

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.Eng.

PAR
PATRICE ROBICHAUD

STABILITÉ DE L'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE DE L'ACIER INOXYDABLE 415
SOUMIS À LA FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

MONTREAL, LE 17 AOÛT 2007

© droits réservés de Patrice Robichaud

CE RAPPORT DE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

M. Denis Thibault, codirecteur du mémoire
Expertise mécanique, métallurgie et civil à l'institut de recherche d'Hydro-Québec (IREQ)

M. Jean-luc Fihey, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Vladimir Brailovski, 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 20 SEPTEMBRE 2007

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

Merci à ma mère autant qu'à mon père pour avoir littéralement investi une partie de leur vie afin de s'assurer de mon bonheur. Je vous aime plus que tout et j'espère un jour avoir le courage et la volonté d'en faire autant pour mon prochain.

REMERCIEMENTS

Je voudrais remercier principalement M. Denis Thibault d'avoir retenu ma candidature et de m'avoir offert un projet de maîtrise de choix au sein de l'équipe scientifique et technique du centre de recherche d'Hydro-Québec. Pendant ces trois années de maîtrise, M. Thibault, par sa disponibilité irréprochable, ses connaissances au niveau de la métallurgie et son intégrité hors pair, a sans arrêt dépassé mes attentes et est devenu un modèle de référence sur lequel je me baserai tout au long de ma carrière.

Merci infiniment à mon directeur de maîtrise M. Philippe Bocher pour m'avoir laissé une telle liberté dans la définition et dans la réalisation du projet ainsi que pour son apport remarquable à la correction du mémoire.

Bien entendu, jamais ce projet n'aurait été aussi réussi et complet sans cette étroite collaboration avec l'équipe scientifique et technique du centre de recherche. Je voudrais donc remercier;

- M. Carlo Baillargeon et très spécialement M. Stéphane Godin pour leur excellent support technique et pour la formation qu'ils m'ont donnée sur les différents appareils de l'IREQ.
- M. Yves Brissette pour sa passion d'expliquer la science de l'électricité et pour son implication dans le volet conception du système d'acquisition.
- Mme Cynthia Tremblay pour s'être généreusement portée volontaire pour la conception et pour le support de l'application LabView.
- M. Jacques Lanteigne pour ses judicieux conseils et M. François Léonard pour la programmation de l'algorithme servant au calcul de la fréquence de résonance.
- Un grand merci à M. Jean-Luc Fihey pour ses qualités humaines et pour avoir supporté les dépenses encourues pendant les derniers mois du projet.

STABILITÉ DE L'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE DE L'ACIER INOXYDABLE 415 SOUMIS À LA FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

PATRICE ROBICHAUD

RÉSUMÉ

La stabilité de l'austénite résiduelle du 415 à température ambiante a été caractérisée sous différents tests de fatigue oligocyclique. Les paramètres variables étaient l'amplitude de déformation, le nombre de cycles ainsi que la stabilité de l'austénite. Des amplitudes de 1 et de 2 % ont été sélectionnées. La variation de la stabilité de l'austénite a été possible en utilisant différents types de traitement thermique (simple ou double) tout en modifiant le temps de maintien ainsi que la température de revenu. Suite à ces traitements de revenu, il a été possible d'obtenir des échantillons possédant des pourcentages d'austénite résiduelle variant de 1,2 à 25 %. Pour le lot #1 et #2 de 415, une courbe complète reliant le pourcentage d'austénite résiduelle avec la température de traitement ainsi que le temps de maintiens a été établie. Une méthode basée sur la perméabilité magnétique de l'échantillon a dû être développée afin de suivre en temps réel la transformation de l'austénite résiduelle pendant l'essai. Le pourcentage d'austénite résiduelle a donc été corrélé à la fréquence de résonance d'un circuit RLC résonant. Afin de pouvoir relier le pourcentage d'austénite résiduelle à la fréquence de résonance du montage, une calibration et une analyse des principaux facteurs modifiant l'inductance du système échantillon/bobine ont été faites.

Il a été observé que peu importe le traitement de revenu, l'austénite résiduelle du 415 est suffisamment instable pour se transformer en majorité à température ambiante sous une déformation de 1 %. Le taux de transformation est grandement affecté par l'amplitude de déformation. En tout, 55 cycles ont été nécessaires afin d'atteindre une stabilisation du pourcentage d'austénite résiduelle (γ_{res}) à 2 % de déformation contre 120 cycles à 1 % de déformation. Cette valeur de stabilisation est différente pour les deux amplitudes de déformation et est de 2 % γ_{res} à une amplitude de 2 et de 3 % γ_{res} à une amplitude de 1 % de déformation. Il a été démontré que la stabilité de l'austénite résiduelle est plus faible lorsque la température de traitement est élevée. Le temps de vie en fatigue oligocyclique ne semble pas être amélioré par un pourcentage d'austénite résiduelle élevé, car celle-ci est trop instable et se transforme presque en totalité avant le cycle 20. Par conséquent, deux échantillons ayant initialement un état de martensite similaire et deux pourcentages d'austénite différents (10,7 et 25 %) ont eu un nombre de cycle à la rupture similaire. Pour ce type d'essai, le comportement de la martensite semble être le paramètre prédominant sur les propriétés mécaniques en fatigue oligocyclique.

Il a été découvert que la variation de la fréquence de résonance «FDR» est fonction de l'état de la martensite (densité de dislocations) ainsi que de la quantité d'austénite résiduelle. Des modèles ont permis d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles avec une excellente précision ($\pm 0,3$ % avec le modèle Δ FDR). Après correction de la FDR, la variation de la fréquence de résonance du système est d'environ 10 Hz/% d'austénite résiduelle.

415 STAINLESS STEEL RETAINED AUSTENITE STABILITY UNDER LOW CYCLE FATIGUE

ROBICHAUD, PATRICE

ABSTRACT

Retained austenite stability of 415 was studied under different low cycle fatigue tests. The test parameters were strain, number of cycles and the retained austenite stability. Strain amplitudes of 1 and 2% were selected. Two heat treatments types (single and double), with different temperatures and times, were used in order to modify the retained austenite stability and quantity. Following these treatments, the retained austenite percentage obtained was found to be between 1.2 and 25%. For batches numbered 1 and 2, a curve of the retained austenite percentage as a function of the heat treatment temperature and time was obtained. A magnetic permeability based method was developed in order to follow the austenitic transformation during low cycle fatigue tests in real time. The retained austenite percentage was correlated with the resonance frequency of an oscillator developed for this study. Several calibrations and a thorough analysis of the principal factors affecting the system's inductance were done to correlate the resonant frequency with the retained austenite.

It was observed that whatever heat treatment was performed, the retained austenite stability was sufficiently unstable to transform under a 1% strain at ambient temperature. On the other hand, the transformation rate was highly affected by the strain amplitude. In all, 55 cycles were necessary to reach the retained austenite stabilization (γ_{res}) at 2% of strain against 120 cycles at 1% of strain amplitude. The stabilizing value of austenite is different for the two strain amplitudes and is 2% γ_{res} at 2% and 3% γ_{res} at 1% of strain amplitude. Results indicate that the retained austenite stability is lower when the heat treatment temperature is high. Stability under low cycle fatigue does not improve with a high retained austenite percentage. The low cycle fatigue lifetime is not improved with retained austenite percentage as it is too unstable and that most of the transformation takes place before reaching the 20th cycle. Two samples with the same martensite volume fraction but with different austenite percentages (10.7 and 25%) showed similar lifetimes. According to these observations, the martensite behaviour appears to be the main parameter affecting the mechanical properties under low cycle fatigue.

It was found that the resonance frequency variation was due to the martensite state (dislocation density) and the retained austenite quantity. Several models were used to approximate the retained austenite percentage. One of the models showed an excellent precision of ± 0.3 % when compared to the experimental measurements. After proper corrections, the system's resonance frequency variation was approximately 10Hz/ $\gamma\%$.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	4
1.1 Nomenclature du CA-6NM.....	4
1.2 Plasticité de transformation.....	5
1.2.1 Propriétés mécaniques améliorées par la plasticité de transformation	6
1.2.2 Diminution de la vitesse de propagation de la fissure dans le 415 par la plasticité de transformation.....	7
1.2.3 Thermodynamique de la plasticité de transformation.....	9
1.3 Traitement thermique du 415.....	13
1.3.1 Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction de la température de revenu	13
1.3.2 Austénitisation	18
1.3.3 Effet des traitements thermiques sur la microstructure et sur la composition chimique des phases.....	18
1.3.3.1 Détermination de la température de l'apparition de l'austénite.....	18
1.3.3.2 Le cas particulier du double revenu	20
1.4 Calibration de la stabilité de l'austénite résiduelle dans le 415 et autres aciers TRIP.	22
1.4.1 Facteurs affectant la stabilité de l'austénite résiduelle	22
1.4.2 Stabilité de l'austénite résiduelle en fonction de la température du traitement de revenu.....	26
1.5 Utilisation d'une pièce à effet TRIP en fatigue	27
CHAPITRE 2 PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE	29
2.1 Essais effectués	29
2.2 Différents lots de 415 utilisés	29
2.2.1 Propriétés du Lot #1	30
2.2.2 Propriétés du Lot #2.....	31
2.2.3 Propriétés du Lot #3.....	32
2.2.4 Composition de l'acier :.....	32
2.3 Prélèvement des échantillons dans les plaques.....	32
2.4 Montage expérimental	32
2.4.1 Moyens de détection magnétique permettant de caractériser en temps réel le pourcentage d'austénite résiduelle transformée	32
2.4.2 Système de mesure du % d'austénite résiduelle en temps réel	35
2.4.2.1 Circuit résonant RLC	36
2.4.3 Système de traction.....	39
2.4.4 Échantillons utilisés	39
2.4.5 Système d'acquisition TEAC et logiciel de traitement.....	40
2.5 Traitements thermiques.....	41
2.5.1 Sélection de la température et du temps de revenu.....	41
2.5.2 Procédure pour les traitements thermiques	43

2.6	Polissage des échantillons.....	43
2.6.1	Polissage électrolytique	44
2.6.2	Polissage mécanique	45
2.7	Installation de l'échantillon et de la bobine	46
2.8	Protocole d'essai	48
2.8.1	Inspection visuelle et mesures de l'échantillon après essai	49
2.8.1.1	Mesure de la résistivité de surface	49
2.8.1.2	Mesure du champ magnétique initial et final de l'échantillon.....	50
2.9	Préparation et analyse de l'austénite résiduelle	50
2.9.1	Prélèvement sur les échantillons de fatigue	50
2.9.2	Décapage chimique.....	50
2.9.3	Analyse de l'austénite par diffraction X	51
2.10	Contrainte, contrainte vraie, force et section pendant l'essai	51
CHAPITRE 3 RÉSULTATS DES ESSAIS ET ANALYSE.....		53
3.1	Effet des traitements thermiques sur la quantité d'austénite résiduelle.....	53
3.1.1	Lot #1	53
3.1.1.1	Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du traitement thermique	53
3.1.2	Lot #2.....	53
3.1.2.1	Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du traitement thermique	53
3.2	Les essais mécaniques.....	57
3.2.1	Définition des termes	57
3.2.2	Sélection des essais	59
3.3	Série de tests #1 (Amplitude de déformation 2 %).....	60
3.4	Série de tests #2 (Amplitude de déformation de 1 %)	61
3.5	Série de tests #3 (Modification de la stabilité de l'austénite résiduelle par 5 différents traitements thermiques)	63
3.5.1	Présentation et analyse des données brutes; échantillons contenant 3,3 % γ_{res} (P-90 et P-91)	65
3.5.1.1	Détermination du moment de striction de l'échantillon P-91	67
3.6	Évolution de la FDR des échantillons de la série de tests #3 (2% de déformation sur différent taux d'austénite résiduelle	69
3.7	Calibration du montage.....	73
3.7.1	Effet de l'écrouissage sur la fréquence de résonance	73
3.7.2	Effet de la magnétisation de l'échantillon	78
3.7.3	Effet de la magnétostriction.....	81
3.7.4	Variation de la FDR en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle dans l'échantillon.....	81
3.7.4.1	Fréquence de résonance initiale d'un échantillon non déformé.....	81
3.7.4.2	FDR tension min en fonction du % d' γ_{res} mesuré pour des échantillons ayant subi $\frac{1}{2}$ cycle	84
3.7.4.3	Exploitation des variations de la FDR (Δ FDR tension) au moment de la relâche des échantillons de la série de tests #3	84

3.8	Nouvelle méthode pour l'approximation du pourcentage d'austénite résiduelle	85
3.8.1	Modèle simplifié	87
3.8.2	Modèle Δ force	88
3.8.3	Modèle Δ FDR	90
3.9	Qualification des différents modèles	91
3.9.1	Présentation des résultats mesurés et approximatés de la série de tests #1 et #2	92
3.10	Approximation du pourcentage de transformation des échantillons de la série de tests #3	94
3.11	Propriétés mécaniques	98
CHAPITRE 4 DISCUSSION		99
4.1	Interprétation du graphique type de la fréquence de résonance en fonction de la déformation	99
4.2	Analyse du comportement des courbes d'un échantillon contenant initialement 25 % d'austénite résiduelle (P-84)	102
4.2.1	Première mise en tension et relâche	103
4.2.2	Relâche de la contrainte et analyse de la FDR tension min	103
4.2.3	Transformation de l'austénite plus importante en tension qu'en compression	105
4.3	Approximation de l'austénite résiduelle par la mesure de la FDR grâce à un modèle approprié	107
4.3.1	Sélection du modèle approprié : Δ FDR ou linéaire simplifié?	108
4.3.1.1	Différents protocoles de calibration et leur précision	109
4.3.1.2	Un modèle plus précis?	110
4.4	Stabilité de l'austénite résiduelle et propriétés mécaniques du 415	110
4.4.1	Stabilité de l'austénite résiduelle	110
4.4.2	Propriétés mécaniques en fonction du traitement thermique	111
4.4.3	Moment d'amorçage de la striction	115
4.5	Traitements thermiques	116
4.5.1	Comparaison du pourcentage d'austénite résiduelle obtenu en fonction du type de traitement thermique	116
CONCLUSIONS		119
RECOMMANDATIONS		123
ANNEXE I DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE TRAITEMENT OPTIMALE		126
ANNEXE II SCHÉMA DE LA BOBINE UTILISÉE		134
ANNEXE III PARAMÈTRES POUR L'APPLICATION LABVIEW		136
ANNEXE IV TESTS PRÉLIMINAIRES À 1 % et 2 % DE DÉFORMATION		138

ANNEXE V DONNÉES BRUTES DES ESSAIS DE LA SÉRIE DE TESTS #3	140
ANNEXE VI GRAPHIQUES SUPPLÉMENTAIRES POUR LA DÉTERMINATION DU MOMENT DE STRICTION DES ÉCHANTILLON DE LA SÉRIE DE TEST #3.....	149
ANNEXE VII VARIATION DE LA FDR TENSION EN FONCTION DE LA CONTRAINTÉ À 2% DE DÉFORMATION	156
ANNEXE VIII EFFET DE LA GÉOMÉTRIE ET DU MOUVEMENT DU MONTAGE SUR LA FRÉQUENCE DE RÉSONANCE.....	157
ANNEXE IX ANALYSE COMPLÈTE DES PHÉNOMÈNES PRÉSENTS DANS LES ZONES ENCERCLÉS DE LA SECTION 4.1	159
ANNEXE X EXEMPLE DE LA MÉTHODE UTILISÉE AFIN DE CORRIGER LA FDR TENSION MIN UTILISÉE POUR LE MODÈLE Δ FORCE.....	163
ANNEXE XI MÉTHODE SIMPLE AFIN D'ÉVALUER LE POURCENTAGE D'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE.	165
BIBLIOGRAPHIE	168

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1	Composition chimique typique en % massique du CA-6NM [10]4
Tableau 2	Distribution de l'austénite résiduelle à l'intérieur de la microstructure [26]24
Tableau 3	Nomenclature des différents lots de 415 utilisés30
Tableau 4	Composition chimique du 415 provenant du lot #130
Tableau 5	Composition chimique du 415 provenant du lot #231
Tableau 6	Composition chimique du 415 provenant du lot #332
Tableau 7	Paramètres de la bobine à une fréquence de 16 kHz36
Tableau 8	Paramètres de polissage du 41545
Tableau 9	Définition du vocabulaire utilisé58
Tableau 10	Traitement thermique des échantillons de la série de test #364
Tableau 11	Résultats de P-9169
Tableau 12	Résultats de P-7078
Tableau 13	Taux de variation de la fréquence de résonance d'après le modèle Δ force90
Tableau 14	Données du premier demi cycle des échantillons P-82 et P-8490
Tableau 15	Résumé des phénomènes modifiant la FDR en fonction de la zone100
Tableau 16	Paramètres pour le traitement des données136
Tableau 17	Résultats de P-88141
Tableau 18	Résultats de P-86143
Tableau 19	Résultats de P-49144
Tableau 20	Résultats de l'échantillon P-82146
Tableau 21	Résultats de l'échantillon P-84148
Tableau 22	Méthode de correction de la FDR tension min (P-88)164

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1 <i>Pourcentage de chrome et de nickel selon la nomenclature ACI pour les aciers de fonderie [10].....</i>	5
Figure 2 <i>Transformation induite de l'austénite résiduelle en martensite le long d'une fissure [17].....</i>	8
Figure 3 <i>Diagramme d'énergie libre de la plasticité de transformation[18].....</i>	11
Figure 4 <i>Pourcentage d'austénite résiduelle d'un CA-6NM en fonction de la température de revenu pendant 2 [5].</i>	14
Figure 5 <i>Pourcentage volumique des phases en présence après trempe dans un 415 (lot#2) en fonction de la température de revenu (1h). Adapté des travaux de [7].....</i>	15
Figure 6 <i>Ductilité du CA-6NM en fonction de la température de revenu[20].</i>	16
Figure 7 <i>Énergie d'impact du CA-6NM en fonction de la température de revenu [20].....</i>	17
Figure 8 <i>Limite élastique et limite ultime du CA-6NM en fonction de la température de revenu [20].</i>	17
Figure 9 <i>Diagramme de phase en fonction d'un acier martensitique contenant 4% Ni et 13 % Cr montrant la température du début et de la fin de la zone $\alpha + \gamma$ [25].</i>	19
Figure 10 <i>Microstructure du 415 pendant les différentes étapes du double traitement thermique. (a) 950°C/1h/air, (b) 950°C/1h/air + 670°C/pendant le chauffage, (c) 950°C/1h/air + 670°C/2h/air (après refroidissement), (d) 950°C/1h/air + 670°C/2h/air + 600°C/2h/air [4].....</i>	21
Figure 11 <i>Coefficient d'écrouissage pendant un test de traction uniaxiale sur deux aciers TRIP. L'acier au Nb correspond à la courbe du bas [26].</i>	23
Figure 12 <i>Représentation schématique de f_T^S V_{RT}' V_T' en fonction de la température de traitement thermique [22].</i>	27
Figure 13 <i>Microstructure du 415 provenant du lot #1 (traitement tel que reçu, 200X).</i>	30
Figure 14 <i>Microstructure du 415 provenant du lot #2 (traitement tel que reçu, 200X).</i>	31

Figure 15	<i>Schéma de l'oscillateur Colpitts utilisé</i>	37
Figure 16	<i>Forme de l'onde de sortie de l'oscillateur (6400 kHz).</i>	38
Figure 17	<i>Montage expérimental complet..</i>	39
Figure 18	<i>Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du paramètre de Larsen Miller [34].</i>	42
Figure 19	<i>Courbe de polissage du 415 dans une solution A3 de Struers modifiée.</i>	44
Figure 20	<i>Montage de polissage mécanique.</i>	46
Figure 21	<i>Positionnement de l'extensomètre et de la bobine sur l'échantillon.</i>	47
Figure 22	<i>Exemple d'un essai avec une déformation instable causée par le glissement de l'extensomètre (P-80).</i>	48
Figure 23	<i>Décapage chimique des échantillons.</i>	51
Figure 24	<i>Pourcentage d'austénite résiduelle du lot #1 en fonction de la température de revenu et du temps de maintien.</i>	54
Figure 25	<i>Pourcentage d'austénite résiduelle du lot #2 en fonction de la température et du temps de maintien.</i>	55
Figure 26	<i>Comparaison des courbes d'austénite résiduelle de différents lots de 415 en fonction de la température de revenu.</i>	56
Figure 27	<i>Comparaison des courbes d'austénite résiduelle de différents lots de 415 en fonction du facteur de Larsen Miller.</i>	57
Figure 28	<i>Définition du vocabulaire utilisé.</i>	58
Figure 29	<i>Fréquence de résonance de l'échantillon P-73 en fonction de la déformation. Lot #3, série de tests #1, traitement thermique tel que reçu, 11,23 % d'austénite initial et 1,7 % final.</i>	60
Figure 30	<i>Résultats de la série de tests #1. Pourcentage d'austénite résiduelle mesuré par diffraction X en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation. Lot #3, traitement thermique tel que reçu, 11,23 % d'austénite initial.</i>	61
Figure 31	<i>Résultats de la série de tests #2. Pourcentage d'austénite résiduelle mesuré par diffraction X en fonction du nombre de cycles à 1 % de déformation. Lot #3, traitement thermique tel que reçu, 11,23 % d'austénite initial.</i>	62
Figure 32	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 3% d'γ_{res}.</i>	65

Figure 33	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 3,6% d'γ_{res}</i>	66
Figure 34	<i>Adoucissement d'un échantillon contenant initialement 3,6% d'γ_{res} (P-91) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 590°C/1h, %γ_{res} final 1,7%.</i>	66
Figure 35	<i>Adoucissement d'un échantillon contenant initialement 3,6% d'γ_{res} (P-91) permettant d'observer que l'écrouissage est maximal au cycle #2.</i>	67
Figure 36	<i>Fréquence de résonance de l'échantillon P-91 en fonction de la force appliquée. La zone encadrée montre l'endroit où les valeurs de la FDR tension min sont prélevées.</i>	68
Figure 37	<i>FDR tension min de l'échantillon P-91 en fonction du nombre de cycles permettant de déterminer le moment de striction.</i>	68
Figure 38	<i>Effet du pourcentage d'austénite résiduelle sur la fréquence de résonance au cours du premier 1^{er} cycle de traction (1/2 cycle complet) - déformation de 2 %. Échantillons de la série de tests #3, lot #2.</i>	71
Figure 39	<i>Fréquence de résonance en fonction de la déformation des échantillons de la série de tests #3 pendant le deuxième cycle. Les pourcentages d'austénite résiduelle aux différentes FDR tension min sont inconnus.</i>	71
Figure 40	<i>Fréquence de résonance en fonction de la déformation des échantillons de la série de tests #3 pendant le cycle 7. Les pourcentages d'austénite résiduelle aux différentes FDR tension min sont inconnus.</i>	72
Figure 41	<i>Superposition des cycles des différents échantillons de la série de tests #3 lorsque le pourcentage d'austénite et l'état de la martensite sont stabilisés après 30 cycles.</i>	73
Figure 42	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 1,2% d'γ_{res} (P-70) en fonction de la déformation permettant de déterminer l'effet de l'écrouissage/adoucissement de la martensite sur la FDR. Lot #3, série de test #3, simple traitement thermique 528°C/9h, %γ_{res} final 1,1%.</i>	75
Figure 43	<i>Adoucissement de l'échantillon P-70 permettant d'observer le comportement d'un échantillon de 415 totalement martensitique (P-70).</i>	76
Figure 44	<i>Graphique montrant la relation linéaire existant entre la FDR Tension min (après relâche de la contrainte) en fonction de la contrainte vraie à 2% de déformation sur un échantillon totalement martensitique (P-70). La variation est de l'ordre de 0,3 Hz/MPa ou environ 0,3 Hz/MPa.</i>	76
Figure 45	<i>FDR tension min en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-70 montrant la présence d'une instabilité mécanique au cycle 22.</i>	77

Figure 46	<i>Fréquence de résonance d'échantillons contenant initialement 1,33% d'γ_{res} permettant d'observer l'effet d'une magnétisation initiale de 138 Gauss sur le comportement de la FDR.</i>	80
Figure 47	<i>Fréquence de résonance d'échantillons contenant initialement 11,2% d'γ_{res} permettant d'observer l'effet d'une magnétisation initiale de 112 Gauss sur le comportement de la FDR.</i>	80
Figure 48	<i>Fréquence de résonance initiale en fonction du pourcentage initial d'γ_{res} permettant d'analyser l'effet du diamètre de l'échantillon ainsi que l'effet de l'état de la martensite initiale.</i>	83
Figure 49	<i>FDR tension min en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle après une déformation de 2 % en tension.</i>	84
Figure 50	<i>Graphique servant à illustrer les paramètres utilisés afin d'approximer le % d'γ_{res}.</i>	87
Figure 51	<i>Comparaison de l'Équation linéaire du modèle simplifié et du modèle Δ force sur l'échantillon P-88.</i>	88
Figure 52	<i>Effet de l'écrouissage d'un échantillon 100 % martensitique (P-70) en fonction du nombre de cycles à une amplitude de déformation de 2 %. Le traitement de revenu est de 528 °C/9 h.</i>	91
Figure 53	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle de la série de tests #1 par différents modèles en utilisant seulement la FDR tension min et les % d'γ_{res} mesurés aux cycles $\frac{1}{2}$ et 55.</i>	93
Figure 54	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle de la série de tests #2 par différents modèles en utilisant seulement la FDR tension min et les % d'γ_{res} mesurés des cycles $\frac{1}{2}$ et 55.</i>	93
Figure 55	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 3,6 % d'γ_{res} (P-91).</i>	95
Figure 56	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 5 % d'γ_{res} (P-88).</i>	95
Figure 57	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 10 % d'γ_{res} (P-86).</i>	96

Figure 58	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 10,7 % d'γ_{res} (P-49).</i>	96
Figure 59	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 24,5 % d'γ_{res} (P-82).</i>	97
Figure 60	<i>Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 25 % d'γ_{res} (P-84).</i>	97
Figure 61	<i>Variation de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles pour des échantillons contenant différents % d'γ_{res}.</i>	98
Figure 62	<i>Analyse des zones d'un graphique de la fréquence de résonance en fonction de la déformation (P-88, 5 %γ_{res}).</i>	99
Figure 63	<i>Sélection de certaines courbes de l'essai P-84 contenant initialement 25 % d'austénite résiduelle.</i>	102
Figure 64	<i>Mise en évidence de l'effet de l'austénite résiduelle sur la Δ FDR tension relâche (P-84) – lot 2/25% austénite initial et 1,6% final.</i>	106
Figure 65	<i>Graphique mettant en évidence que la transformation de l'austénite est plus importante en tension qu'en compression.</i>	106
Figure 66	<i>Pourcentage d'austénite relatif en fonction du nombre de cycles permettant d'observer la stabilité de l'austénite produite par les différents traitements thermiques.</i>	113
Figure 67	<i>Déformation de l'échantillon en fonction de la température. L'échantillon initial au cycle 1 est à l'état tel que reçu contenant environ 10,7% γ_{res}. Vitesse de chauffage 1 °C/min, lot #2 (Ac_1 cycle 1 = 579.2).</i>	128
Figure 68	<i>Pourcentage d'austénite présent en fonction de la température calculé théoriquement à l'aide des résultats de dilatation du deuxième cycle (Figure 67). L'échantillon initial a été austénitisé et trempé. Lot #2, vitesse de chauffage 1 °C/min (Ac_1 = 579.2.)</i>	128
Figure 69	<i>Déformation de l'échantillon en fonction de la température. L'échantillon initial a subi une austénitisation et une trempe. Lot #2 Vitesse de chauffage 0,1 °C/min (Ac_1 = 512.7).</i>	129
Figure 70	<i>Pourcentage d'austénite calculé à l'aide d'un essai de dilatométrie fait à 0,1 Celcius (Figure 69) (Ac_1 = 512.7).</i>	129

Figure 71	<i>Dessin de la bobine. Les unités sont en pouces.</i>	134
Figure 72	<i>Échantillon de fatigue version #2. Les unités sont en pouces.</i>	135
Figure 73	<i>Interface de l'application LabView.</i>	136
Figure 74	<i>Test préliminaire à 1 % de déformation sur le lot #2, traitement thermique tel que reçu (P-48).</i>	138
Figure 75	<i>Test préliminaire à 2 % de déformation sur le lot #2, traitement thermique tel que reçu (P-47).</i>	139
Figure 76	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 5,0% d'γ_{res} (P-89) en fonction de la déformation. Le % d'γ_{res} mesuré après la relâche de la contrainte est de 4,4%.</i>	140
Figure 77	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 5% d'γ_{res} (P-88) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 605°C/1h, %γ_{res} final 1,8%.</i>	141
Figure 78	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 10 % d'γ_{res} (P-87) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 618°C/1h, %γ_{res} final 7,4%.</i>	142
Figure 79	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 10 % d'γ_{res} (P-86) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, simple traitement thermique 618 °C/1 h, %γ_{res} final 1 %.</i>	143
Figure 80	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 10,7 % d'γ_{res} (P-49) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, traitement tel que reçu, %γ_{res} final 1,8 %.</i>	144
Figure 81	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 24,9 % d'γ_{res} (P-83) en fonction de la déformation. Le % d'γ_{res} mesuré après la relâche de la contrainte est de 14,8 %.</i>	145
Figure 82	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 24 % d'γ_{res} (P-82) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, double traitement thermique 674 °C/2 h + 618 °C/1 h, %γ_{res} final 1,7 %.</i>	146
Figure 83	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 25 % d'γ_{res} (P-85) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, double traitement thermique 674 °C/2 h + 618 °C/8 h, %γ_{res} final 17,6 %.</i>	147
Figure 84	<i>Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 25 % d'γ_{res} (P-84) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, double traitement thermique 674 °C/2 h + 618 °C/8 h, %γ_{res} final 1,6 %.</i>	147

Figure 85	<i>Adoucissement de l'échantillon P-88 en fonction du nombre de cycles (5% γ initial).</i>	149
Figure 86	<i>Agrandissement de la fréquence de résonance en fonction de la force (P-88).</i>	150
Figure 87	<i>Agrandissement de l'adoucissement de P-86 en fonction du nombre de cycles.</i>	151
Figure 88	<i>Agrandissement de la Fréquence de résonance en fonction de la force P-86.</i>	151
Figure 89	<i>Agrandissement de la variation de la force en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-49.</i>	152
Figure 90	<i>Agrandissement de la Fréquence de résonance en fonction de la force P-49.</i>	152
Figure 91	<i>Agrandissement de la variation de la force en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-82.</i>	153
Figure 92	<i>Agrandissement de la variation de la fréquence de résonance de l'échantillon P-82 en fonction du nombre de cycles.</i>	154
Figure 93	<i>Agrandissement de la variation de la force en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-84.</i>	155
Figure 94	<i>Agrandissement de la variation de la fréquence de résonance de l'échantillon P-84 en fonction du nombre de cycles.</i>	155
Figure 95	<i>Graphique montrant la relation linéaire existant entre la FDR en fonction de la contrainte vraie à 2% de déformation sur un échantillon totalement martensitique (P-70).</i>	156
Figure 96	<i>Fréquence de résonance en fonction de la géométrie de l'échantillon, lot #1 tel que reçu (18,7 %).</i>	158
Figure 97	<i>Figure permettant d'observer que le phénomène de magnétostriction est présent en tension seulement.</i>	160
Figure 98	<i>Effet de la contrainte sur l'inductance du fer et du nickel soumis à des champs de 3 et 20 oersteds respectivement [38].</i>	161
Figure 99	<i>Exemple de la détermination de l'effet de l'austénite résiduelle sur la fréquence de résonance (P-88).</i>	164

Figure 100	<i>Figure montrant le protocole de calibration à l'aide de 3 essais et de 5 mesures d'austénites résiduelle (modèle simplifié).</i>	<i>166</i>
Figure 101	<i>Écart maximum des pourcentages d'austénite initiaux par rapport à la droite d'approximation moyenne.</i>	<i>167</i>
Figure 102	<i>Écart maximum des pourcentages d'austénite après ½ cycle par rapport à la droite d'approximation moyenne.</i>	<i>167</i>

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

TRIP	Transformation induced plasticity
IREQ	Institut de Recherche d'Hydro-Québec
MET	Microscope électronique à transmission
XRD	X-Ray Diffraction
TT	Traitement thermique
ΔS_c	Changement d'entropie volumétrique accompagnant la transformation à T_{eq}
E_{fr}	Énergie de friction causée par la transformation
E_{el}	Énergie élastique
E_{int}	Énergie d'interface
V_{RT}^{γ}	Pourcentage d'austénite résiduelle
V_T^{γ}	Pourcentage volumique d'austénite obtenu à haute température
f_T^S	Stabilité de l'austénite résiduelle
M_s	Température de début de transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement
M_f	Température de fin de transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement
M_d	Température minimale où une transformation induite par la déformation est possible pour un alliage donné
A_{c1}	Température correspondant au début de l'apparition de l'austénite lors du chauffage
γ	Austénite
γ_{res}	Austénite résiduelle

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

UNITÉS ÉLECTRIQUE ET MAGNÉTIQUE

B	champ d'induction magnétique (tesla)
H	champ d'excitation magnétique en A/m
Q	facteur de qualité (Hz·mH/ohm)
R	résistance (ohm)
L	inductance (mH)
C	capacité
δ	profondeur de peau (m)
μ	$\mu_r \times \mu_0$
μ_r	perméabilité du fer doux : 1500
	Tm/A
μ_0	$4\pi \times 10^7$
ω	période [f (Hz) * 2π]
σ	résistivité m/ Ω
ρ	perméabilité Ω /m
I	courant (Ampère)
V	tension (volt)
Ω	ohm

UNITÉS CALORIFIQUES

°C	Celcius
K	Kelvin

UNITÉS FATIGUE

ΔK	variation du facteur d'intensité de contrainte MPa $\sqrt{(m)}$
da/dN	variation de la longueur (a) de la fissure (m) pendant un certain nombre N de cycles de fatigue

UNITÉS GÉOMÉTRIQUES

m	mètre
cm	centimètre
mm	millimètre
μm	micromètre

UNITÉS DE TEMPS

h	heure
min	minute
s	seconde

CONTRAINTE, PRESSION

σ	contrainte vraie (force/surface vraie) (MPa)
R	contrainte de l'ingénieur (force/surface initiale) (MPa)
ε	déformation (%)
N	Newton
Pa	Pascal

UNITÉS FRÉQUENCE

kHz	kilohertz
Hz	Hertz

INTRODUCTION

Les roues de turbines hydrauliques sont soumises à des contraintes cycliques en dessous de la limite d'endurance et occasionnellement à des surcharges lors des démarrages ou incidents. Depuis les dernières années, les arrêts et départs des roues sont devenus plus fréquents pendant des heures de pointe de consommation ce qui tend à diminuer la vie des roues de turbines. Même si le matériau est soumis à des contraintes cycliques sous la limite élastique, il peut exister une zone de déformation plastique au fond des défauts présents dans la pièce manufacturée. À de telles déformations, il serait plausible de suspecter qu'une transformation induite de l'austénite est présente et pourrait modifier la vitesse de propagation d'une éventuelle fissure. Bien qu'aucune étude n'ait été faite à ce sujet sur l'acier inox 415, beaucoup d'études sur les aciers TRIP et austénitiques métastables ont démontré que la transformation induite permettait de ralentir la vitesse de propagation de la fissure pour une plage de ΔK donnée [1, 2].

Les aciers martensitiques sont de bons candidats pour la fabrication des roues de turbines hydraulique étant donné qu'ils résistent bien à la cavitation et offrent d'excellentes propriétés mécaniques. Malheureusement, l'apparition d'une martensite fraîche très fragile dans la région du cordon de soudure rend le procédé d'assemblage très complexe. Afin de diminuer la dureté de cette martensite fraîche, de nouveaux alliages à faible teneur en carbone ont été développés dans les années 60 [3, 4]. Ces nouveaux aciers martensitiques inoxydables à faible pourcentage de carbone sont largement utilisés par les installations pétrochimiques et chimiques, pour la fabrication des roues de turbines hydrauliques ainsi que pour la fabrication d'ailettes de turbines dans le domaine de l'aérospatiale. Le CA-6NM, initialement développé pour la fonderie (13%Cr-4%Ni-0,6%Mo) et 415 pour sa version laminée est un acier inoxydable martensitique à bas pourcentage de carbone. Cet alliage détient une bonne soudabilité, un produit (limite élastique • ténacité) très élevé, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion.

Au cours de cette étude, nous allons nous concentrer sur la version laminée du CA-6NM; le 415. Bien que ce matériau ait été développé il y a plus de 40 ans, très peu d'études ont été faites à son sujet et encore moins en ce qui concerne son comportement en fatigue [5, 6]. À cause de l'intérêt grandissant pour l'application de ce matériau dans la fabrication des pipelines, de nouvelles études ont soulevé des notions très intéressantes. En effet, suite à des traitements thermiques spécifiques, il est possible d'obtenir une austénite résiduelle suffisamment instable pour transformer en martensite sous l'application d'une déformation. Ce phénomène de transformation induite est largement utilisé lors de la conception des aciers TRIP. Certains auteurs ayant travaillé sur ce sujet affirment que les meilleures propriétés en ténacité du 415 sont obtenues avec la température de traitement donnant le maximum d'austénite résiduelle [7]. Ainsi, il a été montré qu'il est possible de transformer l'austénite résiduelle présente dans le 415, mais les conditions exactes de transformation demeurent jusqu'à présent inconnues (amplitude de déformation, nombre de cycles, température).

La découverte de cette transformation possible soulève un questionnement : serait-il possible d'optimiser les traitements thermiques afin d'augmenter la vie en fatigue de certaines pièces fabriquées en CA-6NM. Pour répondre à cette question, cette étude propose de reproduire le comportement du 415 en bout de fissure par des essais oligocycliques et de voir sous quelles conditions la transformation de l'austénite résiduelle est probable. Les paramètres variables des essais de fatigues seront l'amplitude de déformation, le nombre de cycles et la stabilité de l'austénite résiduelle. La stabilité de l'austénite sera modifiée avec différentes températures et types de traitement thermique.

Afin de pouvoir suivre la transformation de l'austénite résiduelle en temps réel pendant les essais de fatigue oligocyclique, un système d'acquisition basé sur un circuit résonnant RLC sera conçu et calibré. Les teneurs en austénite résiduelle de tous les échantillons seront mesurées par rayons X (XRD).

La caractérisation de la stabilité de l'austénite résiduelle nécessite une tâche laborieuse. Étant donné les délais trop courts, cette étude ne pourra donc pas détailler tous les paramètres affectant la stabilité de l'austénite résiduelle telle la morphologie.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Nomenclature du CA-6NM

La notation du CA-6NM est faite selon la nomenclature ACI. Le C en première position indique qu'il s'agit d'un matériau résistant à la corrosion. En effet, cet alliage a démontré une certaine résistance à la corrosion sous tension dans des environnements de chlore et de H₂S [3, 8, 9]. La lettre A indique le pourcentage de chrome et de nickel selon la norme ACI (Figure 1) et le NM indique la présence de nickel et de molybdène. Le 6 après le tiret indique que le pourcentage de carbone est maintenu en dessous de 0,06% afin d'assurer une bonne soudabilité, une meilleure résistance à la corrosion ainsi qu'une ténacité accrue d'un joint brut de soudage. La composition exacte du CA-6NM est présentée au Tableau 1.

Tableau 1

Composition chimique typique en % massique du CA-6NM [10]

Nom	Nomenclature UNS	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo
CA-6NM	S41500	0,05	0,5-1	0,6	11,5-14	3,5-5,5	0,03	0,03	0,5-1

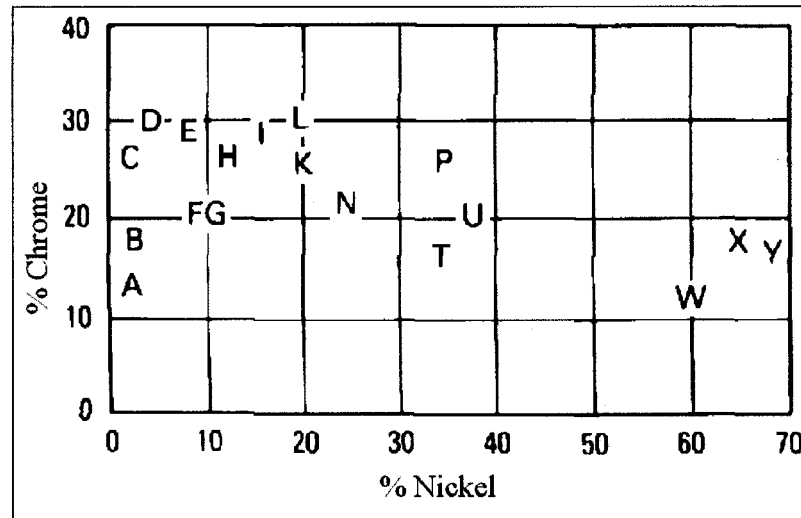


Figure 1 *Pourcentage de chrome et de nickel selon la nomenclature ACI pour les aciers de fonderie [10].*

1.2 Plasticité de transformation

La plasticité de transformation ou effet « TRIP » Transformation Induced Plasticity, peut se définir comme suit : transformation de phase induite par déformation à une température au-dessus de la température d'équilibre thermodynamique. Cette nouvelle phase est accompagnée d'un changement de volume [11]. En d'autres mots, la plasticité de transformation consiste à obtenir une phase métastable à la température de l'essai, suffisamment instable pour qu'un apport d'énergie sous forme de déformation permette à cette dernière de se transformer. Dans le 415, c'est l'austénite résiduelle qui se transformera en martensite. Il est intéressant de remarquer que grâce à l'effet TRIP, l'obtention d'une haute limite d'élasticité entraîne simultanément une augmentation de la ductilité du matériau. Dans cette section, nous allons premièrement décrire l'effet de la plasticité de transformation sur les propriétés mécaniques du matériau, deuxièmement, nous allons regarder les conditions thermodynamiques de sa transformation et finalement, nous discuterons de la calibration de la stabilité de l'austénite résiduelle en fonction des conditions d'utilisation du matériau.

1.2.1 Propriétés mécaniques améliorées par la plasticité de transformation

La plasticité de transformation améliore dans la majorité des situations la ténacité des matériaux tout en maintenant une haute limite d'écoulement. En effet, elle permet dans un premier temps d'augmenter grandement la ductilité en retardant la striction et deuxièmement, d'augmenter la ténacité d'un matériau. La gamme des aciers à effet TRIP est celle qui a simultanément les limites d'élasticité et de ténacité les plus élevées [12].

La ductilité accrue est causée par le taux d'écrouissage amélioré et progressif que génère la transformation de l'austénite en martensite. Prenons ici l'exemple d'un test de traction uniaxiale. L'échantillon à sa surface détient des imperfections provoquant une gamme de concentrations de contraintes. Lors de l'application de la contrainte, c'est à l'endroit du défaut causant la plus grande intensité de contrainte que la limite d'élasticité du matériau sera atteinte en premier. À cet endroit précis, il y aura une réduction de la section (striction) de l'échantillon causant une augmentation de la contrainte par rapport à la section avoisinante. Si aucun écrouissage n'est présent à l'endroit de la striction, la déformation subséquente continuera à cet endroit. Cependant, si un écrouissage suffisant est produit à l'endroit de la striction, la déformation suivante se produira à un autre endroit moins déformé. Mathématiquement, la déformation est mécaniquement stable tant que le critère de Considère sera respecté.

$$d\sigma/d\varepsilon > \sigma$$

Équation 1-1 Critère de Considère [13]

C'est pour cette raison que les aciers TRIP présentent de grandes elongations lors des tests de traction. Lorsque la stabilité de l'austénite résiduelle est bien calibrée, cette dernière transformera doucement et graduellement afin qu'au cours de la déformation, le taux d'écrouissage de l'échantillon réponde au critère de Considère [14]. Lorsqu'il n'y a plus

assez de transformation et que le taux d'écrouissage devient trop faible, il y aura instabilité mécanique et la striction apparaîtra.

1.2.2 Diminution de la vitesse de propagation de la fissure dans le 415 par la plasticité de transformation

Auparavant, l'explication exacte de la ténacité accrue lors de la présence d'austénite résiduelle dans le 415 était un sujet controversé. Plusieurs mécanismes ont été suggérés.

- L'austénite vidangeur : l'austénite agit comme une éponge et diminue la présence de polluants aux joints de grains comme le phosphore et le soufre. Avec la présence d'austénite résiduelle, les faciès de rupture inter granulaire sont réduits voir même éliminés. La ténacité est donc augmentée [15].
- Lorsque l'austénite est uniformément distribuée, elle agit comme un absorbeur de chocs [5].
- L'austénite contrôle le phénomène de fragilisation lors du recuit [5].
- Modèle d'émoussement en bout de fissure [15]. L'austénite avec ses nombreux plans de glissement comparativement à la martensite, déforme plus, ce qui permet de diminuer le rayon en bout de fissure et ainsi diminuer la concentration de contrainte en cet endroit.

Ce n'est que tout dernièrement avec des analyses par diffraction X sur un échantillon de résilience Charpy, qu'il a été découvert que le pourcentage d'austénite résiduelle présent sur le faciès de rupture était plus faible que celui présent au cœur de l'échantillon [4]. De cette observation, deux autres modèles ont été suggérés pour le 415 afin d'expliquer la ténacité accrue lorsqu'il y a présence d'austénite résiduelle en assez grande quantité.

- L'énergie de déformation est absorbée par la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$.

- L'expansion volumétrique suite à la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ tend à fermer le bout de la fissure en créant des contraintes résiduelles en compression.

D'après Bilmes et al. [4], l'expansion volumétrique causée par la transformation (structure cubique à face centrées \rightarrow quadratique centrée) est reconnue pour être le mécanisme ayant le plus grand effet sur la ténacité accrue du 415 lorsque celui-ci contient un assez grand pourcentage d'austénite résiduelle. En effet, cette expansion (le volume spécifique de la martensite est d'environ 4% plus élevé que celui de l'austénite [16] produit des contraintes résiduelles de compression en bout de fissure, et force la fissure à se refermer. La Figure 2 montre un exemple de la transformation martensitique le long de la fissure [17].

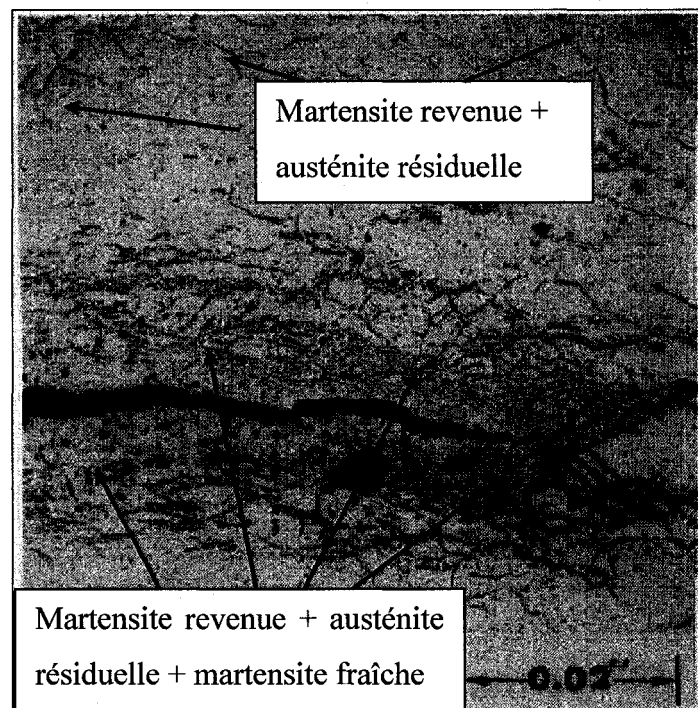


Figure 2 *Transformation induite de l'austénite résiduelle en martensite le long d'une fissure [17].*

1.2.3 Thermodynamique de la plasticité de transformation

Plusieurs paramètres affectent la stabilité de l'austénite résiduelle : sa composition chimique, sa taille, sa distribution (morphologie) ainsi que la déformation appliquée sur celle-ci. Dans la prochaine partie, nous allons présenter une équation décrivant les conditions thermodynamiques de la plasticité de transformation. Bien que cette représentation reste plus pédagogique que pratique étant donné la complexité d'évaluer tous les paramètres de l'équation, cette dernière explique clairement l'interaction entre les principaux éléments pouvant affecter la stabilité de l'austénite résiduelle.

La transformation de l'austénite résiduelle est conditionnelle et aura lieu lorsque les conditions thermodynamiques seront respectées. En effet, le système évoluera de manière à minimiser son énergie libre. Il y aura donc transformation lorsque l'énergie de déformation (le membre de droite dans l'Équation 1-2) sera plus grande que l'énergie que « coûte » la transformation (le membre de gauche de la même équation).

$$\Delta Sc_{eq} (T_{eq} - T)dV + E_{fr} dV + E_{el}(V)dV + E_{int.}(V)dV \leq \sigma d\varepsilon = \varepsilon_v dV$$

T la température absolue du système

T_{eq} la température absolue à laquelle la martensite devient stable

ΔSc_{eq} : Changement d'entropie volumétrique accompagnant la transformation à T_{eq} .

E_{fr} : Énergie de friction causée par la transformation.

E_{el} : Énergie élastique.

E_{int} : Énergie d'interface.

σ : Contrainte appliquée.

ε_v : Déformation.

V : Volume.

dV : Variation du volume.

Équation 1-2 Conditions thermodynamiques de la plasticité de transformation [11]

Si aucune déformation n'est appliquée, l'austénite transformera à la température $T = M_s$, température plus basse que T_{eq} et donnée en annulant le membre de gauche dans l'Équation 1-2. En effet, le membre de gauche décrit la thermodynamique réelle de la transformation martensitique en tenant compte de l'énergie de friction interne (E_{fr}), l'énergie élastique (E_{el}) et l'énergie d'interface (E_{int}) entre la martensite et l'austénite. Si les énergies de friction (E_{fr}), élastiques (E_{el}) et d'interface (E_{int}) présentes entre les phases d'austénite résiduelle et de martensite étaient nuls, le M_s serait égal à la température d'équilibre. Or, comme ces termes ne sont pas nulles, une énergie ΔG_{crit} est nécessaire pour faire évoluer le système et un gradient de température peut être la source de cette énergie : $\Delta G_{crit} = \Delta S_{c_{eq}} (T_{eq} - T)$.

La Figure 3 illustre ces paramètres sur un diagramme d'énergie libre. Ce graphique trace les lignes d'énergie libre de la martensite et de l'austénite résiduelle en fonction de la température. Dans ce genre de graphique, c'est la ligne la plus basse qui représente l'état thermodynamiquement le plus stable. Au-dessus de la température d'équilibre représentée ici par T_{eq} , c'est l'austénite qui est la plus stable et en dessous, c'est la martensite. Cependant, la transformation ne sera possible qu'à la température M_s pour permettre à l'énergie critique ΔG_{crit} de servir d'énergie motrice (« driving force »).

Maintenant, si le système est à une température T supérieure à M_s , la transformation ne pourra avoir lieu que si une énergie supplémentaire est apportée au système. Une énergie mécanique (le terme de droite de l'équation 1-2) permettra alors, d'atteindre l'énergie critique (donc avoir la force motrice) pour permettre la transformation de l'austénite en martensite. C'est en appliquant des énergies de déformation sur l'austénite qu'on pourra transformer au-dessus du M_s . Dans cette figure, cette énergie mécanique nécessaire est représentée par $u' = \Delta G_{crit} - \Delta G_{ch}$.

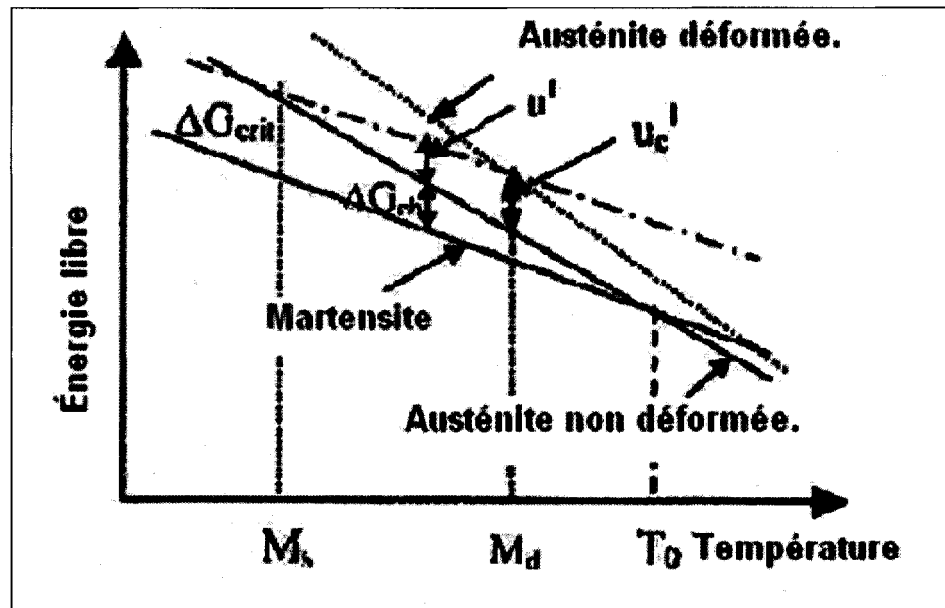


Figure 3 *Diagramme d'énergie libre de la plasticité de transformation*[18].

Cette figure schématise bien l'équation thermodynamique et permet de prévoir précisément lorsque l'austénite transformera. Cependant, à cause des difficultés à trouver les termes contenus dans le ΔG_{crit} et à évaluer les contraintes vraies appliquées sur la phase austénitique tout au long de sa transformation, il devient beaucoup plus facile de caractériser la stabilité de l'austénite par des essais expérimentaux.

En pratique, ce n'est pas parce qu'une déformation suffisante respectant les conditions thermodynamiques est appliquée sur le matériau que toute l'austénite transformera spontanément au premier cycle de déformation. Comme il sera discuté prochainement, le matériau contient plusieurs types d'austénites plus ou moins stables à l'intérieur de la matrice. De plus, la transformation austénitique absorbe l'énergie appliquée. Par conséquent, ce sera les types d'austénite les plus instables qui utiliseront l'énergie de déformation lors des premiers cycles de fatigue pour effectuer leur transformation (stabilité chimique faible, meilleur transfert de déformation par la microstructure avoisinante).

Une méthode simple de caractériser la stabilité de l'austénite résiduelle est de mesurer son M_s expérimentalement. Comme nous l'avons vu plus haut, le M_s est intimement relié avec la température d'équilibre et avec les paramètres constituant le ΔG_{crit} . Étant donné que ces paramètres affectant le ΔG_{crit} varient plutôt avec la distribution des phases et non avec la concentration, il a été démontré que le M_s pouvait être approximé par la composition de l'alliage pour des microstructures similaires.

$$M_s(^{\circ}C) = 492 - 125 \times (wt.\%C) - 65.5 \times (wt.\%Mn) - 10 \times (wt.\%Cr) - 29 \times (wt.\%Ni)$$

Équation 1-3 Température M_s d'un acier inoxydable 13%Cr à bas carbone en fonction de la composition chimique [4]

Cependant, il est important de prendre conscience qu'il s'agit ici de la température où la martensite débutera sa transformation dans une matrice similaire à celle où l'équation a été établie. En effet, comme nous avons discuté précédemment, la température d'équilibre correspondant au croisement des deux courbes de la Figure 3 peut à priori être approximée par la composition chimique de l'échantillon. Toutefois, le ΔG_{crit} dépendant de l'énergie élastique, d'interface, et de friction est d'avantage fonction de la microstructure que de la composition. Pour ces raisons, l'Équation 1-3 est rarement précise, mais elle reste toutefois un bon outil afin de donner un ordre de grandeur de la stabilité du matériau. Plus le M_s est faible, plus l'austénite est stable.

Un autre moyen simple et rapide permettant de comparer la stabilité de l'austénite est par l'étude de sa composition chimique. La température d'équilibre (T_{eq}) varie avec la composition en éléments gammagènes et alphagènes de la phase en question. En effet, plus le rapport des éléments gammagènes/éléments alphagènes sera élevé, plus l'austénite sera stable chimiquement. Les éléments gammagènes sont : nickel, carbone, manganèse, azote, cobalt et cuivre. Les éléments alphagènes sont : chrome, molybdène, silicium, aluminium, titane, vanadium. Bien sûr, dans le 415, seuls les éléments tels le nickel, molybdène, chrome,

carbone et azote sont en assez grande proportion pour affecter significativement la stabilité de l'austénite résiduelle. L'Équation 1-4 représente le chrome équivalent.

$$\text{Cr}_{\text{eq}} = 20 - [\% \text{Cr} + 1,5\text{Ni} + 0,7\text{Si} + 0,75\text{Mn} + K_m(\text{C} + \text{N}) + 0,6\text{Mo} + 1,5\text{V} + 1,1\text{W} + 0,2\text{Co} + 0,2\text{Cu} + 1,9\text{Ti} - 0,1\text{Al}]$$

Équation 1-4 Détermination du chrome équivalent en fonction de la composition chimique du matériau (Km varie avec la composition de carbone et d'azote) [19]

1.3 Traitement thermique du 415

À cause de la faible ductilité ou ténacité d'une martensite fraîche de trempe, le 415 ne peut être utilisé après avoir été soudé ou austénitisé. Par conséquent, un ou des traitements thermiques de revenu doivent être effectués.

1.3.1 Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction de la température de revenu

La Figure 4 montre le pourcentage d'austénite résiduelle en fonction de la température d'un traitement thermique et d'une trempe à l'air sur le CA-6NM initialement 100% martensitique. Ces résultats montrent très bien que le pourcentage d'austénite résiduelle forme une cloche ayant un maximum d'environ 25% pour un revenu à une température d'environ 625°C.

La Figure 5 montre plus schématiquement le pourcentage des phases obtenues après trempe en fonction de la température de traitement pendant 1h. En effet, lorsque l'on chauffe au-dessus de 570 °C, une partie de la matrice martensitique revenue se transforme en austénite résiduelle. Entre 570°C et 630°C toute l'austénite ainsi apparue lors du traitement restera après le refroidissement. À ce moment, le M_s (température correspondant au début de transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement) ainsi que le M_f (température de fin de transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement) sont tous les deux en dessous de la température ambiante. Lorsque la température augmente

au-dessus de 625°C environ, le % d'austénite formé lors du traitement croît toujours, mais tend à ne plus être stable après la trempe et retransforme lors du refroidissement à cause d'un enrichissement en éléments gammagènes décroissant. C'est pour cette raison que l'on détecte alors de plus en plus de martensite retransformée « fraîche » après le refroidissement. L'enrichissement plus pauvre en éléments gammagènes lors du traitement thermique provoque ainsi une augmentation du M_s et du M_f . Au-dessus de 625°C, c'est le M_s qui passe au-dessus de la température ambiante et après 680°C, c'est au tour du M_f à passer au-dessus de la température ambiante. La courbe rose indique le pourcentage d'austénite présent à la température de traitement. Les données utilisées pour le traçage de la courbe rose proviennent d'un essai de dilatométrie présenté en Annexe 1. Les mécanismes à l'origine de ces changements de phases et de l'enrichissement en éléments gammagènes seront expliqués plus en détail dans la prochaine partie

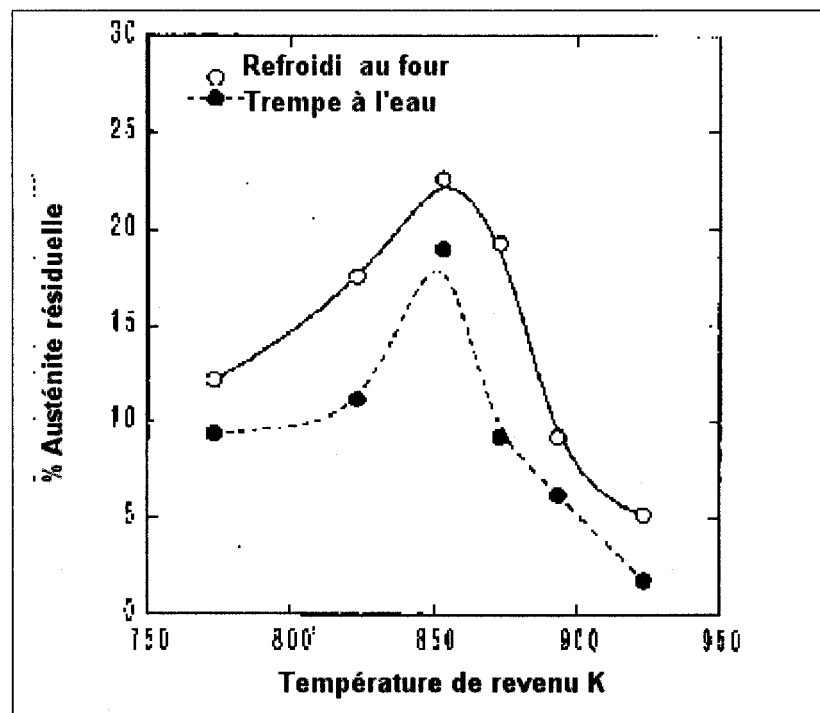


Figure 4 Pourcentage d'austénite résiduelle d'un CA-6NM en fonction de la température de revenu pendant 2 heures [5].

