

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M.Ing.

PAR
MARJOLAINE CÔTÉ

ÉTUDE DES CINÉTIQUES DE TRANSFORMATION DE PHASE D'UN ACIER
INOXYDABLE MARTENSITIQUE 13%Cr-4%Ni

MONTRÉAL, LE 23 MAI 2007

(c) droits réservés de Marjolaine Côté

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Philippe Bocher, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Jacques Lanteigne, codirecteur de mémoire
Département de mécanique, métallurgie et civil
à l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec

M. Henri Champlaud, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Victor Songmene, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC
LE 19 AVRIL 2007
À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

ÉTUDE DES CINÉTIQUES DE TRANSFORMATION DE PHASE D'UN ACIER INOXYDABLE MARTENSITIQUE 13%CR-4%NI

Marjolaine Côté

SOMMAIRE

Ce projet de recherche a pour but d'étudier les cinétiques de transformation de phase de l'acier inoxydable martensitique S41500 afin de développer un modèle mathématique de prédiction des déformations et changements volumétriques associés à un historique thermique. Ces quantités de déformations associées aux changements de phase de cet acier seront ensuite importées dans un code maison de simulation des assemblages soudés par la méthode des éléments finis. Des essais dilatométriques ont été effectués en déformation libre à l'aide de dilatomètres de précision pour connaître les propriétés dilatométriques de base de l'acier. Ultérieurement, ces résultats seront comparés à d'autres essais simulant les conditions observées dans un cordon de soudure.

Ce travail a consisté à développer une méthodologie expérimentale qui caractérise la métallurgie de l'acier, ses propriétés et les changements volumétriques en fonction de la température. Des essais de traction réalisés au refroidissement ont été faits pour démontrer que les propriétés mécaniques ne sont pas les mêmes qu'au chauffage. Ensuite les essais dilatométriques en déformation libre ont été réalisés à différents taux de chauffage et de refroidissement sur des échantillons prélevés dans la direction travers court (**T**) et longitudinale (**L**) de la plaque. Ces cycles thermiques étaient parfois répétés jusqu'à trois fois sur le même échantillon pour évaluer le comportement de l'hystérésis déformation-température. La caractérisation des fractions volumiques des phases des états initial et final des essais est effectuée par la diffraction des rayons X. Ces données ont ensuite été traitées avec le modèle mathématique développé pour faire ressortir l'évolution des fractions volumiques des espèces puis le changement volumétrique dû à la seule transformation de phase.

Les courbes dilatométriques et les résultats du traitement mathématique ont démontré que la déformation associée à la transformation martensitique s'effectue probablement dans une orientation préférentielle. La valeur moyenne de la fraction volumique de l'austénite transformée calculée après un cycle à 5°C/min dans les orientations **T** et **L** de **14.71%** est très près de celle obtenue par la technique de diffraction des rayons X de **13.73%**. Ce résultat a permis de valider que le calcul de la fraction volumique des espèces est adéquat. Toutefois, une révision du modèle est essentielle pour tenir compte de l'anisotropie du changement volumétrique lors des changements de phase. Il est suggéré d'utiliser la technique des figures de pôles pour vérifier l'orientation des plans cristallographiques des phases. De plus, l'obtention d'un équipement dilatométrique de précision pouvant reproduire les cycles thermiques et mécaniques observés au soudage est souhaitée pour améliorer le modèle mathématique.

PHASE TRANSFORMATION KINETICS STUDY OF 13%Cr-4%Ni MARTENSITIC STAINLESS STEEL

Marjolaine Côté

ABSTRACT

The main objective of this research project is to study the phase transformation kinetics of a S41500 martensitic stainless steel in order to develop a mathematical model that will predict the dimensional changes as a function of thermal history. The phase transformation induced plasticity of this steel will then be integrated to a home made weld simulation finite element code. Free thermal strain cycle experiments were undertaken with a high sensitivity dilatometer that provided the reference behavior and properties of this steel. The results were then compared with similar experiments representing well actual field weld conditions. Consequently, previous experiments should be achieved to acquire the experimental variables such as the internal stress value evolution during the weld cooling.

An innovative experimental approach was developed to fully characterize the metallurgical properties of the steel such as the dimensional changes undergone during thermal incursions. Tensile tests were conducted during cooling to evidence mechanical properties that were different from those previously obtained upon heating. Free thermal strain cycles at various heating and cooling rates were then performed on samples machined in the short transverse (T) and in the longitudinal (L) orientation of the rolled steel plate. Some of these tests had up to three thermal run in order to well estimate the strain-temperature hysteresis. Austenite phase volume proportion at initial and final state of the tests was determined by the X-Ray diffraction technique. The results were all treated with the mathematic model to assess the phase proportion and the dimensional change caused by the phase transformation.

The mathematic model, whose estimations are based on the dilatometric curves, led to the observation that the strain associated with the martensitic transformation could likely have a preferred orientation. The austenite volume fraction at the end of the first thermal run at 5°C/min was estimated as **14.71%** (average for T and L orientations), which is quite similar to the X-Ray measurement previously established at **13.73%**. Those two closely related data suggest that the model is adequate for predicting phase proportion. However it has to be revised to reflect the fact that dimensional changes due to phase transformation are anisotropic. X-Ray pole figure determination is recommended to show up the preferred orientation of the crystallographic planes of the austenite. To better describe welding conditions and to improve the mathematical tool, the use of a mechanical thermal analyzer, with the ability to run thermal and mechanical cycle at once, also is highly recommended.

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à exprimer mes sincères remerciements à mon codirecteur de recherche, M. Jacques Lanteigne, pour sa disponibilité, sa grande générosité et ses conseils qui ont été nombreux et importants. Ce mémoire n'aurait jamais vu le jour sans le soutien constant qu'il m'a manifesté tout au long de ce projet de recherche.

Je voudrais également remercier M. Philippe Bocher, mon directeur de recherche, pour ses précieux conseils, ses encouragements et ainsi que la confiance qu'il m'a témoignée.

Des remerciements spéciaux vont également à M. Carlo Baillargeon dont l'aide précieuse m'a été indispensable sur le plan technique. Son expérience et sa grande compétence ont permis l'accomplissement avec rigueur des travaux.

Je tiens à remercier l'ensemble de l'équipe de travail à l'Institut de recherche D'Hydro-Québec que j'ai côtoyé avec bonheur durant ces trois dernières années pour leur gentillesse et leur soutien.

Je désire aussi remercier la compagnie Pratt & Whitney Canada et plus particulièrement mes supérieurs immédiats pour avoir su m'accorder du temps et de la compréhension.

J'offre également mes remerciements à M. André Moreau et ses collègues de l'Institut des Matériaux Industriels de Boucherville (IMI-CNRC) pour m'avoir permis d'utiliser leurs équipements dont le GLEEBLE et de l'intérêt qu'ils ont manifesté dans ce projet.

Je remercie l'Institut de recherche d'Hydro-Québec et l'École de technologie supérieure pour leur soutien financier.

Mes plus chaleureux remerciements pour leur inestimable support moral vont à ma famille et amis auxquels je dédie mon mémoire. Ces encouragements ont alimenté ma persévérance tout au long de la réalisation de ces travaux.

Et pour terminer, je tiens à dédier tout ce travail à la mémoire d'un être exceptionnel, le Professeur Michel Galopin décédé le 16 février 2007 dernier, dont j'ai eu la grande fierté de connaître dès ma tendre enfance, qui a su me transmettre sa passion du travail bien accompli et qui m'a encouragée à suivre des études en génie à l'ÉTS. Merci Michel!

TABLE DES MATIÈRES

SOMMAIRE.....	i
ABSTRACT.....	ii
REMERCIEMENTS.....	iii
LISTE DES TABLEAUX.....	viii
LISTE DES FIGURES.....	xi
LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES.....	xvi
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	4
1.1 Introduction à la métallurgie du soudage des aciers martensitiques 13%Cr-4%Ni	4
1.1.1 Généralités des aciers inoxydables supermartensitiques 13%Cr-4%Ni.....	5
1.1.1.1 Phases et leur rôle.....	6
1.1.1.2 Éléments d'alliages des aciers supermartensitiques.....	11
1.2 Interaction des transformations de phase et des contraintes résiduelles lors du soudage.....	18
1.2.1 Influence des transformations de phase sur les contraintes résiduelles ...	21
1.2.2 Influence des contraintes sur les transformations de phase	24
1.3 Simulation numérique des changements volumétriques lors des transformations de phase.....	27
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE DE CARACTÉRISATION ET D'EXPÉRIMENTATION	30
2.1 Matériau et préparation des échantillons.....	31
2.1.1 Composition chimique	31
2.1.2 Géométrie des éprouvettes	31
2.1.2.1 Échantillons pour les essais de traction sur le banc d'essai servo-hydraulique INSTRON.....	32
2.1.2.2 Échantillons pour les essais au GLEEBLE 3500.....	32
2.1.2.3 Échantillons pour les essais au TMA.....	33
2.1.3 Polissage.....	33
2.1.3.1 Polissage conventionnel.....	34

2.1.3.2	VibroMet.....	34
2.1.3.3	Électropolissage.....	35
2.2	Mesure des propriétés mécaniques en traction au refroidissement après austénitisation.....	36
2.3	Mesures des cinétiques de transformation de phase et changements volumiques induits.....	39
2.3.1	Mesures de dilatométrie sans application de charge externe.....	39
2.3.1.1	GLEEBLE.....	40
2.3.1.2	TMA.....	41
2.3.2	Mesures de dilatométrie avec application de charge externe.....	43
2.4	Mesures des proportions de phases.....	44
2.4.1	Microscopie optique.....	44
2.4.2	Microscopie électronique à balayage (MEB) et imagerie de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).....	45
2.4.3	Diffraction des rayons X (XRD).....	46
2.4.4	Laser-Ultrason interférométrie.....	47
CHAPITRE 3 RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION DES CINÉTIQUES DE TRANSFORMATION DE PHASE.....		51
3.1	Mesures de la limite d'élasticité du matériau au refroidissement après austénitisation.....	51
3.2	Interprétation des cinétiques de transformation de phase.....	57
3.2.1	Dilatométrie sans application de charge externe.....	57
3.2.1.1	GLEEBLE.....	57
3.2.1.2	TMA.....	61
3.2.1.3	Comparaison entre les essais du TMA et du GLEEBLE.....	71
3.2.2	Dilatométrie après application de charge externe.....	73
3.2.3	Synthèse des résultats dilatométriques.....	77
3.3	Identification des proportions de phase.....	80
3.3.1	Microscope optique, microscope électronique à balayage (MEB) et cartographie de l'orientation cristallographique par la diffraction d'électrons rétro-diffusés (Electron back scattering diffraction (EBSD)).....	80
3.3.2	Diffraction des rayons X.....	84
3.3.3	Synthèse de la technique d'identification des phases.....	86

CHAPITRE 4 TRAITEMENT MATHÉMATIQUE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	87
4.1 Principe et objectifs du modèle mathématique	87
4.2 Hypothèses et limitations du modèle mathématique.....	90
4.3 Démarche du traitement mathématique des résultats expérimentaux	94
4.3.1 Phase I et II - Calculs des coefficients d'expansion thermique des phases	94
4.3.2 Évolution des changements linéiques, des changements volumétriques et de la fraction volumique des espèces durant un essai dilatométrique..	96
4.3.2.1 Phase III - La transformation austénitique.....	97
4.3.2.2 Phase IV - La transformation martensitique.....	101
4.4 Traitement mathématique des données expérimentales avec le modèle.....	105
4.4.1 Évaluation des coefficients d'expansion thermique.....	106
4.4.2 Évaluation des données graphiques	109
4.4.2.1 Évolution de la déformation due à l'expansion thermique.....	109
4.4.2.2 Évolution de la déformation due à la transformation de phase.....	111
4.4.2.3 Évolution de la fraction volumique de l'austénite.....	112
4.4.3 Validation du calcul de l'austénite résiduelle	114
4.4.4 Calcul du changement volumétrique.....	117
4.5 Discussion des résultats mathématiques	121
CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	124
ANNEXE A INFORMATIONS UTILES AUX ESSAIS EXPÉRIMENTAUX	129
ANNEXE B EXPLICATIONS DU COMPORTEMENT DES EXTENSOMÈTRES AU GLEEBLE.....	137
ANNEXE C RAPPORT SOMMAIRE DES MESURES D'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE PAR PROTO MANUFACTURING LTD.	141
ANNEXE D PROGRAMME FORTRAN DE TRAITEMENT DES COURBES DILATOMÉTRIQUES	143
ANNEXE E IDENTIFICATION DES ÉCHANTILLONS	164
RÉFÉRENCES.....	167

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I	Limites de composition des éléments C, Cr, Ni et Mo (%poids) d'un acier martensitique, d'un acier duplex et d'un acier inoxydable supermartensitique [1, 2].....	6
Tableau II	Résumé des essais de mesure de la limite d'élasticité de l'acier S41500 après austénitisation en fonction de la température (voir Figure 15).....	38
Tableau III	Résumé des essais au GLEEBLE de l'IMI.....	41
Tableau IV	Résumé des essais de dilatométrie réalisés avec le TMA-7 selon la norme ASTM E831.....	42
Tableau V	Cycle 1 sur le banc d'essai INSTRON.....	43
Tableau VI	Cycles 2 et 3 sur le TMA.....	43
Tableau VII	Résumé des échantillons analysés aux rayons X selon la norme SAE STP453.....	47
Tableau VIII	Condition des échantillons et valeurs des limites d'élasticité tangente (R_e) et conventionnelle ($R_{e0,2\%}$) des essais de traction réalisés à 20°C.....	53
Tableau IX	Récapitulation des cycles de contraintes représentant les valeurs des contraintes d'essais appliquées pour les essais de la section 2.3.2.....	56
Tableau X	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues aux Figure 21 et Figure 22	61
Tableau XI	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues de la Figure 24.....	64
Tableau XII	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues des Figure 25 et Figure 26.....	66
Tableau XIII	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues de la Figure 28.....	69

Tableau XIV	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues de la Figure 29.....	70
Tableau XV	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues à la Figure 30.....	72
Tableau XVI	Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues aux Figure 31 et Figure 32.....	76
Tableau XVII	Résultats expérimentaux des mesures d'austénite résiduelle par diffraction des rayons X. Les essais ont été réalisés par Proto Manufacturing Limited en date du 2 nov 2005.....	85
Tableau XVIII	Valeurs des coefficients d'expansion thermique de l'austénite et de la martensite obtenues par le traitement mathématique des courbes expérimentales à 5°C/min.....	107
Tableau XIX	Valeurs des coefficients d'expansion thermique de l'austénite et de la martensite obtenus par le traitement mathématique des courbes expérimentales à 1°C/min.....	108
Tableau XX	Résumé des valeurs calculées de la fraction volumique de l'austénite transformée par le modèle mathématique des essais à 5°C/min dans la direction travers court et longitudinale.....	117
Tableau XXI	Résumé des valeurs calculées du changement volumétrique associé à la seule transformation de phase et du changement volumétrique total dû à la combinaison de la dilatation et de la transformation de 98.4% d'austénite des différents paramètres évalués lors des essais dilatométriques.....	118
Tableau XXII	Composition chimique de l'acier inoxydable martensitique non standard CA-6NM et S41500.....	130
Tableau XXIII	Dimensions en mm des échantillons de type A servant aux mesures de Re _{0,2%} suivant la norme ASTM E 8M.....	131
Tableau XXIV	Procédure de polissage de l'acier martensitique CA-6NM et S41500 par méthode conventionnelle avec les produits Struers.....	132
Tableau XXV	Procédure de polissage de l'acier S41500 au VibroMet® avec les produits Struers.....	133

Tableau XXVI	Paramètres pour le polissage électrolytique de l'acier S41500 (Ref. Struers).....	133
Tableau XXVII	Composition des réactifs servant à faire une attaque chimique colorée.....	136
Tableau XXVIII	Identification des équivalences des échantillons avec le rapport IREQ-06-0174.....	165

LISTE DES FIGURES

Figure 1	Modèle de Bain démontrant la transformation $\gamma \rightarrow M$; a) formation d'un réseau quadratique centré de la martensite à partir de deux réseaux d'austénite cubiques faces centrées imbriqués; b) Maille de martensite seule.....	7
Figure 2	Schéma représentant le cisaillement et l'augmentation de volume du réseau atomique lors de la transformation $\gamma \rightarrow M$	8
Figure 3	Progression de la formation de lamelles de martensite dans un grain d'austénite primaire.....	8
Figure 4	Schéma du raffinement d'une structure contenant de la martensite et de l'austénite résiduelle après deux traitements thermiques de revenu; a) M_I après austénitisation; b) formation $\gamma_{\text{rév}}$ et présence de M_I lors du premier revenu; c) refroidissement du premier revenu; d) refroidissement du deuxième revenu (M_I : martensite non revenue; M_r : martensite revenue; $\gamma_{\text{rév}}$: austénite de réversion et $\gamma_{\text{rés}}$: austénite résiduelle).....	10
Figure 5	Réseau cubique centré (C.C.) de la ferrite- δ et de la ferrite- α	12
Figure 6	Profils de diagramme de phase ternaire Fe-Cr-C pour a) $C < 0,01\%$, b) $C = 0,05\%$ et c) $C = 0,1\%$	13
Figure 7	Influence des éléments d'alliage sur le domaine austénitique du diagramme de phase Fe-Cr dont l'ajout de molybdène réduit la zone austénitique ($0\%C$).....	14
Figure 8	Influence des éléments d'alliage sur le domaine austénitique du diagramme de phase Fe-Cr : dont l'ajout de Ni l'augmente ($0.05\%C$).....	15
Figure 9	Diagramme de phase expérimental Fe-Cr-Ni-Mo pour $C=0,01\%$ poids illustrant les frontières des phases austénite, martensite et ferrite- δ en fonction de la concentration en nickel et en chrome après austénitisation à 1050°C et refroidissement à l'air.....	17
Figure 10	Schéma de la variation typique de la microstructure dans une ZAT d'un acier quelconque.....	18

Figure 11	Schématisation des contraintes se formant au refroidissement d'un l'assemblage soudé a) Contraction longitudinale et transversale suite à la distribution non homogène de la température; b) Contraction et expansion suite à la transformation de phase de zones ayant vu des températures assez élevées.....	20
Figure 12	Démonstration de l'accumulation de contrainte dans des échantillons restreint en mouvement au refroidissement pour différents types d'acier austénitique (AISI 316), bainitique (2%Cr-1%Mo) et martensitique (9%Cr-1%Mo)	23
Figure 13	Graphique illustrant les différentes courbes de dilatation en fonction de l'application de contraintes en tension lors d'un refroidissement continu d'un acier outil 60 NCD.....	25
Figure 14	Déformation induite lors d'un changement de phase; a) diagramme d'un essai dilatométrique typique d'un acier; b) explication de l'équation de déformation thermique suivant la loi des mélanges lors d'une transformation de phase martensitique au refroidissement.....	29
Figure 15	Schématisation du cycle thermique d'austénitisation précédant les essais de traction servant à la mesure de la limite d'élasticité de l'acier S41500 à différentes températures au refroidissement.....	37
Figure 16	Illustration de l'appareil ayant servi aux mesures de diffraction des rayons X sur les échantillons B1 et B2 ayant subi différents cycles thermiques avec le Gleeble de l'IMI.....	47
Figure 17	Graphique illustrant que le module d'élasticité de trois aciers avec une microstructure différente, est semblable.....	49
Figure 18	Illustration de la limite d'élasticité du S41500 après austénitisation au refroidissement et les valeurs des contraintes d'essais de la section 2.3.2.....	52
Figure 19	Illustration de la déformation lors de deux essais de traction exécutés à 20°C; R_e est plus élevée et $R_{e0.2\%}$ est plus faible pour l'essai A7 (état tel que reçu) comparativement à A6 (austénitisé et refroidi rapidement) (Tableau VIII).....	53
Figure 20	Illustration de la différence du comportement de la limite d'élasticité conventionnelle ($R_{e0.2\%}$) au chauffage par opposition au refroidissement.....	55
Figure 21	Graphique démontrant que l'essai B2 donne une température de début de la transformation de phase austénitique et une déformation résiduelle plus élevée que l'essai B1	58

Figure 22	Illustration de la méthode graphique pour déterminer les températures a) de début de transformation austénitique, b) de début de transformation martensitique, c) de fin de transformation austénitique et d) de fin de transformation martensitique de la Figure 21.....	60
Figure 23	Démonstration de la répétitivité des cycles au TMA autant dans la direction travers court que longitudinale.....	62
Figure 24	Graphique illustrant deux échantillons n'ayant pas été prélevés dans la même direction et qui ont le même comportement dilatométrique sauf en ce qui concerne la déformation résiduelle.....	63
Figure 25	Graphique représentant le comportement dilatométrique d'un échantillon travers court qui, cycle après cycle, subit une augmentation de la déformation résiduelle.....	65
Figure 26	Graphique représentant le comportement dilatométrique d'un échantillon longitudinal qui, cycle après cycle, subit une diminution de la déformation résiduelle.....	66
Figure 27	Graphique démontrant qu'après un cycle, les débuts des 2 ^{ièmes} cycles possèdent le même comportement dilatométrique avant le début de transformation de phase austénitique.....	67
Figure 28	Démonstration que le comportement dilatométrique dans la direction travers court d'un cycle à 1°C/min n'est pas aussi précis que celui à 5°C/min lors de la transformation austénitique et durant la contraction de l'austénite au refroidissement.....	68
Figure 29	Démonstration que le comportement dilatométrique dans la direction longitudinale d'un cycle à 1°C/min n'est pas aussi précis que celui à 5°C/min lors de la transformation austénitique et durant la contraction de l'austénite au refroidissement.....	70
Figure 30	Graphique démontrant que deux cycles thermiques avec les mêmes taux de chauffage et refroidissement réalisés sur deux équipements différents n'obtiennent pas le même comportement dilatométrique, mais terminent avec quasi la même valeur de déformation résiduelle.....	72
Figure 31	Démonstration que les essais réalisés avec des cycles de température rapides donnent une déformation finale négative (ellipse rouge) lors d'un second cycle lent; l'effet de contrainte imposée s'observe lors de la transformation austénitique.....	75

Figure 32	Démonstration que lorsque l'origine du 3 ^{ième} cycle (2 ^{ième} cycle au TMA) est ramenée à zéro déformation, les courbes des essais avec et sans chargement sont superposables.....	76
Figure 33	Microscopie optique de l'échantillon 415-#1 de S41500 attaqué au Villelas pendant 15 secondes dont les ellipses représentent des grains qui pourraient être de l'austénite résiduelle; a)500X et b)1000X;.....	81
Figure 34	Analyse de l'échantillon 415-#1 de S41500 au MEB. Attaqué au Villelas 15 secondes; 500X.....	82
Figure 35	Analyse de l'échantillon 415-#1 de S41500 au MEB. Attaqué au Villelas 15 secondes; 4000X.....	82
Figure 36	Cartographies d'identification des phases d'un acier 415 tel que reçu; 10 000X.....	84
Figure 37	Exemple d'une courbe dilatométrique expérimentale de l'acier S41500 (essai B1) avec les différentes phases du programme mathématique associées aux domaines austénitique et austénito-martensitique stables	95
Figure 38	Illustration de la transformation austénitique, s'amorçant à 630°C et qui est complétée à 875°C pour un taux de chauffage de 5°C/min (essai B1).....	99
Figure 39	Illustration de la transformation martensitique à un taux de refroidissement de 5°C/min, depuis l'état austénitique (essai B1)...	103
Figure 40	Comparaison de la déformation due à l'expansion thermique de l'échantillon a) C1T1 et b) C1L1 (cycles 1 et 2) calculée avec le modèle mathématique.....	110
Figure 41	Comparaison de la déformation due à la transformation de phase de l'échantillon a) C1T1 et b) C1L1 (cycles 1 et 2) calculée avec le modèle mathématique.....	112
Figure 42	Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de l'austénite de l'échantillon a) C1T1 et b) C1L1 (cycles 1 et 2) calculée avec le modèle mathématique.....	113
Figure 43	Exemple de validation graphique du calcul de la fraction volumique transformée de l'austénite résiduelle.....	115
Figure 44	Comparaison a) de la déformation linéique et b) du changement volumétrique dû à la transformation de phase de l'échantillon C1T1 (cycles 1 et 2) calculées avec le modèle mathématique.....	118

Figure 45	Exemple de prélèvement d'échantillon utilisé pour les mesures de la limite d'élasticité après austénitisation à travers une plaque de S41500 suivant la norme ASTM E 8M (en portrait, échantillon de type A).....	130
Figure 46	Représentation des dimensions des échantillons de type A retrouvées au Tableau XXIII suivant.....	130
Figure 47	Indications du prélèvement des échantillons de type B dans la plaque S41500.....	131
Figure 48	Schéma démontrant le prélèvement des échantillons de type C utilisés au TMA dans un échantillon de type B : L est pour la direction longitudinale et T pour celle travers court	131
Figure 49	Exemple d'un VibroMet® de la compagnie Buehler que l'on retrouve dans les installations de l'IREQ.....	132
Figure 50	Échantillon subissant un cycle thermique typique en contrôle de force.....	134
Figure 51	Équipement GLEEBLE 3500® de DSI que l'on retrouve à l'IMI-CNRC de Boucherville.....	134
Figure 52	(a) Montage d'un échantillon S41500 à l'intérieur du GLEEBLE avec le dilatomètre Cgauge en quartz. Le thermocouple de contrôle est positionné entre les appuis du dilatomètre; (b) Montage avec le dilatomètre développé à l'IREQ pour effectuer des mesures sur la largeur et sur la longueur de l'échantillon; sur la photo, il est positionné pour mesurer dans la même direction que le Cgauge du GLEEBLE, donc sur la largeur de l'échantillon.....	135
Figure 53	a) Modèle TMA-7 de Perkin-Elmer® que l'on retrouve à l'IREQ; b) Échantillon de S41500 de type C installé avec le palpeur de quartz avant d'être descendu dans l'enceinte du four.....	135
Figure 54	(a) Schéma d'un montage pour effectuer des mesures EBSD (Electron BackScatter Diffraction); (b) Réflexion d'un faisceau primaire diffractant les patrons de Kikuchi caractérisant les structures atomiques.....	136
Figure 55	Démonstration du manque de contrôle de l'extensomètre Cgauge du GLEEBLE lors de cycles thermiques rapides.....	139

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES

Abréviations

AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
CC	Cubique Centrée
CFC	Cubique Faces Centrées
CNRC	Centre National de Recherche Canadien
DSI	Dynamic System Inc.
BCT	Tétragonale (Body Centered Tetragonal)
EBS	Analyse des orientations crystallographiques par diffraction des électrons rétrodiffusés (<i>Electron Back Scattering Diffraction</i>)
EDM	Machinage par électro-érosion (<i>Electrical Discharge Machining</i>)
ICP	Analyse par spectrométrie de masse (<i>Induction Couple Plasma</i>)
IMI	Institut des Matériaux Industriels
IREQ	Institut de Recherche en Électricité du Québec (Hydro-Québec)
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MET	Microscopie Électronique à Transmission
PH	Durcissement par précipitation (<i>Precipitation Hardening</i>)
SAE	Society of Automotive Engineers
TMA	Thermo-Mechanical Analyser
TRIP	Transformation plastique induite (Transformation Induced Plasticity)
XRD	Diffraction des rayons X (<i>X-Rays Diffraction</i>)
ZAT	Zone Affectée Thermiquement

Symboles

A_{c1}	Température de début de transformation austénitique
B	Bainite
C_{exp}	Coefficient d'expansion thermique
cm	Centimètre

$^{\circ}\text{C}$	Degré celcius
F	Contrainte de chargement
f^{γ}	Fraction volumique de l'austénite
f^M	Fraction volumique de la martensite
f^{γ}_{i-1}	Fraction volumique de l'austénite à la donnée précédente
f^M_{i-1}	Fraction volumique de la martensite à la donnée précédente
E^{γ}	Changement volumétrique total pour 100% de transformation d'austénite
E^M	Changement volumétrique total pour 100% de transformation de la martensite
$E^{\gamma}(T_i)$	Changement volumétrique total pour 100% de transformation d'austénite à une température i
$E^M(T_i)$	Changement volumétrique total pour 100% de transformation de la martensite à une température i
Gr	Grade
gr	Gramme
HCl	Acide chlorhydrique
Hz	Hertz
k	Phase quelconque
L	Longitudinale
M	Martensite
M_I	Martensite non revenue
M_R	Martensite revenue
$M \rightarrow \gamma$	Transformation austénitique
min	Minute
M_s	Température de début de transformation martensitique (<i>Martensite start</i>)
ml	Millilitre
mm	Millimètre
mN	Millinewton
P	Perlite
po	Pouce

®	Marque enregistrée (<i>Registered trade-mark</i>)
Re	Limite élastique réelle
Re _{0.2%}	Limite élastique à 0.2% de déformation élastique
sec	Seconde
T	Température
T_0	Température initiale
T_i	Température i
T_{i-1}	Température quelconque à la donnée précédente
T_{\max}	Température maximale
T	Travers court
V	Volume
V^A	Fraction volumique initiale de l'austénite
V^M	Fraction volumique initiale de la martensite
V_1	Vecteur de la différence de la valeur de la courbe de d'expansion thermique réelle au chauffage et la valeur de la courbe de la déformation expérimentale totale
V_2	Vecteur de la différence la valeur de la courbe de la déformation expérimentale totale et de la valeur de la courbe de d'expansion thermique réelle au refroidissement
Z	Numéro atomique

Symboles grecs

α'	Martensite
α	Ferrite
α	Coefficient d'expansion thermique
α^A	Coefficient d'expansion thermique de l'austénite
α^M	Coefficient d'expansion thermique de la martensite
α_0^A	Terme constant de l'équation parabolique du coefficient d'expansion thermique de l'austénite
α_0^M	Terme constant de l'équation parabolique du coefficient d'expansion thermique de la martensite

α_1^γ	Terme du premier degré de l'équation parabolique du coefficient d'expansion thermique de l'austénite
α_1^M	Terme du premier degré de l'équation parabolique du coefficient d'expansion thermique de la martensite
α_k^{th}	Coefficient d'expansion thermique d'une phase k
δ	Ferrite-delta
$\delta\varepsilon$	Variation de déformation
$\delta\varepsilon^{\text{dil}}$	Variation de déformation due à la dilatation
$\delta\varepsilon^{\text{trans}}$	Variation de déformation due à la transformation de phase
$\delta\varepsilon^{\text{dil}+}$	Variation de déformation due à la dilatation au chauffage
$\delta\varepsilon^{\text{trans}+}$	Variation de déformation due à la transformation de phase au chauffage
$\delta\varepsilon^{\text{dil}-}$	Variation de déformation due à la dilatation au refroidissement
$\delta\varepsilon^{\text{trans}-}$	Variation de déformation due à la transformation de phase au refroidissement
$\delta\varepsilon_i^+$	Variation de déformation quelconque au chauffage
$\delta\varepsilon_i^-$	Variation de déformation quelconque au refroidissement
δf_i^γ	Variation de la fraction volumique de l'austénite à une donnée i
δf_i^M	Variation de la fraction volumique de la martensite à une donnée i
δf_{i-1}^γ	Variation de la fraction volumique de l'austénite à la donnée précédente
δf_{i-1}^M	Variation de la fraction volumique de la martensite à la donnée précédente
δV	Variation de volume
$\delta \mathcal{G}_i^{\text{dil}}$	Variation du changement volumétrique dû à la dilatation d'une donnée i
$\delta \mathcal{G}_i^{\text{trans}}$	Variation du changement volumétrique dû à la transformation de phase d'une donnée i
$\delta \mathcal{G}_i^{\text{dil}+}$	Variation du changement volumétrique dû à la dilatation au chauffage d'une donnée i
$\delta \mathcal{G}_i^{\text{trans}+}$	Variation du changement volumétrique dû à la transformation de phase au chauffage d'une donnée i
$\delta \mathcal{G}_i^{\text{dil}-}$	Variation du changement volumétrique dû à la dilatation au refroidissement d'une donnée i

δg_i^{trans-}	Variation du changement volumétrique dû à la transformation de phase au refroidissement d'une donnée i
ε_0	Déformation initiale
ε_0^+	Déformation initiale au chauffage
ε_0^-	Déformation initiale au refroidissement
ε_i^+	Déformation quelconque au chauffage
ε_i^-	Déformation quelconque au refroidissement
ε_{i-1}^+	Déformation à la donnée précédente au chauffage
ε_{i-1}^-	Déformation à la donnée précédente au refroidissement
ε_{fin}	Déformation finale
ε_{ini}	Déformation initiale
ε_k^{th}	Déformation due à l'expansion thermique d'une phase k
ε_γ^{th}	Déformation due à l'expansion thermique de l'austénite
ε_M^{th}	Déformation due à l'expansion thermique de la martensite
$\dot{\varepsilon}^t$	Taux de déformation totale
$\dot{\varepsilon}^e$	Taux de déformation élastique
$\dot{\varepsilon}^{th}$	Taux de déformation thermique
$\dot{\varepsilon}^{cp}$	Taux de déformation plastique ou viscoplastique
$\dot{\varepsilon}^{tp}$	Taux de déformation transformation plastique
γ	Austénite
$\gamma_{rés}$	Austénite résiduelle
$\gamma_{rév}$	Austénite de réversion
$\gamma \rightarrow M$	Transformation martensitique
ΔT	Delta de température
ΔT	Delta du temps
μm	Micromètre
μs	Microseconde

INTRODUCTION

Suite à l'intérêt grandissant de l'industrie hydroélectrique d'optimiser la fabrication des roues de turbines en acier inoxydable supermartensitique 13%Cr-4%Ni, il est nécessaire d'évaluer l'influence du procédé de soudage sur les propriétés et la métallurgie de ces aciers. Il est bien connu que des contraintes résiduelles se développent généralement lors des opérations de soudage et que celles-ci peuvent favoriser la formation de fissures en service et conséquemment diminuer la durée de vie des roues de turbine. De ce fait, il importe de mieux comprendre et de pouvoir prédire leur formation.

Les outils de simulation numérique sont de plus en plus utilisés afin de prédire la microstructure et les propriétés résultantes de la fabrication de l'acier. Le succès du développement de tels outils repose sur leur capacité de prédire le plus précisément possible l'évolution de la microstructure du matériau. Dans le cas d'assemblages soudés, la transformation de phase lors du refroidissement influence l'état final des propriétés mécaniques et chimiques, et produit un changement volumétrique considérable dans la région proche du cordon de soudure. Ce changement volumétrique est une des principales sources des contraintes résiduelles. Puisque les contraintes résiduelles résultantes du procédé de soudage dans le matériau prennent forme dès le début du refroidissement à haute température, il faut également vérifier si cette accumulation de contraintes internes influence les cinétiques de transformation de phase martensitique.

L'objectif principal de cette étude est d'importer dans les codes de simulation du soudage des modèles précis de prévision de ces changements volumétriques en fonction de l'historique connu des températures. Dans un premier temps, une méthode expérimentale est développée dans le but d'obtenir le comportement dilatométrique de l'acier S41500 sous l'influence de différents paramètres. Ensuite, l'utilisation d'un modèle mathématique dissociera des courbes dilatométriques expérimentales la déformation associée à la transformation de phase de la déformation due à l'expansion

thermique. Il deviendra donc possible d'identifier l'influence des paramètres sur les cinétiques de transformation de phase et conséquemment sur les changements volumétriques. De plus, le traitement de ces données permettra de valider et d'améliorer le modèle mathématique.

La méthodologie proposée consiste à mesurer en premier lieu les propriétés et le comportement dilatométrique de référence du matériau soumis à divers paramètres tels des taux de chauffage et de refroidissement différents, plusieurs cycles thermiques consécutifs (dans l'éventualité de simuler le soudage multipasse) et différentes orientations de prélèvement des échantillons pour déterminer si la transformation de phase dans un produit laminé est isotrope. Également, l'application d'un chargement externe lors du refroidissement d'un cycle thermique équivalent à une passe de soudage est réalisée dans le but d'étudier les conséquences de la formation de contraintes internes sur la cinétique de transformation de phase. Avec l'équipement disponible, cette vérification est effectuée seulement sur un second cycle thermique stable et sans chargement. Pour ce faire, un chargement qui correspond à un certain pourcentage de la limite d'élasticité du matériau en fonction de la température appliquée. L'évolution de la microstructure doit aussi être déterminée pour permettre la compréhension des cinétiques de transformation de phase. La fraction volumique des phases est donc caractérisée à l'état initial et final des essais, et ce principalement par la technique de diffraction des rayons X.

En deuxième lieu, les données expérimentales sont traitées avec le modèle mathématique dans l'objectif de déterminer les propriétés de référence tels les coefficients d'expansion des phases. D'autre part, le calcul mathématique permet de séparer la déformation due à la transformation de phase en fonction de la température en retranchant de la déformation expérimentale la déformation reliée à l'expansion thermique des phases. Une analyse de calcul des déformations représentant le changement volumétrique dû à la transformation de phase et de l'évolution de fractions

volumiques des espèces est réalisée. Elle est aussi utilisée dans le rôle d'optimiser le modèle mathématique et de réviser les hypothèses simplificatrices s'il y a lieu.

Ce mémoire est divisé en quatre chapitres. Le premier contient une revue littéraire sur la métallurgie de l'alliage des aciers supermartensitiques, la formation des contraintes résiduelles lors du soudage et sa relation avec la transformation de phase de l'acier en général, et finalement les plus récents avancements dans la simulation numérique de l'interaction de ces phénomènes. Le chapitre deux décrit en détail la méthodologie expérimentale employée pour déterminer les propriétés mécaniques de l'acier supermartensitique S41500 en fonction de la température et pour obtenir les différents comportements dilatométriques sous l'influence des paramètres décrits précédemment. Le chapitre trois présente les données expérimentales des essais ainsi que les principales analyses. Le chapitre quatre présente l'étude des résultats calculés avec le traitement mathématique. Une discussion de ces résultats permet de statuer sur l'influence des différents paramètres sur les changements volumétriques, et donc conséquemment sur les cinétiques de transformation de phase. Ils serviront également à valider les calculs puis à optimiser le modèle. Finalement, une brève conclusion et des recommandations sont présentées pour résumer les principaux points et proposer de futurs travaux intégrant les cinétiques de transformation de phase, les changements volumétriques et les contraintes résiduelles de soudage de l'acier inoxydable supermartensitique S41500.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Le développement d'outils mathématiques dans le but de prévoir les propriétés des matériaux selon divers procédés de fabrication est en constante évolution. Désormais, en plus de simuler le comportement mécanique et thermique de ceux-ci, ces outils doivent pouvoir prendre en compte l'aspect métallurgique. En fait, les propriétés des matériaux sont directement reliées à la métallurgie de l'alliage et seulement une bonne prédiction de celles-ci permettra d'optimiser les processus de fabrication.

Dans les paragraphes qui suivent, un résumé des travaux qui traitent des prédictions des proportions de phase et des changements volumétriques durant le soudage est exposé. Tout d'abord, on présente la métallurgie de l'alliage. Les transformations de phase et les contraintes résiduelles obtenues durant le procédé de soudage d'acier martensitique sont également montrées. Ensuite, quelques programmes de simulation numérique permettant la prévision des changements volumétriques en fonction de l'historique thermique sont comparés. Les méthodes expérimentales qui ont servi à développer ces programmes sont présentées.

1.1 Introduction à la métallurgie du soudage des aciers martensitiques 13%Cr-4%Ni

Vers la fin des années 70, les aciers martensitiques ont commencé à remplacer les aciers au carbone dans l'application des équipements de gisement de pétrole et dans les applications reliées à l'environnement marin. Leur rapport poids-performance et leur résistance à la corrosion sont soit égaux ou soit meilleurs que la plupart des matériaux utilisés, et ce à un coût abordable. Cependant, la technique d'assemblage par soudage est également de plus en plus utilisée car plus rapide que la coulée et moins coûteuse. Le soudage des aciers martensitiques conventionnels est toutefois difficile car

la présence de carbone contribue à l'augmentation de la dureté des joints soudés et conséquemment à une diminution de la ténacité de ceux-ci. De ce fait, le raffinement de la composition des aciers martensitiques a évolué depuis plusieurs années dans le but d'améliorer leur facteur de soudabilité. Une diminution du taux de carbone puis l'ajout d'éléments favorisant la présence de la phase austénite (voir sections 1.1.1.1 et 1.1.1.2) après soudage permet d'améliorer la ténacité de ces joints soudés [3]. Cette nouvelle génération d'acier est appelée supermartensitique.

1.1.1 Généralités des aciers inoxydables supermartensitiques 13%Cr-4%Ni

Cette catégorie d'acier inoxydable dit supermartensitique permet de jumeler une bonne soudabilité à une bonne résistance mécanique tout en maintenant une excellente résistance à la corrosion. Ce nom leur a été attribué à cause de leur microstructure majoritairement composée de martensite (M ou α') dite adiabatique. Sa formation ne dépend que de la température atteinte sous la température de début de transformation martensitique (M_s) et non de la vitesse de refroidissement obtenue pour arriver à M_s [4]. La martensite dans les aciers martensitiques conventionnels n'est pas adiabatique, donc c'est la grande différence avec les aciers supermartensitiques. Les aciers supermartensitiques contiennent beaucoup d'éléments d'alliages dont l'effet est d'abaisser M_s [5]. Essentiellement, les aciers inoxydables supermartensitiques sont des aciers à base de chrome (Cr), de nickel (Ni) et de molybdène (Mo) ayant une faible concentration de carbone (C) (voir Tableau I). Le chrome est un élément important pour la résistance à la corrosion et l'ajout de nickel et molybdène est surtout pour compenser la diminution de carbone pour favoriser la formation d'austénite. Ces détails sont présentés à la section 1.1.1.2. Cela leur permet de conserver une bonne résistance mécanique tels les aciers martensitiques conventionnels comme le AISI 410 ainsi qu'un faible coût comparativement aux aciers duplex qui possèdent des teneurs en chrome plus élevées [1, 2]. En plus de ces principaux éléments, ces aciers possèdent une teneur

importante et contrôlée en silicium (Si), en cuivre (Cu), en titane (Ti), en manganèse (Mn) et en azote (N) [6]. Le rôle de chaque élément d'alliage est présenté à la section 1.1.1.2.

