité et sur la valeur de n_{10-20}

A partir de la relation 5.4 et des calculs de la contribution de la précipitation σ_{PCT}^2 ainsi que de la contribution des dislocations de la forêt $\sigma_{F_{0.2}}$, l'effet des carbures de titane TiC sur la limite d'élasticité peut être déduit. En reportant sur un même graphe les deux

contributions, dues aux précipités et aux dislocations de la forêt, l'effet des petits carbures de titane sur la limite d'élasticité apparaît clairement comme le montre le graphe de la figure 5.7.

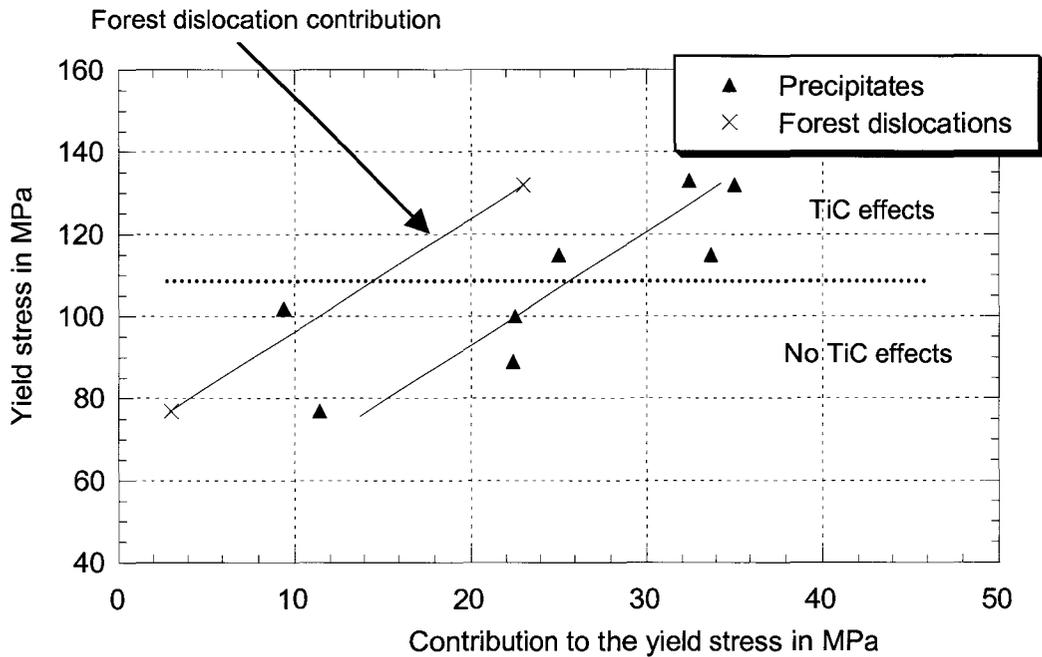


Figure 5.7 – Limite d'élasticité en fonction de la contribution de la précipitation σ_{PCT}^2 et de la contribution des dislocations de la forêt.

Figure 5.7 – Yield stress versus both the precipitation contribution σ_{PCT}^2 and the forest dislocation contribution.

Les échantillons se trouvant au dessus de la ligne en pointillé du graphe de la figure 5.7 présentant de nombreux TiC. Plus les précipités sont petits (comme c'est le cas pour les carbures de titane), plus ils sont efficaces pour entraver le mouvement des dislocations en cours de déformation. Par conséquent, les dislocations se multiplient pour répondre à la contrainte imposée lors de la déformation et elles sont d'autant plus nombreuses que la fraction volumique de TiC est grande (voir annexe 6). L'effet sur la limite d'élasticité induit par la présence des carbures de titane TiC (contribution des carbures + dislocations de la forêt) est estimé dans l'intervalle [23 MPa, 37 MPa] pour les échantillons analysés.

La présence des carbures de titane dans les échantillons entraîne une décroissance de la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} . A partir des mesures du coefficient d'érouissage n_{10-20} (tableau 3.2 du chapitre III) des huit échantillons et de l'analyse précédente, il est possible d'évaluer l'ordre de grandeur de la variation de n_{10-20} imputable à la présence des carbures de titane TiC dans les échantillons. La diminution de la valeur du coefficient d'érouissage n_{10-20} est estimée à 0.030 lorsque les échantillons contiennent des carbures de titane (préparés avec une SRT de 1250°C).

3.2.4. Synthèse

Nous avons montré à partir de la mesure de l'évolution de la densité de dislocations pour les huit échantillons présentant des états de précipitation différents mais de même taille de grains et des résultats de l'étude de l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques de l'acier Ti-IF étudié que :

- La contrainte à la limite d'élasticité due aux dislocations présentes dans le matériau (issues de l'effet des joints de grains et de la forêt) est comprise dans l'intervalle [39 MPa, 59 MPa],
- La contrainte due aux dislocations de la forêt $\sigma_{F_{0.2}}$ est comprise dans l'intervalle [3 MPa, 26 MPa],
- Il faut tenir compte de chaque type de précipités dans le calcul de la contribution de la précipitation à la limite d'élasticité σ_{PCT} ,
- La contribution cumulée des carbures de titane à la limite d'élasticité est estimée dans l'intervalle [23 MPa, 37 MPa] pour les échantillons analysés. Une diminution de 0.030 de la valeur de n_{10-20} est mesurée pour les échantillons contenant des carbures de titane.

English version :

The analysis of the results of dislocation density measurements, in eight specimens presenting the same grain size and different precipitation states as well as in specimens presenting different grain sizes and the same precipitation states, showed that:

- *The dislocation contribution (due to effects of grain size and dislocation forest) to the yield stress value is ranging within [39 MPa, 59 MPa],*
- *The contribution of dislocation forest $\sigma_{F_{0.2}}$ is ranging within [3 MPa, 26 MPa],*
- *Each type of precipitate has to be taken into account in the calculation of σ_{PCT} .*
- *The additive effects (precipitation hardening and dislocation density) were measured within the range [23 MPa, 37 MPa] for the analysed specimens. Their involve a decrease in 0.030 of the n_{10-20} value for specimens containing fine titanium carbides.*

4. RELATION EMPIRIQUE RELIANT n_{10-20} A LA MICROSTRUCTURE

Cette partie a pour but de présenter une relation empirique reliant la valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} aux paramètres microstructuraux de l'acier étudié en s'appuyant sur le travail expérimental effectué pendant cette étude.

4.1. Relation entre n_{10-20} et la limite d'élasticité

Nous avons vu dans les chapitres III et IV que l'écroissage en cours de déformation est peu sensible aux variations de microstructure au delà de cinq pour-cent de déformation et que la valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} dépend essentiellement de la valeur de la limite d'élasticité pour le matériau étudié. Les graphiques (a) et (b) de la figure 5.8 représentent la valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} fonction de la valeur de la limite d'élasticité pour tous les échantillons préparés pour cette étude (qui présentent des différences au niveau de l'état de précipitation et/ou de la taille de grains) et pour les neuf échantillons analysés dont l'état de précipitation diffère et la taille de grains est constante. La valeur du coefficient d'écroissage suit une loi linéaire du type :

$$n_{10-20} = B + A * R_{p_{0.2}} \quad (5.15)$$

Où

- $R_{p_{0.2}}$ est la valeur de la limite d'élasticité (en MPa),
- A et B sont des constantes du matériau.

L'analyse des courbes de la figure 5.8 donne les résultats présentés dans le tableau 5.11 concernant les valeurs de A et B.

Tableau 5. 11 – Valeurs des coefficients A et B de la relation 5.27.

Table 5. 11 – Values of the coefficients A and B of relation 5.27.

Number of specimens	A in MPa ⁻¹	B	Correlation coefficient R
26	- 0.001	0.450	0.83
9	- 0.001	0.450	0.87

Par conséquent, la valeur du coefficient d'écroissage pour cet acier Ti-IF est donnée par la relation :

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * R_{p_{0.2}} \quad (5.16)$$

Où YS est la valeur de la limite d'élasticité.

