

RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTÉ DU GÉNIE DE LA CONSTRUCTION
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE



MÉMOIRE DE MASTER
SPÉCIALITÉ GÉNIE MÉCANIQUE
OPTION CONSTRUCTION MÉCANIQUE

THÈME

Influence de la triaxialité sur la transformation
martensitique dans un acier inoxydable à effet TRIP

PRÉSENTÉ PAR
BELKHIR Abdelhakim

Devant le jury d'examen composé de :

Mme BAGUENANE	UMMTO	Présidente
Mr. ALMANSBA	UMMTO	Promoteur
Melle. SIDHOUM	UMMTO	Co-promoteur
Mr. NECHICHE	UMMTO	Examineur
Mr. FILALI	UMMTO	Examineur

Année 2015-2016

Remerciement

Je remercie, avant tout, le bon **DIEU** de m'avoir donné la Santé, le courage et la volonté pour finir ce travail.

J'exprime mes profonds remerciements à mon promoteur Monsieur ALMANSBA pour ses orientations et sa disponibilité Constante, tout au long de mon travail.

Je tiens a remercie monsieur FARHOUM et madame sidhoum pour l'aide qu'ils m'ont Apporté tout au long de mon travail.

Je remercie également tout les enseignants de génie mécanique et Surtouts les enseignants de l'option CM Promotion 2016.

Mes remerciements vont également aux membres du jury qui ont Accepté d'évaluer mon travail.

En particulier je remercie toute l'équipe qui travail au niveau du Laboratoire de recherche de SDM.

Je tiens également à remercier tout mes amis et toutes les personnes qui m'ont apporté leurs aides de près ou de loin pour réaliser ce travail.

Dédicaces

Ce mémoire, je le dois à mes très chers parents qui m'ont
Fourni au quotidien un soutien et une confiance sans faille et de ce fait, je ne
Saurais exprimer ma gratitude seulement par des mots. Que dieu vous protège et
Vous garde pour nous.

A ma précieuse sœur, les mots ne peuvent résumer ma reconnaissance et
mon amour à son égard.

A la mémoire de ma grande mère maternelle Allah yerhemha

A toutes la famille Belkhir et Ziram

A tous mes amis avec lesquels j'ai partagé mes moments de joie et de
Bonheur.

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------	---

Chapitre I : Synthèse bibliographique.

I.1 Introduction	3
------------------	---

Partie I : introduction aux aciers inoxydables.

I.2 Historique des aciers inoxydable	3
--------------------------------------	---

I.3 définition des Aciers inoxydables	4
---------------------------------------	---

I.4 classification des aciers inoxydables	4
---	---

I.4 .1 Aciers inoxydables ferritiques	5
---------------------------------------	---

I.4 .2 Aciers inoxydables martensitiques	6
--	---

I.4 .3 Aciers inoxydables austénitiques	7
---	---

I.4 .4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques	8
---	---

Partie II : effet TRIP.

II.1. Effet TRIP : Plasticité de transformation	9
---	---

II.1. 1 Transformations martensitiques	9
--	---

II.2 Mécanismes responsables du TRIP	12
--------------------------------------	----

II.2.1 Mécanisme Greenwood-Johnson	12
------------------------------------	----

II.2.2 Mécanisme de Magee	13
---------------------------	----

II.3. Etudes faites sur la plasticité de transformation	14
---	----

II.4. Aciers à effet TRIP	16
---------------------------	----

II.4.1 Aciers TRIP multiphasés	17
--------------------------------	----

II.4.2 Aciers à effet TRIP entièrement austénitiques	20
--	----

II.5 Comportement mécanique des aciers à effet TRIP	22
---	----

Chapitre II : Matière première et techniques expérimentales

Partie I :

II.1 Introduction	27
II.2 Matériau de l'étude	27

Partie II :

II.2 Techniques expérimentales	29
II.2.1 Caractérisation mécanique (essai de traction)	29
II.2.1.1 Echantillons utilisés dans l'essai de traction	32
II.2.1.2 Réalisation des essais de traction	34
II.2.2 Essai de dureté	36
II.3 Caractérisation Microscopique	37
II.3.1 Préparation des échantillons	37
II.3.1 .1 Découpage	37
II.3.1 .2 Polissage	37
II.3.1 .3 Polissage Attaque chimique	39
II.3.2 Observation microscopique	39
II.3.2.1 Analyse par microscopie optique (MO)	40
II.3.2.2 Microscope électronique à balayage (MEB)	41

Chapitre III: Résultat et discussion

III.1.Introduction	45
III.2. Résultat de la caractérisation	45
III.2.1 Courbes de traction	45
❖ Caractéristiques mécaniques tirées à partir des courbes de traction pour chaque éprouvette	49
❖ Variation des caractéristiques mécaniques en fonction du rayon	50
III.2.2 Observation par Microscope optique	54
III.2.3 Dureté	55
III.2.4 Faciès de rupture	56
Conclusion générale	57

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables	5
Tableau I.2 : Composition chimique – Taille des îlots d'austénite – dosage de phase – teneur En carbone de l'austénite des aciers TRIP multiphasés	19
Tableau I.3 : Composition chimique des principaux aciers inoxydables austénitiques	21
Tableau II. 1: Composition chimique de l'acier 304L	28
Tableau II.2: Différentes caractéristiques de l'acier 304L	29
Tableau III.1. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R0	49
Tableau III.2. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R4	49
Tableau III.3. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R6	49
Tableau III.4. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R12	50
Tableau III.5. Variation du module d'Young en fonction du rayon d'entaille	50
Tableau III.6. Variation de la limite élasticité (R_e) en fonction du rayon d'entaille	51
Tableau III.7. Variation de la limite élasticité conventionnelle ($R_{p0,2}$) en fonction du rayon d'entaille	52
Tableau III.8. Variation de la limite à la rupture (R_p) en fonction du rayon d'entaille	52
Tableau III.9. Variation de la déformation à la rupture en fonction du rayon d'entaille	53
Tableau III. 10 Valeurs de la dureté Vickers (H_v)	55

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Microstructures des aciers inoxydables ferritiques	5
Figure I.2 : Microstructures des aciers inoxydables martensitiques	7
Figure I.3 : Microstructures des aciers inoxydables austénitiques	8
Figure I.4 : Microstructures des aciers inoxydables austéno-ferritiques. (Ferrite en sombre, austénite en clair)	9
Figure I.5 : Structures cristallines de l'austénite	10
Figure I.6 : Structures cristallines à martensite	11
Figure I.7 : différentes variantes de martensite	12
Figure I.8 :Mécanisme Greenwood Johnson	13
Figure I.9 : Mécanisme de Magee	14
Figure I-10 : Evolution de la dilatation de l'acier 60CrMo11 lors d'un refroidissement à contrainte de traction constante	15
Figure I-11 : Evolution de la plasticité de transformation au cours d'un refroidissement en fonction de la fraction de phase produite pour différents états de chargements	16
Figure I.12 : schéma de composition chimique pour l'acier faiblement allié, TRIP, Présentant les principales raisons qui ont conduit à l'élaboration de nouvelles Compositions	17
Figure I.13 : Schéma typiques du traitement thermique appliqué aux aciers multiphasés à effet TRIP	18
Figure I.14 : Micrographies optiques des aciers TRIP multiphasés après attaque électrochimique (TRIP600-700-800-1000)	19