Tableau I

Limites de composition des éléments C, Cr, Ni et Mo (%poids) d'un acier martensitique, d'un acier duplex et d'un acier inoxydable supermartensitique [1, 2]

Alliages	C	Cr	Ni	Mo
AISI 410	0.15 max.	11.5-13.5	0	0
Duplex 2205	≤ 0.03	22	5	3
Acier inoxydable Supermartensitique	≈ 0.01	12	6	2.5

1.1.1.1 Phases et leur rôle

Lorsque l'on évalue la microstructure des aciers en fonction des cycles thermiques, il est primordial de comprendre le début, la progression et la fin de la transformation de phase. Les principales phases et constituants issus de la décomposition au refroidissement des aciers sont l'austénite (γ), la ferrite- α , la perlite (P), la bainite (B) et/ou la martensite (M). À la section 1.1.1.2, il sera introduit que pour une composition de 13%Cr-4%Ni-0,01%C-1%Mo, l'austénite se transforme généralement en martensite lors d'un refroidissement à l'air libre.

a) La martensite

Tel que mentionné précédemment, la transformation martensitique des aciers supermartensitiques se fait sans diffusion du carbone et ne dépend pas du temps. À la Figure 1-a, la formation de la martensite est schématisée au travers de deux réseaux

C.F.C. de l'austénite au départ de la transformation martensitique. Lors du refroidissement de l'austénite, qui possède un réseau cubique face centrée (CFC), celle-ci se transforme en martensite en un réseau quadratique centré (BCT) (Figure 1-b) [7, 8] avec une distorsion créée par la sursaturation du carbone. Le volume de la martensite est plus élevé que celui de l'austénite puisque sa densité est plus faible. Ce changement de densité est le résultat d'un retour à l'équilibre thermodynamique de la transformation allotropique de l'austénite. L'emprisonnement du carbone dans la structure quadratique de la martensite diminue le mouvement des dislocations, ce qui rend la martensite plus dure que l'austénite.

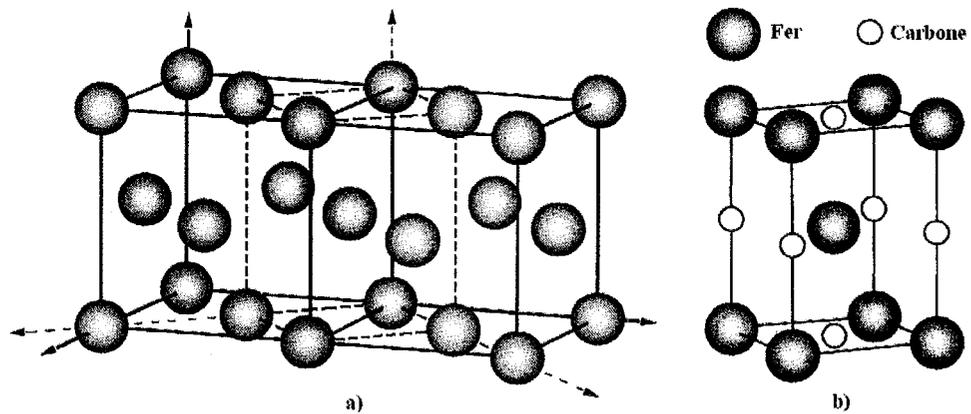


Figure 1 Modèle de Bain démontrant la transformation $\gamma \rightarrow M$; a) formation d'un réseau quadratique centré de la martensite à partir de deux réseaux d'austénite cubiques faces centrées imbriqués; b) Maille de martensite seule (Adapté de [7])

Ce changement de structure et de densité s'accompagne d'un cisaillement de l'austénite et d'une augmentation de volume normale au plan cohérent. Ce plan cohérent est parallèle au côté x à la Figure 2. Donc, le cisaillement s'effectue dans un plan cohérent avec la structure primaire. La distance parcourue par les atomes est faible, de l'ordre du dixième d'une distance inter-atomique.

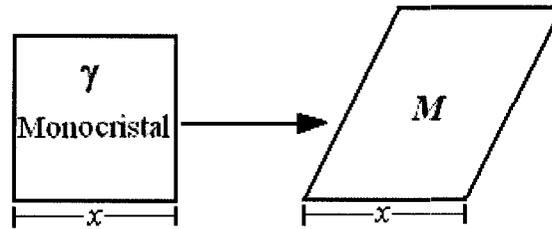


Figure 2 Schéma représentant le cisaillement et l'augmentation de volume du réseau atomique lors de la transformation $\gamma \rightarrow M$ (Adapté de [9])

Conséquemment, l'augmentation de volume s'accompagne de contraintes internes qui s'opposent à la poursuite de la transformation du réseau. La Figure 3 schématise la progression de la formation de martensite à travers un grain d'austénite primaire.

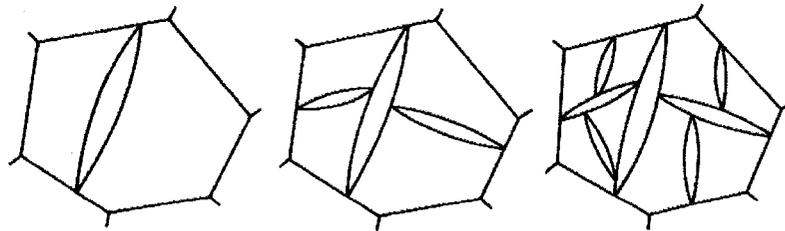


Figure 3 Progression de la formation de lamelles de martensite dans un grain d'austénite primaire [7]

Après la trempe, un traitement de revenu s'applique généralement à tous les aciers supermartensitiques pour permettre d'optimiser la résistance mécanique et la ténacité du matériau. Habituellement, l'étape du revenu de la martensite sert à ramener la structure de la martensite vers l'équilibre, en permettant la diffusion du carbone et la précipitation de carbo-nitrures. La température de revenu choisie est légèrement au-dessous de la température de début de transformation austénitique (Ac_1) car il ne faut pas retransformer la martensite en austénite [5].

b) L'austénite résiduelle

Dans la structure finale d'un acier martensitique, il est courant qu'il y ait présence d'austénite résiduelle ($\gamma_{rés}$). Elle peut se former lors de la solidification de coulée, à la fin du refroidissement d'un traitement thermique d'austénitisation ou lors du traitement thermique de revenu. Puisque pour les aciers supermartensitiques la température de début de transformation martensitique (M_s) est basse et que certains grains d'austénite sont enrichis d'éléments d'alliage favorisant la stabilité de ceux-ci, il est très probable qu'après austénitisation il y ait de l'austénite résiduelle.

Bilmes *et al.* [10] prétendent que pour améliorer la ténacité des joints soudés en augmentant la présence d'austénite résiduelle, il faut réaliser un double traitement de revenu. L'austénite résiduelle ($\gamma_{rés}$) formée lors du traitement thermique de double revenu est la résultante d'un processus d'enrichissement de la phase par des éléments gammagènes. Après le traitement d'austénitisation, la microstructure est composée de martensite non revenue identifiée par M_1 à la Figure 4-a et peut aussi avoir une faible proportion d'austénite résiduelle. Ensuite, le premier traitement de revenu est réalisé légèrement au-dessus de la température de début de transformation de phase austénitique (Ac_1). Alors, la martensite non revenue (M_1) s'est transformée en partie de nouveau en austénite lors du maintien en température, que l'on appellera austénite de réversion ($\gamma_{rév}$). Donc durant le traitement, la microstructure est composée d'austénite de réversion ($\gamma_{rév}$), de martensite non revenue (M_1) et d'une faible proportion d'austénite résiduelle ($\gamma_{rés}$) qui s'enrichit d'éléments gammagènes (Figure 4-b). L'austénite de réversion ($\gamma_{rév}$) s'enrichit également d'éléments d'alliages gammagènes aux joints de grains provenant de la martensite non revenue (M_1). Au refroidissement du premier revenu, la microstructure est composée de fines lamelles d'austénite résiduelle provenant de l'austénite de réversion enrichie et de la faible proportion déjà formée lors du refroidissement du traitement d'austénitisation, de martensite non revenue provenant

d'une partie de l'austénite de réversion qui n'a pas réussi à s'enrichir suffisamment et de la martensite revenue (M_r) provenant de la martensite non revenue qui ne s'était pas transformée [11]. Le deuxième revenu est effectué à une température légèrement plus basse que A_{c1} où les éléments gammagènes diffusent encore vers l'austénite résiduelle déjà présente. Cette étape est réalisée surtout dans l'objectif de revenir toute la martensite. Donc ce processus augmente la proportion d'austénite résiduelle dans la microstructure et du même coup la ténacité du matériau. Cette même étude stipule que la présence de fines lamelles d'austénite ralentit la propagation de fissures.

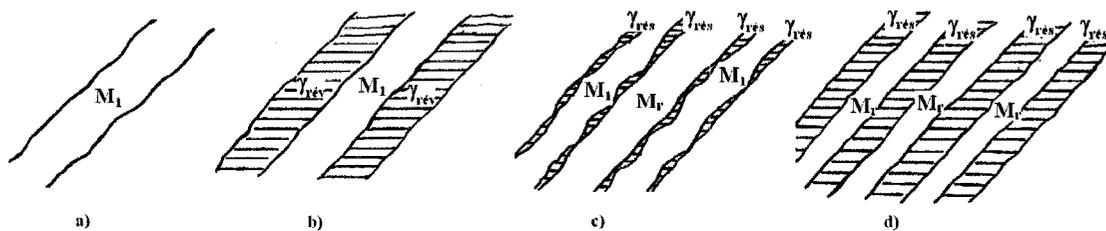


Figure 4 Schéma du raffinement d'une structure contenant de la martensite et de l'austénite résiduelle après deux traitements thermiques de revenu; a) M_1 après austénitisation; b) formation γ_{rev} et présence de M_1 lors du premier revenu; c) refroidissement du premier revenu; d) refroidissement du deuxième revenu (M_1 : martensite non revenue; M_r : martensite revenue; γ_{rev} : austénite de réversion et γ_{res} : austénite résiduelle) [10]

c) La ferrite- δ

Cette phase est généralement absente et non souhaitée dans la microstructure des aciers supermartensitiques. Elle abaisse la résistance mécanique du matériau. Avec une teneur de 13%Cr, un niveau assez élevé d'éléments gammagènes tel le Ni est requis pour contrer sa formation lors d'un refroidissement à l'équilibre (voir Figure 8-b). Cependant, Mundt *et al.* ont déterminé que pour différentes vitesses de refroidissement suite au chauffage dans la zone ferrite- δ , que la ferrite- δ n'arrivait pas parfois à se transformer en austénite et ce même pour les aciers duplex et austénitiques [12]. L'étude a démontré

avec une vitesse de refroidissement rapide, la température de début de transformation ferrite- $\delta \rightarrow \gamma$ est abaissée et la diffusion complète des éléments de substitution nécessaire à la dissolution de la ferrite- δ est trop lente pour se réaliser à cette vitesse de refroidissement. Lorsque soumis à des cycles thermiques rapides comme au soudage, cette phase peut ainsi se former en petite quantité près de la zone du métal en fusion.

1.1.1.2 Éléments d'alliages des aciers supermartensitiques

Pour comprendre la métallurgie des ces alliages, le rôle de ces éléments sur la stabilité des phases et sur leurs propriétés est détaillé ci-après. Les éléments alphagènes favorisent la présence de la phase ferritique ou martensitique tandis que les éléments gammagènes favorisent celle de la phase austénitique.

a) Les éléments alphagènes

• Chrome

Une teneur minimum de 10.5% de chrome est requise pour qu'un film continu d'oxyde se forme spontanément et passive la surface, donc protège contre la corrosion. C'est un élément alphagène, donc qui favorise la stabilité de la ferrite. Comme pour les aciers ferritiques, la ferrite qui découle du liquide en fusion (transformation liquide-solide) est la ferrite- δ tandis que celle qui provient de l'austénite est la ferrite- α (transformation solide-solide). Toutes deux, possèdent une structure cubique centrée qui est représentée à la Figure 5 suivante.

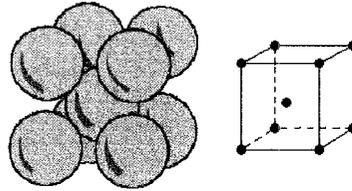


Figure 5 Réseau cubique centré (C.C.) de la ferrite- δ et de la ferrite- α

Sur le diagramme binaire Fe-Cr correspondant à une teneur faible de C ($\leq 0,01\%$) à la Figure 6-a, plus la concentration de Cr est grande ($\text{Cr} \geq 14\%$) à l'équilibre thermodynamique, plus la structure à la température ambiante est composée de ferrite- δ non transformée. Cependant, lorsque la teneur de Cr est inférieure à 12%, la structure peut n'être que martensitique (M ou α'). Sur un diagramme de phase la martensite n'apparaît pas. C'est lorsque l'on refroidit rapidement que la ferrite- α devient sur le diagramme une structure sursaturée en carbone qui est la martensite. Mais puisque l'acier supermartensitique forme indépendamment de la martensite à n'importe quelle vitesse de refroidissement, il faut donc conclure que la ferrite α sur le diagramme est de la martensite (M ou α'). Lors du refroidissement, il y a transformation complète solide-solide de la ferrite- δ en austénite (γ), qui devient de la martensite non équilibrée. Par contre, entre les concentrations de 12 à 14% de Cr, la structure à la température ambiante est constituée de ferrite- δ et de martensite.

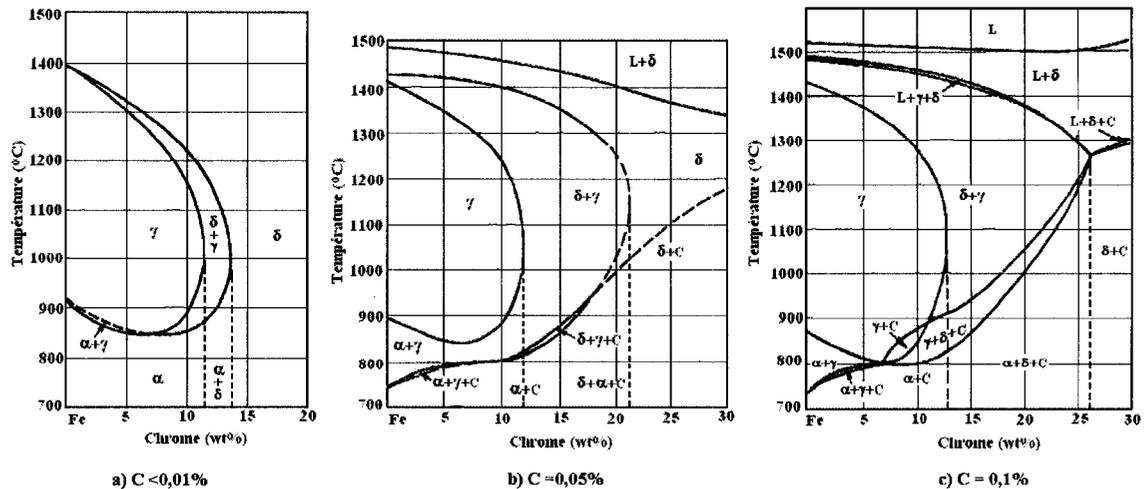


Figure 6 Profils de diagramme de phase ternaire Fe-Cr-C pour a) C < 0,01%, b) C = 0,05% et c) C = 0,1% (Adapté de [13])

• Molybdène

Le Mo améliore la tenue à la corrosion dans la plupart des milieux corrosifs, en particulier dans ceux qui sont acides, mais aussi dans les solutions phosphoriques, soufrées, etc. Il accroît la stabilité des films de passivation et est surtout ajouté pour contrôler la fragilisation de l'alliage par les carbures après le traitement de revenu de la martensite [14]. Alphagène comme le chrome, il augmente la température de transformation austénitique (A_{c1}) et diminue la zone austénitique lorsque sa concentration s'élève (Figure 7).

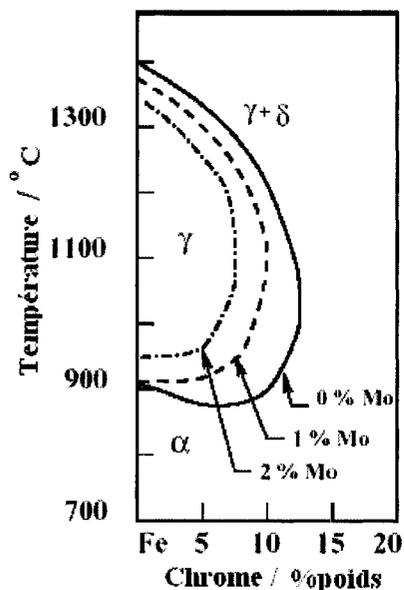


Figure 7 Influence des éléments d'alliage sur le domaine austénitique du diagramme de phase Fe-Cr dont l'ajout de molybdène réduit la zone austénitique (0%C) (Adapté de [13])

- **Silicium**

Le Si réduit sévèrement la zone austénitique. Par contre, il est utilisé pour réduire la présence de calamine lors du raffinement de l'alliage. Il est surtout utilisé en faible quantité dans les supermartensitiques (max 0.7 %poids) pour permettre une transformation complète en austénite à haute température [13].

- **Titane**

Le Ti doit être utilisé à une teneur qui dépasse le quadruple de la teneur en carbone et d'azote pour former $Ti(C,N)$, un carbonitride de titane, qui prévient la précipitation de carbonitride de Cr et/ou de Mo. Il évite l'altération des structures métallurgiques lors du travail à chaud, en particulier lors des travaux de soudure [15]. Avec l'azote, il crée des précipités TiN qui par l'effet d'ancrage génèrent une microstructure plus fine dans la zone affectée thermiquement (ZAT) [16].

b) Les éléments gammagènes

• Nickel

Pour augmenter la teneur en Cr dans les aciers supermartensitiques au-delà de 12%, la présence du Ni est très importante pour éviter de former de la ferrite- δ à la température ambiante. Étant un élément gammagène qui favorise la stabilité de l'austénite, lorsque la concentration de Ni s'élève, la zone austénitique augmente tout en abaissant la température de transformation austénitique (A_{c1}) (Figure 8). De plus, il favorise la ductilité de l'acier à basse température [17], car cet apport à l'avantage de réduire la teneur en carbone tout en assurant qu'au refroidissement l'austénite se transforme en martensitique sans toutefois augmenter la dureté de la martensite [7].

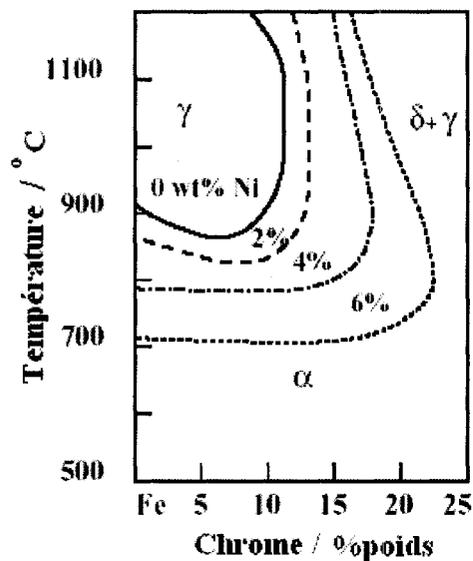


Figure 8 Influence des éléments d'alliage sur le domaine austénitique du diagramme de phase Fe-Cr : dont l'ajout de Ni l'augmente (0.05%C)
(Adapté de [13])

- **Carbone et azote**

Pour les aciers supermartensitiques, les concentrations de carbone et d'azote doivent être conservées au plus bas pour éviter le durcissement de la martensite qui favorise la fissuration due à la corrosion sous contrainte et la fissuration à froid par l'hydrogène. Un pourcentage de l'ordre de 0.01 %poids permet d'améliorer considérablement la soudabilité de ces alliages. Bien que ces éléments stabilisent l'austénite, leur présence est néfaste car ils peuvent former des précipités avec le Cr et le Mo, appauvrissant ainsi la teneur de ces éléments dans la solution solide de la matrice qui confère à l'acier sa protection contre la corrosion [18-20]. À la Figure 6, on remarque que plus la teneur de carbone est faible, plus la zone d'austénite diminue avec la concentration de Cr et que la température de transformation austénitique (où la structure α devient γ au chauffage) augmente. La diminution du carbone pour augmenter la soudabilité est compensée par d'autres éléments alphagènes dont le Ni et le Mo.

- **Manganèse**

Élément qui soutient la stabilité de l'austénite et est moins dispendieux que le Ni, le Mn permet de diminuer la concentration Ni et d'abaisser la température de transformation austénitique (Ac_1). Habituellement, il est rajouté jusqu'à une concentration de 2% [13]. Contrairement au Ni, il peut avoir tendance à former des carbures de type $(Fe-Mn)_3C$ qui sont non souhaitables. Cependant, leur formation est rarement observée au niveau des aciers inoxydables car le carbone va tendre à former des carbures avec des éléments plus stables tel le Cr.

- **Cuivre**

Tout comme le Ni, le Mn et le C, le Cu est un élément stabilisateur de l'austénite et comme le Mo, il améliore la résistance à la corrosion. Lorsqu'il précipite, il augmente du même coup la dureté et la résistance mécanique du matériau [13].

Cependant, on ne possède pas de diagramme de transformation de phase qui montre une interaction de tous les éléments d'alliage combinés. L'étude de Kondo *et al.* [20] a permis de définir un diagramme de phase Fe-Cr-Ni-Mo-C expérimental intelligible pour déterminer les concentrations optimales des éléments et les phases résultantes après un refroidissement à l'air libre. Cela montre que lorsque la teneur de Mo augmente, la zone représentant la structure entièrement martensitique diminue. Par exemple, pour obtenir une structure majoritairement martensitique avec une concentration de 13%Cr et de 1%Mo, la concentration de Ni doit être comprise entre 3.5 et 10.5 %poids.

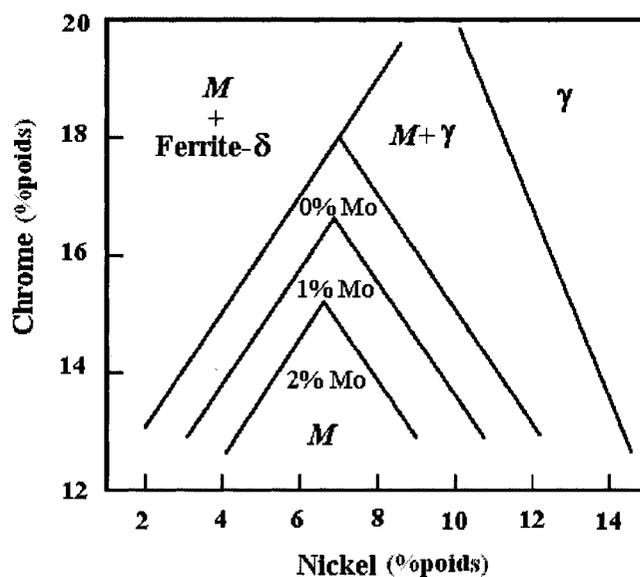


Figure 9 Diagramme de phase expérimental Fe-Cr-Ni-Mo pour C=0,01 %poids illustrant les frontières des phases austénite, martensite et ferrite- δ en fonction de la concentration en nickel et en chrome après austénitisation à 1050°C et refroidissement à l'air (Adapté de [20])

1.2 Interaction des transformations de phase et des contraintes résiduelles lors du soudage

D'après Zinn et Scholtes, la principale cause favorisant la formation de contraintes résiduelles au soudage est l'interaction de l'obstruction de la **dilatation** et de la **contraction** du joint de soudure due à la transformation liquide-solide et des **transformations** de phase solide-solide du matériau lors du refroidissement. De plus, leur valeur finale est grandement influencée par le gradient thermique élevé créé par la source de chaleur du procédé et les propriétés du matériau.

Lors du passage de l'arc de soudage, une zone chaude prend de l'expansion. La zone chaude inclue un joint de soudure qui est composé de deux zones distinctes, soit la zone du métal en fusion et celle affectée thermiquement (ZAT) dans le métal de base. Cette ZAT est la portion du métal de base qui a subi un changement de microstructure dû à l'exposition d'un gradient en température élevé lors du procédé d'assemblage. Cela engendre donc une variation continue de la microstructure tel qu'illustré en exemple à la Figure 10.

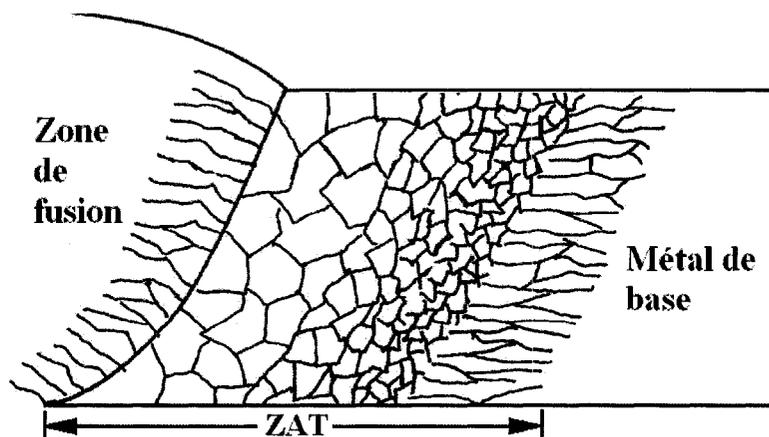


Figure 10 Schéma de la variation typique de la microstructure dans une ZAT d'un acier quelconque (Adapté de [21])

Le premier procédé de formation des contraintes résiduelles est l'obstruction de la dilatation et de la contraction du joint de soudure. À haute température, la zone de fusion ne subit et n'exerce aucune contrainte sur les zones avoisinantes tandis que la ZAT subit une déformation en compression dans la direction longitudinale du cordon à cause de l'obstruction à la dilatation de la ZAT par la zone froide du métal de base. Lorsque la température augmente, la valeur de la limite d'élasticité du matériau diminue grandement [9, 22]. Les contraintes sont alors suffisamment élevées pour permettre une déformation plastique puisque les contraintes de compression internes atteignent la limite d'écoulement. Au refroidissement, la diminution du volume provoquée par la compression dans la ZAT et l'obstruction de la contraction du cordon de soudure induit par la solidification, produisent des contraintes résiduelles de tension dans la direction longitudinale du cordon de soudure (direction de l'axe des y (Figure 11-a)). Leur valeur finale dépend donc de la quantité de volume comprimé au chauffage dans la ZAT, de la capacité d'obstruction à la contraction du cordon et du changement de volume dû à la transformation de phase dans le cordon. Leur distribution est non homogène pour conserver l'équilibre de l'assemblage. Une distribution non homogène des contraintes résiduelles longitudinales est la conséquence directe d'une contraction, également non homogène, dans le sens transversal (direction de l'axe des x (Figure 11-a)). Cette contraction produit donc des contraintes résiduelles. Habituellement la valeur des contraintes résiduelles transversales équivaut à environ 1/3 de celles longitudinales. Toutefois, elles peuvent parfois atteindre la valeur de la limite d'élasticité du matériau si l'assemblage est soudé en multipasse [23].

Le second procédé de formation des contraintes résiduelles est la variation de volume associée à la transformation martensitique dans le joint de soudure. À la Figure 11-b, au moment t_1 , la température dans le cordon et dans la zone avoisinante est élevée et permet la transformation de la martensite en austénite au chauffage. Ainsi, au refroidissement, il y a donc une transformation de phase martensitique qui produit une augmentation du

volume. Les zones transformées veulent prendre de l'expansion, mais elles sont retenues par les zones adjacentes qui ne subissent pas cette transformation. La non homogénéité de ces transformations est un pré-requis pour qu'il y ait formation de contraintes résiduelles dues à la transformation de phase. Cette non uniformité de ces transformations est causée par la présence à un instant donné d'une distribution non uniforme de la température dans l'alliage, d'une distribution non uniforme de vitesses de refroidissement si l'alliage n'est pas un acier supermartensitique et/ou d'une variation de la composition des éléments d'alliage dans les phases qui favorise parfois la stabilité des phases comme l'austénite jusqu'à la fin du refroidissement.

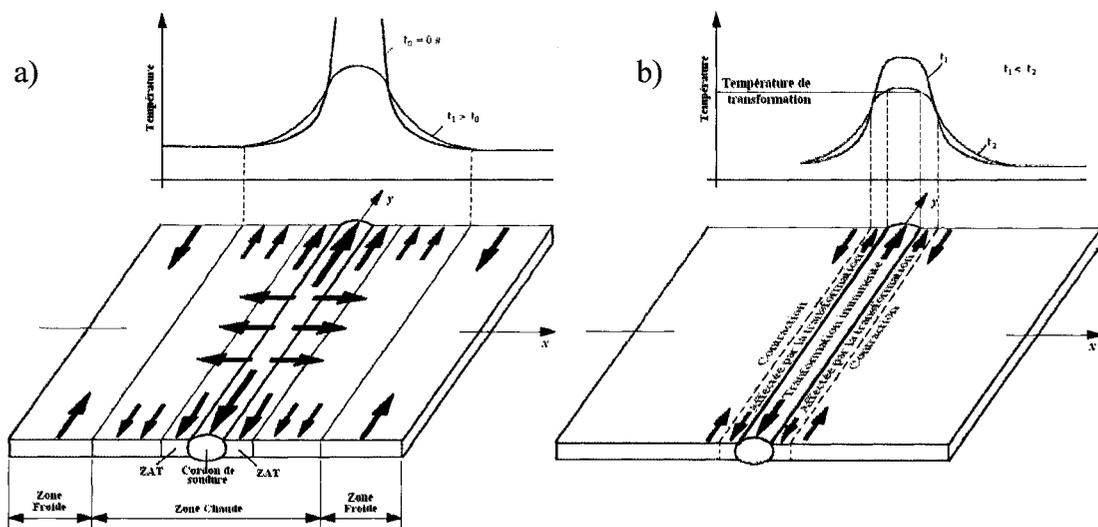


Figure 11 Schématisation des contraintes se formant au refroidissement d'un l'assemblage soudé a) Contraction longitudinale et transversale suite à la distribution non homogène de la température; b) Contraction et expansion suite à la transformation de phase de zones ayant vu des températures assez élevées (Adapté de [23])

La valeur de la contrainte résiduelle finale au refroidissement est étroitement liée à la transformation solide-solide de l'austénite en martensite dans la ZAT [24]. Une expansion du volume localisée dans la ZAT découle de la quantité de martensite qui se

forme et génère un champ de contrainte résiduelle en compression. Cependant, l'ampleur de cette transformation martensitique dépend surtout de l'homogénéisation de l'austénite produite au chauffage. Les gradients élevés de température lors des passes de soudage et le temps insuffisant au-dessus de la température de transformation ne permettent pas d'obtenir une composition uniforme des éléments d'alliage dans les différents grains d'austénite de la ZAT.

Très peu de travaux scientifiques traitent de la combinaison de la transformation de phase aux contraintes résiduelles. Ceci est surtout important lors d'un procédé multipasse. Ces phénomènes sont plutôt traités séparément. Dans les lignes suivantes, un regard distinct sera porté sur l'influence des transformations de phase sur les contraintes résiduelles et sur l'influence de contraintes sur les cinétiques de transformation de phase.

1.2.1 Influence des transformations de phase sur les contraintes résiduelles

Jones et Alberry [25] ont démontré dans leurs travaux que la valeur finale des contraintes résiduelles dans différents aciers est directement reliée à la température de transformation de phase martensitique. Des échantillons de différentes compositions ont été chauffés jusque dans la région austénitique. Au refroidissement, les échantillons étaient restreints de tout mouvement dans une cellule de charge qui mesurait les contraintes internes qui s'y construisaient jusqu'à l'ambiante. Par exemple, la Figure 12 montre que la formation de contraintes résiduelles pour un échantillon austénitique AISI 316, qui ne subit pas de transformation de phase au refroidissement, suit une tendance linéaire. Des essais de traction ont été réalisés sur ce même acier pour déterminer la variation de la limite d'élasticité ($R_{e0.2\%}$) à différente température et les résultats montrent que la pente de l'accumulation des contraintes dans l'échantillon suit une tendance similaire à celle de la limite d'élasticité. Lorsque les résultats de cet acier austénitique qui ne subit pas de transformation de phase dans cet intervalle de

température sont comparés à des aciers 2%Cr-1%Mo et 9%Cr-1%Mo qui se transforment en bainite ou en martensite respectivement, l'augmentation de volume associée à la transformation de phase semble suffisante pour annuler l'accumulation de contrainte de tension depuis la température maximale de 1300°C. Après que la transformation de phase sera terminée, les contraintes se renversent rapidement en tension pendant le refroidissement et ce jusqu'à la température de pré-chauffage du matériau. Leurs valeurs finales dépendent grandement de l'intervalle de température entre la transformation de phase et l'ambiante, et de la résistance mécanique des phases en présence.

Finalement, Jones et Alberry [25] concluent que pour réduire la valeur finale des contraintes résiduelles dans un joint soudé, le matériau doit avoir préalablement au soudage une faible résistance mécanique, une faible température de transformation de phase au refroidissement et/ou effectuer la soudure avec une température de pré-chauffage élevée. La température de transformation de phase peut être réduite soit en augmentant la vitesse de refroidissement lorsque ou soit en utilisant un matériau avec beaucoup d'éléments d'alliage [5, 25].

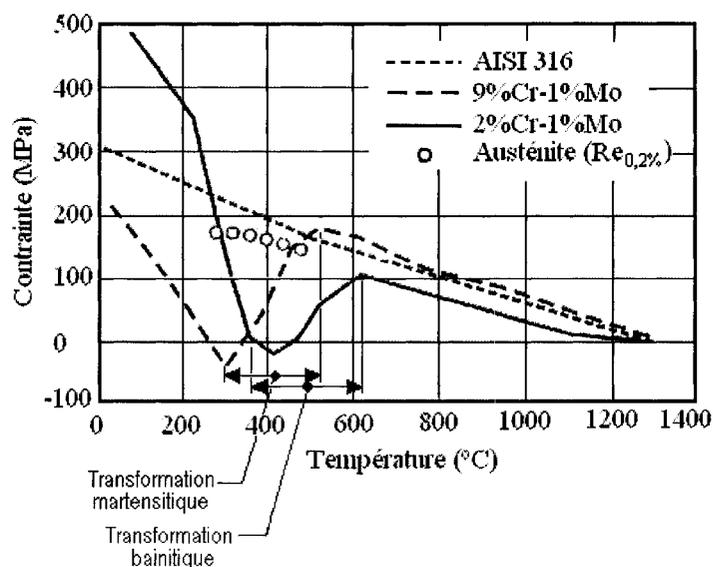


Figure 12 Démonstration de l'accumulation de contrainte dans des échantillons restreint en mouvement au refroidissement pour différents types d'acier austénitique (AISI 316), bainitique (2%Cr-1%Mo) et martensitique (9%Cr-1%Mo) (Adapté de [25])

Beaucoup d'autres travaux confirment que le changement volumétrique lors de la transformation de phase du matériau relâche les contraintes en tension [24, 26, 27]. Cependant ces constats sont basés sur des résultats obtenus par des simulations numériques et dont les équations utilisées seront expliquées à la section 1.3. Taljat et *al.* [24] expliquent, tout comme Jones et Alberry [25], que cette relaxation des contraintes élevées de tension dans la zone de fusion et dans la ZAT s'avère être la raison principale pour laquelle la valeur des contraintes dans ces zones égale à la moitié de celles dans le métal de base aux abords de la ZAT. Les résultats ont également démontré que l'effet de l'augmentation du volume est plus important que celui de la contrainte d'écoulement, i.e. $Re_{0.2\%}$, de la nouvelle phase transformée sur la valeur finale des contraintes résiduelles.

Cependant, Ferro *et al.* [27] et Denis *et al.* [32] indiquent qu'il n'y a pas que l'augmentation de volume qui a une portée significative sur la valeur des contraintes résiduelles. Lorsque l'analyse de contrainte est réalisée, ils considèrent un nouveau phénomène de plasticité, appelée « transformation induit la plasticité ». Cela est introduit à la section suivante.

1.2.2 Influence des contraintes sur les transformations de phase

Jusqu'à maintenant, les données requises pour simuler la nature des contraintes résiduelles sont la distribution de la température à chaque instant, l'évolution du coefficient de dilatation thermique, l'évolution du changement de volume dû à la transformation de phase, et finalement la contrainte d'écoulement du matériau ($R_{e0,2\%}$). Toutefois, lors d'un taux de refroidissement rapide, le comportement mécanique est affecté par l'apparition de déformation et de contrainte internes provenant d'une hétérogénéité de déformation plastique dans l'acier. Beaucoup d'efforts ont été concentrés pour comprendre l'influence des transformations de phase [22, 24, 28-30], mais très peu de travaux tentent de mesurer le comportement mécanique réel durant la transformation de phase et ses conséquences directes sur les contraintes internes. L'interaction entre les contraintes internes et la transformation de phase crée un nouvel élément qui est la transformation plastique dont l'application la plus connue est l'effet TRIP (TRansformation Induced Plasticity).

L'effet TRIP est défini comme une déformation plastique qui se produit lorsqu'il y a transformation d'une des phases constituantes sous une charge externe, et ce même si elle s'avère être plus faible que la limite d'élasticité de la matrice [27]. D'après la théorie Greenwood-Johnson [31], l'effet TRIP apparaît lorsque l'austénite, instable thermo-dynamiquement et moins résistante, est soumise à de la micro-plasticité produite

par la différence de volume entre les phases. C'est elle qui subit une transformation martensitique induite mécaniquement.

Denis *et al.* [32] démontrent que la présence de l'effet TRIP change la cinétique de transformation de phase à l'aide d'essais expérimentaux. Tout d'abord, ils ont réalisé des essais de traction à différente température pendant le refroidissement. Ensuite, ils ont comparé des essais de dilatométrie avec et sans application de contrainte au refroidissement pour mesurer la variation de longueur en fonction de la température. La charge était appliquée juste avant la transformation de phase martensitique puis conservée à une valeur constante jusqu'à la fin de l'essai dilatométrique. Ce même essai a été répété pour plusieurs valeurs de contraintes. Les résultats dilatométriques indiquent que plus la charge appliquée est près de la valeur de $Re_{0.2\%}$ de l'austénite de ce matériau (285 MPa), plus la température de transformation martensitique M_s augmente (Figure 13). L'augmentation de température observée entre la charge de 18 MPa et 285 MPa est d'environ 18°C. Ce qui ne représente pas une augmentation très significative.

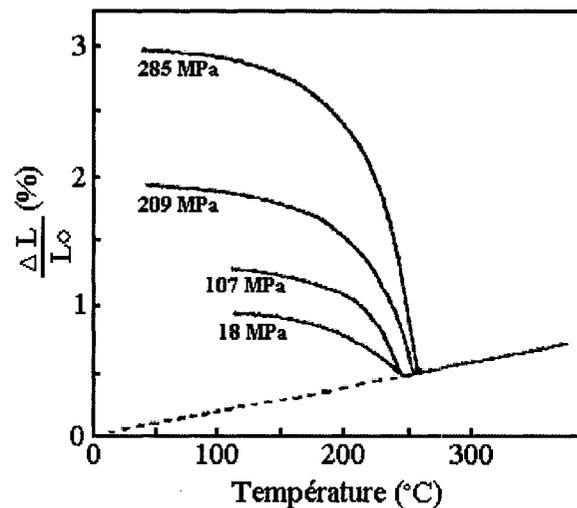


Figure 13 Graphique illustrant les différentes courbes de dilatation en fonction de l'application de contraintes en tension lors d'un refroidissement continu d'un acier outil 60 NCD (Adapté de [32])

Bien que des recherches tentent de démontrer que cet effet influence la prédiction des contraintes résiduelles, il demeure que les modèles de prédiction numérique des contraintes résiduelles incluent rarement ces aspects [27, 32].

1.3 Simulation numérique des changements volumétriques lors des transformations de phase

Les modèles numériques de prédiction des contraintes résiduelles après le procédé de soudage sont très complexes. Des analyses thermique et mécanique doivent être évaluées tout en tenant compte que les propriétés du matériau sont dépendantes de la température et qu'il y a des transformations de phase liquide-solide et solide-solide. Cependant, la plupart des ouvrages ne considèrent que la plage de température au refroidissement incluant la transformation de phase solide-solide.

Taljat *et al.* [24] proposent de réaliser ces analyses séparément en commençant par l'analyse thermique. De cette façon, la distribution de la température est connue et permet un meilleur enchaînement avec l'analyse mécanique. Avec un code d'éléments finis ABAQUS, des sous-routines ont permis d'incorporer le changement de volume associé à la transformation de phase martensitique dans l'analyse mécanique. Les propriétés mécaniques et thermo-physiques utilisées, la limite d'élasticité du matériau obtenue à différentes températures et le coefficient de dilatation thermique des phases, sont celles du métal de base pour tous les points de la simulation par éléments finis. En chaque point, selon la température observée et la vitesse de refroidissement, il est décidé s'il y a eu ou non une transformation martensitique. S'il y a transformation, les propriétés mécaniques et thermo-physiques des éléments numériques qui représentent l'austénite changent pour celles de la martensite. À cette étape, le changement de volume est approximé en modifiant le coefficient d'expansion thermique et ce seulement au refroidissement. Ces valeurs ont été obtenues lors d'essais expérimentaux de dilatométrie. Bien que leurs simulations numériques contiennent seulement l'effet d'augmentation de volume dû à la transformation de phase (pas d'effet TRIP), leurs résultats des contraintes résiduelles sont souvent proches des mesures expérimentales obtenues par la diffraction de neutrons [24].