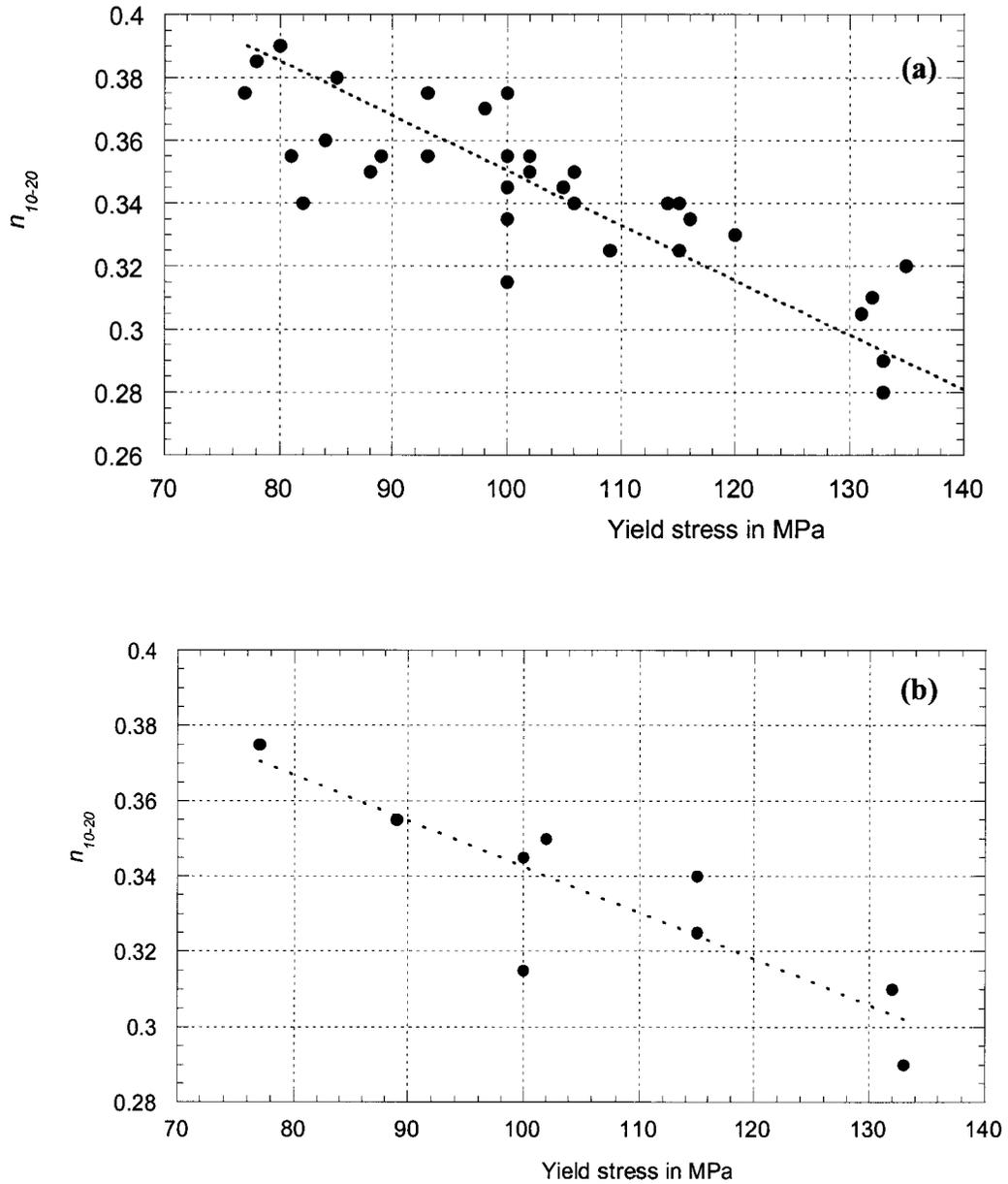


Figure 5.8 – Le coefficient d'érouissage n_{10-20} en fonction de la limite d'élasticité : (a) pour tous les échantillons préparés, (b) pour les neuf échantillons analysés présentant des états de précipitation différents.

Figure 5.8 – The strain-hardening coefficient n_{10-20} versus the yield stress : (a) for all the prepared specimens, (b) for the nine analysed specimens studied presenting different precipitation states.

Les valeurs mesurées de n_{10-20} et les valeurs obtenues à partir de la relation 5.16 sont reportées sur le graphique de la figure 5.9 pour les huit échantillons du tableau 5.7. L'erreur obtenue entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées à partir de la relation 5.16 est de l'ordre 2% en moyenne.

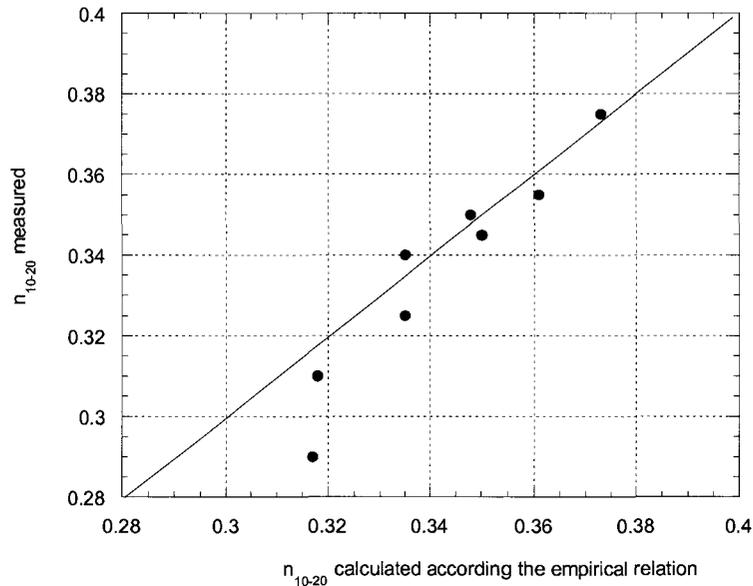


Figure 5.9 – n_{10-20} mesurés en fonction de n_{10-20} calculés à partir de la relation 5.23.

Figure 5.9 – Measured n_{10-20} versus calculated n_{10-20} according to relation 5.23.

4.2. Signification physique des constantes A et B

4.2.1. Signification physique de la constante B

La signification physique de la constante B apparaît directement en reportant sur un graphe la courbe de traction rationnelle obtenue après un essai de traction (ici effectué avec une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et à température ambiante) sans tenir compte de la limite d'élasticité (voir figure 5.10). Si la valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} est mesurée sur la courbe de la figure 5.10 alors n_{10-20} a une valeur de 0.450 égale à la valeur de la constante B de la relation 5.16.

Par conséquent, la constante B caractérise l'écroissage (le comportement collectif des dislocations) du matériau en cours de déformation plastique. Cette constante caractérise la courbure de la courbe de traction pour une déformation rationnelle comprise entre 0.10 et 0.20 qui est indépendante de la microstructure pour le matériau étudié comme cela a été montré dans les chapitres III et IV de ce manuscrit. La valeur de la constante B va dépendre des conditions expérimentales des essais de traction, notamment de la température et de la vitesse de déformation soit $B = B(T, \dot{\epsilon})$.

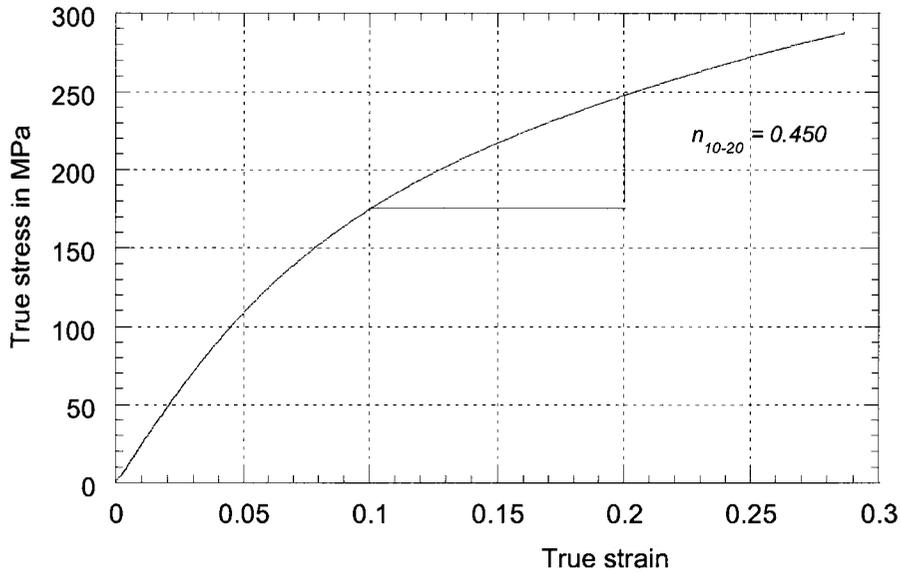


Figure 5.10 – Signification physique de la constante B.

Figure 5.10 –Physical meaning of the constant B.

4.2.2. Signification physique de la constante A

La constante A qui vaut -0.001 MPa^{-1} traduit l'effet de la microstructure (atomes en solution solide, joints de grains et précipités) de l'acier Ti-IF étudié sur la valeur du coefficient d'écroutissage.

4.3. Relation entre n_{10-20} et la microstructure

En couplant les relations empiriques 5.16, qui donne la valeur du coefficient d'écroutissage n_{10-20} en fonction de la limite d'élasticité, et 5.4 qui donne la valeur de la limite d'élasticité en fonction des différentes contributions, une expression empirique donnant la valeur du coefficient d'écroutissage n_{10-20} en fonction des différentes contributions à la limite d'élasticité est obtenue :

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * (\sigma_{eff} + \sigma_{GB} + \sigma_{PCT} + \sigma_{F_{0.2}}) \quad (5.17)$$

Où

- σ_{eff} est la valeur de la contrainte effective (en MPa),
- σ_{GB} est la valeur de la contribution des joints de grains (en MPa),
- σ_{PCT} est la valeur de la contribution de la précipitation (en MPa),
- $\sigma_{F_{0.2}}$ est la valeur de la contribution des dislocations de la forêt (en MPa).

En utilisant la valeur mesurée de σ_{eff} , les relations 1.35 et 5.11, la relation 5.17 devient:

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * \left[33 + \frac{6.6}{\sqrt{d}} + \sum_{TiX} \left(0.538 Gb \frac{f_{vTiX}^{1/2}}{2\bar{r}_{TiX}} \right) \ln \left(\frac{\bar{r}_{TiX}}{b} \right) + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F_{0.2}}} \right] \quad (5.18)$$

Où

- d est la taille de grains exprimée en mm,
- f_{vTiX} est la fraction volumique des précipités TiX,
- \bar{r}_{TiX} est le rayon moyen des précipités TiX,
- $\rho_{F_{0.2}}$ est la densité de dislocations de la forêt à la limite d'élasticité.

La densité de dislocations $\rho_{F_{0.2}}$ varie en fonction de l'état de précipitation de l'échantillon dans l'intervalle $[2.5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}, 1.9 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}]$ pour une contribution de la précipitation qui varie dans l'intervalle $[9.4 \text{ MPa}, 35.1 \text{ MPa}]$.

Sur la figure 5.11, les valeurs calculées du coefficient d'écrouissage n_{10-20} sont reportées à partir de la relation empirique 5.18 en utilisant tous les résultats obtenus lors de l'étude de la microstructure (l'erreur commise sur la caractérisation de la microstructure est aussi reportée). En tenant compte de l'accumulation des erreurs commises lors de l'évaluation expérimentale de chacun des termes de la relation 5.18, le modèle proposé peut être utilisé pour évaluer la valeur de n_{10-20} à partir des paramètres microstructuraux d'un acier ULC type IF.

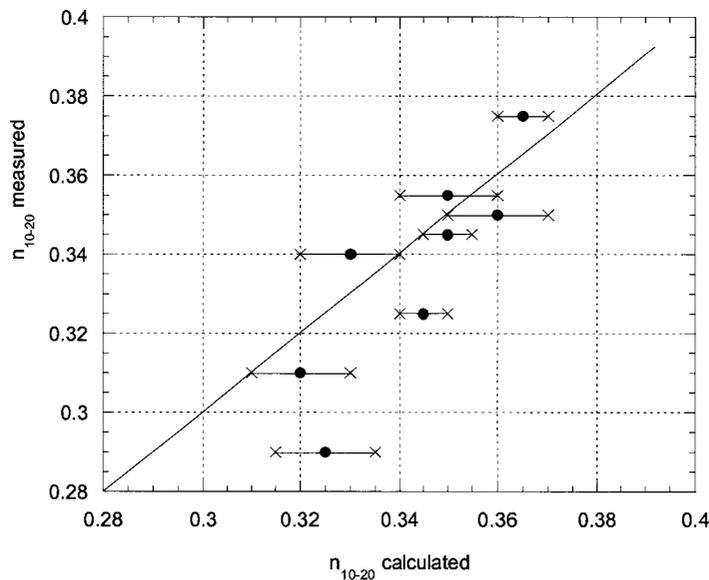


Figure 5.11 – n_{10-20} mesurés en fonction de n_{10-20} calculés à partir de la relation 5.25.