Figure I.15 : Micrographie optique de l'acier AISI304	22
Figure I.16 : Courbe $\sigma - f$ () d'un acier austénitique métastable, comportement de l'austénite et de la martensite, cinétique de transformation	23
Figure I.17 : Résultats expérimentaux obtenus en traction et en compression pour différentes températures sur un acier 304 [TI01] : (a) courbe $\sigma - \varepsilon$ et (b) cinétique de la transformation martensitique	24
Figure I.18 : Comportement d'un acier austénitique 304 recuit à différentes températures et à Une vitesse et à une vitesse de déformation de $10^{-3}S^{-1}$: (a)courbes de traction conventionnelles (b) courbes de traction rationnelles (lignes continues) et variation du taux d'écrouissage (lignes discontinues)	25
Figure I.19 : Comportement de l'acier AISI304 pour un essai de traction uniaxiale à différentes températures (-60°C, -30°C, 0°C et 23°C). Courbes $\sigma - \varepsilon$ et cinétique de transformation à -60°C mesurée par DRX en surface et à -100 μ m	26
Figure I.20 : Evolution du coefficient d'écrouissage pour un essai de traction uniaxiale à différentes températures (-60°C, -30°C, 0°C et 23°C	26
 <u>Chapitre II</u> :	
Figure II.1 : Micrographie MEB de l'acier Inox AISI 304L entièrement austénitique à l'état initial.	31
Figure II.2 : Différents états qui se produisent lors d'un essai de traction	
Figure II.3 : Eprouvette de traction normalisée de rayon R_0	33
Figure II.4 : Eprouvette de traction normalisée de rayon R4	33
Figure II.5 : Eprouvette de traction normalisée de rayon R6	33
Figure II.6 : Eprouvette de traction normalisée de rayon R12	34
Figure II.7 : Machine de traction	35
Figure II.8 : Machine de traction utilisée dans les essais de traction	35

Figure II.9 : éprouvette en traction sur une machine IBERTEST	36
Figure II.10 : Essai de dureté Vickers	37
Figure II.11 : Polisseuse à deux disques	38
Figure II.12 : Polisseuse mono disque de finition	38
Figure II.13. Classement des différents microscopes sur l'échelle de grossissement et de résolution	40
Figure II.14 : Microscopie optique (MO)	41
Figure II.15 : Différents sortes de signaux émis par les interactions entre les électrons Incidents et l'échantillon	42
Figure II.16 : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur de rayons X	44
 Chapitre III :	
Figure III.1. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 0	46
Figure III.2. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 4	46
Figure III.3. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 6	47
Figure III.4. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 12	47
Figure III.5. Superposition des courbes	48
Figure III.6. Variation du module d'Young en fonction du rayon	51
Figure III.7 : Variation de la Limite élasticité supérieur en fonction du rayon	51
Figure III.8 : Variation de la Limite élasticité conventionnelle en fonction du rayon	52
Figure III.9 : Variation de la Limite à la rupture en fonction du rayon	53
Figure III.10 : Graphe en fonction du rayon et l'allongement totale	53
Figure III.11 : microstructures obtenues lors de l'observation optique	55
Figure III.12 : Faciès de rupture obtenus par le MEB	57

Nomenclature:

Abbreviations:

TRIP: Transformation Induced Plasticity

Désignations :

C : carbone

Cr : chrome

Ni : nickel

Si : Silicium

Mn : manganèse

P : phosphore

S : soufre

N : Azote

Introduction générale

Actuellement, l'un des principaux enjeux des sidérurgistes est de produire des nouveaux aciers à forte valeur ajoutée destinés à des fonctions prédéfinies au service du client. Dans l'industrie automobile par exemple, l'un des soucis majeurs concernant les organes de structures est la réduction de leurs poids (afin de diminuer les émissions de particules polluantes) tout en maintenant de bonnes propriétés mécaniques. Ainsi, tout en garantissant une bonne rigidité, une bonne résistance aux chocs, à la fatigue et à la corrosion, les nouveaux aciers doivent répondre aux attentes du secteur automobile en donnant lieu à des voitures plus légères. Pour répondre à ces exigences, les constructeurs automobiles ont développé des nouvelles nuances d'acier. Parmi les nouvelles nuances d'acier développées, on trouve les aciers à effet TRIP (*TRansformation Induced Plasticity*). Ces nouveaux matériaux se différencient par un compromis résistance /ductilité particulièrement élevé.

Au cours d'un chargement thermomécanique dans ces aciers, l'effet TRIP dû à la transformation de l'austénite en martensite se traduit par une évolution de leur microstructure. Cette transformation peut améliorer le comportement mécanique (la formabilité, la résistance,..) ce qui rend particulièrement attractif l'emploi de ces aciers pour la réalisation des pièces de renfort des véhicules.

Le but de notre travail étant l'étude de l'influence de la triaxialité sur la transformation martensitique d'un acier inoxydable à effet TRIP, l'acier en question est l'acier TRIP de désignation 60NCrMo11. Pour bien mener notre travail, quatre (4) éprouvettes de traction ont été utilisées. Chacune de ces éprouvettes porte une entaille sous forme d'un rayon sur sa partie utile, la taille des rayons d'entaille est 0mm (métal sain), 4mm, 6mm et 12mm. L'essai de

traction est suivi d'une observation microscopique et d'un essai de dureté Vickers.

Ce présent manuscrit est structuré en deux parties : une partie synthèse bibliographique réservée à la présentation des aciers à effets TRIP, de leurs caractéristiques, des différents types qui existent, la définition de l'effet TRIP ainsi que les mécanismes responsables de l'effet TRIP, et une partie expérimentale scindée en deux (2) autres chapitres chapitre II et chapitre III). Dans le chapitre II, nous avons présenté les étapes qu'on a suivi pour la réalisation de notre travail, c'est-à-dire les conditions de déroulement des essais et aussi une présentation des outils employés (machine de traction, polisseuse, microscope optique et à balayage...). Le chapitre III regroupe les résultats et discussions portant sur la caractérisation mécanique et microstructurale de notre alliage d'étude.

Pour terminer notre étude on a fait une conclusion générale sur nos principaux résultats et les perspectives envisagés pour approfondir notre recherche.

Chapitre I : *Synthèse bibliographique*

I.1 Introduction

Ce premier chapitre est réservé aux notions générales sur les aciers inoxydables et sur les aciers à effet TRIP. Un petit historique qui va revenir sur leur naissance et leur développement, leurs définitions, leurs classifications, leurs caractéristiques et leur domaine d'application.

I.2 Historique sur les aciers inoxydable

L'histoire des aciers inoxydables est intimement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas Louis Vauquelin (1763-1889) qui, en 1797, fut le premier à isoler cet élément.