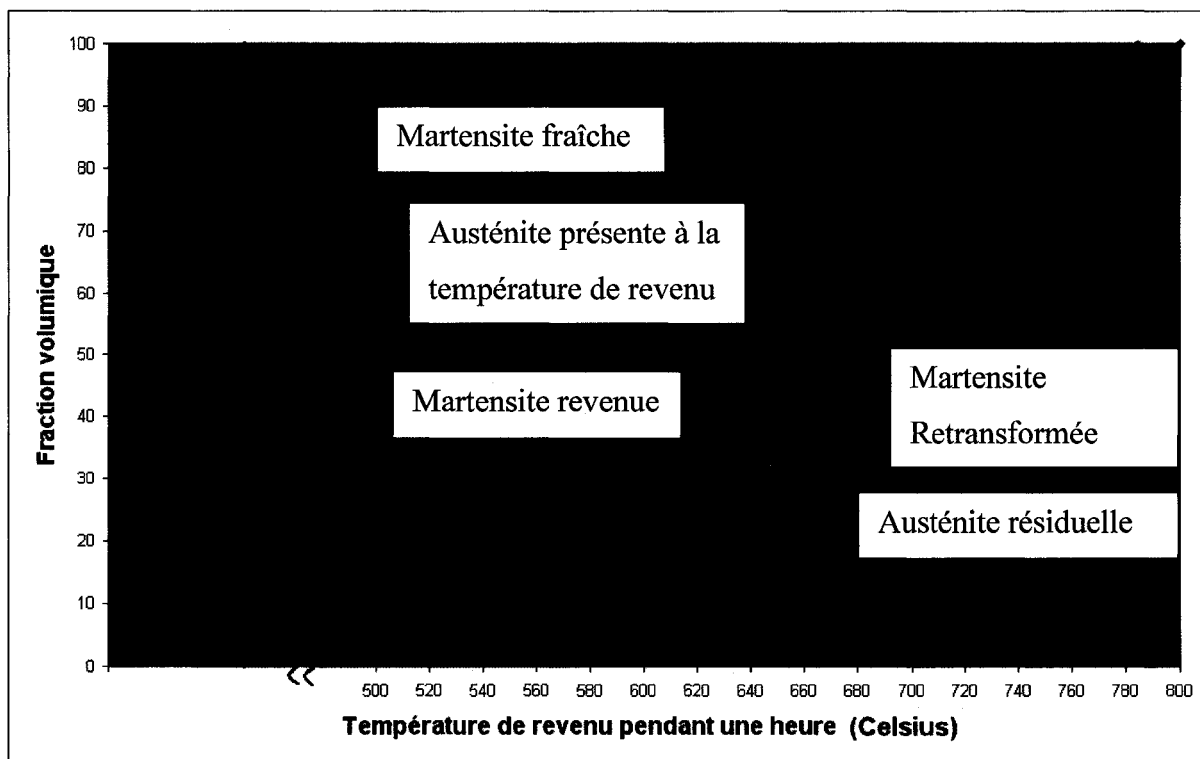


Figure 5 *Pourcentage volumique des phases en présence après trempe dans un 415 (lot#2) en fonction de la température de revenu (1h). Adapté des travaux de [7].*

Dans la prochaine partie, les propriétés mécaniques du 415 et du CA-6NM seront présentées en fonction de la température de revenu après austénitisation.

La Figure 6, la Figure 7 et la Figure 8 montrent clairement que les propriétés de ductilité et de ténacité sont maximales pour la température de traitement donnant un maximum d'austénite résiduelle. Bien que la température de traitement thermique donnant le maximum d'austénite résiduelle est reconnue pour donner le meilleur produit limite d'élasticité • ténacité, il est important de savoir que celui-ci diminue toutefois considérablement la limite élastique par rapport à une température de revenu donnant une structure 100% martensite. Toutefois, à la température de traitement donnant le maximum d'austénite résiduelle, la limite élastique demeure très acceptable (650-700 MPa).

Des études récentes ont montré que le meilleur compromis entre une haute ténacité, haute ductilité et limite d'écoulement du 415, était obtenu lorsqu'un double traitement thermique

(hypercritique + intercritique) était réalisé après une austénitisation [3, 4]. En effet, un tel TT permet d'atteindre le maximum d'austénite résiduelle possible (25%) et permet d'obtenir une microstructure plus finement distribuée que celle obtenue lors d'un simple traitement thermique.

La principale raison des propriétés légèrement supérieures pour le double revenu est qu'avec le simple revenu, un compromis doit être fait lors du choix de la température de revenu afin d'effectuer un bon revenu de la martensite, qui implique des températures plus hautes pour augmenter le phénomène de précipitation des carbures et assez basses pour permettre une bonne stabilisation de l'austénite résiduelle. Cependant, comme on peut le voir sur la Figure 5, si on monte trop haut en température (au-dessus de 630°C) il y aura présence de martensite fraîche au refroidissement, et si la température de revenu est trop basse, la faible vitesse de précipitation nécessitera des temps de maintien trop longs et onéreux.

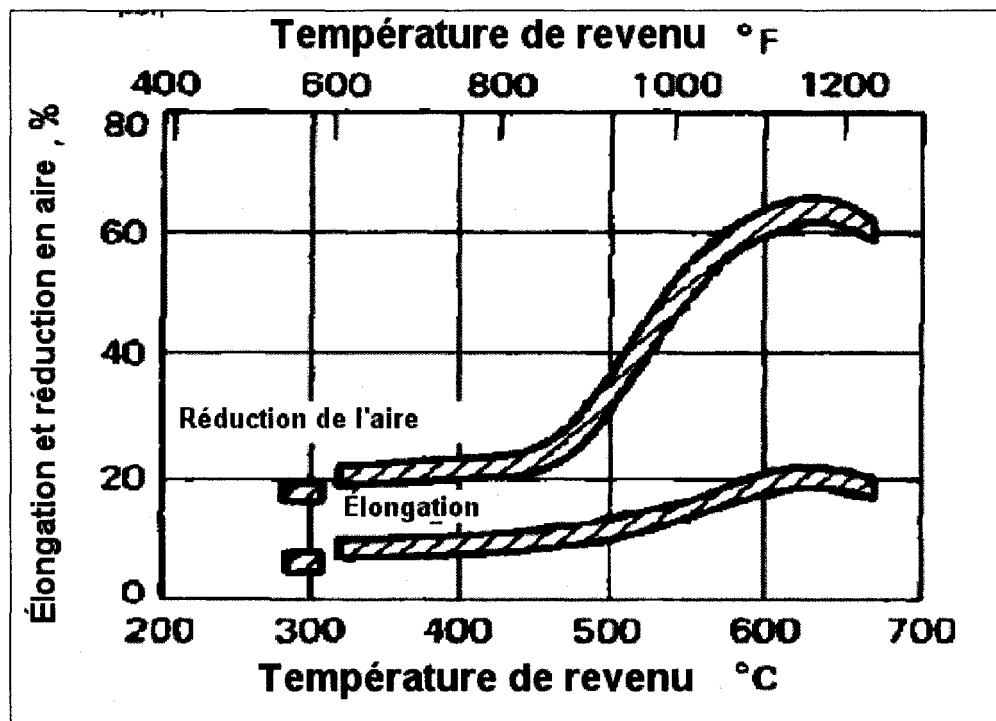


Figure 6 Ductilité du CA-6NM en fonction de la température de revenu[20].

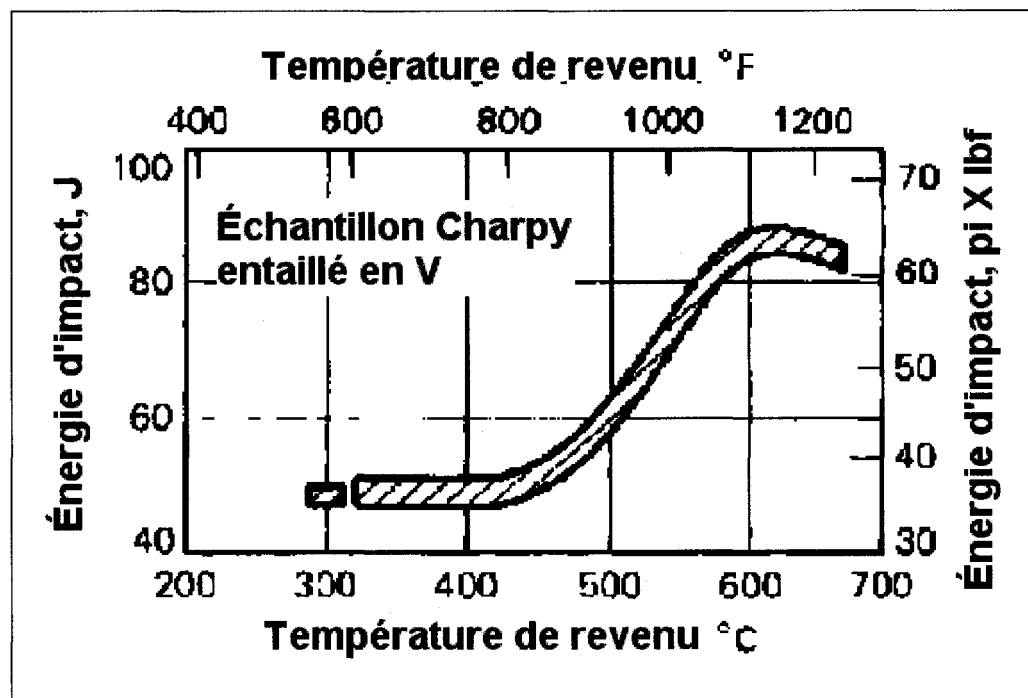


Figure 7 Énergie d'impact du CA-6NM en fonction de la température de revenu [20].

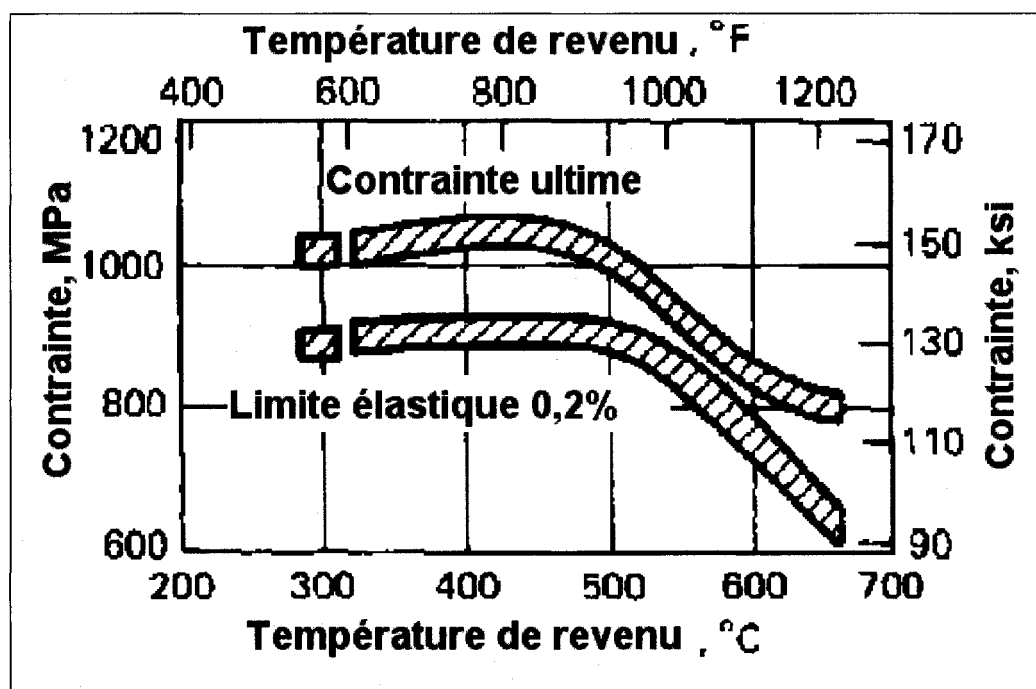


Figure 8 Limite élastique et limite ultime du CA-6NM en fonction de la température de revenu [20].

1.3.2 Austénitisation

À cause du bas pourcentage de carbone dans le 415, un faible pourcentage de ferrite δ (estimé par le diagramme de Schaeffler) est normalement présent après le procédé de soudage. La présence de cette phase conduit à de faibles ténacités lors d'un impact même si la majorité de la microstructure présente une bonne ténacité. La seule façon de dissoudre cette ferrite δ est d'effectuer une austénitisation (950°C, 1h) [3, 4, 15].

1.3.3 Effet des traitements thermiques sur la microstructure et sur la composition chimique des phases

1.3.3.1 Détermination de la température de l'apparition de l'austénite

Pour chaque lot de 415 ayant des compositions chimiques différentes, la température de traitement peut être légèrement différente. De récentes études ont analysé l'effet de la température de traitement sur le pourcentage d'austénite résiduelle [5, 7, 21-24]. Chacune des études obtient une courbe similaire à celle de la Figure 5 avec un maximum décalé variant entre 577°C [5] et 650°C [7]. Cette différence étant reliée à la composition ainsi qu'au temps du traitement thermique.

Afin de cibler une température de traitement thermique en fonction de la composition du 415, il existe une équation empirique reliant la température A_{c1} du matériau en fonction de sa composition. L'Équation 1-5 donne cette température en fonction de la composition de l'alliage.

$$A_{c1}(^{\circ}\text{C}) = 850 - 1500(\text{C} + \text{N}) - 50\text{Ni} - 25\text{Mn} + 25\text{Si} + 25\text{Mo} + 20^{\circ}(\text{Cr} - 10)$$

Équation 1-5 Température de début de transformation (A_{c1}) développée empiriquement pour un 13% Cr avec environ 0.05%C [9]

Cette équation est donc plus précise pour trouver le A_{c1} que simplement utiliser le diagramme de phase montré à la Figure 9. Sur cette figure, les deux lignes rouges sur le diagramme de phase montrent la température correspondant au début (A_{c1}) et à la fin (A_{c3}) de la zone $\alpha' + \gamma$ pour un acier inoxydable martensitique contenant 4% Ni et 13% Cr. D'après ce diagramme, la zone marquant le début d'apparition de l'austénite jusqu'à ce que la microstructure soit 100 % austénitique est située environ à 620 °C et 720 °C respectivement.

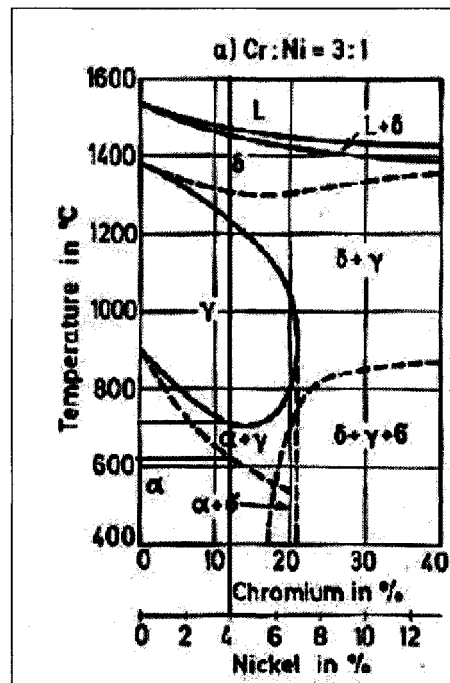


Figure 9 *Diagramme de phase en fonction d'un acier martensitique contenant 4% Ni et 13 % Cr montrant la température du début et de la fin de la zone $\alpha + \gamma$ [25].*

1.3.3.2 Le cas particulier du double revenu

1.3.3.2.1 Premier revenu ($\sim A_{c1} + 70^\circ\text{C}$)

Après la trempe, le premier revenu est effectué à environ 70°C au-dessus de l' A_{c1} afin de permettre une précipitation rapide des carbures au sein de la matrice de martensite. A cette température, une grande partie de la martensite se transforme en austénite. En utilisant le diagramme de phase à la Figure 9 et la loi des leviers inverses, nous pouvons prédire qu'à cette température, la matrice sera composée d'environ 70% austénite et 30% martensite. A ce moment, les éléments gammagènes peu solubles dans la phase martensitique tel le nickel, le manganèse, le carbone et l'azote migrent préférentiellement dans la phase austénitique. Cet enrichissement provoque un abaissement de la T_{eq} de la phase austénitique (et donc sa M_s) et passe ainsi en dessous de la température ambiante. À la fin du TT, la diffusion ayant eu lieu, la concentration en éléments gammagènes au sein de la phase austénitique a augmenté comparativement à la composition initiale du matériau. Par contre, si les temps des TT ou le pourcentage d'austénite présent lors du TT est importante, la composition ne sera pas nécessairement homogène et restera insuffisante pour stabiliser toute l'austénite présente (en particulier au centre des îlots d'austénite formés). Ainsi, si un trop grand pourcentage d'austénite est présent à cette température de traitement thermique, relativement peu d'austénite restera stable après refroidissement. Il existe donc un compromis entre le % d'austénite présente et la possibilité de l'enrichir suffisamment. Contrairement à un acier inoxydable austénitique, le 415 ne possède pas assez d'éléments gammagènes pour permettre d'être totalement austénitique à température ambiante. Cependant, en effectuant des revenus à des températures légèrement au-dessus du A_{c1} , cet alliage contient assez de nickel pour stabiliser et obtenir grossièrement 20% à 25% d'austénite résiduelle.

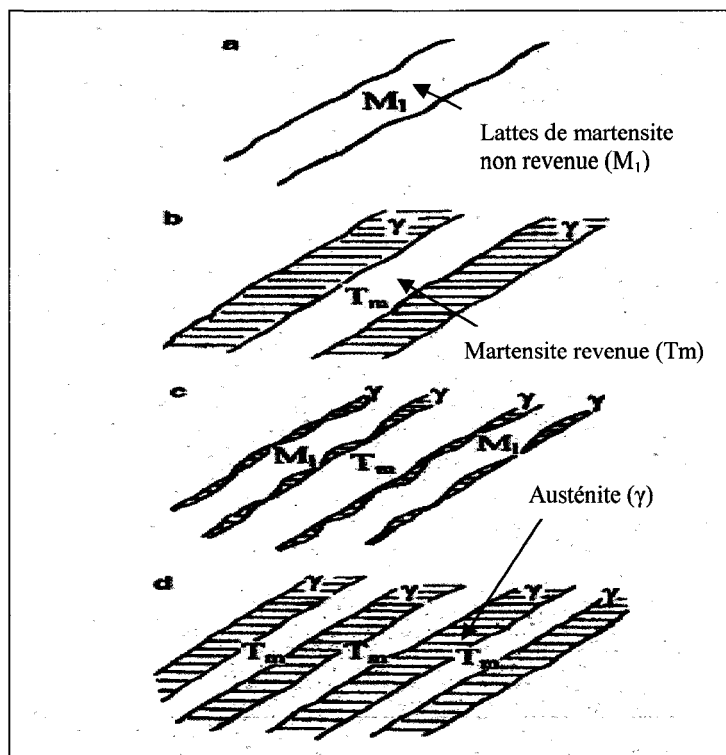


Figure 10 *Microstructure du 415 pendant les différentes étapes du double traitement thermique. (a) 950°C/1h/air, (b) 950°C/1h/air + 670°C/pendant le chauffage, (c) 950°C/1h/air + 670°C/2h/air (après refroidissement), (d) 950°C/1h/air + 670°C/2h/air + 600°C/2h/air [4].*

Au point de vue des microstructures générées, nous pouvons schématiser le premier revenu tel qu'illustré à la Figure 10b) et c). Comme il est montré, seule l'austénite avoisinante de la martensite est suffisamment stabilisée pour rester après refroidissement. Cette inhomogénéité d'enrichissement est causée par la faible vitesse de diffusion du nickel, laissant une plus grande concentration dans l'austénite avoisinant la martensite. Après ce premier revenu, nous avons une martensite revenue ayant une composition inférieure en éléments gammagènes par rapport à la composition initiale de l'alliage, une martensite fraîche ayant une composition supérieure en éléments gammagènes et une austénite résiduelle possédant une composition suffisamment riche en nickel et stabilisée mécaniquement pour être présente à la température pièce [3, 4, 7, 9].

1.3.3.2.2 Deuxième revenu (intercritique $\sim A_{c1}$)

Durant le second revenu à une température avoisinante de A_{c1} (intercritique), une nouvelle austénite apparaît entre les interfaces de martensite fraîche/austénite (zone riche en éléments gammagène - voir plus haut). Dans un même temps, la martensite fraîche du premier revenu s'adoucit pour finalement donner au refroidissement la microstructure présentée à la Figure 10d). Lorsque la température de revenu n'excède pas trop la température de début d'austénitisation (disons en dessous de 40°C), le faible pourcentage d'austénite présent à cette température sera hautement enrichi en éléments stabilisateurs. L'enrichissement relatif dans l'austénite sera alors assez élevé (combiné bien sûr avec la pression hydrostatique) pour diminuer la température de début de transformation martensitique de cette phase en dessous de la température ambiante et augmenter la stabilité mécanique de cette phase. Pour cette raison, très peu, voire aucune austénite, ne transformera au refroidissement. Étant donné que la stabilité est contrôlée par la diffusion, une plus grande quantité d'austénite est stabilisée et un meilleur vieillissement de la martensite est assuré lorsque le deuxième traitement est plus long (8 h) [9]. En effet, d'après les travaux de Bilmes et al., un traitement de 8 h produira une matrice contenant 25 % d'austénite résiduelle versus 19 % pour un traitement de 2 h.

1.4 Calibration de la stabilité de l'austénite résiduelle dans le 415 et autres aciers TRIP

1.4.1 Facteurs affectant la stabilité de l'austénite résiduelle

La prochaine partie sera basée principalement sur une étude détaillée expliquant l'effet de la microstructure et de l'interaction entre les différentes phases sur la stabilité de l'austénite résiduelle [26]. Bien que les aciers TRIP ne possèdent pas la même structure que le 415, les principes fondamentaux affectant la stabilité restent les mêmes. La microstructure d'un acier TRIP est typiquement constituée de ferrite polygonale, de bainite, d'austénite résiduelle et de martensite.

Timokhina et al.[26] ont analysé la stabilité de l'austénite résiduelle contenue dans deux aciers TRIP différents. Cette étude est particulièrement intéressante pour comprendre comment fonctionne l'effet TRIP. Les deux alliages contenaient des pourcentages d'austénite résiduelle initiaux similaires, (14 %) mais n'ont pas eu la même ductilité lors d'essais de traction uniaxial. Les auteurs expliquent ceci par le fait que la totalité de l'austénite résiduelle a transformé trop rapidement dans un des aciers, ce qui a généré un taux d'écrouissage important et court. Par conséquent, une instabilité mécanique est rapidement apparue (Figure 11).

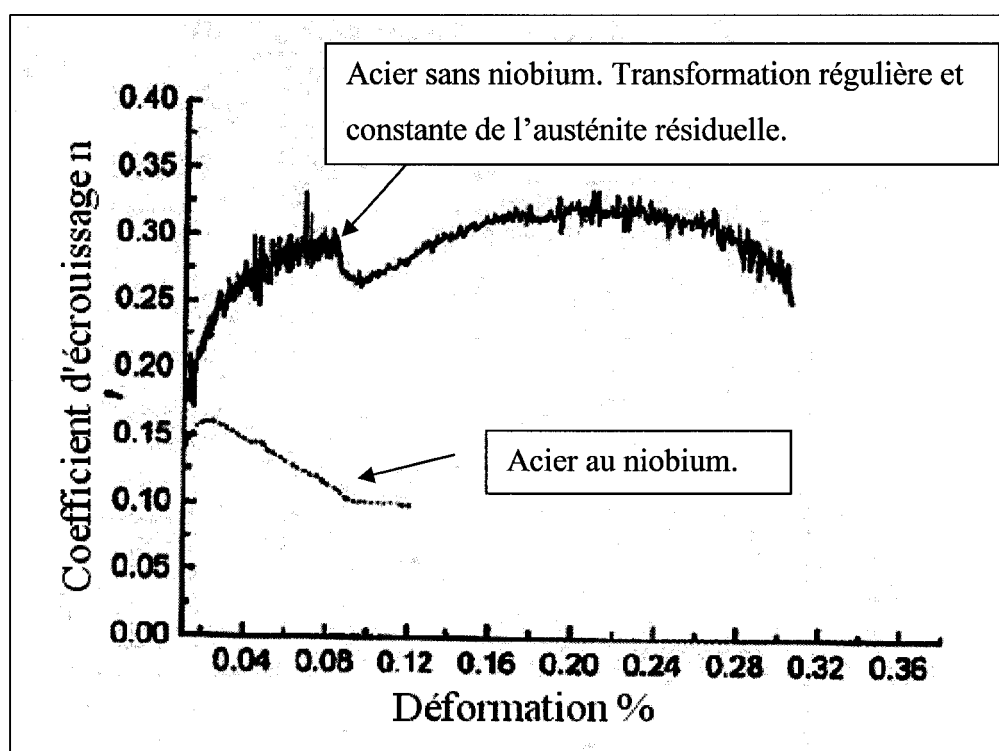


Figure 11 Coefficient d'écrouissage pendant un test de traction uniaxiale sur deux aciers TRIP. L'acier au Nb correspond à la courbe du bas [26].

Afin d'expliquer ces résultats, l'auteur a caractérisé la stabilité de l'austénite résiduelle contenue dans les deux aciers à l'aide d'observations au MET. Premièrement, tous les types d'austénite résiduelle à l'intérieur de la matrice ont été localisés. Par la suite, des mesures de

quantification ont été faites à différents stades d'élongations. Voici le tableau résumant les résultats de l'auteur.

Tableau 2

Distribution de l'austénite résiduelle à l'intérieur de la microstructure [26]

	Déformation, (ϵ)							
	0-0,06		0,1		0,14		0,2	
Types d'austénite	Non-Nb	Nb	Non-Nb	Nb	Non-Nb	Nb	Non-Nb	Nb
% relatif γ entre bainite	~80	~70	~85	~90	~90	~95	~95	~99
% relatif γ entre bainite et ferrite	~18	~25	~15	~10	~10	~5	~5	<1
% relatif γ entre ferrite polygonale	~2	~5	0	<1	0	<1	0	0
% absolu d' γ	13	11	12	10	11	8	8	5
% absolu de martensite	8	13	9	14	10	15	12	18

Il est légitime de négliger les effets des différences de composition chimique dues à l'élaboration de ces deux aciers sur l'effet TRIP. Il est alors possible de tirer des conclusions sur l'effet de taille, morphologie et distribution à l'intérieur de la microstructure (interaction entre les différentes phases) sur l'effet TRIP. En résumé, l'idée générale est que l'acier ayant eu un meilleur comportement en fatigue est celui où l'austénite a transformée lentement et graduellement tout au long de la déformation. Ceci a eu pour conséquence d'assurer un taux d'écrouissage suffisant afin d'éviter toute instabilité mécanique durant la déformation.

Les auteurs ont ainsi remarqué que dans l'acier où l'effet TRIP été le moins marqué, des gros blocs d'austénite résiduelle sont localisés entre les grains de ferrite et se transforment très facilement au cours de la déformation et ne contribuent donc pas à l'effet TRIP. Inversement,

la présence de carbure (NbC en particulier) dans ce même acier semble permettre la stabilisation de très petits grains d'austénite et que ces petits grains ne se transforment pas pendant la déformation du matériau. De ces observations, découlent deux conclusions au sujet de l'effet de la taille des grains d'austénite résiduelle :

- Si les grains d'austénite résiduelle sont plus grands que 1 micron, ils sont trop instables et transforment trop rapidement. En effet, si les grains sont trop gros, l'enrichissement en éléments gammagènes est plus faible. Deuxièmement, plus un grain d'austénite est gros, plus il possède de sites potentiels pour la nucléation de la martensite.
- Inversement, pour les deux mêmes considérations, si les grains sont trop petits, ils ne transformeront pas.

De plus, les propriétés mécaniques des phases et leurs interactions entre elles conduisent à des hétérogénéités de déformation à l'intérieur de la matrice. À l'aide des observations, les auteurs ont remarqué un plus haut pourcentage d'austénite résiduelle à l'interface bainite/ferrite et ferrite/ferrite pour l'acier ayant un moins bon effet TRIP.

- Étant donné la limite d'écoulement plus faible de la ferrite, les déformations y sont plus élevées qu'à l'intérieur de la bainite et de la martensite. Une austénite avoisinante de la ferrite subira donc une plus grande déformation. En plus d'avoir une déformation plus grande, l'austénite résiduelle à proximité de la ferrite a une stabilité chimique moindre causée par un faible enrichissement de carbone ce qui augmente la vitesse de transformation.
- La bainite présente sous forme de grains propage moins les contraintes à l'austénite résiduelle que la ferrite et ralentit le phénomène de plasticité de transformation. Étant donné que l'acier non-Nb contenait le plus grand pourcentage de ce type d'austénite, il a démontré une plus grande elongation.

1.4.2 Stabilité de l'austénite résiduelle en fonction de la température du traitement de revenu

Une autre étude intéressante propose de relier la stabilité de l'austénite résiduelle (f_T^S) avec le pourcentage d'austénite résiduelle V_{RT}^{γ} et le pourcentage volumique d'austénite obtenu à haute température V_T^{γ} dans l'acier 415. Tel qu'illustré à la Figure 12 et décrit par la l'équation 1.6, il est possible de relier ces trois termes par l'équation suivante,

$$V_{RT}^{\gamma} = K V_T^{\gamma} f_T^S$$

Équation 1-6 Volume d'austénite résiduelle en fonction de sa stabilité et du pourcentage volumique d'austénite présente lors du traitement thermique [22]

Cette figure nous indique que plus la température de traitement thermique est élevée, moins l'austénite résiduelle obtenue est stable. Plus la température de traitement thermique est élevée, plus il y aura d'austénite à cette température qui devra se partager le nickel disponible et par conséquent, l'enrichissement sera moindre et l'austénite sera plus prompte à se transformer.

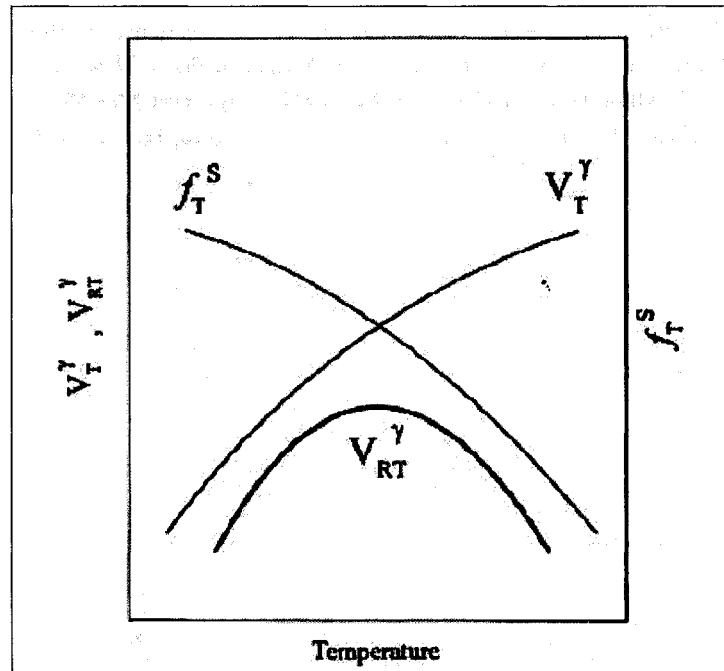


Figure 12 Représentation schématique de f_T^s , V_{RT}^{γ} , V_T^{γ} en fonction de la température de traitement thermique [22].

1.5 Utilisation d'une pièce à effet TRIP en fatigue

Actuellement, seulement trois courbes de propagation da/dN sont disponibles pour le 415 [5, 6]. Étant donné que la découverte d'un effet TRIP bénéfique dans le 415 est récente, aucune de ces études n'a étudié si la déformation présente en bout de fissure en fatigue était suffisante pour permettre la transformation de l'austénite résiduelle.

Nous avons vu précédemment qu'une déformation à froid de 20% est suffisante pour permettre la transformation d'une partie de l'austénite contenue dans le 415. De plus, il est possible de démontrer par des équations de Ramberg-Osgood combinés avec l'intégrale J, que des déformations jusqu'à 40% peuvent apparaître en bout de fissure [27]. Des études sur des aciers inoxydables austénitiques tels le AISI 304 ayant une stabilité d'austénite similaire ($M_s \sim -53,5^\circ\text{C}$ versus -77°C pour le 415) mentionnent qu'une plasticité de transformation bénéfique était présente en fatigue pour certaines amplitudes de déformation [28].

Avec ces observations et la discussion précédente, il est plausible de suspecter que l'austénite résiduelle après double traitement thermique devrait se transformer sous certaines intensités de contraintes ΔK et éventuellement ralentir la propagation de la fissure. Toutefois, il est peut être risqué de comparer seulement le M_s des aciers car comme nous l'avons vu jusqu'à présent, beaucoup de paramètres affectent la stabilité de l'austénite.

CHAPITRE 2

PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

2.1 Essais effectués

Le but de cette étude étant de vérifier la stabilité de l'austénite résiduelle en fonction de la déformation, du nombre de cycles et du traitement thermique subi (en particulier la composition chimique de l'austénite résiduelle), trois séries d'essais ont été faites. Les deux premières séries de tests consistent à faire, pour des amplitudes respectivement de 1% et 2%, des essais de fatigue oligocyclique interrompus à différents nombres de cycles. Les deux amplitudes de déformation ont été choisies afin d'augmenter les chances de transformation tout en réduisant les chances de flambage et de rupture prématurée des échantillons.

La troisième série d'essais a été établie afin d'étudier l'effet du traitement thermique sur la stabilité de l'austénite. Tous les traitements thermiques de la série #3 ont été sélectionnés entre le A_{c1} et le maximum de la courbe d'austénite résiduelle. Le but étant d'effectuer des essais sur des échantillons avec un pourcentage d'austénite variant de 0 % jusqu'au maximum possible.

2.2 Différents lots de 415 utilisés

Au cours de cette étude, trois lots de 415 ont été utilisés. Afin de simplifier la notation, ils seront nommés lot #1, lot #2 et lot #3. Leur appellation maison au centre de recherche est montrée au Tableau 3. Les trois lots de 415 utilisés proviennent du même fabricant (...). Les différences entre les lots sont l'épaisseur finale de laminage et la composition chimique (légèrement variable). Chacun des lots ont subi un simple traitement thermique et une trempe à l'air. La température et le temps de maintien est gardé confidentielle par le fabricant.

Les deux premières séries d'essais où aucun traitement thermique n'a été nécessaire, ont été réalisées avec le lot #3. Le lot #2 a servi à construire une courbe très détaillée du %

d'austénite résiduelle en fonction des différents traitements thermiques (TT), ainsi qu'à produire la troisième série d'essais. Le lot #1 a servi à des fins de calibration ainsi qu'à vérifier s'il était possible de reproduire la courbe du pourcentage d'austénite obtenue avec le lot #2.

Tableau 3
Nomenclature des différents lots de 415 utilisés

Lot #1	Batch Carlson (Plaque 1,25 po)	Simple TT/trempé à l'air
Lot #2	Plaque 2 po	Simple TT/trempé à l'air
Lot #3	Batch #3 (plaque 1,5 po)	Simple TT/trempé à l'air

2.2.1 Propriétés du Lot #1

Tableau 4
Composition chimique du 415 provenant du lot #1

%C	%S	%P	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Cu	%N ₂
0.012	0.001	0.01	0.4	1	13,3	4.9	0.75	0.05	0.13	0,01

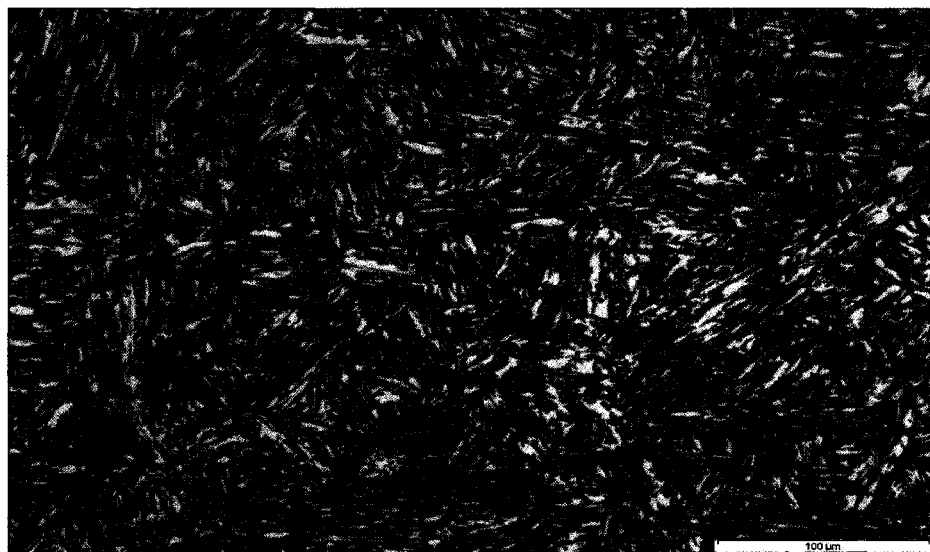


Figure 13 *Microstructure du 415 provenant du lot #1 (traitement tel que reçu, 200X).*

2.2.2 Propriétés du Lot #2

Tableau 5

Composition chimique du 415 provenant du lot #2

%C	%S	%P	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Cu
0.017	0.001	0.015	0.47	0.8	12.0	4.2	0.58	0.02	0.17

Dureté : 30 HRC

Microstructure :

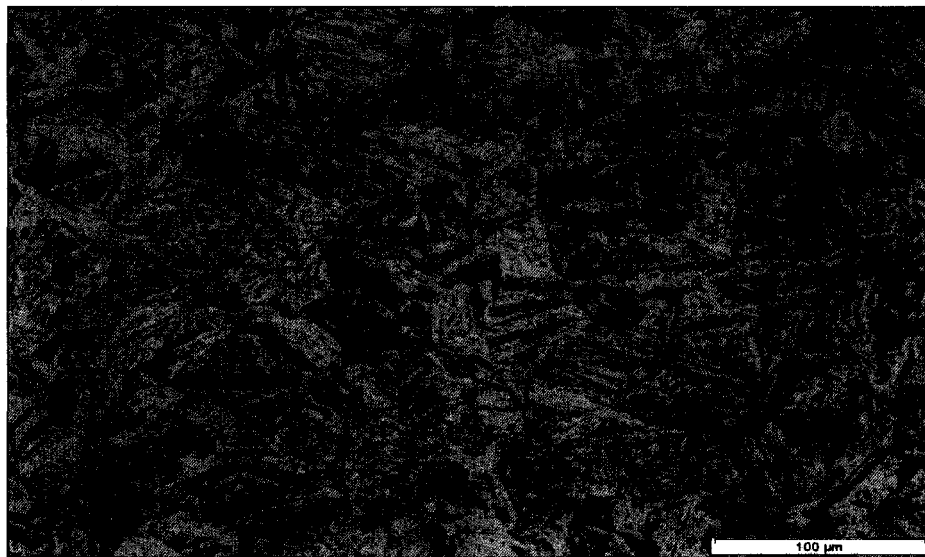


Figure 14 *Microstructure du 415 provenant du lot #2 (traitement tel que reçu, 200X).*

2.2.3 Propriétés du Lot #3

2.2.4 Composition de l'acier :

Tableau 6
Composition chimique du 415 provenant du lot #3

%C	%S	%P	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Cu	%Co
0,020	0,0013	0,015	0,16	0,76	13,5	4,6	0,50	0,03	0,23	0,06

2.3 Prélèvement des échantillons dans les plaques

Tous les échantillons servant à faire les traitements thermiques, échantillons de fatigue ou de dilatométrie ont été prélevés dans le sens de la longueur des plaques. Ce sens correspond dans tous les cas au sens du laminage.

2.4 Montage expérimental

2.4.1 Moyens de détection magnétique permettant de caractériser en temps réel le pourcentage d'austénite résiduelle transformée

Étant donné que la transformation de l'austénite résiduelle (phase non magnétique) en martensite α' (phase magnétique) modifie les propriétés ferromagnétiques de l'échantillon (mentionnons ici que la martensite ε n'est pas magnétique), il existe plusieurs méthodes de mesure utilisant un courant continu ou alternatif basées sur la magnétisation à saturation: l'effet Hall, l'effet Barkhausen, la magnéto-résistivité, la variation d'inductance d'un couple noyau/bobine etc.

Abrassart et al. [29] ont utilisé une méthode de mesure par aimantation à saturation pour permettre de relier la variation du champ à saturation en fonction de la quantité d'austénite résiduelle présente; cependant, cette méthode nécessite des grands champs et a pour

conséquence de faire chauffer l'échantillon par induction. L'objectif principal de cette méthode est de produire un grand champ magnétique (H) avec une bobine entourant l'échantillon et de mesurer les variations de flux de l'échantillon en fonction de la déformation avec une seconde bobine. Le champ nécessaire dans cette étude afin d'obtenir une saturation de la courbe B/H était de l'ordre de 159 150 A/m (2000 oersteds).

Une autre approche pour caractériser la transformation de l'austénite est de mesurer la variation de la perméabilité μ de l'échantillon en fonction de la transformation. La perméabilité μ est le coefficient de proportionnalité entre le champ imposé et le champ produit. La perméabilité peut être visualisée comme la « facilité » avec laquelle un champ magnétique peut passer à travers l'échantillon. Lorsque l'austénite non magnétique transforme en martensite α' magnétique, la perméabilité de l'échantillon est modifiée (augmente).

À titre d'exemple, le fer est plus perméable que le vide. Bref, l'idée générale est donc d'utiliser une bobine connectée à un oscillateur utilisant un circuit résonnant LC ou RLC et de placer un échantillon à l'intérieur de cette bobine. Pratiquement, l'échantillon devient donc le noyau de la bobine. Une tension continue est appliquée à l'oscillateur et une tension alternative en résonance avec le circuit RLC est ainsi induite dans la bobine. Un champ magnétique H est créé et passe à travers l'échantillon. En fonction de la perméabilité du noyau, le couple échantillon/bobine aura une certaine inductance L. Cette inductance variera en fonction de la perméabilité μ du noyau et fera varier la Fréquence De Résonance (FDR) de la tension de sortie du système. La caractérisation de la transformation de l'austénite peut donc être effectuée en mesurant l'impédance de la bobine ou la FDR de sortie du circuit RLC. La FDR d'un système RLC simple est définie à l'Équation 2-1. Lorsque l'inductance augmente, la FDR diminue. Par conséquent, l'augmentation de la perméabilité de l'échantillon (transformation de l'austénite, adoucissement martensite) fera diminuer la FDR.

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$$

Équation 2-1 Fréquence de résonance d'un circuit RLC simple

La construction et la calibration de la bobine sont les étapes les plus importantes; choix de la géométrie, nombre de tours et calibre du fil. Une bobine ayant un facteur de qualité Q très élevé aura une très grande sensibilité de détection de la variation de la perméabilité. Lecroisey et Pineau [30] ont employé un appareil mesurant la perméabilité de l'éprouvette lors d'essais de fatigue d'aciers de type Fe-Cr-Ni. Cette bobine appartient à un circuit résonnant LC à très fort facteur de qualité Q d'environ 10000, dont on mesure le déphasage courant-tension. Cependant, l'auteur a observé que la très grande sensibilité de l'appareillage au positionnement de l'éprouvette dans la bobine ne permettait que de faire des mesures relatives pour chaque échantillon. Mentionnons toutefois que cette technique était très précise pour l'étude individuelle de chacun des échantillons.

Olson et al. [31] a développé un système aussi basé sur des mesures de perméabilité en courant alternatif. La phase ferromagnétique est détectée à des champs faibles en utilisant une bobine excitée à une certaine fréquence et reliée à un circuit RLC entrant en résonance avec la bobine. La bobine en question dans cette étude était constituée de 500 tours de fil de grosseur 22 et d'un facteur de qualité assez faible d'environ $Q = 30$ à 16 kHz (d'après la reproduction de la bobine effectuée à l'IREQ). Les avantages de ce montage sont une moins grande sensibilité au positionnement des échantillons à l'intérieur de la bobine et une élévation peu importante de la température de l'échantillon vu que le champ induit est petit. La sensibilité du montage est toutefois suffisamment grande pour effectuer les mesures désirées. La transformation peut ensuite être caractérisée en mesurant la variation de l'inductance ou la variation de la fréquence de résonance du couple bobine/échantillon.

Comme nous pouvons le constater, ces méthodes de mesures basées sur la variation de la perméabilité sont très avantageuses, cependant, au point de vue quantitatif, un étalonnage et une calibration préalable demeurent nécessaires. Olson et al. ont effectué une calibration en mesurant l'effet du % austénite résiduelle, de la géométrie et du positionnement de l'appareil sur la fréquence de résonance. Il a été mentionné dans leur travail, que l'écrouissage de l'échantillon fait varier la fréquence de résonance, mais les auteurs n'ont pas élaboré beaucoup à ce sujet.

Mise à part la transformation de l'austénite ou l'adoucissement du matériau, d'autres phénomènes telle la magnétostriction contribuent à modifier l'inductance du couple échantillon/bobine lorsqu'un matériau est déformé. La magnétostriction est une propriété des matériaux ferromagnétiques provoquant une modification de leur géométrie lorsqu'ils sont soumis à un champ magnétique. Ce phénomène fonctionne dans les deux sens de sorte que le matériau produit un champ magnétique lorsqu'il est soumis à une contrainte. Le comportement des matériaux face à une déformation peut être séparé en deux classes : magnétostriction positive et magnétostriction négative. La magnétisation des matériaux possédant une magnétostriction positive augmente lorsqu'ils sont soumis à une contrainte de tension tandis qu'elle diminue pour les matériaux ayant une magnétostriction négative. En résumé, lorsque déformé, notre échantillon produira un champ magnétique supplémentaire H . La présence de ce phénomène sera inévitable pendant la déformation des échantillons et son effet sur la perméabilité de l'échantillon devra être pris en compte. Or, le comportement de la magnétostriction est fortement fonction de l'état métallurgique du matériau. Il est établi que ce champ produit est toujours proportionnel à l'énergie élastique emmagasinée par le matériau, par contre, le coefficient de proportionnalité est fonction de la contrainte dans le domaine élastique et variera en fonction des phases en présence, de leur état métallurgique et en particulier de la densité de dislocations. En observant les pentes de la région élastique sur les graphiques de la FDR en fonction du nombre de cycle, nous verrons que le coefficient de proportionnalité reste presque inchangé pendant tout l'essai de fatigue.

2.4.2 Système de mesure du % d'austénite résiduelle en temps réel

Le système servant à mesurer le % d'austénite résiduelle en temps réel est constitué d'un oscillateur Colpitts RLC alimenté par une source DC de 9V. La fréquence de résonance de la sortie est enregistrée simultanément avec les valeurs de la force, de la déformation et de la position de la tête hydraulique à l'aide d'un système d'acquisition TEAC. Les données numériques du système sont ensuite traitées à l'aide d'un logiciel développé sur LabView.

2.4.2.1 Circuit résonant RLC

La conception de l'oscillateur utilisant un circuit résonant RLC a été basée sur un circuit connu sous le nom d'oscillateur Colpitts. La bobine du circuit (nombre de tours, grosseur de fil, géométrie) a été conçue dans le but d'obtenir un facteur de qualité Q le plus élevé possible soit L grand et R petit.

$$Q = \frac{\omega L}{R}$$

ω = Période = f (fréquence Hz) $\times 2 \pi$

L = Inductance (mH)

R = Résistance (ohm)

Équation 2-2 Facteur de qualité Q

Plus le facteur de qualité est élevé, plus la bobine sera sensible aux variations de perméabilité du noyau (sensibilité à la transformation de l'austénite). Évidemment, il est facile d'augmenter le nombre de tours tout en sélectionnant un gros fil afin d'augmenter le facteur de qualité (inductance élevée et résistance faible). Cependant, dans notre cas, la taille de la bobine était très restreinte (l'extensomètre et la bobine doivent être dans la section constante de l'échantillon). Il restait donc à optimiser Q en sélectionnant un fil assez petit pour effectuer un bon nombre de tours, mais assez gros pour garder la résistivité basse. Les paramètres de la bobine finale sont montrés au Tableau 7 et la géométrie de la bobine est montrée en Annexe II.

Tableau 7

Paramètres de la bobine à une fréquence de 16 kHz

Nombre de tours	Grosseur du fil	L	Q
~1000	Calibre # 28	58,4 mH	81

Un encavure non présente sur le dessin en annexe II a été faite sur la bobine de façon à pouvoir rapprocher au maximum l'extensomètre de la bobine sans qu'il y ait contact avec le nylon.

Par la suite, les composants de l'oscillateur (condensateurs et résistances) ont été déterminés par essais et erreurs afin d'obtenir une oscillation stable pour une grande plage de dimensions d'échantillon tout en oscillant à une fréquence de résonance permettant une bonne profondeur d'analyse dans l'échantillon. Le schéma de l'oscillateur est montré à la Figure 15.

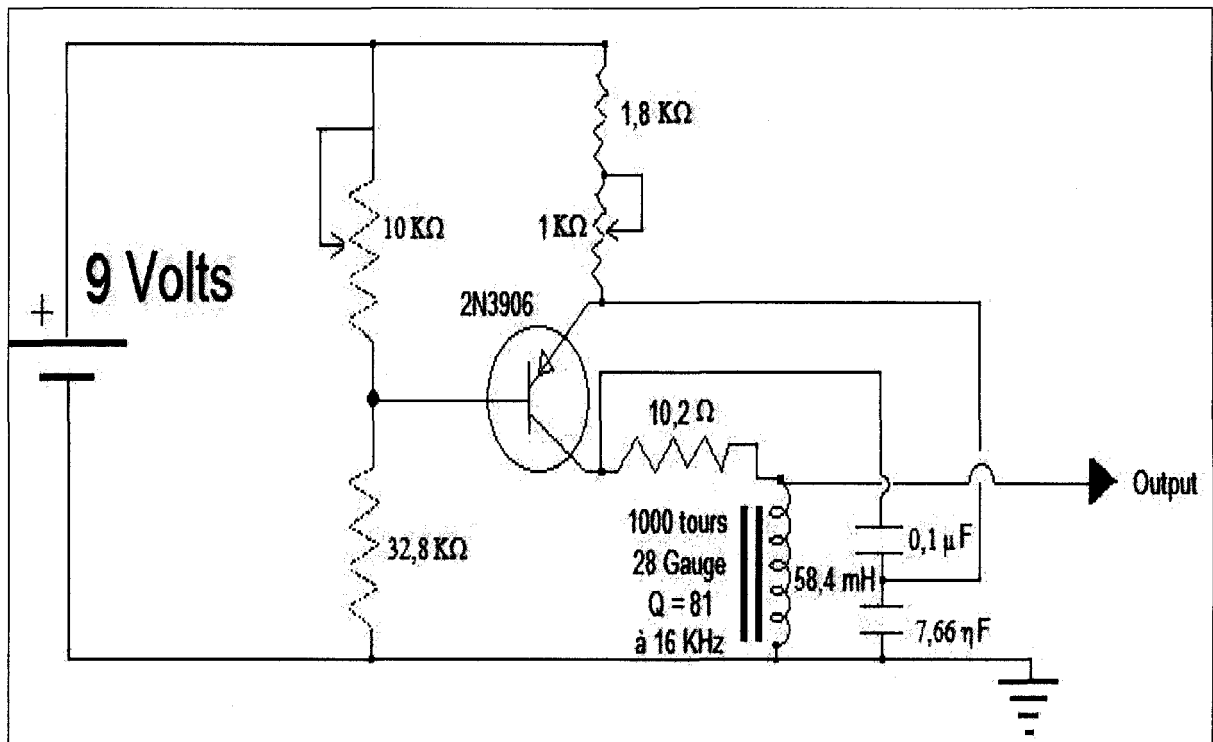


Figure 15 Schéma de l'oscillateur Colpitts utilisé.

Ce type de circuit a été choisi pour répondre aux deux principales contraintes; d'un côté, le champ émis par la bobine devait bien pénétrer dans l'échantillon afin de ne pas mesurer seulement des phénomènes à la surface de l'échantillon et de l'autre, l'onde sinusoïdale devait rester régulière et stable sur toute la gamme des échantillons à tester.

L'Équation 2-3 permet de calculer cette profondeur de peau qui correspond à l'épaisseur que peut pénétrer le champ magnétique de la bobine. En utilisant les données pour le fer doux, l'épaisseur de peau δ à une fréquence de 6,5 kHz est environ de 0,5mm. Ce qui permet de conclure que les mesures analysées par notre montage ne seront pas des phénomènes de surface.

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu\sigma\omega}}$$

δ = profondeur de peau (m)

$\mu = (\mu_r \times \mu_0)$ perméabilité (μ_r fer doux = 1500 Tm/A et $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$)

$\omega = f$ (Hz) * 2π

σ = résistivité = $1/\rho$ (fer = $63 \times 10^{-6} \Omega/m$)

Équation 2-3 permettant de calculer la profondeur de peau [32]

Une fois bien calibrée, la forme de l'onde reste stable pour toute la gamme des fréquences rencontrées lors des essais. De cette façon, nous savons que les conditions d'oscillation du circuit sont très permissives. La forme de l'onde de sortie de notre système est montrée sur l'oscilloscope à la Figure 16 : il s'agit d'une onde sinusoïdale d'une fréquence de 6 kHz.

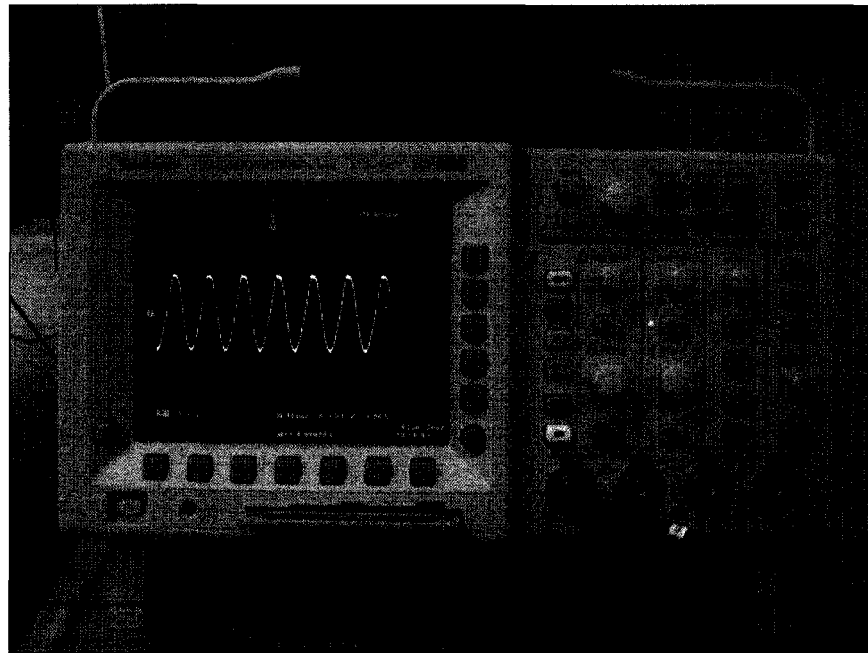


Figure 16 *Forme de l'onde de sortie de l'oscillateur (6400 Hz).*

2.4.3 Système de traction

Les essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés à l'aide d'un banc d'essais Instron modèle 8502 et d'un système d'alignement à métal de Wood. Tous les essais ont été réalisés en déformation contrôlée grâce à un extensomètre dynamique Instron 2620-827 de 20 % de déformation et de 12,5 mm de longueur installé sur la section constante de l'échantillon. Le montage complet accompagné du système d'acquisition est montré à la Figure 17.

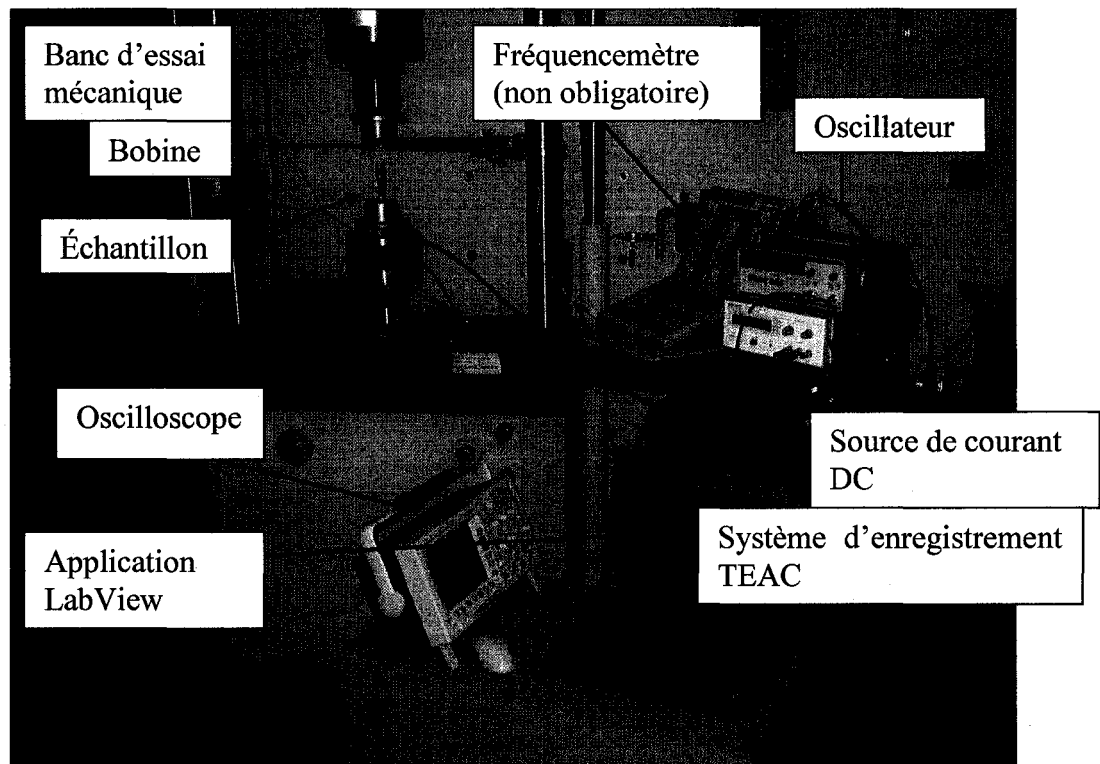


Figure 17 *Montage expérimental complet.*

2.4.4 Échantillons utilisés

La conception des échantillons a été faite en deux versions. Le design de la première version est basé sur la norme ASTM E 606_92. Les deux contraintes dans la conception de l'échantillon étaient de ne pas dépasser la force critique du système d'alignement, qui est de 125 kN, et d'obtenir une section constante la plus longue possible afin de pouvoir installer la bobine ainsi que l'extensomètre sans toutefois engendrer le flambage de l'échantillon. De

plus, il est très important de laisser un espace suffisant entre le dessous de la bobine et le début du rayon de l'échantillon pour que ceux-ci ne se chevauchent pas lors de la mise en compression de l'échantillon. Toute pièce conductrice mobile à proximité de la bobine fera varier la fréquence et créera un artéfact dans la courbe des résultats. Beaucoup de précautions ont été prises tout au long des essais afin de s'assurer que la variation de la fréquence de résonance ne soit causée que par la variation de la perméabilité de l'échantillon. Cependant, étant donné que la bobine est beaucoup plus sensible à l'intérieur, les pièces mobiles ferromagnétiques placées aux alentours n'ont pas créé de problèmes majeurs.

Pour les calculs de flambage, la limite ultime du 415 utilisée pour les calculs a été déterminée à l'aide d'un essai de traction fait sur le 415 à l'IREQ (lot#1). La limite ultime était de 886 MPa. Bien que la norme ASTM ait été suivie à la lettre, les dimensions de l (longueur de la section constante) et de r (rayon de courbure de l'échantillon), déterminées en utilisant la limite maximale prescrite par la norme, la version #1 a rapidement flambé pour une amplitude de déformation aussi basse que 1 %.

Une deuxième version d'échantillon a donc été conçue et le circuit RLC a dû être reconstruit pour s'assurer de la stabilité du système résonant. Finalement, la section constante de l'échantillon, les dimensions de la bobine, le nombre de tours, la grosseur du fil, ont été modifiés. La version 2 plus compacte et trapue est illustrée en Annexe II.