Figure 5.11 – Measured n_{10-20} versus calculated n_{10-20} according to relation 5.25.

4.4. Synthèse

La valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} pour l'acier Ti-IF étudié est reliée linéairement à la valeur de la limite d'élasticité par la relation 5.15 :

$$n_{10-20} = B - A * R_{F_{0.2}}$$

Où

- B, qui vaut 0.450, est une constante qui caractérise l'écrouissage du matériau en cours de déformation et qui dépend de la température et de la vitesse de déformation,
- A, qui vaut - 0.001 MPa⁻¹, traduit l'effet de la précipitation et de la taille de grains sur la valeur du coefficient d'écrouissage.

En utilisant les différentes relations empiriques disponibles dans la littérature permettant de relier la limite d'élasticité aux différentes contributions (précipités, joints de grains, dislocations, ...), une expression du coefficient d'écrouissage en fonction des différents paramètres microstructuraux a pu être établie (relation empirique 5.18) :

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * [33 + \frac{6.6}{\sqrt{d}} + \sum_{TiX} (0.538 Gb \frac{f_{vTiX}^{1/2}}{2\bar{r}_{TiX}}) \ln(\frac{\bar{r}_{TiX}}{b}) + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F_{0.2}}}]$$

avec

- d est la taille de grains,
- f_{vTiX} est la fraction volumique des précipités TiX,
- \bar{r}_{TiX} est le rayon moyen des précipités TiX,
- $\rho_{F_{0.2}}$ est la densité de dislocations de la forêt à la limite d'élasticité.

English version :

The measured value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} for the studied IF steel grade was found linearly dependent on the yield stress value according to relation 5.15 :

$$n_{10-20} = B - A * R_{F_{0.2}}$$

Where

- *B is a constant which characterises the strain dependent strain-hardening of the Ti-IF steel grade and this parameter depends on both temperature and strain rate. The measured value of B is 0.450,*

- *A is the slope of the straight line which links the measured n_{10-20} value to the yield stress value. The measured value of A is -0.001 MPa^{-1} .*

The numerous empirical relations available in literature to express the yield stress as a function of the different contributions to yield stress (grain size, precipitates, dislocations, ...) permitted taking into account relation 5.15 to establish an empirical relation giving n_{10-20} as a function of microstructural parameters for the studied Ti-IF steel grade :

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * [33 + \frac{6.6}{\sqrt{d}} + \sum_{TiX} (0.538 Gb \frac{f_{vTiX}^{1/2}}{2\bar{r}_{TiX}}) \ln(\frac{\bar{r}_{TiX}}{b}) + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F_{0.2}}}]]$$

with

- *d is the grain size,*
- *f_{vTiX} is the volume fraction of precipitates,*
- *\bar{r}_{TiX} is the mean radius of precipitates,*
- *$\rho_{F_{0.2}}$ is the dislocation density of the forest at the yield stress level.*

5. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons essayé de modéliser par une loi empirique la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} de l'acier Ti-IF étudié en fonction des paramètres microstructuraux accessibles par la mesure expérimentale en tenant compte de tout le travail expérimental effectué dans cette étude.

La limite d'élasticité, qui varie dans cette étude entre 77 MPa et 133 MPa pour les échantillons étudiés, est la somme de deux termes, la contrainte effective et la contrainte interne.

La contrainte effective qui dépend de la composition chimique, de la température et de la vitesse de déformation a par conséquent une valeur constante dans le cas de cette étude. La mesure effectuée à partir d'un test de relaxation des contraintes a donné une valeur de 33 MPa. La contrainte de Peierls étant prise égale à zéro, la contrainte effective est principalement due à aux atomes en solution solide. C'est la formule empirique de Pickering (formule 1.26) qui donne pour la composition chimique de l'acier étudié le résultat le plus proche de la valeur expérimentale.

La contrainte interne est la somme de différentes contributions :

- La contribution de la précipitation modélisée par la formule empirique d'Ashby-Orowan et qui dépend de deux paramètres mesurés expérimentalement : la fraction volumique des précipités et le rayon moyen des précipités. La contribution de la précipitation calculée à partir de l'étude de l'état de précipitation des échantillons varie dans l'intervalle [9.4 MPa, 35.1 MPa], en différenciant chaque type de précipités. La

variation de la limite d'élasticité est en partie liée à la variation de l'état de précipitation.

- La contribution des dislocations due à la déformation plastique et aux joints de grains. L'utilisation des résultats de l'étude de l'effet de la taille de grains (qui donne une contribution qui varie dans l'intervalle [35 MPa, 39 MPa]) sur le coefficient d'écrouissage (voir chapitre IV) et des mesures expérimentales de densités de dislocations a permis d'isoler la variation de la densité de dislocations de la forêt. La contribution des dislocations de la forêt $\sigma_{F_{0.2}}$ varie dans l'intervalle [3 MPa, 26 MPa] en fonction de l'état de précipitation.

L'analyse des données tend à montrer que la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} et la valeur mesurée de la limite d'élasticité peuvent être reliées par une expression linéaire de type $n_{10-20} = B - A * R_{p_{0.2}}$ où la signification physique des coefficients A et B a été explicitée. Une relation qui donne la valeur du coefficient d'écrouissage en fonction des paramètres microstructuraux a été établie. La comparaison entre les valeurs mesurées du coefficient d'écrouissage et les valeurs calculées à partir de la relation 5.18 en utilisant les résultats de la caractérisation microstructurale des huit échantillons étudiés donne des résultats satisfaisants compte tenu des erreurs commises lors de l'évaluation de chaque contribution.

English version :

In this chapter, the measured n_{10-20} value for the studied Ti-IF steel grade was attempted to be expressed as a function of meaningful microstructural parameters characterising the microstructure of the steel.

The yield stress can be expressed as a sum of two contributions : the effective stress and the internal stress. The yield stress is varying within 77 MPa and 133 MPa in the present study.

The effective stress, which depends on chemical composition, temperature and strain rate, is constant in the present study. The effective stress is 33 MPa for all tested specimens. The Peirls stress is considering to be a few megapascals. The experimental value of 33 MPa for the effective stress is well-approached using the empirical relation of Pickering (formula 1.26) which gives the contribution of the solid solution elements to the yield stress value.

The internal stress is the sum of several contributions :

- The precipitation contribution given by the Ashby-Orowan equation. This equation depends on two experimentally measured parameters : the volume fraction and the

mean radius of precipitates. The calculated precipitation contribution is ranging within [9.4 MPa, 35.1 MPa] as a function of the precipitation state. The yield stress value depend on the precipitation state.

- *The dislocation contribution due to plastic deformation and grain boundaries. Both the analysis of grain size effects on mechanical properties and the experimental measurements of dislocation density evolution permitted isolating the value of the forest dislocation density in the specimens. The forest dislocation contribution $\sigma_{F_{0.2}}$ is varying within [3 MPa, 26 MPa] depending on the precipitation state.*

*Based on a experimental data analysis, the measured value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} and the measured yield stress $R_{p0.2}$ are linearly linked according to $n_{10-20} = B - A * R_{p0.2}$ where the physical meaning of both the constants A and B is explained. An empirical relation giving the measured n_{10-20} value as a function of the microstructural parameters is established. The comparison between experimental values of n_{10-20} and calculated values according to empirical relation 5.18 gives satisfactory results.*

Références bibliographiques du Chapitre V

- ¹¹¹ R. W. Cahn et P. Haasen, *Physical Metallurgy* (North-Holland Physics Publishing, 1983), p 1108.
- ¹²¹ G. Béranger, G. Henry et G. Sanz, *Le livre de l'acier* (Lavoisier, 1994).
- ¹³¹ R. W. K. Honeycombe, *The plastic deformation of metals* (Edward Arnold Ltd, 1997).
- ¹⁴¹ T. Gladman, *The physical metallurgy of microalloyed steels* (The institute of Materials, London, 1997).
- ¹⁵¹ A. Iost et B. Hadj Sassi, "Relaxation dans les fils pour armatures de précontrainte : influence de l'écrouissage", *Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie*, (Mars), p. 157-163 (1984).
- ¹⁶¹ M. D. Duong et O. Dimitrov, "Relaxation de la contrainte dans des monocristaux de fer de haute pureté contenant des quantités contrôlées de carbone", *Mémoires Scientifiques Revue métallurgie*, (Décembre), p. 701-711 (1978).
- ¹⁷¹ K. Okazaki, Y. Aono et M. Kagawa, "Comment on "mobile dislocations during stress relaxation in an Fe-0.056 at. % Ti alloy"", *Scripta Metallurgica*, Vol.12, p. 403-405 (1978).
- ¹⁸¹ H. Conrad et K. Okazaki, "A comparison of the athermal component of the flow stress in alpha titanium determined by several methods", *Scripta Metallurgica*, Vol.4, p. 259-266 (1970).
- ¹⁹¹ F. B. Pickering, "Constitution and properties of steels", *Materials science and technology*, Vol.7 (1992).
- ¹¹⁰¹ M. Grumbach, in *Les techniques de l'ingénieur*, Vol. M307.
- ¹¹¹¹ B. C. De Cooman, R. A. Hubert et A. De Vyt, "Ti-containing precipitates in IF steels: a review" in "International Forum for the properties and application of IF steels", Tokyo, 2003 (ISIJ), p. 249-258.
- ¹¹²¹ J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, et al., *Métallurgie générale* (Paris, 1984).
- ¹¹³¹ M. Hua, C. I. Garcia et A. J. De Ardo, "Multi-phase precipitates in interstitial-free steels", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol.28, p. 973-978 (1993).
- ¹¹⁴¹ P. Villars et L. D. Calvert, *Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases* (American Society for Metals, 1985).