- En 1821 Berthier montra que l'alliage fer-chrome était d'autant plus résistant à certains acides que sa teneur en chrome était plus élevée. Par contre, la quasi-impossibilité d'abaisser la teneur en carbone de l'alliage constitua un obstacle majeur à son développement.
- En 1904, Léon Guillet et Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome.
- En 1909, L. Guillet publia une étude sur les aciers inoxydables au chrome-nickel ou aciers inoxydables austénitiques complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome et couvrant pratiquement

l'ensemble de la famille des aciers inoxydables. Le métallurgiste allemand W. Giesen fit, de son côté, et à la même époque, des recherches comparables. Les études de L. Guillet, A. Portevin et W. Giesen permirent ainsi, dès 1909, de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure et de définir les quatre (4) familles principales à savoir ; les aciers inoxydables martensitique, les aciers inoxydables ferritique, les aciers inoxydables austéno-ferritique et les aciers inoxydables austénitique. [1]

I.3 Aciers inoxydables

Ce sont essentiellement des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Nickel, dont la teneur en carbone varie entre 0.02% à 1% et le pourcentage de chrome doit être supérieur à 12%, avec dans certains cas l'ajout d'éléments d'alliages interstitiels carbone ou azote ou métalliques tel que : le nickel, le molybdène et le titane... pour améliorer la tenue à la corrosion et les propriétés mécaniques. [2]

Aucun métal n'est inoxydable, mais dans le cas des aciers inox , on parle d'aciers difficilement oxydables, autrement dit, peu sensible à la corrosion. L'addition de chrome au fer, permet la formation en surface d'un film de passivation invisible et protecteur, qui provient de l'oxydation naturelle de la surface, et qui rend le métal passif. [3]. Cette pellicule protectrice a pour particularité d'être : très mince, chimiquement stable (passive) dans un milieu qui lui offre assez d'oxygène et aussi d'avoir une forte adhérence. Ces matériaux jouent un grand rôle dans d'innombrables domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine, chirurgie, etc. En fonction de leur composition et de leur structure cristallographique, les aciers inoxydables sont classés en quatre (4) grandes familles. On distingue les aciers ferritiques, les aciers martensitiques, les aciers austénitiques et les aciers austéno-ferritiques. Le Tableau I-1 résume les principaux composants chimiques

et les fourchettes de composition de ces différentes familles d'aciers inoxydables

Tableau I.1 : Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables

Catégories d'aciers	Composition (% pds)				
	C	Cr	Ni	Mo	Autres
Ferritique	< 0.1	13-30	0-5	< 5	Ti
Martensitique	0.05-1.2	12-18	<7	-	-
Austénitique	<0.2	16-35	7-26	<6	N, Cu, Ti
Austéno-ferritique	<0.05	18-27	4-7	<4	N (<0.3)

I.4 .1 Aciers inoxydables ferritiques

On les appelle ferritiques car leur structure cristalline est identique à celle du fer à T° ambiante c'est-à-dire cubique centrée, car il n'y a pas de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Ils ne prennent pas la trempe et ont une teneur en carbone très faible de l'ordre de 0.07%, moyennement ductile (A%=18-25%), leur limite élastique $Re=300$ MPa et la limite à la rupture (maximal)=500 MPa. Et, ils ont la particularité d'être magnétiques à température ambiante. [4]

Ces aciers ont aussi un bon comportement dans le cas de la corrosion atmosphérique. Dans des atmosphères agressives comme les chlorures le principal risque est la corrosion par piqûres ou crevasses, la résistance à la corrosion peut être améliorée par l'ajout de molybdène. [4]

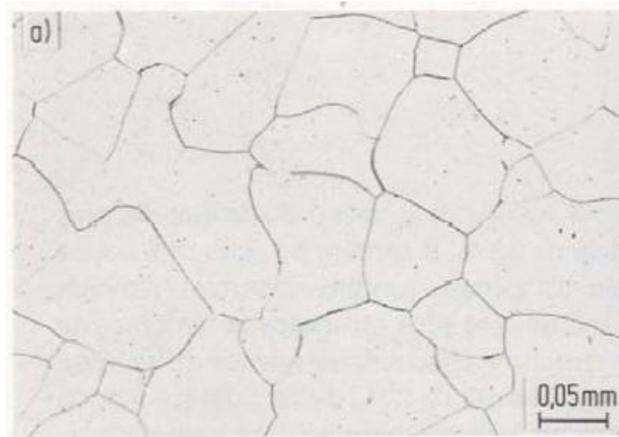


Figure I.1 : Microstructures des aciers inoxydables ferritiques.

I.4 .2 Aciers inoxydables martensitiques

Ces aciers ont une structure quadratique centrée car entièrement martensitique. On obtient cette structure à partir d'une trempe. La martensite permet à ces aciers d'avoir une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées, $Re_{0.2}$ qui dépasse les 1000 MPa, R_m est supérieure à 1200 MPa à température ambiante et une dureté Hv égale à 220. Par contre, leur allongement à la rupture ne dépasse pas les 15-20%. . [4]

Leurs caractéristiques mécaniques peuvent varier suivant la teneur en carbone et le traitement thermique (trempe, revenu, recuit) → très bonne trempabilité (les éléments d'addition agissent sur le temps d'incubation, en l'augmentant, ce qui augmente la trempabilité de l'acier). [4]

La trempe et le revenu présentent l'avantage d'augmenter les caractéristiques de ces aciers mais présentent l'inconvénient d'augmenter la sensibilité à la corrosion. Leur résistance à la corrosion est d'ailleurs moins importante que les aciers ferritiques, hormis ceux enrichis au chrome et au nickel. Toutefois ils donnent satisfaction dans les milieux peut agressifs. [4]



Figure I.2 : Microstructure des aciers inoxydables martensitiques.

I.4 .3 Aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques du type Fe-Cr-Ni sont les plus répandues à travers le monde, ils représentent 80% du marché mondial des aciers inoxydables.. Leur structure cristalline de type CFC (Cubiques à Face Centrées), leur attribue une grande ductilité et ténacité sur une large gamme de température. À température ambiante, ils présentent un excellent compromis résistance mécanique-allongement. Leur limite d'élasticité varie entre 350 et 400 MPa, la résistance à la rupture est supérieure à 800 MPa et l'allongement à la rupture peut atteindre 50-60%. [4]

Ces aciers ont une grande résistance à la corrosion grâce au Ni (7-26%), qui permet aussi de garder une structure austénitique même à température ambiante. En atmosphère agressive, il y'a une corrosion inter-granulaire et corrosion sous tension liés à la fragilisation par hydrogène. [4]

Ils ne peuvent être durcis par trempe, mais l'écrouissage du matériau peut augmenter les propriétés mécaniques. En plus de cela, ces aciers ont une très bonne soudabilité (%C très faible), ceci facilite leur mise en œuvre.



Figure I.3 : Microstructures des aciers inoxydables austénitiques.

I.4 .4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques

Ces matériaux ont été découverts par erreur par Hochmann lors d'essais de corrosion inter granulaire sur des éprouvettes censées être en acier inoxydable austénitique 18-8 .et contiennent des teneurs en chrome, molybdène et azote relativement élevées. Ces essais révélèrent que certaines résistaient mieux à la corrosion inter granulaire que d'autres, qu'elles étaient magnétiques, leur teneur en chrome était anormalement élevée et leur structure métallurgique différente de la structure uniquement austénitique.

Ces aciers sont aussi appelés aciers inoxydables duplex en raison de leur structure biphasée. Ils sont constitués d'une phase ferritique (phase α , structure Cubique Centrée) et d'une phase austénitique (phase γ , structure Cubique à Faces Centrées).