2.4.5 Système d'acquisition TEAC et logiciel de traitement

La fréquence de résonance du circuit RLC, ainsi que les valeurs de sortie de l'appareil de traction (force, déformation, position) ont été numérisées à l'aide d'un système d'enregistrement TEAC. Afin d'obtenir la meilleure précision lors du calcul de la fréquence de résonance, la fréquence d'échantillonnage du TEAC était de 200 kHz (soit 30 fois la fréquence de résonance du système). Afin de traiter les nombreuses données, un logiciel en LabView et un programme de calcul de la FFT basé sur le théorème du centre de masse ont

été développés à l'IREQ. Les paramètres utilisés ainsi que certaines recommandations importantes au sujet du logiciel sont présentés en Annexe III.

La précision globale du système est d'environ $\pm 0,25$ Hz. Dans les faits, si on enregistre la fréquence émise par le système en présence d'un échantillon quelconque et que cette fréquence calculée par le logiciel est de l'ordre de 6300 Hz, elle oscillera alors entre 6300,25 Hz et 6299,75 Hz. Cette variation peut provenir autant de la source CC que du calcul de la FFT. Il est important de mentionner que le système est très sensible et que le fait de bouger un fil de raccordement ou simplement changer la longueur d'un fil reliant l'oscillateur au système d'enregistrement entre deux essais peut faire varier la fréquence de résonance. Il est donc très important de bien fixer le montage de façon permanente durant tout le temps des essais.

Le facteur de qualité Q de ce système est tel qu'un même échantillon positionné manuellement dix fois à l'intérieur de la bobine donne une même fréquence de résonance avec un écart type de l'ordre de ± 1 Hz, ce qui est particulièrement bon.

En résumé, nous nous sommes assuré que le système d'acquisition et de calcul est plutôt précis et reproductible. De plus, les conditions d'oscillation et de fonctionnement du système sont plutôt larges.

2.5 Traitements thermiques

2.5.1 Sélection de la température et du temps de revenu

L'enrichissement de l'austénite en éléments gammagènes lors du chauffage est un phénomène diffusionnel. Par conséquent, la température et le temps sont les deux paramètres à prendre en compte pour caractériser un traitement thermique. Comme illustré à la Figure 5, certains auteurs [7, 33] ont établi un graphique reliant la quantité d'austénite résiduelle en fonction de la température de revenu pour un temps de maintien de 0,5 h. Cette courbe est

bien utile pour des traitements thermiques de même durée (0,5 h dans ce cas-ci), mais l'interprétation devient plus compliquée lorsque le temps de traitement est modifié.

Afin de contrer ce genre de problème, Haynes et al. [34] ont décidé de relier le pourcentage d'austénite résiduelle à un facteur dépendant de la température et du temps; le facteur de Larsen Miller [9, 34]. Ce facteur de Larsen Miller est montré à l'Équation 2-4. La température T est en kelvin et le temps t est en heure.

$$P = T \times [20 + \log t] \times 0,001$$

Équation 2-4 Facteur P de Larsen Miller

Cette équation indique que deux traitements thermiques ayant des températures et des temps de maintien différents seront équivalents si tous les deux possédaient le même facteur P. La courbe tirée des travaux de Haynes et al. est montrée à la Figure 18.

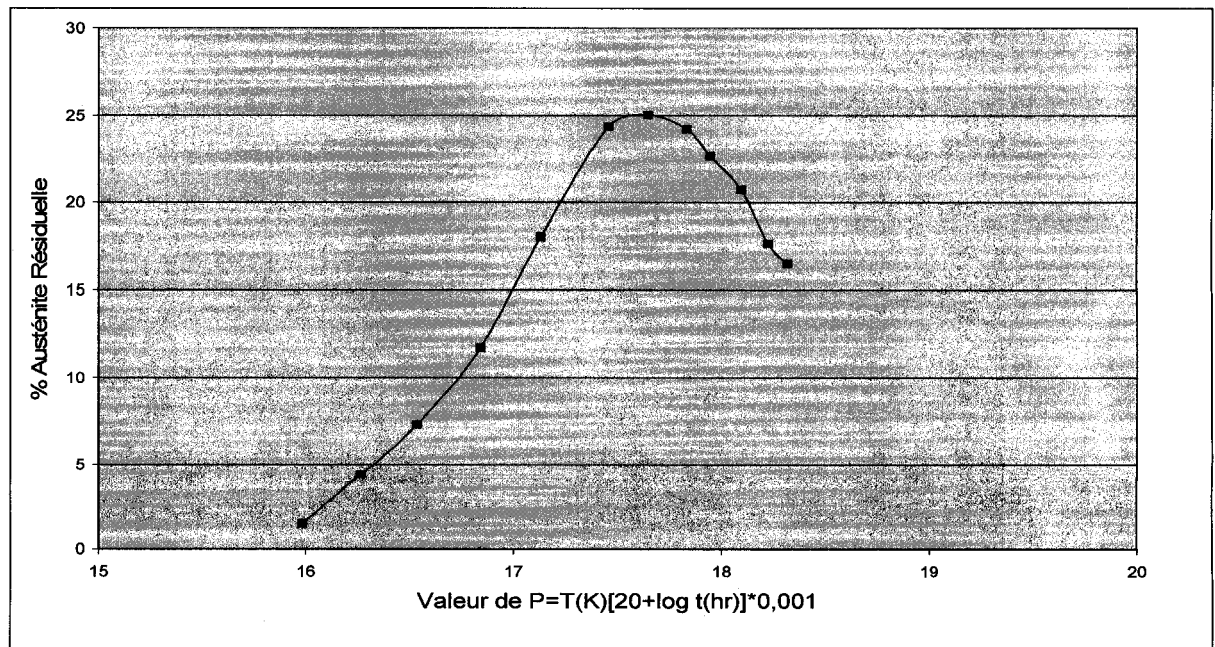


Figure 18 *Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du paramètre de Larsen Miller [34].*

Ce paramètre sera discuté au chapitre 3 en comparant les courbes de traitement thermique obtenues dans cette étude avec celles de la littérature. Nous verrons ainsi que cet outil est à utiliser avec précaution et que ce facteur P ne permet pas de prédire précisément l'effet du temps de traitement thermique sur le pourcentage d'austénite résiduelle final surtout, lorsque celui-ci est au-delà de 8h.

2.5.2 Procédure pour les traitements thermiques

Tous les traitements thermiques ont été réalisés à l'aide d'un four tubulaire de marque Lindberg de 10 cm de diamètre. Avant chaque traitement, un échantillon test muni d'un thermocouple est placé à l'intérieur du four afin de le stabiliser à la température voulue. Par la suite, les blocs d'environ 2,5 cm X 2,5 cm X 15 cm destinés à l'usinage des échantillons sont placés au centre du four tubulaire. Pour chacun des traitements, tous les échantillons étaient munis d'un thermocouple. Le chronomètre était démarré lorsque la température indiquée par le thermocouple était rendue à la température de traitement voulue. Un traitement de 618 °C (1 h) prenait donc environ 1,5 h avec le temps de la montée. Après, les échantillons étaient sortis du four, posés sur des briques réfractaires et refroidis à l'air ambiant.

Les traitements thermiques de la série de tests #3 ont été réalisés sur des blocs doubles afin de s'assurer que la température de traitement des échantillons servant pour les essais de $\frac{1}{2}$ et de 55 cycles soit identique. Les blocs ont ensuite été coupés en deux et envoyés à l'usinage.

2.6 Polissage des échantillons

Les deux méthodes généralement utilisées pour le polissage sont le polissage mécanique avec des abrasifs de polissage et le polissage électrolytique où l'échantillon joue le rôle d'une anode dans une solution acide. Le polissage électrolytique offre un avantage par rapport au polissage mécanique du fait qu'il ne produit pas de raies sur l'échantillon suite au décrochement des inclusions à la surface, et qu'il n'induit pas de contraintes résiduelles à la surface. Bien que les 3 lots de 415 n'étaient pas trop problématiques au niveau des inclusions

et que de plus, la vie en fatigue oligocyclique est moins sensible aux défauts de surface comparativement à celle de la fatigue vibratoire, nous avons tout de même tenté de déterminer une procédure de polissage électrolytique.

2.6.1 Polissage électrolytique

La courbe de polissage a été établie (courant I en fonction du voltage V) et est illustrée à la Figure 19.

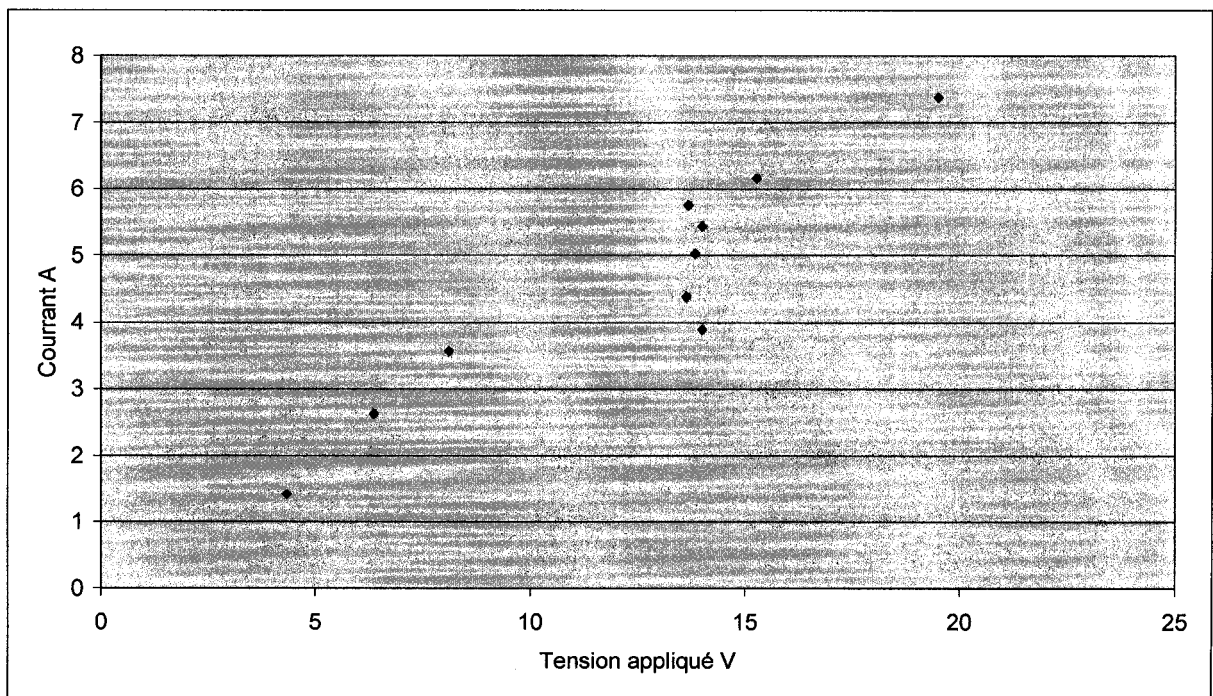


Figure 19 *Courbe de polissage du 415 dans une solution A3 de Struers modifiée.*

Cette courbe montre que la zone de polissage est présente pour un courant variant entre 4 et 6 ampères. Beaucoup d'essais ont été réalisés par la suite afin d'optimiser la qualité du polissage en modifiant la solution, le temps de polissage ainsi que le courant appliqué. Bien que la recette finale présentée au Tableau 8 donne un résultat plus qu'acceptable pour notre application, il existait toutefois une légère piquûration à la surface de l'échantillon. Ces piquûres laissent sous-entendre que le film protecteur présent lors du polissage n'était pas assez efficace. Peut-être une légère augmentation du glycol aurait pu régler le problème.

Tableau 8
Paramètres de polissage du 415

Courant appliqué	7 A
Temps de maintien	3 min
Recette de la solution A3 de Struers modifiée.	60 ml Acide perchlorique 400 ml Butoxyethanol 560ml Méthanol
Tension	20 V
Température	Maintien à 25°C

Étant donné que le temps alloué pour l'optimisation de la méthode de polissage électrolytique a été largement dépassé, il a été décidé d'utiliser le polissage mécanique.

2.6.2 Polissage mécanique

La méthode de polissage mécanique est plutôt simple. L'échantillon tourne dans un mini tour (Figure 20) et l'application des papiers de meulage et de la pâte de polissage est faite manuellement. Chaque échantillon doit passer au travers les six étapes de polissage dont les trois premières utilisent du papier au carbure de silicium et les trois dernières, une pâte de polissage au diamant. Les six étapes dans l'ordre sont : 320, 500, 1200, 6 μ m, 3.5 μ m et 1 μ m. Chaque étape dure environ 3 min. et les papiers et applicateurs de pâte sont changés 2 fois. Entre les étapes, l'échantillon est minutieusement lavé pendant la rotation de l'échantillon avec de l'éthanol et un linge doux. Une inspection au microscope est ensuite faite afin de déceler tout défaut de polissage.



Figure 20 *Montage de polissage mécanique.*

2.7 Installation de l'échantillon et de la bobine

La procédure d'installation de l'échantillon sur le système d'alignement avec le système d'acquisition est identique à la procédure normale, sauf que l'échantillon doit être inséré dans la bobine avant d'être vissé dans les mors supérieurs. Il faut donc dans l'ordre : sécuriser les filets inférieurs de l'échantillon dans le système d'alignement, faire fondre le métal liquide, introduire la bobine, sécuriser les filets supérieurs de l'échantillon et finalement, solidifier le métal liquide. La partie la plus importante et critique afin d'obtenir des résultats stables est dans le positionnement de l'extensomètre et de la bobine. Comme nous pouvons le voir sur la Figure 21, l'extensomètre est positionné à l'envers, et a été modifié en ce sens que les vis tenant les couteaux ont été meulées pour augmenter l'espace avec la bobine. L'extensomètre est fixé à la limite supérieure du rayon et la bobine est positionnée de façon à ce qu'il y ait un espace de 1,5 mm avec l'extensomètre. Bien que la figure ne permet pas de voir, il existe une encavure dans la bobine vis-à-vis l'extensomètre afin d'éviter tout contact entre ces deux appareils.



Figure 21 *Positionnement de l'extensomètre et de la bobine sur l'échantillon.*

Pendant les premiers essais, un des problèmes observés était que l'extensomètre glissait légèrement sur l'échantillon pendant l'essai. La Figure 22 illustre la conséquence de ce problème sur la stabilité de la courbe. La première tentative a été d'ajouter des élastiques et de continuer à appliquer de la colle cyanoacrylate sur les couteaux. Cependant, la contrainte élevée des couteaux sur l'échantillon menait à des bris prématurés des échantillons. L'utilisation d'un nouveau tube de colle combiné à un élastique #12 a complètement réglé le problème. Le problème venait du fait que l'activateur faisant durcir la colle cyanoacrylate est volatil et était rendu en trop faible proportion. À partir de ce moment, un activateur en vaporisateur a été utilisé pour chaque installation. Suite à ceci, les problèmes de bris aux couteaux et d'instabilité ont disparu et le temps de séchage ne prend maintenant que quelques secondes.

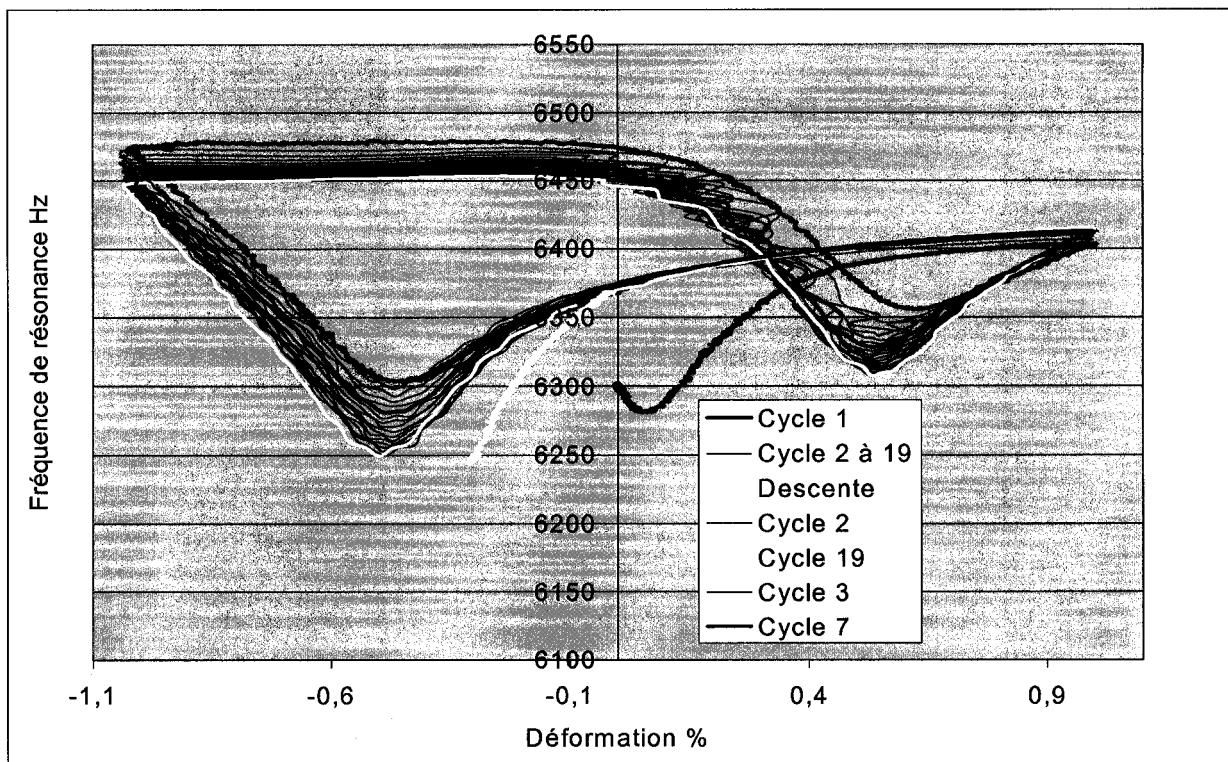


Figure 22 *Exemple d'un essai avec une déformation instable causée par le glissement de l'extensomètre (P-80).*

2.8 Protocole d'essai

Le premier cycle est toujours réalisé manuellement, tandis que les cycles suivants sont effectués automatiquement en contrôle de déformation. La forme de l'onde de chargement est sinusoïdale et débute en tension. Une fois les cycles terminés, l'appareil est arrêté à 0 % de déformation après la dernière mise en compression. Pour terminer l'essai, la force doit être redescendue manuellement à 0 kN. Étant donné l'obstruction visuelle causée par les appareils vis-à-vis la section constante de l'échantillon, une instabilité mécanique (striction) est parfois difficile à repérer. Tous les échantillons ayant eu une faible température de revenu ont produit une striction avant le nombre de cycles visés de 55 cycles. Le moyen de la détecter et d'arrêter l'essai avant qu'une striction importante fausse la FDR du système, est d'arrêter l'essai aussitôt que le déplacement du piston entre deux cycles dépasse 0,01 mm.

2.8.1 Inspection visuelle et mesures de l'échantillon après essai

Après chaque essai l'échantillon est inspecté afin d'évaluer si une instabilité mécanique telle une fissure ou une striction aurait pu fausser la fréquence de résonance. Lorsqu'une striction est présente, elle est reportée de la manière suivante : la plus petite section (fond de la striction) et la section constante non affectée sont notées ; par exemple, une section rapportée de (11mm/11,25mm) mentionne qu'une striction est présente et qu'elle mesure 11mm de diamètre à l'endroit de la striction pendant que le reste de la section mesure 11,25 mm. La gestion des résultats lorsqu'il y a striction est très importante étant donné que la majorité des échantillons de la série #3 ont démontré une striction ou un début de striction avant d'arriver au cycle 55. Si la striction est présente à l'intérieur de l'extensomètre, l'essai n'est pas valable. Si par contre la striction est située à l'extérieur de l'extensomètre, donc fort probablement à l'intérieur de la bobine, le prélèvement pour l'analyse de diffraction X sera fait à l'intérieur de l'extensomètre et les données récoltées par la bobine seront utilisées jusqu'au moment du début de la striction. Le moment de début de striction peut être trouvé expérimentalement au couplage de certaines données expérimentales (cette technique sera expliquée plus loin à la section 3.5.1).

2.8.1.1 Mesure de la résistivité de surface

Tel que discuté plus haut, le principal défi au sujet de la calibration du système RLC était de pouvoir dissocier l'effet de l'adoucissement ou l'écrouissage cyclique du matériau sur la FDR et celui produit par la transformation de l'austénite résiduelle. Jusqu'à présent, les études de ce genre n'avaient pas vraiment dissocié l'effet de ces deux phénomènes, or la valeur de la résistivité de surface donne une indication de l'état du matériau et en particulier de son état d'écrouissage/adoucissement.

Dix mesures de résistivité sur la section constante avant et après chaque essai ont été réalisées avec appareil de mesure DRM40 de NDB technologie. À l'aide d'un outil d'alignement, la répétabilité des mesures sur un même échantillon était bonne. Cependant,

étant donné que les résultats des mesures variaient beaucoup avec l'état de surface et d'usinage, il était impossible de comparer les échantillons entre eux.

2.8.1.2 Mesure du champ magnétique initial et final de l'échantillon

Afin de vérifier l'effet du magnétisme des échantillons sur la fréquence de résonance, deux échantillons (P-69 et P-75) ont été magnétisés à l'aide d'une bobine d'environ 50 tours de fil 10 alimentée par une batterie. D'après les résultats montrés à la section 3.7.2, le comportement de la FDR d'un échantillon initialement magnétisé à environ 130 Gauss ne semble pas être différent de celui d'un échantillon non magnétisé. Cependant, une légère tendance dans les résultats a posé un doute quant à l'effet de la magnétisation. Ainsi, par précaution, tous les échantillons ont été démagnétisés en dessous de 3 Gauss avant d'être testés.

2.9 Préparation et analyse de l'austénite résiduelle

2.9.1 Prélèvement sur les échantillons de fatigue

Le prélèvement d'une tranche de section constante de l'échantillon a été effectué à l'endroit où était située la bobine d'acquisition à une distance de 3 mm avant le début du rayon. Si une striction est présente, la coupe est faite à l'extérieur de celle-ci. Le prélèvement a été réalisé avec une scie au diamant Struers Accutom-50 afin d'éviter au maximum la déformation et le chauffage.

2.9.2 Décapage chimique

Le décapage chimique est utilisé afin d'enlever la zone de déformation et d'altérations potentielles créée par la scie au diamant. Avant d'être immergés dans la solution, tous les échantillons sont meulés au papier de carbure de silicium grade 1200. Par la suite, les échantillons sont immergés 15 minutes dans une solution de 30 % HCl, 30 % HNO₃ et 40 % H₂O (Figure 23). D'après les mesures faites, cette procédure permet d'enlever plus de 250

microns. De légères agitations sont effectuées à environ toutes les 2 minutes. Ensuite, les échantillons sont sortis du bassin, rincés à l'eau et lavés avec un chiffon doux et de l'éthanol pour enlever toute saleté. Une fois lavés, les échantillons ont une apparence attaquée gris brillant.



Figure 23 *Décapage chimique des échantillons.*

2.9.3 Analyse de l'austénite par diffraction X

L'analyse de l'austénite résiduelle est effectuée par diffraction X suivant les normes SAE [35] et ASTM [36]. Le principe général de cette technique est d'envoyer un rayonnement X incident (longueur d'onde λ fixe) sur la phase à caractériser et de mesurer l'angle entre le faisceau incident et réfracté. Cet angle peut être calculé selon la loi de Bragg et est fonction de la longueur d'onde du rayon incident et de la longueur du paramètre de maille du réseau cristallin.

2.10 Contrainte, contrainte vraie, force et section pendant l'essai

Pendant l'analyse des résultats, la contrainte utilisée est toujours la contrainte vraie (tenant compte de la variation de la section de l'échantillon). L'équation utilisée pour le calcul de la

contrainte vraie est $\sigma = R (1+e)$ où R est la contrainte de l'ingénieur et e est la déformation mesurée par l'extensomètre (la contrainte de l'ingénieur ne tient pas compte de la variation de la section durant l'essai). Le diamètre initial utilisé pour tous les calculs de R est de 11,25 mm.

Pour certains résultats, c'est la force qui sera représentées dans les graphiques. C'est en fait intéressant de garder cette valeur, car elle permet d'utiliser directement les valeurs de sortie du banc d'essai hydraulique sans avoir à reconvertir les données. Pratiquement, la force qui nous intéressera sera celle qu'il est nécessaire d'exercer pour déformer jusqu'à 2 %. Cette force en question est donc toujours prise à 2 % de déformation et par conséquent le diamètre de l'échantillon sera de 11,14 mm. Une conversion de la force en kN en contrainte peut donc être faite par un facteur correctif de 10,26 MPa/kN. Une force de 100 kN à 2% de déformation correspond donc à une contrainte vraie de 1026 MPa.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS DES ESSAIS ET ANALYSE

3.1 Effet des traitements thermiques sur la quantité d'austénite résiduelle

Au cours de cette section, les courbes d'austénite résiduelle en fonction du temps et de la température de revenu seront présentées pour les lots #1 et #2.

3.1.1 Lot #1

3.1.1.1 Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du traitement thermique

En observant la Figure 24, nous pouvons nous rendre compte que le temps de maintien du traitement thermique semble avoir moins d'effet que la température. Les traitements thermiques maintenus pendant 8 h ont donné un pourcentage d'austénite résiduelle plus élevé que les traitements maintenus pendant 2h pour les mêmes températures de traitement. Sur ce graphique, il manque toutefois quelques essais supplémentaires afin de tirer une conclusion à ce sujet.

3.1.2 Lot #2

3.1.2.1 Pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du traitement thermique

La Figure 25 montre le pourcentage d'austénite résiduelle obtenu en fonction de la température et du temps de maintien du traitement thermique sur le lot #2. Sur ce graphique, deux observations majeures peuvent être faites. Premièrement, comme pour le lot #1, les traitements thermiques de 8 heures ont donné un pourcentage d'austénite résiduelle maximum plus élevé que pour les traitements plus court (1h). Deuxièmement, la température qui correspond au maximum d'austénite résiduelle est plus élevée pour les traitements de 1h (~630°C) que pour les traitements de 8h (~620°C).

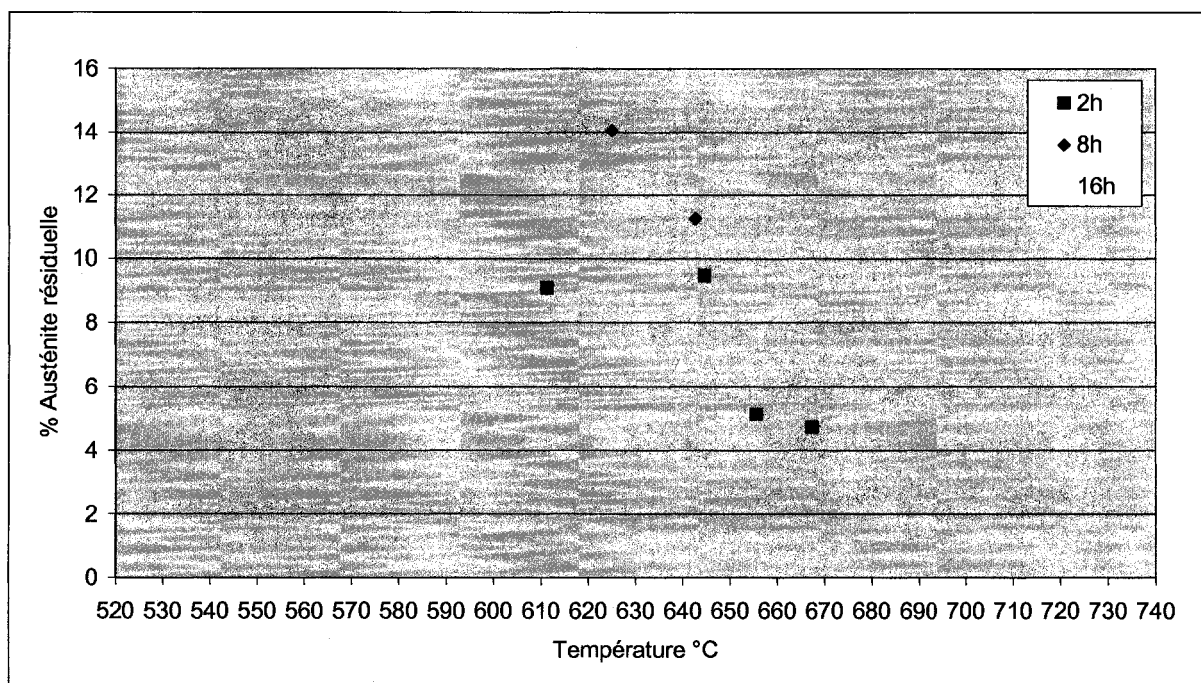


Figure 24 *Pourcentage d'austénite résiduelle du lot #1 en fonction de la température de revenu et du temps de maintien.*

En résumé, ces deux observations suggèrent que la vitesse de diffusion des éléments gammagènes est trop lente à 620°C pour permettre un enrichissement homogène et complet de la phase austénitique en 1h. La deuxième observation peut être expliquée de cette façon: en augmentant la température de traitement, la vitesse de diffusion augmente et permet d'obtenir plus d'austénite résiduelle pour un temps de maintien moins long. Cependant, la plus grande fraction d'austénite en présence lors du traitement thermique a comme conséquence de permettre un enrichissement relatif moindre en éléments gammagènes comparativement au traitement de 8h. Par conséquent, le maximum d'austénite résiduelle suite à un traitement d'une heure sera toujours plus faible et sera toujours à une température plus élevée que celle obtenue avec un traitement de 8h. Le maximum d'austénite résiduelle avec un simple traitement pourra donc être obtenu avec la température de traitement la plus faible possible combiné avec un temps de maintien assez long pour permettre une diffusion complète.

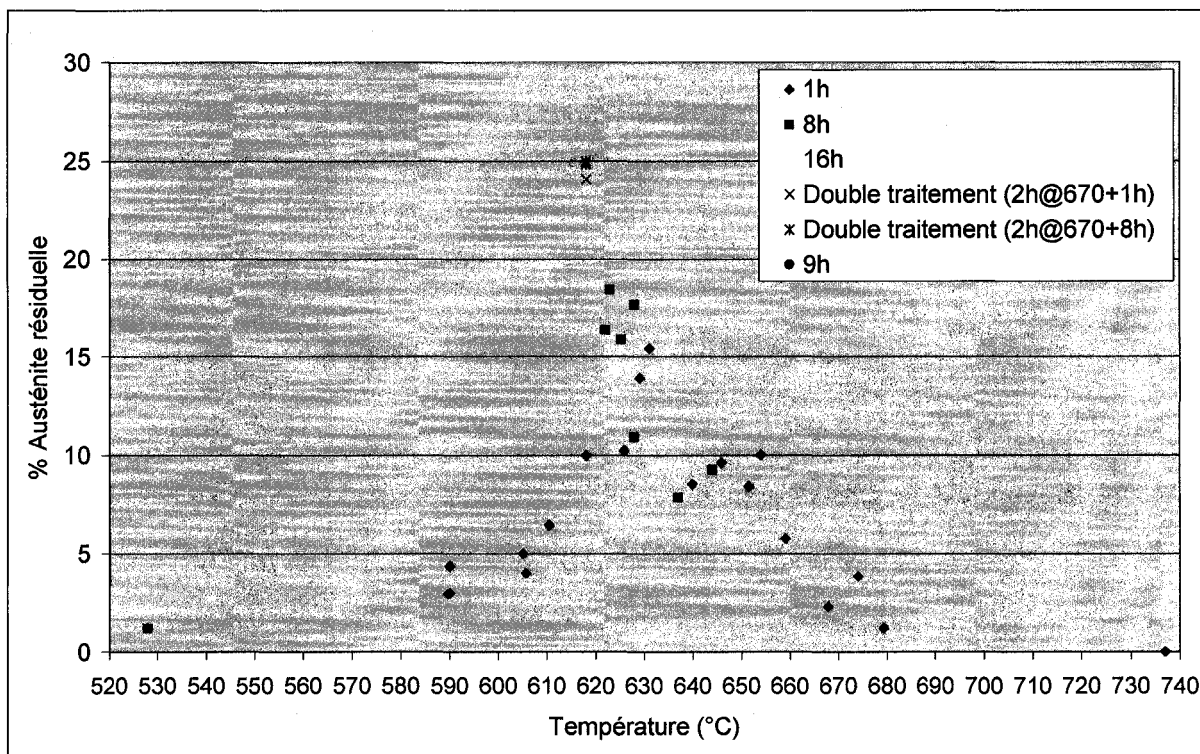


Figure 25 Pourcentage d'austénite résiduelle du lot #2 en fonction de la température et du temps de maintien.

La Figure 26 compare les courbes d'austénite résiduelle en fonction de la température et du temps de revenu pour trois différents lots de 415. Le A_{c1} de chacun des 3 lots a été calculé en utilisant l'Équation 1-5. Le A_{c1} du lot #2 et de l'acier provenant des travaux de Kimura et al. [37] est environ 645°C et celui du lot #1 est environ 635°C. Cette estimation est bien entendu beaucoup trop haute compte tenu qu'il est possible d'obtenir de l'austénite résiduelle après un traitement à 550°C sur ces aciers. Peu importe, en utilisant ces valeurs à titre comparatif, ceci indique que les compositions chimiques des trois lots sont très similaires. Pour un même traitement thermique, la température correspondant au maximum d'austénite résiduelle devrait être identique pour le lot #2 et pour l'acier provenant de l'étude de Kimura et al., tandis qu'elle devrait être environ 10°C plus basse pour celle du lot #1.

En regardant la Figure 26, nous pouvons voir que la courbe de l'étude de Kimura et al. est décalée environ 15°C plus haut que celle du lot #2. Ces résultats semblent concorder aux

observations faites plus haut (le temps de traitement plus faible de Kimura (0,5h) fait décaler la courbe vers la droite par rapport à celle du lot #2 (1h)). Cependant, la courbe du lot #1 devrait être théoriquement décalée vers la gauche (A_{c1} plus faible) alors que celle-ci semble chevaucher la courbe du lot #2. En plus d'avoir un A_{c1} plus faible, le temps de traitement plus long (2h) aurait du décaler d'avantage la courbe du lot #1 vers la gauche. D'après ces observations, le calcul du A_{c1} à l'aide de la composition chimique ne semble donc pas être un outil approprié pour prédire la position de la température donnant le maximum d'austénite résiduelle.

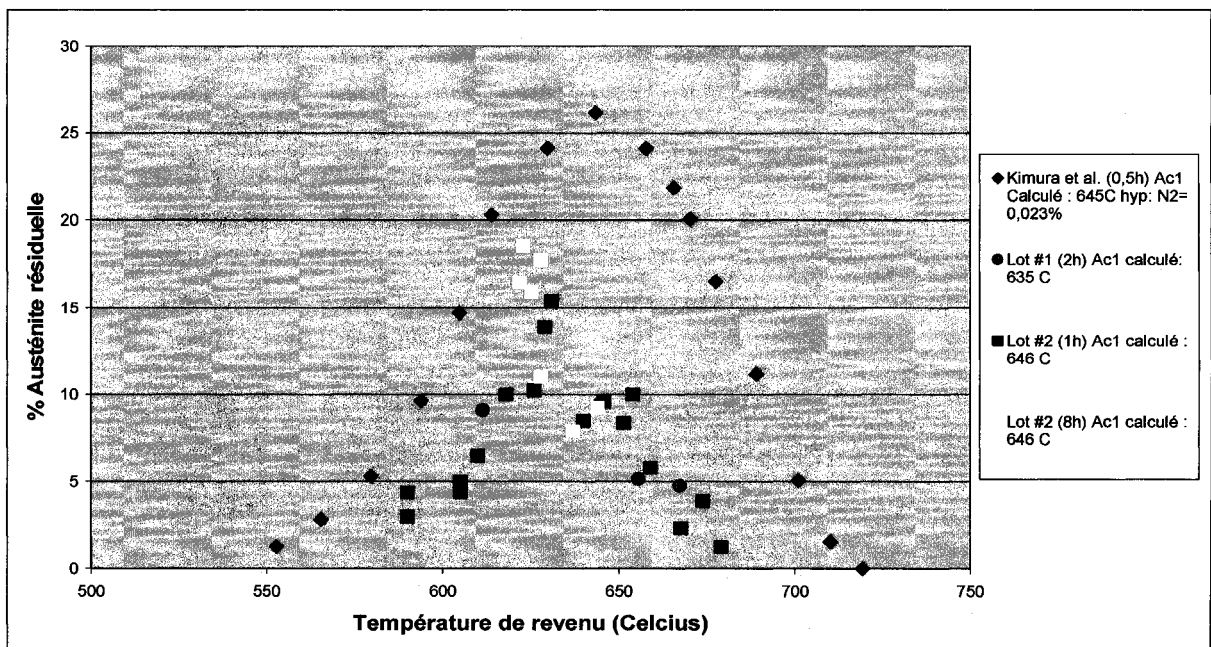


Figure 26 *Comparaison des courbes d'austénite résiduelle de différents lots de 415 en fonction de la température de revenu.*

En traçant ces courbes en fonction du facteur de Larsen Miller (Figure 27), les courbes du lot #2 et de l'étude de Kimura et al. devraient se superposer (ils ont le même A_{c1}) tandis que la courbe du lot #1 devrait être légèrement décalée vers la gauche (A_{c1} plus faible). Comme résultat, la courbe du lot #2 (1h) et la courbe de l'étude de Kimura et al. (0,5h) se sont superposées. Jusqu'à présent, tout concorde, mais la position de la courbe de 8h de traitement du lot #2 complètement décalée vers la droite (par rapport à la courbe rose de 2h) vient

apporter un doute quant à la validité de la relation de Larsen pour la caractérisation du traitement thermique. De plus, la courbe du lot #1 est légèrement décalée vers la droite tandis que celle-ci devrait être décalée vers la gauche. Bien entendu, étant donné qu'il manque quelques points à ces deux courbes afin de bien cibler le point maximum de la courbe, il est difficile de porter un verdict clair. Cependant, d'après ces observations, l'équation de Larsen Miller semble porter trop d'importance au temps de traitement, ce qui a comme conséquence de faire translater les courbes ayant eu des traitements plus longs vers la droite.

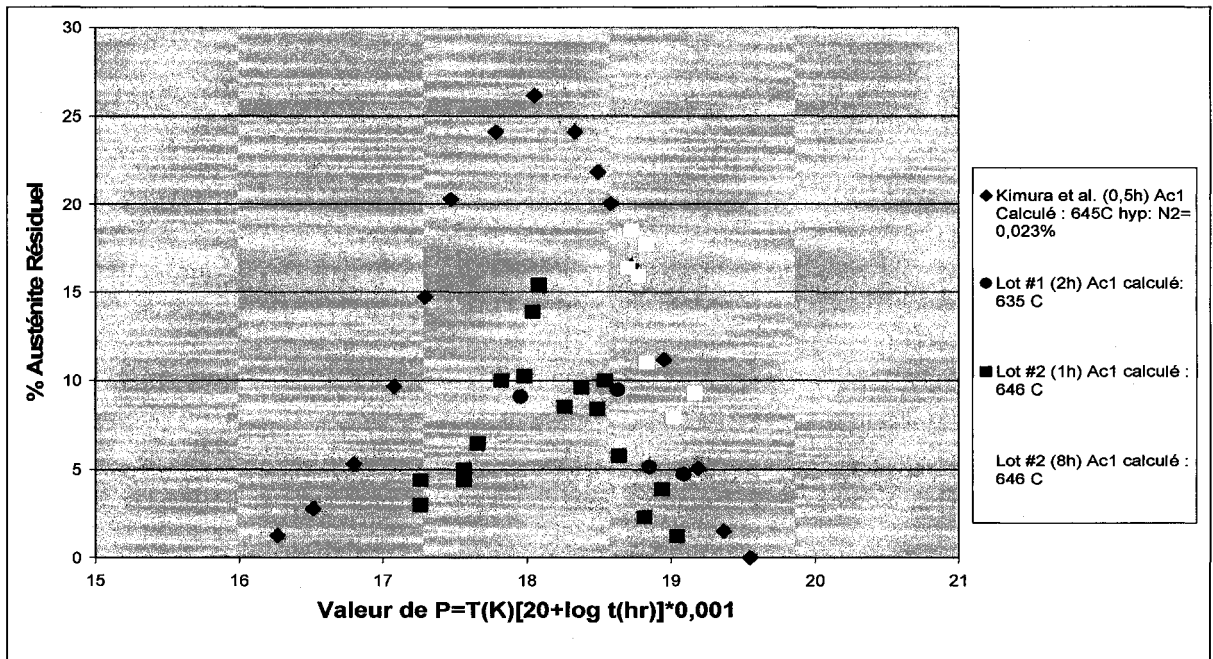


Figure 27 *Comparaison des courbes d'austénite résiduelle de différents lots de 415 en fonction du facteur de Larsen Miller.*

3.2 Les essais mécaniques

3.2.1 Définition des termes

Il est important de définir un vocabulaire avant de procéder à l'analyse des résultats. La Figure 28 montre l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la déformation au

cours d'un premier cycle. Le vocabulaire associé aux zones encadrées de cette figure est défini au Tableau 9.

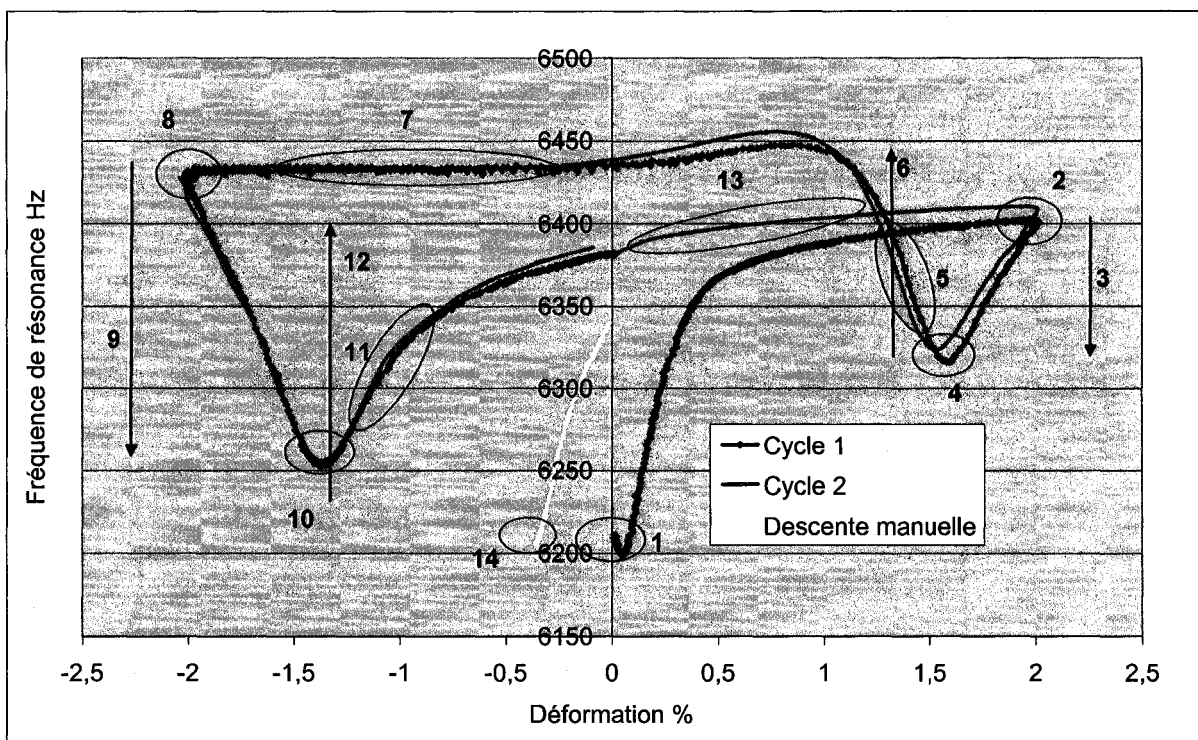


Figure 28 Définition du vocabulaire utilisé.

Tableau 9

Définition du vocabulaire utilisé

#	Nom de la section	#	Nom de la section
1	Début de l'essai	8	FDR compression
2	Fréquence de résonance « FDR » tension	9	Δ FDR compression relâche
3	Δ FDR tension relâche	10	FDR compression min
4	FDR tension min	11	Pente FDR élastique tension
5	Pente FDR élastique compression	12	Δ FDR tension
6	Δ FDR compression	13	Pente FDR plastique tension
7	Pente FDR plastique compression	14	Fin de l'essai à 0 kN

3.2.2 Sélection des essais

Pendant l'essai, plusieurs paramètres affectent la fréquence de résonance du système RLC. En effet, le pourcentage d'austénite résiduelle, l'écrouissage/adoucissement du matériau, la géométrie ainsi que la magnétostriction, sont tous des éléments contribuant à faire varier la perméabilité de l'échantillon et par conséquent à faire varier la FDR du système. Comme mentionné au chapitre 1, nous savons en théorie dans quelle direction la fréquence sera modifiée; cependant, nous n'avons aucune idée de l'ordre de grandeur. Au cours de cette partie, nous allons tenter de quantifier l'effet de chacun de ces paramètres sur la fréquence de résonance. Nous verrons que l'effet de la variation de la quantité de l'austénite sur la FDR est prépondérant par rapport à l'adoucissement, à la géométrie et à la magnétostriction. La calibration du montage sera faite à partir des résultats obtenus avec les 3 séries d'essais.

Le choix des essais a été établi grâce à deux tests préliminaires pour chacune des amplitudes de déformations; 1% et 2%. Ces deux essais ont été réalisés avec du 415 provenant du lot #2 (traitement thermique tel que reçu). Étant donné les similitudes au niveau de la composition, du pourcentage d'austénite résiduelle initiale et de la limite élastique, le comportement de ces deux lots devrait être très similaire et comparable avec le matériau du lot #3. Comme résultat, 80 cycles ont été complétés avant striction pour une amplitude de déformation de 2 % contre 320 cycles pour une amplitude de 1 %. Durant ces cycles, l'austénite résiduelle est passée de 10,8 % à 1,8 % contre 10,8 % à 3,2 % pour une amplitude de 1 %. Les résultats de ces deux essais sont illustrés en Annexe IV.

Le comportement de la FDR durant les essais préliminaire a ensuite été étudié afin de déterminer le nombre de cycles maximum à effectuer pour chaque amplitude de déformation. Bien qu'à ce moment nous n'avions aucune expérience sur l'interprétation de ces graphiques, il est intéressant de voir qu'après un certain nombre de cycles, la FDR de tension min ne diminue plus. Ceci veut dire qu'à ce moment, aucune austénite supplémentaire ne transforme et que l'échantillon est complètement adouci. Cette valeur de tension min est atteinte après

120 cycles à une amplitude de 1 % et d'environ 55 cycles pour l'amplitude de 2 %. Suite à cette observation, le premier test de la série #1 fut 55 cycles et de 120 cycles pour la série #2.

3.3 Série de tests #1 (Amplitude de déformation 2 %)

Tel que discuté, le premier essai effectué dans cette série fut de 55 cycles (P-73). Les résultats sont montrés à la Figure 29.

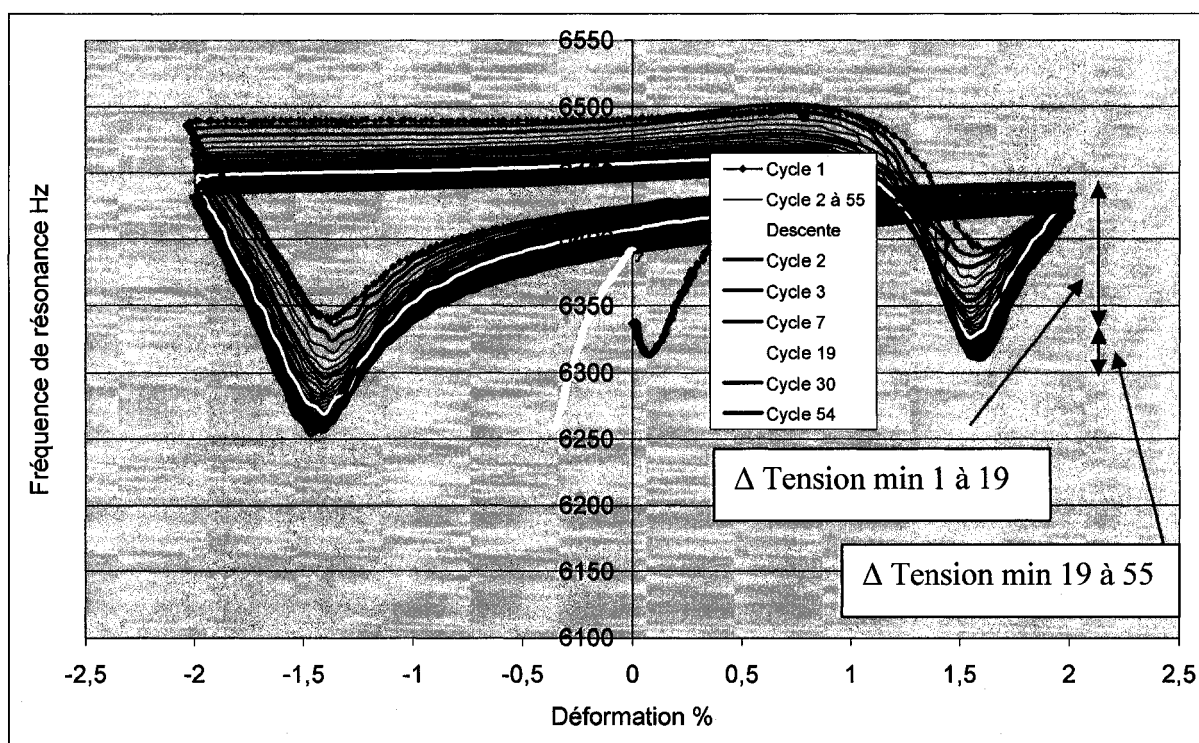


Figure 29 *Fréquence de résonance de l'échantillon P-73 en fonction de la déformation. Lot #3, série de tests #1, traitement thermique tel que reçu, 11,2 % d'austénite initial et 1,7 % final.*

Comme résultat, au cours des 55 cycles, l'austénite résiduelle a diminué de 11,2 % à 2 % (mesures par diffraction des rayons X). Étant donné l'erreur sur la mesure de l'austénite résiduelle ($\pm 0,5\%$), il est vrai de dire que, statistiquement, le pourcentage d'austénite résiduelle ne change pas significativement après 55 cycles (de 2 % au 55^{ème} cycle, elle fut mesurée à 1,8 % après 80 cycles).

En examinant la Figure 29, nous pouvons voir qu'après le cycle 19, la variation de la FDR tension min semble moins importante et que la FDR tension min du cycle 7 semble intermédiaire entre celle du cycle 1 et du cycle 19. Suite à ces observations, le nombre de cycles sélectionnés pour la série de tests #1 fut : 1/2, 1, 7, 19 et 55 cycles. Après chaque essai, l'austénite résiduelle a été mesurée par rayon X dans la section constante. Les résultats de la série de tests #1 sont montrés à la Figure 30. Le point rouge correspond au résultat du test préliminaire jusqu'à rupture fait sur un échantillon du lot #2 avec un traitement tel que reçu.

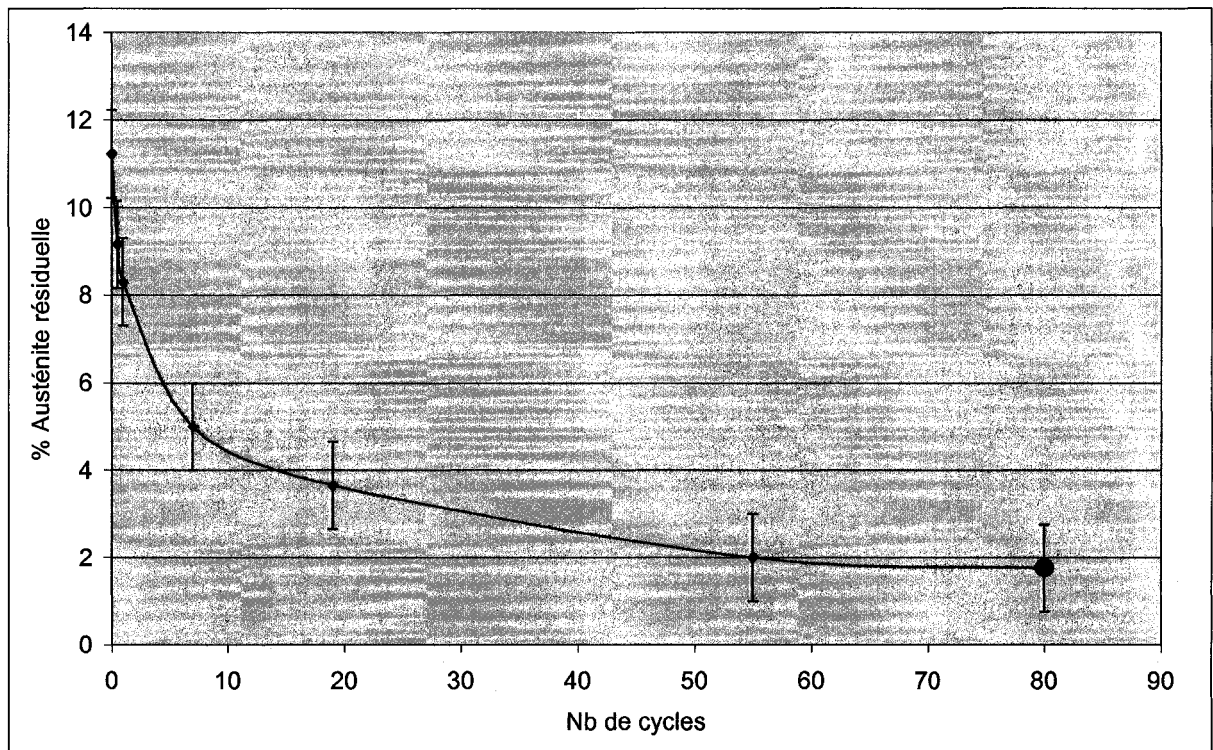


Figure 30 Résultats de la série de tests #1. Pourcentage d'austénite résiduelle mesuré par diffraction X en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation. Lot #3, traitement thermique tel que reçu, 11,2 % d'austénite initial.

3.4 Série de tests #2 (Amplitude de déformation de 1 %)

Pour la série de tests à une amplitude de déformation de 1 %, la même stratégie a été adoptée. Avec le comportement de la fréquence de résonance du test préliminaire de 120 cycles, il a été décidé d'effectuer deux autres essais à 19 et 55 cycles. Tout comme pour la série de tests

#1 entre 55 et 80 cycles, aucune austénite ne semble transformer entre 120 et 320 cycles. Le pourcentage d'austénite mesuré après 120 cycles est de 3,1 %. La courbe du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 1 % de déformation est montrée à la Figure 31. Le point rouge correspond au résultat du test préliminaire jusqu'à rupture fait sur un échantillon du lot #2 avec un traitement tel que reçu.

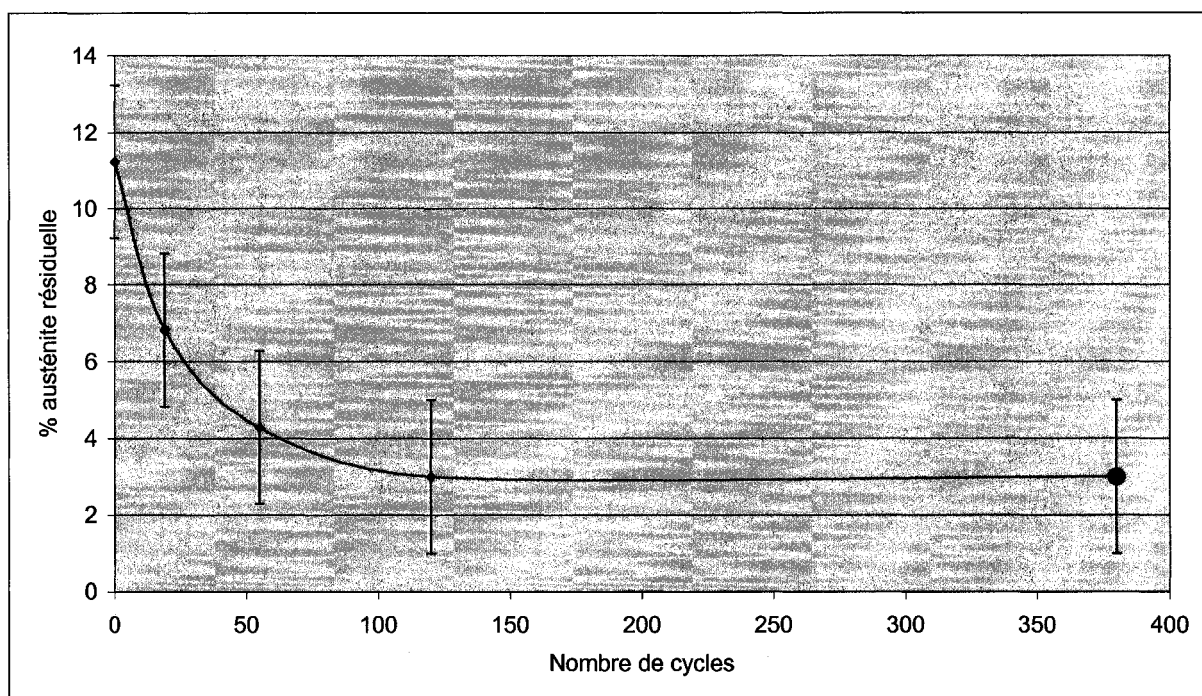


Figure 31 Résultats de la série de tests #2. Pourcentage d'austénite résiduelle mesuré par diffraction X en fonction du nombre de cycles à 1 % de déformation. Lot #3, traitement thermique tel que reçu, 11,23 % d'austénite initial.

En comparant les résultats des deux séries de tests, il est intéressant de voir ici qu'il existe un pourcentage d'austénite final différent pour chacune des amplitudes de déformation. La transformation de cette austénite seuil est conditionnelle à l'amplitude de déformation et non au nombre de cycles. Cette valeur seuil est de 2 % pour une amplitude de 2 % et de 3 % pour une amplitude de 1 %.

A priori, nous pouvons nous imaginer qu'il existe plusieurs types d'austénite résiduelle à l'intérieur du matériau plus ou moins stabilisés par leur concentration en éléments

gammagènes, par leur taille, par leur morphologie et par leur interaction avec la phase de martensite. Il sera recommandé à la fin de cette étude de refaire des essais à des amplitudes de déformation moindres pour ensuite caractériser au MET la morphologie ainsi que la concentration des différents types d'austénite seuil non transformés.

3.5 Série de tests #3 (Modification de la stabilité de l'austénite résiduelle par 5 différents traitements thermiques)

Maintenant que nous connaissons pour un même traitement thermique l'effet de l'amplitude de déformation et du nombre de cycles sur le comportement de l'austénite, le but de cette dernière série de tests est d'analyser l'effet du traitement thermique sur la cinétique de transformation de l'austénite résiduelle. Pour ce faire, cinq différents traitements thermiques tous situés sur la partie gauche de la cloche de la Figure 25 (donc sans martensite fraîche) seront soumis à 55 cycles à une amplitude de déformation de 2 %. La sélection des traitements thermiques sera faite afin d'obtenir des échantillons avec des pourcentages d'austénite résiduelle entre 2,5 % et 25 %. Ces échantillons, au même titre que les échantillons des 2 séries de tests précédentes, serviront à calibrer le système d'acquisition.

Pour chacun des traitements thermiques de la série #3, deux essais seront réalisés : $\frac{1}{2}$ et 55 cycles, afin de pouvoir calibrer la fréquence de résonance en fonction de la géométrie de l'échantillon, de la magnétostriction et de l'écrouissage/adoucissement. Ainsi, il a été décidé que l'austénite résiduelle de tous les échantillons de la série de tests #3 serait mesurée après la première mise en tension afin de calibrer la méthode. Les résultats des essais de la série #3 ainsi que de l'échantillon P-70 servant à la calibration sont présentés au Tableau 10.

Au cours de la prochaine section, la totalité des résultats des échantillons P-90 et P-91 sera présentée et analysée pour leurs intérêts particuliers. Les résultats des 4 autres traitements thermiques de la série de tests #3 sont présentés en Annexe V.