Conclusion générale

Rappelons d'abord le cadre général et l'objectif principal de cette étude. Le cadre général de cette étude s'inscrit dans la volonté du groupe Arcelor de développer des aciers Ti-IF avec une valeur élevée du coefficient d'écroissage. Pour cela nous avons étudié l'influence de l'état de précipitation et de la taille de grains sur la valeur du coefficient d'écroissage. Afin de distinguer chaque influence, nous avons :

1. Étudié l'influence de l'état de précipitation sur la valeur du coefficient d'écroissage pour des échantillons dont la taille de grains a été maintenue constante,
2. Étudié l'influence de la taille de grains sur la valeur du coefficient d'écroissage pour des échantillons dont l'état de précipitation a été maintenu constant.

La même procédure expérimentale a été utilisée pour analyser l'état microstructural puis le comportement en écroissage des échantillons :

1. Essai de traction uniaxiale (à 2.10^{-3} s^{-1} et à température ambiante) suivi d'une analyse des données,
2. Analyse des courbes d'écroissage $\theta(\epsilon)$ et des courbes $n_i(\epsilon)$,
3. Caractérisation par MET-EDS de la précipitation et étude de l'évolution des densités de dislocations et de la taille des cellules de dislocations en cours de déformation.

L'objectif principal de cette l'étude étant d'écrire une relation empirique pour les aciers Ti-IF exprimant la valeur du coefficient d'écroissage en fonction des paramètres microstructuraux c'est-à-dire principalement la taille de grains et l'état de précipitation.

Résultats principaux :

Deux groupes de matériaux ont été produits pour cette étude :

1/ En changeant les paramètres du cycle thermomécanique : la température de réchauffement de la brame (SRT), la température de bobinage (CT) et, la température et le type de recuit (CPAL et BAF), l'état de précipitation dans huit échantillons a varié et la taille de grains a été maintenue constante (28 μm). Les échantillons ainsi préparés contiennent principalement des carbosulfures de titane $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$, des phosphures de fer TiFeP et des carbures de titane TiC . Ces trois types de précipités présentent des tailles moyennes différentes et des distributions différentes en fonction du cycle thermomécanique appliqué. La valeur du coefficient d'écroissage n_{10-20} des échantillons varie dans l'intervalle [0.290, 0.375],

2/ En jouant sur le taux de réduction des tôles et la température-durée de maintien pendant le traitement de recuit, neuf échantillons ont été préparés. Leur taille de grains varie dans l'intervalle [18 μm , 75 μm] et leur état de précipitation a pu être maintenu constant. La valeur n_{10-20} des échantillons varie dans l'intervalle [0.340, 0.390].

Les résultats obtenus pour les deux groupes de matériaux montrent que quelle que soit la taille de grains et l'état de précipitation de l'acier Ti-IF étudié :

1. En ce qui concerne les essais de traction :

- Tous les échantillons présentent une forme identique de leur courbe de traction dans le domaine de déformation plastique,
- Il existe une relation entre la valeur du coefficient d'écroutissage n_{10-20} et l'allongement homogène,
- Il existe une relation entre la valeur du coefficient d'écroutissage n_{10-20} et la valeur de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, elle même dépendante de la microstructure de l'acier,
- L'acier Ti-IF étudié présente une faible valeur du coefficient de durcissement de la relation de Hall-Petch ($k_y = 6.6 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$).

2. En ce qui concerne les courbes d'écroutissage :

- L'écroutissage en cours de déformation uniaxiale de l'acier Ti-IF est caractérisé par un double comportement en n avec un point d'inflexion à environ $\varepsilon = 0.05$ mis en relief par l'utilisation de la méthode de Crussard-Jaoul,
- Ce double comportement se retrouve en reportant les courbes représentant le coefficient d'écroutissage instantané n_i en fonction de la déformation rationnelle ε . Les courbes présentent une croissance de n_i avec ε pour des niveaux de déformation inférieurs à 0.05 et une décroissance de n_i avec ε pour des niveaux de déformation supérieurs à 0.05,
- L'étude des courbes d'écroutissage (θ, ε) pour les neuf échantillons montre une décroissance du taux d'écroutissage θ en fonction de ε avec une convergence des courbes après une déformation rationnelle de 0.10. Une différence existe entre les courbes d'écroutissage (θ, ε) des échantillons pour des déformations rationnelles inférieures à 0.05 liée à un effet de taille de grains et/ou de la précipitation.

3. En ce qui concerne les mesures expérimentales de l'évolution des densités de dislocations et de la taille des cellules de dislocations :

L'étude de l'évolution des structures de dislocations a permis d'interpréter les courbes d'écroutissage $\theta(\varepsilon)$ et $n_i(\varepsilon)$. En effet, l'observation à différents niveaux de déformation (0.02, 0.05, 0.10, 0.15 et 0.20) des structures de dislocations a montré que :

- La structure de dislocations est constituée d'enchevêtrements de dislocations avant le point d'inflexion ($\varepsilon = 0.05$),
- La structure de dislocations est constituée de cellules de dislocations après le point d'inflexion.

Par conséquent, le double comportement en n observé pour les échantillons est lié à un changement des structures de dislocations. Le libre parcours moyen des dislocations se réduit à la taille de la cellule de dislocations lors du passage en cours de déformation uniaxiale d'un type de structure à l'autre (enchevêtrements → cellules).

Les mesures de densités de dislocations et de taille des cellules de dislocations effectuées à différents niveaux de déformation ont montré que :

- La densité de dislocations est dépendante de l'état de précipitation et de la taille de grains des échantillons en dessous de 0.05. En particulier, la présence de petits carbures de titane TiC entraîne une augmentation de la densité de dislocations,
- L'évolution de la taille des cellules de dislocations est quasi-indépendante de l'état de précipitation et de la taille de grains et ne semble pas évoluer en cours de déformation au delà de $\varepsilon = 0.10$. Et cela, tant que les effets de la variation de la microstructure restent à une échelle supérieure à la distance moyenne caractéristique des structures de dislocations



Résultats de l'étude de l'influence de l'état de précipitation sur n_{10-20} :

L'analyse sur répliques extractives d'une population d'environ cinq cent précipités pour chaque température de réchauffement de la brame (S1 = 1050°C et S3 = 1250°C) a montré qu'une augmentation de la température de réchauffement de la brame de 200°C entraîne dans les échantillons à la fin du cycle thermomécanique complet :

1. Une diminution de 15% de la proportion de carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ dans les échantillons,
2. Une diminution de 15% de la proportion de phosphures de titane TiFeP dans les échantillons,
3. Une augmentation de la proportion (voir l'apparition) de fins carbures de titane TiC.

Les carbures de titane TiC atteignent 30% de la population totale des précipités pour une température de SRT de 1250°C alors qu'ils ne sont pas présents ou représentent moins de 5% de la population de précipités pour une température de SRT de 1050°C.

Ces changements de l'état de précipitation induits par l'augmentation de la température de réchauffement de la brame entraînent une diminution de la valeur de n_{10-20} pour les échantillons.

Enfin, l'utilisation du recuit continu pendant le cycle thermomécanique va favoriser la précipitation des carbosulfures de titane $Ti_4C_2S_2$ au dépend des phosphures de titane TiFeP, et cela quelle que soit SRT, entraînant une valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} plus élevée.

Relation reliant n_{10-20} à la microstructure :

Nous avons montré dans cette étude que la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} de l'acier Ti-IF étudié dépend essentiellement de la valeur de la limite d'élasticité $R_{P0.2}$ et qu'elle peut s'exprimer en fonction des paramètres microstructuraux (taille de grains, densité de dislocations, fraction volumique de précipités, etc ...) par une relation empirique du type :

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * \left[33 + \frac{6.6}{\sqrt{d}} + \sum_{TiX} \left(0.538 Gb \frac{f^{1/2}}{2\bar{r}_{TiX}} \ln\left(\frac{\bar{r}_{TiX}}{b}\right) + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F_{0.2}}} \right) \right]$$

La caractérisation expérimentale précise de la microstructure des échantillons, faite tout au long de cette étude, a été utilisée pour calculer la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} attendue. La comparaison des valeurs attendues pour n_{10-20} avec les valeurs mesurées expérimentalement lors des essais de traction donne des résultats satisfaisants.

Donc, plus la limite d'élasticité sera faible et plus la valeur du coefficient d'écrouissage sera grande. Par conséquent, il suffirait de produire des aciers Ti-IF avec la plus petite valeur de la limite d'élasticité possible pour obtenir un coefficient d'écrouissage élevé, mais cela ne présente pas d'intérêt au niveau des applications industrielles puisqu'il n'apparaît pas concevable de fournir des aciers Ti-IF avec une limite d'élasticité inférieure à 100 MPa pour des applications dans l'industrie automobile.

Cette étude a permis d'une part de comprendre le rôle joué par la microstructure (précipités et taille de grains) sur la valeur du coefficient d'écrouissage n_{10-20} et d'autre part de montrer les limites du développement d'aciers Ti-IF à valeur élevée du coefficient d'écrouissage n_{10-20} par le contrôle de la microstructure. A travers tous ces résultats, nous avons montré d'une part l'importance de la microstructure (taille de grains et précipités) en début de déformation plastique dans les aciers Ti-IF et d'autre part la quasi-indépendance du comportement d'écrouissage de ce type d'acier tant que les effets de la variation de la microstructure restent à une échelle supérieure à la distance moyenne caractéristique des structures de dislocations. Enfin, par un choix judicieux des paramètres thermomécaniques (SRT, CT, ...), il a été possible de changer la microstructure de cet acier Ti-IF afin de faire varier la valeur du coefficient d'écrouissage dans l'intervalle [0.290, 0.390].

English version :

Remind us of the target of this research project. This research project aimed at developing Ti-IF steel grade with a very high strain-hardening coefficient (n -value). The influence of precipitation state and grain size on the strain-hardening coefficient value have been investigated in the present study. We have studied in order to distinguish each influence :

1. The influence of precipitation state on n -value for specimens presenting a grain size constant,
2. The influence of grain size on n -value for specimens presenting a precipitation state constant.

The same experimental procedure was applied to analyse the microstructural state and the strengthening behaviour of the different specimens :

1. Uniaxial tensile testing ($2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and at room temperature) followed by an analysis of the data,
2. Analysis of the strengthening curves $\sigma(\epsilon)$ curves and $n_i(\epsilon)$ curves,
3. TEM-EDS coupled characterisation of precipitates and TEM study of the evolution of dislocation structures during tensile deformation.

The main goal is to write an empirical relationship for the Ti-IF steel grade giving the value of the strain-hardening coefficient as a function of microstructural parameters i.e. mainly grain size and precipitation state.