Alliant les bonnes propriétés de résistance à la corrosion des aciers ferritiques et les hautes résistances mécaniques des aciers austénitiques, ces aciers sont utilisés dans des conditions relativement agressives : industries chimique, pétrolière et maritime [4].

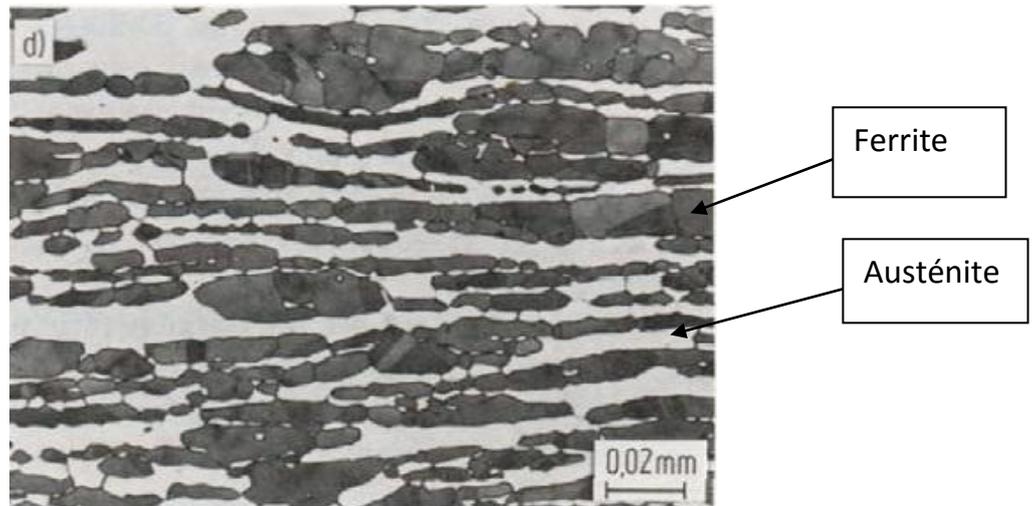


Figure I.4 : Microstructure des aciers inoxydables austéno-ferritiques. (Ferrite en sombre, austénite en clair). [4]

II.1. Effet TRIP : Plasticité de la transformation

Transformation Induced Plasticity (TRIP), cette expression en anglais indique que la plasticité est induite par la transformation. Mitter [5] le décrit comme un "accroissement significatif de la plasticité au cours d'un changement de phase. Pour une contrainte extérieure appliquée, dont la contrainte équivalente est petite comparée à la norme de la limite d'élasticité du matériau, une déformation plastique macroscopique se produit». Cette définition exprime que la plasticité est induite par la transformation « plasticité de transformation ». Cette transformation est la transformation martensitique, celle-ci correspond à un changement de phase particulier (austénite → martensite) qui se produit à l'état solide et qui est à l'origine des propriétés remarquables des matériaux dans lesquels elle se produit. [6]

II.1. 1 Transformations martensitiques

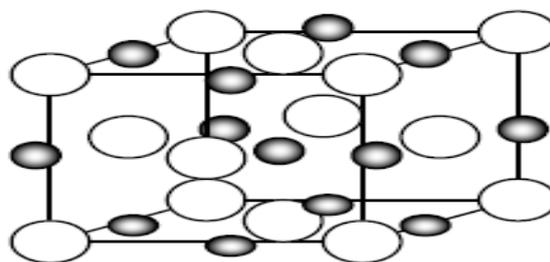
Le mécanisme des transformations displacives est expliqué par le changement de la structure cristalline sans diffusion, c'est à dire sans changement de la composition des phases. L'absence de diffusion implique non seulement que la phase mère (austénite) et la phase fille (martensite) ont la

même composition chimique, mais que, de plus, la martensite hérite de l'ordre et des défauts de la phase austénitique. C'est le cas des transformations martensitiques. Une transformation martensitique se produit de manière quasi instantanée à partir d'une certaine température au cours du refroidissement. C'est la température de début de transformation appelé M_s . Dans les aciers au carbone, le taux de transformation martensitique dépend de la température. Il peut, en outre, dépendre des sollicitations mécaniques exercées sur le matériau, il s'agit dans ce cas d'une transformation activée mécaniquement. Notons aussi que la transformation martensitique est fortement influencée par la teneur en carbone.

a. Structures cristallographiques des deux phases

- **Austénite**

L'austénite est la phase la plus stable à haute température dans les aciers. Celle-ci est une solution solide d'insertion de carbone dans le fer γ . Les atomes de carbone sont situés dans les sites interstitiels octaédriques du type $1/2, 1/2, 1/2$ (centre de la maille) et $0, 0, 1/2$ (milieu de chaque arête) (figure I.5).



Austénite γ
CFC

Figure I.5 : Structure cristalline de l'austénite

- **Martensite**

La structure et la morphologie de la martensite varient en fonction de la composition chimique du matériau et de la température à laquelle se produit la transformation. Dans les aciers, la martensite possède trois types de structures cristallines

- une structure tétragonale centrée (TC) caractéristique de la martensite α' ;
- une structure hexagonale (H) caractéristique de la martensite ϵ ;
- une structure tétragonale à faces centrées (TFC), cette martensite n'a été observée que dans les alliages Fe-Pd et Fe-Pt.

Dans les alliages binaires Fe-C, la martensite possède une structure tétragonale centrée (**figure I.6**). Dans la martensite α' , les atomes de carbone sont distribués sur les sites interstitiels octaédriques en positions $0, 0, 1/2$ (milieu des arêtes parallèles à l'axe c) et $1/2, 1/2, 0$ base de la maille). Ainsi, la martensite est une solution sursaturée en carbone dans le réseau du fer α . Cette sursaturation en carbone entraîne une distorsion du réseau de la maille qui devient quadratique, distorsion d'autant plus marquée que la teneur en carbone est élevée.

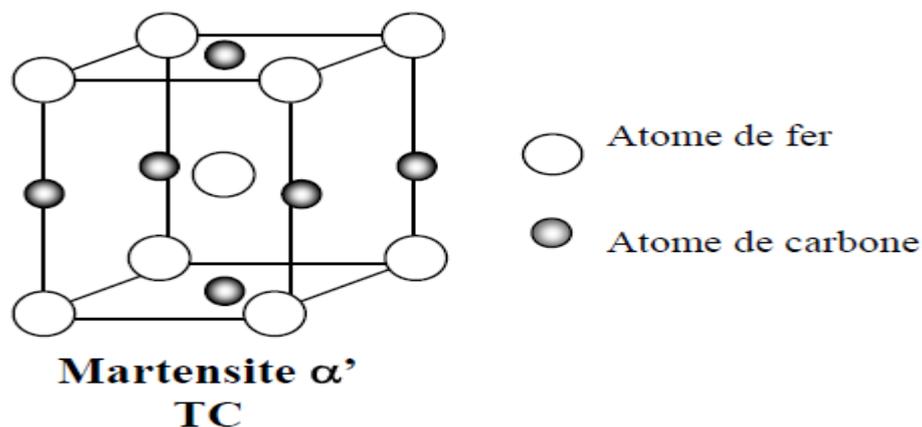


Figure I.6 : Structures cristallines à martensite

La morphologie de la martensite dépend de la composition chimique, des contraintes et des déformations locales et de l'énergie des fautes d'empilements. Elle peut être lenticulaire, sous forme de lattes, de papillons, de plaquettes et d'aiguilles plates (figure I.7).