Tableau 10
 Traitement thermique des échantillons de la série de test #3

	Matériau	Traitement Thermique	% γ initial	Nombre de cycles total	Nombre de cycles avant striction	% défor- mation	% γ final
P-70	Lot #3	1050°C(1h)+528°C(9h)	1,2	55		2%	1,1
P-80	Lot #2	1050°C(1h)+590°C(1h)	3,0	1/2		2 %	2,5
P-91	Lot #2	1050°C(1h)+590°C(1h)	3,6	40	29	2 %	1,4
P-88	Lot #2	1050°C(1h)+605°C(1h)	5,0	55	48	2 %	1,8
P-89	Lot #2	1050°C(1h)+605°C(1h)	5,0	1/2		2 %	4,4
P-86	Lot #2	1050°C(1h)+618°C(1h)	10,0	47	34	2 %	1,0
P-87	Lot #2	1050°C(1h)+618°C(1h)	10,0	1/2		2 %	7,4
P-82	Lot #2	1050°C(1h)+674°C(2h)+ 618(1h)	24,1	55		2 %	1,7
P-83	Lot #2	1050°C(1h)+674°C(2h)+ 618(1h)	24,9	1/2		2 %	14,8
P-84	Lot #2	1050°C(1h)+672°C(2h)+ 618(8h)	25,0	55	49	2 %	1,6
P-85	Lot #2	1050°C(1h)+672°C(2h)+ 618(8h)	24,9	1/2		2 %	17,6
P-47	Lot #2	Traitement tel que reçu	10,7	80		2 %	1,8
P-49	Lot #2	Traitement tel que reçu	10,7		38	2 %	N/a

Malheureusement, tel que mentionné plus haut, il s'est avéré que les propriétés mécaniques en fatigue oligocyclique de la majorité des traitements thermiques de la série #3 étaient moindres que celles obtenues avec les échantillons tels que reçus. Par conséquent, une striction est apparue dans la majorité des cas avant de franchir le cycle 55. Une analyse supplémentaire sera donc faite pour tous les échantillons afin de définir avec précision le moment de cette striction pour ensuite être en mesure d'enlever les résultats erronés. Un exemple d'analyse du moment de striction sera fait à la section 3.5.1.1. Les autres analyses du moment de striction des échantillons de la série de tests #3 sont présentées en Annexe VI.

3.5.1 Présentation et analyse des données brutes; échantillons contenant 3,3 % γ_{res} (P-90 et P-91)

Les graphiques de la fréquence de résonance en fonction du nombre de cycles des échantillons P-90 (1/2 cycle) et P-91 (32 cycles) contenant 3,3 % γ_{res} sont montrés à la Figure 32 et à la Figure 33 respectivement. La courbe d'hystérésis de l'échantillon P-91 est montrée à la Figure 34 et la synthèse de cette courbe à la Figure 35 montre clairement un adoucissement cyclique. Il est intéressant de préciser que l'échantillon s'écrouit pendant les deux premiers cycles et s'adoucit par la suite.

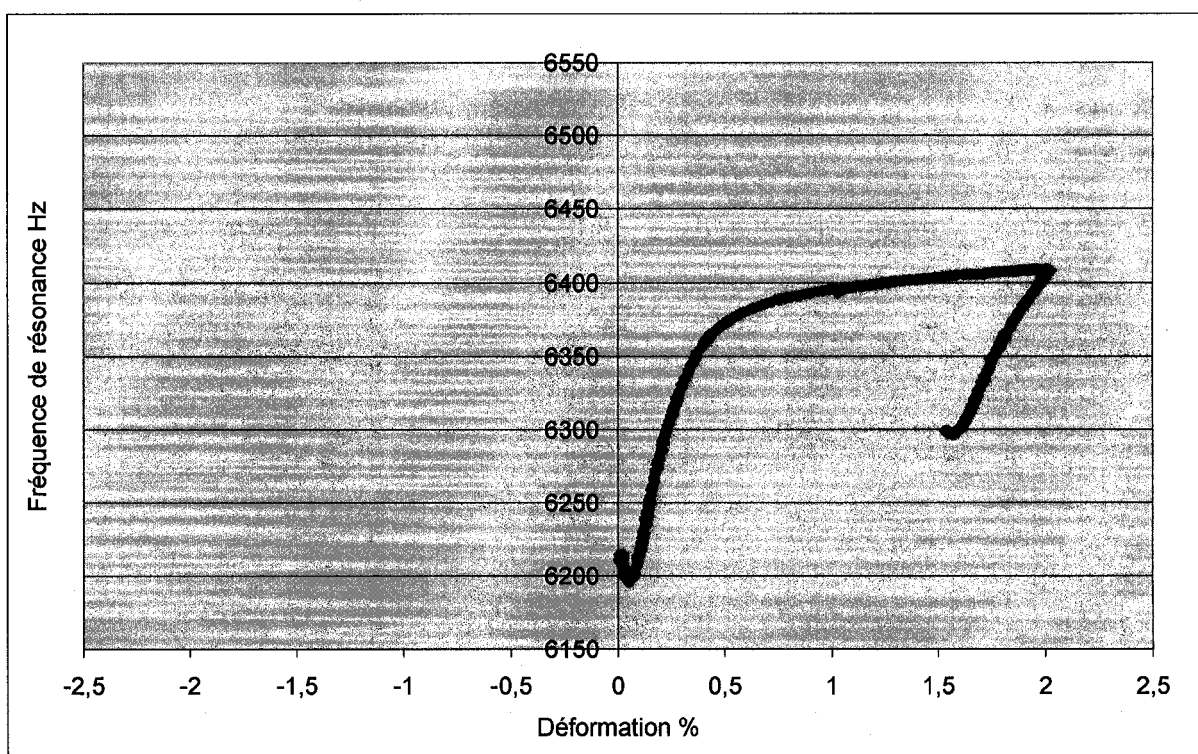


Figure 32 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 3% d' γ_{res} (P-90) en fonction de la déformation. Le % d' γ_{res} après relâche de la contrainte est de 2,5%.*

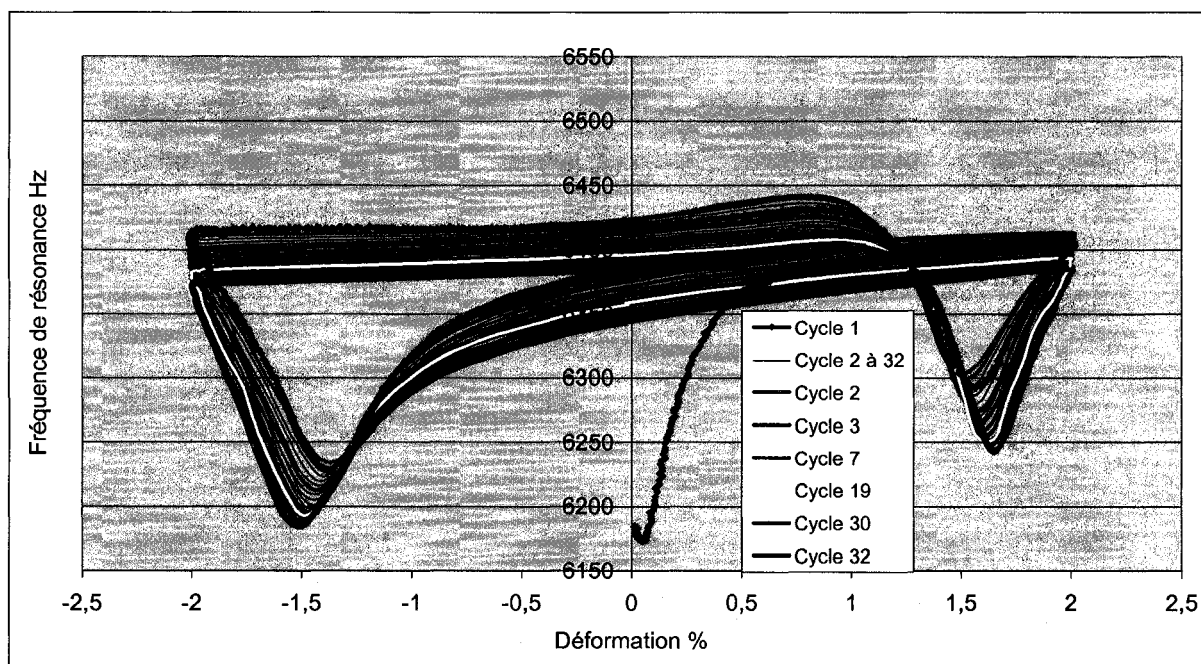


Figure 33 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 3,6% d' γ_{res} (P-91) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 590°C/1h, γ_{res} final 1,7%.*

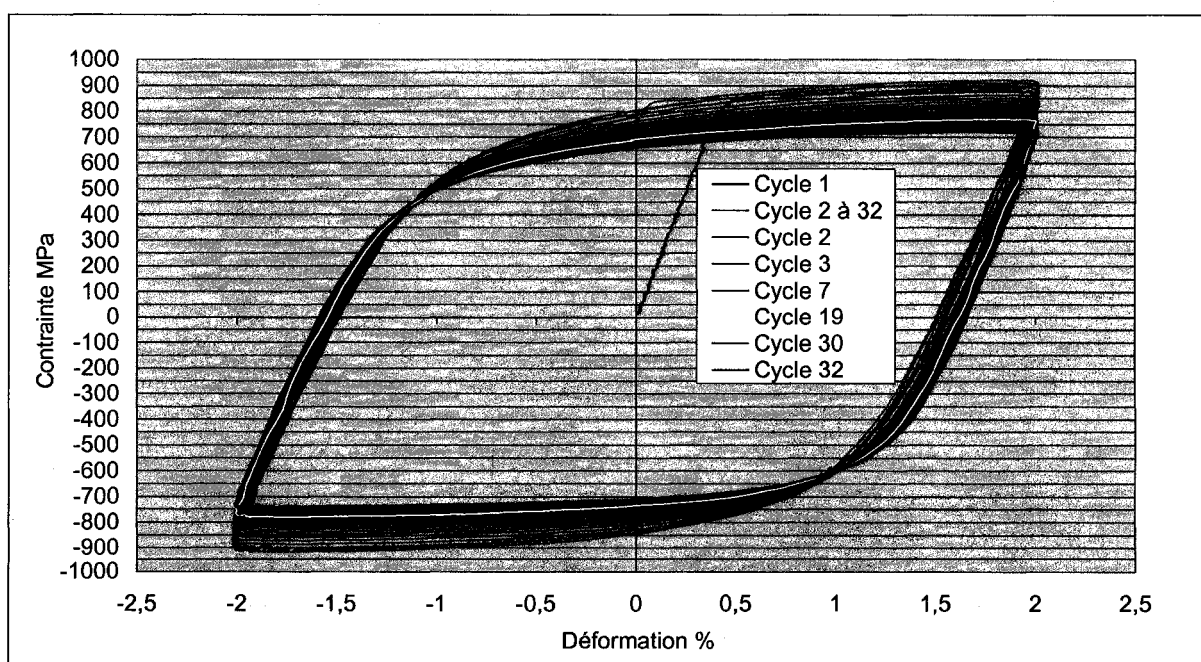


Figure 34 *Adoucissement d'un échantillon contenant initialement 3,6% d' γ_{res} (P-91) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 590°C/1h, γ_{res} final 1,7%.*

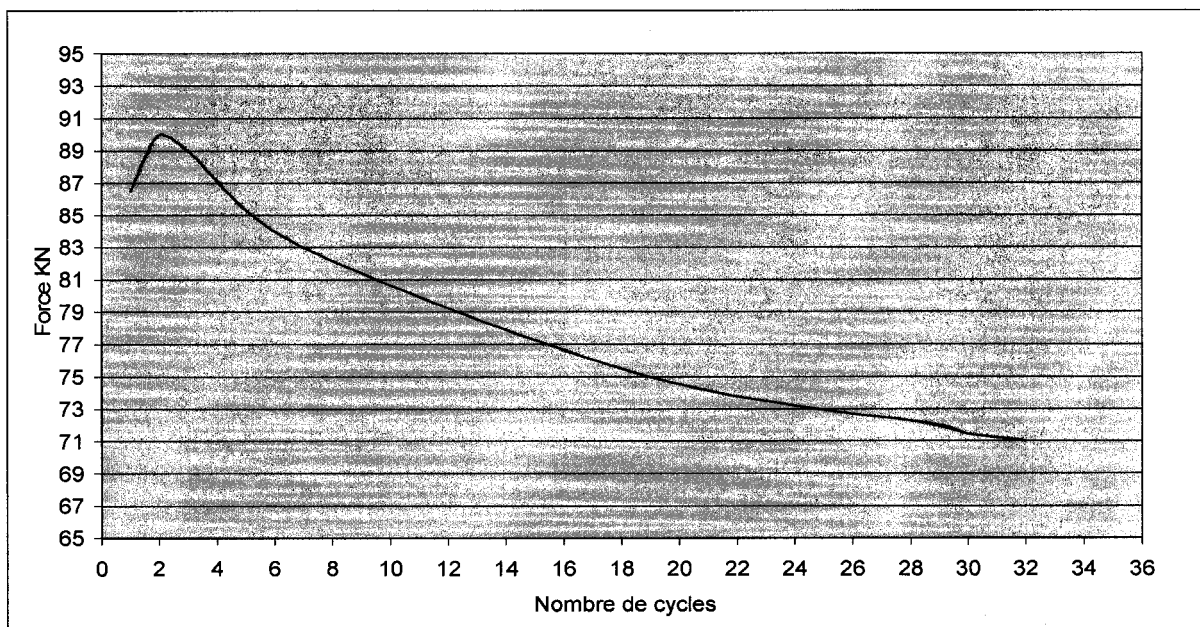


Figure 35 *Adoucissement d'un échantillon contenant initialement 3,6% d' γ_{res} (P-91) permettant d'observer que l'écrouissage est maximal au cycle #2.*

3.5.1.1 Détermination du moment de striction de l'échantillon P-91

La sous-section qui suit servira à expliquer la méthode qui a été utilisée afin de déterminer le moment du début de striction des échantillons de la série de tests #3. Comme nous allons le voir, le moment de striction est identifié par un minimum sur la courbe de la FDR tension min versus le nombre de cycle.

Dans un essai idéal, la FDR tension min diminuera tout au long de l'essai pour ensuite se stabiliser lorsque le % d'austénite ainsi que l'adoucissement seront stables. Cependant, il a été observé que lorsqu'il y a une striction vis-à-vis la bobine, la FDR tension min augmente. En effet, la réduction de la section causée par la striction fait diminuer la perméabilité du noyau et par conséquent fait augmenter la fréquence de résonance. Afin de bien déterminer le moment où la FDR tension min commence à remonter, un graphique de la fréquence de résonance en fonction de la force est tracé. La FDR tension min correspond à l'endroit où la courbe rencontre l'abscisse à l'origine (force = 0 kN). Cet endroit est montré par un cercle sur la Figure 36. La Figure 37 montre les FDR tension min ainsi prélevées en fonction du nombre de cycles

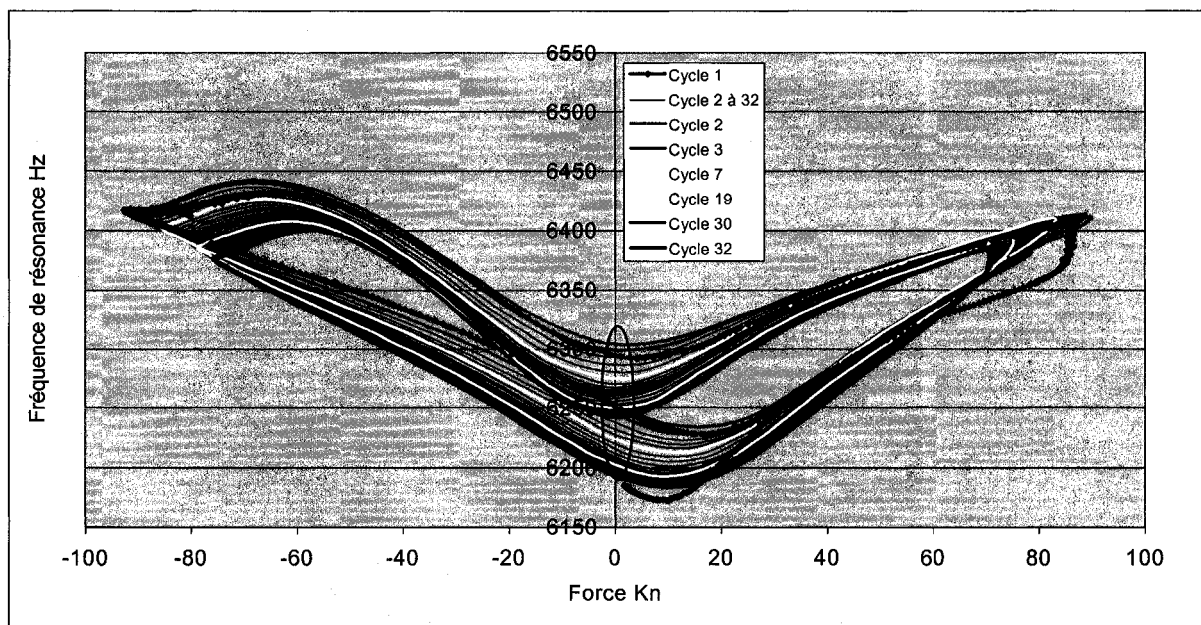


Figure 36 *Fréquence de résonance de l'échantillon P-91 en fonction de la force appliquée. La zone encadrée montre l'endroit où les valeurs de la FDR tension min sont prélevées.*

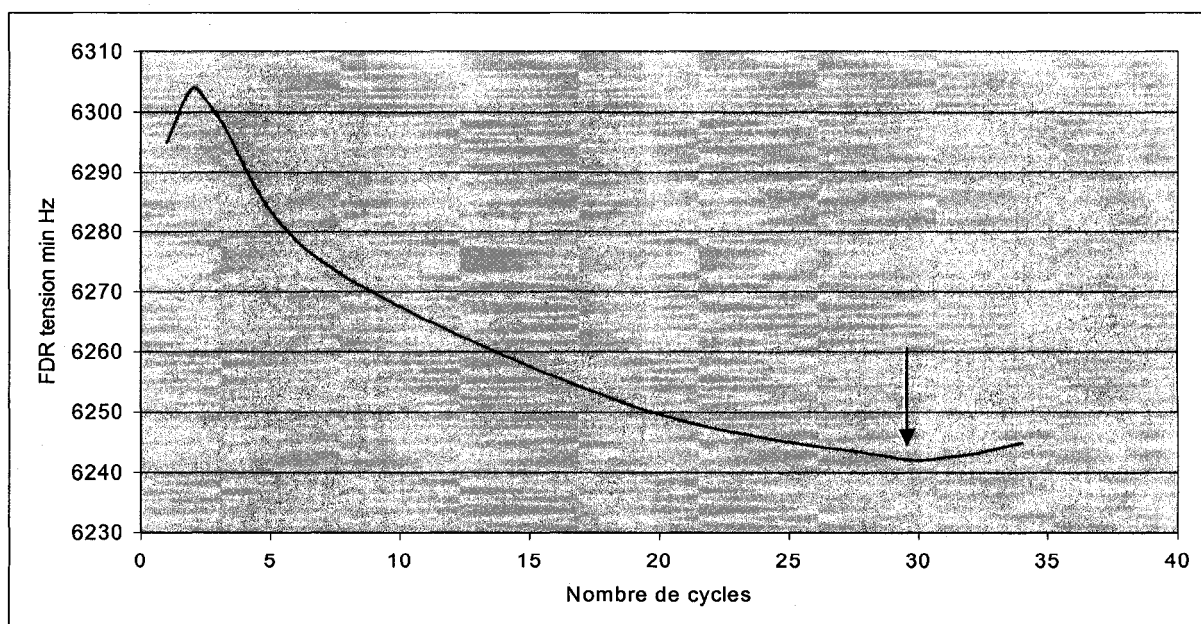


Figure 37 *FDR tension min de l'échantillon P-91 en fonction du nombre de cycles permettant de déterminer le moment de striction (flèche).*

D'après la Figure 37, l'instabilité mécanique vis-à-vis la bobine a commencé environ au cycle 30. En effet, nous pouvons voir sur le graphique que la FDR tension min ($f = 0$ kN) du cycle 30 est plus basse que la FDR tension min du cycle 29. Par la suite, la FDR du cycle 31 est au-dessus de celle du cycle 30, or, l'adoucissement du matériau n'est pas terminé (comme il est montré sur la Figure 35). Par conséquent, il est préférable de considérer que seuls les résultats jusqu'au cycle 29 sont valables. Le Tableau 11 montre les résultats tirés des graphiques qui seront utilisés pour l'approximation du pourcentage d'austénite en fonction du nombre de cycles.

Tableau 11
Résultats de P-91

# Cycle	FDR Tension Min (Hz)	Force max en tension (kN)	% Austénite (Rayon X)
0	6185		$(3,6+3,0)/2 = 3,3\%$
1	6295	86	
2	6304	90	
3	6299	89	
7	6275	83	
19	6251	75	
29 (début striction)	6242	72	
Descente			1,4%

3.6 Évolution de la FDR des échantillons de la série de tests #3 (2% de déformation sur différents taux d'austénite résiduelle)

Afin de condenser les résultats, les courbes des différents traitements thermiques de la série de tests #3 seront présentées pour les cycles 1/2, 2, 7 et 30. Les courbes de la fréquence de résonance des échantillons de la série de tests #3 pendant la première mise en tension sont associées avec les mesures d'austénite résiduelle par rayon X (Figure 38). Sur cette figure,

nous pouvons voir qu'initialement et après la première mise en tension, la FDR semble varier proportionnellement au pourcentage d'austénite résiduelle contenue dans l'échantillon. De plus, nous pouvons voir que la mise en traction affecte beaucoup la FDR de l'échantillon même si le pourcentage d'austénite résiduelle reste pratiquement constant. En effet, la FDR initiale de l'échantillon contenant initialement 3,6% d'austénite résiduelle est passé de 6185Hz à environ 6295 kHz après la première mise en traction tandis que le pourcentage d'austénite est seulement passé de 3,6% à 2,53%. Cette brusque montée de la fréquence de résonance est principalement causée par l'augmentation de la densité de dislocations lors de la déformation plastique de la martensite. La diminution de la section provoque aussi une augmentation de la FDR, mais nous verrons plus loin dans ce chapitre que son effet est négligeable.

Nous pouvons observer que pour les essais correspondants aux mêmes traitements thermiques, les courbes sont quasi identiques. La FDR de notre montage est donc assez sensible pour détecter la variation du pourcentage d'austénite résiduelle, sans toutefois être trop sensible pour que le positionnement de l'échantillon ou autre paramètre vienne modifier la FDR. Par conséquent, nous pourrions chercher à mieux comprendre les différences de comportement d'un échantillon à l'autre.

La Figure 39 et la Figure 40 montrent la progression de la fréquence de résonance des échantillons de la série de tests #3 pendant les cycles 2 et 7 respectivement. Contrairement à la figure précédente, les différents pourcentages d'austénite correspondant aux FDR tension min sont inconnus. Dans la section suivante, 3 modèles vont permettre d'approximer la quantité d'austénite à cette étape des essais.

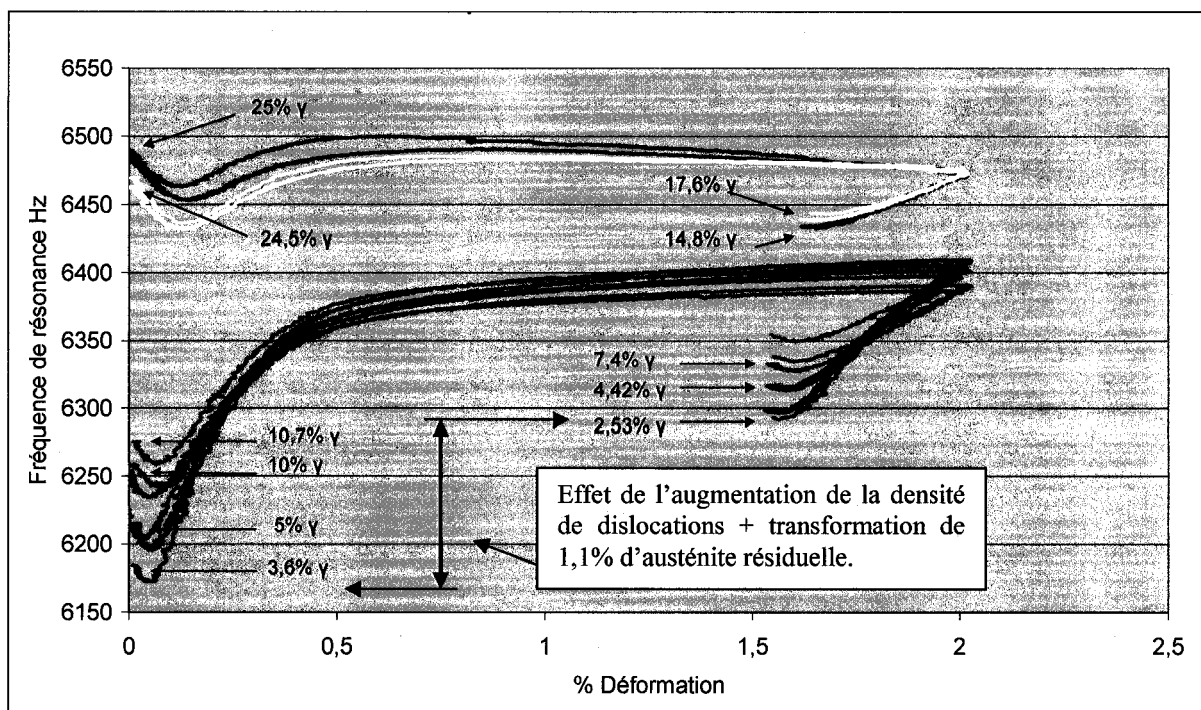


Figure 38 Effet du pourcentage d'austénite résiduelle sur la fréquence de résonance au cours du premier 1^{er} cycle de traction (1/2 cycle complet)- déformation de 2 %. Échantillons de la série de tests #3, lot #2.

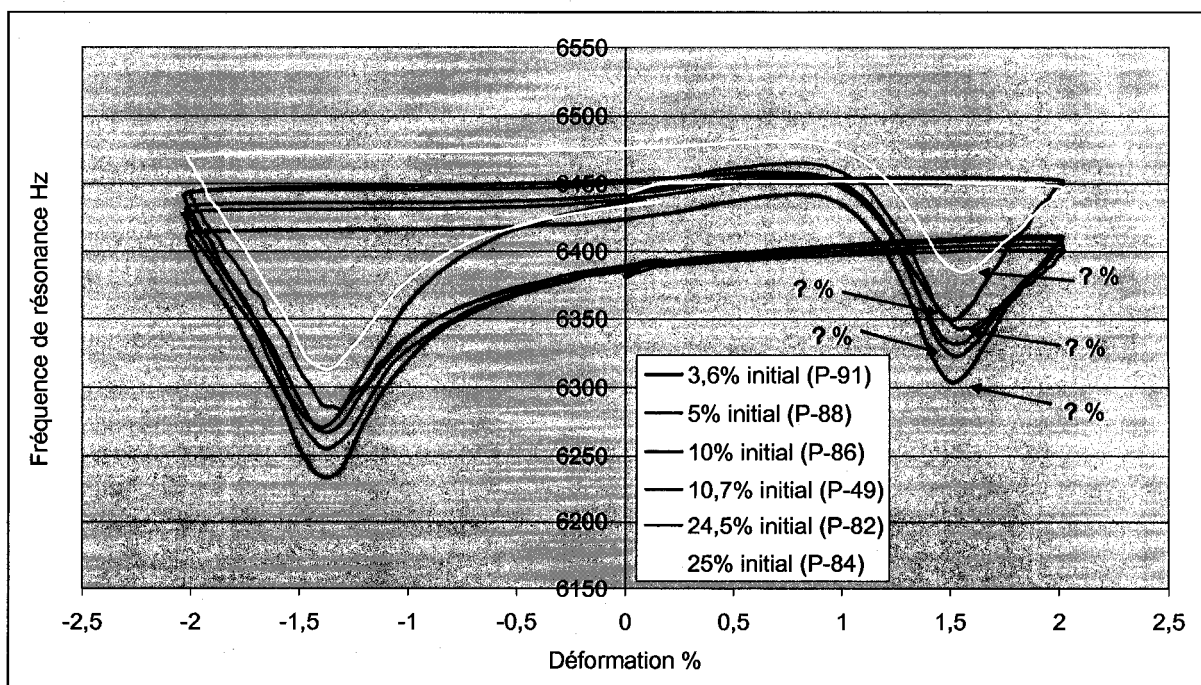


Figure 39 Fréquence de résonance en fonction de la déformation des échantillons de la série de tests #3 pendant le deuxième cycle. Les pourcentages d'austénite résiduelle aux différentes FDR tension min sont inconnus.

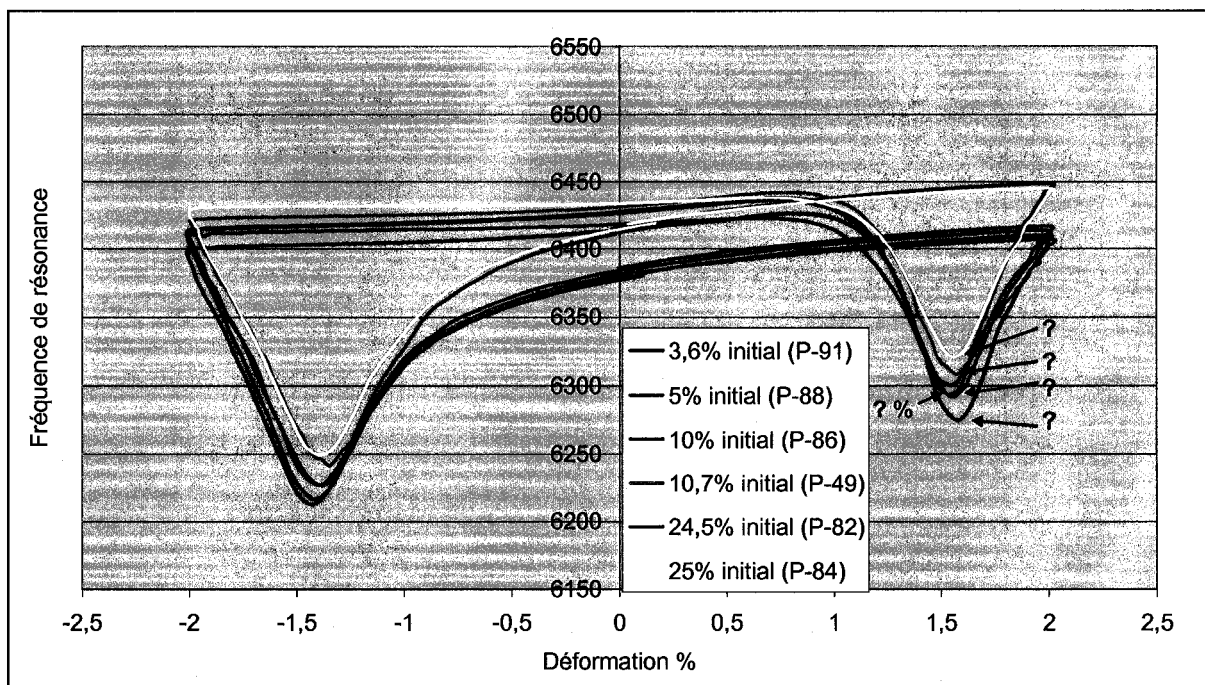


Figure 40 *Fréquence de résonance en fonction de la déformation des échantillons de la série de tests #3 pendant le cycle 7. Les pourcentages d'austénite résiduelle aux différentes FDR tension min sont inconnus.*

La Figure 41 montre qu'après un grand nombre de cycles minimum afin de permettre à la martensite d'atteindre un état métallurgiquement stable, les FDR tension min des différents échantillons sont très similaires lorsque le pourcentage austénite résiduelle a atteint une valeur seuil alors que les autres parties de la courbe varient de manière significative. Cette observation indique donc que la FDR tension min serait un bon moyen de quantifier l'austénite résiduelle. Par conséquent celle-ci nous permettra donc d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle présent dans l'échantillon pourvu que l'état de la martensite (densité de dislocations) soit pris en considération.

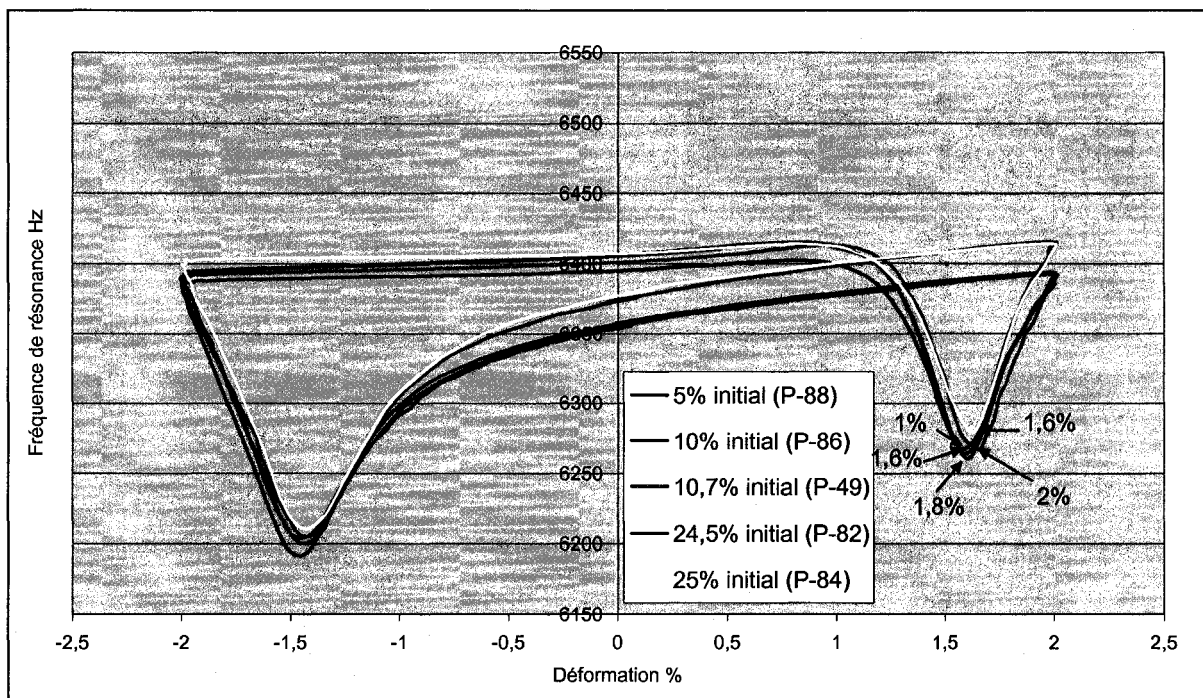


Figure 41 *Superposition des cycles des différents échantillons de la série de tests #3 lorsque le pourcentage d'austénite et l'état de la martensite sont stabilisés après 30 cycles.*

3.7 Calibration du montage

Afin de pouvoir bien comprendre les phénomènes affectant la fréquence de résonance, quelques tests supplémentaires ont été faits. En particulier l'effet de l'écrouissage, du % d'austénite résiduelle, de la magnétostriction et de la géométrie sur la fréquence de résonance du montage ont été précisément étudiés.

3.7.1 Effet de l'écrouissage sur la fréquence de résonance

Bien qu'il soit connu et largement cité dans les références de magnétostriction [38], aucun travail précédent n'a encore clairement expliqué ou établi une technique afin de dissocier l'effet de la transformation de l'austénite résiduelle de l'effet de l'écrouissage pendant un essai de fatigue. Le problème général est que l'augmentation de la densité de dislocations dans la martensite fait diminuer sa perméabilité alors que son adoucissement et la réorganisation dislocationnelle la fait augmenter (diminue la FDR). Olson et al. ont essayé de

résoudre ce problème pour un essai de traction [31]. Il en est ressorti que durant la déformation homogène, le pourcentage d'austénite transformée peut directement être relié à la fréquence de résonance et que pendant la déformation hétérogène associée à la formation de bandes de Lüders, une correction doit être ajoutée. Ils ont donc ajouté une correction $f(\varepsilon)$ à la fréquence de résonance pour une déformation $\varepsilon < 0,1$.

Afin de trouver l'effet de l'écrouissage/adoucissement sur la FDR tension min, des essais ont spécialement été réalisés sur des échantillons de 415 contenant un pourcentage minimum d'austénite résiduelle ($\sim 0\%$). Les premiers tests ont été effectués sur deux échantillons de 415 austénitisés à $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ (1 h) et refroidis à l'air. Nous savons que le % d'austénite résiduelle est à son minimum après ce type de traitement ($\sim 1,3\%$) et que le reste est constitué de martensite fraîche ; or, les deux essais ont été non concluants étant donné leur bris prématuré à environ 3 cycles à une amplitude de 2% . L'état de la martensite non revenue après austénitisation est trop fragile pour subir une telle déformation. La contrainte maximale pour une déformation de 2% sur l'échantillon non revenu s'est élevée à 1077 MPa en tension au premier cycle contre $851,7\text{ MPa}$ pour le même matériau avec le traitement thermique tel que reçu.

La deuxième approche a donc été d'effectuer une austénitisation suivie d'un traitement de revenu à une température en dessous du A_{c1} afin de ne pas créer d'austénite résiduelle lors du refroidissement. Étant donné la faible vitesse de précipitation des carbures de la martensite à cette basse température de revenu, un temps de maintien assez long a été utilisé. Le traitement sélectionné a été de $528\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 9 h et a conduit à un pourcentage d'austénite résiduelle final de $1,2\%$. Les propriétés mécaniques de l'échantillon ont été suffisantes pour supporter les 55 cycles à 2% de déformation (échantillon P-70). La FDR tension et la FDR tension min en fonction de la déformation de cet essai, ainsi que la courbe d'hystérésis du matériau, sont montrés à la Figure 42 et à la Figure 43 respectivement. Une multitude de tentatives de corrélation ont été faites sur toutes les zones définies au Tableau 9, afin de trouver une relation entre l'adoucissement du matériau et la variation de la fréquence de

résonance tension min. Il a été découvert qu'une relation plutôt linéaire existait entre la contrainte maximale appliquée en tension et la FDR tension min.

En utilisant les données de la contrainte maximum en tension et de la FDR tension min, une relation linéaire montrée à la Figure 44 a été obtenue. Cette relation indique que pour chaque écrouissage ou adoucissement de 1 MPa par rapport à la force appliquée au premier cycle, la FDR tension min augmente ou diminue de 0,3 Hz (3 Hz/kN). Peu importe qu'il s'agisse d'écrouissage ou d'adoucissement, les points suivent toujours une pente de 0,3 Hz/MPa.

Le même exercice a été fait pour relier la FDR tension avec la contrainte à la Figure 95 (Annexe VII). La relation pour la FDR tension en fonction de la contrainte est alors de 0,19 Hz/MPa (1,82 Hz/kN) entre le cycle 3 et le cycle 30 tandis que la relation était non linéaire entre le cycle 1 et 3 (Annexe VII).

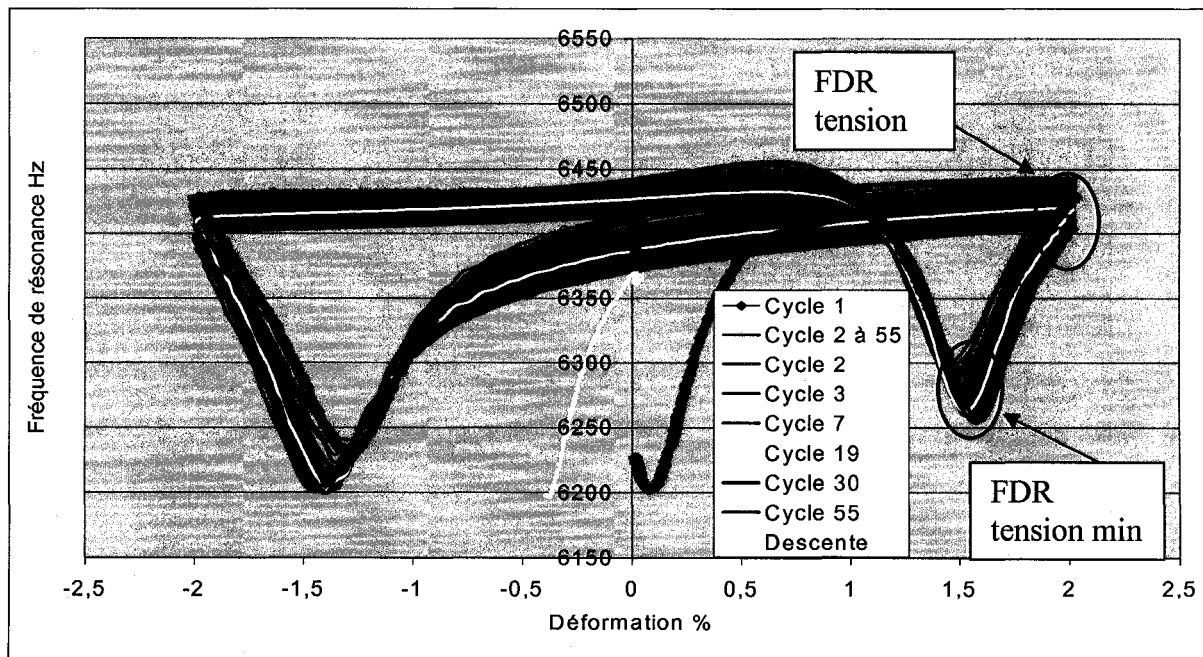


Figure 42 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 1,2% d' γ_{res} (P-70) en fonction de la déformation permettant de déterminer l'effet de l'écrouissage/adoucissement de la martensite sur la FDR. Lot #3, série de test #3, simple traitement thermique 528°C/9h, % γ_{res} final 1,1%.*

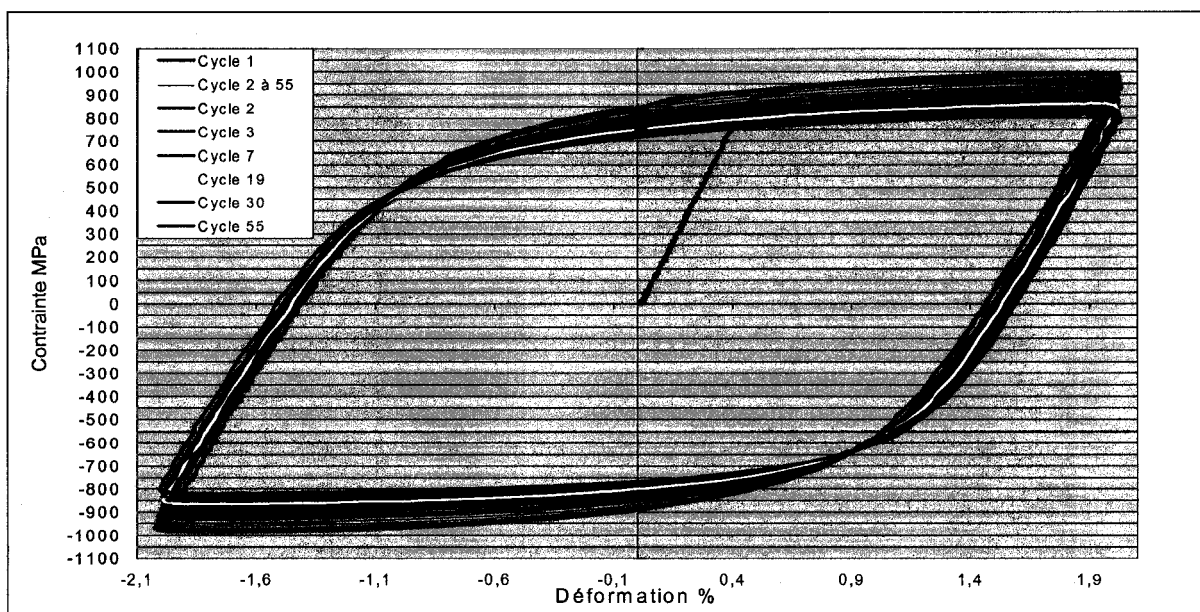


Figure 43 Adoucissement de l'échantillon P-70 permettant d'observer le comportement d'un échantillon de 415 totalement martensitique (P-70).

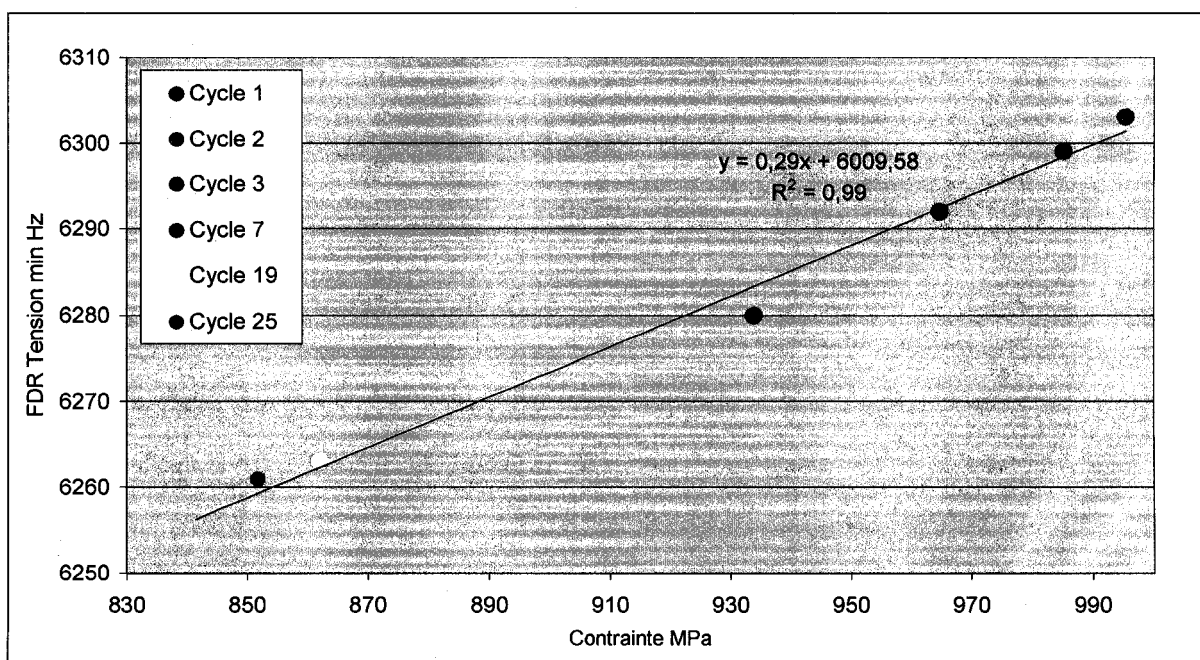


Figure 44 Graphique montrant la relation linéaire existant entre la FDR Tension min (après relâche de la contrainte) en fonction de la contrainte vraie à 2% de déformation sur un échantillon totalement martensitique (P-70). La variation est de l'ordre de 0,3 Hz/MPa.

Il est à noter que pour l'échantillon P-70, seules les données avant le cycle 19 ont été utilisées étant donné qu'une instabilité vis-à-vis la bobine a débuté au cycle 22 environ (Figure 45). Après les 55 cycles, les dimensions de cette striction étaient de 10,91 mm/11,21mm. Par conséquent, d'autres essais sont fortement suggérés pour une étude future afin d'observer le comportement de la FDR en fonction de l'adoucissement sur une plus longue période de temps. De toute façon, l'idée principale à retenir est que l'ordre de grandeur de la variation est de 3 Hz/kN (0,3 Hz/MPa).

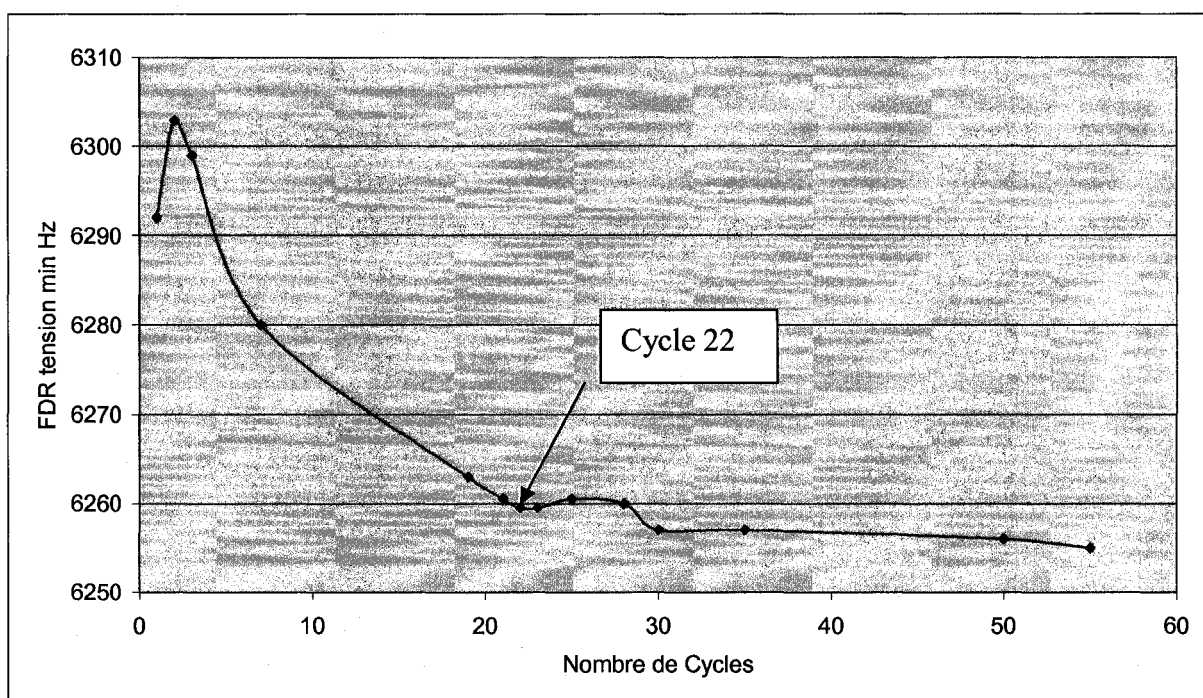


Figure 45 *FDR tension min en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-70 montrant la présence d'une instabilité mécanique au cycle 22.*

Les résultats de l'échantillon P-70 sont présentés au Tableau 12.

Tableau 12
Résultats de P-70

# Cycle	FDR Tension Min (Hz)	Force max en tension (kN)	% Austénite
0	6227		1,2%
1	6292	94	
2	6303	97	
3	6299	96	
7	6280	91	
19	6263	84	
22 (écrouissage local)	6259,5	83,5	
55	6255	79	
Descente			1,1%

3.7.2 Effet de la magnétisation de l'échantillon

La magnétisation, tout comme l'effet de la magnétostriction est un phénomène causé par l'alignement des domaines magnétiques dans le matériau. Après le procédé d'usinage, il a été remarqué que certains échantillons étaient magnétisés. L'ordre de grandeur du champ magnétique produit était entre 5 et 10 Gauss. Afin d'observer l'effet potentiel de cette magnétisation sur la FDR du système, 2 échantillons ont été magnétisés de façon à ce que le champ magnétique soit intense et parallèle à l'échantillon. En d'autres mots, l'alignement des domaines magnétiques a été fait dans le même sens que celui produit par la magnétostriction. Les résultats des deux échantillons magnétisés (P-69 et P-75) sont montrés à la Figure 46 et à la Figure 47 respectivement. Le champ magnétique des échantillons P-69 et P-75 était

initialement de 138 et 112 Gauss et est descendu à respectivement 100 et 59 Gauss après l'essai.

La Figure 46 montre que la FDR initiale et en tension de l'échantillon magnétisé à 138 Gauss sont significativement plus élevées que celles des deux autres courbes non magnétisées. De plus, la FDR finale est plus basse que les deux autres. En comparant les courbes de la Figure 47, il est difficile de conclure que la courbe magnétisée de 112 Gauss est significativement différente des autres courbes étant donné la variabilité des courbes non magnétisées.

En observant mieux ces figures, il semble que la FDR initiale ainsi que celle en tension sont plus élevées que celles des autres courbes tandis que la FDR finale est un peu plus basse. D'après ces observations, la magnétisation des échantillons peut modifier la FDR. Par conséquent, tous les échantillons ont été démagnétisés en dessous de 3 Gauss avant d'être installés sur le banc d'essai de traction.

Étant donné que la méthode développée dans cette étude ne nécessite pas d'autres calibrations, les deux parties abordant l'effet de la géométrie de l'échantillon ainsi que l'effet du montage sur la FDR ont été placées en Annexe VIII.

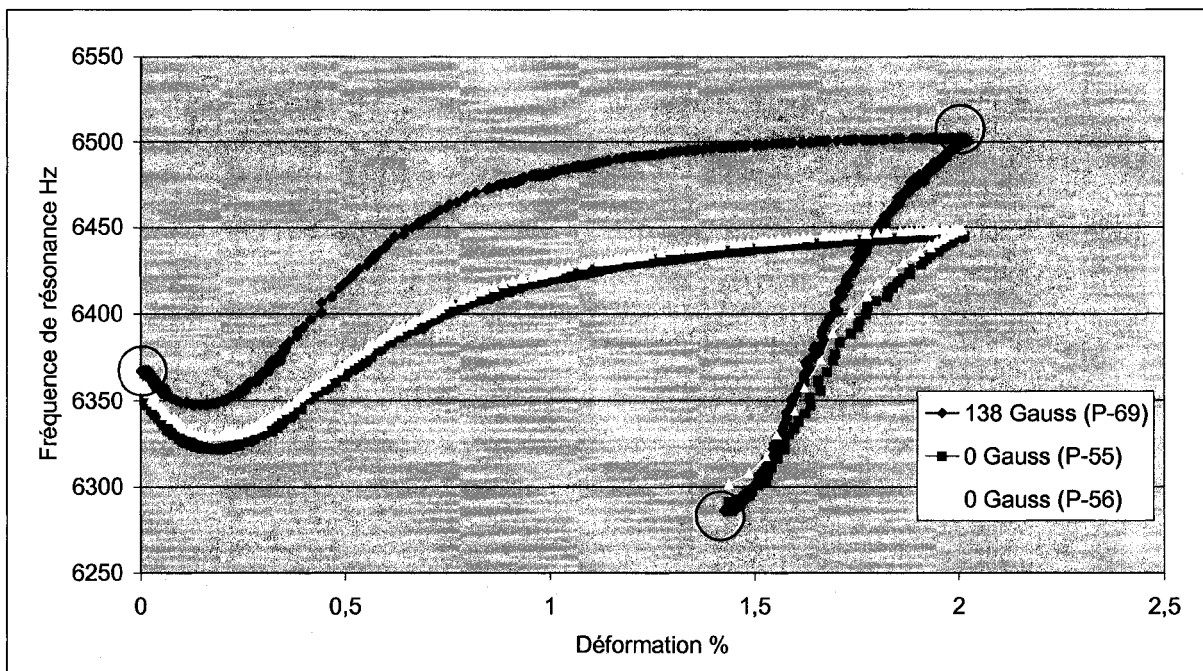


Figure 46 *Fréquence de résonance d'échantillons contenant initialement 1,33% d' γ_{res} permettant d'observer l'effet d'une magnétisation initiale de 138 Gauss sur le comportement de la FDR.*

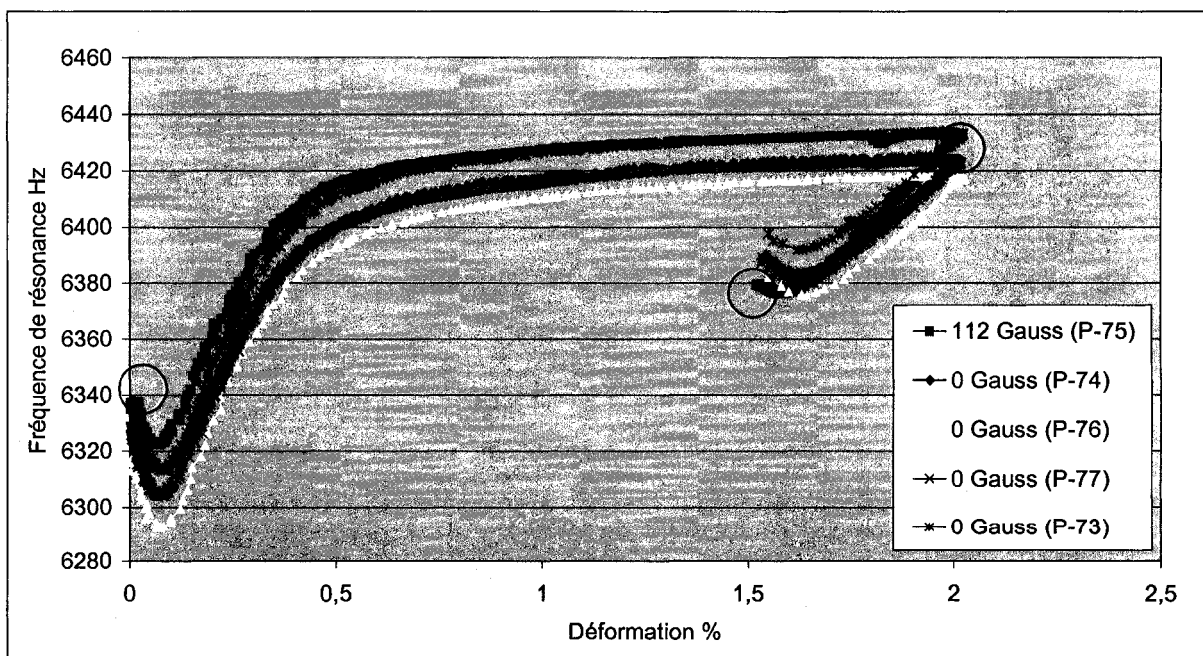


Figure 47 *Fréquence de résonance d'échantillons contenant initialement 11,2% d' γ_{res} permettant d'observer l'effet d'une magnétisation initiale de 112 Gauss sur le comportement de la FDR.*

3.7.3 Effet de la magnétostriction

Comme il a été discuté au chapitre 1, la magnétostriction modifie considérablement la FDR et celle-ci est proportionnelle à la contrainte appliquée dans le domaine élastique. Il a été découvert pendant les premiers essais que notre matériau possède un comportement spécial de sorte qu'il a une magnétostriction négative à de faibles contraintes en tension, (début de la zone élastique) et une magnétostriction positive à de plus grande contraintes. Afin de mieux comprendre le phénomène, il est fortement suggéré de lire la partie présentée en Annexe IX.

3.7.4 Variation de la FDR en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle dans l'échantillon

Afin de quantifier l'effet du pourcentage d'austénite résiduelle sur la fréquence de résonance du circuit, plusieurs méthodes ont été utilisées. Chacune de ces méthodes a clairement démontré que la variation de perméabilité était directement proportionnelle à la quantité d'austénite résiduelle présente. D'après les différentes analyses, une diminution de 1 % d'austénite résiduelle entraîne une diminution de la FDR d'environ 10 Hz, ce qui est d'un ordre de grandeur plus grand que les autres paramètres.

3.7.4.1 Fréquence de résonance initiale d'un échantillon non déformé

La première technique utilisée afin de déterminer l'effet du pourcentage d'austénite sur la fréquence de résonance a simplement été de relier les fréquences initiales avant le démarrage de l'essai. Le pourcentage d'austénite résiduelle mesuré avec la méthode de diffraction des rayons X est ainsi corrélé avec la FDR du système. La Figure 48 montre cette relation pour les échantillons du lot #2 et pour le lot #3. Pour le lot #2, on observe une variation d'environ 13,4 Hz pour chaque % d'austénite contre environ 9,5 Hz/ % pour le lot #3.

Il est particulièrement intéressant de voir que la fréquence de résonance n'est pas seulement affectée par le pourcentage d'austénite résiduelle mais aussi par l'état de la martensite : les points jaunes encadrés sur la Figure 48 correspondent à des échantillons austénitisés et non

revenus provenant tous du lot #3 ; or, ces échantillons sont constitués principalement de martensite fraîche et leur fréquence de résonance est considérablement plus élevée. En particulier, elles ne vérifient pas l'équation linéaire obtenue sur les échantillons du lot #3 revenu. L'état du revenu de la martensite affecte donc la FDR du système. Le même effet est présent pour les échantillons ayant subi des doubles traitements thermiques. Par exemple, l'échantillon de 24 % γ_{res} ayant subi un deuxième traitement de 1 h à une température de 618 °C montre une FDR plus élevée que l'échantillon de 25 % γ_{res} ayant eu un second traitement de 8 h à la même température. Il serait donc possible dans une autre étude de caractériser l'état de la martensite en fonction de la FDR de l'échantillon. Cette nouvelle constatation aurait pu créer beaucoup de problèmes du fait que presque aucun des échantillons de la série #3 n'a le même état initial de martensite. Cependant, pour tous les échantillons présents sur cette figure, nous pouvons conclure que l'état de la martensite obtenue avec des temps et températures utilisés pour la série de test #3, ne semble pas trop affecter la fréquence de résonance.

Une autre observation importante pour cette étude, est que l'équation linéaire utilisée afin d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle est différente pour les deux lots de 415. Même s'il s'agit de deux 415 provenant du même fabricant et que les concentrations chimiques sont très similaires, il n'est pas possible de déterminer le pourcentage d'austénite en comparant de façon absolue les FDR de deux échantillons même si l'état de leur martensite est identique. La conclusion est que pour des états de martensite donnés, il est possible d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle avec une précision de ± 1 % en observant seulement la fréquence de résonance initiale. Par contre, il n'est pas possible de mesurer ce % de manière absolue sur un lot X en utilisant des données du lot Y. En d'autres mots, il est possible de mesurer le % d'austénite de façon absolue si et seulement si la courbe de calibration propre au lot étudié est utilisée.