Main results :

Two groups of materials were prepared for this study :

1/ By changing the thermomechanical processing parameters : the slab reheating temperature (SRT), the coiling temperature (CT) and, the type and the temperature of annealing treatment (CAPL and BAF), the precipitation state in eight specimens changed and the grain size was maintained constant ($28 \mu\text{m}$). The specimens contain mainly $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ titanium carbosulfides, TiFeP titanium-iron phosphides and TiC titanium carbides. The precipitate size and distribution depend on the thermomechanical processing. The strain-hardening coefficient n_{10-20} is ranging within $[0.290, 0.375]$,

2/ By changing the cold reduction rate and time-temperature of the annealing treatment : nine specimens with different grain sizes were prepared. The average grain size (3d diameter) is ranging within $[18 \mu\text{m}, 75 \mu\text{m}]$ and the precipitation state is maintained constant in the specimens. The strain-hardening coefficient n_{10-20} is ranging within $[0.340, 0.390]$

The results concerning both the groups of materials show whatever the precipitation state and the grain size are :

1. Concerning tensile testing :

- The shape of the true stress-strain curve is similar in the plastic field for all specimens,
- A relationship exists between the value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} and the value of the homogeneous elongation,
- A relationship exists between the value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} and the value of the yield stress $K_{P0.2}$ that depends on microstructure,
- The value of Hall-Petch strengthening coefficient k_y is very weak for the studied Ti-IF steel grade ($k_y = 6.6 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$).

2. Concerning strengthening curves :

- The strengthening of the studied Ti-IF steel grade is characterised by a double n behaviour. Indeed, the application of the Crussard-Jaoul's method showed that an inflexion point is observed at a true strain of 0.05,
- This double n behaviour is also observed on the $n_i(\epsilon)$ curves, the instantaneous strain-hardening coefficient n_i increases with true strain up to $\epsilon = 0.05$ and then decreases with true strain above $\epsilon = 0.05$,
- The strengthening rate θ decreases with ϵ . Differences between the curves are observed for true strains below 0.05 due to effects of precipitates and/or grain size occurring at the beginning of plastic deformation. Then, all the (θ, ϵ) curves converge after a true strain of 0.10.

3. Concerning experimental measurements of evolution of dislocation density and dislocation cell size :

The investigation by TEM of the evolution of dislocation structures gives information about the evolution of strengthening curves. Indeed, the observation of dislocation structures at different levels of deformation (0.02, 0.05, 0.10, 0.15 and 0.20) showed :

- Dislocation tangles are representative of the dislocation structures below the inflexion point,
- Well-formed dislocation cell structures are representative of the dislocation structures above the inflexion point.

Therefore, the observed double n behaviour for Ti-IF steel grade is due to a change of the dislocation arrangements. The mean free path of dislocations decreases with changing of dislocation arrangements occurring around a true strain of 0.05 (dislocation tangles → dislocation cells).

Dislocation density and cell size measurements carried out at different levels of deformation showed :

- Dislocation density is dependent on precipitation state and grain size for true strain levels below 0.05. In particular, the higher small precipitates are, the higher dislocation density is,
- Cell size is independent of precipitation state and grain size and remains constant with deformation after a true strain of 0.10. These results are valid as long as effects of microstructure remains at a scale superior to the average distance characterising the dislocation structures.

Results about the effects of precipitation state on n_{10-20} :

The analysis of a population of around five hundred precipitates for both the slab reheating temperatures ($S1 = 1050^\circ\text{C}$ and $S3 = 1250^\circ\text{C}$) showed that an increase in 200°C of the slab reheating temperature gives rise at the end of the thermo-mechanical processing to :

1. A decrease in 15% of the number of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ precipitates in the specimens,
2. A decrease in 15% of the number of TiFeP precipitates in the specimens,
3. An increase of the number (or the apparition) of fine TiC precipitates in the specimens.

Titanium carbides TiC represent up to 30% of precipitate population for a slab reheating temperature of 1250°C even though they are not found or represent less than 5% of precipitate population for a slab reheating temperature of 1050°C .

These changes of precipitation state due to an increase in SRT involve a decrease in the value of n_{10-20} . A high strain-hardening coefficient n_{10-20} is associated with the use of a continuous annealing treatment i.e. to advantage formation of $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ titanium carbosulfides, and that whatever the SRT is.

Empirical n_{10-20} relationship :

The measured value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} and the measured yield stress $R_{p0.2}$. The value of the yield stress can be expressed as a function of microstructural parameters (grain size, dislocation density, volume fraction of precipitates, etc...). Therefore, the measured n_{10-20} value for the studied Ti-IF steel grade can be expressed as :

$$n_{10-20} = 0.450 - 0.001 * \left[33 + \frac{6.6}{\sqrt{d}} + \sum_{\text{TiX}} \left(0.538 Gb \frac{f_{\text{TiX}}^{1/2}}{2\bar{r}_{\text{TiX}}} \ln\left(\frac{\bar{r}_{\text{TiX}}}{b}\right) + \alpha M G b \sqrt{\rho_{F_{0.2}}}\right) \right]$$

All the results obtained in this study about the experimental characterisation of the microstructure can be used to calculate the expected n_{10-20} value of the strain-hardening coefficient. The comparison between experimental values of n_{10-20} and the expected values according to the empirical relationship gives satisfactory results.

Therefore, the lower the yield stress is, the higher the strain-hardening coefficient is. It is necessary to decrease the value of the yield stress to obtain high n -value but this has not an industrial interest because automotive industry is not interested in Ti-IF steel grades with yield stress value below 100 MPa for deep-drawing applications.

This study permits understanding the role of grain size and precipitation state on the strain-hardening coefficient in Ti-IF steel grades but shows the limits for developing Ti-IF steel grade with high n -value by controlling microstructure. The role of microstructure at the beginning of plastic deformation was underlined and the independence of the strengthening behaviour as long as the effects of the microstructure remain at a scale superior to the average distance characterising the dislocation structures of the material. At last, a sensible choice of the thermomechanical processing parameters (SRT, CT, ...) permits obtaining a value of the strain-hardening coefficient n_{10-20} that varies within [0.290, 0.390].

Annexes

ANNEXE 1

Matériaux métalliques — Tôles et bandes — Détermination du coefficient d'écrouissage à la traction

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination du coefficient d'écrouissage n des produits plats (tôles et bandes) en matériaux métalliques.

La méthode n'est valable que pour la partie de la courbe de traction monotone et continue dans le domaine plastique.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6892:1984, *Matériaux métalliques — Essai de traction.*

ISO 7500-1:1986, *Matériaux métalliques — Vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux — Partie 1: Machines d'essai de traction.*

ISO 9513:1989, *Matériaux métalliques — Vérification des extensomètres utilisés lors d'essais uniaxiaux.*

ISO 10113:1991, *Matériaux métalliques — Tôles et bandes — Détermination du coefficient d'anisotropie plastique.*

3 Symboles et leurs significations

3.1 Les significations des symboles utilisés pour la détermination du coefficient d'écrouissage sont données dans le tableau 1.

3.2 Le coefficient d'écrouissage n est défini comme l'exposant de la déformation rationnelle dans l'équation mathématique exprimant la relation contrainte vraie/déformation rationnelle (pendant une application uniaxiale de la charge) qui peut être exprimée par approximation

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^n \quad \dots (1)$$

3.3 Cette équation peut être transformée en une relation logarithmique comme suit:

$$\ln \sigma = \ln K + n \ln \varepsilon \quad \dots (2)$$

Le coefficient d'écrouissage n dans le système logarithmique est défini comme la pente d'une droite

$$n = \tan \alpha$$

4 Principe

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à une déformation uniaxiale de traction à une vitesse prescrite constante dans l'intervalle incluant le domaine de la déformation plastique uniforme. Le coefficient d'écrouissage n est généralement calculé, soit pour une portion de la courbe de traction dans le domaine plastique, soit pour l'ensemble du domaine de déformation plastique homogène.

Tableau 1

Symbole	Signification	Unité
L_0	Longueur de base de l'extensomètre	mm
ΔL	Allongement instantané des bases de mesure	mm
L	Longueur instantanée de la base de mesure $L = L_0 + \Delta L$	mm
S_0	Section initiale de la partie calibrée de l'éprouvette	mm ²
S	Section instantanée de la partie calibrée de l'éprouvette après l'action instantanée de la charge F $S = S_0 \left(\frac{L_0}{L} \right)$	mm ²
ϵ	Déformation rationnelle après l'action instantanée de la charge F $\epsilon = \ln \left(\frac{L}{L_0} \right)$	
σ	Contrainte vraie après l'action instantanée de la charge F $\sigma = F \left(\frac{L}{L_0 S_0} \right)$	N/mm ²
F	Charge instantanée appliquée à l'éprouvette	N
n	Coefficient d'écrouissage	
K	Coefficient de résistance	N/mm ²
α	Angle de la droite $\ln \sigma$ en fonction de $\ln \epsilon$	
N	Nombre de mesures pour la détermination du coefficient d'écrouissage	

5 Équipement d'essai

5.1 La machine d'essai doit être calibrée conformément à l'ISO 7500-1 et doit être au moins de la classe 1 ou meilleure. La méthode d'amarrage doit être conforme aux prescriptions de l'ISO 6892.

5.2 La longueur de base doit être déterminée à l'aide d'un extensomètre dont la classe doit être 1 ou meilleure, comme définie dans l'ISO 9513.

5.3 La largeur et l'épaisseur de la partie calibrée doivent être mesurées conformément aux prescriptions de l'ISO 6892:1984, annexe B.

6 Éprouvette

6.1 Le prélèvement des éprouvettes doit être effectué conformément aux prescriptions de la norme de produit correspondante ou, en l'absence de telles prescriptions, à un accord particulier. L'usinage, les tolérances de forme et le marquage de la longueur initiale entre repères doivent être ceux définis dans l'ISO 6892.

6.2 Dans le cas d'une détermination simultanée des valeurs du coefficient d'anisotropie plastique r et du coefficient d'écrouissage n , les conditions de l'ISO 10113 doivent être appliquées.

6.3 L'épaisseur de l'éprouvette doit être celle de la tôle, sauf prescriptions contraires.

6.4 La surface de l'éprouvette ne doit pas être endommagée (éraflures, etc.).

7 Mode opératoire

7.1 En général, l'essai est effectué à la température ambiante, entre 10 °C et 35 °C. Les essais effectués dans des conditions contrôlées doivent l'être à une température de 23 °C \pm 5 °C.