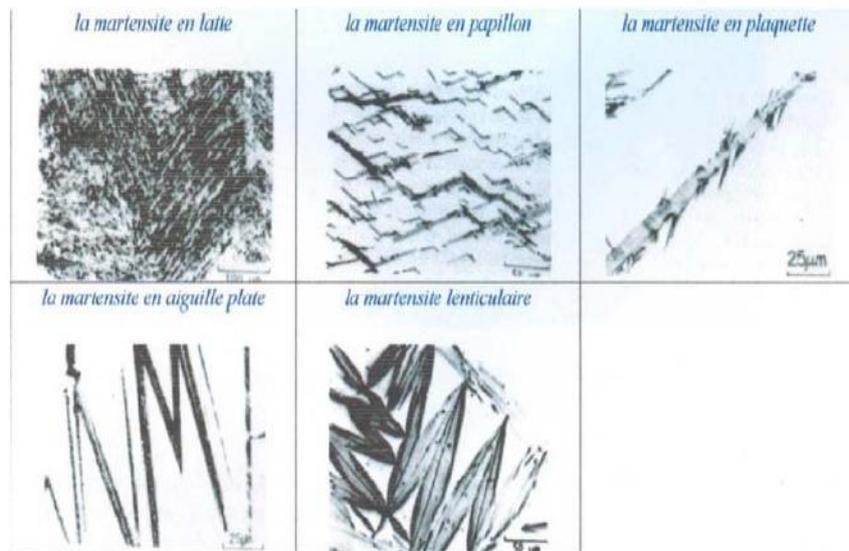


Figure I.7 : Différentes variantes de martensite

La dureté de la martensite augmente avec la teneur en carbone. Les aciers inoxydables à faible teneur en carbone possèdent des martensites molles par rapport à des aciers dont l'austénite est à forte teneur en carbone (>1%). De plus, la teneur en carbone dans l'austénite est un paramètre métallurgique gouvernant les mécanismes de transformation. [7]

II.2 Mécanismes responsables du TRIP

Du point de vue microscopique, deux mécanismes permettent d'expliquer l'apparition du TRIP : le mécanisme de Greenwood-Johnson et le mécanisme de Magee. [8, 9]

II.2.1 Mécanisme Greenwood-Johnson

La première approche, proposée par De Jong et al., est basée sur le fait que la transformation martensitique $\gamma \rightarrow \alpha'$ s'accompagne d'une variation de volume. La différence de volume entre la phase mère et la phase produite crée des contraintes internes dans le matériau. La plasticité de transformation serait due alors à l'accommodation de ces contraintes internes. La contrainte externe va orienter l'écoulement suivant son sens d'application. La déformation du

métal résulte alors de la superposition des champs de contrainte, interne et appliqué. Un schéma de ce mécanisme est donné par la figure I-8. [8]

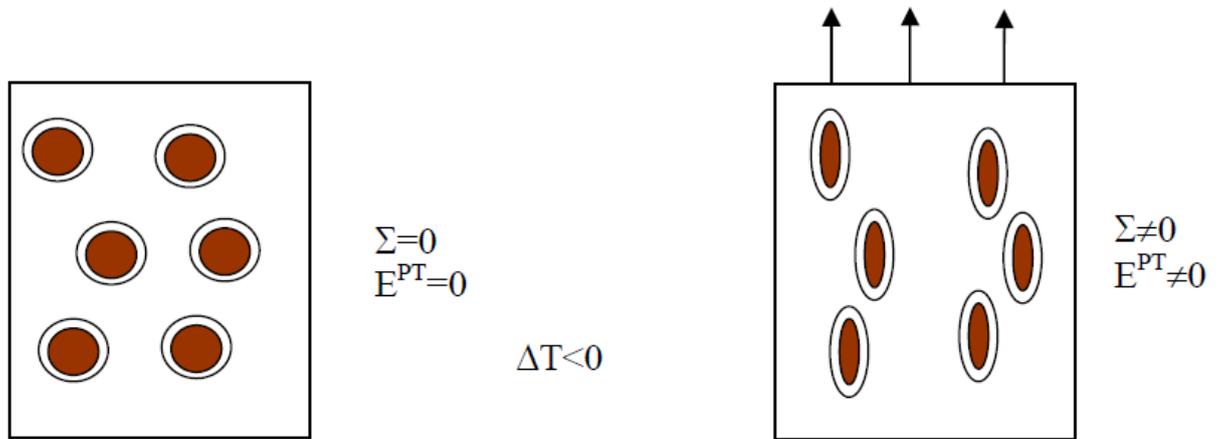


Figure I.8: Mécanisme Greenwood Johnson.

II.2.2 Mécanisme de Magee

Il correspond à l'orientation des variantes de martensite sous un chargement (figure I.9). Lors d'un refroidissement sous contrainte (globale et locale) nulle, il n'existe pas de déformation de la transformation macroscopique (hormis la variation de volume) car les déformations de transformation propres à chaque variante se compensent mutuellement. La formation des variantes est équiprobable. Au contraire, lorsque le déviateur des contraintes est non nul lors du refroidissement, seules les variantes les mieux orientées par rapport au chargement vont s'activer. Il y a sélection des variantes par la contrainte (σ). Ainsi, la déformation de transformation globale (ϵ^{pt}) sera non nulle et orientée par les contraintes. [9]

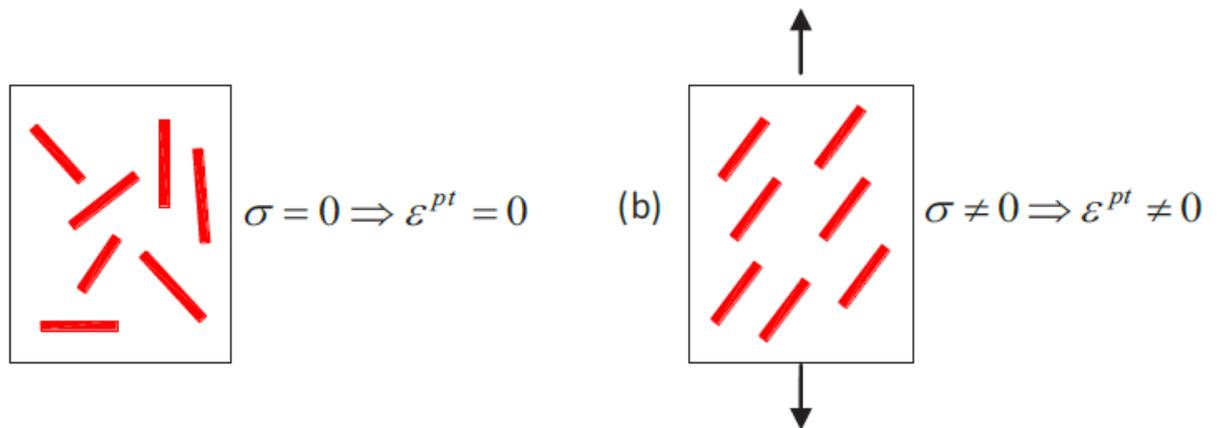


Figure I.9: Mécanisme de Magee

II.3. Etudes faites sur la plasticité de transformation

De nombreux travaux ont été menés sur l'étude expérimentale de la plasticité de la transformation. Les premières investigations importantes sur le sujet sont faites aux Etats-Unis par Porter et Rosenthal (1959). En soumettant des éprouvettes à un chargement extérieur, durant toute la transformation, ils observent une déformation plastique macroscopique proportionnelle à la charge appliquée. Ensuite, Greenwood et Johnson (1965) constatent une relation de linéarité entre la déformation de plasticité de la transformation et de la contrainte appliquée jusqu'à des niveaux de contraintes équivalentes à la moitié de la limite d'élasticité de la phase austénitique.