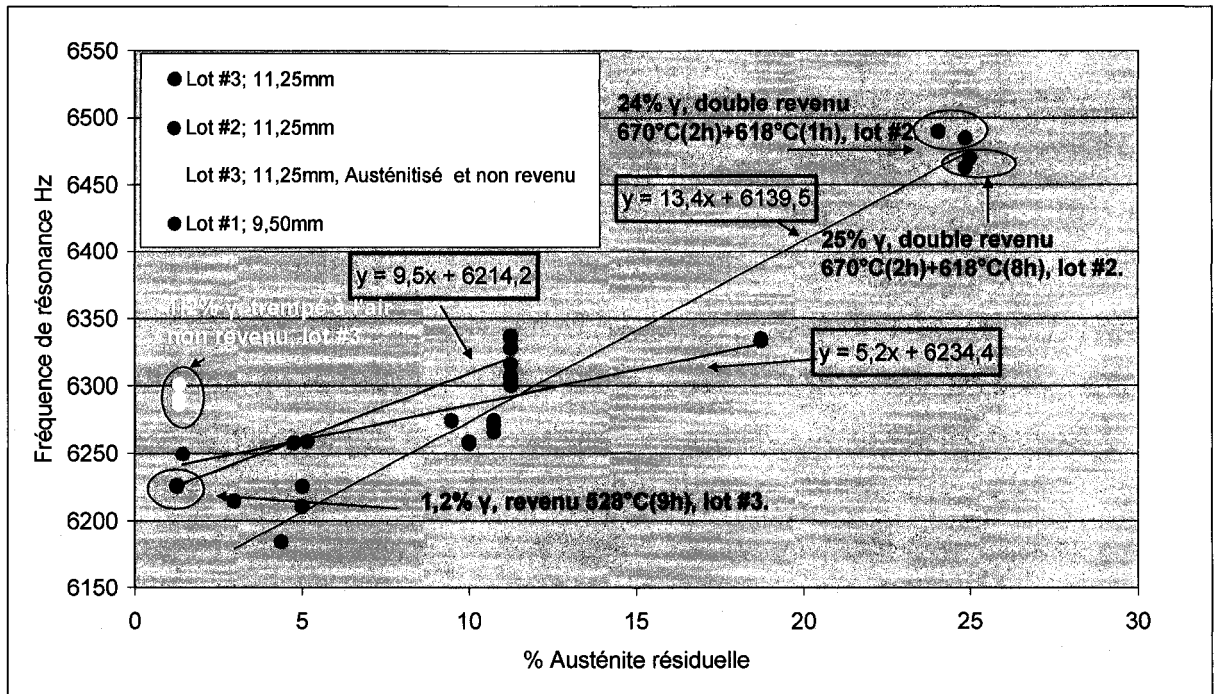


Figure 48 *Fréquence de résonance initiale en fonction du pourcentage initial d' γ_{res} permettant d'analyser l'effet du diamètre de l'échantillon ainsi que l'effet de l'état de la martensite initiale.*

Comme expliqué dans la section 2.4.4, une autre série de tests identique à la précédente a été faite, avec un diamètre des échantillons plus petit de 9,5 mm sur le lot #1. Encore une fois, la variation de la fréquence de résonance en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle est représentée par une équation linéaire, mais dans ce cas-ci, la pente n'est que de 5,2 Hz/ %.

Cette nouvelle constatation vient encore considérablement compliquer les choses car elle montre que le diamètre de l'échantillon a une influence. Heureusement, étant donné que nous comparerons la variation de la FDR tension min toujours à une déformation imposée constante (diamètre de 11,16 mm correspondant à 2 % de déformation sous charge - retour élastique d'environ 0,4 %), cette nouvelle constatation ne nous affectera donc pas. Cependant, cette modification de pente doit être prise en compte si l'on cherche à approximer la transformation de l'austénite tout au long d'un essai de traction.

3.7.4.2 FDR tension min en fonction du % d' γ_{res} mesuré pour des échantillons ayant subi ½ cycle

Une autre approche afin de déterminer l'effet de l'austénite résiduelle sur la FDR tension min a été d'utiliser les essais de ½ cycle (tension + relâche de la contrainte) de la série de tests #3 (Figure 49). Encore une fois, la relation entre le pourcentage d'austénite résiduelle et la fréquence est relativement linéaire et varie d'environ 10 Hz/% austénite peu importe l'état initial de la martensite.

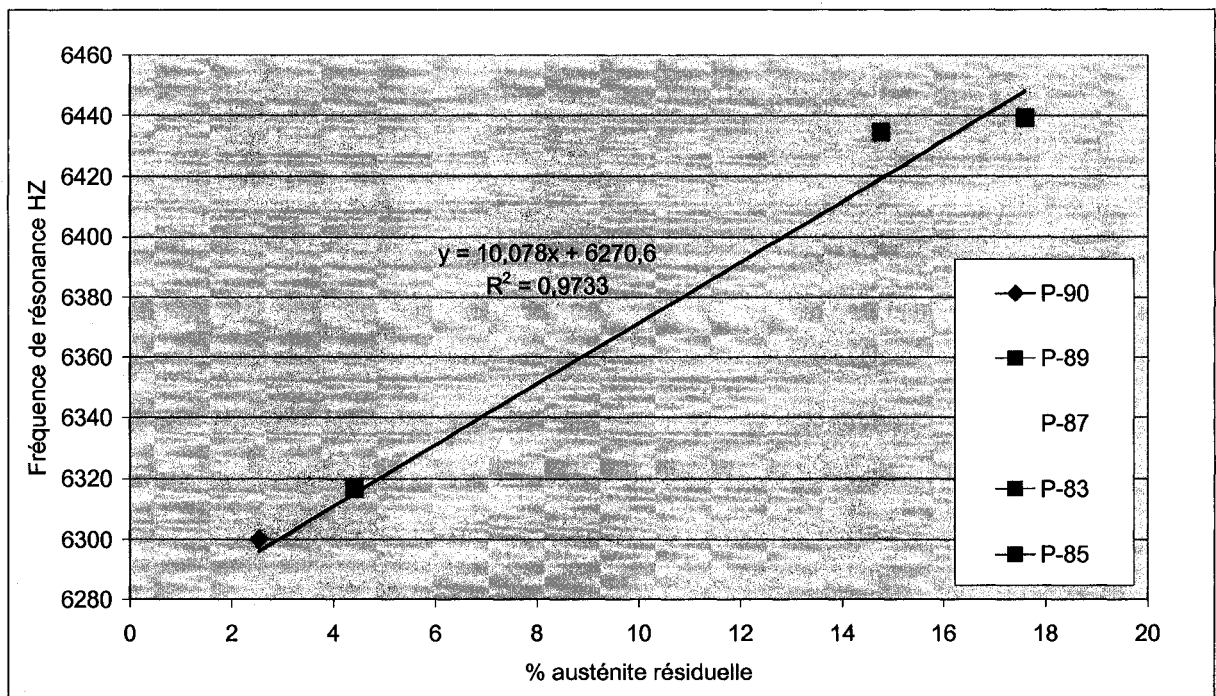


Figure 49 FDR tension min en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle après une déformation de 2 % en tension.

3.7.4.3 Exploitation des variations de la FDR (Δ FDR tension) au moment de la relâche des échantillons de la série de tests #3

En conclusion, il a été clairement démontré que le montage pouvait être utilisé afin de caractériser le pourcentage d'austénite résiduelle de façon absolue entre différents échantillons en autant d'utiliser la courbe de calibration du lot en question et que l'état de la martensite contenue dans les échantillons soit similaire (Figure 48). La FDR varie

linéairement en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle et cette variation est de l'ordre 10 à 11,5 Hz par % d'austénite résiduelle. De plus, il a été démontré en annexe VIII que ce taux de variation est modifié lorsque la géométrie de l'échantillon varie (cette variation est de l'ordre de 6 Hz pour 2 % de déformation). Finalement, les différents états de la martensite présents dans les différents échantillons ne semblent pas induire d'erreur significative sur la FDR dans la mesure où ceux-ci ont subi un revenu.

3.8 Nouvelle méthode pour l'approximation du pourcentage d'austénite résiduelle

À cause des nombreux paramètres responsables de la variation de la FDR, toutes les méthodes utilisées par les travaux jusqu'à aujourd'hui reliant la FDR au pourcentage d'austénite résiduelle ont nécessité des calibrations complexes introduisant beaucoup d'hypothèses et de sources d'erreur. En effet, la FDR varie avec le pourcentage d'austénite résiduelle, l'état de la martensite, la géométrie de l'échantillon, la magnétostriction ainsi que par le mouvement des pièces ferromagnétiques. Toutes ces sources de variation peuvent cependant être reliées à la FDR par une relation linéaire.

Afin de simplifier la méthode et ainsi réduire le temps de calibration, une nouvelle méthode a été développée dans cette étude afin de pouvoir approximer le % d'austénite résiduelle après chaque cycle. Bien que cette méthode pourrait être utilisée afin de quantifier la transformation de l'austénite pendant un essai de traction avec quelques hypothèses en plus (en particulier des corrections dues à la géométrie), cette méthode est à son plus simple lorsque vient le temps d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle pendant un essai de fatigue à déformation imposée.

Cette méthode nécessite deux essais par type de traitement thermique (1/2 cycle et un échantillon avec un grand nombre de cycles). Le premier essai est donc un essai de traction simple et consiste à reproduire la première mise en tension de l'essai de fatigue. Pendant toute la durée de l'essai et jusqu'à la relâche totale de la contrainte, la FDR est enregistrée. La valeur de la FDR ainsi enregistrée après le retour élastique correspond à la FDR tension

min du premier cycle de l'essai de fatigue. Cette valeur est représentée sur le cercle du haut de la Figure 50. Le deuxième essai nécessaire est l'essai de fatigue complet jusqu'au cycle maximum désiré. La FDR tension min du dernier cycle est montrée par le cercle du bas sur la même figure. Après chaque essai, le pourcentage d'austénite résiduelle doit être mesuré par diffraction X.

La Figure 50 montre donc les 2 essais nécessaires afin de caractériser la stabilité de l'austénite résiduelle d'un échantillon contenant initialement 5 % (P-88 et P-89). Comme nous pouvons le voir, 4,4 % d'austénite résiduelle est présent après 0,5 cycle contre 1,8 % après 50 cycles. Ceci implique donc que 2,6 % d'austénite résiduelle a transformé entre ces deux points. Parallèlement, la Δ FDR tension min a diminué de 65 Hz et la contrainte appliquée à 2 % de déformation a diminué de 872 MPa à 739 kN (85 kN à 72 kN). Étant donné que la contrainte est nulle et que la géométrie de l'échantillon est constante au moment de la FDR tension min, seules la variation du pourcentage d'austénite résiduelle ainsi que la variation de l'état de la martensite sont responsable de la variation de 65 Hz entre les 2 cercles.

Afin de relier la FDR tension min de chacun des cycles intermédiaires avec le pourcentage d'austénite transformé, 3 modèles seront utilisés; modèle simplifié, modèle Δ force et le modèle Δ FDR.

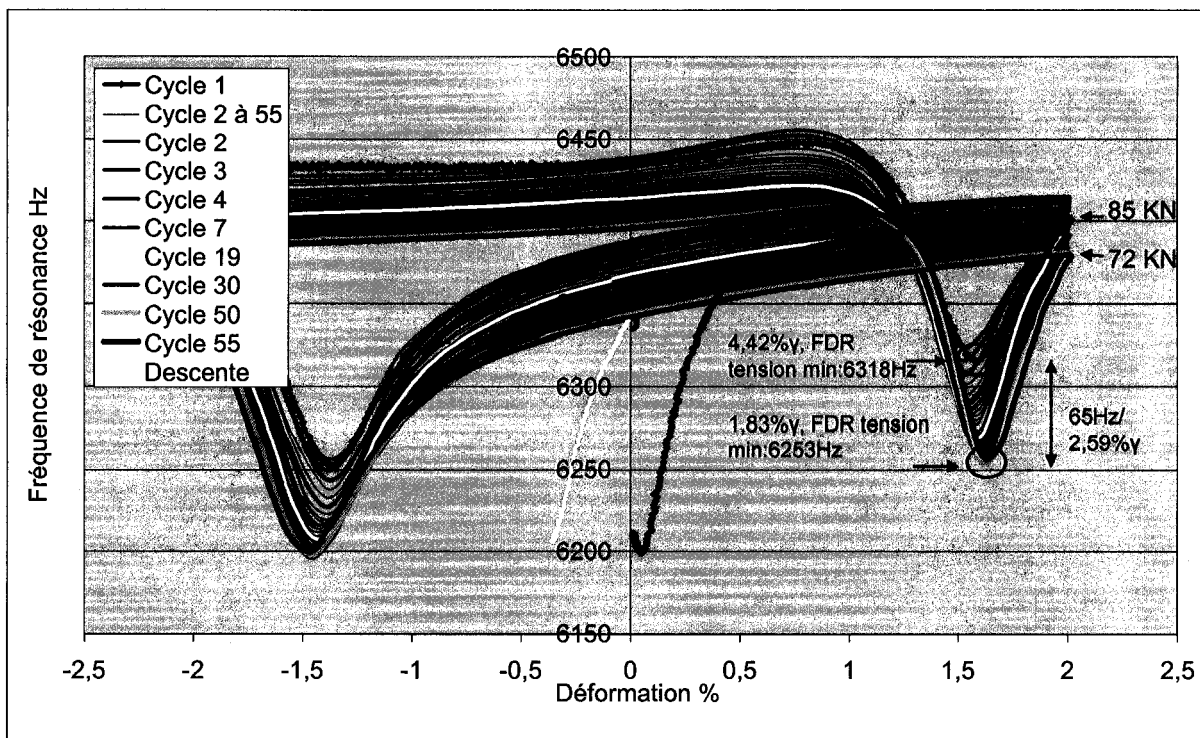


Figure 50 *Graphique servant à illustrer les paramètres utilisés afin d'approximer le % d' γ_{res}*

3.8.1 Modèle simplifié

Le modèle simplifié ne tient pas compte de l'effet de l'état de la martensite sur la FDR. L'hypothèse posée est que la totalité de la variation de la FDR est causée par la transformation de l'austénite. Bien que cette hypothèse semble très grossière à priori, Olson et al. ayant utilisé cette approche rapportent que les résultats approximatifs sont très près de la réalité. L'avantage de ce modèle est qu'en utilisant notre méthode de deux essais par échantillons, aucune calibration supplémentaire ne sera nécessaire. La Figure 51 montre l'équation linéaire du modèle simplifié obtenue avec les 2 essais P-88 et P-89. Avec cette équation, il sera donc possible d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle grâce à la lecture des FDR tensions min enregistrées pendant l'essai.

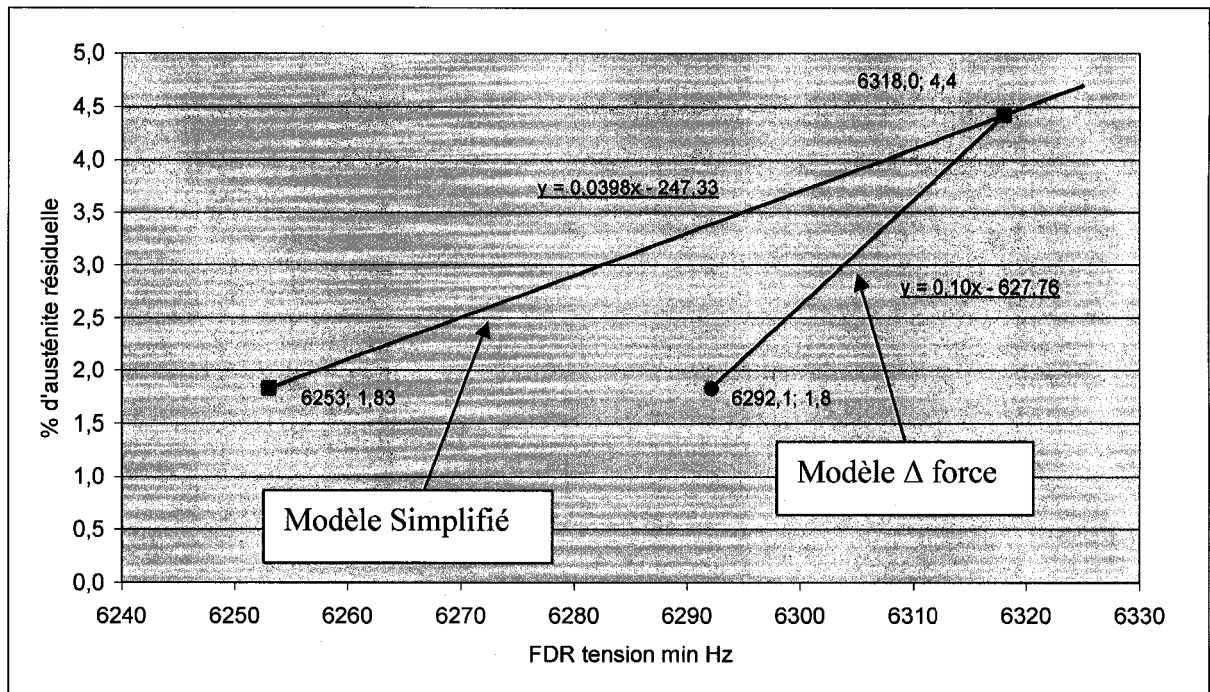


Figure 51 Comparaison de l'Équation linéaire du modèle simplifié et du modèle Δ force sur l'échantillon P-88.

3.8.2 Modèle Δ force

La FDR tension min est fonction de la proportion et de l'état métallurgique de chaque phase présente. Par conséquent, le modèle parfait prendrait en considération la quantité et l'état des différentes martensites présentes ainsi que la quantité d'austénite résiduelle pour chacun des cycles de l'essai. Ce modèle devient très complexe, car les valeurs de ces paramètres varient continuellement pendant l'essai de fatigue. Afin de se rapprocher de la réalité, le modèle Δ force tentera d'approximer la densité de dislocations de la martensite pour chaque cycle avec la variation de la force appliquée à 2 % de déformation.

Le modèle Δ force a donc été bâti sur les observations faites à la section 3.7.1 et à la section 3.7.3. Étant donné que la variation du 65 Hz illustrée à la Figure 50 est causée par la combinaison de l'effet de l'austénite et de l'écrouissage/adoucissement de la martensite. Or, grâce à la relation établie à la section 3.7.1 reliant l'effet de l'écrouissage/adoucissement de

la martensite sur la FDR (3 Hz/kN), il sera possible d'enlever l'effet de l'écrouissage de la martensite sur la FDR et ainsi isoler seulement l'effet de la transformation.

Toujours sur l'exemple de l'échantillon P-88, d'après le modèle Δ force, la variation de fréquence due à l'adoucissement de la martensite (85kN au premier cycle et de 72kN au cycle final) fait diminuer la FDR tension min de $(85 - 72) 3 \text{ Hz/kN} = 39 \text{ Hz}$. Par conséquent, l'effet de l'austénite résiduelle sur la fréquence de résonance est seulement de $(65 \text{ Hz} - 39 \text{ Hz})/2,6 \% = 10 \text{ Hz}/\%$. Cette variation d'environ 10 Hz/% similaire aux résultats des sections 3.7.4.1 et 3.7.4.2 suggère donc que ce modèle Δ force fonctionne relativement bien même si celui-ci utilise beaucoup de simplifications. L'équation du modèle Δ force pour l'échantillon P-88 est montrée à la Figure 51. Pour l'essai P-88, l'équation du modèle Δ force est donc $Y_n = 0,1 X_n - 627,76$. Dans cette équation, Y_n représente le pourcentage d'austénite au cycle n et X_n représente la FDR tension min corrigée au cycle n . Un exemple complet est montré en Annexe X afin de corriger la FDR tension min.

Le Tableau 13 montre l'effet du pourcentage d'austénite sur la FDR tension min corrigé par l'effet de l'écrouissage/adoucissement pour tous les échantillons de la série de tests #3. Le coefficient de proportionnalité varie entre 12,7 et 7,4 Hz/ % austénite transformée.

La basse valeur de 7,4 Hz/ % obtenue pour l'échantillon P-82 pourrait être expliquée par une erreur de mesure avec l'appareil de diffraction des rayons X. En effet, en comparant les résultats du P-82 et P-84 obtenus après la première mise en tension montrée au Tableau 14, l'écart de mesure de $17,6 \% - 14,8 \% = 2,8 \%$ de l'appareil de diffraction X semble élevé étant donné que la FDR tension min et que la force sont très similaires. En effet, les 10 Hz de la FDR tension min séparant les 2 échantillons après $\frac{1}{2}$ cycle ne justifie pas un écart de 2,8 % d'austénite résiduelle. Normalement, un écart d'au plus 1 % devrait séparer les 2 échantillons en se basant sur la règle grossière du 10 Hz/%. Bref, en supposant un % de 16,6 % après $\frac{1}{2}$ cycle pour l'échantillon P-84, nous obtenons une corrélation d'environ 8,4 Hz/ % austénite résiduelle pour l'échantillon P-82.

Tableau 13

Taux de variation de la fréquence de résonance d'après le modèle Δ force

	Effet du % d'austénite résiduelle sur la FDR tension min
P-91	10,8 Hz/%
P-88	10,0 Hz/%
P-86	12,4 Hz/%
P-49	12,7Hz/%
P-82	7,4 Hz/%
P-84	9,5 Hz/%

Tableau 14

Données du premier demi cycle des échantillons P-82 et P-84

	# Cycle	FDR Tension Min (Hz).	Force max en tension (kN)	% Austénite
P-82	1	6433	69	14,8 %
P-84	1	6444	69	17,6 %

3.8.3 Modèle Δ FDR

Comme nous verrons plus loin, le troisième modèle proposé ici (le modèle Δ FDR) est sans aucun doute le plus précis de tous. En effet, en se basant sur les résultats de la série de test #1, l'écart maximal entre la prédiction du modèle Δ FDR et les valeurs mesurées aux cycles 1, 7 et 19 était au maximum de 0,3%. Cependant, tout comme le modèle Δ force, le modèle Δ FDR nécessite une correction de la fréquence de résonance. Au lieu d'approximer la densité de dislocations de la martensite avec la force ou la contrainte appliquée, la variation de la FDR tension min causée par le comportement de la martensite (trouvé à l'aide d'un

échantillon austénitisé sans austénite) est directement soustraite de la FDR de l'échantillon à analyser. La Figure 52 montre la variation de l'effet de l'écrouissage d'un échantillon 100 % martensitique sur la FDR à une amplitude de déformation de 2 %. La courbe rose correspond donc à la correction apportée à la FDR de tous les échantillons soumis à 2 % de déformation. Bien entendu cette courbe est valable pour des échantillons soumis au même taux de déformation et possédant une martensite initiale similaire. Bien entendu, afin d'utiliser ce type de correction, quelques simplifications s'imposent. On suppose donc que la martensite aura le même comportement mécanique avec ou sans austénite. De plus, la loi des mélanges ne sera pas utilisée et nous ne tiendrons pas compte de la variation du % de martensite au cours des essais.

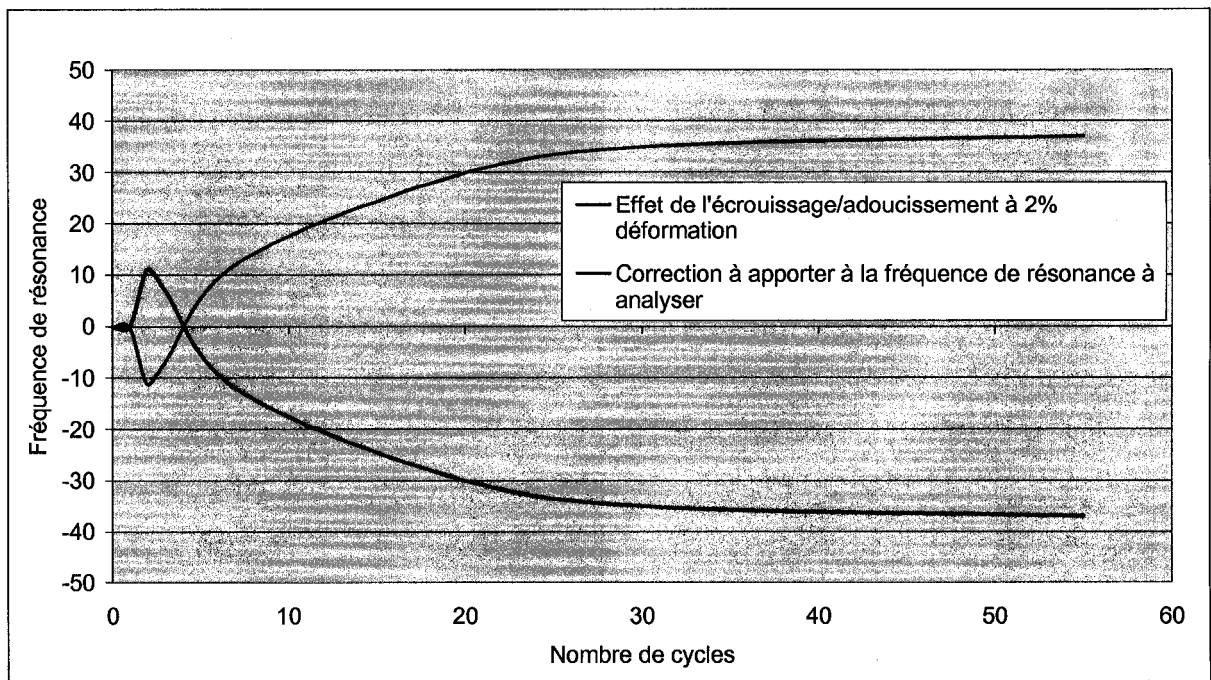


Figure 52 *Effet de l'écrouissage d'un échantillon 100 % martensitique (P-70) en fonction du nombre de cycles à une amplitude de déformation de 2 %. Le traitement de revenu est de 528 °C/9 h.*

3.9 Qualification des différents modèles

Dans le but de qualifier les trois modèles, nous allons tout d'abord approximer le pourcentage d'austénite transformée pendant les séries de tests #1 et #2 en utilisant seulement les données

mesurées des cycles $\frac{1}{2}$ et 55. Les résultats approximatés par les différents modèles pourront donc être comparés avec les mesures expérimentales des cycles intermédiaires. Malheureusement, le modèle Δ FDR n'a pas été utilisé pour l'approximation de la série de tests #1 étant donné qu'aucun essai n'a été fait sur un échantillon 100 % martensitique à 1 % de déformation. Après cette qualification, les trois modèles seront finalement utilisés afin d'approximer le pourcentage d'austénite de la série de tests #3 en fonction du nombre de cycles.

3.9.1 Présentation des résultats mesurés et approximatés de la série de tests #1 et #2

Les résultats de la série de tests #1 et #2 sont montrés aux Figure 53 et Figure 54 respectivement. Sur ces figures, les bornes de $\pm 1\%$ sur la courbe mesurée représentent l'erreur de mesure sur la technique de diffraction des rayons X. Sur la Figure 53, nous voyons que le modèle simplifié présente une légère sous-estimation de la transformation au début de l'essai (surestimation des valeurs mesurées). D'un autre côté, le taux de transformation initial et final de ce modèle représente mieux des données expérimentales par rapport au modèle Δ force à 1 % et 2 % de déformation. Pour les deux figures, le modèle Δ force semble surestimer le taux de transformation de l'austénite résiduelle. Finalement, le modèle Δ FDR à la Figure 53 est celui qui permet une meilleure approximation avec une erreur maximale de $\pm 0,3\%$ par rapport aux données expérimentales de la série de tests #1. Une validation avec des mesures d'austénite résiduelle à 3 et 5 cycles devrait cependant être faite dans une prochaine étude.

Bien que le meilleur modèle reste le modèle Δ FDR, le modèle simplifié représente une méthode très simple donnant des résultats très près de la réalité. Le problème général du modèle simplifié est qu'il ne corrige pas l'effet de l'écrouissage de la martensite conduisant à une sous-estimation de la transformation. Un moyen rapide d'améliorer les résultats de ce modèle serait d'effectuer manuellement un lissage de cette sous-estimation de la transformation. Ce nouveau modèle sera appelé modèle simplifié modifié et est montré en ligne pointillé à la Figure 53.

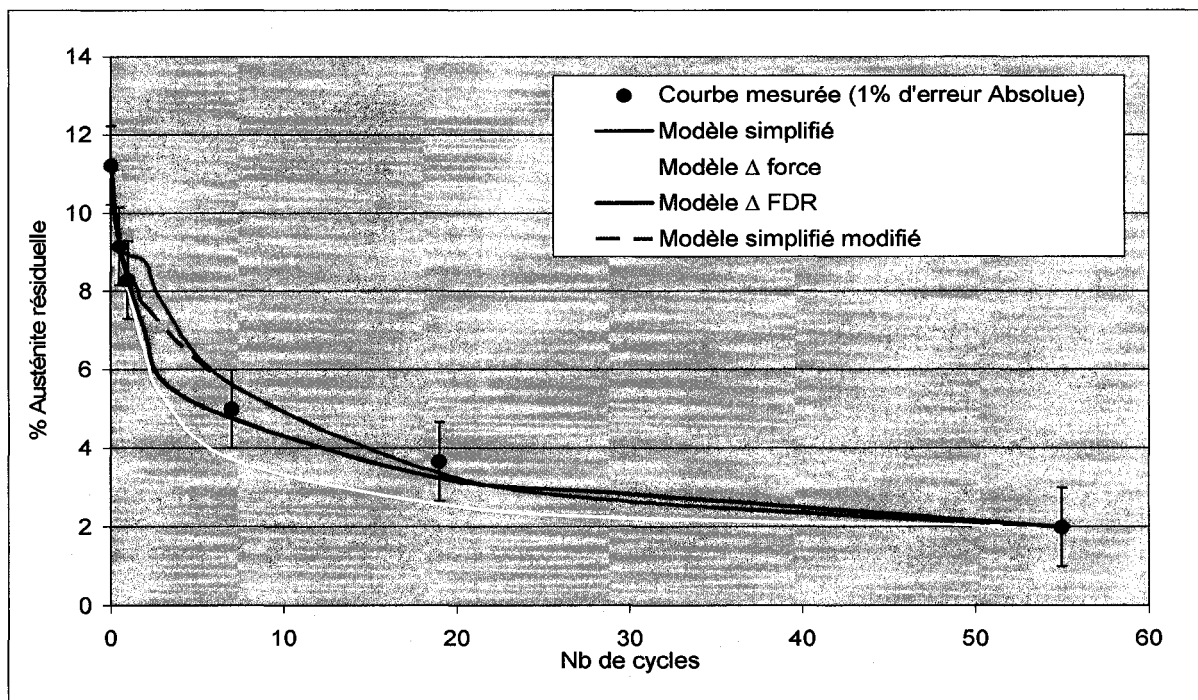


Figure 53 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle de la série de tests #1 par différents modèles en utilisant seulement la FDR tension min et les % d' γ_{res} mesurés aux cycles $\frac{1}{2}$ et 55.

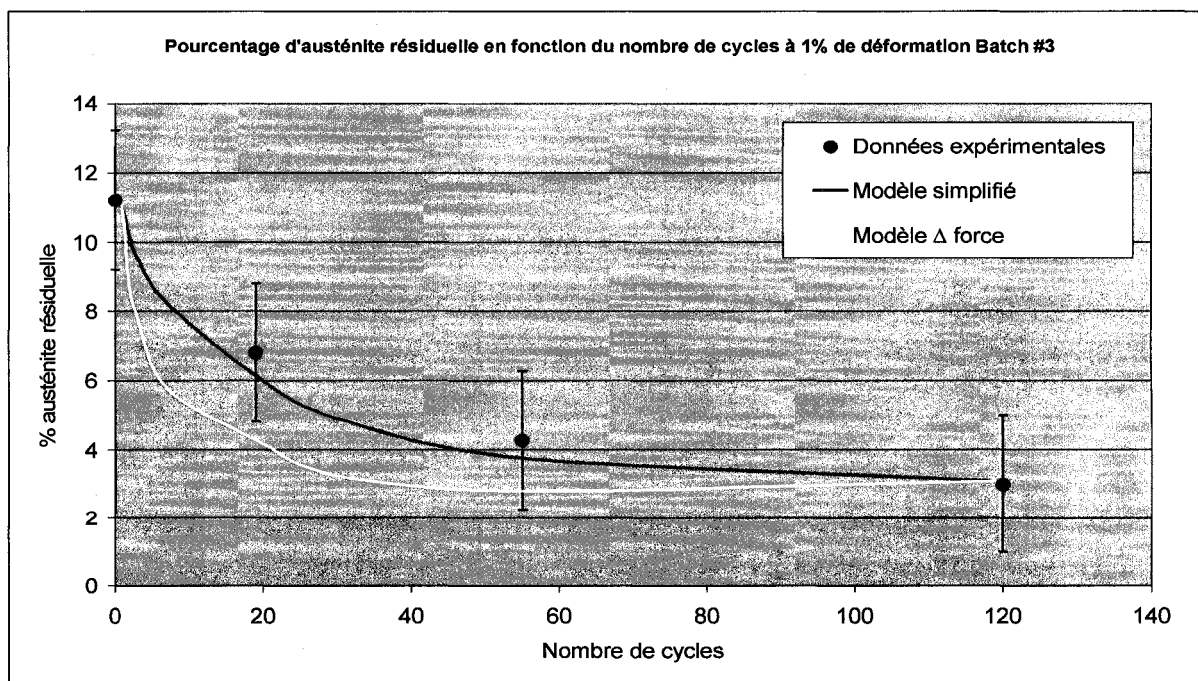


Figure 54 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle de la série de tests #2 par différents modèles en utilisant seulement la FDR tension min et les % d' γ_{res} mesurés des cycles $\frac{1}{2}$ et 55.

3.10 Approximation du pourcentage de transformation des échantillons de la série de tests #3

Les 4 modèles discutés plus haut ont été utilisés pour les essais de la série 3. Les résultats des échantillons classés dans un ordre croissant d'austénite résiduelle sont présentés de la Figure 55 à la Figure 60. Les 3 points rouges sur chacun des graphiques correspondent aux mesures expérimentales qui permettent de construire le modèle (avant l'essai, au cycle $\frac{1}{2}$ et au cycle final). Il est intéressant d'observer qu'une surestimation des données expérimentales apparaît sur les courbes lorsque l'on utilise le modèle simplifié. Cette surestimation diminue lorsque le pourcentage d'austénite résiduelle initiale est plus élevé. Elle disparaît complètement pour les échantillons contenant 25 % d'austénite résiduelle (Figure 59 et Figure 60). Cette observation suggère donc que la surestimation des valeurs expérimentales initiale n'est pas créée par la transformation de l'austénite. Comme précédemment, pour tous les essais, le modèle Δ force prévoit un plus grand taux de transformation que le modèle simplifié et permet de fixer une borne inférieure du pourcentage d'austénite résiduelle. Comme nous pouvons le voir sur les graphiques, il existe une prédiction très différente pour chacun des modèles au cycle 5 environ. Pour une étude future, il serait donc encore une fois fortement recommandé d'effectuer deux essais à 3 et à 5 cycles afin de mieux qualifier les modèles.

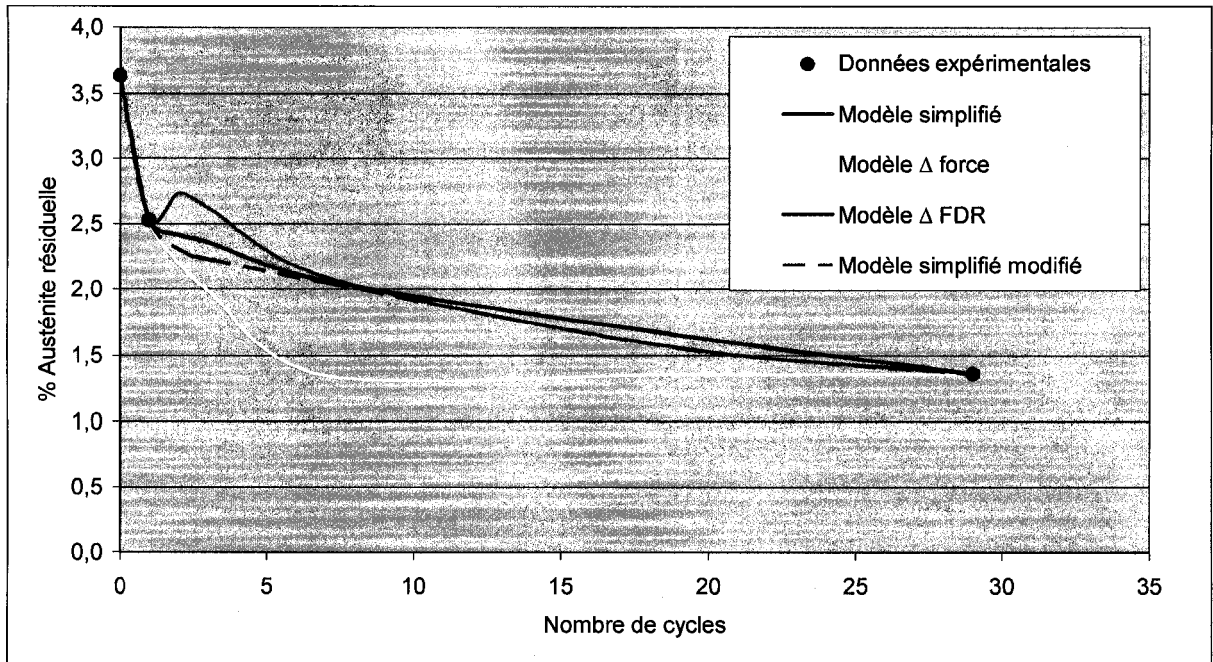


Figure 55 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 3,6 % d' γ_{res} (P-91).

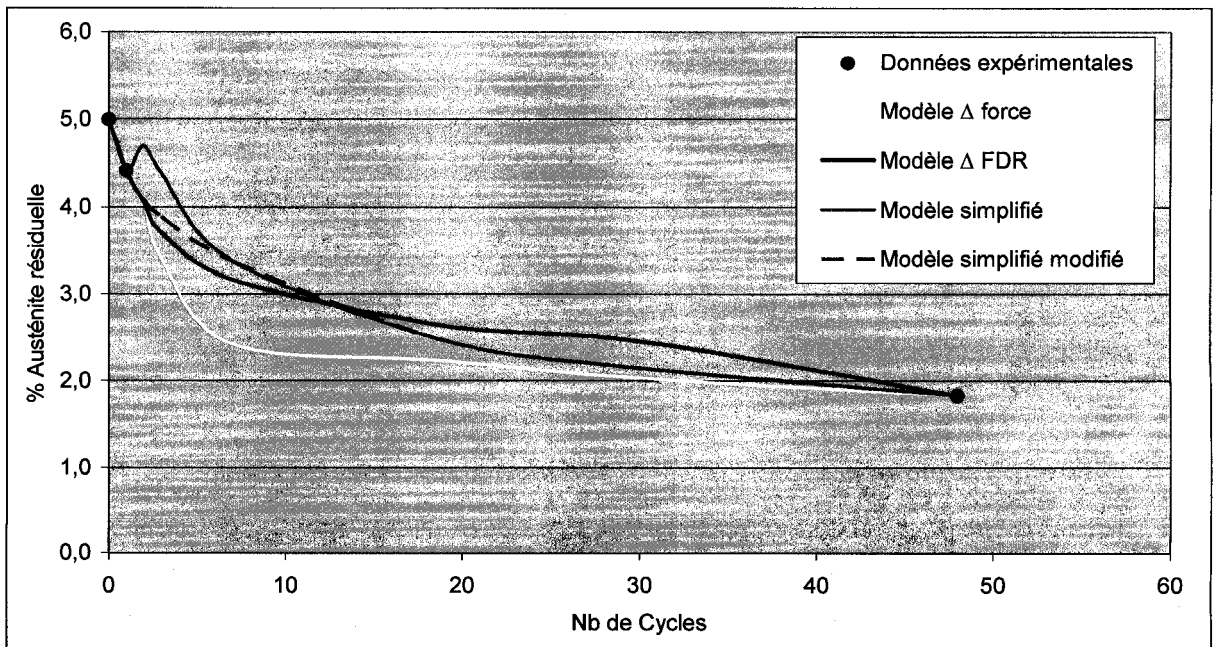


Figure 56 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 5 % d' γ_{res} (P-88).

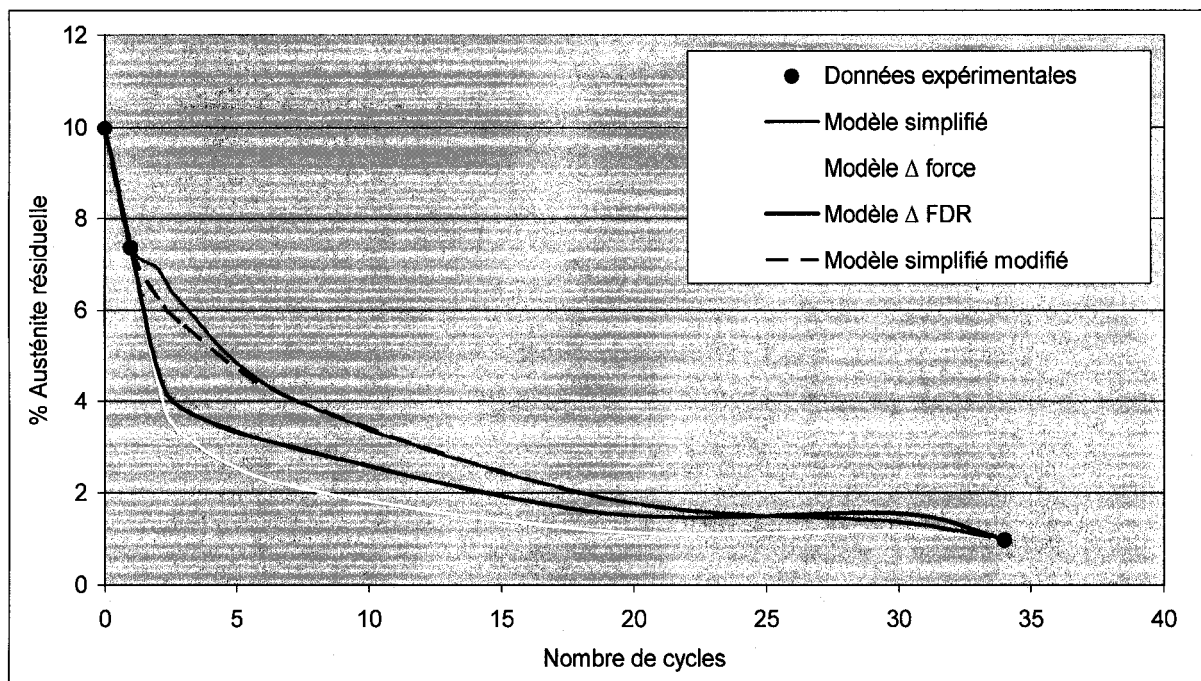


Figure 57 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 10 % d' γ_{res} (P-86).

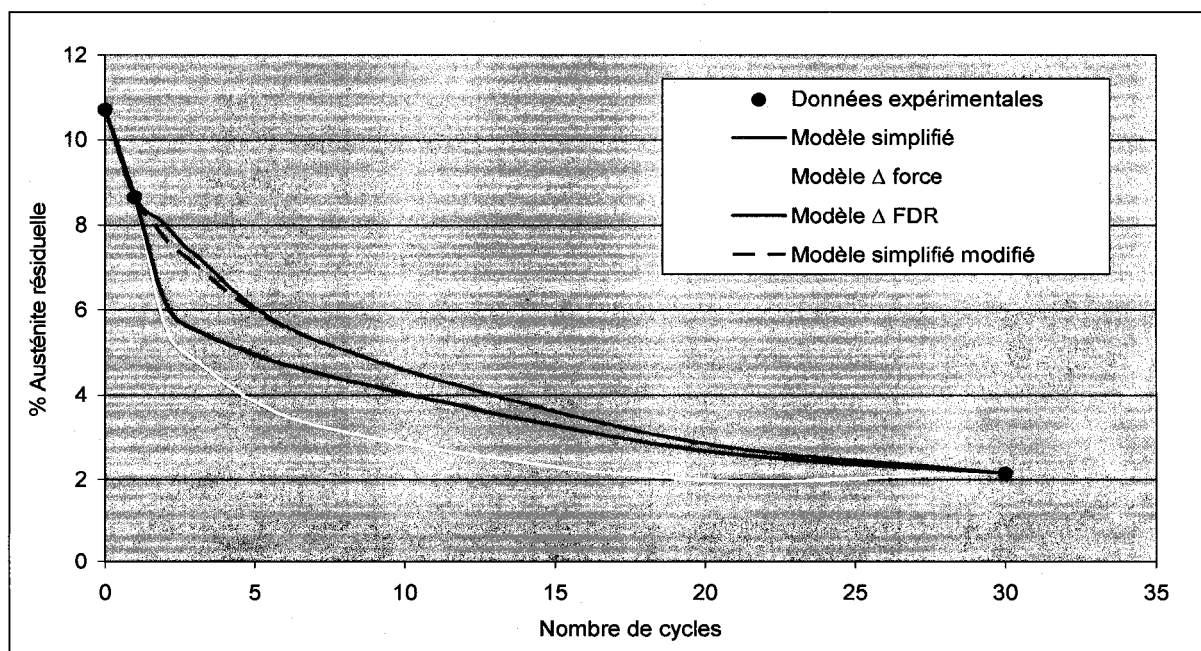


Figure 58 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 10,7 % d' γ_{res} (P-49).

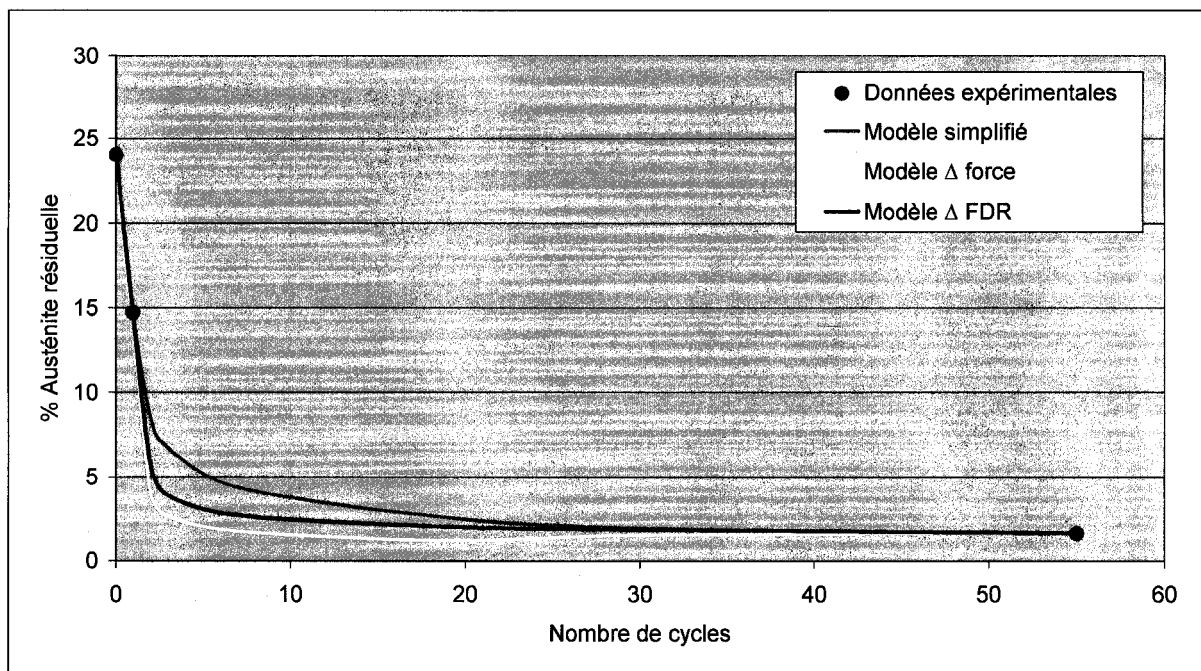


Figure 59 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 24,5 % d' γ_{res} (P-82).

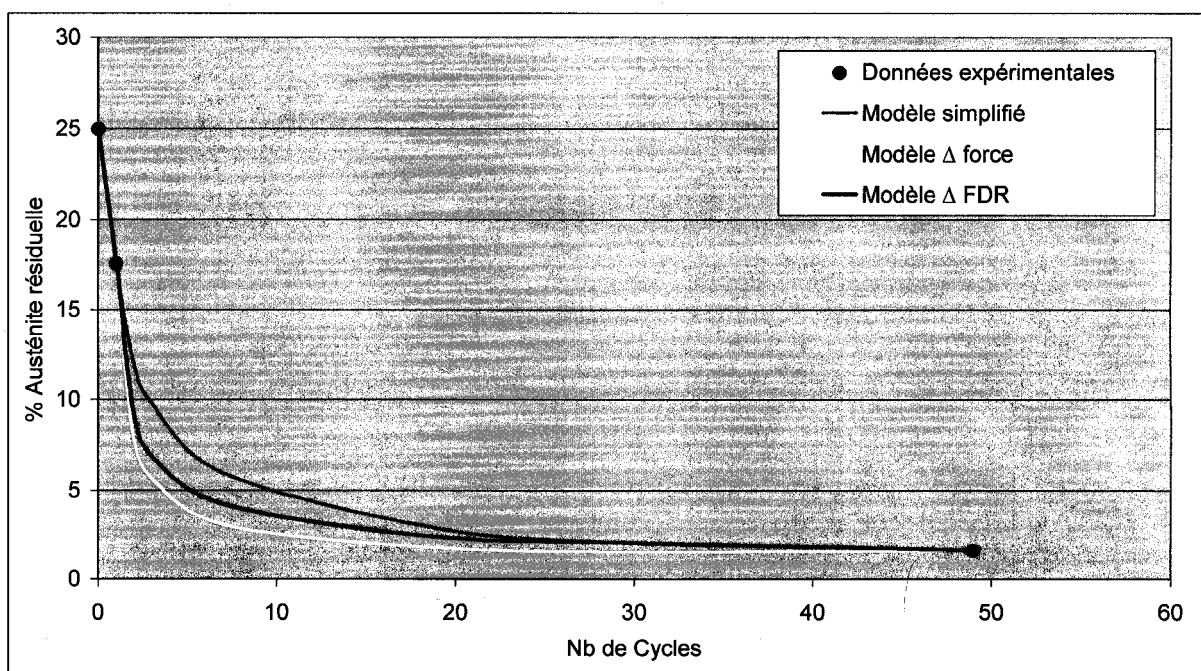


Figure 60 Approximation du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation - échantillon contenant initialement 25 % d' γ_{res} (P-84).

3.11 Propriétés mécaniques

Mis à part l'échantillon P-73, tous les autres échantillons ont produit une instabilité mécanique avant d'arriver au cycle 55. Il est certain que la durée de vie des échantillons (début de striction) respecte une loi statistique et qu'il est impossible de se prononcer sur un seul test. Cependant, il est clairement montré à la Figure 61 que les échantillons possédant un faible taux d'adoucissement après une courte période d'écrouissage et qui ont maintenu une contrainte entre 720 et 770 MPa, ont eu un nombre de cycle avant striction plus élevé. Le temps de vie d'un échantillon ne semble donc pas être dicté par le pourcentage d'austénite résiduelle initiale mais bien par leur écrouissage initial et adoucissement subséquent.

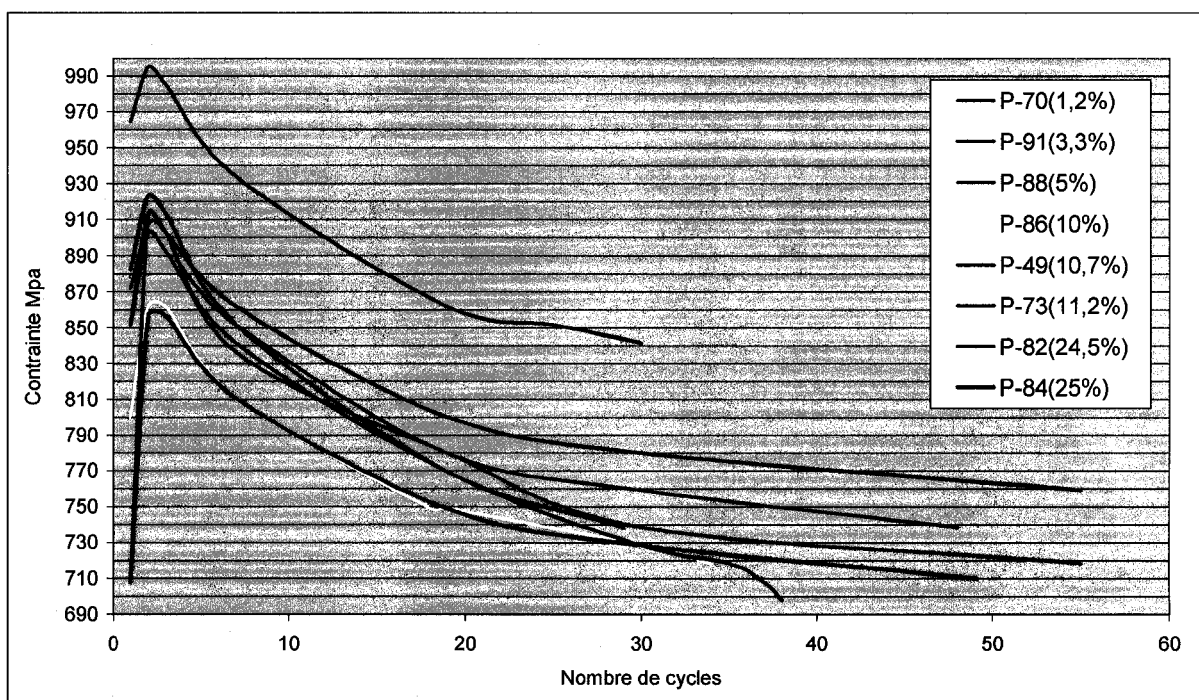


Figure 61 *Variation de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles pour des échantillons contenant différents % d'γres.*

CHAPITRE 4

DISCUSSION

4.1 Interprétation du graphique type de la fréquence de résonance en fonction de la déformation

Dans cette section, des phénomènes présents dans diverses zones d'une courbe FDR en fonction de la déformation seront identifiés grâce à la Figure 62. Ils seront brièvement décrits au Tableau 15. Une analyse plus détaillée des phénomènes discutés dans le tableau est présentée en Annexe IX.

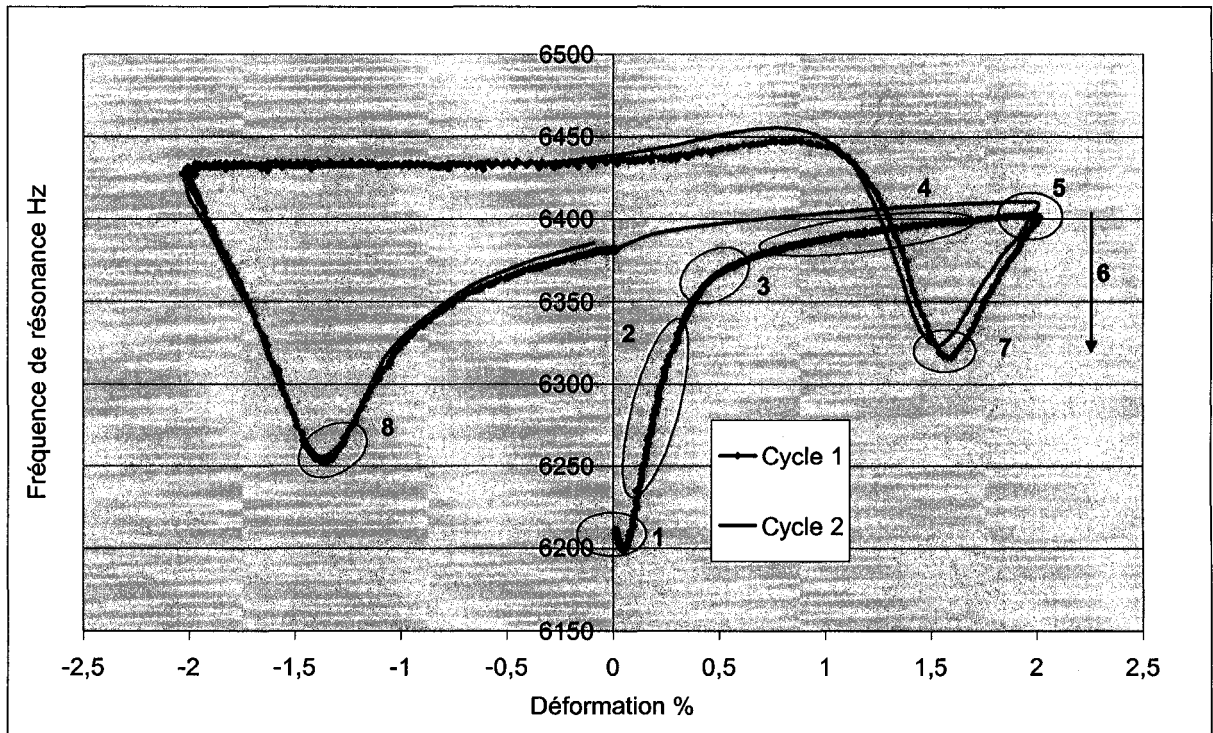


Figure 62 Analyse des zones d'un graphique de la fréquence de résonance en fonction de la déformation (P-88, 5 % γ res).

Le principe exploité ici est simple, tout phénomène métallurgique augmentant la perméabilité de l'échantillon fera diminuer la FDR et vice-versa. Il existe donc certains phénomènes qui affecteront la FDR de manière permanente et d'autre qui seront réversibles. Par exemple, toute modification de la FDR causée par le phénomène de la magnétostriction est réversible étant donné que ce phénomène est causé par la mise sous charge élastique. Le comportement de la magnétostriction est donc proportionnel à la contrainte élastique que peut emmagasiner un grain.

Tableau 15

Résumé des phénomènes modifiant la FDR en fonction de la zone

# Zone	Phénomène présent
1	<ul style="list-style-type: none"> • Brève diminution de la FDR causée par le comportement de la magnétostriction inverse du 415 à de faibles contraintes (le phénomène de la magnétostriction inverse sera abordé plus en détail en Annexe IX).
2	<ul style="list-style-type: none"> • FDR augmente proportionnellement à la contrainte appliquée pendant la déformation élastique du matériau. • Toute transformation induite de l'austénite en martensite diminuera la FDR.
3	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation de la FDR par l'effet de la magnétostriction dans les grains se déformant encore élastiquement • Augmentation de la densité de dislocations causée par la déformation plastique de certains grains de martensite orientés préférentiellement. L'augmentation de la densité de dislocations diminue la perméabilité de l'échantillon (augmentation permanente de la FDR). • La transformation induite de l'austénite en martensite diminuera la FDR.
4	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation de la densité de dislocations de la martensite diminue la perméabilité de la martensite (augmentation permanente de la FDR). • L'augmentation de la densité de dislocations augmente la limite élastique

	<p>du matériau et permet au matériau d'emmagasinier plus d'énergie élastique (effet de la magnétostriction).</p> <ul style="list-style-type: none"> • La transformation induite de l'austénite en martensite diminuera la FDR.
5	<ul style="list-style-type: none"> • FDR résultante est le résultat de l'addition de l'effet de la magnétostriction et l'état métallurgique de l'échantillon (perméabilité fonction de la quantité d'austénite résiduelle et de l'état de la martensite).
6	<ul style="list-style-type: none"> • Diminution de la FDR causée par la réversibilité de la magnétostriction • Augmentation de la FDR causée par la transformation inverse de l'austénite en martensite lors de la décharge.
7	<ul style="list-style-type: none"> • La FDR à contrainte nulle (FDR tension min) est seulement fonction de la perméabilité de l'échantillon et par conséquent, de l'état de la martensite (densité de dislocations) et de la quantité d'austénite résiduelle. La FDR de deux échantillons provenant du même lot contenant une quantité d'austénite résiduelle et un état de martensite similaire auront la même FDR tension min.
8	<ul style="list-style-type: none"> • Relâche de la contrainte en compression. Il s'agit des mêmes phénomènes qu'à la zone #7, sauf que le diamètre de l'échantillon est plus élevé ce qui explique une diminution notable par rapport à la zone #7. En effet, l'augmentation du diamètre augmente la perméabilité du noyau et ainsi fait diminuer la FDR.