7.2 L'éprouvette doit être montée dans la machine d'essai (5.1) de façon que la charge puisse être appliquée axialement conformément à l'ISO 6892.

7.3 La vitesse de la machine, définie comme la vitesse de séparation des têtes de la machine, exprimée en pourcentage de la longueur de la partie calibrée par minute, ne doit en aucun cas dépasser 50. Cette vitesse doit être maintenue constante dans

l'intervalle pour lequel le coefficient d'érouissage est déterminé.

Pour des matériaux particuliers, cette vitesse doit être prescrite dans les normes correspondantes.

Si l'on détermine, au cours du même essai de traction, la limite conventionnelle d'élasticité ou une limite d'écoulement, la vitesse de mise en charge pour cette détermination doit être conforme à l'ISO 6892.

7.4 La charge et la déformation correspondante doivent être notées pour un nombre approprié de points, dans la portion de la courbe pour laquelle le coefficient d'érouissage est calculé (voir figure 1, et 7.7 et 7.8). Lorsque n est déterminé pour l'ensemble du domaine de déformation plastique homogène, la plus grande déformation est juste avant la déformation à charge maximale et la plus faible se situe juste après la limite conventionnelle d'élasticité pour les matériaux ne présentant pas de palier d'élasticité ou après ce palier lorsqu'il existe (voir figure 2). Lorsqu'elle est inférieure à 10 % de la déformation totale, la déformation élastique peut ne pas être soustraite.

7.5 À partir des valeurs de la charge et de la déformation correspondante, la contrainte vraie doit être calculée à l'aide de l'équation

$$\sigma = F \left(\frac{L}{L_0 S_0} \right)$$

La déformation rationnelle doit être calculée à l'aide de l'équation

$$\varepsilon = \ln \left(\frac{L}{L_0} \right)$$

et les logarithmes de ces valeurs doivent être obtenus.

7.6 Dans le cas de la méthode manuelle, le coefficient d'érouissage est calculé, pour au moins cinq points répartis selon une progression géométrique (voir figure 1), selon la relation (2) de 3.3 qui, en utilisant la méthode des moindres carrés, pourrait être transformée en

$$y = Ax + B$$

où

$$y = \ln \sigma$$

$$x = \ln \varepsilon$$

$$A = n$$

$$B = \ln K$$

À partir de cette équation, les relations suivantes sont dérivées pour le calcul du coefficient d'érouissage:

$$n = \frac{N \sum_{i=1}^N x_i y_i - \sum_{i=1}^N x_i \sum_{i=1}^N y_i}{N \sum_{i=1}^N x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^N x_i \right)^2}$$

7.7 Dans le cas de détermination automatique, le coefficient d'érouissage est obtenu directement en utilisant une machine de traction automatique et un programme de traitement de données.

Le nombre minimal de points pour la détermination du coefficient d'érouissage doit être 5. Si le nombre de points pour la détermination d'érouissage est inférieur à 20, ils doivent être répartis selon une progression géométrique.

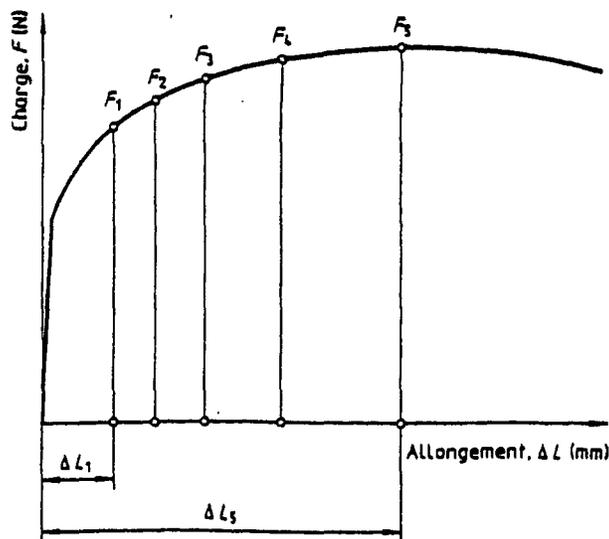


Figure 1

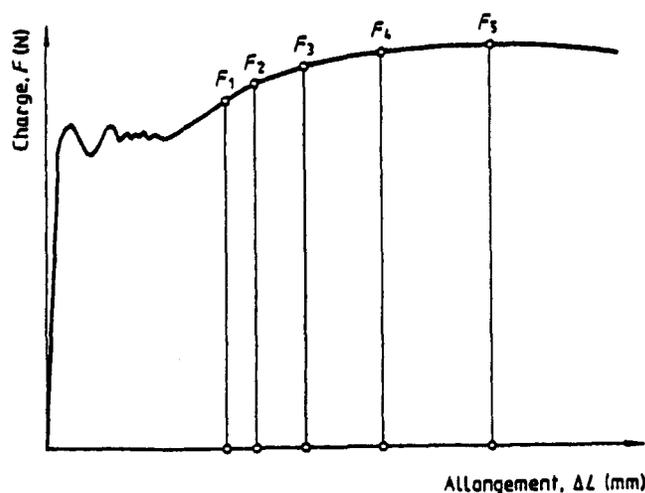


Figure 2

3 Les valeurs calculées du coefficient d'érouissage doivent être arrondies à 0,005.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification du matériau soumis à l'essai;
- c) type de l'éprouvette;

- d) domaine de déformation uniforme, pour lequel le coefficient d'érouissage est déterminé;
- e) nombre de mesures pour la détermination du coefficient d'érouissage;
- f) méthode utilisée (manuelle ou automatique);
- g) résultats d'essai;
- h) tout écart par rapport aux conditions de la présente Norme internationale.

Coefficient de résistance et écart-type

A.1 Le coefficient de résistance K est numériquement égal à la valeur extrapolée de la contrainte vraie pour une déformation rationnelle de 1,00.

A.2 L'écart-type $s_{(n)}$ est calculé à l'aide de l'équation

$$s_{(n)} = \left\{ \frac{\sum_{i=1}^N (\ln \sigma - \ln K - n \ln \epsilon)^2}{N \sum_{i=1}^N (\ln \epsilon)^2 - \left(\sum_{i=1}^N \ln \epsilon \right)^2} \times \frac{N}{N-2} \right\}^{1/2}$$

ANNEXE 2

Statistique des données

Hypothèse : les résultats des mesures expérimentales suivent une distribution représentée par une loi normale.

- *Intervalle de confiance*

En présence de la moyenne \bar{m} d'un échantillon de taille n et de l'écart-type s de celui-ci, on est amené à s'interroger sur la vraie valeur de la moyenne μ de la population dont l'échantillon est issu, et dont \bar{m} est une estimation. Le calcul de l'intervalle de confiance est l'estimation de l'intervalle dans lequel une mesure a "en moyenne" $(1-\alpha)$ chance de se trouver. Il est fonction de \bar{m} , s , n et α (moyenne de l'échantillon, écart-type estimé de la population, nombre d'observations et risque choisi).

Les bornes de l'intervalle de confiance sont les suivantes :

$$\text{Si } n \leq 30 \quad \bar{m} - t_{\alpha,ddl} \times \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{m} + t_{\alpha,ddl} \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Où $t_{\alpha,ddl}$ est la valeur lue dans la table de t pour α choisi et $(n-1)$ *ddl*.

Si $n \geq 30$, t peut être remplacée par ε , valeur lue dans la table de la loi normale pour α fixé :

$$\bar{m} - \varepsilon_{\alpha} \times \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{m} + \varepsilon_{\alpha} \times \frac{s}{\sqrt{n}} ; \quad \varepsilon_{0.05} = 1.96$$

- *Test t de comparaison des moyennes de deux échantillons à une dimension*

$$n_A \text{ ou } n_B \leq 30 \quad t_{obs} = \frac{|\bar{m}_A - \bar{m}_B|}{\sqrt{\frac{s_A^2(n_A-1) + s_B^2(n_B-1)}{n_A+n_B-2} + \left(\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B}\right)}}$$

Si $t_{obs} \geq t_{\alpha,(n_A+n_B-2)}$: il existe une différence significative au seuil α .

Si $t_{obs} \leq t_{\alpha,(n_A+n_B-2)}$: aucune différence significative n'a été mise en évidence au seuil α .

ANNEXE 3

Tensile specimen	R _{p0.2} in MPa	R _m in MPa	A _u in %	A ₈₀ in %	n ₁₀₋₂₀	Remarks
TEST	100	275	31.3	48.8	0.315	
S1C1A1	77	261	33.1	51.3	0.375	
S1C1A2	102	289	33.9	52.5	0.350	
S1C1A3	100	278	31.3	45.6	0.345	Y.P.
S1C1A4	115	276	31.4	45.3	0.325	Y.P.
S1C2A1	81	265	31.8	45.0	0.355	
S1C2A2	106	296	31.7	48.8	0.350	
S1C2A3	102	282	32.1	47.8	0.355	Y.P.
S1C2A4	133	308	28.9	42.5	0.290	
S2C1A1	93	280	32.5	47.5	0.355	
S2C1A2	106	292	33.8	47.5	0.350	
S2C1A3	106	289	32.6	48.7	0.340	Y.P.
S2C1A4	131	308	30.2	44.7	0.305	Y.P.
S2C2A1	88	256	32.0	45.9	0.350	
S2C2A2	100	279	31.5	44.1	0.335	
S2C2A3	109	293	31.3	50.3	0.325	Y.P.
S2C2A4	133	310	29.5	46.9	0.280	
S3C1A1	89	276	32.1	48.1	0.355	
S3C1A2	100	291	33.5	47.8	0.355	Y.P.
S3C1A3	115	303	32.8	50.6	0.340	
S3C1A4	132	312	29.6	41.3	0.310	Y.P.
S3C1A5	114	284	32.9	46.9	0.340	
S3C2A1	105	285	32.7	48.8	0.345	
S3C2A2	120	300	31.6	44.7	0.330	
S3C2A3	116	294	31.7	50.9	0.335	
S3C2A4	135	313	31.5	46.9	0.320	Y.P.

Y.P. : yield point

ANNEXE 4

Cette annexe donne le détail des mesures de densités de dislocations obtenues par la méthode de Ham pour les échantillons sélectionnés dans cette étude selon la procédure développée au chapitre II § 3.1 (l'écart type est noté entre parenthèses).

- Résultats des mesures de densités de dislocations dans l'échantillon S1C1A1 :

Tableau 1 – Densités de dislocations à 0 % de déformation dans l'échantillon S1C1A1.