D'autres travaux se sont intéressés au problème des interactions entre la transformation martensitique et les contraintes mécaniques. Les essais de plasticité de la transformation consistent à superposer un chargement thermique et un chargement mécanique. Ce dernier est appliqué au cours de la transformation et ne dépasse pas la limite d'élasticité de la phase austénitique. Il peut couvrir la totalité de la transformation, ou être appliqué durant une partie de la transformation.

Gautier et al. [10] ont travaillé sur l'effet des sollicitations thermomécaniques sur les transformations de phase. La figure I-10 représente l'allongement mesuré lors d'un refroidissement d'un acier 60NCrMo11 à différents niveaux de contraintes. Sans contrainte appliquée, il existe une

dilatation relative à la transformation représentant le tiers de la variation de volume du changement de phase. La dilatation débute à la température de début de transformation M_s . Lorsqu'une sollicitation mécanique est appliquée au cours du refroidissement, la transformation martensitique se déclenche pour des températures plus élevées et la dilatation qui lui est associée est plus importante qu'à une contrainte plus faible. On constate que la dilatation se sature avec la diminution de la température.

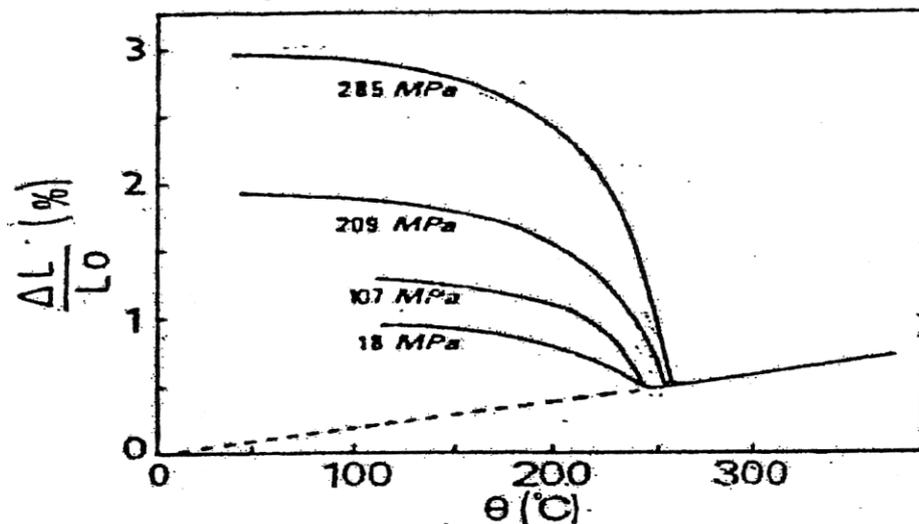


Figure I-10 : évolution de la dilatation de l'acier 60CrMo11 lors d'un refroidissement à contrainte de traction constante. [10]

Ces mêmes auteurs ont effectué les dosages de phase lors du refroidissement et ont tracé la plasticité de la transformation en fonction de l'avancement de la transformation martensitique au cours du refroidissement d'un acier Fe-20%Ni-0,5C (figure I-11).

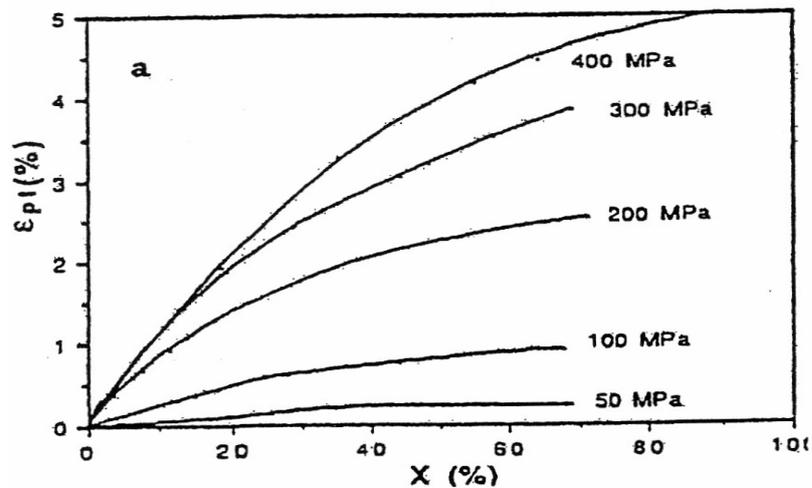


Figure I-11 : Evolution de la plasticité de la transformation au cours d'un refroidissement en fonction de la fraction de phase produite pour différents états de chargements. [10]

Ces auteurs ont remarqué que la déformation de plasticité de transformation macroscopique évolue de façon non linéaire avec la fraction de martensite formée et que lorsque la contrainte augmente, la déformation de plasticité de transformation augmente.

II.4. Aciers à effet TRIP

Les aciers désignés par le terme TRIP sont des aciers présentant un comportement mécanique particulier. Ils ont à la fois une résistance élevée et une haute ductilité. Ce qui les rend particulièrement intéressants pour la mise en forme par déformation plastique.

Suivant la composition chimique, on distingue deux catégories d'aciers à effet TRIP :

- les aciers à effet TRIP fortement alliés qui sont entièrement austénitiques,
- les aciers TRIP faiblement alliés qui sont partiellement austénitiques (multiphasés).

La rhéologie et les microstructures des aciers entièrement austénitiques ont été largement étudiées et sont bien définis ([11-14]). Au courant de la dernière

décennie, les industriels s'intéressent en particulier à l'effet TRIP des aciers faiblement alliés multiphasés pour leurs caractéristiques mécaniques remarquables.

II.4.1 Aciers TRIP multiphasés

Ces types d'aciers sont conçus suivant le même principe que les matériaux composites. À l'aide de la composition chimique (figure I.12) et de traitements thermiques (figure I.13) et mécaniques, le matériau s'enrichit localement en certains éléments d'alliages. Le matériau obtenu est alors un mélange de phases dures et de phases ductiles. Sous sollicitation mécanique, l'une de ces phases se transforme en martensite. La combinaison entre les propriétés de ces phases offre de meilleures caractéristiques mécaniques à ces aciers.