De manière différente, Ferro et al. [27], ont cherché à inclure dans leur simulation l'effet de la « transformation induit la plasticité ». Ils indiquent que lorsqu'il y a transformation de phase, le taux de déformation totale ($\dot{\varepsilon}^t$) peut être exprimé selon l'équation (1.1).

$$\dot{\varepsilon}^t = \dot{\varepsilon}^e + \dot{\varepsilon}^{th} + \dot{\varepsilon}^{cp} + \dot{\varepsilon}^{tp} \quad (1.1)$$

Où ε^e est la déformation élastique reliée à la loi de Hooke, ε^{th} la déformation reliée à la température et à la métallurgie (dilatation des phases et transformation de phase), ε^{cp} est la déformation plastique ou viscoplastique et ε^{tp} la déformation due à la transformation plastique. La déformation thermique ou de dilatation linéaire ε^{th} est alors dépendante des propriétés des phases et donc de la fraction volumique des phases. Pour calculer cette déformation thermique, un essai dilatométrique d'un acier typique montre le retrait et l'expansion due aux transformations de phase à la Figure 14-a. La dilatation thermique est dépendante de la fraction volumique des espèces et ce durant tout le cycle. Ils montrent à la Figure 14-b comment obtenir les fractions de phase en fonction de la variation de la déformation durant la transformation de phase suivant la loi des mélanges représentée à l'équation (1.2).

$$\varepsilon^{th}(T) = f_M * \varepsilon_M^{th}(T) + f_\gamma * \varepsilon_\gamma^{th}(T) \quad (1.2)$$

Cette équation est valable pour un intervalle de température donnée puisque $\varepsilon_M^{th}(T)$ et $\varepsilon_\gamma^{th}(T)$ équivalent au produit du coefficient de dilatation thermique α_k de chaque phase avec la plage de température observée. Cela est représenté à l'équation (1.3).

$$\varepsilon_k^{th}(T) = \alpha_k(T) * (T - T_0) \quad \text{où } k = \gamma \text{ ou } M \quad (1.3)$$

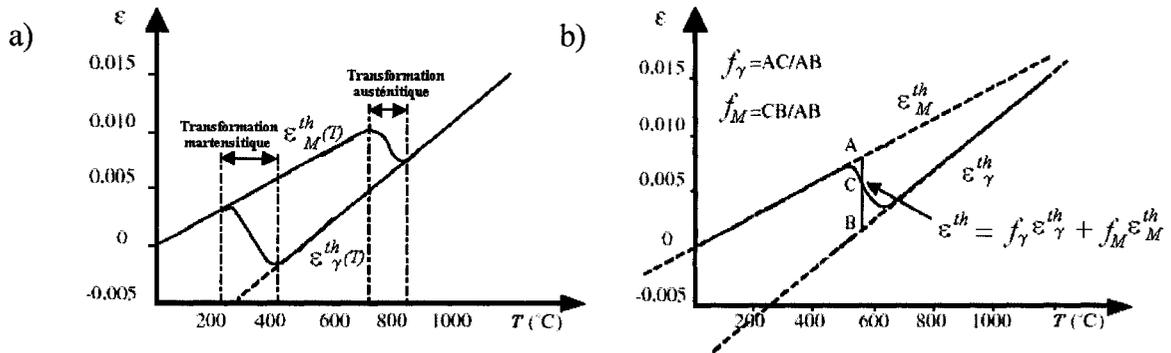


Figure 14 Déformation induite lors d'un changement de phase; a) diagramme d'un essai dilatométrique typique d'un acier; b) explication de l'équation de déformation thermique suivant la loi des mélanges lors d'une transformation de phase martensitique au refroidissement (Adapté de [27])

Cette simplification du calcul de la déformation due à la dilatation et la transformation de phase ne tient pas compte qu'à la fin de la transformation, il se peut que l'austénite ne se transforme pas entièrement en martensite. Il est donc important de connaître les proportions de phase initiales et finales dans l'échantillon analysé puis de réviser l'interprétation de la règle de proportionnalité. Cette technique ne permet cependant pas d'isoler la déformation associée à la transformation de phase. D'où l'utilité de développer un modèle mathématique qui permettra de caractériser les cinétiques de transformation de phase en étudiant l'influence des paramètres d'expérimentation sur la déformation due à la seule transformation de phase.

Les fractions volumiques des phases et la déformation volumétrique totale (déformation due à l'expansion thermique et due à la transformation de phase) seront calculées le plus près de la réalité dans le but de prévoir la formation des contraintes résiduelles selon un historique thermique connu, donc conséquemment les propriétés mécaniques finales d'un assemblage soudé. Ainsi, il sera possible de déterminer comment contrôler l'effet de la déformation due à la seule transformation de phase dans le but d'optimiser la fabrication d'assemblage mécano soudé à l'aide de la simulation numérique.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE DE CARACTÉRISATION ET D'EXPÉRIMENTATION

Le développement d'une procédure expérimentale pour représenter le comportement métallurgique d'un acier lors d'un procédé de fabrication comme le soudage requiert des équipements permettant des taux de chauffage rapides combinés à un système de mesure de dilatométrie précis. Ainsi, une analyse des changements dimensionnels du matériau sera produite par la combinaison d'une expansion thermique due à la température, d'une transformation de phase, et de contraintes thermomécaniques dues au gradient thermique. Afin de combiner les apports thermiques et mécaniques, il faut des équipements qui permettent un contrôle du chargement, de la température et la mesure de la déformation lors des essais.

Ce chapitre traite du protocole de mesure des propriétés dilatométriques et des cinétiques de transformation de phase de l'acier inoxydable martensitique S41500. Ultérieurement au Chapitre 4, ces mesures seront analysées par un modèle mathématique permettant de décrire le comportement dilatométrique de ce même acier. La préparation des échantillons et les propriétés mécaniques de l'acier S41500 pour différentes températures sont respectivement présentées aux sections 2.1 et 2.2. La méthodologie des essais dilatométriques effectués sur un GLEEBLE et un TMA (Thermo-Mechanical Analyzer) est présentée à la section 2.3. La teneur en martensite et en austénite du matériau de ces éprouvettes sera déterminée à l'aide des techniques de microscopie optique et électronique à balayage (MEB), de diffraction d'électrons rétro-diffusés (EBSD) et la diffraction des rayons X (XRD). Une revue des méthodes de caractérisation employées est présentée au paragraphe 2.4.

2.1 Matériau et préparation des échantillons

L'acier S41500 se présente sous forme d'une plaque laminée de dimensions 3,05 m x 25,4 cm x 3,33 cm (120 po x 10 po x 1 ¼ po). Par la suite, elle a été coupée par les techniciens de l'IREQ en 6 plaques de longueur de 0,45 m (18 po) toutes de même largeur et épaisseur.

2.1.1 Composition chimique

Selon la norme ASTM-A240, l'acier S41500 est la version laminée de l'acier coulé CA-6NM. La composition chimique de ces deux (2) alliages mesurée par émission ICP est présentée en annexe A dans le Tableau XXII. Avec une teneur en carbone inférieure à 0.015%, l'acier S41500 a d'excellentes propriétés de soudabilité. Pour cette raison, il entre dans la catégorie des « supermartensitiques » [20, 33].

2.1.2 Géométrie des éprouvettes

Plusieurs types d'échantillons ont été utilisés dans cette étude. Ils sont présentés dans les lignes suivantes en fonction des équipements sur lesquels ils ont été testés. Particulièrement lors d'essais avec le TMA, l'orientation des échantillons est précisée selon qu'ils ont été prélevés dans le sens de laminage de la plaque ou selon son épaisseur.

2.1.2.1 Échantillons pour les essais de traction sur le banc d'essai servo-hydraulique INSTRON

Le modèle de serrage utilisé sur le banc d'essai servo-hydraulique INSTRON pour faire les essais de traction, est une mâchoire hydraulique qui se referme sur l'échantillon. Pour faciliter la nomenclature des échantillons, ceux-ci sont étiquetés de type **A**. La technique de mesure de la limite d'élasticité du matériau à différentes températures utilise des échantillons conformes à la norme ASTM E 8M i.e. plats avec une section réduite. Dans le cas des essais de traction, les échantillons ont été prélevés dans la direction de laminage de la plaque (Figure 45 - annexe A). Le dessin des éprouvettes est donné à l'annexe A (Figure 46 et Tableau XXIII).

2.1.2.2 Échantillons pour les essais au GLEEBLE

Le GLEEBLE 3500® est une machine, conçue et développée par l'entreprise Dynamic System Inc (DSI), qui permet de mesurer des propriétés physiques de matériaux lors de la simulation de procédés de fabrication thermomécaniques. Similaire au principe d'un dilatomètre, son principal avantage est qu'il peut appliquer des taux de chauffage et de refroidissement par résistance très rapide tout en contrôlant la force appliquée. Mis à notre disponibilité grâce à l'Institut des Matériaux Industriels au CNRC de Boucherville, un système Laser-Ultrason pour mesurer en temps réel certains phénomènes métallurgiques lui a été rajouté. Ces phénomènes sont expliqués au paragraphe 2.4.4.

La géométrie de l'éprouvette a été optimisée à l'aide de simulations numériques dans le but de connaître la distribution de la température et s'assurer que le gradient thermique dans la section de l'éprouvette est au minimum. Désignée de type **B**, elle possède une largeur de 33 mm (ce qui correspond à l'épaisseur de la plaque où elle a été prélevée), une épaisseur de 1,5 mm et finalement une longueur de 180 mm. Dans le but d'utiliser le système Laser-Ultrason du GLEEBLE, la longueur de l'éprouvette fut contrainte par le

positionnement du pointeur laser qui était figé à une distance de 50 mm du mors fixe. Conséquemment, les mesures devant être prises au milieu de l'échantillon, il fallait donc maintenir une distance de 100 mm entre les deux mors. La Figure 47 en annexe A illustre le sens du prélèvement des échantillons dans la plaque. Suite aux coupes d'usinage par électroérosion (EDM), afin de retirer une majeure partie de l'oxyde, la surface des échantillons a été nettoyée à l'aide d'une solution de 10 % HCl dans de l'éthanol à laquelle a été rajoutée un inhibiteur de corrosion (1gr Hexaméthylènetétramine) durant quelques secondes. De plus, juste avant les essais sur le GLEEBLE, un sablage manuel de la surface des échantillons a été réalisé à l'aide de papiers abrasifs de type 500, 1200 et 2400 respectivement pour faciliter le soudage des thermocouples.

2.1.2.3 Échantillons pour les essais au TMA

Le TMA 7® (Thermo-Mechanical Analyser) de Perkin-Elmer permet de mesurer les variations dimensionnelles du matériau en fonction de la température et du temps. Les échantillons doivent respecter une section d'un diamètre maximal de 10 mm et une longueur de 25 mm, selon les spécifications du fabricant de l'équipement. Une longueur de 10 mm et une section carrée de 3,5 mm de côté ont été choisies. Les échantillons ont été prélevés dans le sens longitudinal (L) et travers court (T) de la plaque (Figure 48 - annexe A). Ceux-ci sont étiquetés type C, soit C-L et C-T pour distinguer ces deux orientations.

2.1.3 Polissage

Méthode surtout utilisée dans la préparation de surface d'échantillon pour l'analyse métallographique, le polissage est une technique qui altère la surface généralement de manière mécanique, mais parfois chimiquement. La maîtrise de cette étape est très

importante car il faut obtenir un minimum d'écrouissage et de défauts de surface pour faciliter l'analyse des microstructures. De ce fait, tous les paramètres de la structure qui sont identifiés se doivent de caractériser le matériau et non les imperfections de la préparation de surface. Pour les analyses par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage, par imagerie de la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattering Diffraction (EBSD)) et par diffraction des rayons X (XRD), les échantillons ont été enrobés puis polis soit par polissage conventionnel, au Vibromet ou par électropolissage.

2.1.3.1 Polissage conventionnel

Les échantillons ont été préparés à l'aide d'une table de polissage automatique en plusieurs étapes associées à différentes grosseurs de grain d'abrasif. Les premiers étant de type 320, 500, 1 200 et 4 000 sont en fait du sablage avec des tapis de silice. Ensuite, de la pâte de diamant 6 μm , 3 μm et finalement 1 μm sur des tapis appropriés. Ces étapes sont résumées dans le Tableau XXIV à l'annexe A.

2.1.3.2 VibroMet

Le VibroMet® (Figure 49 - annexe A) est utilisé à la suite d'un polissage conventionnel pour réduire le nombre de dislocations en surface des échantillons. Le polissage est effectué mécaniquement ou chimiquement, tout dépendamment de la nature de la solution de particules en suspension utilisée. La différence entre les deux techniques réside dans le fait que les particules abrasives atteignent la surface à l'aide d'ultrasons, diminuant grandement la déformation à la surface. En annexe A, un résumé des étapes est présenté au Tableau XXIV.

2.1.3.3 **Électropolissage**

Par une dissolution anodique de la surface d'un échantillon, il est possible d'obtenir un excellent polissage n'entraînant quasi-aucune déformation à sa surface. L'échantillon est polarisé à l'anode et relié à la cathode grâce à un jet d'un électrolyte concentré en acide. L'application d'un voltage crée un courant qui voyage à travers le jet venant ainsi altérer préférentiellement la surface à polir. Avant tout cela, il est préférable de pré-polir avec du papier abrasif de SiC de type 500 et 1200 et de suivre les points techniques établis au Tableau XXVI en annexe A pour réaliser un bon polissage tel que stipulé par les techniciens de Struers, Ohio. Ceci a été réalisé avec l'équipement LectroPol-5® disponible dans les laboratoires de l'IREQ. Grâce à une réduction marquée de la déformation en surface, cette technique s'avère préférable pour les mesures par XRD et par EBSD, comparativement au polissage conventionnel qui en déformant la surface peut altérer la structure des grains.

2.2 Mesure des propriétés mécaniques en traction au refroidissement après austénitisation

Avant de pouvoir connaître l'influence des contraintes résiduelles sur les cinétiques de transformation de phase, il est important de déterminer au préalable la valeur de ces contraintes. Elles apparaissent lors du refroidissement du cordon de soudure [25] et sont limitées par la limite d'élasticité du matériau. Il est donc nécessaire d'obtenir celles-ci à l'aide d'essais de traction à diverses températures. Après une exposition à haute température qui est similaire à celle vue lors d'une passe de soudage, des essais sont réalisés à différentes températures lors du refroidissement. Conséquemment, les essais de traction sont faits dans le but de connaître les propriétés mécaniques du S41500 après austénitisation et lors du refroidissement. Ensuite, la limite conventionnelle d'élasticité ($Re_{0,2\%}$) du matériau à différentes températures sera évaluée à l'aide de ces mêmes courbes de contrainte en fonction de la déformation.

Une unité de chauffage à induction installée sur un banc de fatigue servo-hydraulique INSTRON FastTrak 8800® permet d'effectuer l'essai à la température désignée, lors du refroidissement rapide d'un traitement d'austénitisation sur les échantillons de type A. Le maintien préalable de la température de 1050°C pendant 10 minutes est nécessaire pour que la transformation austénitique soit complète et ainsi annuler tout traitement thermique antérieur. Ceci permet donc d'effectuer tous les essais avec le même état initial. Également, il devient inutile de contrôler la vitesse de montée en température. De l'étape 1 à 6 (voir Figure 15), les échantillons de type A sont maintenus à un contrôle de force nulle pour permettre une dilatation libre lors de l'austénitisation et du refroidissement jusqu'à la température où l'essai de traction est effectué. Ensuite, l'échantillon est refroidi par un jet d'hélium de manière à suivre une courbe similaire à celle vue non loin d'un cordon de soudure lors du refroidissement d'une passe de soudage. Une acquisition du cycle thermique a été prise lors d'une passe de soudage au

centre d'une plaque d'acier doux AISI 516 Gr 70 de dimensions 45,72 cm x 25,4 cm x 2,54 cm (18 po x 10 po x 1 po) à l'aide de thermocouples (type K) [34]. À partir de ces données du cycle thermique, un protocole a été réalisé. Il est résumé au Tableau II.

Les essais de traction ont été réalisés à 600°C, 450°C, 350°C, 250°C, 100°C et 20°C, pour ainsi tracer le comportement de la limite d'élasticité en fonction de la température. Cependant, lors des essais les échantillons ne sont pas déformés jusqu'à la rupture. Cela n'était pas nécessaire pour les informations recherchées. Les risques d'endommager l'extensomètre haute-température et la bobine à induction présents dans le montage à la Figure 50 en annexe A sont ainsi réduits. La déformation est mesurée avec l'extensomètre haute température INSTRON conçu pour une température maximale de 1200°C.

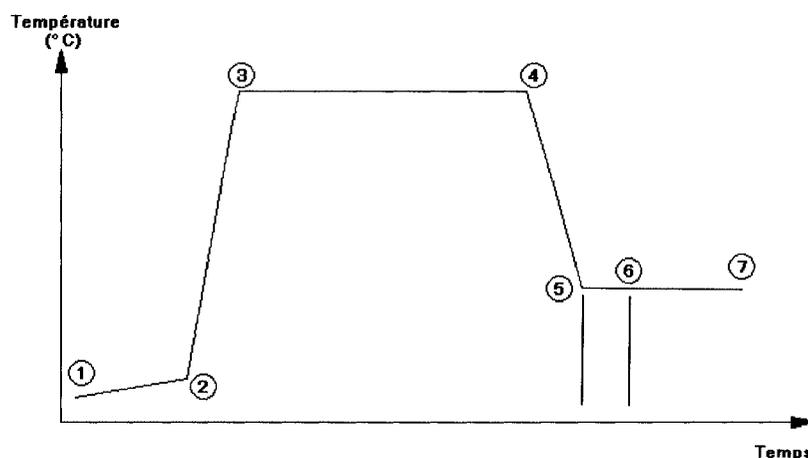


Figure 15 Schématisation du cycle thermique d'austénitisation précédant les essais de traction servant à la mesure de la limite d'élasticité de l'acier S41500 à différentes températures au refroidissement (voir Tableau II)

Suite à ces essais, un septième essai de traction (échantillon A7) a été réalisé à 20°C dans l'état tel que reçu. Le but de cet essai est de comparer les propriétés mécaniques

des deux essais à 20°C (A6 et A7) et de regarder l'influence d'un traitement d'austénitisation avec refroidissement rapide (comme au soudage) sur ces valeurs.

Tableau II

Résumé des essais de mesure de la limite d'élasticité de l'acier S41500 après austénitisation en fonction de la température (voir Figure 15)

		Température des essais de traction					
Étapes		600 °C	450 °C	350 °C	250 °C	100 °C	20 °C
Échantillons		A1	A2	A3	A4	A5	A6
1 ⇒ 2	Δ T	20 à 30 °C					
	Δ t	5 sec					
2 ⇒ 3	Δ T	30 à 1050 °C					
	Δ t	1 min 15 sec					
3 ⇒ 4	Δ T	Maintien à 1050 °C					
	Δ t	10 min					
4 ⇒ 5	Δ T	1 050 à 600°C	1 050 à 450°C	1 050 à 350°C	1 050 à 250°C	1 050 à 100°C	1 050 à 20°C
	Δ t	5 sec	8 sec	11 sec	13 sec	16 sec	55 sec
5 ⇒ 6	Δ T	Maintien 600 °C	Maintien 450°C	Maintien 350°C	Maintien 250°C	Maintien 100°C	Maintien 20°C
	Δ t	4 min					
6 ⇒ 7	Δ T	Maintien 600°C	Maintien 450°C	Maintien 350°C	Maintien 250°C	Maintien 100°C	Maintien 20°C
	Δ t	Jusqu'à la déformation maximale de l'extensomètre					

2.3 Mesures des cinétiques de transformation de phase et changements volumiques induits

Dans le but de simuler expérimentalement le cycle thermique d'une passe de soudage, des cycles de température seront exécutés en déformation libre et également, avec une application de charge. Les charges équivaldront à celle de la limite d'élasticité à différentes températures mesurées à la section 2.2 de ce mémoire. Pour prédire le comportement métallurgique de l'alliage, l'approche envisagée est de connaître son comportement dilatométrique selon différents cycles thermiques. Effectivement, cette caractéristique permettra de donner beaucoup d'informations telles les températures de début et fin de transformation de phase, et les coefficients d'expansion thermique (C_{exp}) de l'acier.

À l'aide d'un GLEEBLE, d'une machine de fatigue INSTRON et d'un TMA, ces résultats seront recueillis et interprétés comme mentionné précédemment. Ensuite, certains de ces essais sont refaits, mais cette fois-ci avec un chargement équivalent aux contraintes résiduelles. De ce fait, une comparaison des données permettra de déterminer l'effet des contraintes sur le comportement métallurgique de l'alliage. Les informations découlant de la dilatométrie seront utilisées dans le but d'optimiser un modèle mathématique qui servira à prédire les proportions de chaque phase dans cet acier selon son historique thermique.

2.3.1 Mesures de dilatométrie sans application de charge externe

Pour permettre une dilatation libre, les essais de référence sont exécutés en maintenant une force nulle ou presque sur les échantillons. Trois équipements différents ont été utilisés pour faire les essais. Ainsi, la précision des résultats pourra être discutée. Un protocole expérimental pourra ainsi être développé.

2.3.1.1 GLEEBLE

Grâce à une collaboration ÉTS, IREQ et IMI-CNRC, des essais expérimentaux de différents cycles de chauffage ont pu être réalisés à l'aide d'un système GLEEBLE situé au centre de recherche IMI-CNRC de Boucherville. Le modèle utilisé, comme on peut le voir à la Figure 51 en annexe A, est le GLEEBLE 3500®. Cette machine GLEEBLE est particulière car elle a été modifiée par l'ajout d'un système Laser-Ultrason conçu par les chercheurs de l'Institut. Son fonctionnement sera détaillé à la section 2.4.4.

Les mesures de déformation au GLEEBLE ont été faites à l'aide du dilatomètre Cgauge® (Figure 52-a en annexe A) et ce lors d'essais réalisés à des taux de chauffage et de refroidissement lent (5°C/min), moyen (60°C/min) et rapide comme celui imposé à la section 2.2 pour les mesures de $Re_{0,2\%}$. Ceux-ci sont résumés au Tableau III. Par contre, pour effectuer les mesures de $Re_{0,2\%}$, il est nécessaire de mesurer les déformations dans le sens de l'application de la charge. C'est pourquoi un extensomètre haute-température INSTRON de l'IREQ a été modifié pour permettre de résister à une température de 1000°C en remplaçant les pointes métalliques par des couteaux de céramique et en faisant quelques autres modifications. Ce changement permet de l'installer soit dans le sens de la largeur comme pour le Cgauge du GLEEBLE (Figure 52-b en annexe A), soit dans la direction longitudinale de l'échantillon i.e. dans l'axe de chargement. Un autre avantage de l'extensomètre INSTRON est que la distance entre les pointes est plus petite que les points d'appui du Cgauge GLEEBLE. Il devrait donc y avoir un plus faible gradient en température entre celles-ci qu'entre les points d'appui du Cgauge.

Tableau III

Résumé des essais au GLEEBLE de l'IMI

# Essai		Chauffage	Maintien	Refroidissement					
B1	T (°C)	20 à 1 000°C	1 000°C	1 000 à 20°C					
	Δtemps	5°C/min	5sec	5°C/min					
B2	T (°C)	20 à 1 000°C	1000°C	1 000 à 20°C					
	Δtemps	60°C/min (1°C/s)	5sec	60°C/min ou 1°C/s					
B3	T (°C)	20 à 1 000°C	1000°C	800°C	500°C	300°C	250°C	150°C	20°C
	Δtemps	100°C/s	5sec	2,5 sec	5 sec	8 sec	4 sec	15 sec	2 min

2.3.1.2 TMA

À l'IREQ, le TMA-7® (Thermo-Mechanical Analyzer) de Perkin-Elmer permet d'effectuer des mesures précises au dilatomètre avec application d'une charge constante à l'aide d'un palpeur de quartz (Figure 53-b en annexe A). C'est ce même palpeur qui mesure les variations dimensionnelles de petits échantillons en fonction de la température et du temps. Ses caractéristiques d'opération sont :

- plage de température: -70 à 1 000°C;
- taux de chauffage/refroidissement: entre 0.1°C/min à 100°C/min;
- plage de force: -6500 mN à 8000 mN;
- déplacement : ± 12 mm (0 à 24 mm).

Lors des essais, les mesures avec des cycles thermiques dits « très lent » et « lent », équivalant à 1°C/min et 5°C/min respectivement, ont été choisies. Contrairement au GLEEBLE, il n'est pas recommandé de choisir des taux différents pour le chauffage et

le refroidissement lors d'un même essai car cela fausserait la calibration en température. La température lue par l'équipement est calibrée selon la norme ASTM E 1363. Cette méthode d'étalonnage est basée sur la température de fusion mesurée pour trois métaux purs (argent, zinc et indium) dont les points de fusion se situent dans la plage d'intérêt, soit entre 20°C et 1000°C.

Les essais réalisés au TMA sont résumés au Tableau IV. Une très faible pression était maintenue sur les éprouvettes lors des essais pour que le palpeur adhère à la surface de l'échantillon et suive adéquatement les variations linéiques. Les essais de référence ont été effectués à un taux de 5°C/min, et souvent répétés une ou deux fois. Ceci permettra de voir s'il y a ou non une variation du comportement dilatométrique de l'hystérésis de la déformation en fonction de la température. Il a fallu maintenir un débit d'argon plus élevé que celui recommandé par le fournisseur pour éviter l'oxydation durant tout le cycle thermique, ce qui a diminué la capacité de chauffage de l'équipement. Dû au transfert de chaleur accru, la température maximale a été limitée à 950°C pour tous les essais.

Tableau IV

Résumé des essais de dilatométrie réalisés avec le TMA-7 selon la norme ASTM E831

Item	Direction	Taux Chauffage/ Refroidissement	Tmax	Force	# cycle	# Échantillon
1	L	5°C/min	950°C	- 50mN	2	C1L1
2	L	5°C/min	950°C	- 50mN	2	C1L2
3	T	5°C/min	950°C	- 50mN	3	C1T1
4	T	5°C/min	950°C	- 50mN	3	C1T2
5	L	1°C/min	950°C	- 50mN	2	C1L3
6	T	1°C/min	950°C	- 50mN	2	C1T3

2.3.2 Mesures de dilatométrie avec application de charge externe

Sur des échantillons de type A, un premier cycle thermique similaire à celui d'une passe de soudage est effectué sur le banc d'essai INSTRON. L'un des échantillons subit un chargement équivalent à un certain pourcentage de la limite d'élasticité du matériau en fonction de la température lors du refroidissement. Le second échantillon subit le même cycle thermique que le premier sauf sans chargement. Lors du second cycle sur le TMA, l'influence de l'application du chargement sur le comportement dilatométrique des échantillons de type C prélevés au centre des échantillons de type A sera analysée. C'est le deuxième cycle des ces échantillons qui sera comparé car sur la machine INSTRON, le chauffage et le chargement sont exécutés sans mesurer la déformation. L'extensomètre INSTRON n'a pas la même qualité de résolution que le TMA. Le résumé de ces étapes est présenté aux Tableaux V et VI.

Tableau V

Cycle 1 sur le banc d'essai INSTRON

# Échantillon		Chauffage	Maintien	Refroidissement	
		20 à 1 050°C	1 050°C	1 050 à 20°C	
				300°C	20°C
A8	F	0	0	50 MPa	600 MPa
	Δt	10,3 sec	5 sec	14 sec	31 sec
A9	F	0	0	0 MPa	0 MPa
	Δt	10,3 sec	5 sec	14 sec	31 sec

Tableau VI

Cycles 2 et 3 sur le TMA

# Échantillon	Direction	Taux Chauffage/ Refroidissement	Tmax	Force	# cycle au TMA	Provenance
C2L1	L	1°C/min	950°C	- 50mN	2	A8
C3L1	L	1°C/min	950°C	- 50mN	2	A9

2.4 Mesures des proportions de phases

Pour mesurer l'évolution des pourcentages des phases en fonction de l'historique thermique du matériau, deux approches sont envisagées. L'une consiste à mesurer les proportions sur l'échantillon dès la fin du cycle et l'autre à mesurer en continu le pourcentage des phases en présence. Les techniques par microscopie optique, microscopie électronique à balayage, EBSD et XRD sont limitées à des observations de la microstructure à la température ambiante i.e. à l'état initial et final du cycle thermique. Seulement le système Laser-Ultrason jumelé au GLEEBLE, détaillé à la section 2.4.4, semble permettre un suivi des proportions de phases durant tout le cycle thermique. Suite aux résultats, une procédure sera adoptée pour comparer les différentes techniques de mesure.

2.4.1 Microscopie optique

La technique optique consiste à créer un effet de contraste de couleur entre les différentes phases. Ce contraste est obtenu par une attaque chimique préférentielle [8]. Les divers constituants de la microstructure réfléchissent la lumière différemment et peuvent ainsi offrir une micrographie qui fournit des informations telles la nature des constituants et la taille des grains.

Pour développer la méthode, des échantillons ont été prélevés à même la plaque de S41500. Ils étaient dans l'état métallurgique tel que reçu. Ils ont été coupés à l'aide d'une mini-tronçonneuse de précision Struers Accutom-50® puis enrobés dans du SpecifiFast® (un thermoplastique qui est une résine acrylique transparente) dans une presse d'enrobage Struers ProntoPress-20®. Polie par la technique conventionnelle, la surface des échantillons a été attaquée chimiquement avec le réactif « Villela » (100ml éthanol, 5 ml HCl et 1 gr d'acide picrique) pour un temps maximum d'une minute tel

que suggéré par la littérature [10, 35-37]. Ce réactif est reconnu pour faire ressortir les secondes phases telles que les carbures, la ferrite- δ et attaquer préférentiellement la martensite [35]. Après attaque, des micrographies ont pu être prélevées à des grossissements de 50 à 1000X à l'aide d'un microscope optique (Olympus BX61®).

Pour plus de précision, une seconde approche a consisté à effectuer un traitement thermique de revenu sur les échantillons avant d'utiliser un réactif chimique qui différencie la martensite de l'austénite. Cette technique colore les phases d'une manière à distinguer facilement les constituants. D'après Girault *et al.*[38], en mélangeant $30\text{ml} \pm 2\text{ml}$ de deux réactifs dont leur composition se retrouve au Tableau XXVII en annexe A, une différence dans la coloration des phases martensite et d'austénite peut être observée. La martensite semble prendre une teinte brunâtre tandis que l'austénite demeure blanche car elle n'est pas influencée par l'effet du traitement thermique de revenu.

2.4.2 Microscopie électronique à balayage (MEB) et imagerie de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Avec la méthode du MEB, les phases en présence peuvent être distinguées surtout lorsque les éléments d'alliage sont bien circonscrits dans des zones distinctes. Contrairement à la microscopie optique, le MEB permet d'obtenir un contraste chimique. En fait, si les électrons rétrodiffusés sont recueillis pour créer une image, l'intensité dépend alors du nombre atomique Z moyen des phases observées ou de l'angle que forme le faisceau d'électrons primaires avec la normale à la surface de l'échantillon [8]. Avec ces informations, on peut observer un effet topographique qui est conséquent de l'attaque chimique.

D'autre part, la technique EBSD permet d'évaluer la microstructure d'un matériau par une mesure de l'orientation cristallographique. Elle permet de quantifier la taille des grains, leur orientation, la texture et finalement d'identifier les phases en présence. À la Figure 54-a en annexe A, un schéma de la technique EBSD est illustré. Un faisceau d'électrons incident diffracte sur un échantillon incliné. L'orientation de la région peut ainsi être mesurée en indexant les figures de diffraction. En faisant cela point par point, il est possible d'obtenir des cartes d'orientation.

2.4.3 Diffraction des rayons X (XRD)

La technique de diffraction des rayons X est très répandue et est considérée très fiable quant aux mesures des proportions des phases dans les métaux. Elle permettrait d'obtenir des proportions d'austénite résiduelle pouvant être aussi basses que 1 %. La diffraction des rayons X distingue les phases par la différence de leur structure atomique. Il est connu que l'austénite, même résiduelle, possède une structure cubique à faces centrées (CFC). Elle peut se transformer soit en ferrite qui est cubique centré (CC) ou bien en martensite qui est une structure tétragonale (BCT), et dont la tétragonalité dépend du taux de carbone. Les mesures d'austénite résiduelle ont été effectuées par l'entreprise Proto Manufacturing Limited, Ontario, spécialisée dans le développement d'outils de mesures non-destructifs et d'expertise dans le domaine des rayons X. Ces analyses ont été réalisées sur les échantillons qui ont subi les essais de dilatation de la section 2.3.1.1 plus un échantillon de référence provenant de la plaque de départ et sont résumées au Tableau VII. Préalablement aux prises des mesures, les échantillons ont été électro-polis chimiquement à une profondeur de 0,25 mm (0,010 po). À la Figure 16, l'emplacement de la mesure est légèrement décalé du centre de la largeur de l'échantillon car simultanément aux mesures dilatométriques, des mesures de laser-ultrasons ont été effectuées sur cet échantillon. Étant donné que celles-ci ont altéré la surface opposée, il faut éviter de faire les mesures au même endroit pour éviter de

fausser les données. La technique de diffraction des rayons X suivie est selon la norme SAE STP453.



Figure 16 Illustration de l'appareil ayant servi aux mesures de diffraction des rayons X sur les échantillons B1 et B2 ayant subi différents cycles thermiques avec le Gleeble de l'IMI

Tableau VII

Résumé des échantillons analysés aux rayons X selon la norme SAE STP453

# Échantillon	Équipement	Direction	Taux de cycle thermique
B1	GLEEBLE	T	5°C/min
B2	GLEEBLE	T	60°C/min ou 1°C/sec
B3	GLEEBLE	T	Chauffage et refroidissement rapide
B4		T	Référence

2.4.4 Laser-Ultrason interférométrie

Cette technique a été développée afin de mesurer sans contact et en temps réel plusieurs caractéristiques des matériaux métalliques telles (a) le module de Young, (b) la texture cristallographique, (c) les proportions des phases dans l'alliage et finalement (d) la

grosseur des grains [39]. Ceci est réalisé à l'aide d'un GLEEBLE 3500® modifié par l'ajout d'un système Laser-Ultrason développé par les chercheurs de l'Institut des Matériaux Industriels du Conseil National de Recherche du Canada.

Lors d'essais thermiques et/ou mécaniques avec le GLEEBLE, deux pulsations laser sont envoyées au même moment sur un échantillon à une fréquence de 100 Hz. Le premier faisceau contribue à la formation d'une onde ultrasonore compressive à l'intérieur de l'échantillon en créant un impact à sa surface. La réflexion de la seconde pulsation envoyée en continu est détectée par un interféromètre. Ce dernier mesure le reflet de la phase qui est modulé par le faible déplacement de la surface (de l'ordre du nanomètre) résultant du mouvement d'aller-retour de l'onde ultrasonore à l'intérieur de l'échantillon [40]. Ainsi, si l'on divise l'épaisseur de l'échantillon par ce délai entre le départ et le reflet du deuxième faisceau laser [41], on obtient la vitesse de l'onde ultrasonore dans le matériau en fonction de toutes variations en température et/ou en déformation durant les tests. La mesure de la vitesse ultrasonore dépend des proportions de phases. La majorité des phases possèdent un module d'élasticité différent [42, 43] et la vitesse ultrasonore est caractéristique de celui-ci. Si l'on connaît cette vitesse dans un échantillon de référence dont les proportions de phase sont connues, il est possible par une règle de proportionnalité de déterminer les fractions de chaque phase pour tous les autres essais sur le même matériau. Cependant, les résultats d'essais de traction sur des aciers au carbone, austénitique et martensitique démontrent que la variation du module d'élasticité de la martensite et de l'austénite avec la température est sensiblement la même [44]. Le graphique de la Figure 17 montre les résultats des essais de traction réalisés au chauffage pour un acier austénitique (304L), acier au carbone (1045) et martensitique (17-4 PH). Il est bien clair que les aciers austénitique (304L) et martensitique (17-4 PH) possèdent un module d'élasticité très semblable malgré leur microstructure très différente.

Cela pourra rendre difficile la précision et l'interprétation des résultats avec le système Laser-Ultron sur l'acier S41500. Pour chacun des essais effectués au GLEEBLE (Tableau III), les mesures de la vitesse ultrasonore en fonction de la température ont été enregistrées.

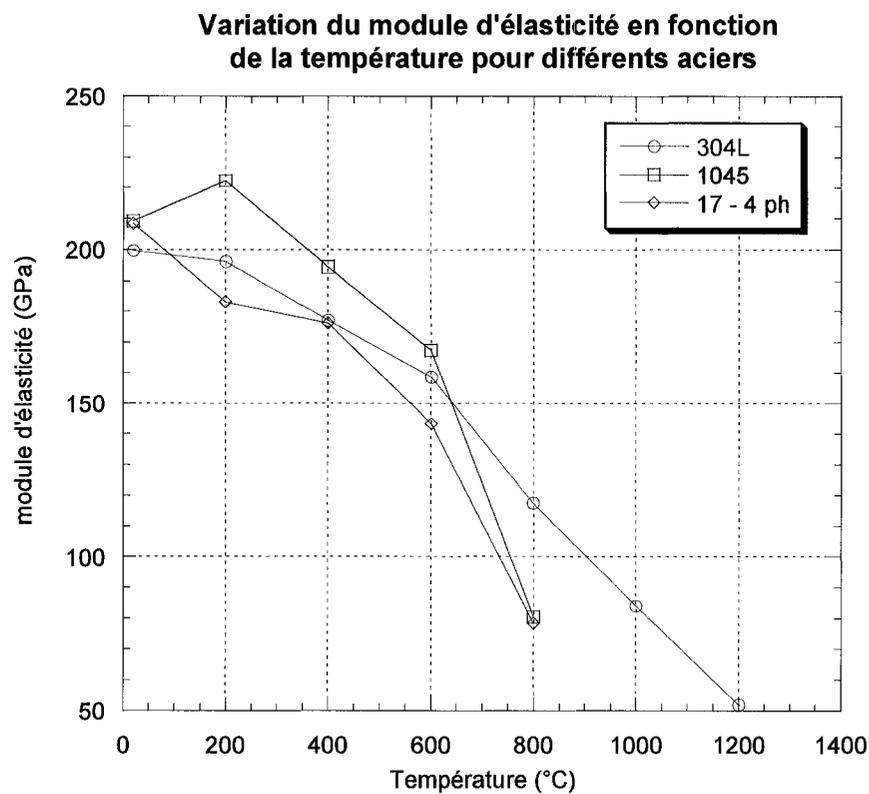


Figure 17 Graphique illustrant que le module d'élasticité de trois aciers avec une microstructure différente, est semblable [44]

Bien que les essais sur le GLEEBLE aient été suspendus suite aux difficultés élaborées précédemment, certains résultats pour les essais B1 et B2 ont été obtenus par la méthode de Laser-ultrason. Ils sont représentés graphiquement par la vitesse du son dans l'échantillon (mm/ μ s) en fonction de la température. Ils ne sont pas analysés car leur interprétation est très difficile et semblait ne pas reproduire les mêmes informations que

des essais réalisés antérieurement sur des aciers moins complexes. De plus, les mesures des proportions de phase par cette méthode ne pouvaient qu'être utilisées seulement si les essais étaient réalisés sur le GLEEBLE.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION DES CINÉTIQUES DE TRANSFORMATION DE PHASE

Dans cette section du mémoire, les mesures de certaines propriétés mécaniques au refroidissement, le comportement dilatométrique et les mesures des fractions volumiques des phases du matériau S41500 sont présentés. L'interprétation de ceux-ci permettra d'obtenir l'hystérésis de la limite d'élasticité en fonction de la température au refroidissement, les propriétés dilatométriques et les températures de transformation des différentes phases, et également d'étudier l'influence des taux de chauffage, de refroidissement et l'effet de contrainte appliquée sur les changements volumétriques qui démontrera l'influence d'une accumulation de contrainte sur un deuxième cycle dilatométrique dans l'acier martensitique S41500. Suite aux résultats de caractérisation des proportions de phase initiales et finales, seulement la technique de diffraction des rayons X a été retenue. Les autres techniques par microscopie et Laser-Ultrason n'ont pas donné des résultats concluants. Les résultats commentés de ces essais sont présentés dans les paragraphes suivants.

3.1 Mesures de la limite d'élasticité du matériau au refroidissement après austénitisation

La Figure 18 présente un résumé des résultats des mesures de la limite d'élasticité réelle (Re), et celle à 0.2% de déformation élastique ($Re_{0.2\%}$), de chaque essai de traction (voir Tableau II). Les courbes démontrent que les propriétés de cet acier martensitique suivent l'évolution de la microstructure. Puisque les essais de traction ont été réalisés au refroidissement, les valeurs des contraintes de Re et de $Re_{0.2\%}$ augmentent abruptement autour de la température de transformation de phase martensitique située environ à 300°C (Figure 18).

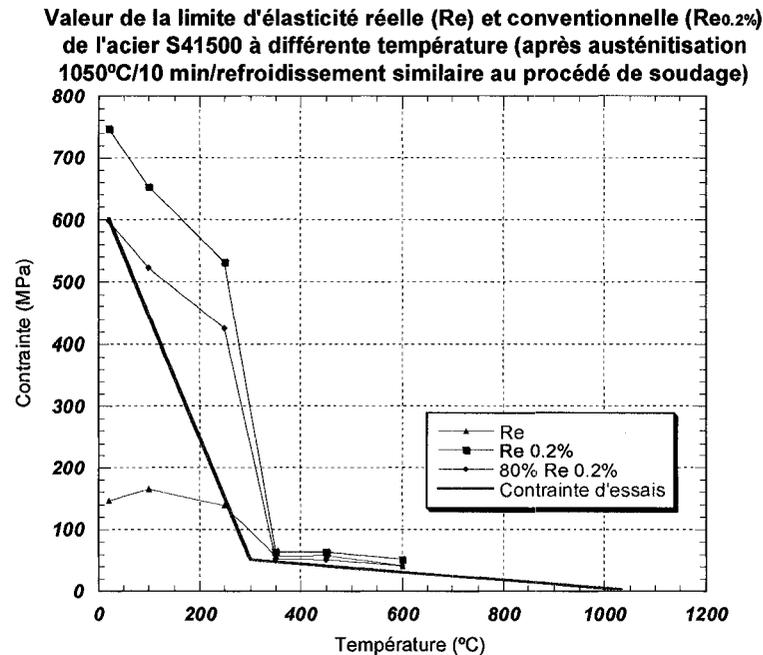


Figure 18 Illustration de la limite d'élasticité du S41500 après austénitisation au refroidissement et les valeurs des contraintes d'essais de la section 2.3.2

Après austénitisation, entre 1050°C et 300°C, la phase dominante est l'austénite. Sa résistance mécanique est particulièrement faible à haute température [45]. Les valeurs de Re et Re_{0.2%} sont faibles et quasi-constantes dans cet intervalle. De 300°C et ce jusqu'au refroidissement complet à 20°C, il y a transformation quasi-complète en martensite. Ce constituant est caractérisé par une limite d'élasticité élevée à basse température. Cependant, les comportements de Re et de Re_{0.2%} se démarquent aux environs de 300°C. Les valeurs de Re_{0.2%} (■) augmentent considérablement comparativement à celles de Re (▲). Pour comprendre cette tendance, une analyse typique de courbe de traction de l'essai à 20°C après et avant austénitisation (A6 et A7) à la Figure 19 permet de mettre en évidence quelques faits qui peuvent expliquer cette différence. Même si les deux échantillons ont le même module d'élasticité, aux environs de 145 MPa, la courbe A6 se détache rapidement de la linéarité donnant une faible valeur de Re. Par contre, la valeur de Re_{0.2%} est plus élevée pour l'échantillon A6 que

pour l'échantillon A7. Ces valeurs sont résumées au Tableau VIII. Avec un taux de consolidation plus élevée et d'une limite d'élasticité $Re_{0,2\%}$ plus faible, l'échantillon A7 pourrait contenir moins de martensite et plus d'austénite dans sa microstructure que A6.