Table 1 - Dislocation densities in S1C1A1 specimen undeformed.

Grain n°	ρ_{ngb} (10^8 cm^{-2})	ρ_c (10^8 cm^{-2})	ρ_T (10^8 cm^{-2})
1	3.6	2.4	3.0
2	12.4	4.2	8.3
3	7.4	10.9	9.2
4	3.6	6.2	4.9
5	4.5	3.1	3.8
average	6.3 (\pm 3.4)	5.3 (\pm 3.0)	5.8 (\pm 2.4)

Tableau 2 - Densités de dislocations à 2 % de déformation dans l'échantillon S1C1A1.

Table 2 - Dislocation densities in S1C1A1 specimen deformed at 2 %.

Grain n°	ρ_{ngb} (10^8 cm^{-2})	ρ_c (10^8 cm^{-2})	ρ_T (10^8 cm^{-2})
1	14.8	10.8	12.8
2	18.0	17.2	17.6
3	10.7	6.2	8.5
4	11.4	20.8	16.1
5	8.6	10.0	9.8
average	12.7 (\pm 3.3)	13.0 (\pm 5.2)	13.0 (\pm 3.5)

Tableau 3 - Densités de dislocations à 5 % de déformation dans l'échantillon S1C1A1.

Table 3 - Dislocation densities in S1C1A1 specimen deformed at 5 %.

Grain n°	ρ_{ngb} (10^8 cm^{-2})	ρ_c (10^8 cm^{-2})	ρ_T (10^8 cm^{-2})
1	41.2	29.6	35.4
2	25.0	24.5	24.7
3	29.2	27.4	28.3
4	15.4	12.6	14.0
5	29.7	25.5	27.6
average	28.1 (\pm 8.3)	23.9 (\pm 5.9)	26.0 (\pm 6.9)

- Résultats des mesures de densités de dislocations dans l'échantillon S1C1A3 :

Tableau 4 - Densités de dislocations à 0 % de déformation dans l'échantillon S1C1A3.

Table 4 - Dislocation densities in S1C1A3 specimen deformed at 0 %.

Grain n°	ρ_{ngb} (10^8 cm^{-2})	ρ_c (10^8 cm^{-2})	ρ_T (10^8 cm^{-2})
1	3.0	2.6	2.8
2	2.6	2.6	2.6
3	6.0	5.0	5.6
4	9.2	11.2	10.2
5	5.6	5.6	5.6
average	5.2 (\pm 2.4)	5.4 (\pm 3.2)	5.3 (\pm 2.7)

Tableau 5 - Densités de dislocations à 2 % de déformation dans l'échantillon S1C1A3.

Table 5 - Dislocation densities in S1C1A3 specimen deformed at 2 %.

Grain n°	ρ_{ngb} (10^8 cm^{-2})	ρ_c (10^8 cm^{-2})	ρ_T (10^8 cm^{-2})
1	15.2	16.8	16.0
2	13.2	10.4	11.8
3	23.6	15.4	19.4
4	21.6	23.6	22.6
5	15	13.4	14.2
average	17.7 (\pm 4.1)	15.9 (\pm 4.4)	16.8 (\pm 3.8)

Tableau 6 - Densités de dislocations à 5 % de déformation dans l'échantillon S1C1A3.

Table 6 - Dislocation densities in S1C1A3 specimen deformed at 5%.

Grain n°	ρ_{ngb} (10^8 cm^{-2})	ρ_c (10^8 cm^{-2})	ρ_T (10^8 cm^{-2})
1	32.0	21.4	26.8
2	32.6	21.8	27.0
3	29.6	36.8	33.2
4	49.8	51.8	50.8
5	40.2	52.4	46.2
average	36.8 (\pm 7.4)	36.8 (\pm 13.6)	36.8 (\pm 9.9)

- Résultats des mesures de densités de dislocations dans l'échantillon S1C1A4 :

Tableau 7 - Densités de dislocations à 0 % de déformation dans l'échantillon S1C1A4.

Table 7 - Dislocation densities in S1C1A4 specimen undeformed.

Grain n°	$\rho_{\text{ngb}} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	4.6	2.1	3.3
2	3.5	2.9	3.2
3	3.1	4.0	3.6
4	1.7	1.3	1.5
5	6.2	7.8	7.0
average	3.8 (± 1.7)	3.6 (± 2.5)	3.7 (± 2.0)

Tableau 8 - Densités de dislocations à 2 % de déformation dans l'échantillon S1C1A4.

Table 8 - Dislocation densities in S1C1A4 specimen deformed at 2 %.

Grain n°	$\rho_{\text{ngb}} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	40.4	25.0	32.6
2	16.7	15.5	16.1
3	19.5	20.2	19.8
4	22.4	15.0	18.7
5	43.8	40.8	42.3
average	28.6 (± 12.6)	23.3 (± 10.6)	25.9 (± 11.2)

Tableau 9 - Densités de dislocations à 5 % de déformation dans l'échantillon S1C1A4.

Table 9 - Dislocation densities in S1C1A4 specimen deformed at 5 %.

Grain n°	$\rho_{\text{ngb}} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	30.3	27.4	28.8
2	45.5	52.2	48.8
3	57.3	54.8	56.0
4	60.4	70.6	65.5
5	55.7	45.8	50.7
average	49.8 (± 12.3)	50.2 (± 15.7)	50.0 (± 13.5)

- Résultats des mesures de densités de dislocations dans l'échantillon S1C2A4 :

Tableau 10 - Densités de dislocations à 0 % de déformation dans l'échantillon S1C2A4.

Table 10 - Dislocation densities in S1C2A4 specimen undeformed.

Grain n°	$\rho_{ngb} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	6.1	3.4	4.7
2	0.9	1.4	1.2
3	2.3	1.6	1.9
4	1.5	1.8	1.7
5	2.6	2.6	2.6
average	2.7 (\pm 2.0)	2.2 (\pm 0.8)	2.4 (\pm 1.4)

Tableau 11 - Densités de dislocations à 2 % de déformation dans l'échantillon S1C2A4.

Table 11 - Dislocation densities in S1C2A4 specimen at 2 % deformation.

Grain n°	$\rho_{ngb} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	21.9	20.6	21.3
2	28.5	25.0	26.8
3	31.4	36.8	34.1
4	17.8	16.0	16.9
5	23.9	23.9	23.9
average	24.7 (\pm 5.4)	24.5 (\pm 7.7)	24.6 (\pm 6.4)

Tableau 12 - Densités de dislocations à 5 % de déformation dans l'échantillon S1C2A4.

Table 12 - Dislocation densities in S1C2A4 specimen deformed at 5 %.

Grain n°	$\rho_{ngb} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	51.5	38.2	44.9
2	37.5	53.9	45.7
3	41.8	42.7	42.2
4	54.9	51.3	53.1
5	64.9	62.8	63.9
average	50.1 (\pm 10.8)	49.8 (\pm 9.7)	50.0 (\pm 8.8)

- Résultats des mesures de densités de dislocations dans l'échantillon S3C1A4 :

Tableau 13 - Densités de dislocations à 0 % de déformation dans l'échantillon S3C1A4.

Table 13 - Dislocation densities in S3C1A4 specimen undeformed.

Grain n°	$\rho_{\text{ngb}} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	5.9	1.5	3.7
2	1.5	1.7	1.6
3	2.9	2.9	2.9
4	4.8	2.2	3.5
5	3.0	4.8	3.9
average	3.6 (± 1.5)	2.6 (± 1.2)	3.1 (± 0.8)

Tableau 14 - Densités de dislocations à 2 % de déformation dans l'échantillon S3C1A4.

Table 14 - Dislocation densities in S3C1A4 specimen deformed at 2 %.

Grain n°	$\rho_{\text{ngb}} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	22.6	14.5	18.5
2	12.9	19.8	15.9
3	27.2	15.3	21.3
4	45.5	29.7	37.6
5	26.4	27.4	26.9
average	26.9 (± 10.6)	21.3 (± 6.2)	24.0 (± 7.7)

Tableau 15 - Densités de dislocations à 5 % de déformation dans l'échantillon S3C1A4.

Table 15 - Dislocation densities in S3C1A4 specimen deformed at 5 %.

Grain n°	$\rho_{\text{ngb}} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	85.7	51.0	68.4
2	55.1	67.6	61.3
3	45.0	75.8	60.4
4	52.7	73.5	63.1
5	69.3	75.3	72.3
average	61.6 (± 14.4)	68.6 (± 9.3)	65.1 (± 4.5)

- Résultats des mesures de densités de dislocations dans l'échantillon TEST :

Tableau 16 - Densités de dislocations à 0 % de déformation dans l'échantillon TEST.

Table 16 - Dislocation densities in TEST specimen undeformed.

Grain n°	$\rho_{ngb} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	5.18	2.8	4.6
2	4.2	2.0	2.6
3	1.2	0.8	1.0
4	0.4	2.4	2.0
5	1.0	1.0	1.0
average	2.4 (± 1.8)	2.2 (± 1.2)	2.2 (± 1.4)

Tableau 17 - Densités de dislocations à 2 % de déformation dans l'échantillon TEST.

Table 17 - Dislocation densities in TEST specimen deformed at 2 %.

Grain n°	$\rho_{ngb} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	2.2	3.1	2.7
2	4.0	2.1	3.0
3	16.2	19.6	18.0
4	8.5	5.6	6.8
5	8.7	12.9	10.8
average	7.9 (± 4.8)	8.5 (± 6.7)	8.3 (± 5.7)

Tableau 18 - Densités de dislocations à 5 % de déformation dans l'échantillon TEST.

Table 18 - Dislocation densities in TEST specimen deformed at 5 %.

Grain n°	$\rho_{ngb} (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_c (10^8 \text{ cm}^{-2})$	$\rho_T (10^8 \text{ cm}^{-2})$
1	23.6	32.8	28.2
2	11.2	19.0	18.5
3	23.0	23.0	23.0
4	28.2	21.8	25.0
5	16.4	19.2	17.8
average	20.4 (± 6.0)	23.2 (± 5.0)	22.4 (± 4.0)

ANNEXE 5

- Résultats des mesures de tailles de cellules de dislocations dans l'échantillon TEST :

Tableau 19 – Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon TEST à 10 % de déformation.