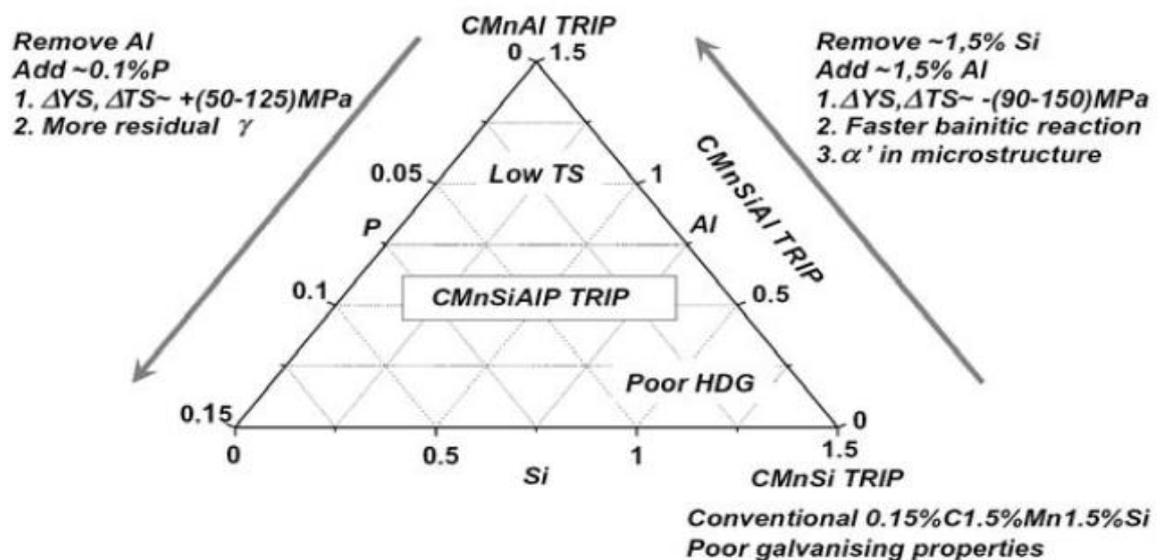


Figure I.12 : Schéma de composition chimique d'un acier faiblement allié, TRIP, présentant les principales raisons qui ont conduit à l'élaboration de nouvelles compositions [15]

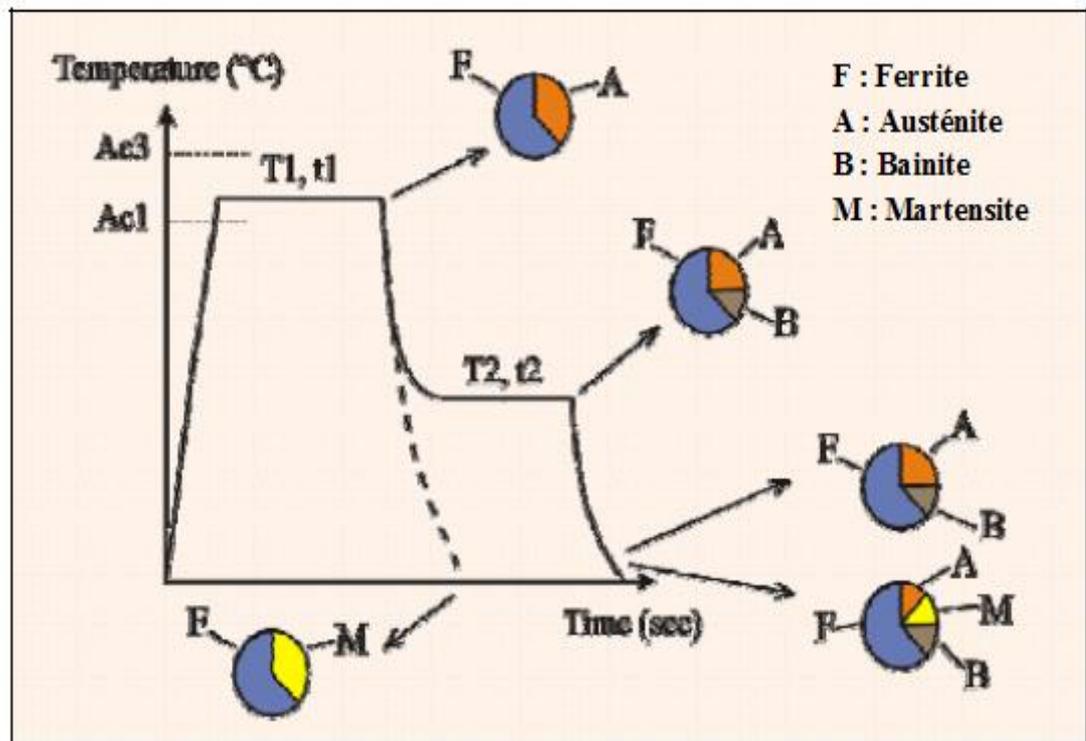


Figure I.13 : Schéma typique du traitement thermique appliqué aux aciers multiphasés à effet TRIP

Les nuances d'aciers TRIP multiphasés diffèrent par leurs compositions chimiques et leurs proportions de phases. Le tableau I.2 donne des exemples de compositions d'aciers TRIP ayant les résistances maximales de 600MPa, 700MPa, 800MPa et 1000MPa. Lors de l'élaboration, le matériau subit une succession de transformations qui lui confère différentes fractions volumiques de phases, une répartition spatiale (connexité), des dimensions caractéristiques (taille de grain, taille des lattes de bainite, etc.), une texture morphologique, une texture cristallographique. Les micrographies sont présentées sur la figure I.14.

Tableau I.2 : Composition chimique – Taille des îlots d’austénite – dosages des phases – teneur en carbone de l’austénite des aciers TRIP multiphasés.

TRIP	Taille des grains d’austénite (µm)	Composition			Fraction de phase (%)				% C dans γ(%)
		C(%)	Mn(%)	Si(%)	γ(%)	α(%)	b(%)	α'(%)	
600	4	0,08	1,70	1,55	8	91	1	-	-
700	3	0,16	1,60	1,60	13	-	-	-	-
800	2-3	0,2	1,65	1,65	17	70-73	10-13	-	1,14
1000	1-2	0,4	1,65	1,65	30	-	70	-	1,35