Afin de faciliter le raisonnement futur sur le phénomène d'austénite résiduelle inverse, les paramètres affectant la FDR tension, la magnétostriction ainsi que la perméabilité de l'échantillon sont cités ici;

1. FDR tension = fonction (effet de la magnétostriction, perméabilité de l'échantillon)
2. Effet de la magnétostriction = fonction (contrainte appliquée)
3. Perméabilité de l'échantillon = fonction (densité de dislocations, quantité d'austénite résiduelle)
4. Densité de dislocations = fonction (limite élastique)

4.2 Analyse du comportement des courbes d'un échantillon contenant initialement 25 % d'austénite résiduelle (P-84)

Au cours de cette section, une analyse des courbes d'un échantillon contenant initialement 25 % d'austénite résiduelle (P-84) illustrée à la Figure 63 sera faite. Avec cet échantillon, nous pourrions mettre en évidence l'effet des principaux phénomènes discutés à la section 4.1.

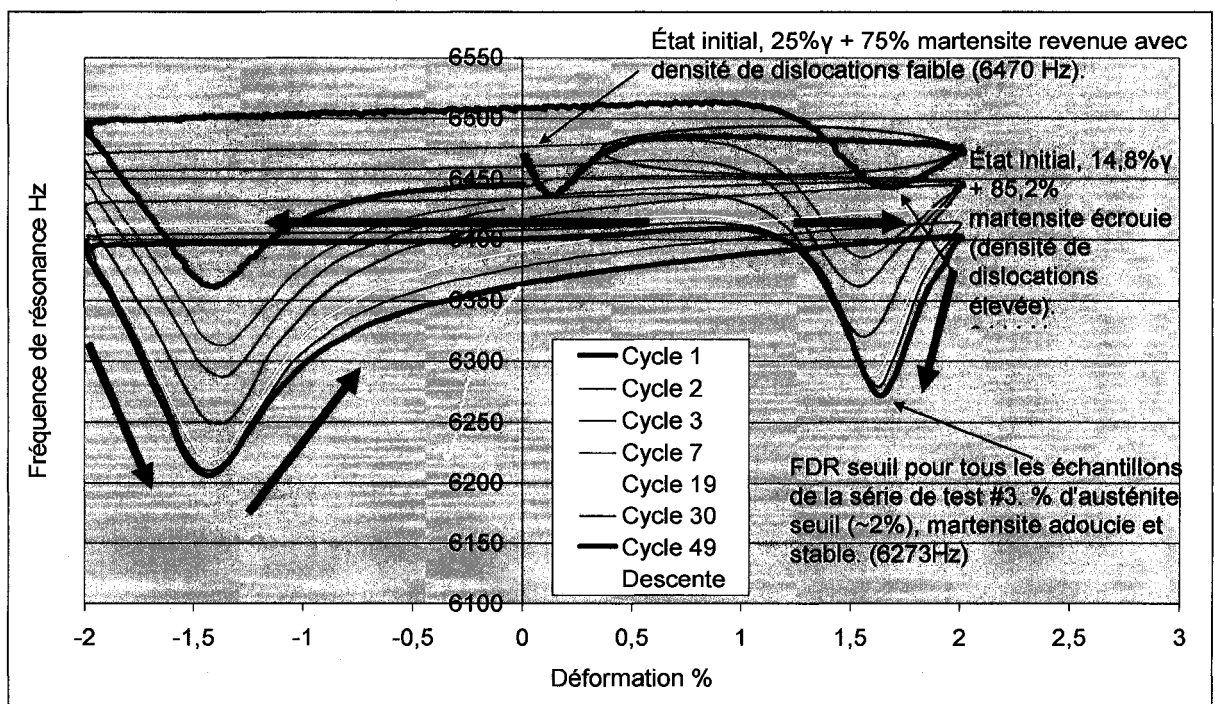


Figure 63 *Sélection de certaines courbes de l'essai P-84 contenant initialement 25 % d'austénite résiduelle.*

Cette figure montre la progression des boucles de la FDR pendant tout l'essai. En observant la dernière boucle (cycle #49) où aucune transformation d'austénite résiduelle n'est présente, il est possible de quantifier les effets de la variation de la géométrie ainsi que de la magnétostriction sur la FDR. En effet, lorsque la transformation de l'austénite et l'adoucissement sont terminés, seules la magnétostriction ainsi que la variation de la géométrie sont responsables de la modification de la FDR. En comparant avec la première boucle, il sera alors possible de mettre en évidence l'effet de l'écrouissage, de

l'adoucissement auquel vient s'ajouter l'effet de la transformation de 23,4 % d'austénite résiduelle et le comportement d'une martensite fraîche ainsi formée.

4.2.1 Première mise en tension et relâche

L'absence presque totale de la montée de la FDR pendant la première mise en tension de l'échantillon P-84 indique la présence de transformation de l'austénite résiduelle durant cette période. En effet, pendant la déformation élastique, la transformation de l'austénite est tellement importante, que celle-ci a pratiquement annulé l'augmentation de la FDR causée par la magnétostriction. De plus, durant la première déformation plastique, la pente négative encerclée en rouge (Figure 63) de la FDR indique aussi la présence d'une importante transformation (l'austénite passe de 25% à 14,8% après la première mise en tension).

4.2.2 Relâche de la contrainte et analyse de la FDR tension min

En observant « les triangles » à droite de la Figure 64 dont un des côtés est formé par la relâche de la contrainte (zone #6), il est intéressant d'observer la variation de leur forme pendant l'essai. En effet, contrairement à un échantillon totalement martensitique (P-70) où la géométrie des triangles est constante du début à la fin de l'essai (Figure 42), les triangles des échantillons contenant de l'austénite résiduelle s'allongent pour se stabiliser lorsque la transformation de l'austénite est terminée. Plus la quantité d'austénite initiale est élevée, moins la taille du triangle de la boucle 1 est grande. Tel que montré à la Figure 64, la taille des triangles se stabilise au cycle 19 environ. La transformation de l'austénite résiduelle fait donc varier la géométrie des triangles. Il est possible d'interpréter le changement de forme de ces triangles par le concept d'austénite résiduelle réversible.

Si la perméabilité de l'échantillon est identique en tension et après le retour élastique, le retour de la Δ FDR tension relâche à la zone #6 devrait seulement être causé par le retour de la magnétostriction. Par conséquent, si la limite élastique des deux boucles est identique, le retour de la magnétostriction devrait être égal en chargement et en décharge si la perméabilité de l'échantillon est maintenue constante pendant la zone #6.

Or, sur la Figure 64, nous pouvons observer que la FDR tension des cycles 2 et 3 est identique, tandis que les FDR tension min de ces deux mêmes cycles sont séparés de 25 Hz, alors que la contrainte appliquée à 2 % de déformation était identique pour les cycles 2 et 3 (857MPa).

Étant donné que la contrainte appliquée était égale pour les deux cycles, l'effet de la magnétostriction est donc aussi identique. Par conséquent, lors de la relâche, le retour de la magnétostriction devrait être également identique si la perméabilité des échantillons restait constante. Étant donné que le Δ FDR tension relâche du cycle 2 est 25 Hz plus faible que celui du cycle 3, ceci implique que la perméabilité de l'échantillon au cycle 2 a forcément diminué pendant le retour élastique. Étant donné qu'il est impensable que la martensite s'écrouisse pendant le retour élastique, la diminution de la perméabilité pendant le retour élastique du cycle #2 peut seulement être expliquée par la retransformation d'une certaine partie de la martensite en austénite. La variation de la forme des triangles est donc causée par la transformation inverse de l'austénite.

D'après les observations faites sur la Figure 64, la quantité d'austénite résiduelle présente en tension à partir du cycle 2 semble être nulle. En effet, étant donné que la FDR tension est identique à partir du cycle 2 jusqu'à 7 et que la contrainte appliquée est très similaire, le pourcentage d'austénite en tension doit forcément être très similaire pendant tout ces cycles. Intuitivement, il est plus plausible que le pourcentage d'austénite en tension soit nul ou très faible (atteinte du minimum d'austénite transformable) du cycle 2 jusqu'à cycle 7 que d'être à 3%, par exemple, car nous savons qu'il sera plus faible que cette valeur à la fin de l'essai. De toute façon, il doit être absolument en dessous de 4 % au cycle 7, car le pourcentage d'austénite atteint cette valeur à ce moment lors de la relâche de la contrainte. Il est donc impossible que le pourcentage d'austénite soit de 4 % en tension et après relâche étant donné que la géométrie des « triangles » continue à varier après ce cycle. Le pourcentage d'austénite en tension se situe donc fort probablement entre 0% et la valeur seuil obtenue à la fin de l'essai (pourcentage d'austénite non transformable après 55 cycles qui est de 1,5 %).

Il est possible de présenter le problème autrement en utilisant les fonctions présentées à la section 4.1. Étant donné que la densité de dislocations peut être approximée par la contrainte d'écoulement, ceci implique que la FDR tension pourrait être approximée par seulement la limite élastique ainsi que par la quantité d'austénite résiduelle. La problématique devient donc triviale. Si deux cycles pendant un essai ont la même limite élastique et que la FDR tension est la même, c'est que nécessairement ils ont le même pourcentage d'austénite résiduelle en tension. Et c'est exactement ce qui s'est produit pour les cycles de 2 à 7 de l'échantillon présenté à la Figure 64.

La quantité de transformation inverse est donc plus grande au début et diminue tout au long de l'essai. Avec l'écart de 25 Hz entre la FDR tension du cycle 1 et 2 et avec la relation de 10 Hz/% d'austénite, nous pouvons donc nous attendre à un pourcentage d'austénite environ 2,5 % plus élevé en tension au premier cycle qu'au deuxième cycle. Par la suite, le pourcentage d'austénite réversible diminuera tout au long de l'essai. En prenant toujours comme hypothèse que le pourcentage d'austénite en tension est à zéro, le pourcentage d'austénite résiduelle réversible sera donc égal au pourcentage d'austénite résiduelle après relâche de la contrainte du cycle correspondant.

4.2.3 Transformation de l'austénite plus importante en tension qu'en compression

Sur la Figure 65, la faible variation de la forme des triangles de gauche en compression comparativement à la grande variation de ceux de droite en tension indique un comportement en compression différent pour l'austénite réversible. De plus, les pentes correspondant à la déformation plastique en tension (encadré de droite) sont négatives jusqu'au cycle 3 et deviennent positives par la suite. De l'autre côté, les pentes de la déformation plastique en compression (encadré de gauche) restent identiques tout au long de l'essai. D'après ces deux observations, la transformation réversible de l'austénite semble donc être plus importante en tension qu'en compression.

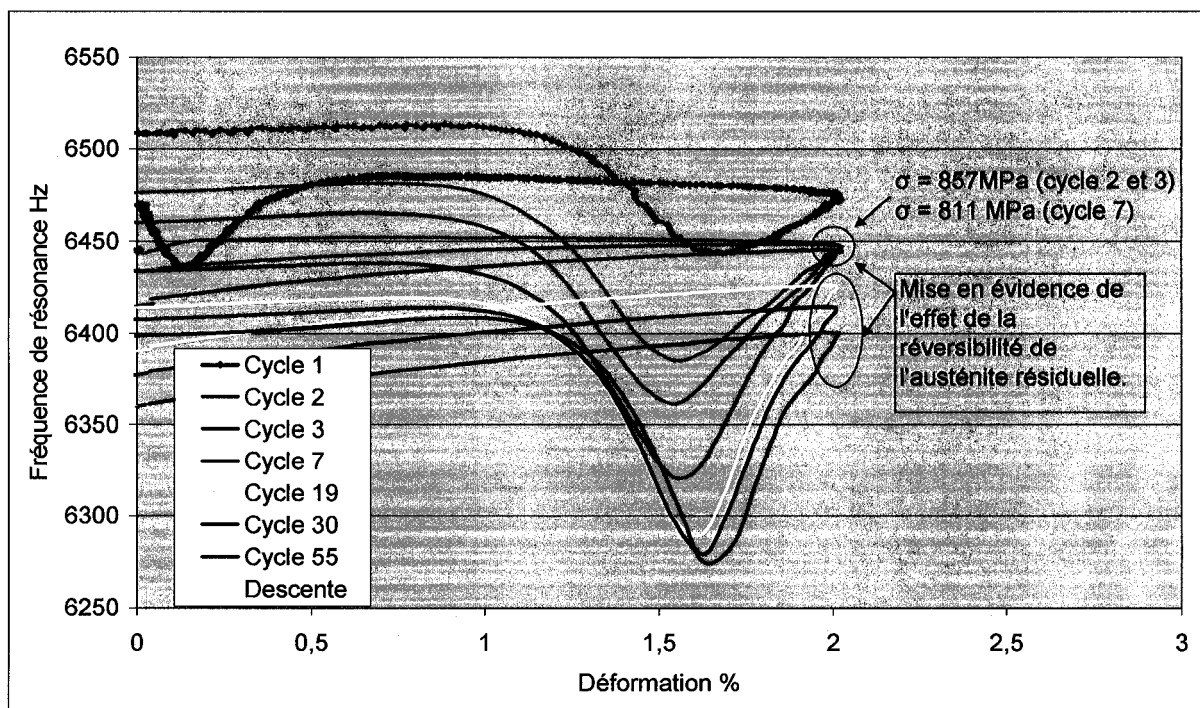


Figure 64 Mise en évidence de l'effet de l'austénite résiduelle sur la ΔFDR tension relâche (P-84) – lot 2/25% austénite initial et 1,6% final.

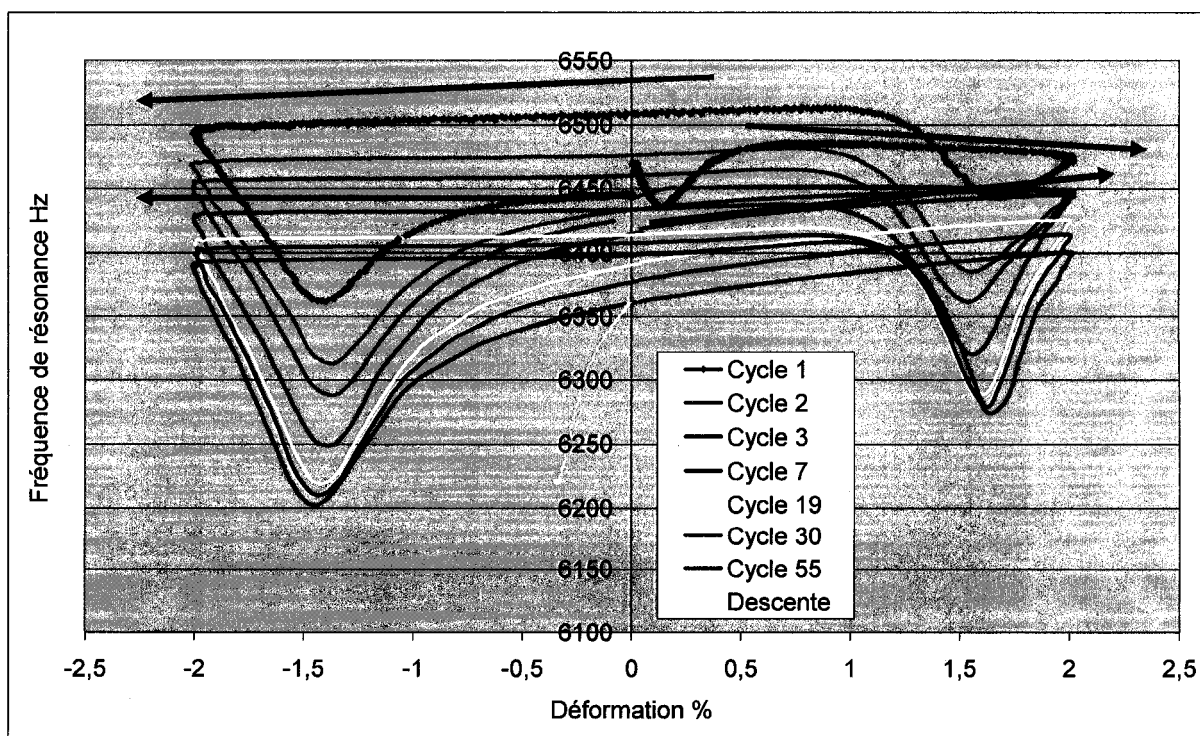


Figure 65 Graphique mettant en évidence que la transformation de l'austénite est plus importante en tension qu'en compression.

4.3 Approximation de l'austénite résiduelle par la mesure de la FDR grâce à un modèle approprié

Comme il a été démontré dans la section des résultats, la problématique principale provient du fait que l'état de la martensite modifie la FDR du système: deux échantillons du même lot possédant la même quantité d'austénite résiduelle n'ont pas la même fréquence de résonance si l'état de leur martensite est différent. L'état de la martensite est caractérisé par la nature du revenu qu'elle a subi (temps, températures) et par la densité de dislocations générées pendant la déformation. Étant donné que l'effet de l'état de la martensite sur la FDR est considérablement moins élevé que l'effet du pourcentage d'austénite résiduelle, il a été montré que pour des traitements thermiques similaires et même après un demi cycle, le pourcentage d'austénite peut être approximé par une relation linéaire (Figure 48 et Figure 49). Une légère erreur est toutefois introduite (de l'ordre de $\pm 1\%$). Afin d'évaluer et de corriger l'effet de la variation de la densité de dislocations de la martensite et ainsi relier la FDR tension min avec le pourcentage d'austénite résiduelle, 3 modèles ont été proposés. Il s'est avéré que les deux meilleurs modèles étaient le modèle Δ FDR (section 3.8.3) et le modèle simplifié modifié (avec lissage manuel – section 3.9.1).

Il est intéressant de préciser que le modèle Δ force n'a pas eu d'aussi bon résultats à cause de la méthode utilisée afin d'approximer l'état d'écrouissage de la martensite. Nous avons posé comme hypothèse qu'il serait possible de relier la variation de la contrainte appliquée à 2 % de déformation avec la variation de la densité de dislocations de la martensite. En effet, on a vu que ceci fonctionnait très bien pour un échantillon 100 % martensitique. Chaque fois que la contrainte appliquée à 2 % de déformation variait de 1MPa nous savions que cet adoucissement ou écrouissage provoqué par la variation de la densité de dislocations modifierait la FDR tension min de 0,3 Hz/MPa. De cette façon, il est possible d'enlever l'augmentation de la FDR causée par l'écrouissage de la martensite initiale. Cependant, l'écrouissage important causé par la transformation de l'austénite résiduelle a considérablement augmenté la force appliquée à 2 % de déformation et a ainsi faussé cette méthode de correction. D'après le modèle Δ force, l'augmentation de la force appliquée causée par l'apparition de nouvelle martensite a été considérée comme une augmentation

rapide de la densité de dislocations de l'échantillon. La FDR tension min a, par conséquent, été surcorrigé à la baisse ce qui explique pourquoi le modèle Δ force surestime le taux de transformation de l'austénite au début de l'essai.

4.3.1 Sélection du modèle approprié : Δ FDR ou linéaire simplifié?

En général, en observant les résultats de la série de tests #3 (Figure 55 à Figure 60) ainsi que la Figure 53, le modèle Δ FDR est sans aucun doute celui représentant le mieux la courbure des résultats expérimentaux. En observant la Figure 53, l'écart maximal par rapport aux approximations du modèle et des données expérimentales est de $\pm 0,3$ % en valeur absolue. Cet écart pourrait être davantage réduit si la correction du comportement de la martensite était réalisée avec une martensite encore plus similaire. En effet, la martensite présente dans l'échantillon 100 % martensitique utilisé pour la correction, avait une limite élastique environ 70 MPa plus élevée que la martensite présente dans les échantillons de la série de tests #1 (en utilisant la loi des mélanges et en supposant une limite élastique de 250MPa pour la phase austénitique). Toutefois, même avec cette erreur, la précision de l'approximation reste au-dessus de la précision de la méthode de mesure par diffraction des rayons X. Ceci implique que si les mesures d'austénite résiduelle utilisées pour la calibration sont plus précises que $\pm 0,7$ %, la précision du modèle Δ FDR sera potentiellement meilleure que la méthode de mesure par diffraction des rayons X (intervalle de confiance de ± 1 %). Une validation avec une méthode de mesure plus précise s'impose afin de conclure à ce sujet. Afin d'augmenter la précision de la méthode de diffraction des rayons X, l'utilisation d'une moyenne de mesures pourrait être envisagée.

Pour ce qui est du modèle simplifié, celui-ci à l'avantage d'être facile à mettre en place et présente une précision légèrement inférieure au modèle Δ FDR. Une chose est certaine, lorsque la martensite s'écrouit au début de l'essai, le modèle simplifié surestimerait toujours le pourcentage d'austénite présent à cause de l'augmentation de la FDR tension min causée par l'écrouissage de la martensite présente initialement. Plus la quantité d'austénite résiduelle transformée est petite, plus l'effet de l'écrouissage devient important par rapport à la

variation totale de la FDR. Par conséquent, les échantillons contenant un pourcentage d'austénite plus bas montreront une légère « bosse » dont le sommet correspondant environ au troisième cycle (écrouissage maximal de la martensite). Cette « bosse » peut toutefois être enlevée manuellement. Le modèle devient le modèle simplifié modifié. D'après la Figure 53, l'erreur maximale du modèle simplifié modifié par rapport aux résultats expérimentaux de la série de tests #1 est de l'ordre de $\pm 0,5 \%$. L'écart maximal de prédiction entre le modèle Δ FDR et le modèle simplifié modifié est de $1,5 \%$ au cycle #3.

4.3.1.1 Différents protocoles de calibration et leur précision

Le protocole de calibration et expérimental offrant le plus de précision dans cette étude est celui utilisé pour la série de tests #3. Ce protocole nécessite 3 analyses d'austénite résiduelle par rayon-x et deux essais par traitement thermique. De plus, si le modèle Δ FDR est utilisé, il est nécessaire d'effectuer un essai supplémentaire afin de caractériser l'état de la martensite.

À l'opposé, si l'état de la martensite des échantillons à comparer est similaire et que tous les échantillons proviennent du même lot, seulement 3 essais et 5 mesures d'austénite résiduelle sont nécessaires afin de calibrer le modèle simplifié. Par la suite, il sera possible d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle initial et ceux jusqu'au cycle final des échantillons sans aucune autre mesure supplémentaire que celui de la FDR. Le modèle fonctionnera tant et aussi longtemps que les échantillons analysés contiennent une martensite similaire, que le nombre de cycles total soit équivalent (jusqu'à adoucissement et transformation complète) et que l'amplitude de déformation soit identique. La méthode de calibration est présentée en détail en Annexe XI. La précision obtenue avec cette méthode par rapport à nos résultats expérimentaux est de l'ordre de $\pm 2 \%$ sur le pourcentage d'austénite initial et $\pm 1,5 \%$ sur le pourcentage d'austénite après $\frac{1}{2}$ cycle.

4.3.1.2 Un modèle plus précis?

Comme nous l'avons constaté, l'effet dominant du pourcentage d'austénite résiduelle sur la FDR nous permet de poser des simplifications tout en obtenant des approximations très près des valeurs expérimentales. Par conséquent, la conception d'un modèle exhaustif nécessitant de nombreuses calibrations n'est pas nécessaire. Nous avons donc avantage à garder cette technique de mesure la plus simple possible afin de faciliter son utilisation. Cependant, en utilisant les mêmes calibrations que le modèle Δ FDR, il serait possible de concevoir un modèle itératif encore plus près de la réalité. Le but général serait de tenir compte à chaque cycle du pourcentage et du comportement de chacun des états de martensites présentes à l'intérieur de l'échantillon. Par exemple pour un échantillon contenant 25 % d'austénite résiduelle initiale, nous avons après la relâche du premier demi cycle 75 % de martensite initiale écrouie, 7 % de martensite transformée fraîche et 18 % d'austénite résiduelle. Après la deuxième relâche, l'échantillon est constitué de 75 % de martensite vieille de 2 cycles, 7 % de martensite transformée vieille de 1 cycle, 3 % de martensite fraîche de transformation ainsi que de 15 % d'austénite résiduelle etc. Sans effectuer de calibration supplémentaire, la correction de la FDR serait donc en fonction de la quantité et de l'état de la martensite présente à chaque cycle. Si le comportement de la martensite transformée est similaire à celle de la martensite présente initialement, la calibration pré requise pour le modèle amélioré restera identique à celle du modèle Δ FDR.

4.4 Stabilité de l'austénite résiduelle et propriétés mécaniques du 415

4.4.1 Stabilité de l'austénite résiduelle

Comme nous avons pu le constater, l'austénite résiduelle produite par les différents traitements thermiques est suffisamment instable pour transformer à la température ambiante sous une amplitude de déformation de 1 % et de 2 %. La vitesse de transformation de l'austénite est toutefois grandement affectée par l'amplitude de déformation ainsi que par le traitement thermique initial. En effet, les séries de tests #1 et tests #2 nous montrent que le nombre de cycles afin d'arriver à la valeur seuil du % d'austénite résiduelle de 2 % s'est

stabilisée à partir du cycle 55 (à 2% de déformation) tandis que la valeur seuil de 3 % s'est stabilisée environ au cycle 120 pour une amplitude de 1 %.

Il est intéressant de voir qu'il existe une certaine partie de l'austénite résiduelle dont la stabilité en fatigue dépend de la déformation imposée à chaque cycle. Bien entendu, d'autres séries d'essais à une amplitude de déformation plus basse permettraient de mieux comprendre l'effet de l'amplitude de déformation sur la vitesse de transformation et sur les différents niveaux de stabilité. Par exemple, il serait intéressant d'effectuer des essais avec des amplitudes de déformation de 0,5 % et de 0,25 % et ainsi caractériser le taux seuil qui leur est associé.

Comme nous l'avons vu avec la série de tests #3, la vitesse de transformation du pourcentage relatif d'austénite est grandement affectée par la température de revenu. Les résultats concordent avec la littérature du fait que plus la température de traitement thermique est grande, plus il y aura d'austénite résiduelle, moins l'enrichissement relatif en éléments gammagène sera grand et par conséquent, moins l'austénite sera stable. Les traitements thermiques utilisés pour la série #3 d'essais ont sans aucun doute fonctionné de sorte que la stabilité chimique de l'austénite était différente pour chacun des échantillons. En effet, comme il est montré à la Figure 66, plus la quantité d'austénite résiduelle est élevée, plus celle-ci transforme rapidement par rapport à son pourcentage relatif initial. La courbe jaune représentant l'échantillon P-90 aurait dû transformer plus lentement que les autres étant donné qu'il possédait seulement 3,6 % d'austénite initiale. Cependant, à cause des faibles pourcentages initiaux et l'erreur de mesure de l'ordre de ± 1 % sur la valeur initiale et finale, il se pourrait fort bien qu'il s'agisse seulement d'une erreur de mesure. Mis à part ce résultat, toutes les valeurs concordent avec la littérature.

4.4.2 Propriétés mécaniques en fonction du traitement thermique

En observant les résultats des échantillons de la série de tests #3 (Figure 61), il est possible de voir que les propriétés mécaniques en fatigue oligocyclique du 415 sont principalement

dictées par le TT de revenu subi par la martensite. L'austénite résiduelle vient donc seulement apporter un effet secondaire sur le comportement hystérésis du matériau (vie, écrouissage, adoucissement). Les meilleurs comportements en fatigue ont été obtenues avec les conditions métallurgique telles que reçues et celles issues des doubles traitements thermiques. Étonnamment, d'après la Figure 61, les propriétés mécaniques de ces

échantillons sont très différentes : la contrainte à 2% de déformation après la première mise en tension était de 711 MPa pour les échantillons ayant eu un double revenu (P-82 et P-84 - 25 % γ res) contre 850 MPa pour les échantillons avec un traitement tel que reçu.

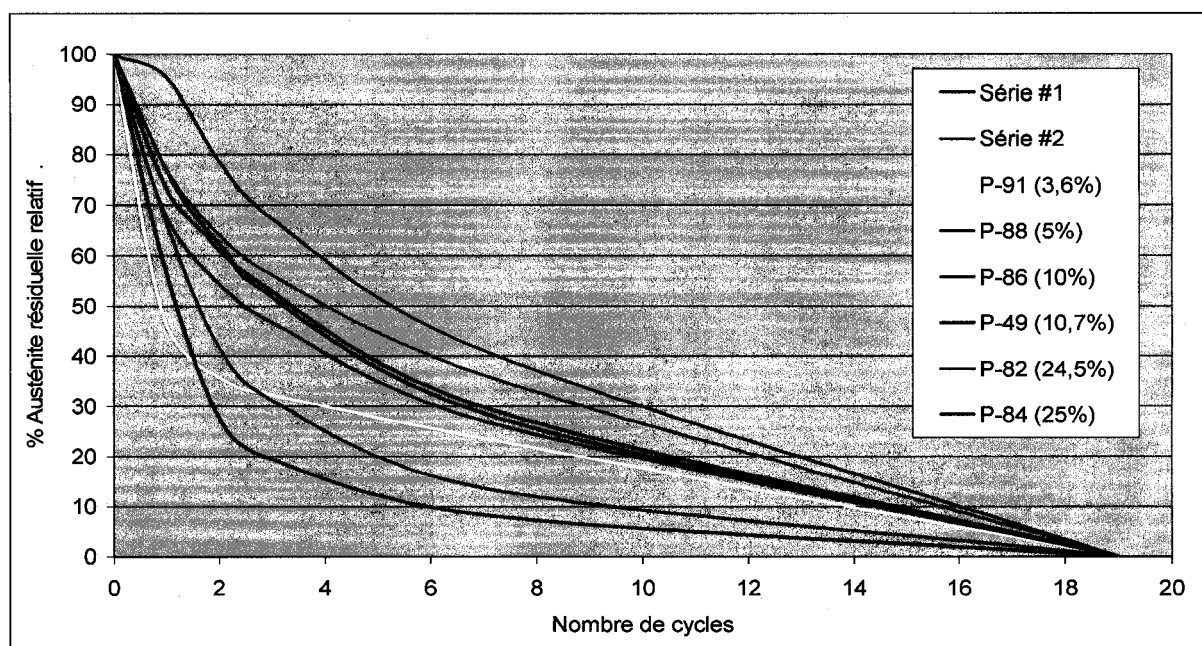


Figure 66 *Pourcentage d'austénite relatif approximé par le modèle simple en fonction du nombre de cycles permettant d'observer la stabilité de l'austénite produite par les différents traitements thermiques.*

En supposant une contrainte de 300MPa nécessaire afin de déformer la phase austénitique de 2 % et en posant l'hypothèse que la contrainte à appliquer suit la loi des mélanges, la martensite présente à l'intérieur des échantillons revenus deux fois serait donc très similaire à celle présente dans l'échantillon avec le traitement tel que reçu (850 MPa après la première mise en tension pour P-82 et P-84 contre 917 MPa pour l'échantillon tel que reçu P-73). En effet, $0,25 \cdot 300\text{MPa} + 0,75 \cdot 850 \text{ MPa} = 711\text{MPa}$ et $0,112 \cdot 300\text{MPa} + 0,89 \cdot 917 \text{ MPa} = 850\text{MPa}$.

D'après ces observations, les propriétés en fatigue oligocyclique des échantillons semblent donc être grandement dictées par l'état de la martensite. L'état optimal de cette martensite serait celle contenue dans les échantillons du lot #3 avec un traitement thermique « Tel que reçu ». L'état initial de la martensite semble donc être le principal facteur du temps de vie de l'échantillon. Cependant, l'austénite transformée en martensite fraîche lors des premiers cycles provoque un écrouissage non négligeable et affecte le temps de vie en fatigue oligocyclique.

En prenant exemple sur les échantillons avec un double traitement thermique, l'échantillon P-82, possédant une martensite moins revenue (1 h/618 °C) que celle de l'échantillon P-84 (8 h/618 °C) et a eu un meilleur temps de vie. Bien que les deux échantillons possèdent initialement le même pourcentage d'austénite résiduelle et la même force maximale lors de la première mise en tension, (708MPa) ceux-ci ont eu un comportement totalement différent par la suite. L'échantillon P-82 a eu un écrouissage beaucoup plus important durant les 7 premiers cycles (903MPa vs 862MPa) et l'adoucissement de ce dernier a été moins important que l'échantillon P-84. Il est intéressant de voir que l'échantillon P-82 contenant une martensite plus dure a eu un écrouissage plus élevé et donc une transformation plus importante lors des premiers cycles que l'échantillon P-82. Ce taux d'écrouissage enregistré avec le banc d'essai hydraulique ainsi que le taux de transformation plus élevé mesuré par diffraction X concorde parfaitement avec le comportement de la FDR. La fréquence initiale de l'échantillon P-82 (revenu 1h, 24%) était plus élevée que celle de l'échantillon P-84 (revenu 8h, 25%) malgré le pourcentage d'austénite initial plus faible. Cette haute FDR est causée par l'état moins adouci de la martensite. Après la première mise en tension et relâche, la FDR de l'échantillon p-82 est légèrement plus basse que celle l'échantillon P-84 à cause du plus grand pourcentage d'austénite transformé. Est-ce que cette transformation plus rapide est causée par une plus grande transmission de la déformation par la martensite plus dure? Pour l'instant, sans une caractérisation complète au MET des types d'austénites présent dans les deux échantillons, il est difficile de se prononcer.

4.4.3 Moment d'amorçage de la striction

Il est vraiment intéressant de voir que l'amorçage de la striction des échantillons a généralement lieu lorsque la contrainte appliquée pour déformer de 2 % est rendue entre 720 et 740 MPa. Une chose est certaine, c'est que l'amorçage d'une instabilité mécanique (striction) se produit lorsque le critère de Considère n'est plus respecté (Équation 1-1). En effet, un défaut sur l'échantillon conduira à une instabilité mécanique si le matériau n'est pas apte à se durcir suffisamment à cet endroit. La transformation de l'austénite résiduelle en martensite contribue normalement à retarder cette instabilité. Cependant, un assez grand pourcentage d'austénite doit transformer pour écrouir significativement le matériau afin de respecter ce critère. Nous avons vu que pour tous les échantillons, la majorité de l'austénite transforme avant le cycle 20. De plus, la valeur seuil de l'austénite pour une amplitude de déformation de 2 % est d'environ de 2 %. C'est-à-dire que dans le meilleur des cas, seulement 2 % d'austénite peut transformer après le cycle 20. Évidemment, cette quantité ne sera pas suffisante pour apporter un écrouissage significatif. C'est donc pour ces raisons que la vie en fatigue oligocyclique des échantillons contenant beaucoup d'austénite initialement n'est pas meilleure que celle des échantillons ayant reçu le traitement tel que reçu. Étant donné la stabilité trop faible de l'austénite, peu importe le traitement thermique, le nombre de cycles à la rupture est géré par le comportement de la martensite. Pour obtenir une meilleure vie en fatigue, il aurait fallu que le taux d'austénite non transformé pour un grand nombre de cycles à 2 % de déformation soit beaucoup plus élevée que celui obtenu (2 %). De cette façon, la déformation locale présente lors de la striction aurait pu transformer cette austénite stable en fatigue oligocyclique et ainsi retarder la striction.

Afin d'augmenter la vie en fatigue oligocyclique, une bonne tentative serait de produire un échantillon avec 25 % d'austénite résiduelle et avec une martensite légèrement plus dure que celle produite avec le traitement tel que reçu. Bien que la vie en fatigue oligocyclique semble écourtée lorsque la martensite est trop dure (P-70), la déformation assurée par la transformation de l'austénite pourrait changer les données. Pour ce faire, le temps du premier traitement à 670 °C doit être légèrement inférieur à 2 h et le deuxième traitement thermique à

618 °C doit être au plus d'une heure afin d'éviter au maximum le ramollissement de la martensite.

4.5 Traitements thermiques

4.5.1 Comparaison du pourcentage d'austénite résiduelle obtenu en fonction du type de traitement thermique

En observant la Figure 25 représentant le pourcentage d'austénite résiduelle en fonction du type de traitement thermique, nous pouvons observer que les paramètres tels la température, le temps de maintien ainsi que le nombre de traitement thermique ont tous un effet sur la quantité d'austénite résiduelle obtenue. Il a été vu en détail au chapitre 1 que la création d'austénite résiduelle est causée par une diffusion préférentielle des éléments gammagènes dans la phase austénite.

Sur la Figure 25, le pourcentage d'austénite résiduelle est plus élevé pour un double traitement thermique que pour un simple traitement thermique. En effet, le maximum d'austénite résiduelle obtenu pour un simple traitement thermique est de 18,5 % (623 °C/8 h) contre 25 % pour un double traitement thermique (670 °C/2 h + 618 °C/8 h). La question à se poser est donc; pourquoi un double traitement thermique permet d'obtenir plus d'austénite résiduelle qu'un simple traitement thermique?

Une hypothèse possible est que la martensite provoque plus de contraintes résiduelles en compression pour une microstructure obtenue par un double traitement thermique. En effet, comme mentionné dans le chapitre 1, le double traitement thermique permet d'obtenir une microstructure plus fine que celle obtenue pour le simple traitement thermique. Il se pourrait donc fort bien qu'une certaine partie de l'austénite n'ayant pas la concentration chimique assez stable pourrait être toutefois présente à température ambiante à cause du réseau de contrainte exercée par la martensite.

La quantité plus élevée d'austénite résiduelle obtenue avec un double traitement thermique pourrait aussi provenir de l'hétérogénéité de concentration ainsi créée par rapport au simple traitement. Lors du premier traitement thermique à 670 °C, environ 80% de la microstructure est de l'austénite et le reste est de la martensite. Pendant le temps de maintien, les éléments gammagènes migreront préférentiellement dans le 80 % d'austénite tandis que les éléments alphagènes migreront dans la martensite. Au refroidissement, une hétérogénéité de concentration existera à l'intérieur du matériau alors totalement martensitique. D'un côté, 80 % de la microstructure sera enrichie de nickel tandis que l'autre 20 % sera enrichie d'éléments alphagènes. Cette différence de concentration aura comme conséquence de modifier la température A_{c1} des deux martensites. En effet, 80 % aura une température A_{c1} plus basse à cause du rapport plus élevé éléments gammagènes/éléments alphagènes, tandis que la température A_{c1} du 20 % de martensite revenue sera plus élevée. Lors du deuxième traitement thermique, le 80% de la microstructure pourrait ainsi se comporter comme un alliage contenant un plus grand rapport éléments gammagène/éléments alphagènes.

Une autre comparaison entre le simple et le double traitement thermique est que la distance de diffusion nécessaire pour enrichir l'austénite est moins grande lors du deuxième traitement thermique que lors du premier traitement thermique étant donné la structure plus finement dispersée. Cette observation explique sûrement le fait que le temps de maintien du deuxième traitement thermique n'a pas beaucoup d'effet sur le pourcentage d'austénite final. En effet, le double traitement thermique de 8 h a permis d'obtenir un pourcentage d'austénite résiduelle de 25 % contre 24,5 % pour un traitement de 1 h. Cette différence de temps dans le cas d'un simple traitement provoque une plus grande différence. À 625 °C un traitement de 8h donne 16 % d' γ_{res} contre 10,2 % d' γ_{res} pour un temps de maintien de 1 h. Cette différence serait donc causée par un temps trop court ne permettant pas une diffusion suffisante des éléments gammagènes et alphagènes.

Cependant, avec de bons outils, cette question pourrait être résolue assez rapidement. En effet, à l'aide d'un MET, il serait possible de mesurer le rapport (éléments

gammagènes/éléments alphagènes) des phases austénitiques et martensitiques produites par chacun des deux types de traitements thermiques. De cette façon, il serait possible d'observer si une partie du nickel ou du molybdène est restée dans la martensite. De plus, les contraintes résiduelles en compression pourrait être caractérisées en mesurant le paramètre de maille de l'austénite à l'aide de la diffraction de neutrons.

CONCLUSIONS

Conception et calibration du système de mesure en temps réel

- Le système d'acquisition composé d'un circuit RLC et d'une bobine a permis d'approximer avec succès le pourcentage d'austénite résiduelle.
- La construction d'une bobine dotée d'un facteur de qualité d'environ 80 a permis d'éliminer les erreurs de positionnement des échantillons. Grâce à ceci, les résultats des échantillons ont pu être comparés entre eux.
- La méthode expérimentale utilisée a permise d'éliminer une grande partie de la calibration par rapport aux études antérieures. Avec cette méthode, seuls le pourcentage d'austénite résiduelle et l'état de la martensite sont responsables de la variation de la FDR.
- La variation de la FDR en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle est un phénomène linéaire. La pente de la droite varie avec le lot de 415 et la géométrie de l'échantillon. En général, pour un échantillon de 11,25 mm de diamètre, la transformation d'un pour cent d'austénite en martensite fait diminuer la FDR d'environ 10 Hz.
- L'état de la martensite est majoritairement caractérisé par sa densité de dislocations. Lors des trois premiers cycles, la martensite s'écrouit et augmente la FDR. L'adoucissement durant les cycles suivants entraîne ensuite une diminution de la FDR. La FDR se stabilise lorsque l'état de la martensite devient stable.
- Lorsque l'état de la martensite est stabilisé et que le pourcentage d'austénite résiduelle est à son minimum (~1,7% à 2% de déformation), la FDR finale des différents échantillons est identique pour des échantillons constitué d'un même lot peu importe l'état initial de l'échantillon (Figure 41).
- La variation totale de la FDR est causée par l'addition du Δ FDR causée par la transformation de l'austénite et par le Δ FDR causée par la modification de l'état de la martensite. Afin de tenter d'évaluer l'état de la martensite et ainsi approximer le

pourcentage d'austénite résiduelle en fonction de la variation de la FDR, trois modèles ont été proposés : modèle simplifié, modèle Δ Force et modèle Δ FDR.

- Le modèle Δ FDR est le plus précis et a permis d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle avec une erreur inférieure à $\pm 0,3\%$ par rapport aux données expérimentales.
- Le modèle simplifié modifié utilisé à quelques reprises a donné de bons résultats compte tenu de sa simplicité de calibration. En effet, sans tenir compte de l'effet de l'état de la martensite, celui-ci a permis d'approximer le pourcentage d'austénite résiduelle avec une erreur inférieure à $\pm 1\%$ par rapport aux données expérimentales.
- Le modèle Δ force a sous-estimé les valeurs approximées à cause de l'effet de l'écrouissage causée par la transformation de l'austénite en martensite.

Traitements thermiques

- Le maximum d'austénite résiduelle (25%) a été obtenu suite à un double traitement thermique ($670\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{h} + 618\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{-}8\text{h}$). Après 2 heures, le temps de maintien du deuxième traitement thermique ne semble plus avoir d'effet sur le pourcentage d'austénite résiduelle contrairement au revenu de la martensite.
- Le maximum d'austénite résiduelle obtenu après un simple traitement est de 18,5% ($623\text{ }^{\circ}\text{C}/8\text{h}$).
- Pour un simple traitement avec un temps de maintien de 1 heure, le % maximum d'austénite résiduelle obtenu est de 15,4% à une température de $631\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Étant donné que l'enrichissement de l'austénite résiduelle est fonction d'un phénomène diffusionnel, la relation temps/température a un effet direct sur le pourcentage d'austénite final. À des temps de maintien trop courts ne permettant pas d'atteindre une diffusion complète, une température plus élevée permettra une plus grande diffusion. Cependant, lorsque les temps de maintien sont assez longs pour permettre d'atteindre un état diffusionnel quasi complet, le choix d'une température de traitement plus basse permettra d'obtenir un plus grand enrichissement relatif d'éléments stabilisateurs dans la phase austénitique.

Stabilité et propriétés mécaniques de l'austénite résiduelle

- L'austénite résiduelle contenue dans le 415 est assez instable pour transformer à la température ambiante pendant un essai de fatigue oligocyclique.
- L'amplitude de déformation affecte considérablement le taux de transformation de l'austénite. La totalité de l'austénite « transformable » d'un échantillon contenant 11,2% a transformé avant 55 cycles pour une amplitude de déformation de 2 % contre 120 cycles pour une amplitude de 1 %.
- Il existe un pourcentage d'austénite seuil assez stable pour être indépendant du nombre de cycles à une amplitude de déformation donnée. Cette valeur seuil est de 2 % pour une amplitude de 2 % et de 3 % pour une amplitude de 1 %.
- La variation de la géométrie des « triangles » sur les figures de la FDR en fonction de la déformation est causée par la présence d'austénite réversible. D'après les hypothèses posées à la section 4.2.2, le pourcentage d'austénite présent en tension serait environ de 2,5% à 4% lors de la première mise en tension et nul pour les cycles suivants (entre 0 et 1,5%). Lors de la relâche de la contrainte, la martensite ainsi formé en tension retransforme en austénite résiduelle.
- Plus la température de traitement thermique est élevée, plus le taux de transformation relatif est élevé.
- Le traitement thermique produit par la compagnie ainsi que le double traitement thermique ont montré des propriétés mécaniques similaires en fatigue oligocyclique malgré leur pourcentage d'austénite initial différent (11,2 % vs 25 %).
- Étant donné la trop grande instabilité de l'austénite à une amplitude de déformation de 2 % et à température ambiante, celle-ci n'est pas en assez grande quantité pour transformer après le cycle 20 et ainsi retarder l'instabilité mécanique (striction).

D'après les différents essais, les propriétés mécaniques du 415 en fatigue oligocycliques semblent être majoritairement dictées par l'état de la martensite initiale. Les deux seuls échantillons ne présentant aucune striction après 55 cycles avaient une martensite initiale très similaire tandis que leur pourcentage d'austénite résiduelle initial était très différent (10,7% vs 24%). Bien que la contrainte à 2% de déformation des deux échantillons à 2% de déformation fût très différente après la première mise en tension (850 MPa vs 710 MPa), l'écrouissage élevé causé par la transformation de l'austénite a fait en sorte que la force à 2% de déformation au deuxième cycle était identique pour les deux échantillons (913MPa). En résumé, à cause de l'écrouissage causé par la transformation, la présence d'austénite résiduelle ne semble pas diminuer les propriétés en fatigue oligocycliques. Cependant, la présence d'austénite résiduelle diminue la limite élastique de l'échantillon tandis qu'elle augmente considérablement la ténacité du matériau. Il n'y a donc pas de décision parfaite, mais les conceptions pouvant accepter des limites élastiques de l'ordre de 520 MPa (limite élastique approximative de l'échantillon P-84) auront avantage à choisir le traitement thermique contenant 25% d'austénite résiduelle tout en maintenant un état de martensite similaire à celle présente dans les échantillons tel que reçu (limite élastique martensite ~ 855 MPa).

RECOMMANDATIONS

Pour une étude suivante ou similaire à celle-ci, deux points devraient être améliorés; nombre de cycles total de l'essai et la sélection des temps et température des traitements thermiques afin d'obtenir une martensite similaire pour chacun des traitements :

Comme il a été observé, certains échantillons ont montré un début d'instabilité mécanique menant à une rupture prématurée avant d'arriver au 55 ième cycle. Pour une étude future, il est donc conseillé de sélectionner un nombre de cycle total le plus bas possible afin d'éviter au maximum la présence de striction avant l'arrêt de l'essai. Pour nos essais, il aurait donc été préférable de réaliser au maximum 30 cycles étant donné que la majorité de la transformation de l'austénite était terminée à ce moment.

La deuxième modification à faire sur la procédure serait de sélectionner des temps et des températures de traitements thermiques afin de produire des échantillons contenant des états de martensite similaire. La température de traitement sera donc sélectionnée en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle voulu et le temps sera sélectionné par la suite afin de produire un bon revenu de la martensite. Par exemple, afin d'obtenir des états de martensite équivalents, le temps de maintien d'un traitement à 600 °C sera plus long qu'un traitement à 620 °C. Le paramètre P de Larsen Miller semble un bon point de départ afin de sélectionner le temps de maintien en fonction de la température sélectionnée. Bien entendu, pour une même température, le pourcentage d'austénite résiduelle obtenu est légèrement fonction du temps de maintien. Le pourcentage d'austénite résiduelle deviendra indépendant du temps de maintien lorsque la diffusion des éléments gammagènes sera terminée.

Une meilleure validation du modèle Δ FDR avec des mesures d'austénite résiduelle entre le cycle 2 et 7 est fortement suggérée.

Effectuer des essais terminant en compression et procéder à la même analyse (mesures rayon-x, modèles ΔFDR), afin de mieux comprendre le comportement de la FDR et de l'austénite résiduelle.

Pour ce qui est des études futures, le MET deviendra sans aucun doute l'outil clé qui permettra une compréhension accrue de l'effet des principaux paramètres sur la stabilité de l'austénite résiduelle dans le 415. Grâce à celui-ci, il sera possible de caractériser la stabilité de l'austénite par des analyses locales de concentration, de morphologie et d'interaction entre l'austénite et la martensite. En utilisant les échantillons générés par cette étude, une première approche serait de caractériser le type d'austénite le plus instable transformant après la première mise en tension (1/2 cycle). À l'opposé, l'austénite la plus stable correspond au pourcentage d'austénite seuil non transformée après 55 cycles. D'autres essais intéressants seraient de caractériser la quantité de chaque type d'austénite présent en fonction du nombre de cycles à l'aide des échantillons produits par la série de test #1 et #2. Un type d'austénite serait caractérisé par une certaine morphologie, concentration et interactions avec la phase martensitique (tel que montré au Tableau 2).

Un autre paramètre affectant la stabilité de l'austénite résiduelle est l'état de contraintes résiduelles induit par la martensite. Par diffraction de neutrons, il serait possible de caractériser l'état de contrainte de chacune des phases.

Comme nous l'avons vu durant ce rapport, la réussite de l'optimisation des propriétés mécaniques à l'aide de l'austénite résiduelle est conditionnelle à la précision du traitement thermique effectué. Les tolérances de concentrations pour un 415 étant larges, la température de traitement produisant le maximum d'austénite résiduelle peut varier jusqu'à 120 °C en fonction du rapport d'éléments alphagènes/gammagènes (approximation en utilisant l'Équation 1-5 et les tolérances de concentrations présentés au Tableau 1). De plus, une variation de 10 °C de la température de traitement peut entraîner des variations jusqu'à 10% d'austénite résiduelle pour un même lot. Par conséquent, afin de pouvoir optimiser les propriétés mécaniques du 415 avec la présence d'austénite résiduelle, une méthode de

détermination à faible coût de la température de traitement thermique optimale devra être mise sur pieds. Une méthode envisageable à valider serait de trouver expérimentalement le A_{c1} du nouveau lot et ainsi décaler la courbe du lot #2 (Figure 25) par rapport au A_{c1} du lot dont la courbe est connue. Par exemple, si un lot #X a un A_{c1} 10 °C plus bas que celui du lot #2, la température donnant le maximum d'austénite résiduelle devrait donc être 10 °C plus basse.

Des essais à l'aide d'un dilatomètre ont été faits sur des échantillons du lot #2. Les résultats sont présentés en Annexe I. Il a cependant été remarqué que même si les échantillons étaient initialement identiques, l'effet de la vitesse de chauffage semble modifier considérablement la température où la martensite se transforme en austénite (A_{c1}). Pour un échantillon austénitisé et trempé provenant du lot #2, le A_{c1} est environ de 579 °C à une vitesse de chauffage de 1 °C et de 512 °C à une vitesse de chauffage à 0,1 °C/min. Une autre observation intéressante est que pour un même taux de chauffage, la température de début de transformation austénitique est environ 10 °C plus élevé pour un échantillon contenant 11% d'austénite résiduelle comparativement à un échantillon austénitisé trempé (1,3%). En effet, un échantillon possédant plus d'austénite résiduelle a une concentration en éléments gammagène plus faible à l'intérieur de la phase martensitique. Cette phase étant moins stabilisée, le A_{c1} est plus élevé. Une autre utilisation intéressante de ces données est de pouvoir calculer théoriquement le pourcentage des phases en présence en fonction de la température. Un modèle mathématique développé à l'IREQ permet de relier les déformations de l'échantillon avec les changements de phases. Cependant, étant donné que le cycle thermique utilisé était non conventionnel (0,1 °C) par rapport aux essais lors de la conception du modèle (1 °C), quelques ajustements restent à faire. Bref, la détermination d'un A_{c1} pour ensuite effectuer une translation des courbes de TT d'un lot connu pourrait être une méthode rapide afin de cibler la température de traitement thermique optimale d'un nouveau lot.

ANNEXE I

DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE TRAITEMENT OPTIMALE.

Actuellement, les traitements thermiques des échantillons de fatigue en 415 sont faits selon la norme ASTM A480. La plage de température permise est plutôt large étant donné les variations de composition chimique des producteurs de 415. Bien qu'il soit relativement facile de trouver une température de traitement thermique capable de respecter des propriétés mécaniques minimum, cette étape devient beaucoup plus difficile lorsque vient le temps de les optimiser. Les propriétés mécaniques du 415 pourront finalement être optimisées lorsqu'il sera possible de contrôler l'état de la martensite tout en ayant un contrôle sur la stabilité et la quantité d'austénite résiduelle. À priori, comme il sera abordé dans la discussion, la relaxation de la martensite est dictée par une relation temps/température, tandis que la quantité d'austénite résiduelle est plus fonction de la température de traitement thermique lorsqu'un temps minimum de maintien est dépassé. Cette plage de température de traitement correspondant à un pourcentage spécifique d'austénite résiduelle est plutôt mince et est donc très difficile à cerner précisément. Pour déterminer la température cible correspondant au % d'austénite résiduelle voulu, une série de traitements thermiques tests est nécessaire pour chaque lot de 415. Actuellement, le moyen le plus rapide afin d'approximer et d'effectuer une translation grossière est de comparer les A_{C1} à l'aide de l'Équation 1-5 mentionnée plus haut. Bien que cette équation puisse être très utile, elle reste toutefois une approximation empirique tenant compte seulement de l'effet de la composition chimique.

Dans le cadre d'une étude antérieure faite à l'IREQ, un modèle mathématique basé sur la dilatation du 415 (lot #1) a été conçu afin de déterminer l'évolution des phases du 415 pendant un cycle thermique complet (chauffage de 20 °C à 950 °C et ensuite refroidissement contrôlé jusqu'à 20 °C). Le modèle permet ainsi de calculer le pourcentage d'austénite et de martensite en fonction de la température durant tout un cycle thermique donné.

Étant donné que la courbe du % d'austénite en fonction de la température du lot #1 et du lot #2 est établie, il serait intéressant d'utiliser cette opportunité afin de voir s'il existerait une corrélation entre les résultats du modèle mathématique et les courbes de traitements thermiques. Ces essais resteraient à faire, mais si en effet une corrélation existe, il sera beaucoup plus facile d'effectuer un test de dilatométrie sur un nouveau lot de 415 pour ensuite corriger une courbe déjà existante par une simple translation.

La Figure 67 et la Figure 69 montrent des essais préliminaires effectués sur le lot #2 et la Figure 68 et la Figure 70 montrent le pourcentage d'austénite résiduelle calculé à l'aide du modèle mathématique (paramètres montrés plus bas). Cependant, à cause de vitesse de chauffage, il est actuellement impossible de comparer ces deux courbes entre elles et avec celles du lot #1 (provenant d'une étude antérieure). Le A_{c1} de l'essai à 1 °C/min est de 579°C (Figure 67) et est de 512,7 °C à une vitesse de chauffage de 0,1 °C/min (Figure 69).

Test de dilatométrie 2^{ème} cycle 1 °C/min

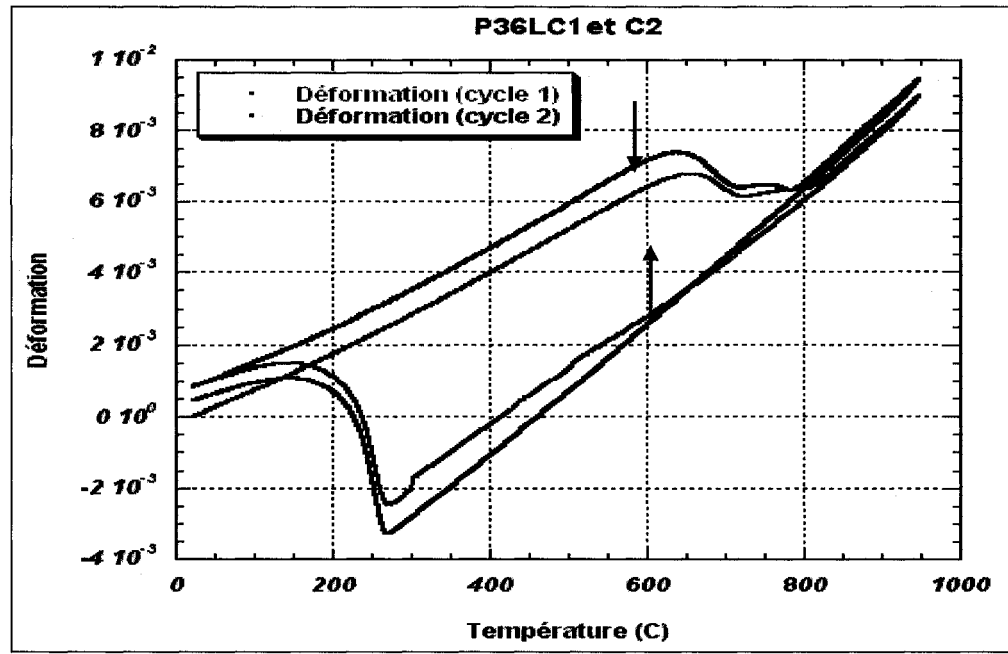


Figure 67 *Déformation de l'échantillon en fonction de la température. L'échantillon initial au cycle 1 est à l'état tel que reçu contenant environ 10,7% γ_{res} . Vitesse de chauffage 1 °C/min, lot #2 (A_{cl} cycle 1 = 579.2).*

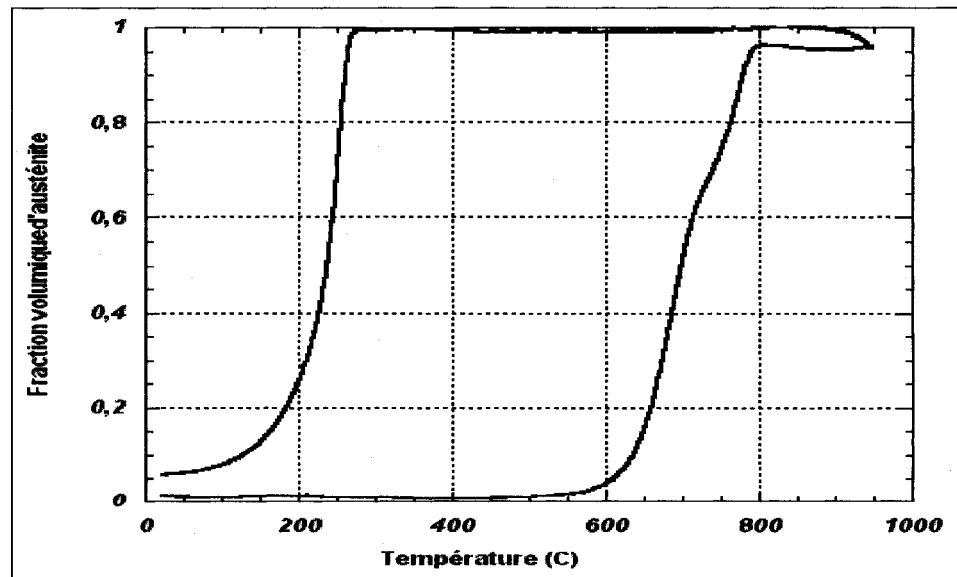


Figure 68 *Pourcentage d'austénite présent en fonction de la température calculé théoriquement à l'aide des résultats de dilatation du deuxième cycle (Figure 67). L'échantillon initial a été austénitisé et trempé. Lot #2, vitesse de chauffage 1 °C/min (A_{cl} = 579.2).*

Test de dilatométrie 2^{ème} cycle 0,1 °C/min

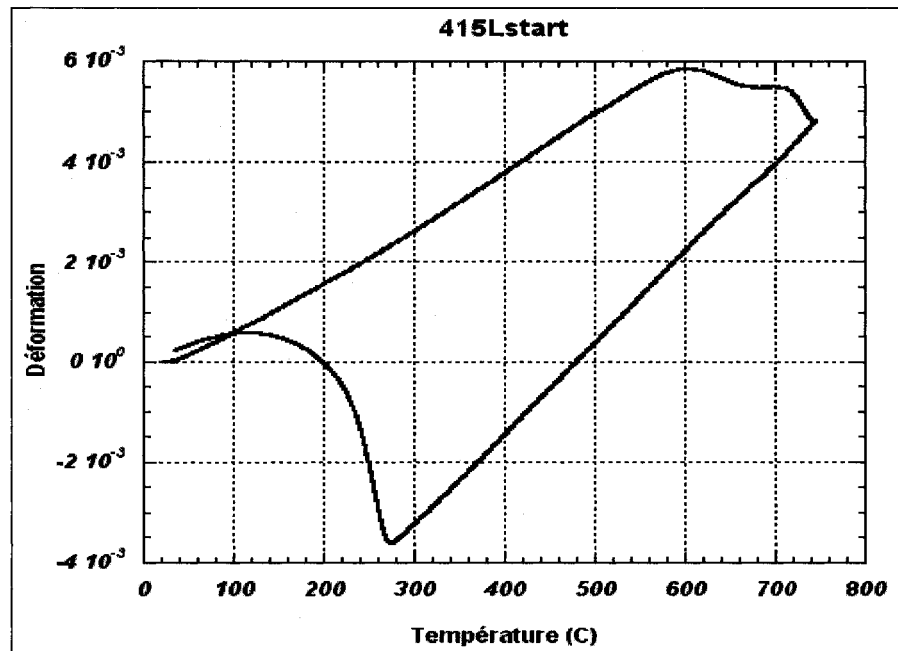


Figure 69 Déformation de l'échantillon en fonction de la température. L'échantillon initial a subi une austénitisation et une trempe. Lot #2 Vitesse de chauffage 0,1 °C/min ($A_{cl} = 512.7$).