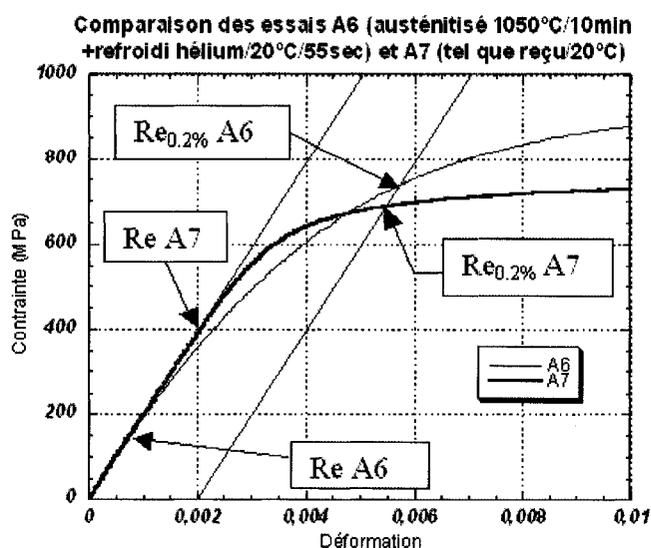


Figure 19 Illustration de la déformation lors de deux essais de traction exécutés à 20°C; Re est plus élevée et $Re_{0,2\%}$ est plus faible pour l'essai A7 (état tel que reçu) comparativement à A6 (austénitisé et refroidi rapidement) (Tableau VIII)

Tableau VIII

Condition des échantillons et valeurs des limites d'élasticité tangente (Re) et conventionnelle ($Re_{0,2\%}$) des essais de traction réalisés à 20°C

Essai	Condition de départ de l'échantillon	Re (MPa)	$Re_{0,2\%}$ (MPa)
A6	Austénitisé (1000°C/10 min) + Trempé (Hé/20°C/55sec)	145	738
A7	Tel que reçu	402	686

En conclusion, $Re_{0,2\%}$ change en fonction des proportions de phases en présence. Ceci est particulièrement vrai lorsque l'on compare $Re_{0,2\%}$ mesurée en fonction de la température au chauffage et au refroidissement. Par exemple, la Figure 20 montre qu'à 600°C au chauffage, la martensite ne s'est pas encore transformée en austénite ce qui permet de conserver une résistance mécanique élevée (≈ 200 MPa) tandis qu'au refroidissement, jusqu'à 350°C, la valeur de $Re_{0,2\%}$ est quasi constante et faible (≈ 50 MPa) car il y a seulement de l'austénite dans la structure. Ces valeurs de $Re_{0,2\%}$ proviennent d'essais de traction expérimentaux réalisés à différentes températures au chauffage et au refroidissement. Cependant, les valeurs des essais au chauffage n'ont pas été obtenues dans le cadre de ce projet [44]. Les essais ont été réalisés en chauffant les échantillons à la température désirée, mais sans avoir contrôlé la vitesse et le temps de maintien. Ces informations ne figuraient pas dans le rapport alors on ne peut dire que la vitesse de chauffage était la même pour tous les essais. Pour une meilleure comparaison, il est fortement suggéré de refaire les essais au chauffage avec la même vitesse que perçue lors du procédé de soudage, qui est d'environ 100°C/seconde. Les valeurs de $Re_{0,2\%}$ au refroidissement proviennent de la Figure 18.

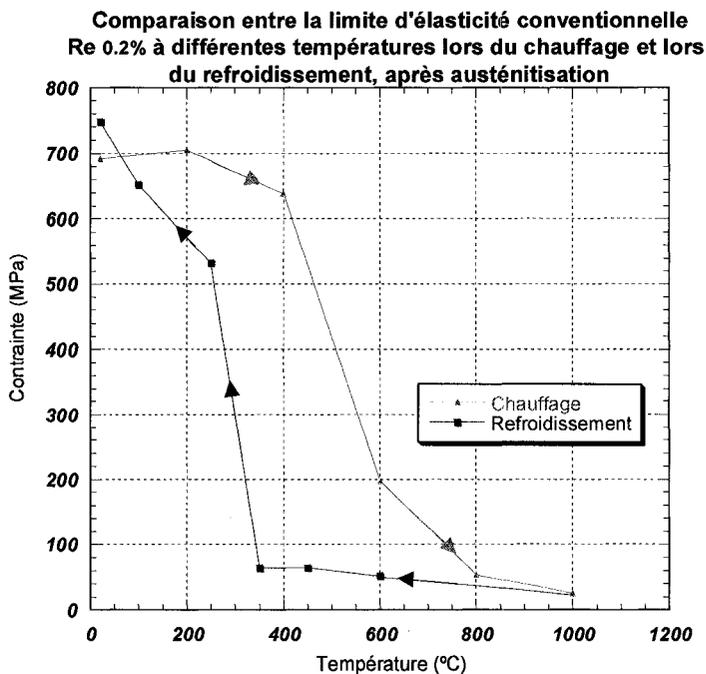


Figure 20 Illustration de la différence du comportement de la limite d'élasticité conventionnelle (Re_{0.2%}) au chauffage par opposition au refroidissement

Suite à ces résultats expérimentaux de Re_{0.2%} à la Figure 18, les valeurs des contraintes d'essais utilisées à la section 2.3.2 ont été déterminées. Ces contraintes seront appliquées dans le but de voir leur effet sur le comportement dilatométrique de l'acier S41500. Cependant, le banc d'essais INSTRON utilisé ne permet pas de mesurer le changement linéique au même instant où la charge est appliquée. C'est seulement son comportement dilatométrique du second cycle sur le TMA qui pourra être comparé avec un second cycle d'un échantillon qui n'aura pas subi de chargement mais qui est refroidi dans les mêmes conditions. L'application du chargement des contraintes d'essais commence dès le début du refroidissement dans le but de simuler ce qui se passe en réalité dans un cordon de soudure. En effet, la stabilité de l'austénite peut être affectée par ce chargement et pourrait grandement influencer la quantité d'austénite transformée lors de la transformation martensitique. Avant le début de transformation austénitique au chauffage, la microstructure est composée d'un mélange de martensite et d'austénite. Le

coefficient d'expansion thermique de l'austénite est plus élevé que celui de la martensite (voir résultats de la section 3.2). Alors si la pente du second cycle de l'essai avec chargement (A9) est plus élevée que celui sans chargement (A8), cela voudra dire que l'application d'une contrainte lors du refroidissement d'un premier cycle peut retarder ou diminuer la quantité d'austénite transformée en martensite.

Cependant, les valeurs des contraintes d'essais n'atteignent parfois que la moitié de la valeur de $Re_{0.2\%}$, à la même température. Ceci est conséquent à deux difficultés dont la première est que le système de contrôle de la force ne permettait pas de programmer le chargement en plus de deux étapes et la deuxième est que l'on voulait éviter de déformer plastiquement et de flamber les échantillons. C'est la raison pour laquelle nous sommes assurés que les deux étapes de chargement des contraintes d'essais passaient sous une courbe à 80% de la valeur de $Re_{0.2\%}$ (♦). Les valeurs des contraintes d'essais avec les temps de chargement sont résumées au Tableau IX.

Tableau IX

Récapitulation des cycles de contraintes représentant les valeurs des contraintes d'essais appliquées pour les essais de la section 2.3.2

Étape	1		2	
	Départ	Fin	Départ	Fin
Température	1050°C	300°C	300°C	20°C
Chargement	0 MPa	50 MPa	50 MPa	600 MPa
Temps	14 sec		41 sec	

3.2 Interprétation des cinétiques de transformation de phase

Dans les paragraphes suivants, la déformation linéique expérimentale en fonction de la température montre le comportement dilatométrique de l'acier S41500 sans et avec application de charge externe. À la section 3.2.1, les résultats des essais sans chargement réalisés avec le GLEEBLE et le TMA sont comparés. En second, la section 3.2.2 expose le bilan des essais avec application d'un chargement accomplis avec le banc d'essai INSTRON et le TMA.

Les résultats sont présentés sous forme graphique. Les informations telles les déformations linéiques expérimentales maximales et résiduelles, et les températures de début et de fin de transformation de phase sont extraites de ces courbes et résumées dans des tableaux.

3.2.1 Dilatométrie sans application de charge externe

Dans un contexte de comparaison expérimentale, les résultats sont analysés en fonction de l'échantillon de référence C1T1 réalisé avec le TMA avec à un taux de 5°C/min. Cet échantillon a été prélevé dans la direction T. Les variables d'essais sont la direction des prélèvements des échantillons, les différents taux de chauffage et refroidissement, et le nombre de cycles thermiques.

3.2.1.1 GLEEBLE

Seulement des essais dans la direction travers court (T) ont été mesurés et ce, à des taux constants de 5°C/min et de 60°C/min. Des taux plus grands n'ont pas donné des résultats de dilatométrie satisfaisants à cause du manque de contrôle de la température lors des cycles thermiques rapides, l'impossibilité d'installer l'extensomètre Cgauge selon l'axe

du chargement et un artéfact mécanique imprévu sur les échantillons lors du départ du système hydraulique. Ces carences ont fait ombrage à la fiabilité des résultats des autres essais. Il a également été difficile d'obtenir une répétition des résultats car l'installation de l'extensomètre Cgauge sur l'échantillon pouvait être différente d'une fois à l'autre. De plus, l'extensomètre développé à l'IREQ n'a pu être utilisé car le champ magnétique résultant du chauffage par résistance de l'échantillon perturbait l'acquisition des données.

L'essai dilatométrique B1 avec un taux de chauffage et de refroidissement lent de 5°C/min est illustré à la Figure 21. Les températures de début et de fin de transformation austénitique et martensitique sont déterminées par la méthode graphique expliquée à la Figure 22.

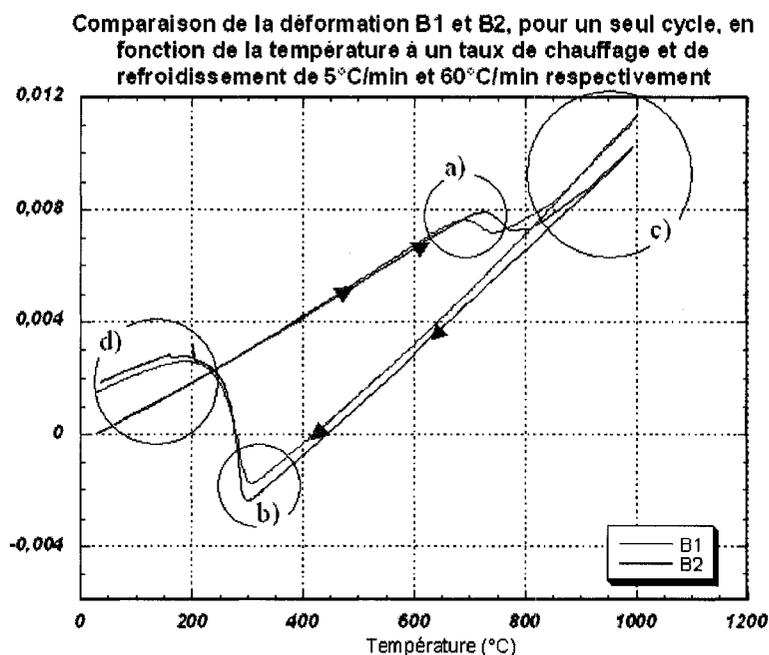


Figure 21 Graphique démontrant que l'essai B2 donne une température de début de la transformation de phase austénitique et une déformation résiduelle plus élevée que l'essai B1

Pour déterminer les températures de début de transformation austénitique et martensitique, une droite tangente à la déformation due à l'expansion thermique est tracée sur un agrandissement de cette région du graphique comme le montre la Figure 22-a et Figure 22-b. La température de début de transformation austénitique (Figure 22-a) et de fin de transformation martensitique (Figure 22-d) sont des points d'inflexion tandis que la température de fin de transformation austénitique (Figure 22-b) et de début de transformation martensitique (Figure 22-c) sont des points critiques qui sont des minimums locaux. Puisque avec un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min la martensite devrait être complètement transformée en austénite avant 1000°C, la fin de transformation austénitique est définie comme le point où débute la superposition de la courbe du chauffage sur la courbe de contraction de l'austénite au refroidissement. Ce point critique est représenté par la flèche sur la Figure 22-c. Parfois, il n'y a aucune superposition comme le montre la région entourée sur cette même figure. On peut donc conclure que la transformation austénitique n'est pas complétée avant le début du refroidissement. Et finalement, la méthode graphique pour déterminer la température de fin de transformation martensitique est similaire à celle des débuts de transformation. Une droite tangente est superposée sur la fin de la courbe dilatométrique et le point d'inflexion mis en évidence devient cette température (Figure 22-d).

Au chauffage, la déformation est représentée par une dilatation libre jusqu'environ 650°C. Dépassé 860°C et jusqu'à 1000°C, ce même comportement revient, mais avec une pente plus élevée ce qui correspond à l'expansion thermique de 100% d'austénite. Si le taux de chauffage est suffisamment lent, la stabilité thermodynamique peut-être atteinte et la transformation de la martensite en austénite est complétée. De plus, cette hypothèse est renforcée par le fait que lors du refroidissement, le comportement dilatométrique entre 1000°C et 320°C effectue un retour avec une pente identique à celle obtenue entre 860°C et 1000°C au chauffage. À 320°C, une augmentation brusque de volume de l'échantillon survient. Il y a donc début de transformation martensitique qui

semble se poursuivre jusqu'à 90°C, température en dessous de laquelle le comportement dilatométrique devient parabolique jusqu'à la température ambiante.

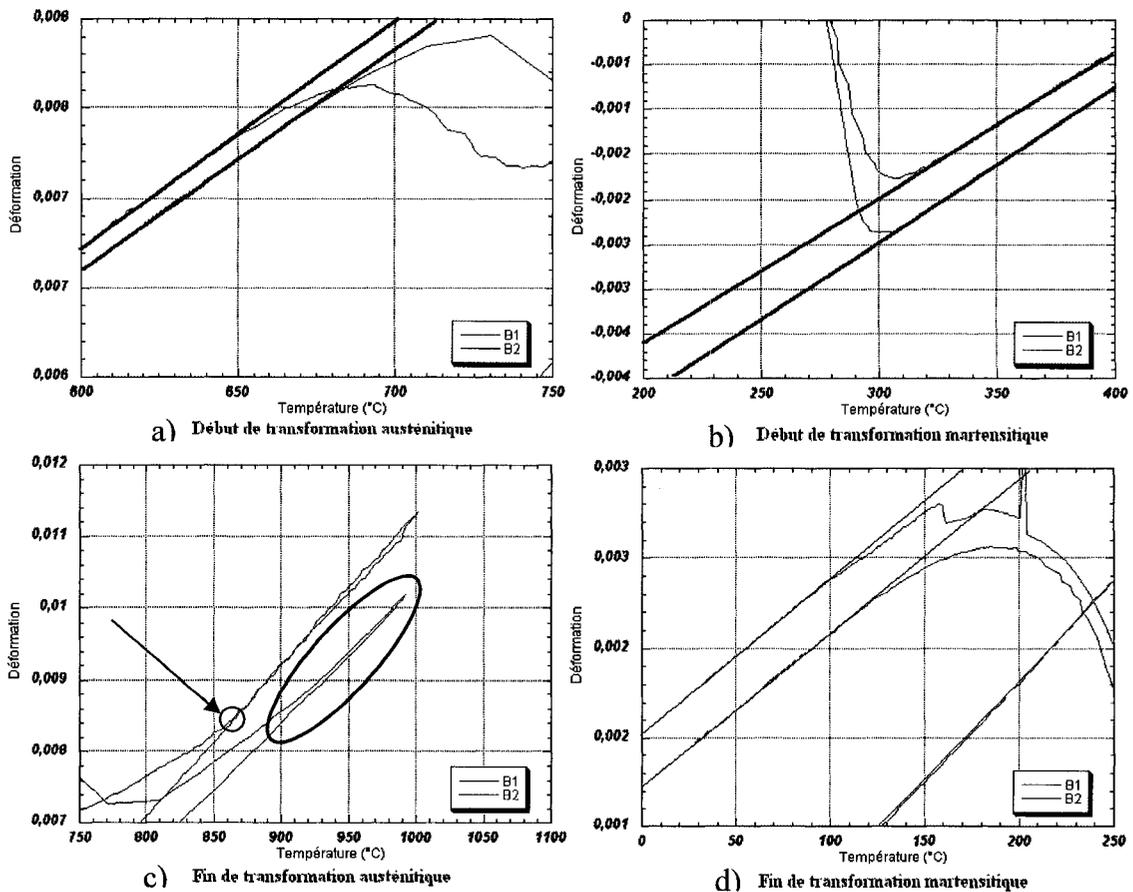


Figure 22 Illustration de la méthode graphique pour déterminer les températures a) de début de transformation austénitique, b) de début de transformation martensitique, c) de fin de transformation austénitique et d) de fin de transformation martensitique de la Figure 21

Pour l'essai B2 dont le taux de chauffage et de refroidissement est de 60°C/min, la dilatation libre reste stable jusqu'à 680°C, ce qui correspondrait au début de transformation de phase de la martensite en austénite (Figure 22). Néanmoins, il est difficile de se prononcer sur la température de fin de la transformation. La pente au

chauffage, entre 800°C et 1000°C, est plus faible que celle au refroidissement (voir Figure 21-c). Par contre, lors du refroidissement, son comportement dilatométrique semble parabolique entre 1000°C et 305°C. Une expansion soudaine du matériau qui marque le début de la transformation martensitique se produit à 305°C et semble se terminer autour de 90°C. Ces informations sont résumées dans le Tableau X qui donne aussi la déformation résiduelle. À un taux plus lent, l'échantillon B1 manifeste une déformation résiduelle plus faible que l'échantillon B2. L'échantillon B1 possède plus d'austénite résiduelle que l'échantillon B2 tel que mesuré à la section 3.3.2 par la diffraction des rayons X. S'il y a moins de martensite qui se transforme au refroidissement, la déformation résiduelle devrait être plus faible.

Tableau X

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues aux Figure 21 et Figure 22

Essais	Début $M \rightarrow \gamma$	Fin $M \rightarrow \gamma$	Début $\gamma \rightarrow M$	Fin $\gamma \rightarrow M$	Déformation résiduelle
B1	650°C	860°C	320°C	100°C	0.0015080
B2	680°C	N/A	305°C	90°C	0.0018019

3.2.1.2 TMA

Les essais effectués avec le TMA confirment des résultats plus répétitifs que ceux obtenus avec le GLEEBLE. À la Figure 23, les premiers cycles d'essais réalisés dans la direction travers court et longitudinale ont été superposés. Étant d'abord un équipement de mesure plus précis pour obtenir les propriétés dilatométriques des matériaux, il a été également possible de varier et de comparer plus aisément d'autres variables telles

l'orientation des éprouvettes et le taux de chauffage et de refroidissement des cycles thermiques.

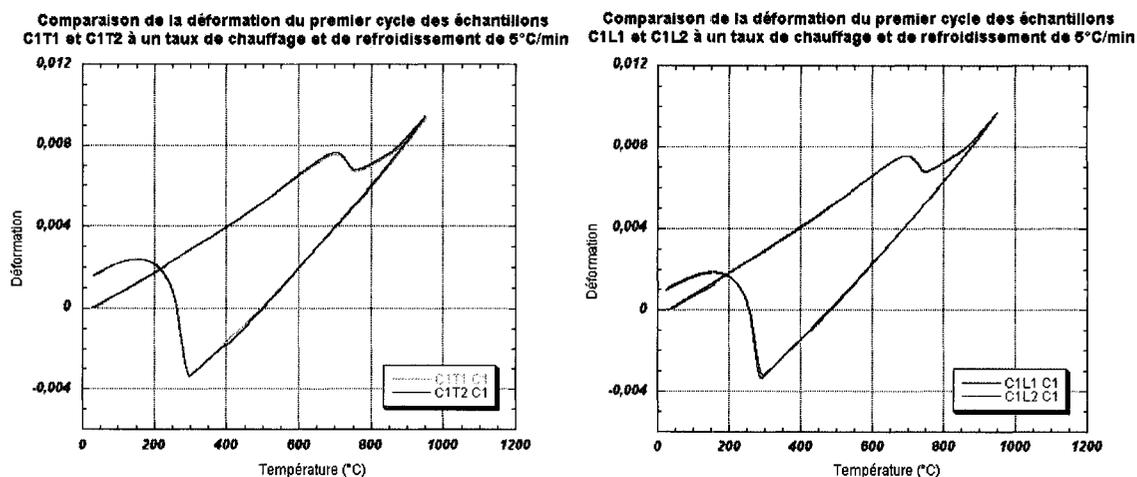


Figure 23 Démonstration de la répétitivité des cycles au TMA autant dans la direction travers court que longitudinale

a) Comparaison du comportement de la déformation après un cycle au même taux (5°C/min) dans les directions T et L

Les comportements dilatométriques des échantillons prélevés selon deux directions différentes (travers court et longitudinale) à la direction du laminage sont montrés à la Figure 24. Ceux-ci sont comparables jusqu'à ce que la transformation martensitique se produise au refroidissement. La grande différence est la valeur de la déformation résiduelle. Pour l'échantillon C1T1, cette valeur égale à 150% de la valeur de l'échantillon C1L1 (voir Tableau XI). Les températures de fin de transformation sont difficilement perceptibles, mais semblent être les mêmes pour les deux échantillons. Entre 850°C et 950°C, avec un maintien à 950°C d'une minute, les courbes au chauffage et celles au refroidissement de chaque essai ne se chevauchent qu'à un seul point, formant ainsi une boucle, et non sur une période de température. Au retour, l'austénite se transforme en martensite à la même température, bien que la fin de la transformation

martensitique soit difficile à évaluer pour les deux échantillons. Il n'est pas évident de déterminer un point d'inflexion avec un retour apparent d'un comportement de contraction thermique stable. La déformation résiduelle à la température ambiante est plus grande dans la direction travers court. De ce fait, un premier constat serait que lors de la transformation martensitique, la déformation mesurée se produise dans une orientation préférentielle. Autrement dit, que la déformation soit anisotrope.

Comparaison de la déformation entre C1T1 et C1L1, pour un seul cycle, en fonction de la température à un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min, mais selon des directions différentes de prélèvement des échantillons

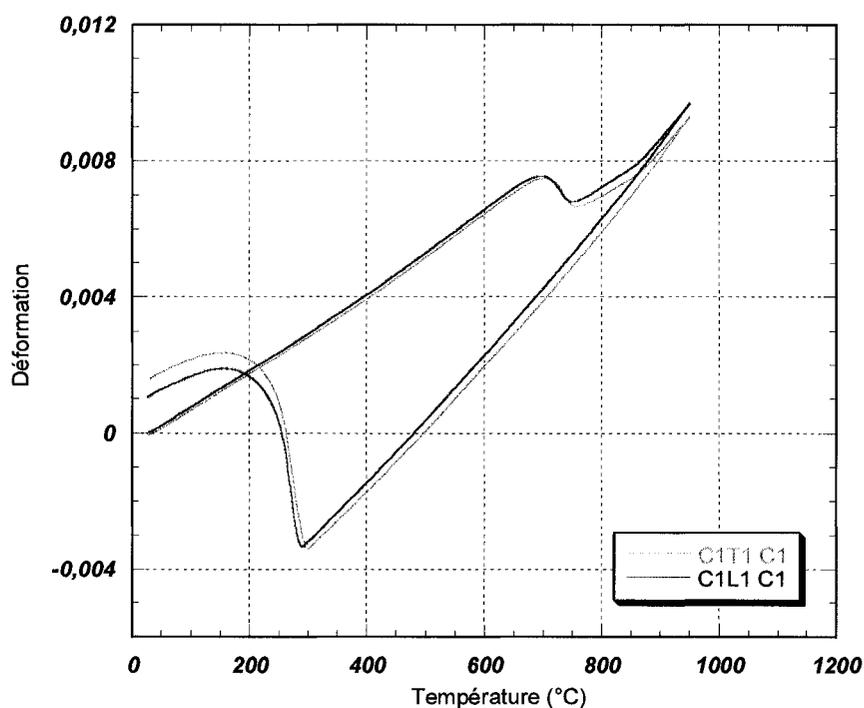


Figure 24 Graphique illustrant deux échantillons n'ayant pas été prélevés dans la même direction et qui ont le même comportement dilatométrique sauf en ce qui concerne la déformation résiduelle

Tableau XI

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues de la Figure 24

Essais	Début $M \rightarrow \gamma$	Fin $M \rightarrow \gamma$	Début $\gamma \rightarrow M$	Fin $\gamma \rightarrow M$	Déformation résiduelle
C1T1	660°C	940°C	300°C	80°C	0.0015583
C1L1	650°C	940°C	290°C	55°C	0.0010552

b) Comparaison du comportement de la déformation après plusieurs cycles au même taux (5°C/min) selon les directions T et L

Afin de poursuivre la comparaison entre les deux directions, plusieurs cycles identiques les uns à la suite des autres ont été appliqués sur les mêmes échantillons qu'au point a). L'échantillon C1T1 donne une déformation résiduelle qui augmente cycle après cycle (Figure 25), tandis qu'elle diminue dans le cas de l'échantillon C1L1 (Figure 26). Selon l'hypothèse stipulée au point a), il se pourrait que le volume gagné dans une direction soit perdu dans l'autre. À la Figure 27 les seconds cycles de déformation dans la direction travers court et longitudinale sont superposés. On remarque que la dilatation libre au chauffage entre 20°C et 630°C est identique. La dilatation cumulée dans cet intervalle est donc la même et représente la sommation du produit des coefficients de dilatation thermique avec la fraction volumique de chaque phase dans l'intervalle de température sans transformation de phase. Si la teneur initiale des constituants au deuxième cycle pour les deux échantillons était composée majoritairement de martensite, ce phénomène de déformation dans une direction préférentielle ne devrait pas être relié à la quantité de martensite, mais plutôt à son orientation. Cela pourrait aussi être relié à l'orientation cristallographique des grains d'austénite primaire où se forment les lamelles de martensite. Un autre constat, est que pour l'échantillon dans la direction travers court, les cycles 2 et 3 se superposent exactement l'un sur l'autre. De ce

fait, l'hystérésis du deuxième et troisième cycles sont les mêmes, mais sont décalées vers le haut avec une déformation résiduelle positive. Un résumé des valeurs des températures de début et de fin de transformation de phase et la déformation résiduelle se retrouve au Tableau XII.

Après le premier cycle, la température de début de transformation austénitique a tendance à diminuer d'environ 20°C tandis que celle du début de transformation martensitique semble stable pour les deux échantillons.

Comportement de la déformation de C1T1, pour trois cycles analogues et consécutifs en fonction de la température à un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min

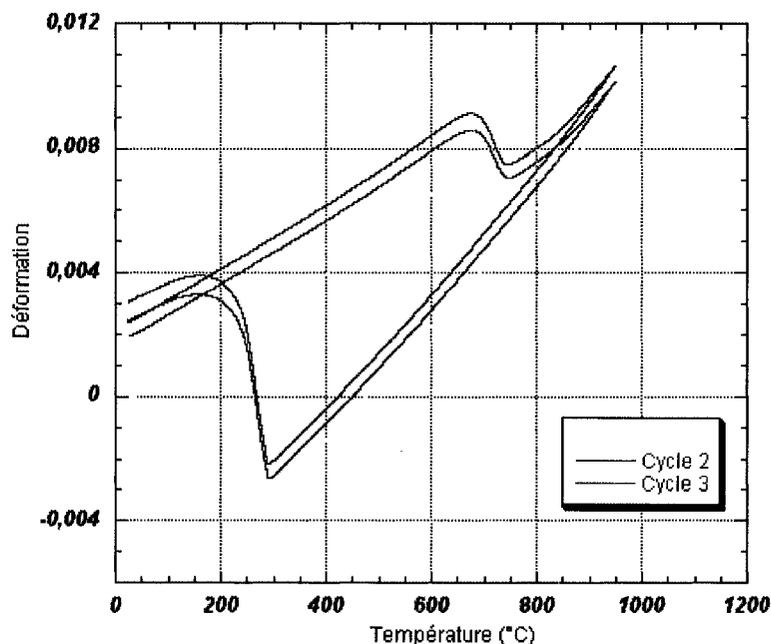


Figure 25 Graphique représentant le comportement dilatométrique d'un échantillon travers court qui, cycle après cycle, subit une augmentation de la déformation résiduelle

Tableau XII

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues des Figure 25 et Figure 26

Essais	Cycle	Début	Fin	Début	Fin	Déformation résiduelle
		$M \rightarrow \gamma$	$M \rightarrow \gamma$	$\gamma \rightarrow M$	$\gamma \rightarrow M$	
C1T1 (T_{\max} 950°C)	C1	660°C	940°C	300°C	80°C	0.0015583
	C2	640°C	945°C	300°C	80°C	0.0019938
	C3	640°C	940°C	295°C	80°C	0.0023925
C1L1 (T_{\max} 950°C)	C1	650°C	940°C	290°C	55°C	0.0010552
	C2	630°C	945°C	290°C	50°C	0.0008609

Comportement de la déformation de C1L1, pour deux cycles analogues et consécutifs en fonction de la température à un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min

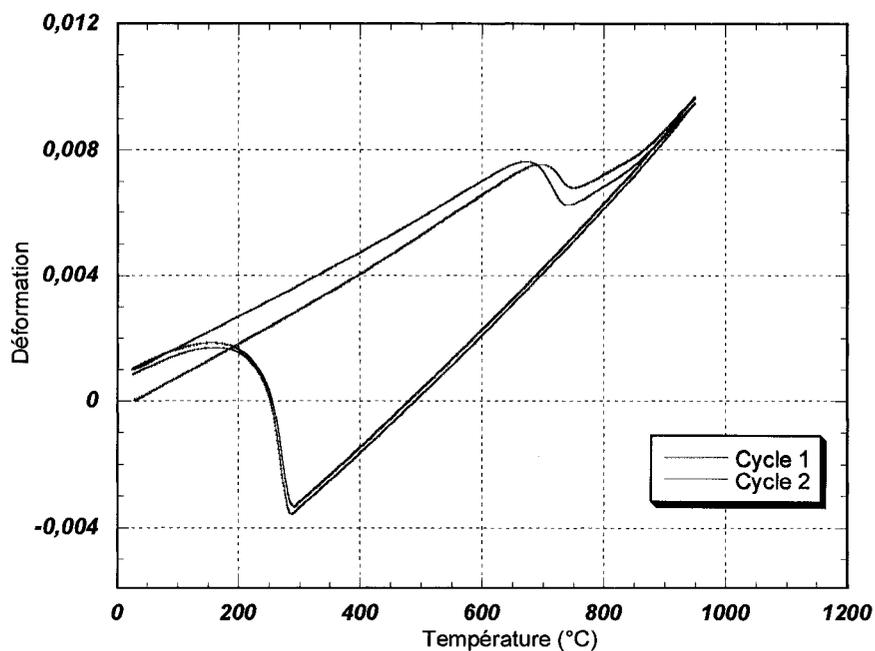


Figure 26 Graphique représentant le comportement dilatométrique d'un échantillon longitudinal qui, cycle après cycle, subit une diminution de la déformation résiduelle

Comparaison de la déformation entre C1T1 et C1L1 au deuxième cycle, en fonction de la température à un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min, mais selon des directions différentes de prélèvement des échantillons

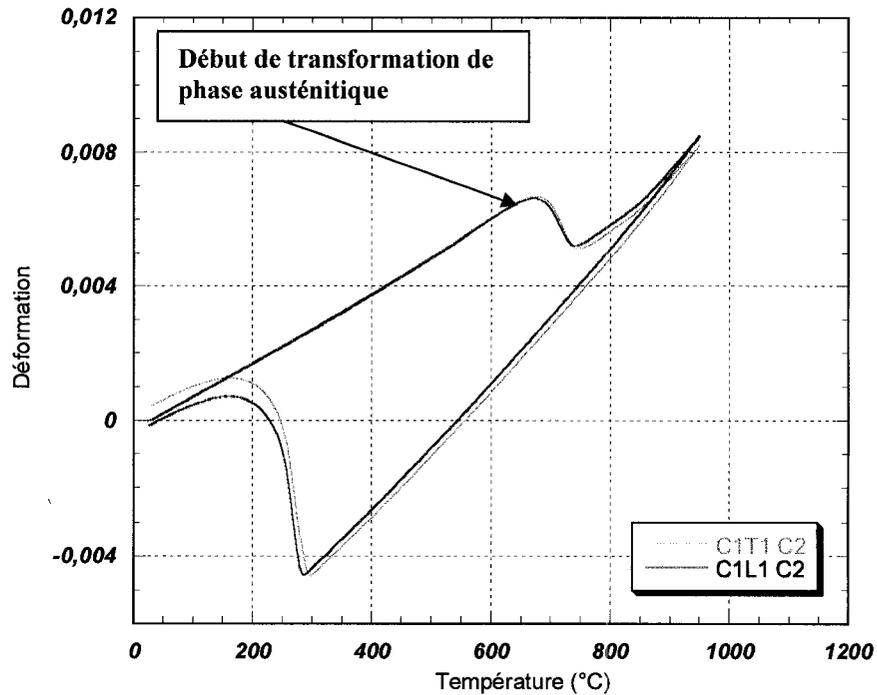


Figure 27 Graphique démontrant qu'après un cycle, les débuts des 2^{ièmes} cycles possèdent le même comportement dilatométrique avant le début de transformation de phase austénitique

c) **Comparaison du comportement de la déformation après un cycle à différents taux de chauffage et de refroidissement (5°C/min et 1°C/min) dans la direction T**

À la Figure 28, on compare des essais dans le but de confirmer à quel taux de chauffage et de refroidissement on obtient la meilleure précision de la courbe dilatométrique. Celle qui offrira la plus grande précision sera traitée par le programme mathématique au chapitre 4 pour donner des informations sur les propriétés des phases tels les coefficients d'expansion thermique. L'essai avec un taux de chauffage et de refroidissement à 1°C/min ne semble pas très précis lors de la transformation austénitique. Son comportement dilatométrique lors de la transformation austénitique est très anormal

puisque un plateau de déformation entre 730°C et 800°C se produit avant la fin de la transformation. Leurs températures de début de transformation de phase ont un écart d'environ 40°C. Leurs pentes de contraction de l'austénite au refroidissement entre 950°C et 300°C sont également différentes. Le cycle thermique très lent de 1°C/min semble indiquer clairement une contraction linéaire à partir de 88°C.

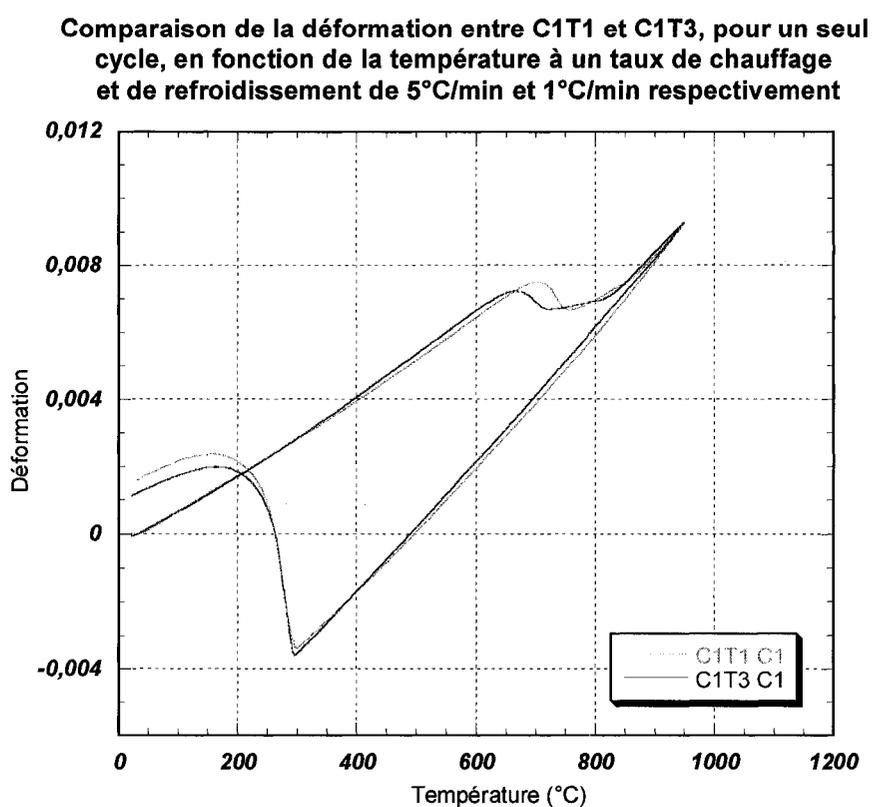


Figure 28 Démonstration que le comportement dilatométrique dans la direction travers court d'un cycle à 1°C/min n'est pas aussi précis que celui à 5°C/min lors de la transformation austénitique et durant la contraction de l'austénite au refroidissement

Finalement, la vitesse du cycle thermique de 1°C/min dans la direction travers court semble offrir une courbe dilatométrique moins précise étant donné le mauvais suivi de la déformation lors de la transformation austénitique. Un résumé de ces valeurs se trouve au Tableau XIII.

Tableau XIII

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues de la Figure 28

Essais	Début $M \rightarrow \gamma$	Fin $M \rightarrow \gamma$	Début $\gamma \rightarrow M$	Fin $\gamma \rightarrow M$	Déformation résiduelle
C1T1	660°C	940°C	300°C	80°C	0.0015583
C1T3	620°C	835°C	300°C	90°C	0.0011677

d) Comparaison du comportement en déformation après un cycle à différents taux (5°C/min et 1°C/min) selon la direction longitudinale

Dans un même ordre d'idées, à la Figure 29 le cycle très lent C1L3 dans la direction longitudinale indique également un début de transformation de l'austénite à une température plus basse que l'essai à 5°C/min. Cette transformation est complète avant le début du refroidissement. La déformation résiduelle pour l'essai très lent à 1°C/min est légèrement plus grande qu'à l'essai à 5°C/min et apparaît complète à partir de 75°C. Un résumé des valeurs se trouve au Tableau XIV. À la lumière de ces résultats, il semblerait que lorsque l'on diminue la vitesse de chauffage et de refroidissement, la cinétique de transformation austénitique est influencée en diminuant les températures de début et de fin de transformation. À l'opposé, la cinétique de transformation martensitique reste semblable.

Tableau XIV

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues de la Figure 29

Essais	Début $M \rightarrow \gamma$	Fin $M \rightarrow \gamma$	Début $\gamma \rightarrow M$	Fin $\gamma \rightarrow M$	Déformation résiduelle
C1L1	650°C	940°C	290°C	55°C	0.0010552
C1L3	610°C	840°C	295°C	75°C	0.0014625

Comparaison de la déformation entre C1L1 et C1L3, pour un seul cycle, en fonction de la température à un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min et 1°C/min respectivement

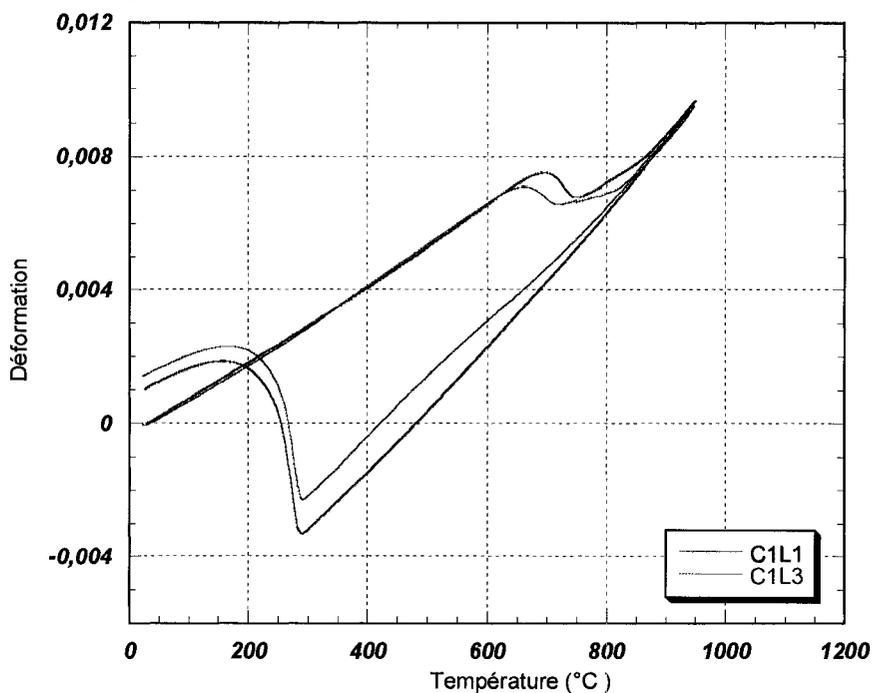


Figure 29 Démonstration que le comportement dilatométrique dans la direction longitudinale d'un cycle à 1°C/min n'est pas aussi précis que celui à 5°C/min lors de la transformation austénitique et durant la contraction de l'austénite au refroidissement

3.2.1.3 Comparaison entre les essais du TMA et du GLEEBLE

À la Figure 30, des essais réalisés avec le TMA et le GLEEBLE sont comparés. Le sens de prélèvement des échantillons, le taux de chauffage et refroidissement et le nombre de cycles thermiques sont identiques. Cependant, le système de mesure, de chauffage, la température maximale atteinte durant les essais et la géométrie des échantillons sont différents. Les températures maximales des essais C1T1 et B1 sont de 950°C et de 1000°C respectivement. La courbe B1 à la Figure 30 montre que la transformation de phase austénitique est complétée durant le chauffage et ce même avant avoir atteint 950°C. De plus, le comportement de cette courbe entre la fin de la transformation austénitique et 1000°C correspond à celui obtenu au refroidissement, ce qui n'est pas aussi précis pour l'essai C1T1. Au chauffage, la pente qui représente le coefficient de dilatation, est très semblable pour les deux essais. Un léger décalage est perceptible entre les deux courbes, ce qui introduit une légère différence entre les températures de début de transformation austénitique mesurées (Tableau XV). Les pentes entre 1000°C et 300°C sont très similaires et le début de transformation martensitique se produit avec une certaine avance pour B1. Bien que l'on remarque une différence dans le comportement dilatométrique entre ces deux essais, la déformation résiduelle est quasi la même. La technique de chauffage, la résolution de la mesure de l'extensomètre et l'effet de grandeur entre les échantillons ne sont que certaines caractéristiques qui peuvent influencer ces écarts.