Table 19 – Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in TEST deformed at 10 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	1.69 (± 0.50)	1.37 (± 0.47)	1.48 (± 0.30)	0.87	6
2	1.54 (± 0.39)	0.88 (± 0.11)	1.15 (± 0.16)	0.62	5
3	1.31 (± 0.45)	1.01 (± 0.15)	1.14 (± 0.26)	0.81	6
4	1.70 (± 0.71)	0.91 (± 0.20)	1.17 (± 0.32)	0.65	7
average	1.56 (± 0.18)	1.12 (± 0.38)	1.23 (± 0.14)	0.73	24

Tableau 20 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon TEST à 15 % de déformation.

Table 20 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in TEST deformed at 15 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	1.49 (± 0.45)	0.84 (± 0.19)	1.10 (± 0.22)	0.63	14
2	1.70 (± 0.47)	0.71 (± 0.23)	1.10 (± 0.33)	0.41	8
3	1.73 (± 0.20)	0.63 (± 0.10)	1.04 (± 0.14)	0.36	7
4	1.95 (± 0.70)	0.54 (± 0.17)	0.99 (± 0.18)	0.32	7
average	1.72 (± 0.18)	0.68 (± 0.12)	1.07 (± 0.23)	0.43	36

Tableau 21 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon TEST à 20 % de déformation.

Table 21 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in TEST deformed at 20 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	0.94 (± 0.20)	0.89 (± 0.17)	0.90 (± 0.11)	1.01	9
2	1.68 (± 0.52)	1.09 (± 0.25)	1.36 (± 0.29)	0.68	7
3	2.76 (± 0.44)	0.98 (± 0.10)	1.63 (± 0.04)	0.36	9
4	2.60 (± 0.28)	1.03 (± 0.27)	1.65 (± 0.27)	0.39	4
average	2.00 (± 0.8)	1.00 (± 0.08)	1.23 (± 0.38)	0.61	29

- Résultats des mesures de tailles de cellules de dislocations dans l'échantillon S1C1A1:

Tableau 22 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon S1C1A1 à 10 % de déformation.

Table 22 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in S1C1A1 deformed at 10 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	1.65 (± 0.54)	0.92 (± 0.21)	1.23	0.56	15
2	1.77 (± 0.43)	0.97 (± 0.25)	1.31	0.55	10
3	1.33 (± 0.31)	0.95 (± 0.24)	1.12	0.71	6
4	1.50 (± 0.62)	1.11 (± 0.19)	1.29	0.74	8
average	1.60 (± 0.51)	0.98 (± 0.24)	1.23 (± 0.26)	0.67	39

Tableau 23 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon S1C1A1 à 15 % de déformation.

Table 23 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in S1C1A1 deformed at 15 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	2.46 (± 0.82)	0.62 (± 0.19)	1.19	0.30	8
2	1.72 (± 0.51)	0.93 (± 0.30)	1.23	0.59	5
3	1.94 (± 1.13)	0.76 (± 0.34)	1.10	0.61	7
4	1.72 (± 0.41)	0.78 (± 0.36)	1.13	0.50	7
average	1.99 (± 0.80)	0.76 (± 0.30)	1.15 (± 0.17)	0.49	27

Tableau 24 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon S1C1A1 à 20 % de déformation.

Table 24 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in S1C1A1 deformed at 20 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	1.76 (± 0.88)	0.76 (± 0.30)	1.10	0.50	11
2	/	/	/	/	/
3	2.42 (± 0.74)	0.78 (± 0.20)	1.36	0.35	9
4	2.74 (± 0.51)	1.10 (± 0.47)	1.70	0.41	10
average	2.29 (± 0.82)	0.88 (± 0.37)	1.38 (± 0.40)	0.43	30

- Résultats des mesures de tailles de cellules de dislocations dans l'échantillon S3C1A4:

Tableau 25 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon S3C1A4 à 10 % de déformation.

Table 25 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in S3C1A4 deformed at 10 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	2.97 (\pm 1.21)	1.11 (\pm 0.21)	1.81	0.45	4
2	2.76 (\pm 0.26)	1.28 (\pm 0.50)	1.85	0.47	5
3	1.98 (\pm 0.47)	1.06 (\pm 0.49)	1.40	0.59	7
4	/	/	/	/	/
average	2.47 (\pm 0.79)	1.14 (\pm 0.43)	1.64 (\pm 0.43)	0.51	16

Tableau 26 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon S3C1A4 à 15 % de déformation.

Table 26 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in S3C1A4 deformed at 15 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	2.10 (\pm 0.38)	0.89 (\pm 0.10)	1.36	0.43	7
2	1.70 (\pm 0.47)	0.65 (\pm 0.27)	1.01	0.43	9
3	2.42 (\pm 0.48)	0.94 (\pm 0.10)	1.50	0.40	6
4	1.64 (\pm 0.65)	0.95 (\pm 0.17)	1.22	0.65	10
average	1.90 (\pm 0.58)	0.85 (\pm 0.22)	1.25 (\pm 0.26)	0.50	32

Tableau 27 - Résultats des mesures des distances L_1 et L_2 dans l'échantillon S3C1A4 à 20 % de déformation.

Table 27 - Results of measurements of both the distances L_1 and L_2 in S3C1A4 deformed at 20 %.

Grain	L_1 in μm	L_2 in μm	$d_c = (L_1 \times L_2)^{0.5}$ in μm	f_g $=L_2/L_1$	Number of measurements
1	2.82 (\pm 0.82)	0.67 (\pm 0.15)	1.35	0.26	4
2	2.17 (\pm 0.42)	0.77 (\pm 0.18)	1.27	0.37	7
3	2.70 (\pm 0.61)	1.09 (\pm 0.25)	1.69	0.43	10
4	1.98 (\pm 0.51)	0.78 (\pm 0.18)	1.23	0.42	7
average	2.39 (\pm 0.64)	0.86 (\pm 0.25)	1.41 (\pm 0.29)	0.39	28

ANNEXE 6

1/ Détails des données pour le calcul de σ_{PCT}^1 :

Specimen	$R_{P0.2}$ in MPa	Ti precipitated in ppm	f_{VTIX} 10^{-4}	\bar{r} in nm	L in μm	σ_{PCT}^1 in MPa
S1C1A1	77	144	2.51	65	5.4	7.5
S1C1A2	102	135	2.36	75	6.5	6.5
S1C1A3	100	254	4.43	47	2.9	13.0
S1C1A4	115	271	4.73	44	2.7	14.2
S1C2A4	133	322	5.62	35	1.9	18.6
S3C1A1	89	133	2.32	34	2.9	12.2
S3C1A3	115	325	5.67	31	1.7	20.6
S3C1A4	132	257	4.48	26	1.6	21.0

2/ Détails des données pour le calcul de σ_{PCT}^2 :

Tableau 28 – Paramètres pour le calcul de la contribution σ_{PCT}^2 des échantillons S1C1A1 et S1C1A2.

Table 28 – Parameters for calculating the precipitation contribution σ_{PCT}^2 for samples S1C1A1 and S1C1A2.

S1C1A1	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC	S1C1A2	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC
Ti in ppm	107.7	36.3	/	Ti in ppm	105.9	29.1	/
% vol	81	19	/	% vol	84	16	/
f_{VTIX} 10^{-4}	1.82	0.82	/	f_{VTIX} 10^{-4}	1.79	0.66	/
\bar{r} in nm	76	41	/	\bar{r} in nm	79	60	/
L in μm	8.1	6.5	/	L in μm	8.5	10.6	/
σ_{PCT}^2 in MPa	5.3	6.1	/	σ_{PCT}^2 in MPa	5.3	4.1	/

Tableau 29 – Paramètres pour le calcul de la contribution σ_{PCT}^2 des échantillons S1C1A3 et S1C1A4.

Table 29 - Parameters for calculating the precipitation contribution σ_{PCT}^2 for samples S1C1A3 and S1C1A4.

S1C1A3	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC	S1C1A4	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC
Ti in ppm	86.4	166.7	0.9	Ti in ppm	111.3	154.4	5.3
% vol	42.5	57	0.5	% vol	49.6	47.8	2.6
f_{VTIX} 10^{-4}	1.46	3.77	0.014	f_{VTIX} 10^{-4}	1.88	3.49	0.08
\bar{r} in nm	74	37	7	\bar{r} in nm	89	31	14
L in μm	8.8	2.7	8.5	L in μm	9.3	2.4	7.1
σ_{PCT}^2 in MPa	5.1	14.3	3.1	σ_{PCT}^2 in MPa	4.9	15.8	4.4

Tableau 30 - Paramètres pour le calcul de la contribution σ_{PCT}^2 des échantillons S1C2A4 et S3C1A1.

Table 30 - Parameters for calculating the precipitation contribution σ_{PCT}^2 for samples S1C2A4 and S3C1A1.

S1C2A4	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC	S3C1A1	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC
Ti in ppm	96.1	209.4	16.5	Ti in ppm	88.6	35.4	9.0
% vol	37	56	7	% vol	72	20	8
f_{VTIX} 10^{-4}	1.62	4.73	0.26	f_{VTIX} 10^{-4}	1.50	0.80	0.14
\bar{r} in nm	99	34	9	\bar{r} in nm	45	33	10
L in μm	11.2	2.2	2.5	L in μm	5.3	5.3	3.8
σ_{PCT}^2 in MPa	4.2	17.1	11.1	σ_{PCT}^2 in MPa	7.7	7.2	7.5

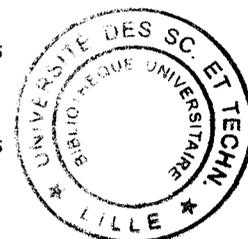


Tableau 31 - Paramètres pour le calcul de la contribution σ_{PCT}^2 des échantillons S3C1A3 et S3C1A4.

Table 31 - Parameters for calculating the precipitation contribution σ_{PCT}^2 for samples S3C1A3 and S3C1A4.

S3C1A3	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC	S3C1A4	Ti ₄ C ₂ S ₂	TiFeP	TiC
Ti in ppm	10	262.7	52.3	Ti in ppm	25.6	204.4	26.9
% vol	4	73	23	% vol	13	72	15
f_{VTIX} 10^{-4}	0.17	5.90	0.83	f_{VTIX} 10^{-4}	0.43	4.62	0.42
\bar{r} in nm	33	40	15	\bar{r} in nm	23	37	11
L in μm	11.5	2.4	2.3	L in μm	5.0	2.5	2.4
σ_{PCT}^2 in MPa	3.3	16.8	13.6	σ_{PCT}^2 in MPa	7.1	15.8	12.2