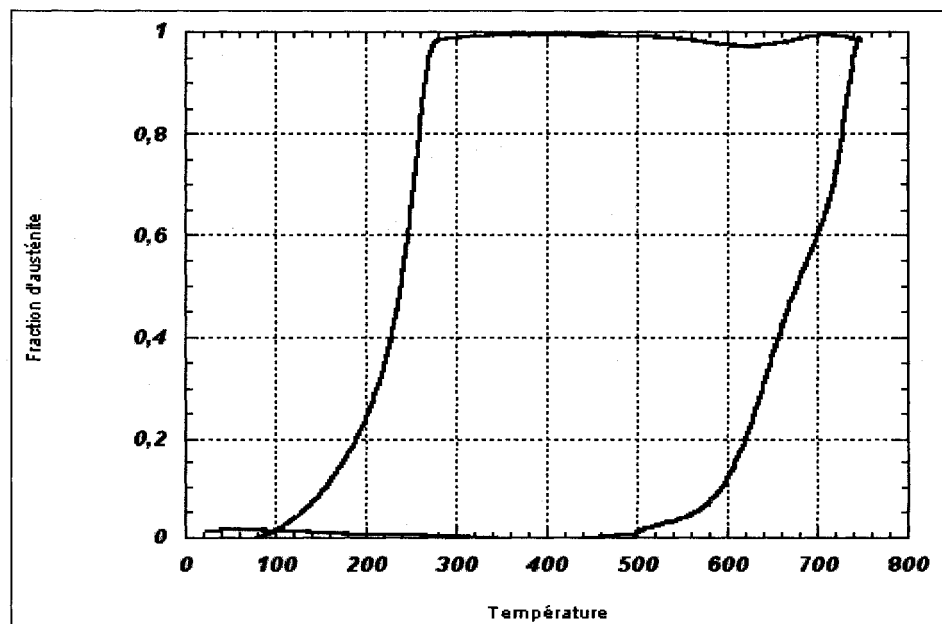


Figure 70 Pourcentage d'austénite calculé à l'aide d'un essai de dilatométrie fait à 0,1 Celcius (Figure 69) ($A_{cl} = 512.7$).

Paramètres utilisés dans le modèle numérique.

Quel essai voulez-vous traiter ?

P36LC2.txt

lecture ...

Sample

Combien de cycles dans ce fichier (1) ou (2) ?

1

Le nombre de lignes de donnees acquisitionnes 55681

Ligne correspondant a la temperature de debut 1

Temperature Tmin (C) 21.9

S agit-il d un essai realise au Gleeble ou au TMA ?

TMA

PHASE I : CONTRACTION THERMIQUE DE L AUSTENITE PURE

Ligne correspondant a la temperature maximale 27801

Temperature maximale (C) 946.5

Ligne correspondant a Ta1 47022

Temperature minimale choisie (C) 310.0

Coefficients d expansion thermique pour l austenite :

alpha0= 0.1547E-04 (degres C-1)

alpha1= 0.5285E-08 (degres C -2)

Coeff. a_0 , Ca_1 et Ca_2 -8.576200808660004E-003 1.546515532368319E-005
5.285009936093447E-009

PHASE II : EXPANSION THERMIQUE DE L ACIER ENTRE 20 ET 550 C

Ligne correspondant a T_{m1} 15853
Temperature voisine de 550 (C) 550.0

Quel est la fraction d austenite residuelle ?

1.3000000000000000E-002

Coefficients d expansion thermique pour la martensite:

$\alpha_{pm0} = 0.7686E-05$ (degres C-1)
 $\alpha_{pm1} = 0.1086E-07$ (degres C -2)

Coeff. a_0 , C_{m1} et C_{m2} -1.888317888951194E-004 7.787507126900025E-006
1.079002407958459E-008

PHASE III : TRANSFORMATION AUSTENITIQUE

T_{max} 946.540000000000
Temperature de debut de transformation austenitique : 579.2
Temperature de fin de transformation austenitique : 946.5

PHASE IV : TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

Temperature de debut de transformation martensitique : 268.0

Calcul de la deformation de transformation

Deformation lineique de transformation de phase de 100% : 0.831
 Deformation volumetrique de transformation de phase de 100% :
 2.493

Quel essai voulez-vous traiter ?

415Lstart.txt

lecture ...

Sample

Combien de cycles dans ce fichier (1) ou (2) ?

1

Le nombre de lignes de donnees acquisitionnes 157835

Ligne correspondant a la temperature de debut 22

Temperature Tmin (C) 25.4

S agit-il d un essai realise au Gleeble ou au TMA ?

TMA

PHASE I : CONTRACTION THERMIQUE DE L AUSTENITE PURE

Ligne correspondant a la temperature maximale 153001

Temperature maximale (C) 747.0

Ligne correspondant a Ta1 156103

Temperature minimale choisie (C) 309.9

Coefficients d expansion thermique pour 1 austenite :

alpha0= 0.1835E-04 (degres C-1)

alpha1= -.6089E-09 (degres C -2)

Coeff. a0, Ca1 et Ca2 -8.733238812669087E-003 1.834925316743980E-005
 -6.089164101932554E-010

PHASE II : EXPANSION THERMIQUE DE L ACIER ENTRE 20 ET 500 C

Ligne correspondant a Tm1 4587
 Temperature voisine de 500 (C) 500.0

Quel est la fraction d austenite residuelle ?

1.3000000000000000E-002

Coefficients d expansion thermique pour la martensite:

alpm0= 0.7805E-05 (degres C-1)
 alpm1= 0.1003E-07 (degres C -2)

Coeff. a0, Cm1 et Cm2 -2.274724581075984E-004 7.941667290002313E-006
 9.888907789432737E-009

PHASE III : TRANSFORMATION AUSTENITIQUE

Temperature de debut de transformation austenitique : 512.7
 Temperature de fin de transformation austenitique : 742.5

PHASE IV : TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

Temperature de debut de transformation martensitique : 275.2

Calcul de la deformation de transformation

Deformation lineique de transformation de phase de 100% : 0.817
 Deformation volumetrique de transformation de phase de 100% :
 2.452

ANNEXE II

SCHÉMA DE LA BOBINE UTILISÉE

La bobine utilisée pour cette série d'essai était identique à celle montrée sur la figure ci-dessous (excepté pour la coupe). Au lieu d'utiliser une coupe pour installer la bobine entre les pattes d'un extensomètre plus gros, un amincissement de la surface a été fait afin d'augmenter l'espace entre la bobine et un extensomètre plus petit monté au-dessus de celle-ci.

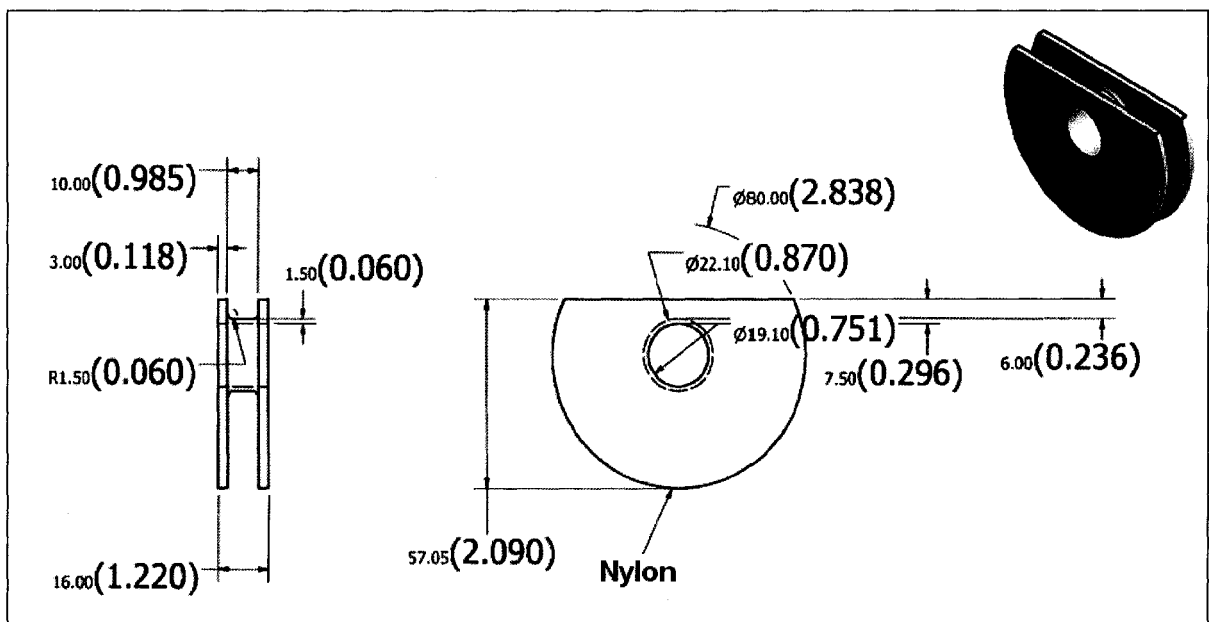


Figure 71 *Dessin de la bobine. Les unités sont en pouces.*

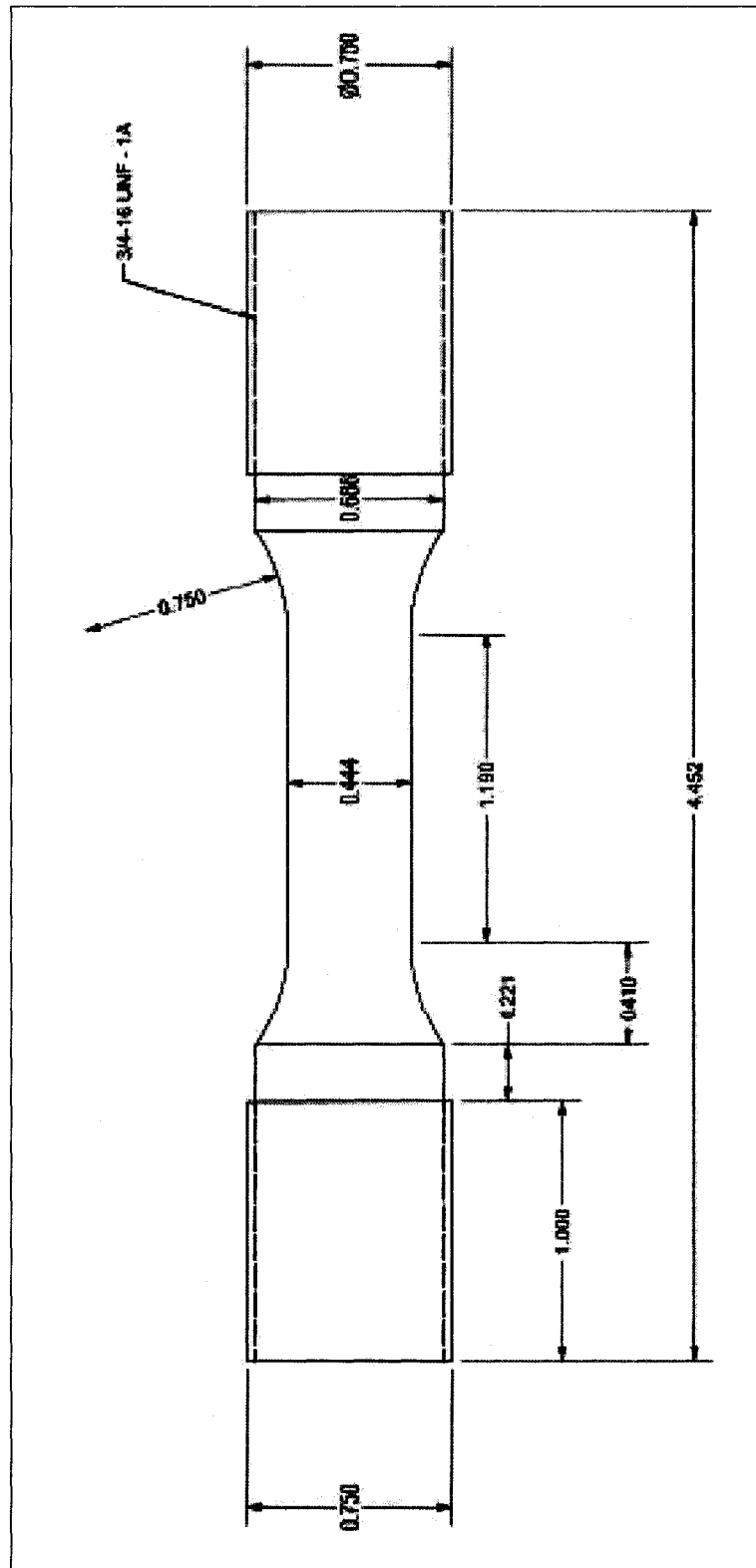


Figure 72 Échantillon de fatigue version #2. Les unités sont en pouces.

ANNEXE III

PARAMÈTRES POUR L'APPLICATION LABVIEW

Les tensions entrées dans l'interface du logiciel (Figure 73) sont montrées au Tableau 16.

Tableau 16

Paramètres pour le traitement des données

Force	Déformation	Tension	Taux d'acquisitionnement (nombre de points/sec)	Nombre d'échantillon pour FFT	Nombre de points par cycles	Position	X1	Y1	X2	Y2
25 kN/Volt	2%/Volt	10 Volt	200 000	250	10 000	7,62 mm/Volt	25 100	10	-25 100	-10

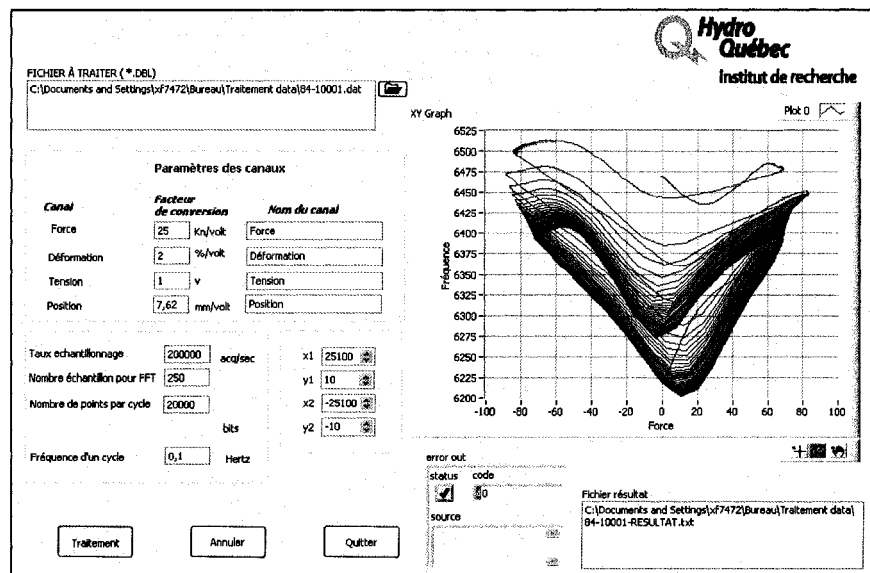


Figure 73 Interface de l'application LabView.

Concernant les valeurs entrées sous la force, déformation, tension et position, il s'agit seulement de valeurs de conversion en fonction de la sortie des valeurs de l'appareil de traction et de l'oscillateur. Les autres valeurs sont nécessaires pour le logiciel afin de bien calculer la fréquence de résonance et pour bien enregistrer les valeurs dans le fichier texte de sortie. Le taux d'acquisition est de 200 000 points/seconde et le calcul de la FDR se fait à tous les 10 000 points (20 000 sur la Figure 73). Ce qui veut dire que pour un essai réalisé à

0,1 Hz, il y aura 200 points par cycle. Si, par exemple, la vitesse était de 1 Hz, il y aurait 20 points pour représenter le cycle. Le nombre d'échantillons pour la FFT veut dire, que pour chaque calcul, 250 points seront pris en compte. Donc, pour le calcul de la FDR au point 10 000, seuls les points entre 9875 et 10125 seront utilisés. Moins la FDR est élevée, plus il faut de points pour effectuer le calcul de celle-ci. La détermination du nombre de points nécessaires se fait par essais et erreurs. Au-dessus d'une certaine valeur, la fréquence calculée devient très stable.

ANNEXE IV

TESTS PRÉLIMINAIRES À 1 % et 2 % DE DÉFORMATION.

Les deux figures qui suivent ont été incluses afin de présenter les données brutes des deux essais préliminaires jusqu'à rupture finale.

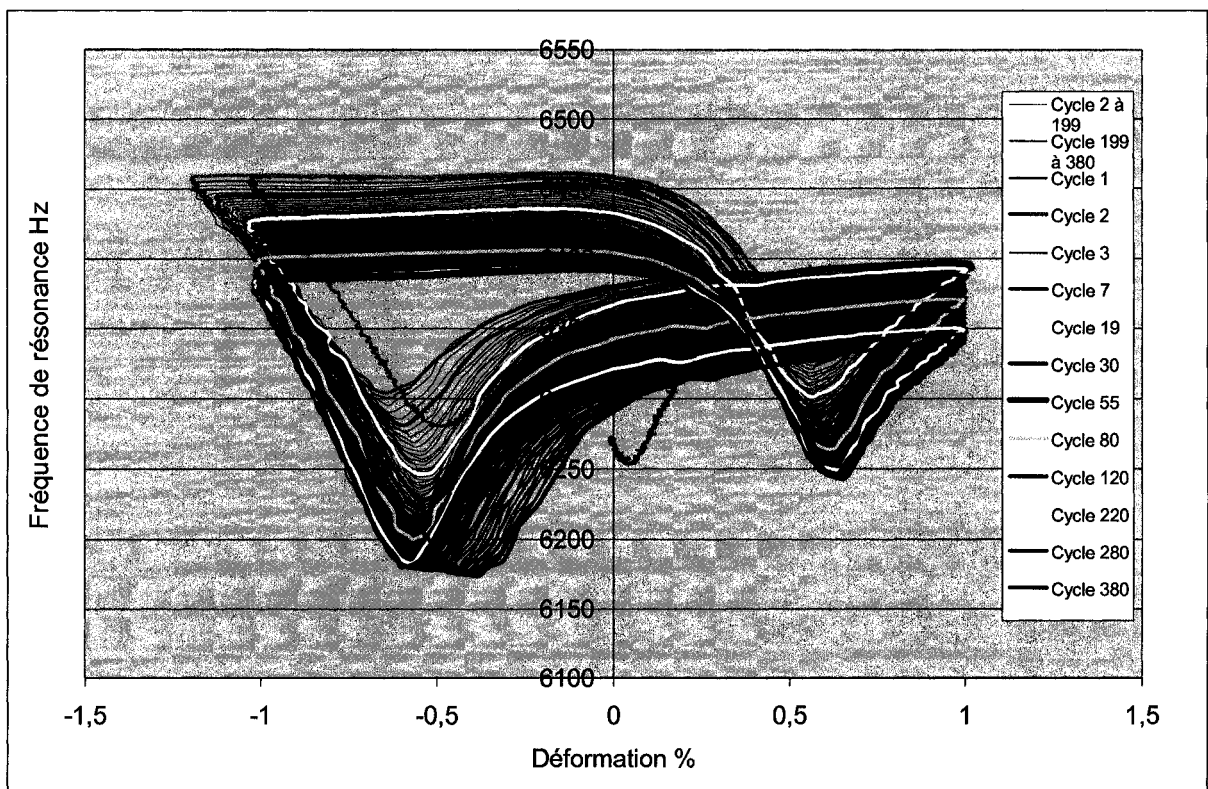


Figure 74 *Test préliminaire à 1 % de déformation sur le lot #2, traitement thermique tel que reçu (P-48).*

Même si l'essai a été réalisé en déformation contrôlée, une petite instabilité de déformation a été présente en compression lors des 20 premiers cycles environ.

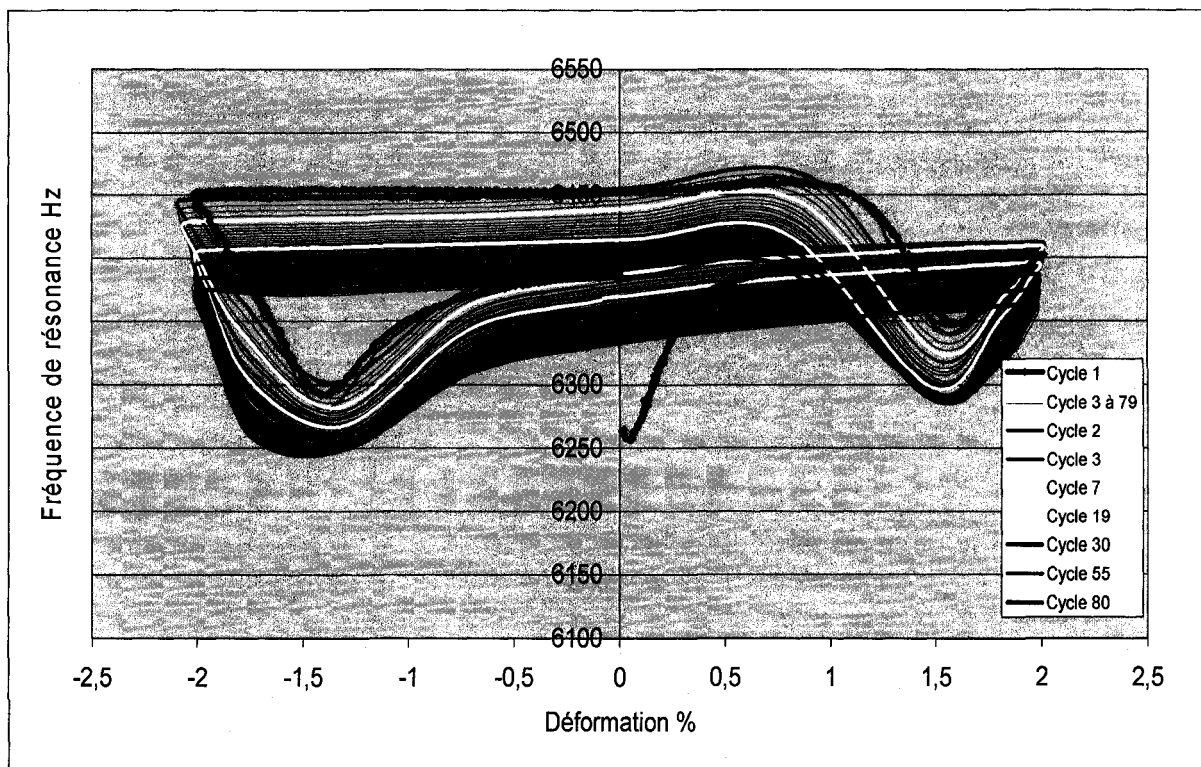


Figure 75 Test préliminaire à 2 % de déformation sur le lot #2, traitement thermique tel que reçu (P-47).

ANNEXE V

DONNÉES BRUTES DES ESSAIS DE LA SÉRIE DE TESTS #3

Cette annexe présente les courbes de la FDR en fonction du nombre de cycles pour tous les échantillons de la série de test #3 ainsi qu'un tableau des données brutes pour chacun des traitements thermiques.

Échantillons contenant 5% γ_{res} (P-88 et P-89)

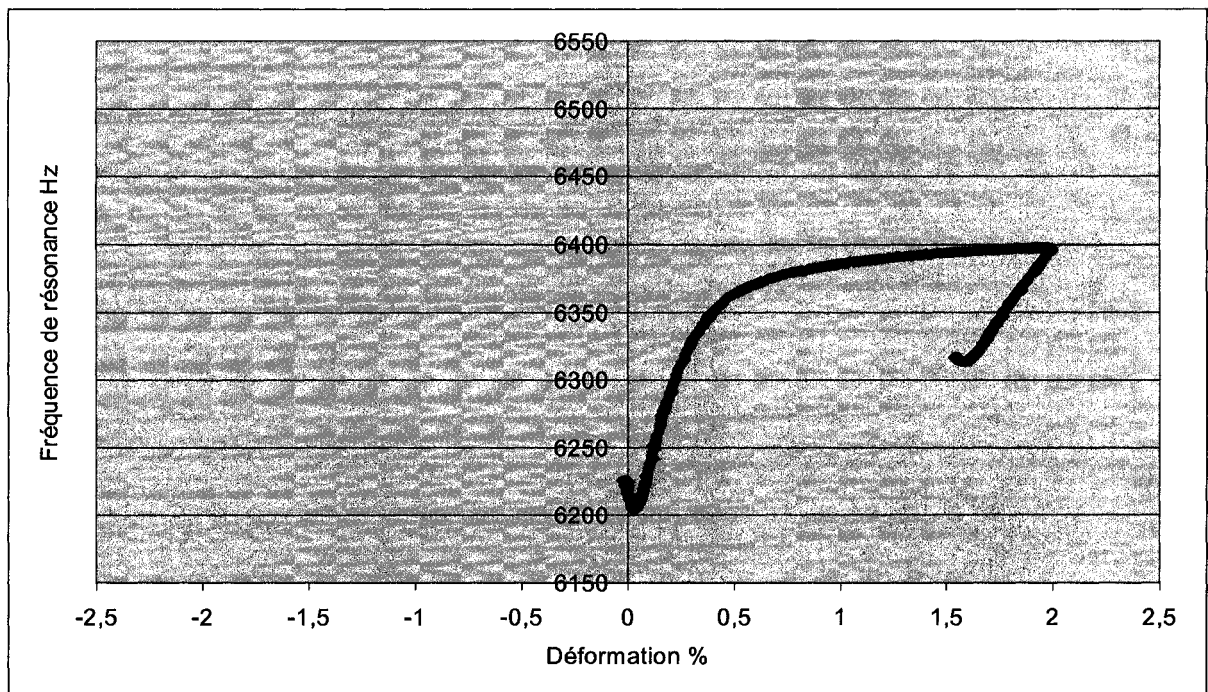


Figure 76 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 5,0% d' γ_{res} (P-89) en fonction de la déformation. Le % d' γ_{res} mesuré après la relâche de la contrainte est de 4,4%.*

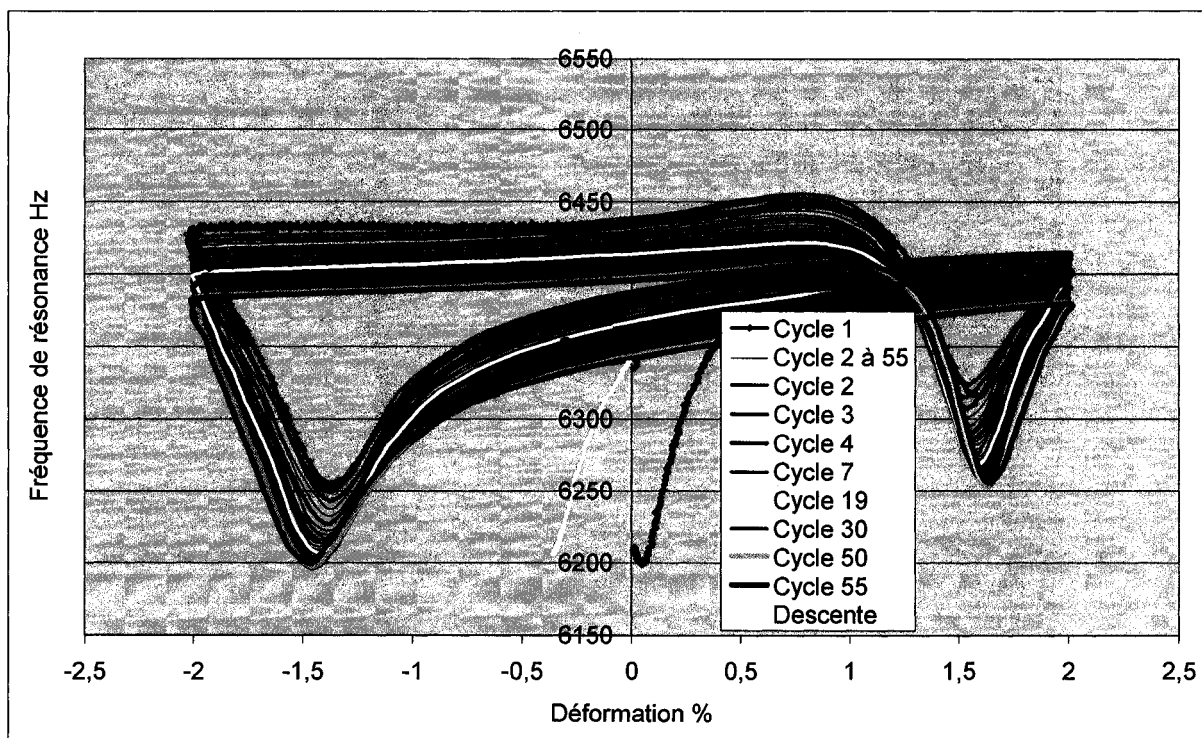


Figure 77 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 5% d' γ_{res} (P-88) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 605°C/1h, % γ_{res} final 1,8%.*

Tableau 17
Résultats de P-88

# Cycle	FDR Tension Min (Hz).	Force max en tension (kN)	% Austénite
0	6211		5 %
1	6318	85	
2	6325	88,5	
3	6317	88	
4	6309	86	
7	6292	83	
19	6269	76	
30	6261	74	

46	6255		
47	6253		
48 (début striction)	6253	72	
55	6256	71,2	
Descente			1,83

Échantillons contenant 10 % γ_{res} (P-86 et P-87)

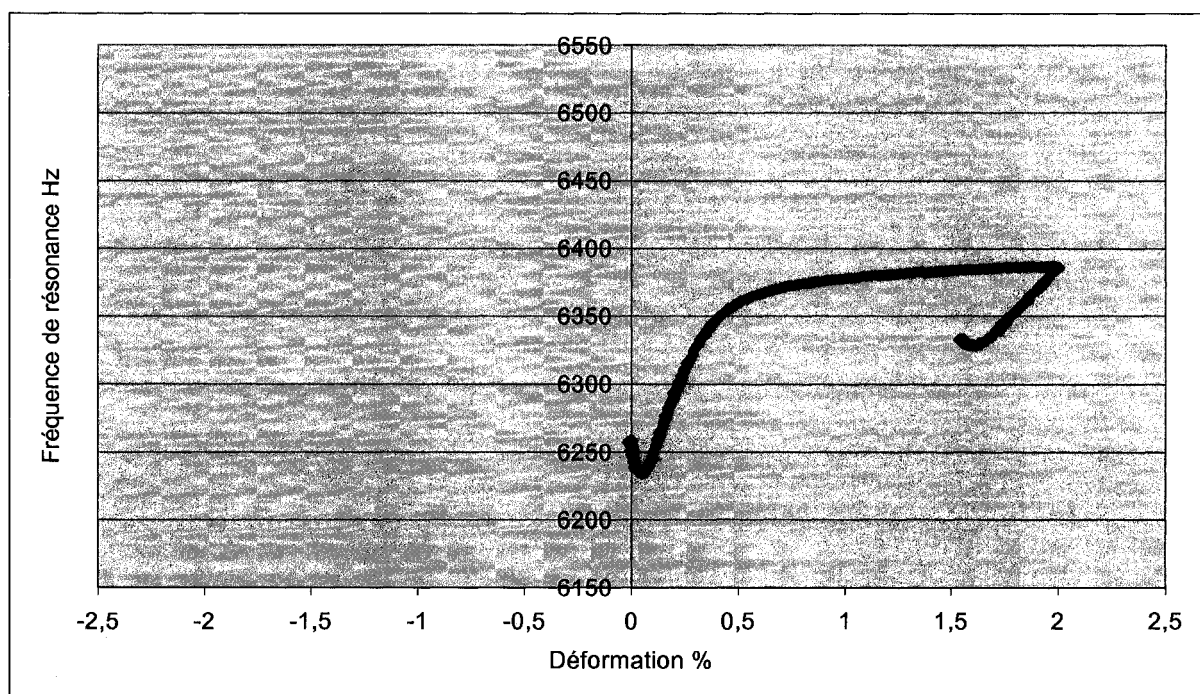


Figure 78 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 10 % d' γ_{res} (P-87) en fonction de la déformation. Lot #2, série de test #3, simple traitement thermique 618°C/1h, % γ_{res} final 7,4%.*

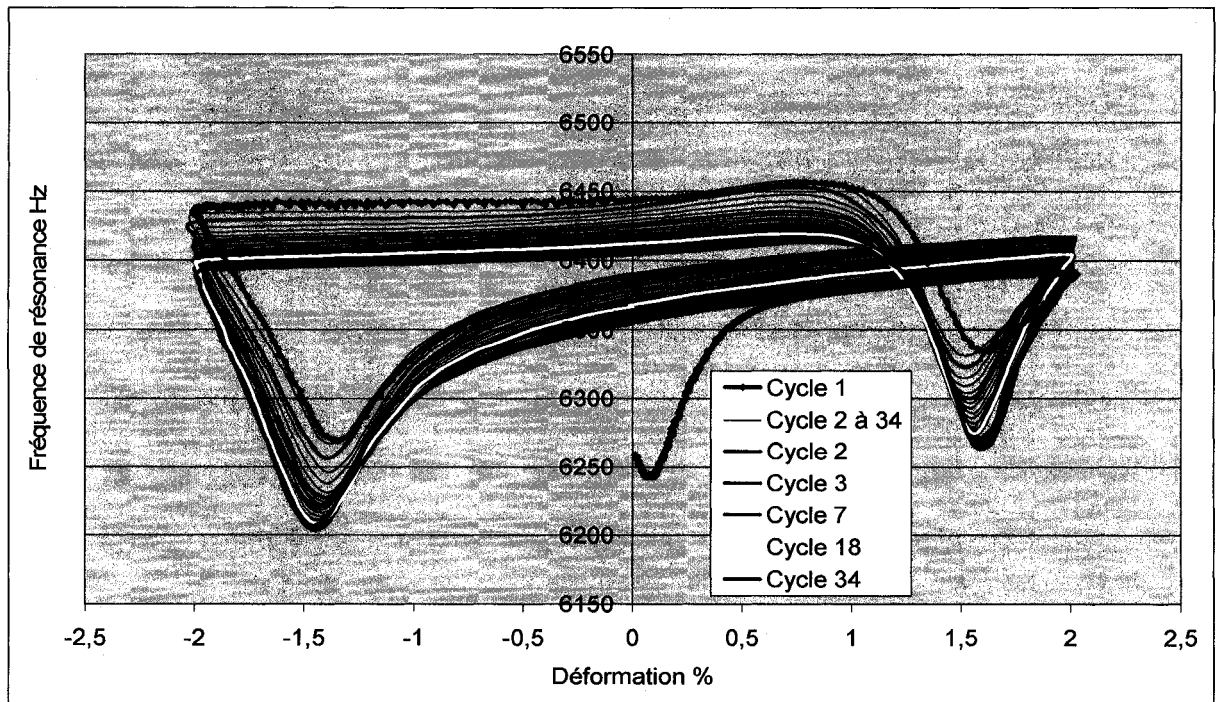


Figure 79 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 10 % d' γ_{res} (P-86) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, simple traitement thermique 618 °C/1 h, % γ_{res} final 1 %.*

Tableau 18

Résultats de P-86

# Cycle	FDR Tension Min (Hz).	Force max en tension (kN)	% Austénite
0	6259		10 %
1	6339	78	
2	6333,5	84	
3	6324	84	
7	6300	79	
18	6275	73	
19	6274	73	
30	6268	71	
34 (Début striction)	6263,4	70	
47	rupture		0,98 %

Échantillons contenant 10,7 % γ_{res} (P-49).

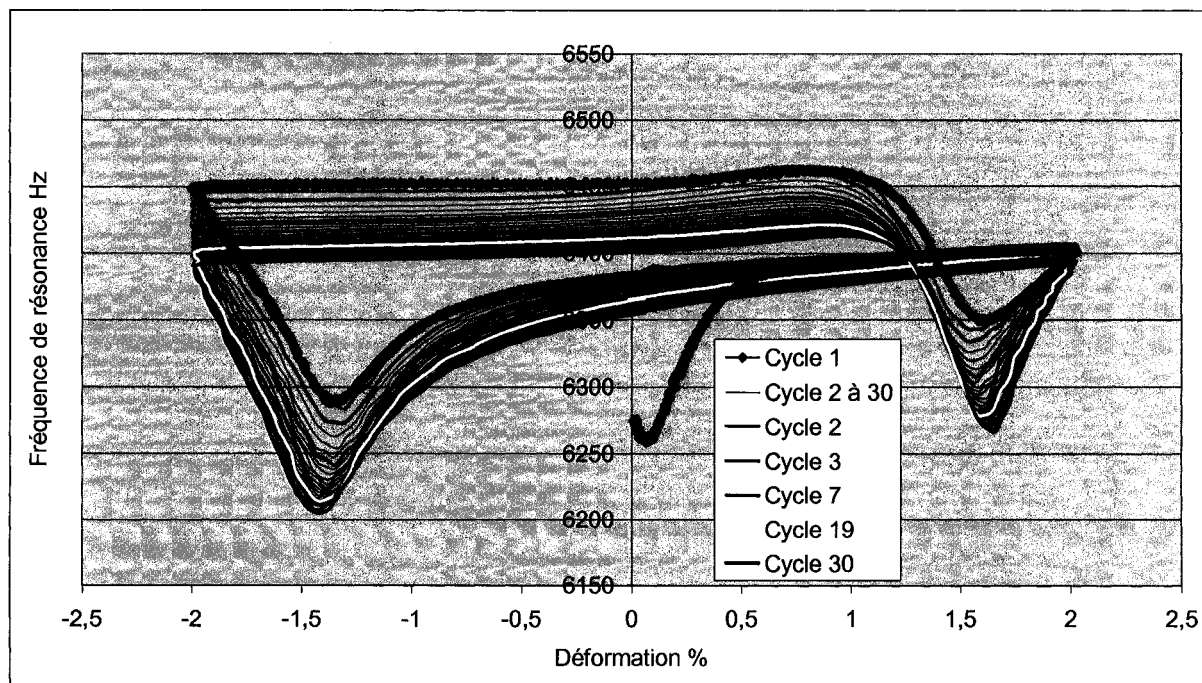


Figure 80 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 10,7 % d' γ_{res} (P-49) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, traitement tel que reçu, % γ_{res} final 1,8 %.*

Tableau 19
Résultats de P-49

# Cycle	FDR Tension Min (Hz).	Force max en tension (kN)	% Austénite
0	6276		10,7 %
1	6355	83	
2	6346,5	88	
3	6337	87	
7	6310	82	
19	6279	75	
30 (début striction)	6268	71	2,2 %

Contrairement aux autres essais de la série de tests #3, l'arrêt de l'essai n'a pas été assez rapide et il y a eu rupture au cycle 41. Les données de la FDR tension min seront utilisées jusqu'au cycle 30 et le pourcentage d'austénite résiduelle sera approximé à l'aide de la série de tests #1 (~2,2 % au cycle 30). D'après la série de tests #1, le pourcentage d'austénite résiduelle pour le 415 provenant du lot #3 est de 2,2 % à 30 cycles.

Échantillons contenant 24,5 % γ_{res} (P-82 et P-83).

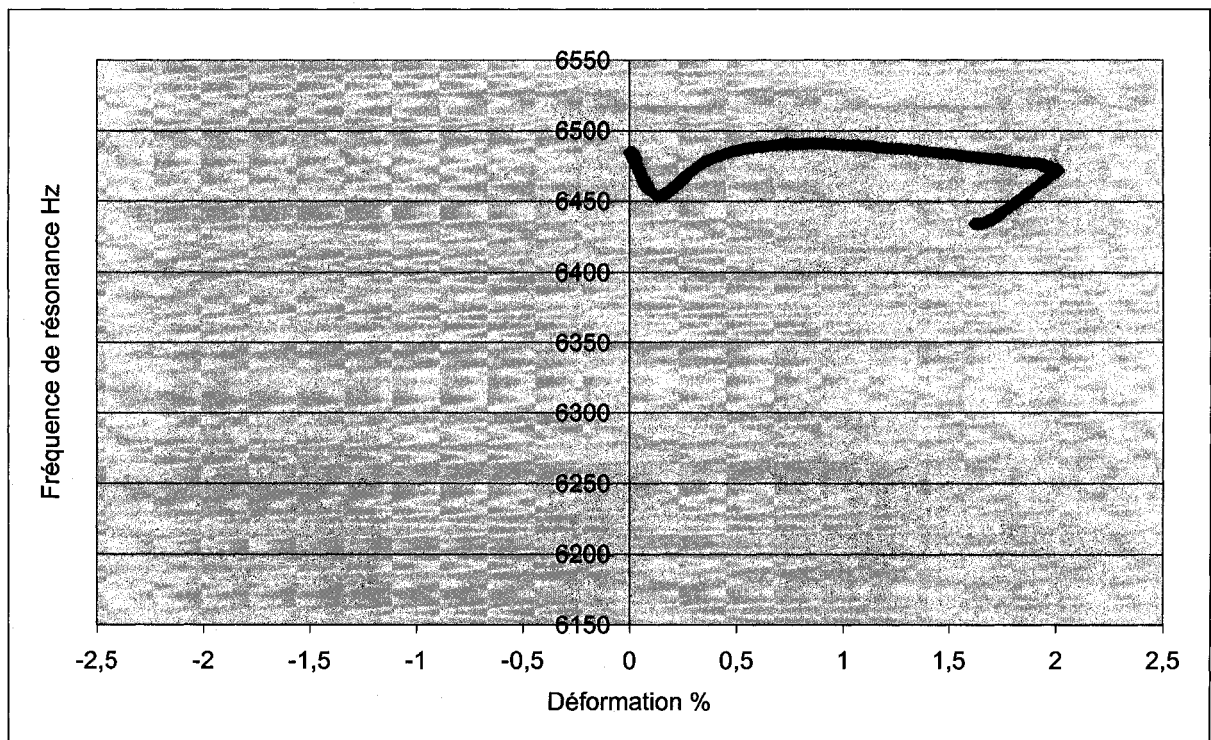


Figure 81 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 24,9 % d' γ_{res} (P-83) en fonction de la déformation. Le % d' γ_{res} mesuré après la relâche de la contrainte est de 14,8 %.*

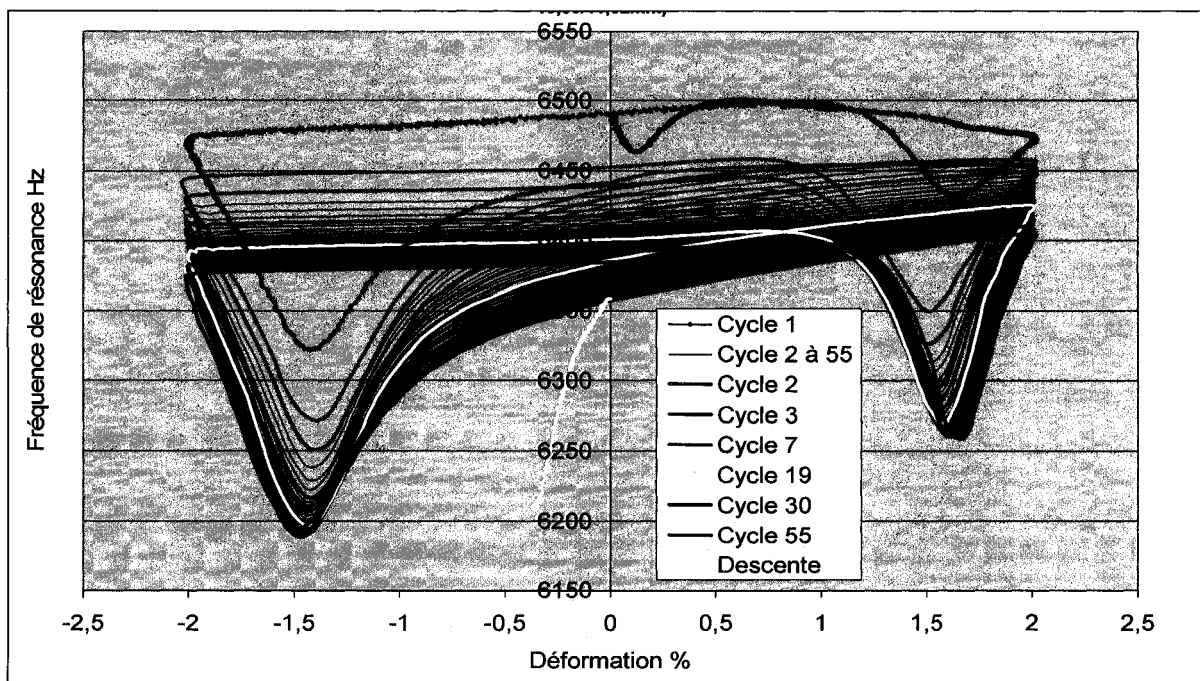


Figure 82 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 24 % d' γ_{res} (P-82) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, double traitement thermique 674 °C/2 h + 618 °C/1 h, % γ_{res} final 1,7 %.*

Tableau 20

Résultats de l'échantillon P-82

# Cycle	FDR Tension Min (Hz).	Force max en tension (kN)	% Austénite
0	6490		(24,1 + 24,9)/2=24,5 %
1	6433	69	14,8 %
2	6350	89	
3	6326,5	88	
7	6295	81,5	
19	6271	76	
30	6263	72	
55	6259	70	1,7 %
Descente	6208		

Échantillons contenant 25 % γ_{res} (P-84 et P-85)

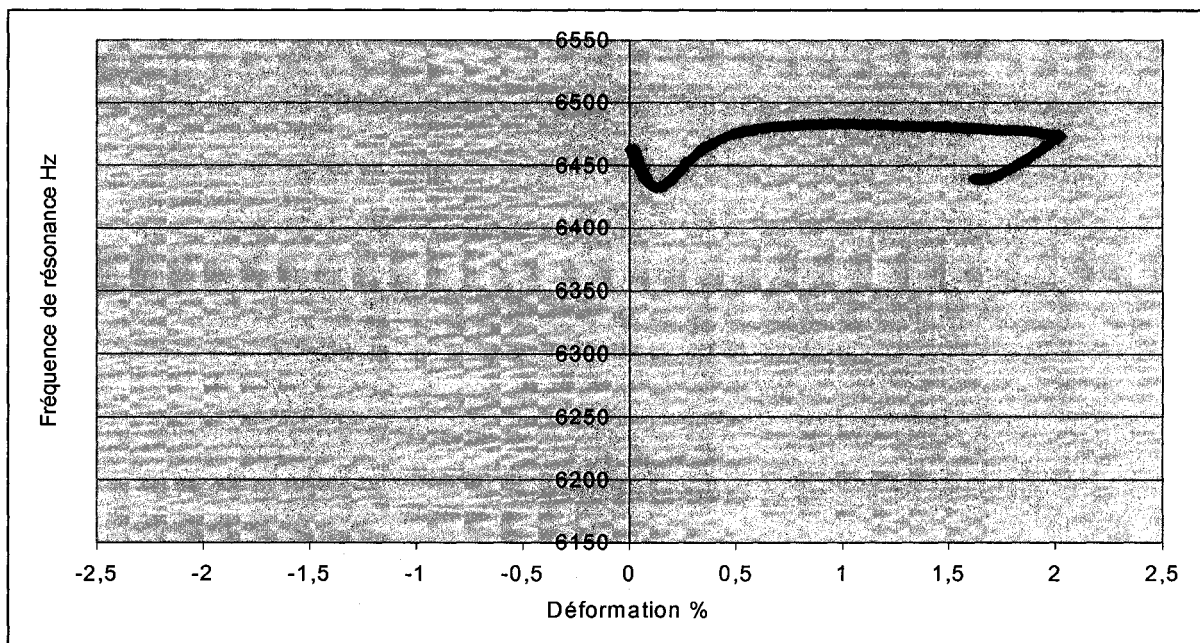


Figure 83 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 25 % d' γ_{res} (P-85) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, double traitement thermique 674 °C/2 h + 618 °C/8 h, % γ_{res} final 17,6 %.*

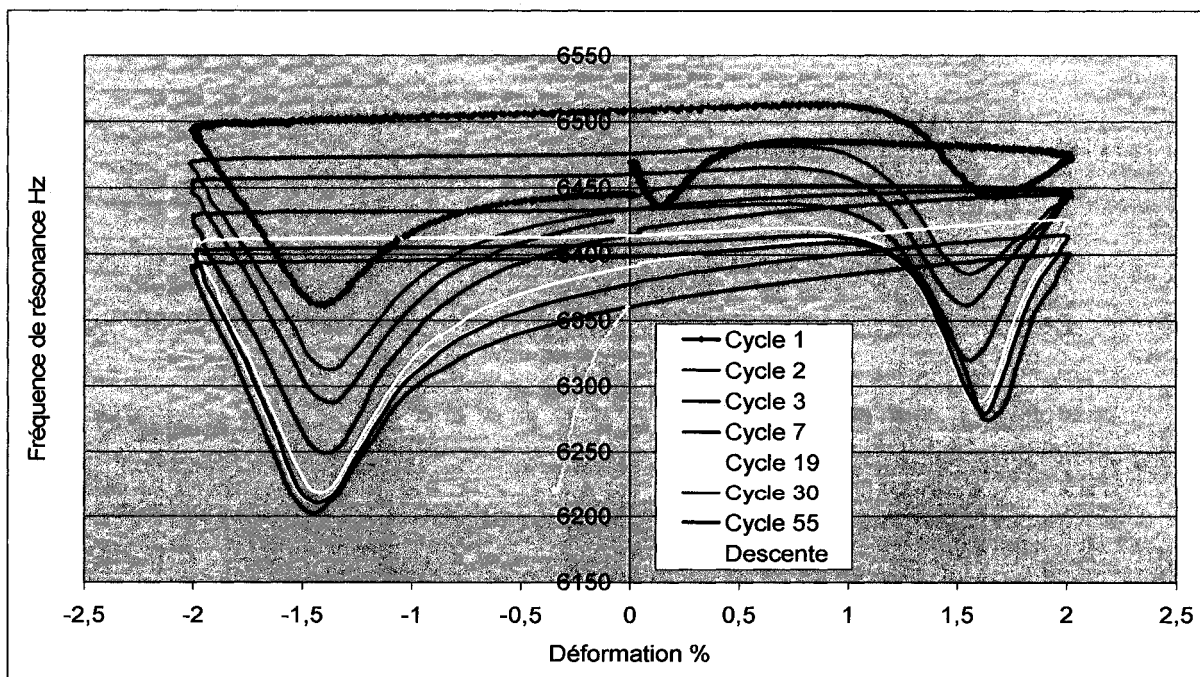


Figure 84 *Fréquence de résonance d'un échantillon contenant initialement 25 % d' γ_{res} (P-84) en fonction de la déformation. Lot #2, série de tests #3, double traitement thermique 674 °C/2 h + 618 °C/8 h, % γ_{res} final 1,6 %.*

Tableau 21
Résultats de l'échantillon P-84

# Cycle	FDR Tension Min (Hz).	Force max en tension (kN)	% Austénite	FDR tension (Hz).
0	6470		25%	
1	6444	69	17,6%	6476
2	6386	83,5		6449
3	6362	83,5		6448
7	6321	79		6445,5
19	6289	73		6426
30	6280	71		6414,5
49 (début striction)	6273	69,2		
55	6275	69		6400,5
Descente	6220		1,61%	

ANNEXE VI

GRAPHIQUES SUPPLÉMENTAIRES POUR LA DÉTERMINATION DU MOMENT DE STRICTION DES ÉCHANTILLON DE LA SÉRIE DE TEST #3.

La section qui suit donne les résultats bruts qui ont servi afin de déterminer le moment de la striction. Cette partie est non nécessaire à la compréhension de cette étude et est destinée principalement à la personne qui aura à poursuivre les essais.

P-88 (5% d' γ_{res})

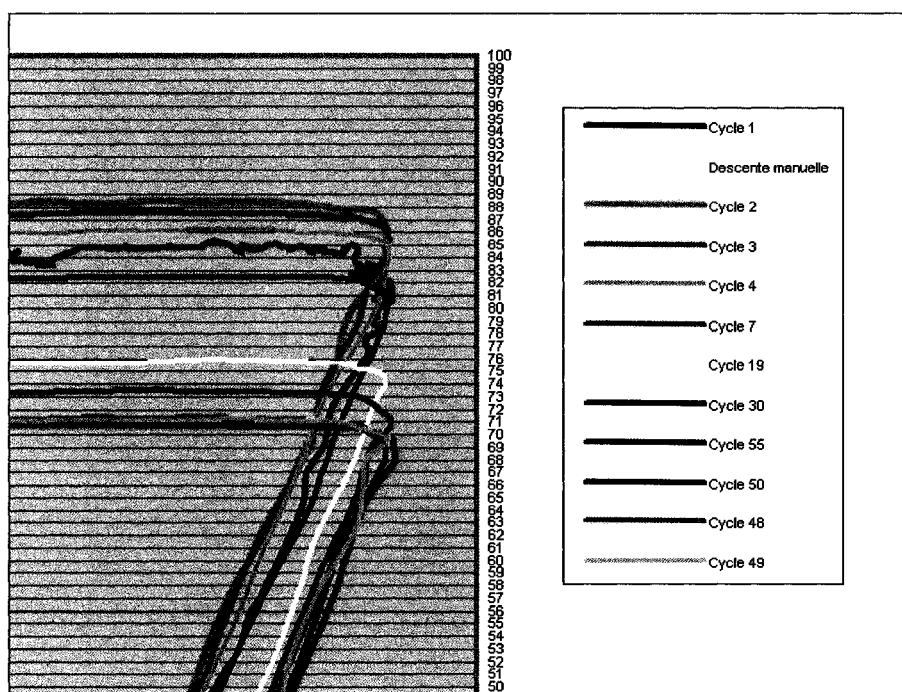


Figure 85 Adoucissement de l'échantillon P-88 en fonction du nombre de cycles (5% γ initial).

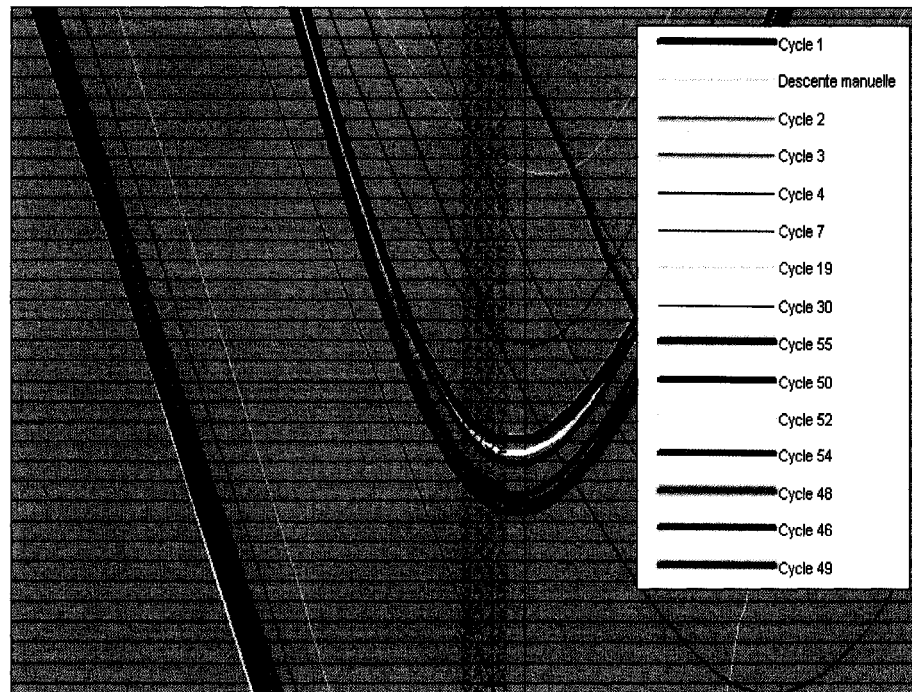


Figure 86 *Agrandissement de la fréquence de résonance en fonction de la force (P-88).*

En traçant la FDR en fonction de la force, il est facile de cibler la FDR tension min, car celle-ci est située à $f = 0$ kN. Lorsque la FDR tension min commence à ralentir spontanément voir même augmenter et/ou lorsque la force à 2% de déformation commence à augmenter, il s'agit du moment de striction. Par exemple, la striction de l'échantillon P-88 s'est produite environ au cycle 48 à cause d'un ralentissement de la vitesse de descente de la FDR tension min. L'écart entre les cycles 46 et 48 est d'environ de 2 Hz (6255 à 6253 Hz) tandis que l'écart entre les cycles 48 et 49 est inférieur à 0,5 Hz (6253 à 6252,5 Hz). La FDR du cycle 50 est plus élevée que celle du cycle 49 (>6253 Hz). Les résultats seront donc considérés jusqu'au cycle 48 inclusivement.

P-86 (~10 % austénite résiduelle).

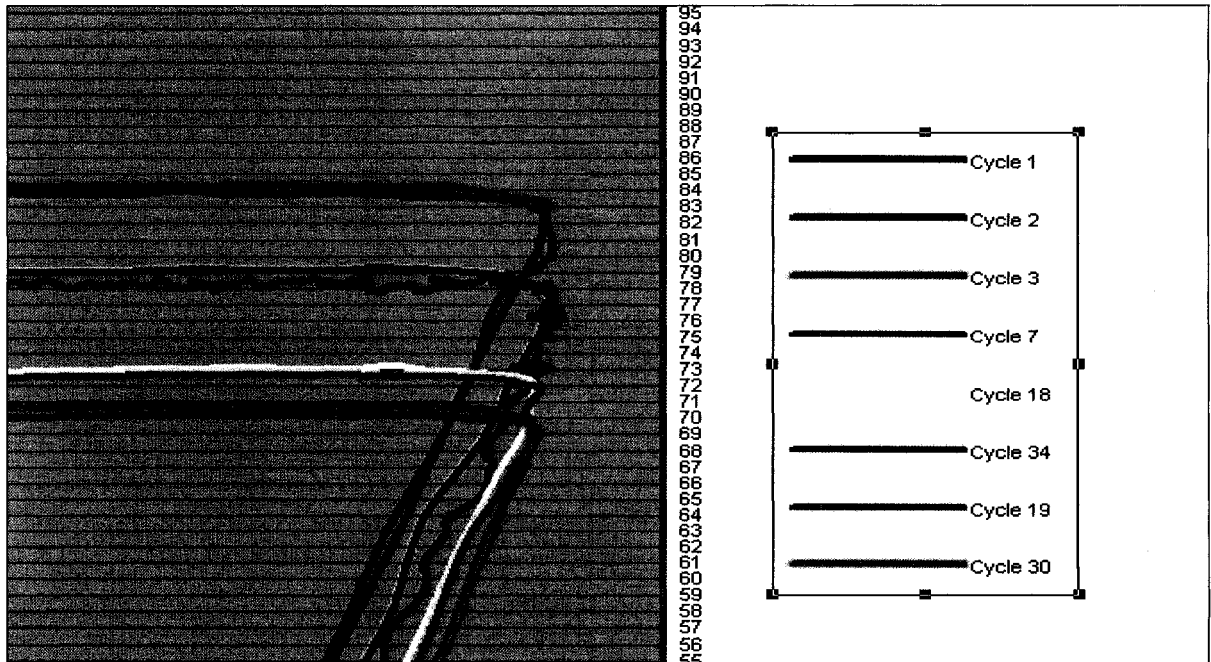


Figure 87 Agrandissement de l'adoucissement de P-86 en fonction du nombre de cycles.