Tableau XV

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues à la Figure 30

Essais	Début $M \rightarrow \gamma$	Fin $M \rightarrow \gamma$	Début $\gamma \rightarrow M$	Fin $\gamma \rightarrow M$	Déformation résiduelle
C1T1	660°C	940°C	300°C	80°C	0.0015563
B1	650°C	860°C	320°C	100°C	0.0015000

Comparaison de la déformation entre C1T1, réalisé au TMA, et B1, réalisé sur le GLEEBLE, pour un seul cycle, en fonction de la température à un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min

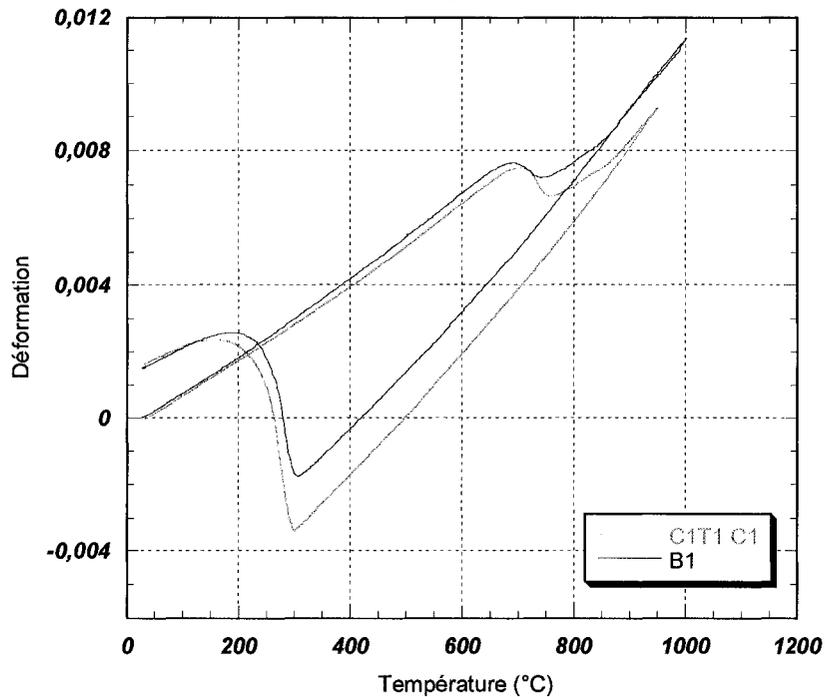


Figure 30 Graphique démontrant que deux cycles thermiques avec les mêmes taux de chauffage et refroidissement réalisés sur deux équipements différents n'obtiennent pas le même comportement dilatométrique, mais terminent avec quasi la même valeur de déformation résiduelle

3.2.2 Dilatométrie après application de charge externe

Le comportement dilatométrique mesuré sur échantillon C2L1 prélevé dans la direction longitudinale d'un échantillon préalablement contraint sur le banc INSTRON, est très différent de ceux observés aux sections précédentes. Rappelons que le cycle sur l'équipement INSTRON avait un taux comparable à la vitesse de chauffage et de refroidissement résultant du procédé de soudage en plus d'avoir subi un chargement équivalent à un certain pourcentage de la limite d'élasticité du matériau (courbe mauve de la Figure 18). Toutes ces différences rendent difficile la comparaison avec l'échantillon C1T1. C'est pourquoi un second échantillon sur l'équipement INSTRON a été produit avec le même cycle thermique, mais sans application de chargement. Au TMA, cet échantillon est C3L1.

Les essais analysés dans cette section sont donc les deuxième et troisième cycles des échantillons C2L1 et C3L1. Bien que l'état des contraintes dans un joint de soudure de l'acier S41500 soit en compression [46], il a été choisi d'appliquer ici une tension. On ne pouvait prendre le risque que l'échantillon flambe à haute température et de ce fait, endommager l'équipement de chauffage par induction.

L'analyse du deuxième cycle (premier au TMA) à la Figure 31 permet d'entrevoir plusieurs particularités. Un premier constat est que les déformations finales sont négatives comparativement à tous les autres essais exécutés au TMA au même cycle thermique de 1°C/min. Bien qu'un des échantillons fût libre de se déformer lors de son premier cycle avec un taux de chauffage et de refroidissement très rapide sur le banc INSTRON, le fort gradient thermique a sûrement créé des contraintes internes localisées dans cet échantillon. Lors de leur deuxième cycle thermique à 1°C/min (premier cycle sur le TMA), les deux échantillons semblent avoir subi un relâchement de ces contraintes résiduelles.

Cependant, le retrait lors de la transformation de phase austénitique est plus grand pour l'essai C2L1, que pour l'essai C3L1, ce qui crée une plus grande translation négative du reste du cycle de déformation. L'écart en déformation lors de la transformation austénitique entre les deux essais semble être équivalent jusqu'à 950°C et tout le long du refroidissement jusqu'à la transformation martensitique. Donc, l'effet de contrainte imposée sur l'échantillon C2L1 s'observe uniquement au chauffage lors de la transformation austénitique. Un plus grand relâchement ou une plus grande relaxation des contraintes de l'état déformé pourrait sûrement expliquer ce phénomène.

Il est intéressant de remarquer que l'échantillon C2L1 ne semble pas se transformer complètement en austénite lors du deuxième cycle avant le début du refroidissement à 950°C et ce, même à un taux de chauffage et de refroidissement de 1°C/min. Même constat pour le deuxième cycle l'échantillon C3L1 dont la fin de la transformation austénitique n'est pas très évidente.

Afin de pouvoir mieux comparer l'effet d'un troisième cycle sur la Figure 32, l'origine pour les deux essais a été refaite à zéro déformation. Les deux courbes sont superposables et montrent toujours une déformation finale en retrait. Cependant, le comportement dilatométrique de ce cycle est effectivement similaire à ceux obtenus lors des essais réalisés dans la direction L à la section 3.2.1.2-b) et -d). La déformation finale diminue de cycle en cycle (voir Figure 26). Toutefois, les températures de début et de fin de transformation austénitique sont beaucoup plus basses pour les essais avec cycle thermique très rapide comparativement à ceux de la section 3.2.1.2-b) et -d). Donc on remarque que l'accumulation de contraintes internes influence la cinétique de transformation austénitique. Cela ne semble pas affecter celle de la transformation martensitique, mais pour confirmer cela il faudrait exécuter plusieurs autres essais pour vérifier s'il y a une tendance. Un résumé des valeurs des températures de transformation

de phase et de la déformation résiduelle se retrouve au Tableau XVI pour tous les cycles des échantillons C2L1 et C3L1.

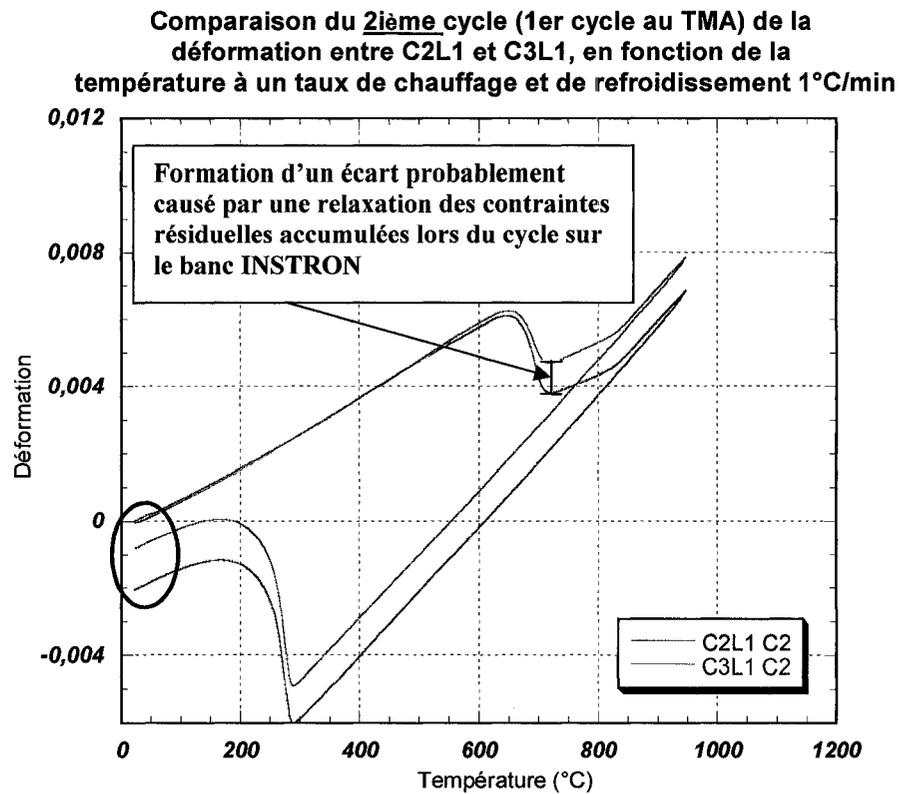


Figure 31 Démonstration que les essais réalisés avec des cycles de température rapides donnent une déformation finale négative (ellipse rouge) lors d'un second cycle lent; l'effet de contrainte imposée s'observe lors de la transformation austénitique

Tableau XVI

Résumé des températures de transformation de phase et de la déformation résiduelle des essais dilatométriques obtenues aux Figure 31 et Figure 32

Essais au TMA	Début $M \rightarrow \gamma$	Fin $M \rightarrow \gamma$	Début $\gamma \rightarrow M$	Fin $\gamma \rightarrow M$	Déformation résiduelle	
C2L1	C2	620°C	N/A	300°C	95°C	-0.00083
	C3	595°C	805°C	290°C	95°C	-0.00038
C3L1	C2	570°C	N/A	290°C	90°C	-0.00206
	C3	585°C	800°C	290°C	95°C	-0.00031

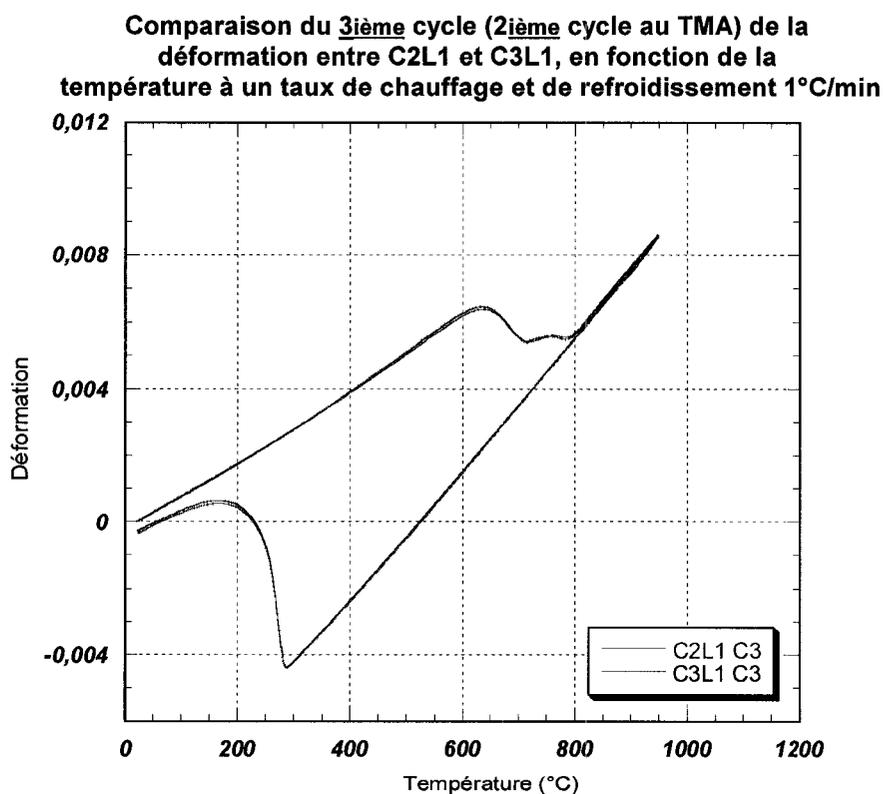


Figure 32 Démonstration que lorsque l'origine du 3^{ème} cycle (2^{ème} cycle au TMA) est ramenée à zéro déformation, les courbes des essais avec et sans chargement sont superposables

3.2.3 Synthèse des résultats dilatométriques

Les essais réalisés au GLEEBLE indiquent que la résolution de l'extensomètre Cgauge n'est pas précise lorsque l'on cherche à varier la vitesse de chauffage et de refroidissement (voir annexe B). Ce qui est très contrariant puisque cet équipement a été développé pour ce genre de paramètres. Cependant, l'essai réalisé avec un taux de chauffage rapide de 60°C/min termine avec une déformation résiduelle plus grande que celui réalisé avec un chauffage et refroidissement lent de 5°C/min, ce qui concorde avec le fait que l'essai avec chauffage rapide possède moins d'austénite résiduelle à l'état final puisqu'elle ne prend pas autant de volume que la martensite. Lorsque l'on compare des essais avec le même taux de chauffage et de refroidissement lent de 5°C/min, dont l'un a été réalisé au GLEEBLE et l'autre au TMA, le comportement dilatométrique des essais est différent, mais la courbe se termine avec la même déformation résiduelle. En conséquence, pour effectuer de futurs essais au GLEEBLE, il est conseillé de se prémunir d'un extensomètre plus précis, qui mesure également dans le sens du chargement et qui est imperméable au champ magnétique créé par le chauffage par résistance.

Au TMA, la résolution et la répétitivité des essais sont adéquates. Cependant, il n'est pas possible d'effectuer des essais avec des taux de chauffage et de refroidissement rapides et/ou variés dans un même cycle. D'autre part, les essais dilatométriques avec un taux de chauffage et de refroidissement de 1°C/min montrent un manque de précision vers la fin de la transformation austénitique et lors de la contraction de l'austénite au refroidissement. Il est donc recommandé d'utiliser les essais réalisés à un taux de 5°C/min comme référence pour déterminer les propriétés thermiques de l'acier S41500.

De plus, les échantillons prélevés dans des directions différentes dans une plaque laminée de S41500 ne produisent pas le même comportement dilatométrique. En effet, la

déformation est plus grande dans la direction travers court que longitudinale. La transformation de phase tend donc à prendre de l'expansion dans une direction préférentielle et ce cycle après cycle. Si l'on superpose le deuxième et le troisième cycles de la direction travers court au même taux, les courbes dilatométriques se confondent. Puisque après un cycle l'hystérésis est toujours le même, cela voudrait dire qu'un essai à 5°C/min permet de réaliser une homogénéisation complète de la structure. Dans un autre ordre d'idée, si l'on superpose le deuxième cycle de l'échantillon travers court sur le celui de l'échantillon longitudinal, leur comportement dilatométrique au chauffage avant la transformation austénitique est identique. La quantité de martensite et d'austénite devrait être semblable puisque les échantillons ont subi le même cycle thermique. Donc le fait d'observer une hystérésis déplacée du côté positif pour l'échantillon travers court et du côté négatif pour l'échantillon longitudinal, il se pourrait que la déformation produite dans une direction préférentielle lors de la transformation martensitique soit non reliée à la quantité de martensite transformée, mais plutôt au fait que la martensite se déforme plus dans la direction travers court.

On observe aussi que plus le taux de chauffage et de refroidissement est lent, plus les températures de début et de fin de transformation austénitique sont basses. Toutefois, ce paramètre ne semble pas avoir d'influence sur les températures de début et de fin de transformation martensitique. Cette observation est perçue pour les essais réalisés au TMA et au GLEEBLE.

Également, lorsqu'un cycle thermique similaire à celui résultant du procédé de soudage est imposé à des échantillons, qu'ils soient en déformation libre ou bien sous l'influence d'une contrainte, leur deuxième cycle dilatométrique en déformation libre montre un plus grand relâchement de la déformation lors de la transformation austénitique au chauffage (en comparaison avec les essais réalisés sur des échantillons n'ayant vu que des cycles thermiques faibles de 5°C/min au TMA). Des contraintes thermo-élastiques se

sont sûrement créées dans les échantillons soumis à des cycles thermiques très rapides. Il reste donc à savoir pourquoi elles se sont relâchées majoritairement lors de la transformation austénitique. Lorsque l'on compare le deuxième cycle des échantillons préalablement soumis à des cycles thermiques très rapides, celui sous l'influence d'un chargement lors du premier cycle présente un relâchement de la déformation (toujours lors de la transformation austénitique) deux fois grand que celui en déformation libre au premier cycle. Donc le fait d'appliquer un cycle thermique très rapide en plus d'un chargement, augmente l'accumulation de contrainte résiduelle dans l'échantillon. Toutefois, cette procédure en deux étapes ne permet pas de commenter aisément l'influence d'un chargement sur la cinétique de transformation de phase puisque la mesure de la déformation n'a pas été réalisée en même temps. Il faudrait se munir d'un équipement qui permet de chauffer et de refroidir rapidement, d'appliquer des charges en même temps que de mesurer avec une excellente précision la déformation en fonction de la température durant les essais.

3.3 Identification des proportions de phase

Dans ce volet, les micrographies obtenues par microscopie optique, par microscopie électronique à balayage et par EBSD sont présentées. Les résultats font ressortir que ces techniques n'ont pu être utilisées pour déterminer les proportions de phase. Dans un même ordre d'idées, l'utilisation du système Laser-Ultrason n'a pas été retenue pour des raisons similaires. Par contre, la diffraction des rayons X présentée à la section 3.3.2 offre un meilleur bilan.

3.3.1 Microscopie optique, microscope électronique à balayage (MEB) et cartographie de l'orientation cristallographique par la diffraction d'électrons rétro-diffusés (Electron back scattering diffraction (EBSD))

La microscopie optique offre un effet de contraste entre les différentes phases révélé par une attaque chimique qui produit « *une légère dissolution différentielle dans un réactif* » [8]. Les divers constituants de la microstructure réfléchissent la lumière différemment et peuvent ainsi offrir une micrographie qui fournit des informations telles la nature des constituants et la taille des grains.

La microstructure d'un échantillon « tel que reçu » est essentiellement martensitique (lamelles) et permet de voir la structure des joints de grains d'austénite primaire identifiée par les flèches sur la Figure 33-a) et b). La martensite (M) revenue s'avère être plus foncée suite à un taux plus élevé de carbone précipité. L'austénite résiduelle ($\gamma_{rés}$) pourrait être distinguée sur les deux micrographies par les grains blancs encerclés. Au CHAPITRE 1, la littérature relatait que l'austénite résiduelle se forme entre les lamelles de martensite.

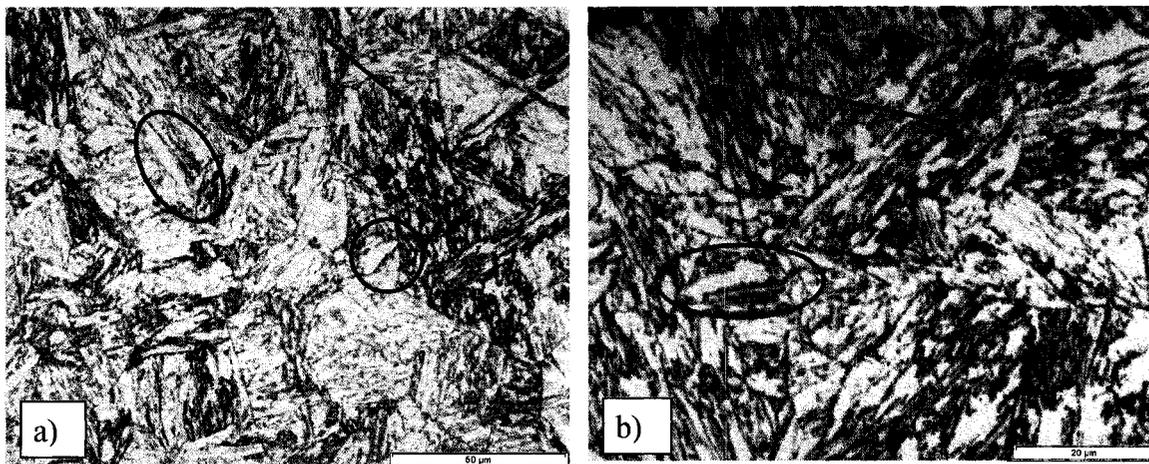


Figure 33 Microscopie optique de l'échantillon 415-#1 de S41500 attaqué au Villela pendant 15 secondes dont les ellipses représentent des grains qui pourraient être de l'austénite résiduelle; a)500X et b)1000X.

Les micrographies semblent avoir une grande proportion de phase dite « blanche ». Tous ces grains blancs ne peuvent être associés à l'austénite résiduelle car il est quasi improbable qu'il y en ait autant. Un deuxième revenu est soupçonné d'avoir été réalisé lors de l'élaboration de l'acier. Il se peut que de la martensite « fraîche » se soit retransformée au sein de laquelle il n'y ait aucun carbure qui y soit précipité. De ce fait, la martensite « fraîche » laisserait la même apparence métallographique que l'austénite résiduelle ce qui rend difficile le calcul des proportions de phase par analyse optique.

Pour ce qui est de la microscopie électronique à balayage, l'effet topographique obtenu de la structure attaquée ne révèle pas de différence marquante entre les phases. Seule une analyse chimique par rayons X peut donner des résultats qualitatifs sur la proportion des éléments d'alliage en présence. L'analyse au MEB ne permet pas d'obtenir de contraste des constituants. Avec ces informations, on peut observer un effet topographique comme à la Figure 34 qui est surtout conséquent à l'attaque chimique. Les nuances de gris perçues sont également fonction du numéro atomique. Plus la valeur de Z est grande,

plus l'intensité des électrons rétrodiffusés est élevée et donc plus claire est l'image à l'endroit analysé.

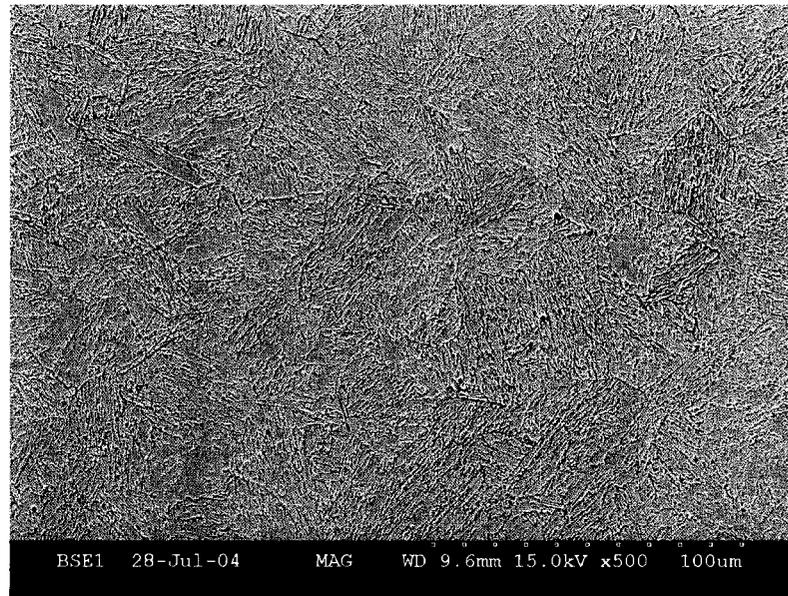


Figure 34 Analyse de l'échantillon 415-#1 de S41500 au MEB. Attaqué au Villelas 15 secondes; 500X

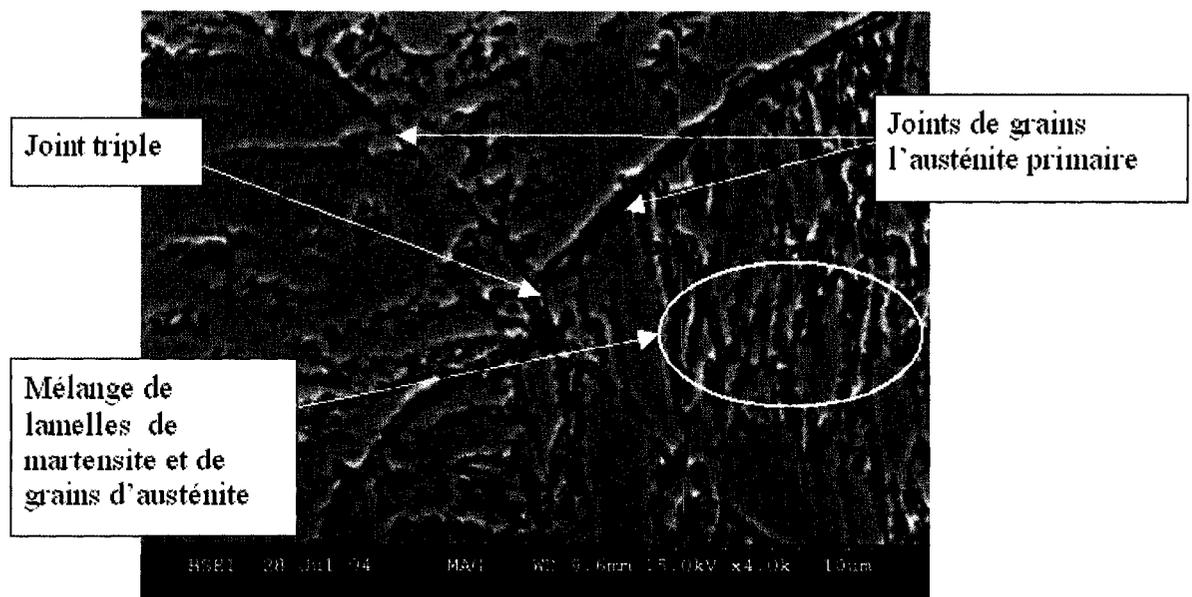


Figure 35 Analyse de l'échantillon 415-#1 de S41500 au MEB. Attaqué au Villelas 15 secondes; 4000X

Le grand avantage de l'utilisation du MEB est son pouvoir de grossissement pouvant atteindre les 10 000 fois. À la Figure 35, l'agrandissement est de 4000X, donc 4 fois plus élevé de ce que permettent la plupart des microscopes optiques. Grâce à ce pouvoir de résolution, on peut effectuer des analyses plus précises de composition chimique par rayons X et ce aux joints de grains d'austénite primaire. Cette même analyse entre les lamelles de martensite et d'austénite résiduelle est difficilement réalisable, il faudrait utiliser un microscope à transmission (MET). Les joints de grains d'austénite primaire sont plus foncés et larges que ceux des lamelles de martensite car celles-ci sont plus petites (Figure 35). Puisqu'il n'y a pas de différence marquée entre l'apparence de la martensite « fraîche » et l'austénite résiduelle, il est difficile de les distinguer dans les lamelles. Cependant, il est possible d'affirmer que ces phases sont distribuées à l'intérieur des anciens grains d'austénite primaire.

Il est donc très difficile de distinguer les phases en présence avec certitude par cette méthode. De plus, pour l'acier S41500 ses éléments d'alliages tels le nickel, le chrome et assurément le fer, sont dissous de manière homogène dans la matrice autant qu'au travers des joints de grains de la plupart des phases. Par conséquent, les proportions de phase peuvent difficilement être obtenues par la technique du MEB.

La technique par EBSD permet théoriquement de distinguer l'austénite des phases ferritique et martensitique en identifiant les structures des réseaux atomiques. Il demeure néanmoins difficile de s'assurer que l'austénite résiduelle étudiée dans le cas présent est identifiable puisqu'elle semble se retrouver en petite quantité entre les lamelles de martensite. Une cartographie qui regroupe les points d'analyse d'une même structure cristalline et qui montre une distinction entre l'austénite (en rose) et la martensite (en jaune) est présentée à la Figure 36. Bien que la qualité de cette cartographie semble bonne, plusieurs essais ont été réalisés sur le même échantillon dont les résultats variaient entre 15 à 20% d'austénite résiduelle. Alors, même s'il semble possible

d'obtenir quantitativement les proportions de phase, cette technique est difficile à utiliser et interpréter. Une poursuite des travaux est toutefois conseillée.

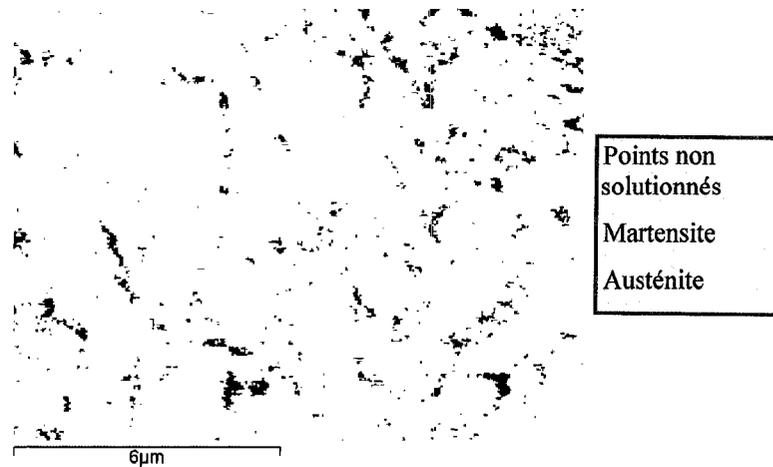


Figure 36 Cartographies d'identification des phases d'un acier 415 tel que reçu;
10 000X

3.3.2 Diffraction des rayons X

La technique de diffraction des rayons X est très répandue et considérée très fiable quant aux mesures des proportions de phase dans les matériaux. Elle permettrait d'obtenir les proportions d'austénite résiduelle pouvant être aussi basses que 1%. La diffraction des rayons X distingue les phases par la différence de leur structure atomique.

Pour interpréter les mesures dilatométriques, des mesures d'austénite résiduelle ont été effectuées par l'entreprise Proto Manufacturing Limited spécialisée dans le développement d'outils de mesures non-destructifs et d'expertise dans le domaine des rayons X. Le résumé des résultats se trouve au Tableau XVII. Une fraction de 15,33% d'austénite résiduelle a été obtenue sur l'échantillon brut d'usinage B4.

Tableau XVII

Résultats expérimentaux des mesures d'austénite résiduelle par diffraction des rayons X.
Les essais ont été réalisés par Proto Manufacturing Limited en date du 2 nov 2005.

No. d'échantillon	Cycle thermique vu par l'échantillon	% d'austénite résiduelle en moyenne	Écart type (%)
B1	Montée et descente à un taux de 5°C/min	1,60%	0.25%
B2	Montée et descente à un taux de 60°C/min (ou bien 1°C/sec)	1,32%	0.15%
B3	Similaire à celui vu dans la ZAT lors d'une passe de soudage	4.53 %	0.24%
B4	Usiné, mais n'ayant subi aucun cycle thermique	15,33%	0.54%

Après un cycle lent d'une montée et une descente à un taux de 5°C/min, on retrouve en moyenne 1,6% d'austénite résiduelle pour l'essai B1. Similairement, pour un cycle plus rapide d'un taux constant de 60°C/min en montée et descente (B2) on obtient une proportion en moyenne de 1,32% d'austénite résiduelle. Cette petite différence indique que ces taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min et 60°C/min ne semblent pas assez différents pour affecter la cinétique de transformation de phase. D'autre part, l'échantillon B3 qui a subi un taux de chauffage similaire à celui vu dans la ZAT a une fraction volumique finale d'austénite résiduelle plus élevée de 4.53%. Cette augmentation de la proportion peut être attribuée au fait que la transformation de phase austénitique n'a jamais été complétée car cela n'a pas laissé le temps aux éléments d'alliages gammagènes de se diffuser. Conséquemment, une quantité d'austénite résiduelle initiale n'aurait jamais été transformée. Autrement, il se peut également que la martensite se soit toute transformée au chauffage en austénite, mais que le

refroidissement ait été trop rapide pour que l'austénite stable, se transforme en martensite. Un compte-rendu complet de ces mesures est présenté en annexe C.

3.3.3 Synthèse de la technique d'identification des phases

En définitive, la technique qui permet le mieux d'identifier les proportions de phase est la diffraction des rayons X. Cependant, ses limitations sont que ces informations ne peuvent être connues qu'avant et après les essais, et non durant ceux-ci. On ne peut donc suivre en continu leur évolution lors des transformations de phase.

Il serait préférable d'obtenir une seconde méthode pour confirmer les résultats. C'est pourquoi il faut continuer d'améliorer la technique de l'EBSD. Les difficultés rencontrées peuvent sûrement être corrigées par une amélioration de la préparation de surface des échantillons tel un décapage ionique et par une amélioration de la précision du système actuel monté sur le MEB.

CHAPITRE 4

TRAITEMENT MATHÉMATIQUE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION

Ce chapitre présente une méthode mathématique de traitement des courbes dilatométriques expérimentales dont le développement et la mise en application a fait l'objet du rapport IREQ-06-0174 [48]. Premièrement, le principe et les objectifs de ce modèle mathématique seront résumés. Ensuite, des hypothèses qui permettent de simplifier cette première version du modèle et une explication pas à pas de la démarche mathématique seront détaillées. Les équations présentées sont évaluées avec le logiciel de calcul Fortran présenté à l'annexe D. Pour terminer, les résultats du traitement mathématique seront exposés et analysés en vue de valider le modèle, de présenter les composantes de déformation et l'évolution des fractions volumiques des espèces. Les essais traités sont ceux dont on a la quasi-certitude que la transformation austénitique est complétée avant le début du refroidissement et dont les fractions volumiques des espèces initiales au cycle thermique sont connues.

4.1 Principe et objectifs du modèle mathématique

Dans le cadre du développement d'un outil de simulation numérique du soudage de l'acier S41500, il est important de modéliser avec précision le changement volumétrique en fonction d'un l'historique thermique connu. En effet, ce changement volumétrique possède une grande influence sur la formation de contraintes résiduelles qui a leur tour influencent significativement les propriétés mécaniques finales de l'assemblage.

Pour ce faire, il faut comprendre le comportement dilatométrique de cet acier et déterminer comment certaines variables provenant du procédé du soudage influencent les changements volumétriques. Lors d'un cycle de soudage, les changements volumétriques dans la zone affectée thermiquement (ZAT) sont notamment dus aux

phénomènes de dilatation et de transformation de phase solide-solide typique des aciers. Cependant, les résultats expérimentaux du chapitre précédent montrent bien que les variables comme le taux de chauffage, le taux de refroidissement et un état contraint influencent principalement les changements volumétriques dus à la transformation de phase et non ceux engendrés par la dilatation. L'utilisation d'un modèle mathématique permettra de dissocier sous forme de graphiques les changements volumétriques dus à la transformation de phase de ceux dus à l'expansion thermique. Il sera ainsi possible d'étudier principalement l'influence des variables sur la transformation de phase de l'acier S41500. Le traitement mathématique des courbes dilatométriques du chapitre 3 permettra de déterminer :

- les coefficients d'expansion thermique de l'austénite (α_0^γ et α_1^γ)
- les coefficients d'expansion thermique de la martensite (α_0^M et α_1^M)
- l'évolution de la fraction volumique de l'austénite (f_γ) et de la martensite (f_M) en fonction de la température durant les transformations austénitique et martensitique;
- et finalement, la variation de la déformation linéique ($\delta \epsilon^{\text{trans}}$) et le changement volumétrique ($\delta \mathcal{V}^{\text{trans}}$) dus à la transformation de phase

Les essais réalisés au GLEEBLE et au TMA ont été effectués avec grand soin car on s'est assuré que la courbe dilatométrique représentait à toute température les changements volumétriques d'un état déformé non contraint, qu'il s'agisse de changements associés à l'expansion thermique ou aux transformations de phase. Cette assiduité est essentielle pour déterminer les propriétés de base de l'acier en déformation thermique libre. De plus, ces propriétés seront utilisées dans les codes de calculs par éléments finis afin de prévoir les états contraints d'un assemblage soudé, reliés aux changements de phase et surtout à la plasticité induite par ceux-ci.

Un résumé de la démarche mathématique pour obtenir ces résultats est présenté à la section 4.3. Toutefois, pour construire ces équations, des hypothèses sont établies et introduites dans les lignes suivantes.

4.2 Hypothèses et limitations du modèle mathématique

Le modèle mathématique est construit selon neuf (9) hypothèses qui facilitent le traitement des variables. Beaucoup de ces hypothèses reflètent les limitations de mettre sous forme mathématique des phénomènes métallurgiques comme la formation de carbures, l'interaction entre les deux phases et la variation de la composition chimique de chaque phase sur une échelle de température.

a) Hypothèse d'isotropie

Puisque l'acier S41500 ne présentait à la réception aucune texture de la microstructure, il a été établi que l'acier se dilate et se contracte également selon trois (3) axes orthogonaux quelconques. Cette hypothèse d'isotropie indique que les déformations linéiques mesurées dans une direction peuvent être multipliées par trois pour obtenir les changements volumétriques. Cela est représenté à l'équation (4.1) où $\delta V/V$ est l'augmentation relative de volume engendrée par le passage entre la température initiale T_0 à une température quelconque T_i .

$$\frac{\delta V}{V} = 3\delta\varepsilon(T_i) \quad (4.1)$$

b) Hypothèse d'homogénéité

Puisque les lamelles de martensite et les grains d'austénite résiduelle de l'acier S41500 sont distribués aléatoirement, il est possible d'affirmer que les changements volumétriques dus à l'expansion thermique et à la transformation de phase sont partout pareils dans la matrice. Au refroidissement, les lamelles de martensite se forment

aléatoirement au travers des anciens joints de grains d'austénite primaire et offrent donc une microstructure quasi homogène.

c) Hypothèse d'une microstructure à deux phases

L'acier S41500 est composé majoritairement de martensite et d'austénite résiduelle à la température ambiante. Les autres éléments tels les carbures, les oxydes et la ferrite- δ sont considérés négligeables puisque qu'ils semblent n'être présents qu'en faible quantité par rapport aux deux autres constituants. Donc la somme des fractions volumiques de la martensite et de l'austénite résiduelle égale à un dans le modèle mathématique et est exprimée par l'équation (4.2).

$$f^{\gamma} + f^M = 1 \quad (4.2)$$

d) Hypothèse de la règle des mélanges

Dans le modèle mathématique, la règle des mélanges est une équation qui permet de faire la sommation des produits des propriétés, telle l'expansion thermique, avec la fraction volumique de chaque phase. Elle s'applique généralement lorsque le mélange est homogène et que la composition de chaque phase est stable.

e) Hypothèse des phases de composition chimique stable

La martensite et l'austénite sont des phases composées d'éléments chimiques tels le chrome, le fer, le nickel et autres qui se trouvent en solution solide dans leur matrice. Lorsque la température augmente, un échange de ces éléments entre les phases résultant de la diffusion se produit et peut influencer la valeur des coefficients d'expansion thermique de chaque espèce. Cependant, il est difficile d'exprimer ce phénomène sous

forme d'équation mathématique. Alors pour simplifier le modèle, la composition des phases a été considérée fixe à toutes températures.

f) Hypothèse du modèle parabolique de l'expansion thermique des phases

Cette hypothèse spécifie que la dilatation thermique suit une courbe parabolique fondée sur un modèle linéaire du coefficient d'expansion thermique dans les domaines thermiques stable, donc où il n'y a pas de transformation de phase. Le coefficient d'expansion thermique de chaque phase suit l'équation (4.3) où T est exprimé ici en °C, α_0 en mm/mm-°C et α_1 en mm/mm-°C².

$$\alpha = \alpha_0 + \alpha_1 T \quad (4.3)$$

Dans un intervalle de température de T_0 à T_i , la déformation linéaire due à la dilatation thermique s'exprime selon l'équation (4.4). Lorsque cette même équation est multipliée par trois, cela équivaut à la déformation volumétrique présentée à l'équation (4.1).

$$\delta\varepsilon(T_i) = \int_{T_0}^{T_i} \alpha(T) dT \quad (4.4)$$

g) Hypothèse d'une composante de thermo-élasticité nulle durant les essais dilatométriques

Le modèle mathématique est développé de sorte à traiter les essais dilatométriques avec une température uniforme entre les pointes de l'extensomètre. Donc puisqu'il n'y a quasi aucun gradient thermique dans la section évaluée, la composante de déformation thermo-élastique est négligée.

h) Hypothèse d'une composante de déformation plastique ou viscoplastique nulle durant les essais dilatométriques

Toute déformation plastique ou viscoplastique est omise dans le modèle mathématique car les échantillons testés n'ont pas subi de chargement externe. Par contre, la présence d'une transformation martensitique qui s'accompagne d'une augmentation de volume localisée peut probablement engendrer ce phénomène. Cela sera évalué lors de la comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques.

i) Hypothèse d'une composante de déformation due à l'effet TRIP inexistante durant les essais dilatométriques

Puisque les essais dilatométriques évalués avec le modèle ont été effectués en déformation libre jusqu'à présent, l'effet d'une augmentation de volume due à une transformation de phase sous l'influence d'une contrainte externe (effet TRIP) est négligé pour l'acier S41500. Rien n'indique pour l'instant que ce phénomène s'applique.

4.3 Démarche du traitement mathématique des résultats expérimentaux

Le traitement mathématique des courbes dilatométriques se divise en quatre phases. Les phases I et II permettent de déterminer les paramètres dilatométriques tels les coefficients d'expansion thermique dans les domaines dits stables. Les phases III et IV traitent particulièrement les domaines de transformation et illustrent ensuite l'évolution des changements linéiques, des changements volumétrique et des fractions volumiques des espèces durant un essai dilatométrique complet. Les détails de la démarche mathématique de ces quatre phases font l'objet de cette section.

4.3.1 Phase I et II - Calculs des coefficients d'expansion thermique des phases

Les coefficients d'expansion thermique de l'austénite (α_0^Y et α_1^Y) et de la martensite (α_0^M et α_1^M) peuvent être déterminés suivant les équations (4.3) et (4.4) qui stipulent que la déformation linéique (uniaxiale) suit une loi parabolique dans les domaines thermiques stables, i.e. en absence de changement de la microstructure. Il faut premièrement définir ces domaines sur une courbe expérimentale. À la Figure 37, l'essai dilatométrique B1 est indiqué en exemple et est divisé en quatre domaines où la phase I est le domaine austénitique, la phase II, le domaine austénito-martensitique, la phase III, le domaine de transformation austénitique et la phase IV, le domaine de transformation martensitique. Seulement les domaines austénitique et austénito-martensitique sont utilisés pour déterminer des coefficients d'expansion thermique.

En premier lieu, le modèle mathématique calcule les coefficients de l'austénite dans le domaine austénitique car au refroidissement, entre la température maximum (950°C) et 310°C, la microstructure est composée uniquement d'austénite. Pour ce faire, il faut que le taux de chauffage ait été assez lent pour permettre la transformation complète de la martensite en austénite avant le début du refroidissement.