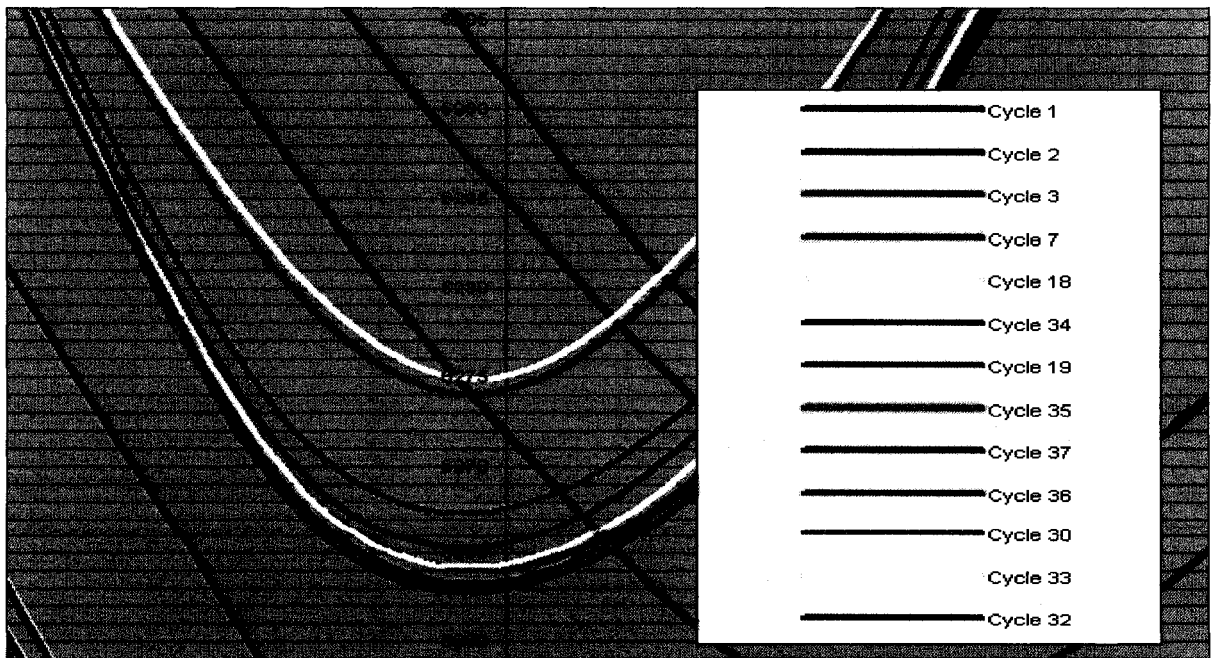


Figure 88 Agrandissement de la Fréquence de résonance en fonction de la force P-86.

Étant donné le ralentissement de descente de la FDR tension min entre le cycle 34 et 35 comparativement au Δ FDR tension min entre le cycle 33 et 34, seuls les résultats jusqu'au cycle 34 inclusivement seront utilisés.

P-49 (~10,73 % austénite résiduelle)

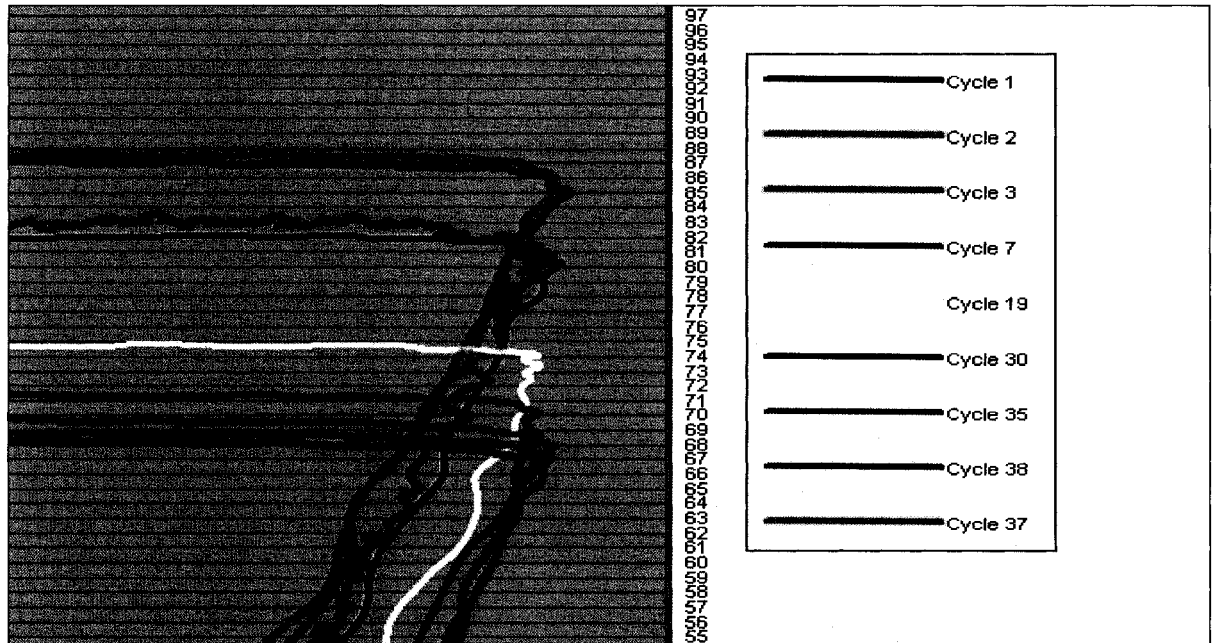


Figure 89 *Agrandissement de la variation de la force en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-49.*

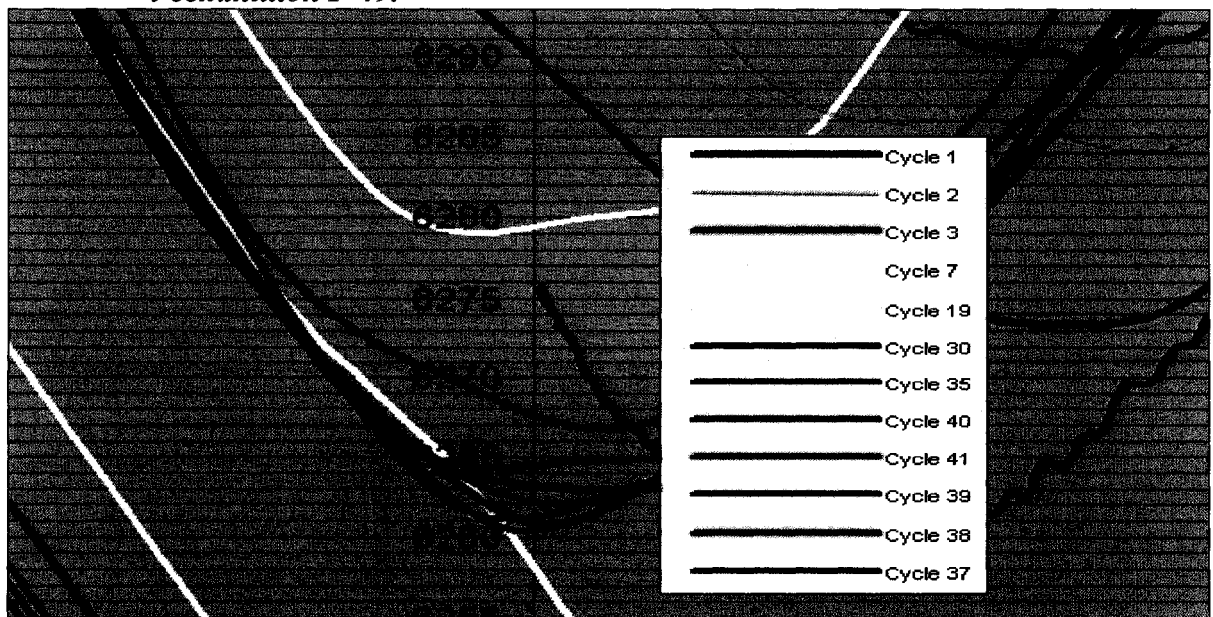


Figure 90 *Agrandissement de la fréquence de résonance en fonction de la force P-49.*

Comme nous pouvons le voir sur la Figure 90 de la FDR en fonction de la force, la striction a débuté environ au cycle 38. Les résultats jusqu'au cycle 38 inclusivement seront utilisés. Contrairement aux essais de la série de tests #3, l'arrêt de l'essai n'a pas été assez rapide et il y a eu rupture au cycle 41. Les données de la FDR tension min seront utilisés jusqu'au cycle 30, et le pourcentage d'austénite résiduelle sera approximé à l'aide de la série de tests #1 (~2,2 % au cycle 30). D'après la Figure 30, le pourcentage d'austénite résiduelle pour le 415 provenant du lot #3 est de 2,2 % à 30 cycles.

P-82 (~24,5 % austénite résiduelle)

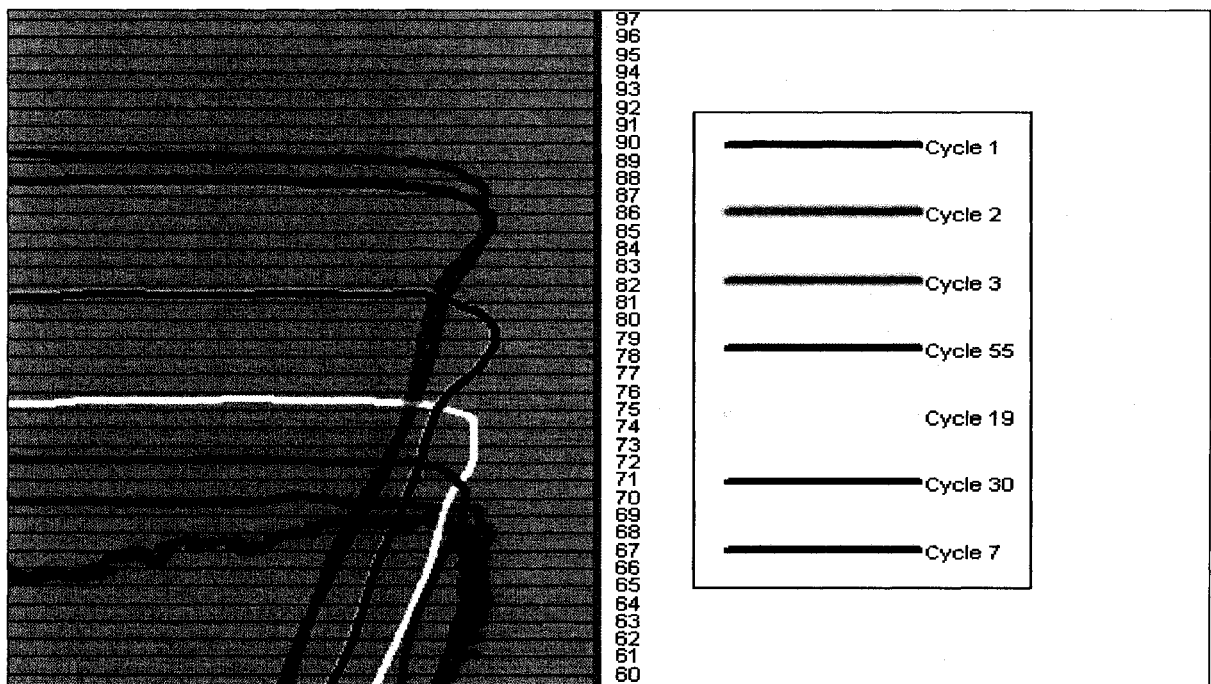


Figure 91 Agrandissement de la variation de la force en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-82.

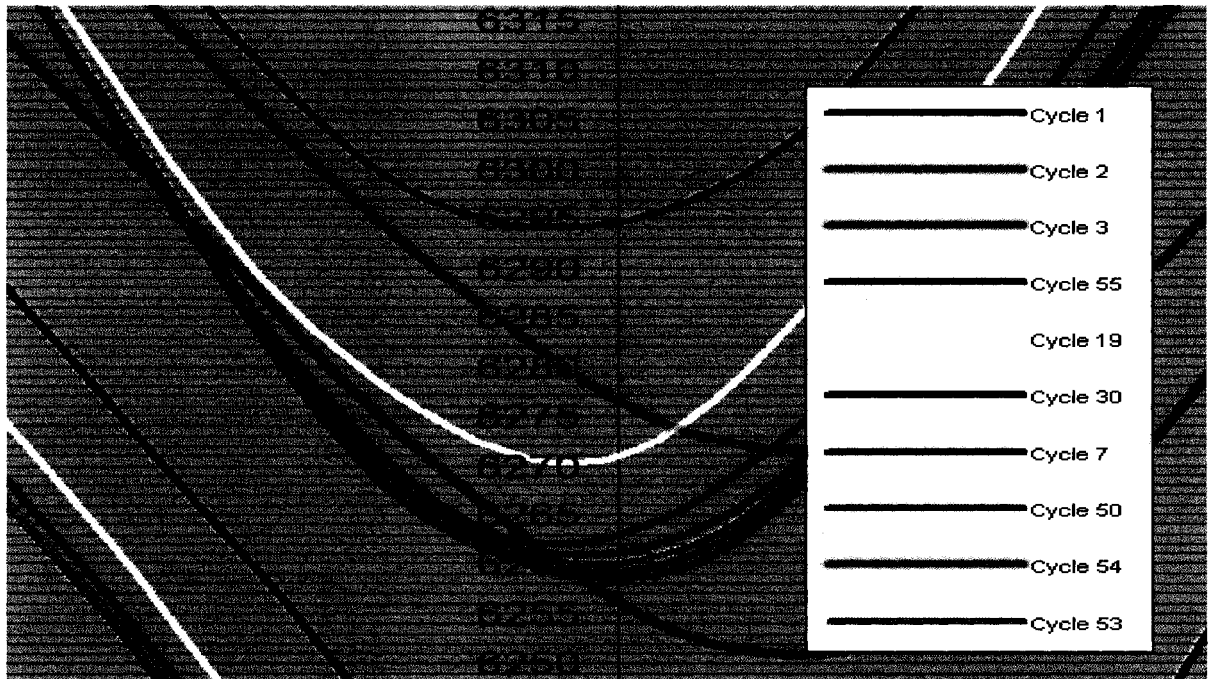


Figure 92 *Agrandissement de la variation de la fréquence de résonance de l'échantillon P-82 en fonction du nombre de cycles.*

D'après la figure précédente, la légère striction observée n'a pas modifié les résultats enregistrés par la bobine.

Comme nous pouvons le voir sur la figure précédente il y a un ralentissement de la diminution de la FDR entre les cycles 49 et 50. Les résultats du cycle 1 à 49 seront donc utilisés.

P-84 (~25 % austénite résiduelle)

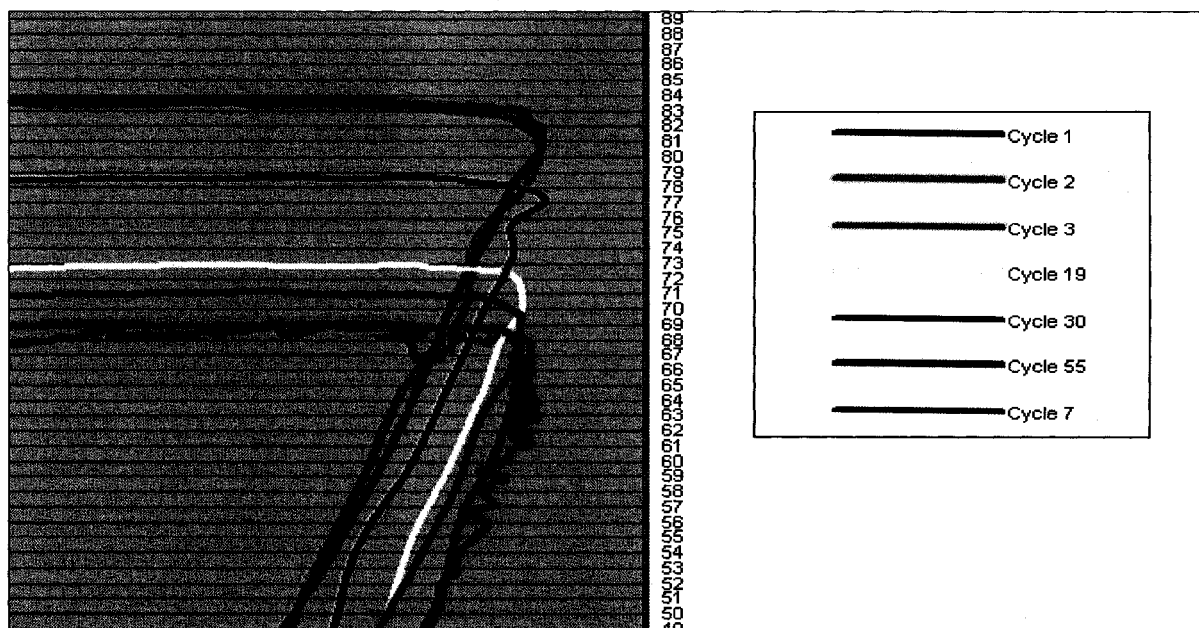


Figure 93 Agrandissement de la variation de la force en fonction du nombre de cycles de l'échantillon P-84.

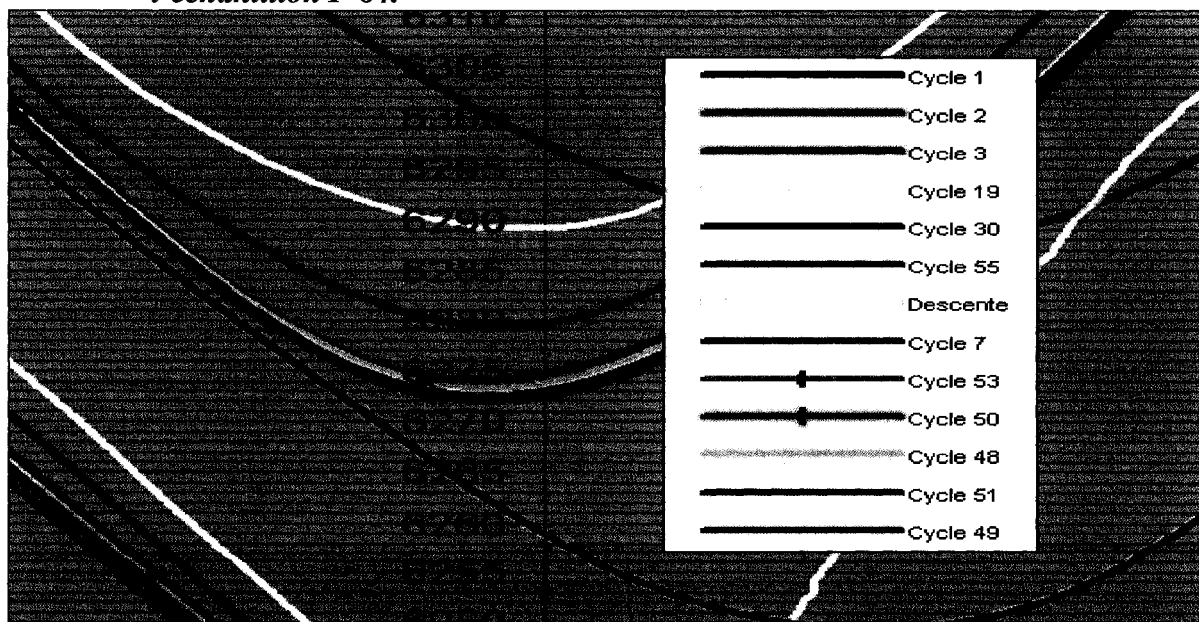


Figure 94 Agrandissement de la variation de la fréquence de résonance de l'échantillon P-84 en fonction du nombre de cycles.

ANNEXE VII

VARIATION DE LA FDR TENSION EN FONCTION DE LA CONTRAINTE À 2% DE DÉFORMATION

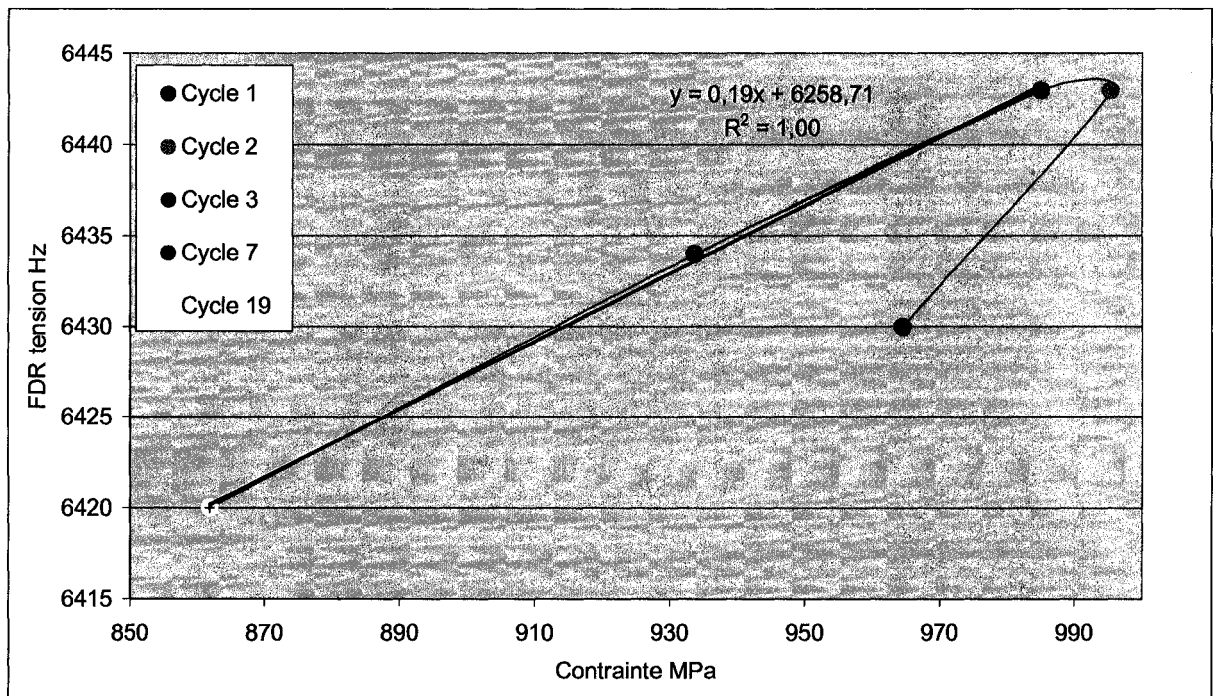


Figure 95 *Graphique montrant la relation linéaire existant entre la FDR en fonction de la contrainte vraie à 2% de déformation sur un échantillon totalement martensitique (P-70).*

ANNEXE VIII

EFFET DE LA GÉOMÉTRIE ET DU MOUVEMENT DU MONTAGE SUR LA FRÉQUENCE DE RÉSONANCE.

Effet de la géométrie de l'échantillon.

Suite à la procédure de calibration utilisée pour cette étude, aucune correction par rapport à la géométrie n'a été nécessaire. Cependant étant donné que l'effet de la géométrie sur la FDR a été étudié et que les résultats fonctionnent bien (variation linéaire de la FDR en fonction du diamètre), il a toutefois été décidé de les inclure.

Pour des variations de section, la variation de la FDR en fonction de la déformation suit une loi linéaire avec des écarts maximums de 2 % pour une elongation inférieure à 50 % [31]. Afin de faire une vérification rapide, 4 échantillons cylindriques de 10cm de long ont été usinés avec des diamètres différents. Étant donné que le diamètre de la première version des échantillons était de 9,5 mm, 4 échantillons ont été usinés dans un matériau du lot #1 (traitement thermique tel que reçu avec 18,7 % γ_{res}). Les diamètres de ces échantillons sont de 9,50 mm, 9,24 mm, 9,01 mm et de 8,18 mm ce qui équivaut aux diamètres associés à une déformation de 0 %, 5,7 %, 11 %, 34,8 % respectivement. Avant de procéder à la mesure de la FDR, tous les échantillons ont été démagnétisés. La Figure 96 montre la relation obtenue de la FDR en fonction du diamètre et de la section de l'échantillon.

Comme il est facile à constater, même jusqu'à des déformations de 34 %, la relation est plutôt linéaire en fonction du diamètre. L'erreur causée par la correction d'une déformation de 2 % devrait donc être négligeable. Mentionnons ici que cette analyse a été faite avec des diamètres beaucoup plus petits que ceux utilisés dans la version 2 des échantillons de fatigue. Le diamètre de la version 2 est de 11,25 mm comparativement à 9,5 mm pour la version 1. Une variation de 11,25 mm à 9,5 mm correspondrait à une déformation 40,2 %. Donc, d'après Olson et al., l'utilisation de la relation linéaire devrait encore être bonne et induire au

maximum 2 % d'erreur. Nous pouvons approximer qu'il existe environ une diminution de 54 Hz pour toute augmentation de 1mm de diamètre. Pour une déformation de 2 % sur un échantillon de 11,25 mm de diamètre initiale, le diamètre final sera de 11,14 mm ce qui implique une augmentation de $(11,25 \text{ mm} - 11,14 \text{ mm}) \times 54 \text{ Hz} = 5,9 \text{ Hz}$.

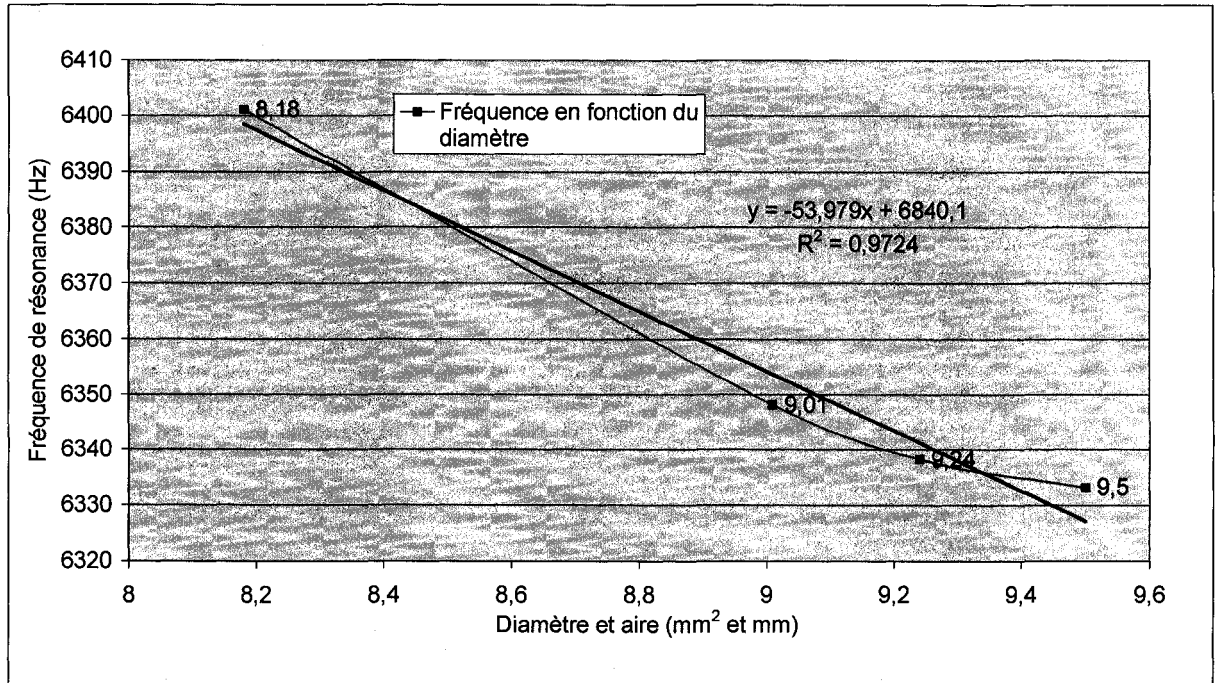


Figure 96 *Fréquence de résonance en fonction de la géométrie de l'échantillon, lot #1 tel que reçu (18,7 %).*

Rappel : Effet du montage sur la fréquence de résonance.

Étant donné que les mors, le piston et l'extensomètre sont tous constitués de matériau ferromagnétique, leur mouvement lors d'un essai de fatigue modifie la fréquence de résonance du système RLC. D'après une étude antérieure [31], la variation de la fréquence produite par les appareils mobiles ferromagnétiques peut être exprimée en fonction de la déformation. Étant donné que dans notre cas, les lectures de la fréquence de résonance seront toujours faites à position du piston constante (après relâche de la contrainte de tension), aucune correction de la fréquence ne devra être apportée.

ANNEXE IX

ANALYSE COMPLÈTE DES PHÉNOMÈNES PRÉSENTS DANS LES ZONES ENCERCLÉS DE LA SECTION 4.1

Au début de l'essai, la densité de dislocations de l'échantillon est à son minimum et par conséquent, la perméabilité élevée d'un échantillon non écroui conduit à une basse FDR. Lors de la première déformation, (Figure 62, zone#1), la FDR diminue pour ensuite remonter. Ce petit creux est créé par les propriétés ferromagnétiques du fer. Le 415 possède une magnétostriction positive à de petites contraintes et une magnétostriction négative à de grandes contraintes. Nous pouvons voir sur les travaux de Bozorth et al. à la Figure 98 que le champ B (induction) créé par un échantillon de fer, augmente pour de petites contraintes et diminue pour des contraintes plus élevées que 4 Kg/mm (39MPa). Ce phénomène de magnétostriction n'est pas présent seulement à cet endroit, mais est présent à chaque fois que le matériau est remis sous tension. Cependant, lorsque le matériau est remis en compression, aucune inversion de la magnétostriction n'est présente. La figure suivante met en évidence ce phénomène sur l'échantillon P-55. Le point de rencontre de la courbe bleue et rose correspond à la mise en compression et le point de rencontre de la courbe rose et jaune correspond à la mise en tension. Pour cette raison, l'augmentation de la FDR dans la région élastique est plus grande en compression qu'en tension.

Après cette courte diminution de la FDR créée par l'inversion de la magnétostriction, la forme de la courbe ressemble à une courbe de traction standard. Lorsque le matériau est mis sous tension ou compression dans la région élastique (zone #2), les domaines magnétiques s'alignent. Pour un matériau isotrope, les propriétés magnéto élastique peuvent être décrites par une constante [39]. En d'autres mots, dans la région élastique, la variation de la magnétostriction est proportionnelle à la contrainte appliquée et donc à la déformation appliquée dans la zone élastique ($\Delta l/l$). L'effet de cette magnétostriction est fonction de l'état métallurgique de l'échantillon. Par conséquent, la pente de la variation de la FDR en fonction de l'énergie élastique sera différente pour des matériaux ayant différent % d'austénite

résiduelle ou des états de martensites différentes. Cette information pourrait être utilisée dans l'une exploitation plus poussée des courbes de la FDR.

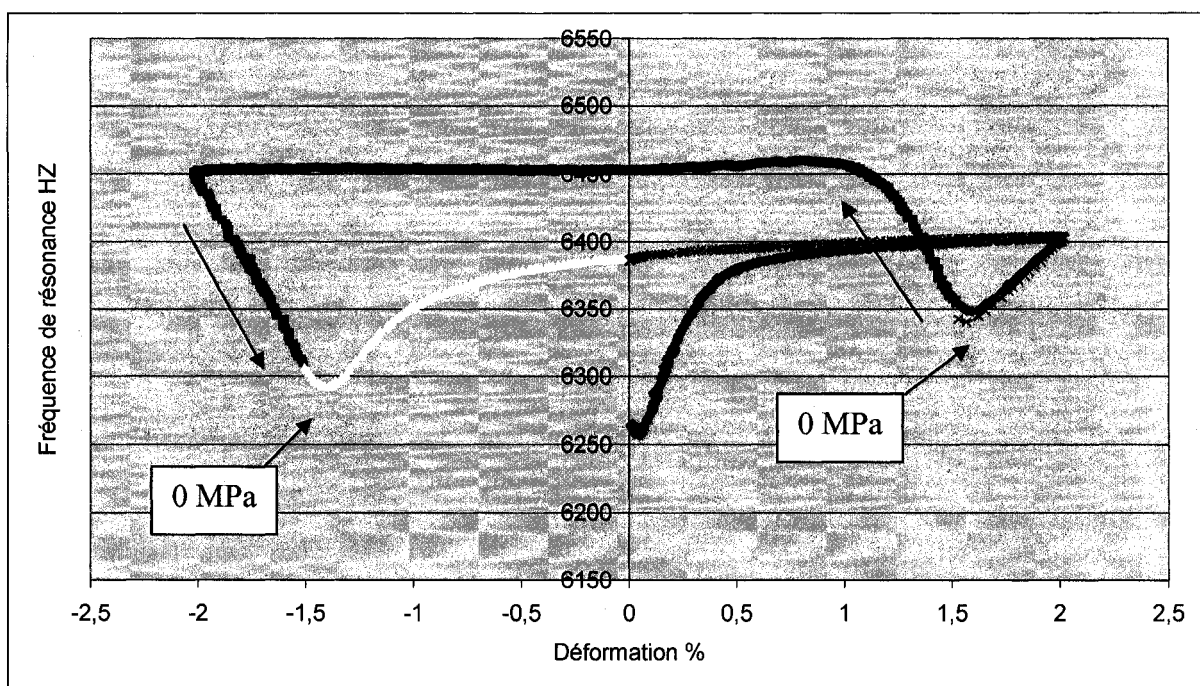


Figure 97 *Figure permettant d'observer que le phénomène de magnétostriction est présent en tension seulement.*

Lorsque le matériau se déforme plastiquement, le taux de variation de la magnétostriction diminue brusquement tout comme la contrainte d'écoulement. En effet, tout comme dans une courbe de traction, la limite élastique est située au moment où il n'y a plus linéarité entre la FDR et la déformation appliquée (zone #3). Durant cette transition (zone #3), certains grains orientés favorablement commencent à se déformer plastiquement tandis que d'autres restent dans le domaine élastique. Lorsque tous les grains seront tous en déformation plastique, le champ B induit par la déformation de l'échantillon correspondra au champ à saturation pour cet état métallurgique.

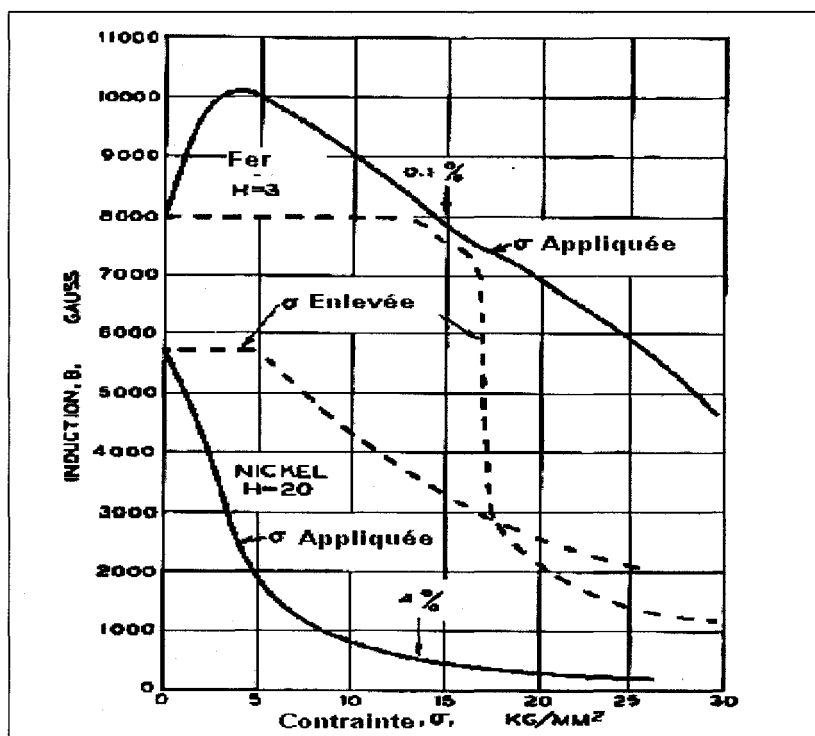


Figure 98 *Effet de la contrainte sur l'inductance du fer et du nickel soumis à des champs de 3 et 20 oersteds respectivement [38].*

Pendant la déformation plastique de la zone #4, la densité de dislocations augmentera considérablement et modifiera les propriétés ferromagnétiques du matériau. L'augmentation de la densité de dislocations dans la martensite diminuera la perméabilité de l'échantillon et entraînera une augmentation de la FDR du système. De plus, l'augmentation de la densité de dislocations élèvera la contrainte d'écoulement et augmentera la contribution de la magnétostriction. Contrairement à la diminution de la perméabilité causée par l'augmentation de la densité de dislocations, l'effet de la magnétostriction est totalement réversible au moment de la relâche de la contrainte. C'est donc pour cette raison que la FDR après la première mise en tension min est toujours plus élevée que la FDR initiale. Toute transformation de l'austénite résiduelle entre la zone 1 et la zone 5 entraînera une diminution de la fréquence de résonance. Lorsque la transformation de l'austénite est importante (comme pour les échantillons contenant initialement 25 % d'austénite résiduelle) la zone #2 est complètement masquée par cette diminution de la FDR causée par la transformation.

La zone #5 correspond au moment où la déformation appliquée est maximale et la zone #6 correspond à la relâche de la contrainte. Pendant la zone #6, le retour élastique entraîne une diminution de la magnétostriction et juste avant d'arriver à la contrainte nulle (zone #7), la FDR augmente de quelques Hz à cause des propriétés ferromagnétiques du fer (magnétostriction inverse). Si une certaine quantité d'austénite résiduelle réversible est présente, ceci implique que le pourcentage d'austénite résiduelle est plus faible dans la zone 5 que dans la zone 7. La transformation inverse de la martensite en austénite créera donc une augmentation de la FDR durant la relâche de la contrainte (zone #6). Cette hypothèse à priori surprenante est discutée dans section 4.2.2. La zone #7 correspond à la FDR tension min largement utilisée pendant cette étude. La valeur de la FDR tension min est fonction de la quantité d'austénite résiduelle et de l'état métallurgique de la martensite (densité de dislocations). La mise en tension des cycles suivants débute à la zone 8.

Entre la zone 7 et la zone 8, les mêmes phénomènes ont lieu, mais cette fois-ci, la contrainte appliquée est en compression. En observant attentivement n'importe quel graphique de la série de tests #3 montrés en Annexe V, nous pouvons voir qu'il existe de légères différences dans l'évolution de la FDR compression et de la FDR compression min en fonction du nombre de cycles par rapport à l'évolution de la FDR tension et de la FDR tension min. Le comportement du matériau n'est donc pas le même en compression qu'en tension. Afin de mieux comprendre le comportement de l'austénite en compression, des mesures d'austénite résiduelle devraient être faites, mais cette fois-ci sur des essais de fatigue terminant en compression.

ANNEXE X

EXEMPLE DE LA MÉTHODE UTILISÉE AFIN DE CORRIGER LA FDR TENSION MIN UTILISÉE POUR LE MODÈLE Δ FORCE.

La prochaine partie expliquera pas à pas comment corriger la FDR tension min en fonction de la variation de la force (ou contrainte) appliquée à 2% de déformation. Cet exemple est basé sur les résultats obtenus avec un échantillon contenant 5 % d'austénite résiduelle initiale (P-88). Cette section a été incluse afin de mieux expliquer la méthodologie utilisée. Cependant, comme il est mentionné en discussion, le modèle Δ force ne permet pas d'approximer adéquatement le pourcentage d'austénite résiduelle transformée à cause de l'écrouissage suite à la transformation austénitique.

Le but de cet exercice est de corriger la FDR tension min enregistrée durant l'essai afin d'enlever l'effet de l'écrouissage/adoucissement de la martensite. L'écrouissage initial de la martensite a comme effet d'augmenter la FDR tension min tandis que son adoucissement fait diminuer cette même FDR. Comme il a été montré dans la section 3.7.1, il est possible de prédire l'effet de cet écrouissage/adoucissement sur la FDR tension min par une relation linéaire. Les 2 colonnes jaunes du tableau suivant correspondent aux valeurs enregistrées pendant l'essai. Comme nous pouvons le constater, la force appliquée au premier cycle est de 85 kN et celle-ci a augmenté à 88,5 kN au deuxième cycle. Par conséquent, d'après notre relation linéaire de 3 Hz/kN, l'effet de l'écrouissage de la martensite a fait augmenter de $3 \times (88,5 - 85) = 10,5$ Hz la FDR tension min. Si cette augmentation de la FDR n'est pas corrigée, cette augmentation ainsi créée par l'écrouissage pourrait être interprétée comme une diminution du taux de transformation de l'austénite ou même par une apparition soudaine d'austénite résiduelle. Afin de régler le problème, cette augmentation de 10,5 Hz est soustraite de la FDR tension min enregistrée au cycle 2 (colonne rouge). Au cycle 3, la force est 3 kN plus élevée qu'au cycle 1. Par conséquent, une correction de 9 Hz doit être apportée à la FDR tension min du cycle 3. La Figure 99 montre la relation linéaire du % d' γ_{res} en fonction de la FDR tension min corrigée.

Tableau 22

Méthode de correction de la FDR tension min (P-88)

# du cycle	Fréquence tension min.	Force maximum en tension kN	Δ force (avec le cycle 1/2)	Facteur de correction à apporter à la FDR Tension min. (3 Hz * Δ force).	Fréquence Corrigée.	Pourcentage d'austénite mesuré
0						
1	6318	85	0	0		
2	6325	88,5	3,5	10,5		
3	6317	88	3	9,0		
7	6292	83	-2	-6,0		
19	6269	76	-9	-27,1		
30	6261	74	-11	-33,1		
48	6253	72	-13	-39,1		

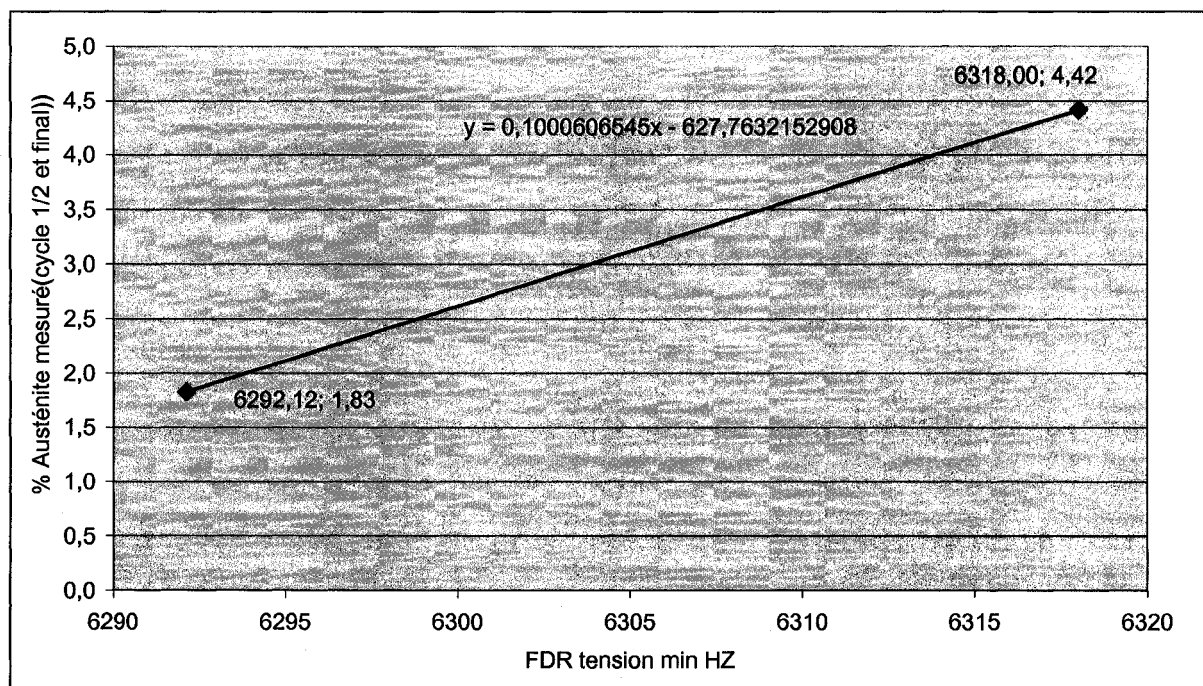


Figure 99 Exemple de la détermination de l'effet de l'austénite résiduelle sur la fréquence de résonance (P-88).

ANNEXE XI

MÉTHODE SIMPLE AFIN D'ÉVALUER LE POURCENTAGE D'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE.

La méthode de calibration nécessite de sélectionner 2 traitements thermiques produisant le maximum et le minimum d'austénite résiduelle possible tout en maintenant un état de martensite similaire (facteur P de Larsen Miler-Équation 2-4). Cinq mesures d'austénite résiduelle et trois échantillons au total sont nécessaires (1 pour le TT donnant le minimum d'austénite résiduelle et 2 pour le TT donnant le maximum).

La Figure 100 illustre le protocole utilisé. En résumé, deux essais de ½ cycle en traction sont réalisés sur les deux types de traitement thermiques et un essai jusqu'au cycle final est réalisé sur l'échantillon ayant le plus d'austénite résiduelle. Avec cinq mesures d'austénite résiduelle, il est ensuite possible de déterminer deux équations linéaires reliant le pourcentage d'austénite résiduelle initiale et après 1/2 cycles avec la FDR tension min. Pour déterminer le pourcentage d'austénite résiduelle entre le cycle 1/2 et le cycle final, le modèle simplifié ou le modèle Δ FDR peut être ensuite utilisé (pour le modèle Δ FDR, un essai supplémentaire sur un échantillon totalement martensitique doit être fait). Afin d'utiliser ces modèles, le pourcentage d'austénite résiduelle à ½ cycle sera approximé avec l'équation linéaire, et la FDR tension min ainsi que le % d'austénite seuil (transformation maximum) mesuré avec l'essai #3 servira comme point de référence. Ce point de référence correspond au moment où toute l'austénite « transformable » est transformée et que l'adoucissement de la martensite est stabilisé. Pour la série de test #3, ce pourcentage était environ de 1,6% et la FDR tension min moyenne environ de 6370 Hz (Figure 41).

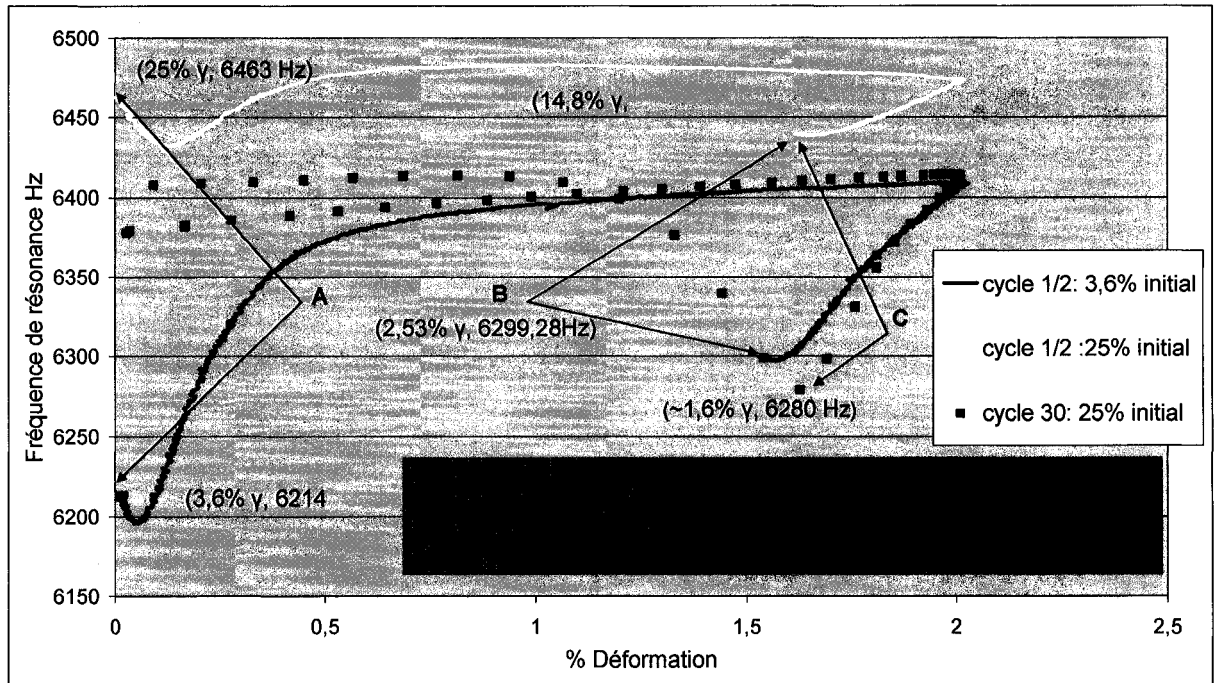


Figure 100 *Figure montrant le protocole de calibration à l'aide de 3 essais et de 5 mesures d'austénites résiduelle (modèle simplifié).*

Cette méthode nous permettra donc de déterminer le pourcentage d'austénite résiduelle d'un échantillon du même lot sans avoir recours à une mesure d'austénite résiduelle. Ceci fonctionnera en autant que l'état initial de la martensite initial de l'échantillon est similaire à celle utilisé lors de la calibration.

La précision obtenue pour l'approximation du pourcentage d'austénite résiduelle initial est d'environ de $\pm 2\%$ (Figure 101) et de $\pm 1,5\%$ (Figure 102) après $\frac{1}{2}$ cycles par rapport à la droite d'approximation moyenne. Il s'agit de la précision obtenue en utilisant des échantillons contenant des martensites dont la limite élastique variait d'au plus 30 MPa.

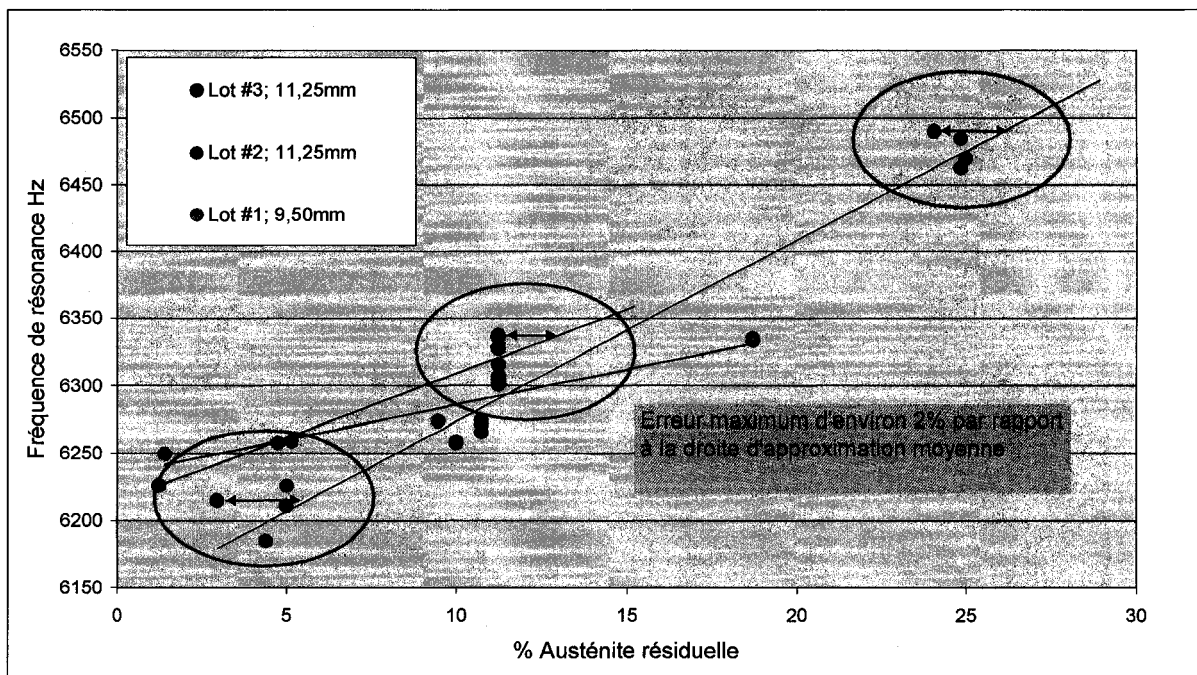


Figure 101 Écart maximum des pourcentages d'austénite initiaux par rapport à la droite d'approximation moyenne.

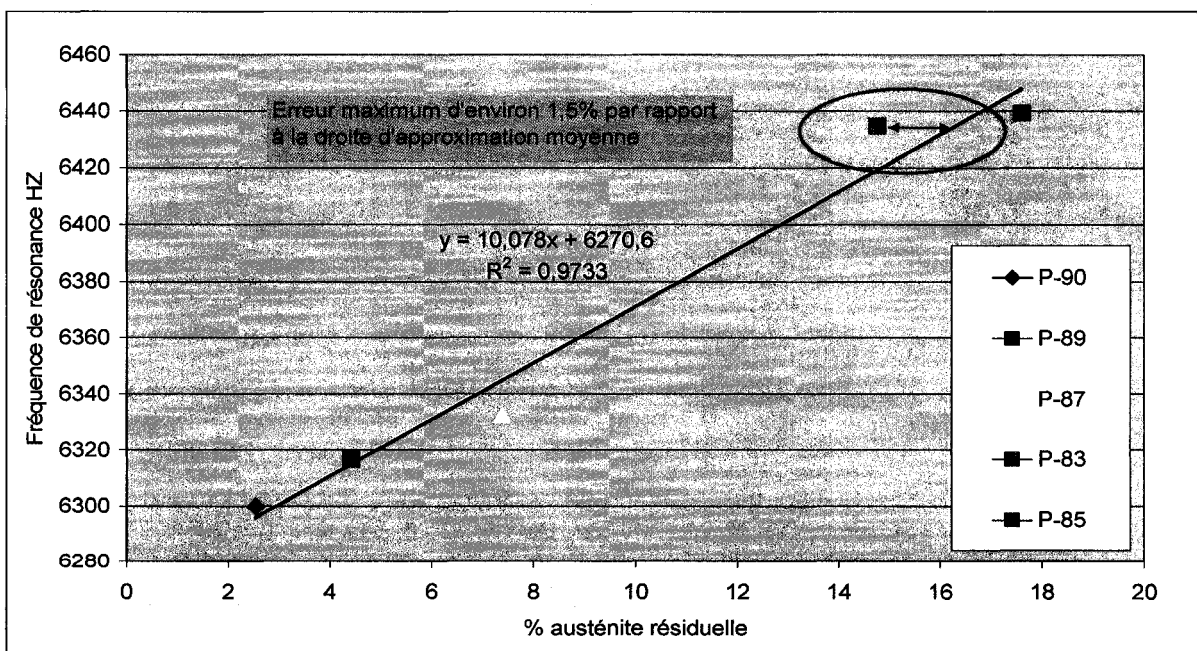


Figure 102 Écart maximum des pourcentages d'austénite après ½ cycle par rapport à la droite d'approximation moyenne.

BIBLIOGRAPHIE

1. Stolarz, J., N. Baffie, and T. Magnin, *Fatigue short crack behaviour in metastable austenitic stainless steels with different grain sizes*. Materials Science & Engineering A (Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing) 12th International Conference on the Strength of Materials. ICSMA - 12, 27 Aug.-1 Sept. 2000, 2001. A319-321: p. 521-526.
2. Krupp, U., et al., *Influence of carbon concentration on martensitic transformation in metastable austenitic steels under cyclic loading conditions*. Materials Science & Engineering A (Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing) 12th International Conference on the Strength of Materials. ICSMA - 12, 27 Aug.-1 Sept. 2000, 2001. A319-321: p. 527-530.
3. Bilmes, P.D., C.L. Llorente, and M. Solari. *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.
4. Bilmes, P.D., M. Solari, and C.L. Llorente, *Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-NiMo martensitic steel weld metals*. Material Characterization, 2001. 46: p. 285-296.
5. Iwabuchi, Y., *Factors affecting on mechanical properties of soft martensitic stainless steel castings*. JSME International Journal, Series A: Solid Mechanics and Material Engineering, 2003. 46(3): p. 441-446.
6. Usami, S. and S. Shida, *Elastic-plastic analysis of the fatigue limite for a material with small flaws*. Fatigue of engineering materials and structures, 1979. 1: p. 471-481.
7. Kimura, M., et al., *Effect of retained austenite on corrosion performance for modified 13% Cr steel pipe*. Corrosion, 2001. 57(5): p. 433-439.
8. Gooch, T.G., *Heat treatment of welded 13%Cr-4%Ni martensitic stainless steels for sour service*. Welding Journal (Miami, Fla), 1995. 74(7): p. 213-223.
9. Ramirez, J., *Weldable 13Cr steels for subsea flow lines*. 2002, Edison Welding Institute: Columbus. p. 44.
10. Bayer, A.M., *Cast Stainless Steels*. Vol. 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys. 2003: ASM. in ASM Handbook on CD-ROM, ASM International and The Dialog Corporation.

11. MORTENSEN, A., *Deformation et Rupture Tome 1*. 1999 ed. Vol. 1. 1999, Lausanne: Polytechnique Fédérale de Lausanne. p.180.
12. Hertzberg, R.W., *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. 1995, New Jersey. p.88.
13. Considere, A., *ponts et chaussées*. 6. Vol. 9. 1885. p.574-775.
14. Yokoi, T., et al., *Fatigue properties of high strength steels containing retained austenite*. JSAE Review, 1996. 17(2): p. 210-212.
15. Bilmes, P.D., C. Llorente, and M. Solari. *Effect of Post Weld Heat Treatments on the Microstructure and Mechanical Behaviour of 13Cr-4NiMoL and 13Cr-6NiMoL Weld Metals*. in *Heat Treating: Proceedings of the 18th Conference, Oct 12-15 1998*. 1998. Cincinnati, OH, United States: ASM International.
16. Baillon, J.-P., *Des Matériaux*. 3 ed, ed. P.i. Polytechnique. Vol. 1. 2000, Montréal: Polytechnique de Montréal. p.736.
17. Antolovich, S.D., *Alloy Design for Fatigue and Fracture*. Vol. 19, Fatigue and Fracture. 2003: ASM. in ASM Handbook on CD-ROM, ASM International and The Dialog Corporation.
18. Shin, H.C., et al. *Deformation-induced martensitic transformation under various deformation modes*. in *6th Asia-Pacific Symposium on Engineering Plasticity and its Applications (AEPA 2002)*, 2-6 Dec. 2002.

Key Engineering Materials. 2003. Sydney, NSW, Australia: Trans Tech Publications.
19. Sachkov, V.V., N.G. Pokrovskaya, and Y.M. Potak, *Deformation of stainless steels with austenite differing in stability*. Metal Science and Heat Treatment, 1977. 19(11-12): p. 1062-5.
20. Douthett, J., *Heat Treating of Stainless Steels*. Vol. 4, Heat Treating. 2003: ASM. in ASM Handbook on CD-ROM, ASM International and The Dialog Corporation.
21. Svejcar, J., et al., *Austenite stabilization in Cr 13% Ni 4-6% steels*. Steel Research, 1987. 58(1): p. 13-17.
22. Leem, D.-S., et al., *Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel*. Scripta Materialia, 2001. 45(7): p. 767-72.
23. Vodarek, V., J. Hubackova, and K. Mazanec, *Stability, morphology and distribution of austenite in martensitic-austenitic steels*. Metallic Materials, 1985. 23(1): p. 7-12.

24. Shigesato, G., et al. *Stability of γ ; phase and mechanical properties in low carbon-13Cr-Ni-Mo-Cu steel*. in *Proceedings of the International Conference on Solid-Solid Phase Transformations '99, 24-28 May 1999*. 1999. Kyoto, Japan: Japan Inst. Metals.
25. Folkhard, E., *Welding Metallurgy of Stainless Steels*. 1988: Springer-Verlag. p.10.
26. Timokhina, I.B., P.D. Hodgson, and E.V. Pereloma, *Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2004. 35 A(8): p. 2331-2341.
27. MORTENSEN, A., *Deformation et Rupture Tome 2*. 1999 ed. Vol. 2. 1999, Lausanne: Polytechnique Fédérale de Lausanne. p.164.
28. Khan, Z. and M. Ahmed, *Stress-induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels: effect on fatigue crack growth rate*. Journal of Materials Engineering and Performance, 1996. 5(2): p. 201-208.
29. F.Abrassart, 1970: p. F. Lecroisey et A.Pineau, Mém. Scient. Rev. Métallurg, LXVII, No5.
30. F, A., L. F, and P. A, *Influence de la transformation martensitique sur la plasticité de l'austénite en cours de déformation. Effect of martensitic transformation on the ductility of austenite during deformation*. 1969. 66(11): p. 805-810.
31. Olson, G.B., *AC-Permeability measurement of strain-induced martensite during tensile deformation of trip steels*. H.E. Band, 1977. AMMRC TR 77-10.
32. Duckworth, H.E., *Electricity and Magnetism*, ed. M. University. 1960, Toronto: The Macmillan company of canada limited.p.30
33. Crawford, J., *CA6NM -An update*. Steel foundry facts -Steel Founders Society of America, 1975. p.313.
34. Haynes, A. *Some factors governing the metallurgy and weldability of 13%Cr and newer Cr-Ni martensitic stainless steels*. in *Supermartensitic Stainless Steels*. 1999. Bruxelles: Belgian Welding Institute.
35. SP-453, S., *Retained Austenite and Its Measurement by X-ray Diffraction*.
36. E975-84, A., *Standard Practice for X-ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation*.

37. Kimura, M., et al., *Effect of retained austenite on corrosion performance for modified 13%Cr steel pipe*. Corrosion, 2001. 57(5): p. 433-439.
38. Bozorth, R.M., *Ferromagnetism*. 1951, Princeton, N.J: Van Norstrand.
39. Hornreich, R.M., H. Rubinstein, and R.J. Spain, *Magnetostrictive phenomena in metallic materials and some of their device applications*. IEEE Transactions on Magnetism, 1971. Mag-7(1): p. 29-48.