Ensuite, les coefficients d'expansion thermique de la martensite sont obtenus au chauffage dans le domaine austénite-martensitique. Si les proportions initiales de chaque phase et les coefficients de l'austénite sont connus, que l'hypothèse d'une microstructure à deux phases dont les fractions volumiques des espèces sont constantes est suivie, l'utilisation de la loi des mélanges permet de déterminer α_0^M et α_1^M entre la température minimum (28°C) et 600°C en insérant l'équation (4.5) dans l'équation (4.4).

$$\alpha = f^\gamma(\alpha_0^\gamma + \alpha_1^\gamma T) + f^M(\alpha_0^M + \alpha_1^M T) \quad (4.5)$$

La méthode des moindres carrés a été utilisée pour minimiser l'erreur entre les données expérimentales et le modèle calculé.

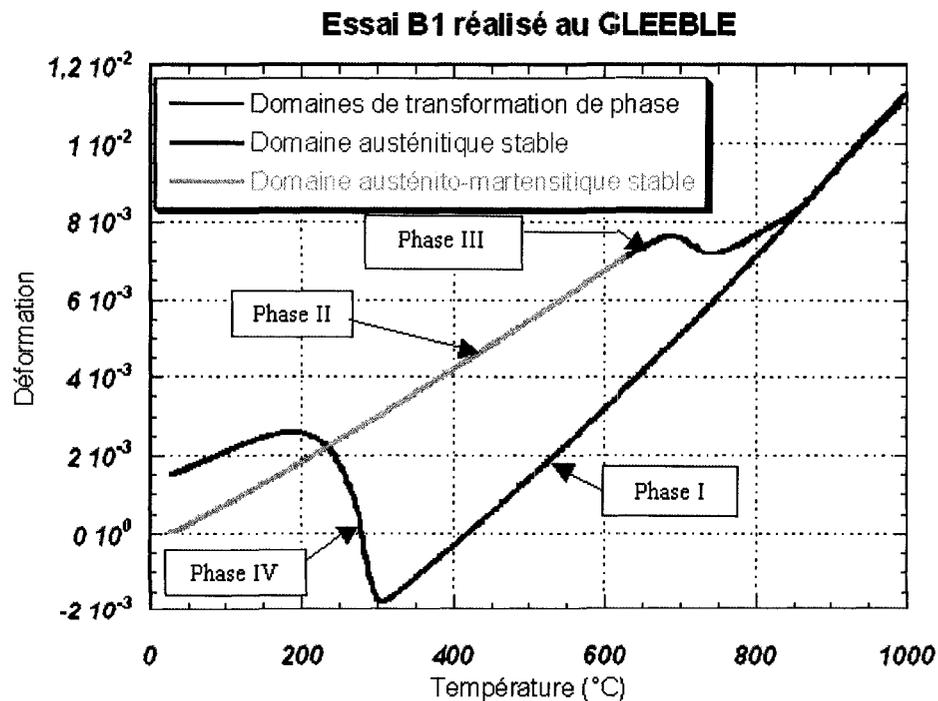


Figure 37 Exemple d'une courbe dilatométrique expérimentale de l'acier S41500 (essai B1) avec les différentes phases du programme mathématique associées aux domaines austénitique et austénite-martensitique stables (Adapté de [48])

4.3.2 Évolution des changements linéiques, des changements volumétriques et de la fraction volumique des espèces durant un essai dilatométrique

Contrairement à l'intérieur des domaines thermiques stables, les domaines de transformation de phase sont accompagnés d'une variation des fractions volumiques des espèces. Cette variation suit toujours une loi de conservation des phases tel que stipulé par l'équation (4.2). Les mesures expérimentales de déformation dans les domaines de transformation sont basées sur un principe de superposition. Elles sont composées de la déformation due à l'expansion thermique des espèces et celle due au changement de volume de la microstructure durant la transformation de phase. Les domaines de transformation apparaissent lorsque la valeur de la déformation expérimentale n'est plus seulement égale à la valeur calculée de la déformation d'expansion thermique régie par les équations (4.4) et (4.5). Les frontières sont d'autant plus précises lorsque la courbe expérimentale dévie de la parabole et indique des points d'inflexion et des points critiques qui sont les températures de début et de fin de transformation de phase.

Dans cette section, la démarche mathématique pour calculer l'évolution des déformations dues à la dilatation thermique et à la transformation de phase sur toute l'échelle de température d'un cycle dilatométrique est présentée. En effet, lors des transformations de phase, la fraction volumique des espèces varie dans cette plage de température ce qui modifie la technique de calcul des déformations utilisée jusqu'à maintenant. Donc, à l'aide d'un processus itératif, les déformations sont évaluées à chaque incrément de mesure de la température entre T_{i-1} et T_i . Lorsqu'il y a apparition de la déformation due à la transformation de phase, une règle de proportionnalité permet d'actualiser la fraction volumique des espèces à chaque étape de la transformation. La nouvelle valeur de la fraction volumique des espèces est insérée dans le calcul de l'incrément suivant de déformation linéique d'expansion thermique et ainsi de suite jusqu'à ce que la transformation soit complétée. Ceci est différent du traitement

mathématique dans les domaines thermiques stables où les fractions volumiques des phases étaient considérées constantes.

4.3.2.1 Phase III - La transformation austénitique

Dans la phase III, les déformations linéiques et changements volumétriques sont associés à l'expansion thermique de chacune des phases dont la fraction volumique est actualisée et au changement de structure de la martensite en austénite. Le modèle mathématique permet de dissocier chacun des effets puis de les présenter graphiquement en fonction de la température.

Tout d'abord, l'incrément de déformation linéique (uniaxiale) d'expansion thermique à la température T_i est obtenu avec les fractions volumiques à la température T_{i-1} et les mêmes coefficients d'expansion thermique déterminés lors des phases I et II du programme. Cela est présenté à l'équation (4.6) où l'indice « + » indique que c'est la dilatation lors du chauffage.

$$\delta\varepsilon_i^{dil+} = \left(f_{i-1}^{\gamma} \alpha_0^{\gamma} + f_{i-1}^M \alpha_0^M \right) (T_i - T_{i-1}) + \left(\frac{f_{i-1}^{\gamma} \alpha_1^{\gamma} + f_{i-1}^M \alpha_1^M}{2} \right) (T_i^2 - T_{i-1}^2) \quad (4.6)$$

Avant le début de transformation de phase, les fractions volumiques à la température T_i et T_{i-1} sont identiques et l'incrément de déformation de transformation dans l'équation (4.7) est égal à zéro.

$$\delta\varepsilon_i = \delta\varepsilon_i^{dil+} + \delta\varepsilon_i^{trans+} \quad (4.7)$$

Puisque la valeur de l'incrément de déformation totale égale la différence entre deux mesures de déformation expérimentale exprimée à l'équation (4.8), l'incrément de déformation de transformation de phase est obtenu par la substitution des équations (4.6) et (4.8) dans l'équation (4.7). Une fois l'incrément de déformation de transformation isolé, il peut être exprimé selon l'équation (4.9).

$$\delta \varepsilon_i = \varepsilon_i^+ - \varepsilon_{i-1}^+ \quad (4.8)$$

$$\delta \varepsilon_i^{trans+} = \varepsilon_i^+ - \varepsilon_{i-1}^+ - \left(f_{i-1}^\gamma \alpha_0^\gamma + f_{i-1}^M \alpha_0^M \right) (T_i - T_{i-1}) - \left(\frac{f_{i-1}^\gamma \alpha_1^\gamma + f_{i-1}^M \alpha_1^M}{2} \right) (T_i^2 - T_{i-1}^2) \quad (4.9)$$

Pour changer la valeur de l'incrément de déformation linéique de transformation de l'équation (4.9) en changement volumétrique, il suffit de multiplier chacune des variables par trois selon l'hypothèse d'isotropie. Donc l'incrément du changement volumétrique dû à la transformation austénitique est exprimé par l'équation (4.10).

$$\delta \mathcal{G}_i^{trans+} = \delta \mathcal{G}_i - \delta \mathcal{G}_i^{dil+} \quad (4.10)$$

Et

$$\delta \mathcal{G}_i = 3\varepsilon_i^+ - 3\varepsilon_{i-1}^+ \quad (4.11)$$

Pour passer à l'incrément suivant, il faut obtenir une mise à jour de la fraction volumique de la phase transformée. Cela est calculé selon une règle de proportionnalité entre le changement volumétrique obtenu à la température T_i et le changement volumétrique associé à 100% de transformation. Pour obtenir le changement

volumétrique total, il faut d'abord connaître la déformation linéique totale. Celle-ci est équivalente à la différence des vecteurs V_2-V_1 qui représente le passage de la fraction volumique initiale de l'austénite à 100% de transformation de la martensite en austénite et est représentée par la flèche bleue à la Figure 38.

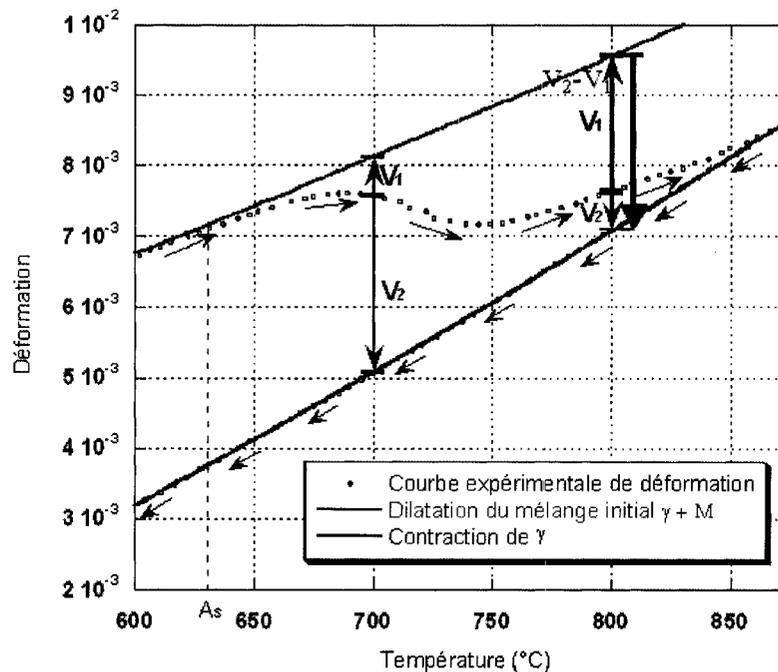


Figure 38 Illustration de la transformation austénitique, s'amorçant à 630°C et qui est complétée à 875°C pour un taux de chauffage de 5°C/min (essai B1) (Adapté de [48])

Toujours à l'aide de la Figure 38, le vecteur V_1 est le résultat de la soustraction de la valeur de la courbe virtuelle de déformation représentant une approximation de l'expansion du domaine stable au chauffage projetée au-delà de la transformation austénitique (courbe rose) moins la valeur de la déformation expérimentale à la température T_i . Puisque le sens du vecteur V_1 est vers le haut, sa valeur est donc positive. Tandis que V_2 équivaut à la soustraction de la valeur de la déformation réelle de la contraction de l'austénite au refroidissement (courbe verte) où $f_\gamma=1$ et $f_M=0$, moins la

valeur de déformation expérimentale à la température T_i . Le vecteur V_2 pointe vers le bas, ce qui se traduit par une valeur négative.

Alors le changement volumétrique total est équivalent au rapport « déformation linéique totale sur la différence de la fraction volumique de 100% avec la fraction volumique initiale de l'austénite (V') », le tout multiplié par trois. La partie de droite de l'équation (4.12) équivaut à la différence de $V_2 - V_1$ où l'indice « - » indique que c'est la contraction lors du refroidissement pour ce qui s'applique à V_2 et où l'indice « + » indique que c'est la dilatation lors du chauffage pour V_1 . Pour le calcul du vecteur V_1 , ε_0^+ et T_0^+ sont la déformation et la température à l'ambiante tandis que le vecteur V_2 , ε_0^- et T_0^- sont la déformation et la température à la fin du domaine austénitique stable qui est de 310°C.

$$E^\gamma(T) = \left(\frac{3}{1-V^\gamma} \right) \left\{ \underbrace{\varepsilon_0^- + \alpha_0^\gamma (T_i - T_0^-) + \frac{\alpha_1^\gamma}{2} (T_i^2 - T_0^{-2})}_{V_2} - \underbrace{\varepsilon_0^+ - (V^\gamma \alpha_0^\gamma + (1-V^\gamma) \alpha_0^M) (T_i - T_0^+) - \left(\frac{V^\gamma \alpha_1^\gamma + (1-V^\gamma) \alpha_1^M}{2} \right) (T_i^2 - T_0^{+2})}_{V_1} \right\} \quad (4.12)$$

Finalement, le modèle mathématique permet d'actualiser la valeur de la fraction volumique pour chaque incrément de température. Chaque incrément de cette fraction est calculé à l'équation (4.13) en divisant un incrément de changement volumique de la transformation de phase à la température T_i par le changement volumétrique total $E^\gamma(T_i)$. La fraction volumique de l'austénite de chaque étape est désignée par l'équation (4.14). Une fois déterminée, cette fraction volumique est ré-insérée dans l'équation (4.6), et ainsi de suite jusqu'à ce que la transformation austénitique soit terminée.

$$\delta f_i^\gamma = \frac{\delta \mathcal{G}_i^{trans+}}{E_i^\gamma(T_i)} \quad (4.13)$$

$$f_i^\gamma = f_{i-1}^\gamma + \delta f_i^\gamma \quad (4.14)$$

4.3.2.2 Phase IV - La transformation martensitique

La démarche pour obtenir les changements linéiques, les changements volumétriques et l'évolution de la fraction volumique de la martensite lors de la transformation martensitique est très similaire à celle qui a été présentée lors de la phase III. Dans ce domaine de transformation, il y a toujours présence d'une superposition de la déformation d'expansion thermique et de la déformation de transformation due au changement de microstructure mais cette fois-ci, de l'austénite à celle de la martensite.

Pour obtenir l'évolution de la valeur de l'incrément de la déformation de transformation, il faut encore une fois déterminer la valeur de l'incrément de la déformation de l'expansion thermique selon l'équation (4.15). Les équations (4.15) et (4.17) sont donc substituées dans l'équation (4.16). L'incrément de déformation de transformation y est ensuite isolé pour donner l'équation (4.18). Tant qu'il n'y a pas l'apparition d'un point critique sur la courbe au refroidissement, l'incrément de déformation d'expansion thermique égalera l'incrément de la déformation totale, et l'équation (4.18) égalera zéro.

$$\delta \varepsilon_i^{dil-} = \left(f_{i-1}^\gamma \alpha_0^\gamma + f_{i-1}^M \alpha_0^M \right) (T_i - T_{i-1}) + \left(\frac{f_{i-1}^\gamma \alpha_1^\gamma + f_{i-1}^M \alpha_1^M}{2} \right) (T_i^2 - T_{i-1}^2) \quad (4.15)$$

$$\delta \varepsilon_i = \delta \varepsilon_i^{dil-} + \delta \varepsilon_i^{trans-} \quad (4.16)$$

$$\delta \varepsilon_i = \varepsilon_i^- - \varepsilon_{i-1}^- \quad (4.17)$$

$$\delta \varepsilon_i^{trans-} = \varepsilon_i^- - \varepsilon_{i-1}^- - \left(f_{i-1}^\gamma \alpha_0^\gamma + f_{i-1}^M \alpha_0^M \right) \left(T_i^- - T_{i-1}^- \right) - \left(\frac{f_{i-1}^\gamma \alpha_1^\gamma + f_{i-1}^M \alpha_1^M}{2} \right) \left(T_i^{-2} - T_{i-1}^{-2} \right) \quad (4.18)$$

Pour obtenir le changement volumétrique de la déformation de transformation, l'équation (4.18) est multipliée par trois selon l'hypothèse d'isotropie. Cela est présenté à l'équation (4.19).

$$\delta \mathcal{G}^{trans-}_i = 3\varepsilon_i^- - 3\varepsilon_{i-1}^- - \delta \mathcal{G}^{dil-}_i \quad (4.19)$$

Maintenant, la fraction volumique de la martensite doit être actualisée durant la transformation. Pour ce faire, il faut calculer le changement volumétrique total de la transformation selon la même technique que lors de la transformation austénitique. Cependant, il y a des divergences dans le calcul des vecteurs V_1 et V_2 .

En effet, le calcul du vecteur V_1 à l'équation (4.20) est toujours obtenu selon la différence de la valeur de la courbe de d'expansion thermique (courbe rose) réelle au chauffage dans cet intervalle et la valeur de la déformation expérimentale totale. Cependant, à la Figure 39, on remarque que le vecteur V_1 diminue progressivement pour évaluer zéro aux environs de 234°C, puis devenir négatif en dessous de cette température. Le vecteur V_2 est quant à lui obtenu à l'équation (4.21) par la différence entre la valeur de la courbe projetée de contraction de 100% d'austénite jusqu'à la température ambiante (courbe verte pointillée) et la valeur de déformation expérimentale. On remarque que dans l'équation (4.21), le terme f_γ est absent car il est égal à 1 lors du calcul de la pente de contraction thermique de 100% d'austénite. Puisque la déformation de la courbe expérimentale a atteint une valeur supérieure à celle du mélange initial, la longueur du vecteur V_2 augmente, mais demeure de même signe, i.e. négatif.

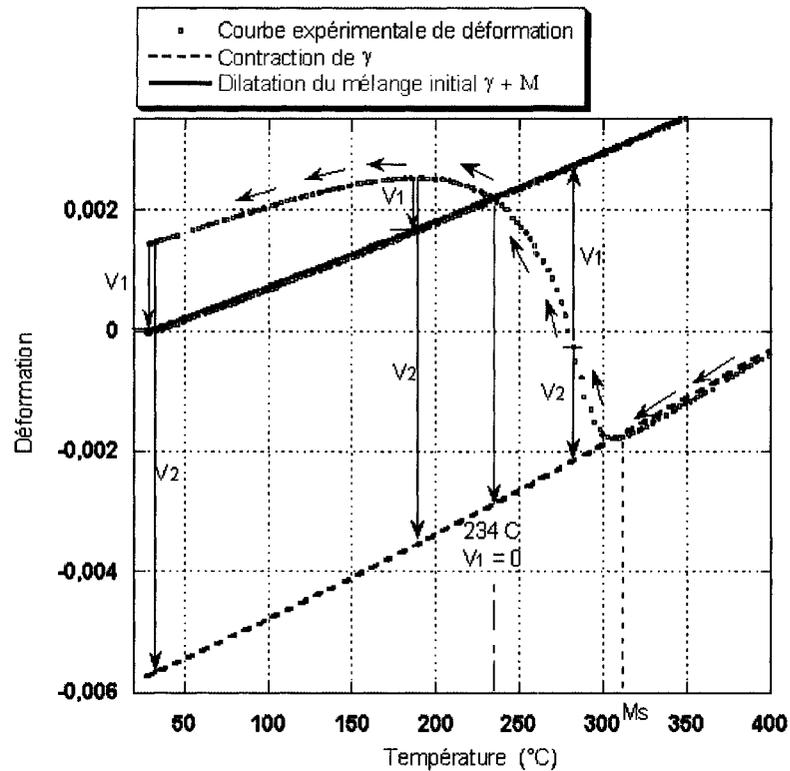


Figure 39 Illustration de la transformation martensitique à un taux de refroidissement de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, depuis l'état austénitique (essai B1) (Adapté de [48])

De la même façon que lors de la transformation austénitique, le changement volumétrique total de la martensite, $E^M(T_i)$, est donné par le rapport de la différence des vecteurs $V_2 - V_1$ sur la différence de 100% d'austénite moins la valeur initiale de l'austénite $(1 - V_\gamma)$, tout cela multiplié par trois tel que le stipule l'équation (4.22). Cependant, cela s'applique seulement avant 234°C , donc lorsque V_1 est positif. Lorsque V_1 devient négatif, la quantité transformée est maintenant représentée par $1 - V_\gamma - (V_1 / (V_2 - V_1))$ à l'équation (4.23). Cette particularité est insérée dans le calcul du changement volumétrique total aux équations (4.22) et (4.23).

$$V_1 = \varepsilon_0^+ + (f^\gamma \alpha_0^\gamma + f^M \alpha_0^M) (T_i - T_0^+) + \left(\frac{f^\gamma \alpha_1^\gamma + f^M \alpha_1^M}{2} \right) (T_i^2 - T_0^{+2}) - \varepsilon_i^- \quad (4.20)$$

$$V_2 = \varepsilon_0^- + \alpha_0^\gamma (T_i - T_0^-) + \frac{\alpha_1^\gamma}{2} (T_i^2 - T_0^{-2}) - \varepsilon_i^- \quad (4.21)$$

$$E^M(T_i) = \left(\frac{3}{1 - V^\gamma} \right) (V_2 - V_1) \quad \text{lorsque } V_I > 0 \quad (4.22)$$

$$E^M(T_i) = \left(\frac{3}{1 - V^\gamma - \left(\frac{V_1}{V_2 - V_1} \right)} \right) (V_2 - V_1) \quad \text{lorsque } V_I < 0 \quad (4.23)$$

Connaissant désormais le changement volumétrique de transformation d'un incrément entre T_i et T_{i-1} , puis le changement volumétrique total de transformation à la température T_i , l'incrément de la fraction volumique de la martensite entre T_i et T_{i-1} s'obtient de l'équation (4.24).

$$\delta f_i^M = \frac{\delta \mathcal{G}^{trans-i}}{E_i^M(T_i)} \quad (4.24)$$

Cet incrément de la fraction volumique de la martensite entre la température T_i et T_{i-1} (δf_i^M) est additionné à la valeur de la fraction volumique à l'étape précédente (f_{i-1}^M) pour actualiser la fraction volumique f_i^M à l'équation (4.25). Cette nouvelle valeur de f_i^M sera réinsérée dans l'équation (4.15), et ce pour chaque incrément de température jusqu'à la fin de la transformation martensitique.

$$f_i^M = f_{i-1}^M + \delta f_i^M \quad (4.25)$$

4.4 Traitement mathématique des données expérimentales avec le modèle

Le traitement mathématique des données expérimentales permet en premier lieu de valider les équations mathématiques et les hypothèses. Pour ce faire, les données expérimentales qui sont traitées sont celles dont la transformation austénitique est complétée avant le début du refroidissement et dont les proportions volumiques des espèces initiales des cycles thermiques sont connues. Ces informations sont préalables pour déterminer les propriétés physiques de base du S41500 tels les coefficients d'expansion thermique des phases. C'est la répétitivité de cette propriété qui est recherchée puisque ces valeurs seront ensuite utilisées dans le traitement ultérieur des cycles thermiques hors d'équilibre dans une prochaine version du modèle mathématique. Les essais évalués par le modèle mathématique sont les essais à 5°C/min (B1, C1T1, C1T2, C1L1 et C1L2) et à 1°C/min (C1T3 et C1L3) puisque ce sont les seuls essais dont les fractions volumiques initiales de l'austénite au début de chaque cycle sont connues (mesurées par la technique des rayons X au chapitre 3) et dont la transformation austénitique est complétée avant le début du refroidissement (confirmée par la méthode graphique au chapitre 3).

Dans un deuxième temps, cette première version du modèle permet aussi de faire ressortir des résultats l'évolution de la déformation due seulement à l'expansion thermique, l'évolution de la déformation due seulement à la transformation de phase et l'évolution de la fraction volumique de l'austénite et ce en fonction de la température. Seulement les résultats graphiques des essais C1T1 et C1L1 sont analysés dans le but de montrer l'efficacité du programme et par le fait même, comparer l'effet de la direction de prélèvement des échantillons sur l'évolution des déformations et de la fraction volumique de l'austénite. Par la suite, la technique de calcul de la fraction volumique de l'austénite avec le modèle mathématique est évaluée et validée. La méthode de

prédiction de la quantité d'austénite résiduelle initiale est contre-vérifiée avec une démonstration graphique et une règle de proportionnalité.

4.4.1 Évaluation des coefficients d'expansion thermique

Bien qu'il soit connu qu'un échange d'éléments d'alliage se produise entre les phases à haute température, le modèle suit une hypothèse qui stipule que les phases ont une composition chimique stable à toutes températures. Les essais dilatométriques avec les taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min ont été traités avec le modèle mathématique pour obtenir la valeur des coefficients d'expansion thermique de l'austénite (α_0^γ et α_1^γ) et ceux de la martensite (α_0^M et α_1^M). Au Tableau XVIII, on remarque que les termes constants (α_0) pour l'austénite et la martensite sont répétitifs et possèdent un faible écart type. Bien que le terme du premier degré (α_1) possède un plus grand écart type comparativement au premier, l'utilisation de sa valeur moyenne reste acceptable puisque son impact dans le calcul de la déformation due à l'expansion thermique est considéré faible. De ces résultats, la valeur moyenne du terme constant de l'austénite α_0^γ est plus grande que celle de la martensite α_0^M ce qui concorde avec l'aspect des courbes expérimentales dans les domaines thermiques stables au chapitre 3. De plus, les coefficients d'expansion thermique calculés à partir des essais effectués au GLEEBLE ou au TMA sont semblables.

Pour les essais plus lents à 1°C/min, l'évaluation des coefficients d'expansion thermique a été limitée aux courbes expérimentales du premier cycle car aucune mesure de la fraction volumique de l'austénite n'a été faite à la fin d'un cycle pour ce taux. Puisqu'il y a peu d'essais réalisés avec ce taux, on ne peut tirer de conclusion tangible. On peut toutefois faire le même constat que pour les essais à 5°C/min, le terme constant étant plus répétitif que celui du premier degré avec un écart type faible. Les valeurs de la moyenne du terme α_1 de l'austénite et de la martensite au Tableau XIX sont différentes

des essais à 5°C/min. Cela se justifie par la présence d'une parabole inversée lors de la contraction de l'austénite au refroidissement et une augmentation de la déformation avant la fin de la transformation austénitique mises en évidence lors de la comparaison des courbes dilatométriques aux Figure 28 et Figure 29 du chapitre 3.

Tableau XVIII

Valeurs des coefficients d'expansion thermique de l'austénite et de la martensite obtenues par le traitement mathématique des courbes expérimentales à 5°C/min

Essai	Cycle	% γ initial	α_0^γ $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)$	α_1^γ $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)^2$	α_0^M $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)$	α_1^M $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)^2$
B1	C1	15.33	$1.243 \cdot 10^{-5}$	$10.09 \cdot 10^{-9}$	$9.404 \cdot 10^{-6}$	$5.472 \cdot 10^{-9}$
C1T1	C1	15.33	$1.361 \cdot 10^{-5}$	$9.265 \cdot 10^{-9}$	$8.598 \cdot 10^{-6}$	$5.555 \cdot 10^{-9}$
	C2	1.6	$1.402 \cdot 10^{-5}$	$8.833 \cdot 10^{-9}$	$8.816 \cdot 10^{-6}$	$4.739 \cdot 10^{-9}$
C1L1	C1	15.33	$1.433 \cdot 10^{-5}$	$8.551 \cdot 10^{-9}$	$8.872 \cdot 10^{-6}$	$4.907 \cdot 10^{-9}$
	C2	1.6	$1.431 \cdot 10^{-5}$	$8.576 \cdot 10^{-9}$	$8.993 \cdot 10^{-6}$	$4.194 \cdot 10^{-9}$
C1T2	C1	15.33	$1.198 \cdot 10^{-5}$	$12.28 \cdot 10^{-9}$	$8.077 \cdot 10^{-6}$	$7.591 \cdot 10^{-9}$
	C2	1.6	$1.215 \cdot 10^{-5}$	$12.02 \cdot 10^{-9}$	$8.701 \cdot 10^{-6}$	$4.535 \cdot 10^{-9}$
C1L2	C1	15.33	$1.357 \cdot 10^{-5}$	$9.723 \cdot 10^{-9}$	$8.287 \cdot 10^{-6}$	$7.063 \cdot 10^{-9}$
	C2	1.6	$1.392 \cdot 10^{-5}$	$9.412 \cdot 10^{-9}$	$8.668 \cdot 10^{-6}$	$5.240 \cdot 10^{-9}$
Moyenne			$1.337 \cdot 10^{-5}$	$9.861 \cdot 10^{-9}$	$8.713 \cdot 10^{-6}$	$5.145 \cdot 10^{-9}$
Écart type			$\pm 8.78 \cdot 10^{-7}$	$\pm 1.32 \cdot 10^{-9}$	$\pm 3.61 \cdot 10^{-7}$	$\pm 2.17 \cdot 10^{-9}$

Les valeurs des coefficients d'expansion thermique varient en fonction de la température. Donc il est nécessaire d'insérer les coefficients trouvés au Tableau XVIII dans l'équation (4.3) en fonction des fractions volumiques des phases ($V_\gamma = 15.33\%$ et $V_M = 84.66\%$) à une température donnée. À titre d'exemple, à la température de 427°C (700 K), le livre de référence des propriétés thermiques Touloukian [47] donne un coefficient d'expansion thermique des aciers martensitiques de la série AISI 400 tels le

410, 416 et 420, de $13.5 \times 10^{-6} / K^{-1}$. À la même température, les valeurs obtenues au Tableau XVIII donnent un coefficient d'expansion thermique de $11.93 \times 10^{-6} / ^\circ C^{-1}$. Ces valeurs sont voisines l'une de l'autre, mais il existe tout de même un écart. Ceci démontre donc que la valeur du coefficient d'expansion thermique varie en fonction de la composition chimique des éléments de l'alliage, ce qui justifie l'utilisation d'un modèle mathématique pour traiter les données expérimentales et ainsi obtenir les valeurs réelles de l'alliage étudié.

Tableau XIX

Valeurs des coefficients d'expansion thermique de l'austénite et de la martensite obtenus par le traitement mathématique des courbes expérimentales à $1^\circ C/min$

Essai	Cycle	% γ initial	α_0^{γ} $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)$	α_1^{γ} $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)^2$	α_0^M $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)$	α_1^M $\left(\frac{mm}{mm^\circ C^{-1}}\right)^2$
C1L3	C1	15.33	$1.687 \cdot 10^{-5}$	$1.162 \cdot 10^{-9}$	$7.179 \cdot 10^{-6}$	$10.93 \cdot 10^{-9}$
C1T3	C1	15.33	$1.710 \cdot 10^{-5}$	$4.166 \cdot 10^{-9}$	$7.549 \cdot 10^{-6}$	$9.576 \cdot 10^{-9}$
Moyenne			$1.699 \cdot 10^{-5}$	$2.664 \cdot 10^{-9}$	$7.364 \cdot 10^{-6}$	$10.253 \cdot 10^{-9}$
Écart type			$\pm 1.15 \cdot 10^{-7}$	$\pm 1.50 \cdot 10^{-9}$	$\pm 1.85 \cdot 10^{-7}$	$\pm 6.77 \cdot 10^{-10}$

Conséquent, seulement les valeurs moyennes des coefficients d'expansion thermique des essais réalisés avec des taux de chauffage et de refroidissement de $5^\circ C/min$ devront être utilisées dans la seconde phase du programme mathématique du traitement des cycles thermiques hors d'équilibre.

4.4.2 Évaluation des données graphiques

Une fois les données traitées avec le programme mathématique développé par Lanteigne *et al.* [48], quatre fichiers qui contiennent les données telles la température, la déformation due à l'expansion thermique, la déformation due à la transformation de phase et la fraction volumique de l'austénite sont créés. Leur évolution est présentée en fonction de la température pour chaque cycle sur des graphiques illustrés aux Figure 40, Figure 41 et Figure 42. L'essai de référence C1T1 est comparé avec l'essai C1L1 pour vérifier l'effet de la direction de prélèvement des échantillons sur les résultats. En guise de rappel, ces essais ont tous deux été réalisés avec le TMA avec un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min jusqu'à une température maximale de 950°C avec un maintien d'une minute.

4.4.2.1 Évolution de la déformation due à l'expansion thermique

La Figure 40 expose une combinaison des courbes qui représentent le comportement d'expansion thermique réel, dans les domaines thermiques stables, et imaginaire, dans les domaines thermiques de transformation de phase. Cette section de la courbe est considérée imaginaire puisqu'elle représente le comportement d'expansion thermique extrapolé à l'aide de l'équation parabolique (4.6) où il se produit en fait la transformation de phase. Au chauffage, on remarque un changement de la pente de la courbe aux environs de la température de début de transformation de phase austénitique. Cela est dû à l'augmentation de la quantité d'austénite qui se produit lors de la transformation et qui possède un coefficient d'expansion thermique plus élevé que la martensite (voir Tableau XVIII). Tout de même, ce changement se produit avec une transition douce car la déformation due à l'expansion thermique est recalculée à chaque température pour chaque fraction martensite transformée en austénite durant la transformation de phase. Tant que la transformation n'est pas complétée, cette partie de

la courbe n'est pas considérée réelle puisqu'il n'est pas tenu compte de la déformation due à la transformation de phase. C'est le même phénomène que l'on retrouve au refroidissement lors de la transformation martensitique, mais avec une diminution de la pente puisque l'austénite se transforme en martensite. À la Figure 40, lorsque l'on compare le cycle 1 et 2 des deux essais, on remarque que la pente du deuxième cycle au chauffage est plus faible. Ceci est justifié par le fait qu'il y a moins d'austénite résiduelle au départ lors du cycle 2 (1.6%) comparativement au cycle 1 (15.33%) et que le coefficient de dilatation de la martensite est plus faible que celui de l'austénite. Donc il y a moins d'austénite résiduelle dans le mélange initiale au début du cycle 2. Ces valeurs de proportions de phase ont été obtenues lors des mesures de diffraction des rayons X au chapitre 3. Cette baisse de déformation due à l'expansion thermique lors du cycle 2 explique le décalage du reste de la courbe par rapport au cycle 1. D'autre part, si l'on compare l'essai C1T1 avec C1L1, il n'y a pas de différences entre les deux directions et ce pour les cycles 1 et 2.

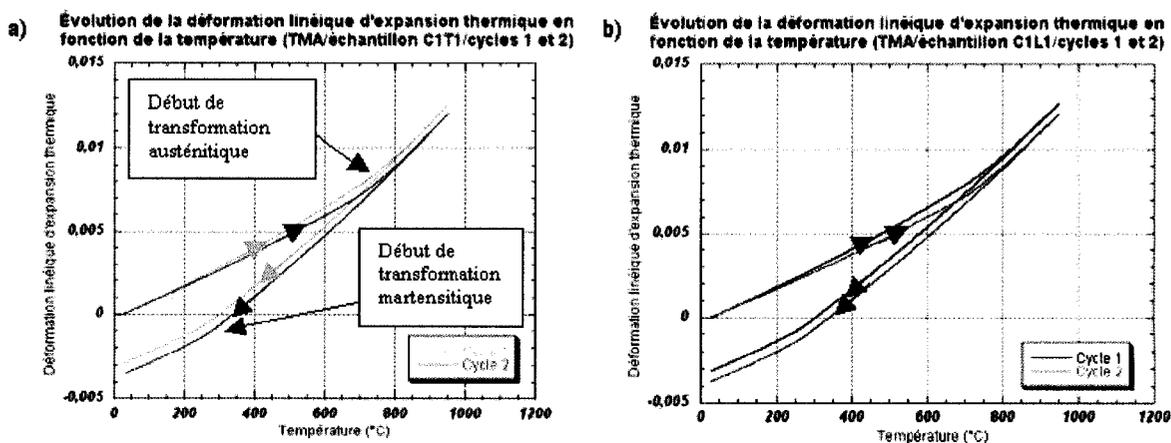


Figure 40 Comparaison de la déformation due à l'expansion thermique de l'échantillon a) C1T1 et b) C1L1 (cycles 1 et 2) calculée avec le modèle mathématique

4.4.2.2 Évolution de la déformation due à la transformation de phase

Le calcul de la déformation due à la transformation de phase est la partie du programme recherchée pour déterminer l'influence des différents paramètres sur la cinétique de transformation de phase de l'acier S41500. Puisque les essais au TMA à 5°C/min ont offert des résultats expérimentaux qui répondaient aux critères qui sont que la transformation austénitique devait complète avant le début du refroidissement et l'allure des courbes de dilatation et de contraction devait être parabolique, ce sont les essais C1T1 et C1L1 qui sont évalués. Donc seulement l'influence de la direction du prélèvement des échantillons sur la déformation de la transformation de phase est comparée. La Figure 41 montre l'évolution de la déformation due à la transformation de phase en fonction de la température pour les essais C1T1 en a) et C1L1 en b). Jusqu'à ce que la température de début de transformation de phase austénitique soit atteinte, la valeur de la déformation est égale à zéro. Lorsqu'il y a transformation austénitique, il y a une contraction due à la changement de volume de la martensite en austénite. Le cycle 1 de l'échantillon C1T1 ne semble pas très différent de celui de l'échantillon C1L1. Lors du refroidissement les deux échantillons manifestent une déformation négative, mais relativement constante jusqu'à ce qu'il y ait début de transformation martensitique. À cette température, il y a une augmentation soudaine de la déformation pour les deux échantillons. Cependant, le cycle 1 de l'échantillon C1T1 possède une déformation finale plus grande d'environ 0.05% que l'échantillon C1L1. Cette valeur est approximativement la même pour la déformation finale au cycle 2 des deux échantillons, bien que l'échantillon C1L1 ne se contracte pas autant que l'échantillon C1T1 lors de la transformation austénitique. Finalement, la déformation résiduelle due à la transformation de phase est plus grande pour les cycles 1 et 2 de l'échantillon C1T1 que pour ceux de l'échantillon C1L1. Cela renforce l'hypothèse que la transformation de l'austénite en martensite se produit dans une orientation préférentielle, donc de façon anisotrope tel que mentionné au chapitre 3.

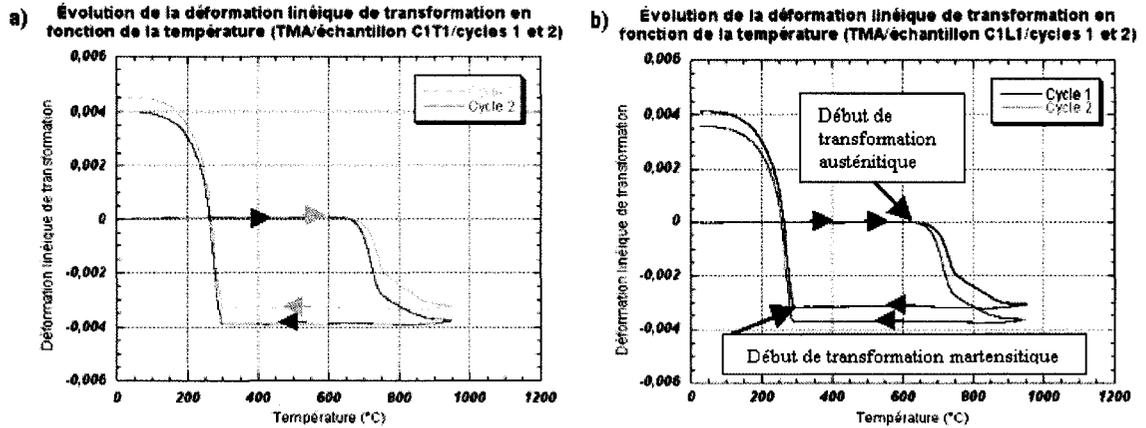


Figure 41 Comparaison de la déformation due à la transformation de phase de l'échantillon a) C1T1 et b) C1L1 (cycles 1 et 2) calculée avec le modèle mathématique

4.4.2.3 Évolution de la fraction volumique de l'austénite

Lors du traitement mathématique, les fractions volumiques initiales de l'austénite équivalent à 15,33% pour le cycle 1 et à 1,6% pour le cycle 2 (valeur moyenne pour toutes directions de 0° à 360°), pour les deux échantillons car elles ont été mesurées par rayons X. Or, à la Figure 42, le cycle 1 des échantillons C1T1 et C1L1 est stable à 0,1533 jusqu'à la température de début de transformation austénitique. Selon les résultats mathématiques présentés sur ces graphiques, il y a une augmentation d'environ 50% de la fraction volumique de l'austénite sur une petite plage de température. L'autre 50% se transforme sur une plus grande plage de température. Bien que l'on suppose que la transformation austénitique soit complétée avant le début du refroidissement, ces courbes démontrent qu'il y a toujours augmentation de la fraction volumique de l'austénite lors du refroidissement jusqu'environ 890°C et ce pour les deux cycles des deux échantillons. Cette répétition aux deuxièmes cycles que la transformation n'est pas complète avant le début du refroidissement est peut-être réelle, mais ne concorde pas avec les mesures graphiques obtenues au chapitre 3. Il y a peut-être un critère trop rigide dans le programme qui cause cet artefact.

Ensuite, à la fin de la transformation austénitique, la valeur de la fraction volumique de l'austénite est égale à 100% et ce jusqu'au début de la transformation martensitique. La fraction volumique de l'austénite diminue à la même température pour les cycles 1 et 2 de chaque échantillon. Après le premier cycle, l'échantillon C1T1 donne une valeur finale négative de -0.9% d'austénite résiduelle. Cette valeur pourrait être incluse dans une marge d'erreur, mais elle reflète plutôt une tendance puisque le second cycle donne une seconde valeur négative de -3%. Cette tendance s'accorde avec le fait que la déformation due à la transformation augmente cycle après cycle pour les échantillons prélevés dans la direction travers court. Pour ce qui est de l'échantillon C1L1 prélevé dans la direction longitudinale, l'évolution de la fraction volumique de l'austénite lors de la transformation martensitique pour les cycles 1 et 2 est identique et se termine avec une valeur finale positive de 4% d'austénite résiduelle. Cette différence de la valeur finale de l'austénite résiduelle pour les échantillons C1T1 et C1L1 est difficilement explicable. Conséquemment, une validation du modèle doit être réalisée pour démontrer s'il faut revoir certaines hypothèses simplificatrices ou apporter une correction sur la méthode de calcul de l'évolution de la fraction volumique de l'austénite.

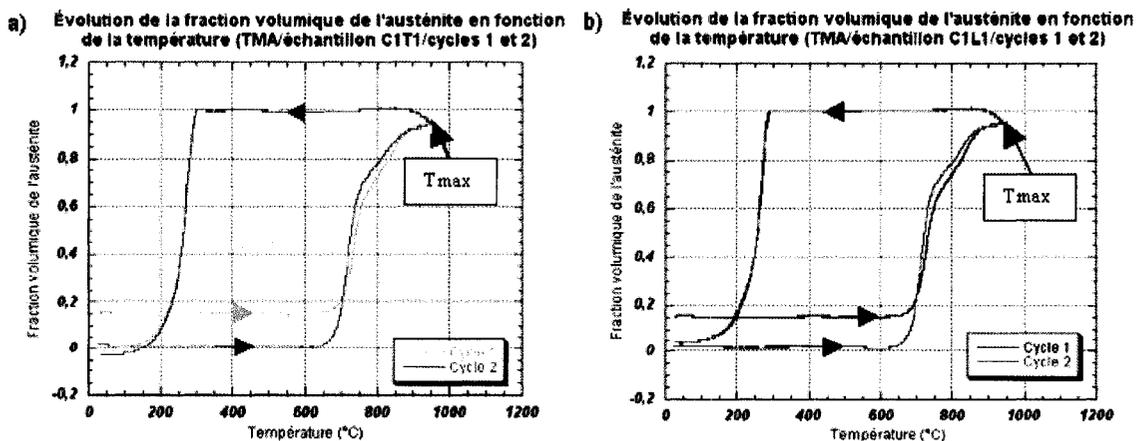


Figure 42 Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de l'austénite de l'échantillon a) C1T1 et b) C1L1 (cycles 1 et 2) calculée avec le modèle mathématique

4.4.3 Validation du calcul de l'austénite résiduelle

Avant de revoir les hypothèses simplificatrices, il est plus rapide de valider le calcul de la fraction volumique de l'austénite du modèle mathématique. Il suffit d'effectuer une contre-vérification des proportions initiales d'austénite résiduelle avec les résultats de déformation expérimentale. Pour ce faire, on applique une règle de proportionnalité sur les résultats graphiques de la déformation expérimentale et l'extrapolation sur toute la plage de température de la déformation due à l'expansion thermique de l'austénite, obtenues pour les premiers cycles des essais à 5°C/min dans les directions travers court et longitudinale. Le premier cycle de l'échantillon C1T1 est présenté en exemple. Tout d'abord, il faut extrapoler la courbe de déformation due à l'expansion thermique pour 100% d'austénite jusqu'à la température de fin du cycle identifié T_i . Cette température équivaut pour l'échantillon C1T1 (cycle 1) à $T_i=31^\circ\text{C}$. On cherche $\varepsilon_{dil}^-(31^\circ\text{C})$ selon l'équation (4.25).

$$\varepsilon_{dil}^-(T_i) = \varepsilon_0 + \alpha_0(T_i - T_0) + \frac{\alpha_1}{2}(T_i^2 - T_0^2) \quad (4.25)$$

Dans l'équation (4.25), ε_0 est le paramètre de déformation initial obtenu expérimentalement à la température minimale choisie afin de calculer le coefficient d'expansion thermique de l'austénite, soit $T_0=310^\circ\text{C}$. Les coefficients d'expansion thermique utilisés sont ceux de l'austénite et ont été calculés dans la première phase du programme mathématique. Les valeurs de α_0^γ et α_1^γ se trouvent au Tableau XVIII de la section 4.4.1. La valeur absolue de la déformation due à l'expansion thermique extrapolée à la température T_i équivaut à la déformation totale de 84.66% de la transformation de l'austénite en martensite. Au départ du premier cycle, on sait que les proportions initiales sont de 84.66% de martensite et 15.33% d'austénite résiduelle et que la déformation initiale (ε_{mi}) égale zéro. Ceci est schématisé à la Figure 43.

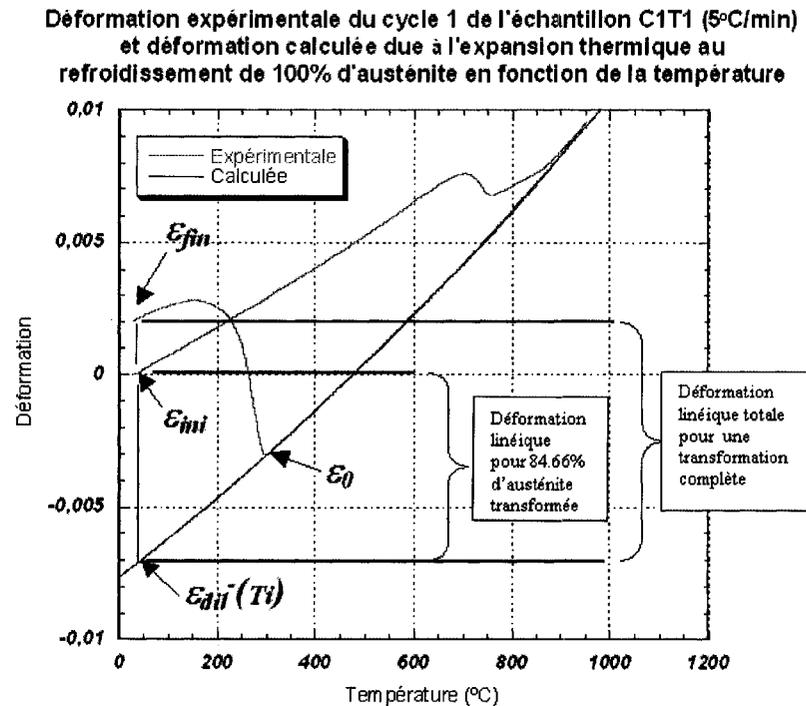


Figure 43 Exemple de validation graphique du calcul de la fraction volumique transformée de l'austénite résiduelle

Maintenant que l'on peut déterminer la valeur absolue de la déformation linéique pour 84.66% d'austénite transformée à $T_i=31^\circ\text{C}$, on détermine la quantité réelle d'austénite résiduelle transformée puisqu'elle a continué à se transformer jusqu'à la fin du cycle. L'écart total entre ϵ_{fin} et $\epsilon_{dii}(31^\circ\text{C})$ est la valeur de la variation totale de déformation linéique pour une transformation complète. Si l'on soustrait à la valeur de la variation de déformation linéique totale pour une transformation complète la valeur de la variation de déformation linéique pour 84.66% d'austénite transformée à $T_i=31^\circ\text{C}$, on sait que cette valeur devrait être associée à une transformation de 13.73% d'austénite en martensite ($\% \gamma_{rés\ ini\ cycle\ 1} - \% \gamma_{rés\ ini\ cycle\ 2} = 15.33\% - 1.6\%$). Finalement, c'est à l'aide d'une règle de proportionnalité présentée à l'équation (4.27) que l'on détermine la quantité de fraction volumique d'austénite transformée (f_γ) par rapport à la valeur initiale d'austénite résiduelle.

$$f_{\gamma} = \frac{(\varepsilon_{fin} - \varepsilon_{ini})}{\beta} \quad (4.27)$$

Où l'équation (4.28) représente la déformation de 100% du volume.

$$\beta = \frac{abs(\varepsilon_{ini} - \varepsilon_{dil}^{-}(T_i))}{0.8466} \quad (4.28)$$

Dans le Tableau XX, cette valeur de la fraction volumique associée à la différence de la déformation ε_{fin} moins ε_{ini} est calculée pour tous les premiers cycles des essais à 5°C/min. On remarque que pour les échantillons dans le sens travers court, la quantité d'austénite résiduelle calculée est plus élevée de 4.6% de la valeur mesurée par la technique de la diffraction des rayons X (15.33%-1.6%=13.73%). Dans le cas des échantillons prélevés dans la direction longitudinale, c'est une baisse de 2.7% de la quantité d'austénite qui est observée. Toutefois, lorsque l'on calcule la moyenne de la quantité de la fraction volumique de l'austénite, celle-ci se rapproche énormément de la valeur mesurée par la diffraction des rayons X. Cela confirme que la technique de calcul de la fraction volumique des espèces par la règle des mélanges et la règle de proportionnalité est valable. Cette analyse permet de conclure encore une fois que l'austénite est préférentiellement orientée dans la direction travers court.

Tableau XX

Résumé des valeurs calculées de la fraction volumique de l'austénite transformée par le modèle mathématique des essais à 5°C/min dans la direction travers court et longitudinale

Essai	Déformation linéique pour transformation complète ($\epsilon_{jin} - \epsilon_{dil}(Ti)$)	Déformation linéique pour 84.66% de transformation $abs(\epsilon_{ini} - \epsilon_{dil}(Ti))$	% γ calculée
C1T1	0,907%	0,75%	18,34%
C1T2	0,871%	0,72%	18,35%
C1L1	0,852%	0,75%	11,34%
C1L2	0,829%	0,74%	10,79%
Moyenne			14.71%

4.4.4 Calcul du changement volumétrique

Les valeurs des changements volumétriques associés aux transformations de phase des différents essais dilatométriques sont comparées dans l'objectif d'évaluer l'influence qu'ont joué les différents paramètres sur leurs variations. Les équations (4.10) et (4.19) du modèle mathématique présentées à la section 4.3 permettent d'obtenir les pourcentages de ces changements volumétriques pour une transformation complète de 100% d'austénite en martensite. Cependant, comme il a été vu dans les résultats de diffraction des rayons X, ceux-ci indiquent qu'au retour du premier cycle, il peut tout même y avoir encore de l'austénite résiduelle.

En guise de rappel, les paramètres étudiés sont les différents taux de chauffage et de refroidissement, le nombre de cycle thermique puis la direction des échantillons prélevés dans une plaque laminée. De plus, le changement volumétrique de transformation de phase équivaut à trois fois la valeur de la déformation linéique due à la transformation de phase. À titre d'exemple, l'évolution de la déformation linéique et du changement volumétrique des cycles 1 et 2 de l'essai C1T1 est présentée à la Figure 44.

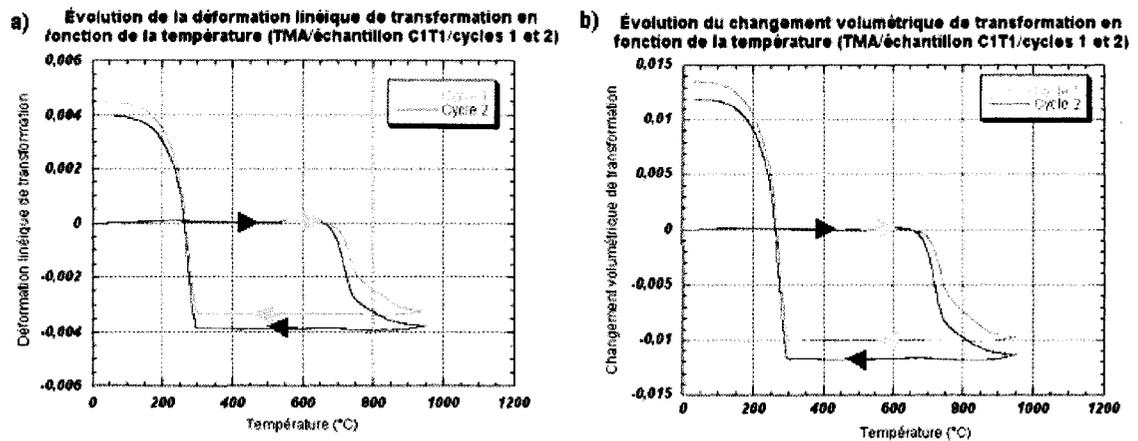


Figure 44 Comparaison a) de la déformation linéique et b) du changement volumétrique dû à la transformation de phase de l'échantillon C1T1 (cycles 1 et 2) calculées avec le modèle mathématique

Tableau XXI

Résumé des valeurs calculées du changement volumétrique associé à la seule transformation de phase et du changement volumétrique total dû à la combinaison de la dilatation et de la transformation de 98.4% d'austénite des différents paramètres évalués lors des essais dilatométriques

Essai	Cycle	% d'austénite transformée en martensite	Changement volumétrique total (\mathcal{G}^{trans}) dû à la seule transformation de phase	Changement volumétrique total dû à la dilatation et à la transformation de phase de 98.4% d'austénite en martensite
C1T1	C1	98.4%	2.366%	2.721%
	C2	n.d.	2.350%	n.d.
C1L1	C1	98.4%	2.194%	2.557%
	C2	n.d.	2.175%	n.d.
C1T3	C1	n.d.	2.300%	n.d.
C1L3	C1	n.d.	1.931%	n.d.

Au Tableau XXI, les valeurs du changement volumétrique total dû à la transformation de phase et celui dû à la combinaison de la transformation de phase et à l'expansion thermique y sont répertoriées pour les essais avec un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min. Pour les seconds cycle et les essais avec un taux de chauffage et de refroidissement de 1°C/min, seulement les valeurs des changements de volume total associé à la seule transformation de phase sont montrées puisque leur valeur finale de la fraction volumique de l'austénite résiduelle n'est pas connue.

On constate que l'effet d'un deuxième cycle crée une faible diminution du changement volumétrique dû à la transformation de phase $\mathcal{G}^{\text{trans}}$ qui semble avoir une tendance applicable aux deux échantillons C1T1 et C1L1 ayant un taux de chauffage et de refroidissement de 5°C/min. Cependant, si l'on compare le premier cycle des échantillons prélevés dans deux directions différentes, le changement volumétrique dû à la transformation de phase est plus grand pour l'échantillon travers court que longitudinal et ce pour un taux de chauffage et de refroidissement lent de 5°C/min. Puis, lorsque l'on évalue les premiers cycles des essais à différents taux, que ce soit pour les échantillons dans la direction travers court que longitudinale, le cycle lent de 5°C/min offre un changement volumétrique $\mathcal{G}^{\text{trans}}$ légèrement plus grand. Ces valeurs sont tellement près l'une de l'autre, qu'il est difficile de conclure sans connaître la marge d'erreur exacte. De plus, un écart se remarque entre le cycle 1 de l'échantillon C1L1 et C1L3. Cela peut être justifié par le fait que la courbe dilatométrique de l'échantillon C1L3 ne suivait pas une courbe parabolique positive lors de la contraction de l'austénite au refroidissement, requise pour le traitement mathématique.

Finalement, le paramètre étudié qui influence le plus la déformation due à la transformation de phase est le sens des échantillons dans la plaque laminée. En effet, un effet de diminution du changement volumétrique de transformation de phase apparaît lorsque l'on fait plus d'un cycle. Par contre, si l'on diminue le taux de chauffage et de

refroidissement de 5°C/min à 1°C/min, la valeur diminue mais sûrement avec moins d'impact que si l'on comparait un taux de 100°C/min avec 1°C/min.

Hormis l'échantillon C1L3, qui semble trop dispersif pour en tirer une conclusion sûre, tous les autres essais indiquent que le changement volumétrique dû à la transformation de phase est la principale composante de déformation mesurée.

4.5 Discussion des résultats mathématiques

Le traitement des résultats expérimentaux avec la première version du modèle mathématique a été réalisé dans un premier temps pour déterminer si les hypothèses simplificatrices et les techniques de calcul offraient des résultats calculés valables et constants. Lors du calcul des coefficients d'expansion thermique des espèces, on constate une bonne répétitivité du terme constant α_0 et ce dans les deux directions de prélèvement des échantillons évalués pour les essais réalisés à 5°C/min. Le terme du premier degré α_1 était moins répétitif, mais tout de même acceptable puisque son impact est moins grand sur la valeur finale de la déformation due à l'expansion thermique. Les courbes dilatométriques des essais au taux de 1°C/min ont des lacunes qui semblent en dehors de notre contrôle puisque les variations peuvent être relié à l'échantillon et/ou à l'équipement, etc.

Pour ce qui est du traitement mathématique des courbes dilatométriques, la comparaison du comportement dilatométrique de deux échantillons prélevés dans des directions différentes semble acceptable. Les courbes de l'évolution des déformations dues à l'expansion thermique puis à la transformation de phase suivent un comportement adéquat. On remarque que seulement la déformation due à la transformation de phase est influencée par le sens des échantillons et c'est la direction travers court qui montre une plus grande déformation. Ce phénomène avait déjà été observé au chapitre 3 et vient infirmer une des hypothèses, à savoir que le changement volumétrique associé à la transformation de phase est totalement isotrope. Dans le deuxième volet de ce programme mathématique, il est important de considérer que le changement volumétrique dû à la transformation de phase peut être affecté par le procédé de fabrication tel le laminage.

Finalement, les résultats calculés de la fraction volumique de l'austénite tels que traités par le modèle mathématique sont ceux pour l'instant dont l'écart par rapport à la l'expérimental est le plus grand. Cependant, cet écart est limité à une portion de la courbe circonscrite à une température avoisinant la température maximale $T_{\max}=950^{\circ}\text{C}$. L'évolution de la fraction volumique de l'austénite, donc conséquemment de la martensite, indique que la fin de la transformation austénitique se produit lors du refroidissement ce qui contredit les résultats expérimentaux obtenus au chapitre 3 pour ces mêmes essais. De plus, les valeurs finales des fractions volumiques de chaque essai n'égalent pas la valeur de l'austénite résiduelle de 1.6% mesurée par la diffraction des rayons X. Le modèle mathématique donne -0.9% dans le sens travers court et 4% dans le sens longitudinal ce qui donne une marge d'erreur de 2.5% et 2.4% respectivement. Pour l'échantillon C1T1, les valeurs finales de la fraction volumique de l'austénite sont négatives, ce qui est impossible. C'est pourquoi après ce constat, une validation du calcul de l'évolution de la fraction volumique de l'austénite a été réalisée. La technique de calcul confirme que la moyenne de **14.71%** des fractions volumiques de l'austénite dans les directions travers court et longitudinale est très près de la valeur mesurée de **13.73%** (écart type 0.79%) par la diffraction des rayons X (valeur moyenne pour toutes directions de 0° à 360°). La technique de calcul de la fraction volumique des espèces par la règle des mélanges et la règle de proportionnalité est considérée valable.

Lors de la comparaison des paramètres évalués lors des essais dilatométriques, c'est l'orientation du prélèvement des échantillons qui semblent avoir l'influence la plus marquée sur le changement volumétrique dû à la transformation de phase finale. Ceci concorde bien avec tous les autres résultats présentés précédemment. La comparaison de faibles taux de chauffage et de refroidissement de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ et $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ pour les échantillons dans la direction travers court indique que plus le taux est faible, plus le taux de changement volumétrique dû à la transformation de phase diminue. Cependant, il est difficile de déclarer si c'est une tendance puisque l'essai C1L3 ne semble pas avoir

donné les résultats escomptés. D'autres essais devront être réalisés pour confirmer ce bilan.

En conclusion, le programme mesure les coefficients d'expansion thermique des deux espèces d'une manière fiable et répétable bien qu'il y ait du travail à faire sur le calcul de l'évolution de la fraction volumique au environ de $T_{\max}=950^{\circ}\text{C}$. Le programme a également mis en évidence un effet d'orientation de l'austénite résiduelle. Tel que l'on peut le voir aux Figure 41 et Figure 42, il définit assez bien les températures de début et de fin de transformation de phase. Dans un proche avenir, les résultats des essais dilatométriques hors d'équilibre seront intégrés puis traités avec le modèle mathématique avec les coefficients d'expansion thermique des espèces préalablement calculés avec les essais de référence.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Afin de prédire l'évolution de la microstructure et les propriétés dilatométriques de l'acier avec des outils de simulation numérique, une procédure expérimentale a tout d'abord été développée pour mesurer ces données lors de différents historiques thermiques et mécaniques. Ensuite, les données expérimentales ont été traitées avec le modèle mathématique dans le but de valider celui-ci. Au départ, l'objectif principal était de déterminer l'influence de l'application d'une charge externe représentant la formation de contraintes résiduelles lors du refroidissement du procédé de soudage sur les cinétiques de transformation de phase de cet acier. Toutefois, au travers des expérimentations il n'a pas été possible de mesurer les comportements dilatométriques simultanément au chargement. Néanmoins, la procédure expérimentale développée dans ce projet comporte les étapes préalables pour améliorer les connaissances sur les propriétés dilatométriques de cet acier et sur l'influence de divers paramètres influençant ses cinétiques de transformation de phase.

La méthodologie expérimentale est développée en trois étapes. Tout d'abord, les propriétés mécaniques telle la limite d'élasticité du matériau ont été obtenues lors d'essais de traction réalisés lors du refroidissement pour différentes températures après austénitisation. Puisque l'accumulation des contraintes internes s'effectue principalement lors du refroidissement, il était important de démontrer qu'elles ne sont pas les mêmes qu'au chauffage bien que les essais aient été réalisés à la même température. Les propriétés mécaniques sont plutôt dictées par la microstructure. Entre 600°C et 300°C au refroidissement, la microstructure est composée de 100% d'austénite donc les propriétés mécaniques sont plus faibles qu'au chauffage où la microstructure est majoritairement composée de martensite.

La seconde étape de la procédure expérimentale a été de mesurer les courbes dilatométriques sous l'influence de différents paramètres et l'évolution de la fraction

volumique des phases à l'état initial et final des essais par la technique de diffraction des rayons X. Ces courbes permettent d'évaluer les températures de début et de fin de transformation de phase et le changement linéique de déformation combinant la déformation due à l'expansion thermique et celle due à la transformation de phase. Les meilleurs résultats ont été obtenus du TMA qui offre une meilleure précision de mesures que le GLEEBLE puisque les échantillons sont beaucoup plus petits, il n'y a pas la présence de gradient thermique dans leur section. Le TMA permet aussi d'évaluer des échantillons dans la direction travers court et longitudinale au sens du laminage de la plaque. Par contre, les limites du TMA sont atteintes lorsqu'il s'agit d'évaluer des cycles thermiques équivalents au procédé du soudage et avec chargement. D'où l'intérêt premier d'avoir expérimenté le GLEEBLE.

Le premier résultat des courbes dilatométriques expérimentales démontre qu'il est important de considérer l'orientation du prélèvement des échantillons. En effet, la déformation expérimentale est plus grande pour l'échantillon travers court que pour l'échantillon longitudinal, et ce, cycle après cycle. Ceci indique que la transformation de phase se produit dans une orientation préférentielle puisque les fractions volumiques des espèces sont les mêmes dans les deux échantillons.

Il est difficile de conclure avec certitude sur les essais réalisés à différentes vitesses de chauffage et de refroidissement. En effet, les essais réalisés à 1°C/min au TMA donnent des résultats qui ont manqué de précision lors de l'acquisition au refroidissement. Ceux réalisés au GLEEBLE à 60°C/min donnent une déformation finale plus grande que l'essai à 5°C/min, ce qui concorde avec la mesure de proportion d'austénite résiduelle à la fin du cycle, qui est plus faible dans l'échantillon ayant le taux de 60°C/min. Si l'on compare les essais avec des taux de 1°C/min, 5°C/min et 60°C/min, les températures de début et de fin de transformation austénitique ont tendance à augmenter tandis que celles de la transformation martensitique ne semblent pas être affectées.

Lorsqu'il y a plus d'un cycle dilatométrique appliqué à un même échantillon, quel que soit le paramètre évalué, le deuxième cycle représente l'hystérésis finale puisque, s'il y a lieu, le troisième cycle se superpose exactement sur celui-ci. Un seul cycle thermique à 5°C/min ou 1°C/min suffit pour effectuer une homogénéisation complète de la structure car on retrouve environ la même quantité d'austénite résiduelle à la fin du premier cycle qu'à la fin du deuxième cycle. La température de début de transformation austénitique diminue et se stabilise au deuxième cycle puisque la fraction volumique des phases reste la même pour tous les cycles suivants. Par contre, les autres températures de transformation demeurent inchangées.

Par la suite, des essais dilatométriques ont été réalisés ultérieurement sur des échantillons soumis à des cycles thermiques et mécaniques simulant le soudage. Puisqu'on ne pouvait mesurer la déformation au même moment, un second cycle dilatométrique à 1°C/min sans chargement sur le même échantillon indique qu'il y a un relâchement de déformation lors de la transformation austénitique. Avec ces informations, il est difficile d'interpréter l'influence du chargement et d'un cycle rapide, mais on semble observer qu'un phénomène de relâchement de contrainte agit sur la cinétique de la transformation austénitique.

Dans la troisième partie de la méthodologie, un outil calcul de traitement des courbes dilatométriques expérimentales est utilisé pour analyser l'influence des différents paramètres sur les changements volumétriques associés à la transformation de phase. Dans la première version du programme mathématique, seuls les essais dont la transformation austénitique est complétée avant le début du refroidissement et où les mesures des fractions volumiques de la martensite et de l'austénite sont connues initialement sont traités par le modèle. Considérant que les essais de 5°C/min sont des cycles de référence, ils permettent de déduire de ces courbes dilatométriques

expérimentales les propriétés dilatométriques tel les coefficients dilatométriques de chaque espèce. Conséquemment, le traitement mathématique permet donc de dissocier de la déformation expérimentale, la déformation due à l'expansion thermique des phases de la déformation due à la transformation de phase suivant les hypothèses simplificatrices. Il permet également de calculer l'évolution de la fraction volumique de l'austénite et de la martensite durant tout le cycle thermique. Après le traitement de tous les essais respectant ces préalables, c'est l'essai dans la direction travers court à 5°C/min qui influence le plus le changement volumétrique de transformation de phase avec **2.366%**. Le même essai réalisé dans la direction longitudinale a donné un pourcentage légèrement plus faible de **2.194%**. De plus, la valeur initiale de la fraction volumique de l'austénite qui s'est transformée de plus après un cycle qu'à l'initiale de l'échantillon travers court a été estimée à **18.34%** alors que celle de l'échantillon dans la direction longitudinale égale a été estimée à **11.07%**, ce qui est impossible si l'on suppose un comportement isotrope. Par contre la moyenne de ces valeurs étant de **14.71%**, la proportion est très proche de la valeur obtenue par la méthode de diffraction des rayons X de **13.73%** d'austénite résiduelle ($V_{ini}^{\gamma} - V_{fin}^{\gamma} = 15.33\% - 1.6\%$) si l'on tient compte qu'il existe un écart d'erreur. Ceci confirme qu'il n'est pas valable de continuer à calculer avec l'hypothèse que le changement volumétrique est isotrope.

Pour augmenter la précision du calcul, il est donc nécessaire de réviser cette hypothèse d'isotropie. On peut pousser l'analyse des échantillons avec la technique des figures de pôles puis déduire si les plans denses de l'austénite possèdent une orientation préférentielle. Il serait aussi intéressant de savoir si ce phénomène se retrouve aussi dans les autres procédés de mise en forme telle la coulée ou après un recuit suivant le laminage de la plaque.

Une fois la technique de cartographie des figures de pôles à l'EBSM maîtrisée, il serait bien de l'appliquer comme technique de caractérisation des proportions de phase pour

contre-vérifier celle de la diffraction des rayons X. Les premiers essais à l'EBSD n'ont pas été très concluants, mais un approfondissement des connaissances dans la technique amènerait beaucoup d'avantages à ce projet.

Finalement, la plus importante recommandation est de se munir d'un équipement qui permet de mesurer le comportement dilatométrique tout en pouvant appliquer des cycles thermiques rapides et différents dans un même essai en plus d'un chargement dans le but d'étudier l'influence des contraintes internes sur les cinétiques de transformation de phase de cet acier comme lors du procédé de soudage. Cette analyse permettra sûrement d'approfondir le phénomène de relâchement des contraintes lors de la transformation austénitique observé dans les essais réalisés dans ce projet de recherche.

ANNEXE A

INFORMATIONS UTILES AUX ESSAIS EXPÉRIMENTAUX

Tableau XXII

Composition chimique de l'acier inoxydable martensitique non standard CA-6NM et S41500

Type	Source	Composition chimique (%)								
		C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	Autres
CA6NM (UNS S41500)	ASM Vol 1	0,05	0,5- 1,0	0,60	11,5- 14,0	3,5- 5,5	0,030	0,030	0,5- 1,0	
S41500 Super- martensitique	analyse chimique	0,012	1,0	0,40	13,3	4,9	0,01	0,001	0,75	0,13 Cu; 0,05 V; 0,01 N ₂

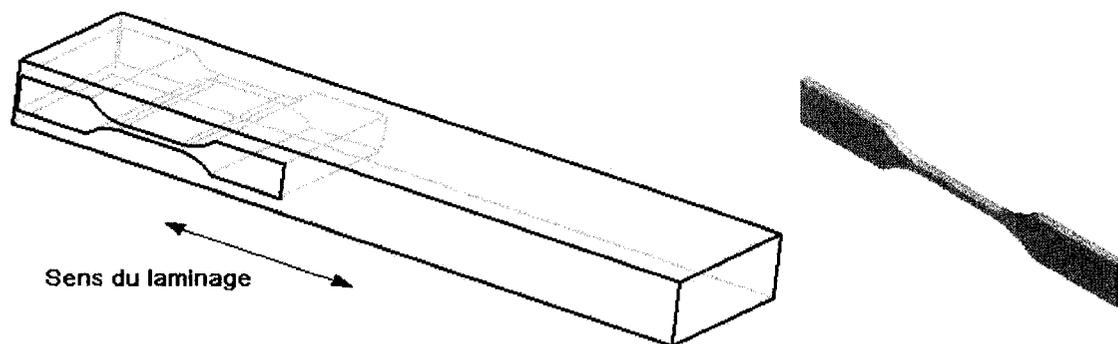


Figure 45 Exemple de prélèvement d'échantillon utilisé pour les mesures de la limite d'élasticité après austénitisation à travers une plaque de S41500 suivant la norme ASTM E 8M (en portrait, échantillon de type A)

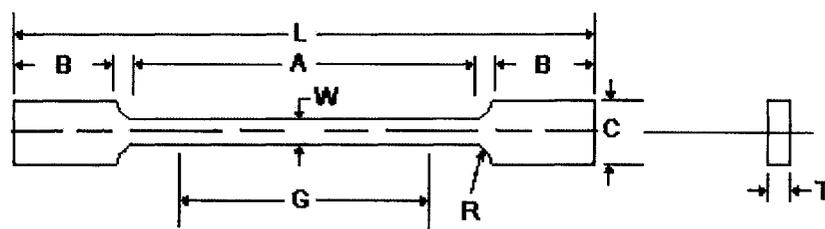


Figure 46 Représentation des dimensions des échantillons de type A retrouvées au Tableau XXIII suivant

Tableau XXIII

Dimensions en mm des échantillons de type A servant aux mesures de $Re_{0,2\%}$ suivant la norme ASTM E 8M

L	A	B	C	G	W	R	T
152,6	35	40	18	12,5	3,5	3,5	3,5

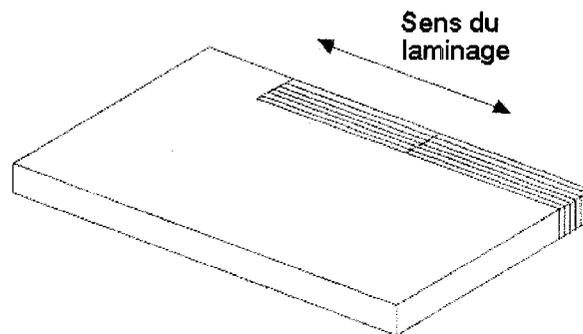


Figure 47 Indications du prélèvement des échantillons de type B dans la plaque S41500

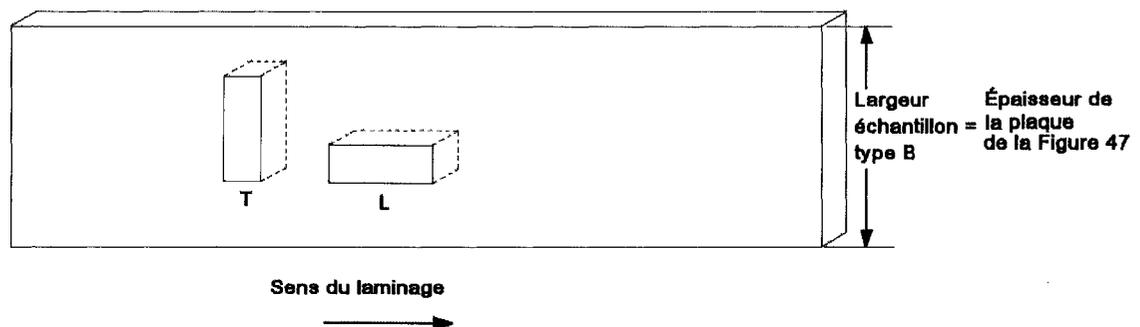


Figure 48 Schéma démontrant le prélèvement des échantillons de type C utilisés au TMA dans un échantillon de type B: L est pour la direction longitudinale et T pour celle travers court

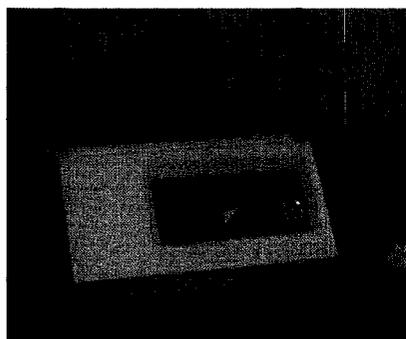


Figure 49 Exemple d'un VibroMet® de la compagnie Buehler que l'on retrouve dans les installations de l'IREQ

Tableau XXIV

Procédure de polissage de l'acier martensitique CA-6NM et S41500 par méthode conventionnelle avec les produits Struers

Grosseur Abrasif	Milieu refroidissant	Tapis	Temps
320	eau distillée	papier SiC	1 min
500	eau distillée	papier SiC	1 min
1 200	eau distillée	papier SiC	1 min
4 000	eau distillée	papier SiC	1 min
6 μm	DP-Blue	MD-Dur	4 min
3 μm	DP-Red	MD-Mol	4 min
1 μm	DP-Blue	MD-Nap	4 min

Tableau XXV

Procédure de polissage de l'acier S41500 au VibroMet® avec les produits Struers

Grosseur Abrasif	Milieu refroidissant	Tapis	Temps
320	eau distillée	papier SiC	1 min
500	eau distillée	papier SiC	1 min
1 200	eau distillée	papier SiC	1 min
4 000	eau distillée	papier SiC	1 min
6 µm	eau distillée	MD-Dur	4 hrs
3 µm	eau distillée	MD-Mol	4 hrs
1 µm	eau distillée	MD-Nap	4 hrs
0,5 µm	OP-U	MD-Nap	12 hrs

Tableau XXVI

Paramètres pour le polissage électrolytique de l'acier S41500 (Ref. Struers)

Électrolyte	78 ml acide perchlorique † 90 ml eau distillée 730 ml éthanol 100 ml butoxyéthanol
Taille de masque	1 cm ²
Température	22 °C (72 °F)
Débit	15
Voltage	35 V
Temps	25 secondes

† L'acide perchlorique doit être inséré qu'en dernier et ce, juste avant l'utilisation de l'électrolyte

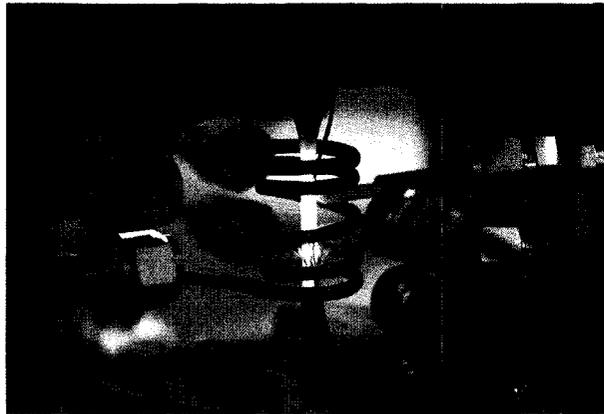


Figure 50 Échantillon subissant un cycle thermique typique en contrôle de force

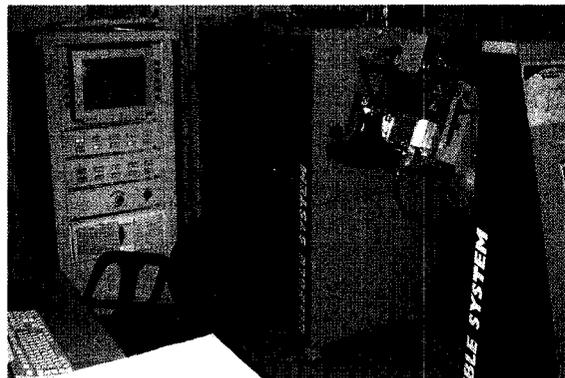


Figure 51 Équipement GLEEBLE 3500® de DSI que l'on retrouve à l'IMI-CNRC de Boucherville



Figure 52 (a) Montage d'un échantillon S41500 à l'intérieur du GLEEBLE avec le dilatomètre Cgauge en quartz. Le thermocouple de contrôle est positionné entre les appuis du dilatomètre; (b) Montage avec le dilatomètre développé à l'IREQ pour effectuer des mesures sur la largeur et sur la longueur de l'échantillon; sur la photo, il est positionné pour mesurer dans la même direction que le Cgauge du GLEEBLE, donc sur la largeur de l'échantillon

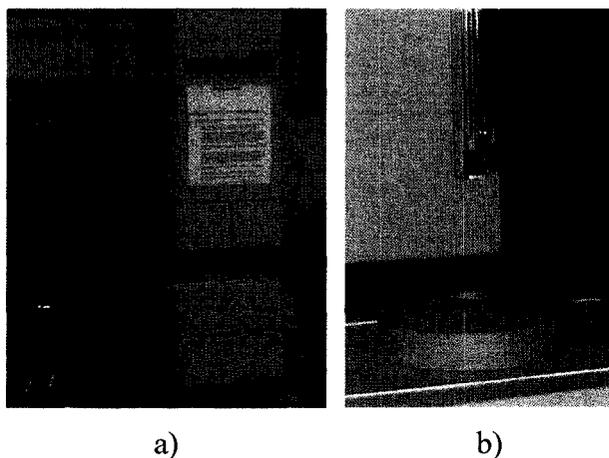


Figure 53 a) Modèle TMA-7 de Perkin-Elmer® que l'on retrouve à l'IREQ; b) Échantillon de S41500 de type C installé avec le palpeur de quartz avant d'être descendu dans l'enceinte du four

Tableau XXVII

Composition des réactifs servant à faire une attaque chimique colorée [38]

Réactif 1	Réactif 2
1g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 100 ml eau distillée	4g d'acide picrique 100 mL éthanol

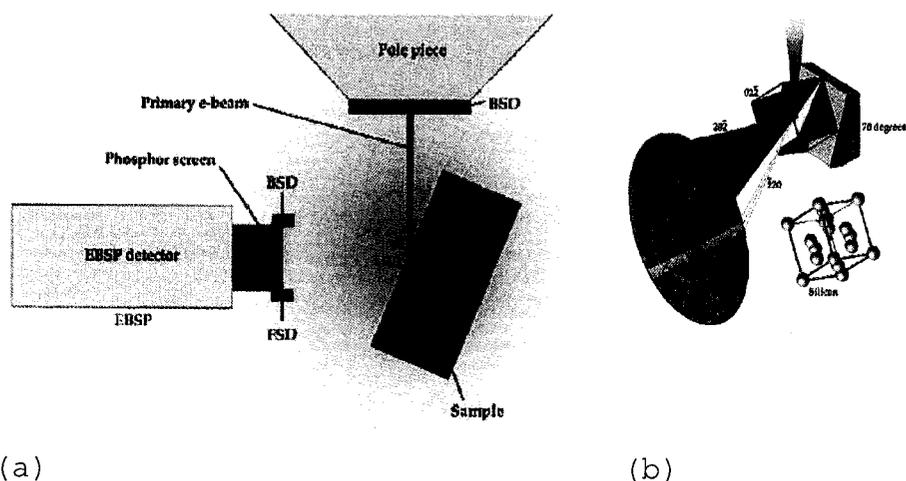


Figure 54 (a) Schéma d'un montage pour effectuer des mesures EBSD (Electron BackScatter Diffraction); (b) Réflexion d'un faisceau primaire diffractant les patrons de Kikuchi caractérisant les structures atomiques

ANNEXE B

EXPLICATIONS DU COMPORTEMENT DES EXTENSOMÈTRES AU GLEEBLE

Comportement des extensomètres

Ici, on élabore les lacunes observées lors de l'utilisation des extensomètres sur le GLEEBLE. Finalement, seulement le Cgauge du GLEEBLE a été employé pour tous les tests effectués sur cet équipement. Donc seulement des mesures sur des échantillons dans la direction travers court (T) ont été réalisées.

- **Extensomètre Instron modifié**

Malgré tous les avantages de l'extensomètre Instron, il n'a pu être utilisé car le champ magnétique généré par le chauffage par résistance dans l'échantillon introduit un bruit électrique inacceptable lors de l'acquisition du signal. Tous les essais pour tenter d'isoler magnétiquement l'extensomètre ont été vains.

- **Cgauge**

Celui-ci semble bien se comporter lors de cycles thermiques lents. Néanmoins, si l'on utilise le système de refroidissement au gaz pour permettre un suivi adéquat du cycle thermique imposé, le déclenchement du jet de gaz peut produire un saut non souhaité dans les mesures de déformation comme on le voit à la Figure 55. De ce fait, quelques tests ont été faits en diminuant le débit des buses qui sont du même côté que le dilatomètre. Malgré ces précautions, aucune amélioration n'a fait disparaître complètement ce problème.

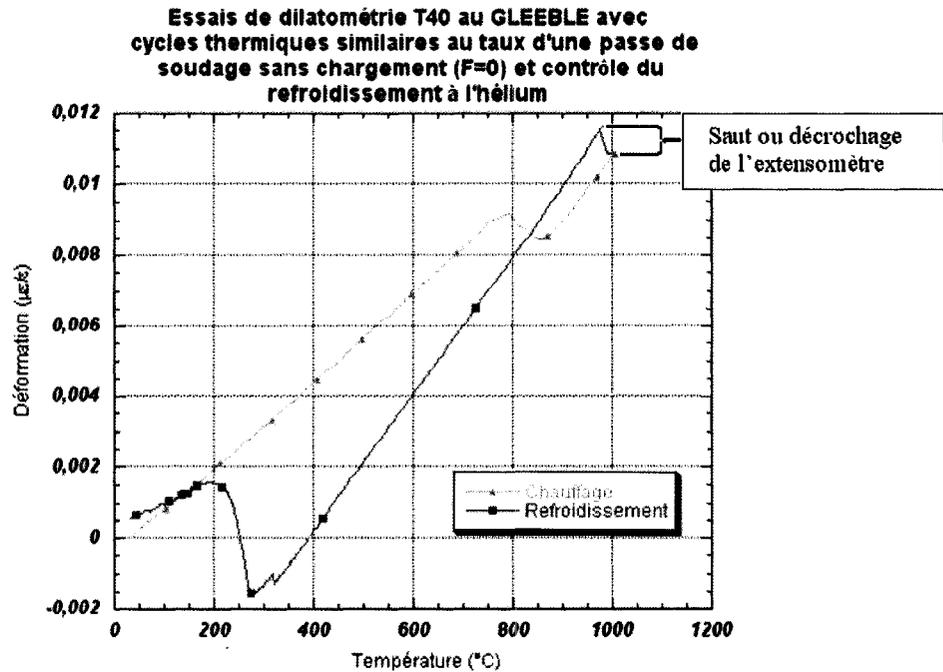


Figure 55 Démonstration du manque de contrôle de l'extensomètre Cgauge du GLEEBLE lors de cycles thermiques rapides

Plusieurs hypothèses peuvent être introduites pour le manque de suivi lors du déclenchement du refroidissement comme une hystérésis dans la jauge, décrochage de celle-ci par le jet d'hélium ou bien un effet de non-uniformité de la température dans l'échantillon, etc. Ce troisième point, s'explique par le fait que la température sur la longueur de l'échantillon possède un gradient. La température est uniforme sur la largeur et est contrôlée au milieu de celui-ci. Alors si la température est plus grande au centre, il se peut que lors de l'application du jet d'hélium, les sections de l'échantillon plus près des mors sont plus froides et donc comprime la petite section plus chaude. Tout ceci reste à être prouvé.

En résumé, les résultats ont démontré que les tests pratiqués sur le TMA sont plus fiables que ceux conçus à l'aide du GLEEBLE. Le contrôle et la répétitivité de mesures

ne sont que quelques éléments pouvant soutenir ce fait. Malgré que le GLEEBLE est utilisé dans la norme ASTM A1033 pour obtenir le comportement de déformation linéaire lors de cycle thermique rapide, il n'est possible d'obtenir en détail les paramètres d'utilisation de celui-ci. Un doute plane sur la procédure de démarrage de la mécanique hydraulique de l'équipement. Formellement, il est prescrit par le détaillant du GLEEBLE d'installer l'échantillon à l'endroit approprié sur la machine avant de démarrer celle-ci, ce qui contredit les principes de base de ce genre d'essai en métallurgie. En fait, ceci est néfaste pour la validation des résultats étant donné que le spécimen reçoit lors du démarrage un chargement variant de 135 à 460 MPa selon les options du GLEEBLE. Cette valeur a été recueillie avec des jauges de contrainte installée sur des échantillons étalons de différentes dimensions.

ANNEXE C

**RAPPORT SOMMAIRE DES MESURES D'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE PAR
PROTO MANUFACTURING LTD.**

ANNEXE D

**PROGRAMME FORTRAN DE TRAITEMENT DES COURBES
DILATOMÉTRIQUES**

***PROGRAMME FORTRAN DE TRAITEMENT DES COURBES
DILATOMERIQUES**

*

*

* Version 21 commentée du 6 novembre 2006

* Traitement des data dilatométriques de Marjolaine Coté ,

* Jacques Lanteigne, 15 novembre 2005

*

* Lissage par la méthode des moindres carrés

* de 2 portions stables de la courbe dilatométrique expérimentale,

* soit 1) L'état austénitique, entre 1000 C et 300 C

* 2) L'état initial, entre Tamb et 600 C

*

* Traitement simultané de 2 cycles

* Calcul des débuts et fins des transformations

* Calcul du % austénite résiduelle a partir du second cycle

*

* Le but du programme de calcul est de prédire la déformation linéique

* et les changements volumétrique due aux changements de phase dans l'acier 415 ou tout

* autre acier de la même famille (13-4, 15-5, 17-4, etc ...) dans le

* domaine thermique [20 C, 1000 C], durant la montée et la descente de

* la température. Les changements de phase sont de alpha prime (M) à

* gamma (A), puis de gamma (A) à alpha prime (M) ou A=Austénite et

* M=Martensite.

*

* Le programme calcule aussi les fractions transformées en fonction de

* la température, ainsi que la quantité résiduelle d'austénite après un

* cycle.

*

* Possibilité de choisir le 1er ou le 2e cycle

*

*

* Déclaration des variables :

```

real*8 etrans(300000), fa(300000), fm(300000), dil(300000)
real*8 alpa0, alpa1, alpm0, alpm1, Edila(300000),Edilm(300000)
real*8 Tad, Taf, Tmd, Tmf, Temp, dilm(300000), ddilm
real*8 dila(300000), ddila , dEexp, dtransa
real*8 transa(300000), dtransm ,transm(300000)
real*8 vmf,var, Emel,dfa, dfm, dummy,residu1(300000)
real*8 residu2(300000), trans100lin,trans100vol
real*8 T1, T2, T3, Tmax, Ta1, Ta2, Ea1, Ea2, A, B
real*8 Tmin, Tm1, Tm2, Em1, Em2, va, vm, alpa0a
real*8 dep(300000)

```

```
real*8 T(300000),ti(300000),Eexp(300000), V1, V2
```

```
character*12 appareil, mesure
```

```
character*72 titre, essai
```

```
real*8 S(3,3), TE(3), Ecal(300000) ,res(300000), Ca1
```

```
real*8 Ca(3), Cmi(3), Cmf(3), Eexp0, T0, a0, alp0, alp1
```

```
real*8 somme
```

```
open (4,file='log')
```

*** Définition des fichiers d'entrés et de sorties :**

*** Les fichiers sont définis à mesure de leur utilisation dans le**

*** programme.**

```
write (6,*) 'Quel essai voulez-vous traiter ?'
```

```
write (4,*) 'Quel essai voulez-vous traiter ?'
```

```
read (5,*) essai
```

```
write (6,*) essai
```

```
write (4,*) essai
```

```
write (6,*)
```

```
write (4,*)
```

```
open (1,file=essai)
```

```
open (8,file='Transformation ')
```

```
open (7,file='Deformation totale experimentale')
```

```
open (10,file='lissageA')
```

```
open (11,file='lissageA+M init')
```

*** Le fichier log (unité 4) contient exactement ce qui s'affiche à**

*** l'écran (unité 6)**

*** PHASE I du programme : calcul des coefficients d'expansion**

*** thermique de l'austénite à partir de la courbe expérimentale**

*** dilatométrique à basse vitesse de chauffage.**

*** On suppose un modèle linéaire pour l'expansion de A :**

*** $\text{alpa}(T)=\text{alpa0}+\text{alpa1}*T$**

*** Passe de lecture du fichier expérimental eexp(i) pour évaluer**

*** la taille du fichier. On fixe arbitrairement une taille**

*** limite du fichier à 300 000 lignes**

```
write (6,*)'lecture ...'
```

```
write (4,*)'lecture ...'
```

```

read (1,*) titre
write (6,101) titre
write (4,101) titre

write (6,*)
write (4,*)

write (6,*) 'Combien de cycles dans ce fichier (1) ou (2) ?'
write (4,*) 'Combien de cycles dans ce fichier (1) ou (2) ?'
read (5,*) nombredecycles
write (6,*) nombredecycles
write (4,*) nombredecycles

write (6,*)
write (4,*)

if (nombredecycles .eq. 2) then
  write (6,*) 'Voulez-vous traiter le cycle 1 ou 2 ?'
  write (4,*) 'Voulez-vous traiter le cycle 1 ou 2 ?'
  read (5,*) no
  write (6,*) no
  write (4,*) no

  if (no .eq. 1) then
    do i=1, 300000
      read (1,*,end=1) T(i),dep(i)
    end do

1    nligne=i-1

    else if (no .eq. 2) then
      do i=1, 300000
        read (1,*,end=2) dummy,dummy,T(i),dep(i)
      end do

2    nligne=i-1

    else
      write(6,*) ' Mauvaise valeur'
      stop

  end if

else
  do i=1, 300000
    read (1,*,end=3) T(i),dep(i)

```

```

end do

3   nligne=i-1
end if

```

```

write (6,102) nligne
write (4,102) nligne

```

* nligne est le nombre de lignes du fichier de données expérimentales

* On doit d'abord commencer à trouver la ligne du fichier de données
* correspondant au début de l'essai, i.e. au début de l'augmentation
* de la température, soit la ligne imin et la température Tmin :

```

i=1
T1=T(i)
T2=T(i+1)
T3=T(i+2)

do while (.not. (T1 .lt. T2 .and. T2 .lt. T3))
  i=i+1
  T1=T(i)
  T2=T(i+1)
  T3=T(i+2)
end do

Tmin=T1
imin=i
write (6,107) imin, Tmin
write (4,107) imin, Tmin

```

c Tmin : Température minimale du début de l'essai
c imin : ligne du fichier correspondant au début de l'essai

107 format ('Ligne correspondant à la température de début ',i5
1 /, 'Temperature Tmin (C) ',f10.1,/)

* dep(i) sont les data de déplacement du dilatomètre du Gleeble
* La température initiale est de 28 C. On fixe la déformation à 0
* pour cette température

* GL est le gage length du dilatomètre utilisé
* On suppose ici GL=33.13 mm

```

write(6,*)
  write(4,*)
  write(6,*) 'S agit-il d un essai realise au Gleeble ou au TMA ? '
  write(4,*) 'S agit-il d un essai realise au Gleeble ou au TMA ? '
  read(5,*) appareil

if ( appareil .eq. 'Gleeble' ) then
  write(6,*)
  write(4,*)
  write(6,*) 'On traite des déplacements ou des deformations ? '
  write(4,*) 'On traite des déplacements ou des deformations ? '
  read(5,*) mesure
end if

if ( appareil .eq. 'Gleeble' .and. mesure .eq. 'déplacements' )
1   then
  do i=1,nligne
    Eexp(i)=(dep(i)-dep(imin))/33.13
    write(7,114) i,Eexp(i)
  end do
else
  do i=1,nligne
    Eexp(i)=dep(i)
    write(7,114) i,Eexp(i)
  end do
end if

write(6,*)
write(4,*)

101 format( a72)
114 format(i10,e15.5)
100 format( 3e20.2)
102 format('Le nombre de lignes de donnees acquisitionnes ',i7,/)

write(6,*)'*****'
write (6,*) 'PHASE I : CONTRACTION THERMIQUE DE
1  L AUSTENITE PURE '
  write(6,*)
  write(4,*)'*****'
write (4,*) 'PHASE I : CONTRACTION THERMIQUE DE
1  L AUSTENITE PURE '
  write(4,*)

```

```

*****
*
* PHASE I :
*
* CALCUL DE alpa (expansion thermique linéique de l'austénite):
*
* Hypothèse simplificatrice : une loi linéaire du type :
*
*                                $\alpha(T) = \alpha_0 + \alpha_1 * T$ 
*
* ... donnera une courbe dilatométrique parabolique, ce qui est
* observe expérimentalement.
*
* Il faut donc repérer le moment ou le refroidissement
* est entrepris, pour s'assurer que le mélange est
* entièrement austénitique et en cours de refroidissement

    if (appareil .eq. 'Gleeble') then
        increment=1
    else if (appareil .eq. 'TMA') then
        increment=100
    end if

    i=1
    T1=T(i)
    T2=T(i+increment)
    T3=T(i+2*increment)

    do while (T1 .lt. T2 .or. T2 .lt. T3)
        i=i+increment
        T1=T(i)
        T2=T(i+increment)
        T3=T(i+2*increment)
    end do

    Tmax=T1
    imax=i
    write(6,103) imax, Tmax
    write(4,103) imax, Tmax

c Tmax température maximale de l'essai
c imax : ligne correspondant au maximum de l'essai

```

```

103 format('Ligne correspondant a la temperature maximale ',i5
1 /, 'Temperature maximale (C) ',f10.1//)
*
* Pour la classe d'acier martensitique 13-4, 15-5 et 17-4,
* on peut utiliser le domaine de Tmax a 310 C comme celui
* ou on est assure de la présence de 100% d'austénite.
*
* Estimation de la ligne à laquelle la température est atteinte
* 310 C au refroidissement :

    i=imax

    do while (T(i) .gt. 310.0d0)
        i=i+1
*ici la température diminue de Tmax à 310 C
    end do
    Ta1=T(i)
    ia1=i
    write(6,104) ia1,Ta1

* Ta1 est voisin de 310 C

    write(4,104) ia1,Ta1
104 format('Ligne correspondant a Ta1',i10,/, 'Temperature
1 minimale choisie (C)',f10.1//)

* Il faut faire une régression polynomiale sur ce segment de courbe.
* Le nombre de points expérimentaux est ia1-imax+1

    np=ia1-imax+1

* np : le nombre de points pour le calcul des coefficients de
* l'austénite

    do i=1,np
        do j=1,np
            S(i,j)=0.0d0
        end do
        TE(i)=0.0d0
    end do

    T0=T(ia1)
    Eexp0=Eexp(ia1)

    do i=imax,ia1

```

```

*Équations (18a), (18b) et (18c)*****
      S(1,1)=S(1,1)+(T(i)-T0)**2
      S(1,2)=S(1,2)+ (T(i)-T0)*(T(i)**2-T0**2)/2.0d0
      S(2,2)=S(2,2)+ (T(i)**2-T0**2)**2/4.0d0
*****

*Équations (19a) et (19b)*****
      TE(1)=TE(1)+ (Eexp(i)-Eexp0)*(T(i)-T0)
      TE(2)=TE(2)+ (Eexp(i)-Eexp0)*(T(i)**2-T0**2)/2.0d0
*****

      end do

      S(2,1)=S(1,2)

      call SOLVER2(2,S,TE,Ca)
*Équation (22a)*****
      alpa0=Ca(1)
      alpa1=Ca(2)
*****

* Les coefficients de l'austénite

      write(6,106) alpa0, alpa1
      write(4,106) alpa0, alpa1

*Équation (8a)*****
      a0=Eexp0-Ca(1)*T0-(Ca(2)/2.d0)*T0**2
*****

      write(6,*) 'Coeff. a0, Ca1 et Ca2 ', a0,Ca(1),Ca(2)
      write(4,*) 'Coeff. a0, Ca1 et Ca2 ', a0,Ca(1),Ca(2)

*Équation (7)*****
      do i=ia1,imax,-1
          Ecal(i)=a0+Ca(1)*T(i)+(Ca(2)/2.d0)*T(i)**2
          write(10,333) T(i), Eexp(i), Ecal(i)
      end do

* Valeurs calculées dans le domaine austénitique 310 à 1000C
*****

      do i=nligne,imax,-1
* Boucle de la température ambiante a 1000 C

```

```

Temp=T(i)
*contraction de l'austénite
Edila(i)= a0+Ca(1)*Temp+(Ca(2)/2.d0)*Temp**2

* L indice i de cette variable croit durant le refroidissement
* La portion virtuelle est aussi calculée entre 300 C et Tamb
* Virtuelle car, en réalité, l'austénite n a pas la chance de
* refroidir puisque la transformation martensitique a commence.
*

end do

333 format(f10.1,2e15.4)
106 format('Coefficients d expansion thermique pour l austenite :'
1,/, '          alpa0= ',e10.4,' (degres C-1)',/, '
2          alpa1= ',e10.4,'
3 (degres C -2)',/)

*****
*
* PHASE 2 :
*
* CALCUL DE alpm (expansion thermique linéique de la martensite) :
* Hypothèses simplificatrices :
*
* -une loi linéaire du type  $alpm = alpm0 + alpm1 * T$  s'applique
* pour la martensite (vérifié expérimentalement).
* -le mélange est stable de la température ambiante jusqu'à 600 C.
* -la loi des mélanges s'applique. Avec 22% d'austénite
* résiduelle, on a donc une courbe dilatométrique du second
* degré :
*
* 
$$E = va (alpa0 (T-Tmin) + alpa1/2 * (T**2-Tmin**2)) +$$

* 
$$vm (alpm0 (T-Tmin) + alpm1/2 * (T**2-Tmin**2))$$

*
* La ligne du fichier correspondant au début de l'essai a été
* déterminée au début du programme. Il s'agit de la ligne imin.
* A cette ligne, correspond la température Tmin

* Il faut ensuite trouver la ligne de fichier correspondant a 600 C.
* On sait que la transformation austénitique commence a environ 620 C.
* Cette température sera Tm1 (m pour martensite) et la ligne de donnée
* sera im1 :

```

```

write(6,*)'*****'
write (6,*) 'PHASE II : EXPANSION THERMIQUE DE
1 L ACIER ENTRE 20 ET 600 C'
write(6,*)
write(4,*)'*****'
write (4,*) 'PHASE II : EXPANSION THERMIQUE DE
1 L ACIER ENTRE 20 ET 600 C'
write(4,*)

i=1
do while (T(i) .lt. 600.0d0)
  i=i+1
end do
Tm1=T(i)
Im1=i
write(6,108) im1,Tm1
* Tm1 est autour de 600 C, un peu en-dessous du point de transformation
* austénitique
write(4,108) im1,Tm1
108 format('Ligne correspondant a Tm1',i10,/, 'Temperature
1 voisin de 600 (C)',f10.1//)

* Il faut faire une régression polynomiale sur ce segment de courbe.
* Le nombre de points expérimentaux est im1-imin+1

np=im1-imin+1

do i=1,3
do j=1,3
S(i,j)=0.0d0
end do
TE(i)=0.0d0
end do

T0=T(imin)
Eexp0=Eexp(imin)

do i=imin,im1
S(1,1)=S(1,1)+(T(i)-T0)**2
S(1,2)=S(1,2)+ (T(i)-T0)*(T(i)**2-T0**2)/2.0d0
S(2,2)=S(2,2)+ (T(i)**2-T0**2)**2/4.0d0
TE(1)=TE(1)+ (Eexp(i)-Eexp0)*(T(i)-T0)
TE(2)=TE(2)+ (Eexp(i)-Eexp0)*(T(i)**2-T0**2)/2.0d0
end do

```

$$S(2,1)=S(1,2)$$

call SOLVER2(2,S,TE,Cmi)

* La quantité d'austénite résiduelle « va » est demandée ci-dessous

```
write(6,*) 'Quel est la fraction d austenite residuelle ?'
write(4,*) 'Quel est la fraction d austenite residuelle ?'
read(5,*) va
write(6,*) va
write(4,*) va
```

$$vm=1.d0-va$$

* Voir la théorie pour ce développement :

*Équations (29a et b) des coefficients de la martensite*****

$$alpm0=(Cmi(1)-va*alpa0)/vm$$

$$alpm1=(Cmi(2)-va*alpa1)/vm$$

*Équations (28a et b) des coefficients du mélange entier*****

$$alp0=va*alpa0+vm*alpm0$$

$$alp1= va*alpa1+vm*alpm1$$

*Équation (27 a) du coefficient a0 du mélange*****

$$a0=Eexp0-alp0*T0-(alp1/2.0d0)*T0**2$$

```
write(6,112) alpm0, alpm1
```

```
write(4,112) alpm0, alpm1
```

```
write(6,*) 'Coeff. a0, Cm1 et Cm2 ', a0,Cmi(1),Cmi(2)
```

```
write(6,*)
```

```
write(6,*)
```

```
write(4,*) 'Coeff. a0, Cm1 et Cm2 ', a0,Cmi(1),Cmi(2)
```

```
write(4,*)
```

```
write(4,*)
```

```
do i=imin,im1
```

*Équation (26) *****

$$Ecal(i)=a0+Cmi(1)*T(i)+(Cmi(2)/2.d0)*T(i)**2$$

```

* Ce calcul est exclusivement dans le domaine martensitique
  write(11,333) T(i), Eexp(i), Ecal(i)
* L'indice de cette variable croit avec le chauffage
* de 25 à 600 C (Tm1), exclusivement dans le domaine martensitique
  end do
*

  do i=imin,imax
*dilatation de la martensite

  Temp=T(i)
*Équation (26)*****
  Edilm(i)= a0+Cmi(1)*Temp+(Cmi(2)/2.d0)*Temp**2
*****

* Expansion thermique du mélange initial, étendu dans le domaine
* virtuel, i.e. au-delà du point de transformation austénitique,
* i.e. de 600C a 1000C
  end do

112 format('Coefficients d expansion thermique pour la martensite:'
1,/, '          alpm0= ',e10.4,' (degres C-1)',/, '
2          alpm1= ',e10.4,'
3 (degres C -2)',/)

*****
* PHASE 3 : CALCUL DES QUANTITÉS DE DÉFORMATION DUS À LA
* TRANSFORMATION M ---> A

  write(6,*)'*****'
  write (6,*) 'PHASE III : TRANSFORMATION AUSTENITIQUE'
  write(6,*)
  write(4,*)'*****'
  write (4,*) 'PHASE III : TRANSFORMATION AUSTENITIQUE'
  write(4,*)

do i=1,imin
  fa(i)=va
  fm(i)=vm
  dilm(i)=0.0d0
  transm(i)=0.0d0

```

```

    residu1(i)=0.d0
    residu2(i)=0.d0
end do

open (81,file='graphique T')
open (82,file='graphique def transf')
open (83,file='graphique def dil')
open (84,file='graphique fa')

T1=T(imin)

do i=imin+1,imax

*Équation (33)*****
    ddilm = fa(i-1)*(alpa0*(T(i)-T(i-1)) +
1    (alpa1/2.0d0)*(T(i)**2-T(i-1)**2)) +
2    fm(i-1)*(alpm0*(T(i)-T(i-1))
3    + (alpm1/2.0d0)*(T(i)**2-T(i-1)**2))
*****

* Incrément de déformation due à l expansion entre Ti-1 et T
* considérant la valeur mise à jour des fractions volumiques
* des deux phases

    dilm(i)=dilm(i-1)+ddilm

* Mise a jour de l expansion thermique du mélange par rapport a
* sa valeur antérieure à la température Ti-1

*Équation (35)*****
    dEexp=Eexp(i)-Eexp(i-1)
*****

* Incrément du dilatomètre (valeur expérimentale) entre les
* températures Ti-1 et Ti

*Équation (34)*****
    dtransm= dEexp - ddilm
*****

* Quantité de déformation (portion de dEexp) attribuable à la
* transformation de phase austénitique

```

$$\text{transm}(i)=\text{transm}(i-1)+d\text{transm}$$

- * Mise a jour de la déformation cumulée depuis le début de la
- * transformation austénitique

$$T1=T(i)$$

- * On doit ensuite évaluer quelle est la valeur expérimentale qui
- * correspond à la même température, mais au refroidissement, a fa=1

```

j=imax
do while (T(j) .gt. T1)
  j=j+1
end do
i2=j
T2=T(i2)

```

*Équation (41)*****

$$V2= \text{Edila}(i2)-E_{\text{exp}}(i)$$

- * V2 : Différence de déformation entre la courbe de refroidissement
- * de l'austénite et la courbe expérimentale du dilatomètre
- * Notez ici que l'expression pour Edila (voir aussi équation (41)
- * présuppose que le domaine est ici austénitique a 100% lors du
- * refroidissement

*Équation (40)*****

$$V1= \text{Edilm}(i)-E_{\text{exp}}(i)$$

$$\text{residu1}(i)=V1$$

$$\text{residu2}(i)=V2$$

- * V1 : Différence de déformation entre la valeur totale d'expansion
- * thermique du mélange initial (sans considérer la transformation)
- * avec mise a jour des fractions fa et fm et la déformation
- * expérimentale

- * V2-V1 représente la distance entre la courbe virtuelle au chauffage
- * et la courbe de refroidissement de l'austénite
- * Cette quantité de déformation représente la déformation de
- * transformation totale de la quantité initiale de martensite
- * (autour de 85%) a 100% d'austénite

*Équation (43) ou équation (46a)*****

$$d\text{fa}=(1.-\text{va})/(V2-V1)*d\text{transm}$$

- * La fraction volumique transformée dans l'intervalle T_{i-1} a T_i
- * représente le ratio entre d_{transm} et la quantité totale V_2-V_1
- * qui représente 85% du volume total transformé

```

if (edila(i2) .eq. 0.d0) then
  fa(i)=fa(i-1)
  transm(i)=0.d0
else
  fa(i)=fa(i-1)+dfa
end if

```

```

fm(i)=1.d0-fa(i)

```

```

write(8,111)i,T(i),transm(i)*1.e6,dilm(i)*1.e6,edilm(i)*1.e6,fa(i)
write(81,119) T(i)
write(82,119) transm(i)*1.e6
write(83,119) dilm(i)*1.e6
write(84,117) fa(i)

```

```

end do

```

```

i=imin+10
do while (dabs(residu1(i)) .le. 8.0d-5)
  i=i+1
end do
Tad=T(i)

```

```

i=imin
do while (residu2(i) .eq. 0.d0)
  i=i+1
end do
Tfin=T(i)
ifin=i

```

```

i=ifin+2000

```

```

do while (dabs(residu2(i)) .ge. 1.d-4)
  i=i+1
  if(T(i) .gt. (Tmax-2.0)) then
    Taf=Tmax
    write(6,*) 'Tmax ',Tmax
    write(4,*) 'Tmax ',Tmax

```

```

        go to 133
    end if
end do
Taf=T(i)

133 continue

    write(6,113) Tad, Taf
    write(4,113) Tad, Taf

111 format(i10,f10.0,3f10.0, f7.2)

113 format('Temperature de debut de transformation austenitique :',
    1f10.1,/,,'Temperature de fin de transformation austenitique : '
    2,f10.1,//)

*****
* PHASE 4 : CALCUL DES QUANTITES DE DEFORMATION DUS A LA
*   TRANSFORMATIONS  A ---> M
*
* D'une part on forme "dil" lors du refroidissement de l'austénite et
* pendant la transformation M. Par ailleurs, la courbe de référence
* dilatométrique après la transformation est celle du mélange ayant
* "var" comme fraction volumétrique d'A résiduelle et "vmf" comme
* fraction volumétrique de martensite vmf.

    write(6,*)'*****'
    write (6,*) 'PHASE IV : TRANSFORMATION MARTENSITIQUE'
    write(6,*)
    write(4,*)'*****'
    write (4,*) 'PHASE IV : TRANSFORMATION MARTENSITIQUE'
    write(4,*)

    do i=1,300000
        residu1(i)=0.d0
        residu2(i)=0.d0
    end do

    do i=imax+1,nligne

*Équation (48)*****
        ddilm = fa(i-1)*(alpa0*(T(i)-T(i-1)) +

```

```

1  (alpa1/2.0d0)*(T(i)**2-T(i-1)**2)) +
2  fm(i-1)*(alpm0*(T(i)-T(i-1))
3  + (alpm1/2.0d0)*(T(i)**2-T(i-1)**2))
*****

```

* **Incrément de déformation due a la contraction entre Ti-1 et T**
* **considérant la valeur mise a jour des fractions volumiques**
* **des deux phases**
* **Ici, fa devrait être égale a 1.0**

```
dilm(i)=dilm(i-1)+ddilm
```

* **Mise a jour de la contraction thermique du mélange par rapport a**
* **sa valeur antérieure a la température Ti-1**

```

*Équation (50)*****
dEexp=Eexp(i)-Eexp(i-1)
*****

```

* **Incrément du dilatomètre (valeur expérimentale) entre les**
* **températures Ti-1 et Ti**

```

*Équation (49)*****
dtransm= dEexp - ddilm
*****

```

* **Quantité de déformation (portion de dEexp) attribuable à la**
* **transformation de phase martensitique**

```
transm(i)=transm(i-1)+dtransm
```

* **Mise a jour de la déformation cumulée depuis le début de la**
* **transformation martensitique**

```

T1=T(i)
j=1
do while (T(j) .lt. T1)
  j=j+1
end do
i2=j
T2=T(i2)

```

```

*Équation (56)*****
V2= Edila(i)-Eexp(i)
*****

```

- * V2 : Différence de déformation entre la courbe (virtuelle) de
- * refroidissement de l'austénite avec mise a jour des fractions fa
- * et fm et la courbe expérimentale du dilatomètre

*Équation (55)*****

$$V1 = Edilm(i2) - Eexp(i)$$

- * V1 : Différence de déformation entre la valeur totale d expansion
- * thermique du mélange initial et la déformation expérimentale
- *

$$residu1(i) = v1$$

$$residu2(i) = v2$$

- * V2-V1 représente la distance entre la courbe virtuelle au
- * refroidissement de l'austénite et la courbe initiale de chauffage
- * du mélange. Cette quantité de déformation représente la
- * déformation de transformation totale de la quantité initiale
- * de martensite (autour de 85%) a 100% d'austénite

*Équation(58)*****

if (V1 .gt. 0.d0) then

$$dfa = (1.d0 - va) * dtransm / (V2 - V1)$$

else

$$dfa = (1.d0 - va - V1 / (V2 - V1)) * dtransm / (V2 - V1)$$

end if

- * La fraction volumique transformée dans l intervalle Ti-1 a Ti
- * représente le ratio entre dtransm et la quantité totale V2-V1
- * qui représente 85% du volume total transforme. Cependant, passe le
- * point ou V1 = 0 (croisement avec la courbe initiale), la quantité
- * transformée dépasse la valeur initiale et l 'écart V2-V1 doit être
- * pondéré non plus par 1-Va mais par 1-Va-V1/(V2-V1)

$$fa(i) = fa(i-1) + dfa$$

$$fm(i) = 1.d0 - fa(i)$$

write(8,111)i,T(i),transm(i)*1.e6,dilm(i)*1.e6,edilm(i)*1.e6,fa(i)

write(81,119) T(i)

```

write(82,119) transm(i)*1.e6
write(83,119) diln(i)*1.e6
write(84,117) fa(i)

end do

i=nligne*.75
do while (dabs(residu2(i)) .le. 1.d-4)
  i=i+1
end do
Tmd=T(i)

write(6,116) Tmd
write(4,116) Tmd

write (6,*)
write(6,*)'Calcul de la deformation de transformation'

write (4,*)
write(4,*)'Calcul de la deformation de transformation'

trans100lin=(Eexp(1)-Edila(nligne))*100.0d0/(1.d0-va)
trans100vol=trans100lin*3.0

write (6,128) trans100lin
write (6,129) trans100vol

write(6,*)'Calcul du % austenite residuelle au debut du 2e cycle'
write(6,*) Eexp(nligne)/trans100lin * 100.d0

write (4,128) trans100lin
write (4,129) trans100vol

write(4,*)'Calcul du % austenite residuelle au debut du 2e cycle'
write(4,*) Eexp(nligne)/trans100lin * 100.d0

115 format(i10,f10.0,3f7.0, f7.2)

116 format('Temperature de debut de transformation martensitique :',
  1f10.1,/)
119 format(f10.0)
117 format(f7.2)
128 format('Deformation lineique de transformation de phase de 100%

```

```

1 : ',f10.3)
129 format('Deformation volumetrique de transformation de phase de
1 100% : ', f10.3,/)

stop
end

```

Subroutine SOLVER2 (N,S,Te,Co)

```

*Sous-programme de solution d'un système d'équations linéaires
* Matrices pleines, méthode de décomposition triangulaire LU
* N : dimension de la matrice
* S : matrice (NxN) a inverser
* Te : vecteur connu (Nx1)
* Co : Vecteur des coefficients à solutionner (Nx1)

```

```

real*8 S(3,3),Te(3),Co(3)
Co(2)=(Te(2)*S(1,1)-Te(1)*S(1,2))/(S(2,2)*S(1,1)-S(1,2)**2)
Co(1)= (Te(1)-S(1,2)*Co(2))/S(1,1)

```

```

return
end

```

ANNEXE E

IDENTIFICATION DES ÉCHANTILLONS

Tableau XXVIII

Identification des équivalences des échantillons avec le rapport IREQ-06-0174 [48]

# Échantillon	Équivalence	Description essai	Équipement
A1	C8	Essais de traction à 600°C au refroidissement après austénitisation	Banc Instron
A2	C9	Essais de traction à 450°C au refroidissement après austénitisation	Banc Instron
A3	C13	Essais de traction à 350°C au refroidissement après austénitisation	Banc Instron
A4	C11	Essais de traction à 250°C au refroidissement après austénitisation	Banc Instron
A5	C12	Essais de traction à 100°C au refroidissement après austénitisation	Banc Instron
A6	C14	Essais de traction à 20°C au refroidissement après austénitisation	Banc Instron
A7	C15	Tel que reçu à 20°C	Banc Instron
A8	C16	Chauffage rapide à 1050°C Maintien 1050°C /5sec Refroidissement à 300°C /14sec avec chargement progressif 0 à 50 MPa Refroidissement à 20°C /31sec avec chargement progressif 50 à 600 MPa	Banc Instron
A9	C17	Chauffage rapide à 1050°C Maintien 1050°C /5sec Refroidissement à 300°C /14sec Refroidissement à 20°C /31sec Aucun chargement	Banc Instron
B1	T41	Chauffage et refroidissement à 5°C/min Aucun chargement	GLEEBLE
B2	T45	Chauffage et refroidissement à 60°C/min Aucun chargement	GLEEBLE
B3	T40	Chauffage et refroidissement similaire au soudage Aucun chargement	GLEEBLE
B4	T49	Tel que reçu	

C1T1	C4T4	Chauffage et refroidissement à 5°C/min dans la direction travers court Aucun chargement	TMA
C1T2	C4T6	Chauffage et refroidissement à 5°C/min dans la direction travers court Aucun chargement	TMA
C1T3	C4T8	Chauffage et refroidissement à 1°C/min dans la direction travers court Aucun chargement	TMA
C1L1	C4L1	Chauffage et refroidissement à 5°C/min dans la direction longitudinale Aucun chargement	TMA
C1L2	C4L2	Chauffage et refroidissement à 5°C/min dans la direction longitudinale Aucun chargement	TMA
C1L3	C4L3	Chauffage et refroidissement à 1°C/min dans la direction longitudinale Aucun chargement	TMA
C2L1	C16L1	Chauffage et refroidissement à 1°C/min dans la direction longitudinale Aucun chargement	TMA
C2L2	C17L1	Chauffage et refroidissement à 1°C/min dans la direction longitudinale Aucun chargement	TMA

RÉFÉRENCES

- [1] Smith L.M., C.M. *Martensitic Stainless Steel Flowlines, Do They Pay.* in Supermartensitic Stainless Steels '99'. 1999. Belgium.
- [2] Davis J.R., *Selection of Wrought Martensitic Stainless Steels.* Metals handbook, ed. ASM. 1971. 6:432-442.
- [3] Kvaale P.E., O.S. Experience with supermartensitic stainless steels in flowline applications. in Stainless Steel World 99 Conference. 1999.
- [4] Koistinen D.P., M.R.E., A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure Iron-Carbon alloys and plain carbon steels. *Acta Metallurgica*, 1959. 7: p. 59-60.
- [5] Dufrane J-J. *Metallurgical basis for the development of weldable martensitic stainless steel.* in Supermartensitic stainless steel '99. 1999. Brussels: Sumitomo Metal Industries, Ltd.
- [6] Deleu E., D.A., and Dufrane J.J. Weldability and Hot Deformability of Different Supermartensitic Stainless Steel Grades by Weld Simulation testing. in Supermartensitic Stainless Steels '99'. 1999. Belgium.
- [7] Porter D.A., E.K.E., *Phase Transformations in Metals and Alloys.* 2nd Edition ed. 1992: Chapman & Hall.
- [8] Baïlon J.P., D.J.M., *Des Matériaux.* 3ième édition ed. 2000, Montreal: Presses Internationales Polytechniques.
- [9] Bhadeshia, H.K.D.H., *Material Factors,* in *Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel,* A. International, Editor. 2002, ASM International. p. 3-10.
- [10] Bilmes, P.D., Solari M., and Llorente C.L., Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-NiMo martensitic steel weld metals. *Materials Characterization*, 2001. 46(4): p. 285-296.
- [11] Solberg J.K., L.E.V., Rorvik G. and Kvaale P.E. *Post Weld Heat Treatment Response of Coarse Grained Heat Affected Zone in a Supermartensitic Stainless Steel.* in Supermartensitic Stainless Steel '99'. 1999. Belgium.
- [12] Mundt, R., Untersuchungen zum einfluss der legierungszusammensetzung und der schweissbedingungen auf das umwandlungsverhalten und die gefuegeausbildung hochlegierter chrom-nickel-staehle. (Studies of the Effect of the Alloy Composition and the Welding Conditions on the Transformation Behavior and the Microstructure Formation of High-Alloy Chromium-Nickel Steels). *Fortschritt-Berichte der VDI-Zeitschriften, Reihe 5: Grund- und Werkstoffe*, 1981(55): p. 135.
- [13] Folkhard, E., *Welding Metallurgy of Stainless Steels.* 1988, Wein New York: Springer-Verlag.

- [14] Iwabuchi Y., e.S.S., Metallurgical characteristics of a large hydraulic runner casting of type 13Cr-Ni stainless steels. *Stainless Steels Castings*, 1982. **ASTM STP 756**: p. 332-354.
- [15] Thomas C.R. et APPs, R.L., *Weld heat-affected zone properties in AISI 409 ferritic stainless steel*. *Toughness of Ferritic Stainless Steels*, 1980. **ASTM STP 706**: p. 161-183.
- [16] Peckner D., B.I.M., *Handbook of Stainless Steels*. 1977, New York: McGraw-Hill Book Company.
- [17] Sassoulas, H., *TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS INOXYDABLES*. Les Techniques de l'Ingénieur, 1997. **ASTM M 1155**.
- [18] Asahi, H., et al., Development of sour-resistant 13%Cr oil-country tubular goods with improved CO₂-corrosion resistance. *Steel and Tubes Nippon Steel Technical Report*, 1997(72): p. 10-12.
- [19] Asahi, H., et al. *High chromium martensitic stainless linepipes*. in *Proceedings of the 1996 15th International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering*. Part 5 (of 6), Jun 16-20 1996. 1996. Florence, Italy: ASME, New York, NY, USA.
- [20] Kondo K., U.M., Ogawa K., Amaya H., Hirata H., Takabe H. and Miyazaki Y. *Alloy Design of super 13Cr martensitic stainless steel (Development of Super 13Cr martensitic stainless steel for line Pipe-1)*. in *Supermartensitic stainless steel '99*. 1999. Brussels: Sumitomo Metal Industries, Ltd.
- [21] Jeffus, L., *Welding metallurgy*, in *Welding: Principles and Applications*, D. Publishers, Editor. 1993, Delmar Publishers: Albany. p. 364-391.
- [22] Mabelly, P., Bourges P., and Pont G., *Effect of metallurgical transformations on weld residual stresses - Application to E690 steel grade*. *Jack-up platforms Marine Structures*, 2001. **14**(4-5): p. 553-567.
- [23] Zinn W., S.B., *Residual stress formation processes during Welding and Joining*, in *Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel*, A. International, Editor. 2002. p. 391-396.
- [24] Taljat, B., Radhakrishnan B., and Zacharia T., Numerical analysis of GTA welding process with emphasis on post-solidification phase transformation effects on residual stresses. *Materials Science & Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, 1998. **A246**(1-2): p. 45-54.
- [25] Jones, W.K.C., The role of phase transformations in the development of residual stresses during the welding of some fast reactor steels. *Ferritic steels for fast reactor steam generators*, 1978: p. 471-475.

- [26] Denis, S., et al., *Phase transformations and generation of heat treatment residual stresses in metallic alloys*. Materials Science Forum Proceedings of the 5th European Conference on Residual Stresses, Sep 28-Sep 30 1999, 2000. **347**: p. 184-198.
- [27] Ferro, P., et al., The influence of phase transformations on residual stresses induced by the welding process-3D and 2D numerical models. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 2006. **14**(2): p. 117-36.
- [28] Mochizuki, M., et al. *Residual stress reduction by using weld metal with property of low-temperature phase transformation*. in 2004 ASME/JSME Pressure Vessels and Piping Conference, Jul 25-29 2004. 2004. San Diego, CA, United States: American Society of Mechanical Engineers, New York, NY 10016-5990, United States.
- [29] Mochizuki, M. and Toyoda M., *Thermal stress history in high-tensile strength steels during weld process*. in ICTPMCS: 2nd International Conference on Thermal Process Modelling and Computer Simulation, Mar 31-Apr 2 2003. 2004. Nancy, France: EDP Sciences, Les Ulis Cedex A, F-91944, France.
- [30] Toyoda, M. and Mochizuki M., Control of mechanical properties in structural steel welds by numerical simulation of coupling among temperature, microstructure, and macro-mechanics. 21st Century COE Program, Osaka University Science and Technology of Advanced Materials, 2004. **5**(1-2): p. 255-266.
- [31] Greenwood, G.W. and Johnson R.H., *Deformation of metals under small stresses during phase transformations*. Royal Society -- Proceedings Transactions Series A, 1965. **283**(1394): p. 403-422.
- [32] Denis, S., Simon A., and Beck G., Estimation of the effect of stress/phase transformation interaction when calculating internal stress during martensitic quenching of steel. 1982. **22**(7): p. 504-513.
- [33] Haynes, A.G. Some Factors governing the metallurgy and weldability of 13%Cr and newer Cr-Ni Martensitic Stainless steels. in Supermartensitic Stainless Steels. 1999. brussels: Belgian Welding Institute.
- [34] Bouffard D.A., L.J., Détermination de l'historique thermique du passage d'un arc de soudage par la méthode des éléments finis. 2004, IREQ: Varennes. p. 60.
- [35] Voort, G.F.V., ASM Handbook, *Vol. 9: Metallography & Microstructures*. 2004: ASM International.
- [36] Bilmes, P.D., Llorente C.L., and Solari M.. *Role of the Retained Austenite on the Mechanical Properties of 13Cr-4NiMo Weld Metals*. in Heat Treating: Proceedings of the 20th Conference, Oct 9-12 2000. 2000. St. Louis, MO, United States: ASM International.

- [37] Bilmes, P., Llorente C., and Ipina J.P., *Toughness and microstructure of 13Cr4NiMo high-strength steel welds*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2000. **9**(6): p. 609-615.
- [38] Girault, E., et al., Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels. Materials Characterization, 1998. **40**(2): p. 111-118.
- [39] DSI, D.S.I., The Gleeble at the National Research Council of Canada, in Gleeble Newsletter. 2003.
- [40] Scruby C.B., D.L.E., *Laser-Ultrasonic: Techniques and applications*, ed. A. Hilger. 1990, Bristol UK.
- [41] Kruger S.E., Moreau A., Bescond C. and Monchalain J.-P., Real-Time sensing of metallurgical transformation by laser-ultrasound.
- [42] Dubois M., Moreau A., Bussière J.-F., *Ultrasonic Velocity Measurements during phase transformation in steels using Laser-Ultrasonics*. Journal of applied physics, 2001. **89**(11): p. 6487-6495.
- [43] Kruger S.E., B.S., Lamouche G., Moreau A. *Monitoring microstructure evolution of nickel at high temperature*. in Review of progress in Quantitative NDE. 2002. New York.
- [44] Lanteigne J., Baillargeon C., Mesure de certaines propriétés mécaniques d'aciers utilisés dans la fabrication et la réparation de roues de turbines hydrauliques. 2004, IREQ: Varennes.
- [45] Trotten G., H.M., Inoue T., *Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel*. 2002: ASM International.
- [46] Thibault D., Bocher P., Thomas M., An experimental study of residual stresses in welds of 13%Cr-4%Ni martensitic stainless steel. To be publish.
- [47] Touloukian, Y. S. Kirby R.K., Taylor R.E. and Desai P.D., *Thermophysical Properties of Matter*, Vol. 12, Thermal Expansion: metallic elements and alloys, IFI/Plenum, New York, 1975.
- [48] Lanteigne J., Côté M., Baillargeon C., Moreau A., Bocher P., Protocole de mesure et d'interprétation des propriétés dilatométriques et de la cinétique de transformation de phase des aciers inoxydables martensitiques. 2006, IREQ - Hydro-Québec: Varennes. p. 85.