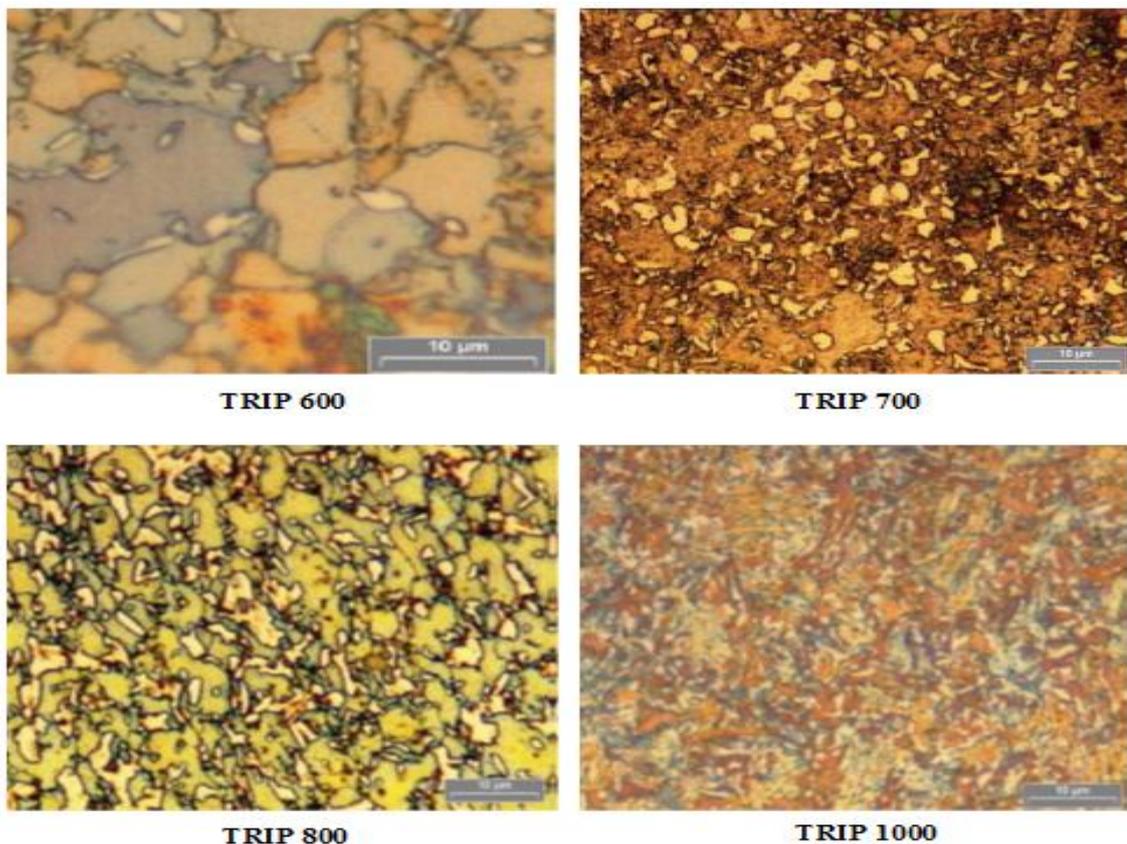


Figure I.14: Micrographies optiques des aciers TRIP multiphasés après attaque électrochimique (TRIP600-700-800-1000).

II.4.2 Aciers à effet TRIP entièrement austénitiques

Parmi les aciers austénitiques certains sont dits inoxydables en raison de leur excellente résistance à la corrosion, en particulier celle qui est due à l'oxydation par l'air et par les acides. De nombreuses nuances d'aciers inoxydables sont développées pour des applications spéciales dans l'industrie du pétrole, de l'agro-alimentaire de l'industrie chimique et dans l'aéronautique. Le chrome, dont la proportion atteint au moins 10%, est l'élément d'addition essentiel de l'acier inoxydable. Ce qui donne à l'acier inoxydable sa résistance à la corrosion et à l'oxydation. Le deuxième élément d'alliage est le nickel, c'est un élément gammagène qui stabilise l'austénite à température ambiante. Le tableau I.3 donne la composition chimique des principaux aciers inoxydables austénitiques.

Tableau I.3 : Composition chimique des principaux aciers inoxydables austénitiques.

TENEURS EN % (MINI-MAXI)

DESIGNATION (NF EN / AISI)	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Cu	Mo	Ni	Ti	W	Nb
Austénitiques													
X4CrNi 18.10 - 1.4301 / 304	≤ 0,07	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,00			8,00			
							19,50			10,50			
X2CrNi 18.9 - 1.4307 / 304 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,50			8,00			
							19,50			10,00			
X2CrNi 19.11 - 1.4306 / 304 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	18,00			10,00			
							20,00			12,00			
X4CrNi 18.12 - 1.4303 / 305	≤ 0,06	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,00			11,00			
							19,00			13,00			
X4CrNiMo 17.12.2 - 1.4401 / 316	≤ 0,07	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	16,50			10,00			
							18,50			13,00			
X2CrNiMo 17.12.2 - 1.4404 / 316 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	16,50		2,00	10,00			
							18,50		2,50	13,00			
X2CrNiMo 17.12.3 - 1.4432 / 316 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	16,50		2,50	10,50			
							18,50		3,00	13,00			
X6CrNiMoTi 17.12.2 - 1.4571 / 316 Ti	≤ 0,08	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015		16,50		2,00	10,50	5 × C		
							18,50		2,50	13,50	0,70		
X2CrNiMo 18.15.4 - 1.4438 / 317 L	≤ 0,030	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015	≤ 0,11	17,50		3,00	13,00			
							19,50		4,00	16,00			
X6CrNiTi 18.10 - 1.4541 / 321	≤ 0,08	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	≤ 0,015		17,00			9,00	5 × C		
							19,00			12,00	0,70		
X1CrNiSi 18.15.4 - 1.4361 / 18.15	≤ 0,015	3,70	≤ 2,00	0,025	≤ 0,010	≤ 0,11	16,50		≤ 0,20	14,00			
		4,50					18,50			16,00			
X1NiCrMoCu 25.20.5 - 1.4539 / 904 L	≤ 0,020	≤ 0,70	≤ 2,00	0,03	≤ 0,010	≤ 0,15	19,00	1,20	4,00	24,00			
							21,00	2,00	5,00	26,00			
Z2NCDU 25.25.05 A2 - 1.4537 / URSB8	≤ 0,020	≤ 0,70	≤ 2,00	0,03	≤ 0,010	0,17	24,00	1,20	4,70	24,00			
					0,25		26,00	2,00	5,70	27,00			

http://www.almet-metal.com/en/iso_album/catalogue_normes_inox_1.pdf

La figure I.15 représente une micrographie de l'acier AISI304 après déformation, polissage mécanique et électrolytique [16]. La taille moyenne du grain qui est de 25µm.

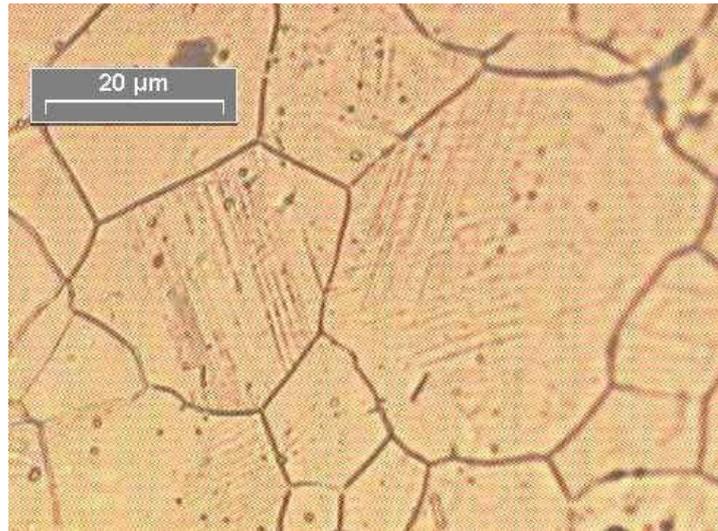


Figure I.15 : Micrographie optique de l'acier AISI304. Apparition de la martensite dans un grain d'austénite. [16]

II.5 Comportement mécanique des aciers à effet TRIP

Le comportement mécanique des aciers à effet TRIP a fait l'objet de nombreuses études. On présentera ici juste celles qui portent plus particulièrement sur le matériau de notre étude (acier entièrement austénitique AISI304). Parmi ces études, on citera celle d'Olson et Cohen [17], de Tomita et Iwamoto [18], de Byan et al. [19] et de Kubler [4].

Olson et Cohen [17] observent sur un acier austénitique en traction uniaxiale que la courbe de comportement pendant la transformation passe sous la courbe de comportement de l'austénite sans transformation (figure I.16). Ce phénomène, appelé « adoucissement dynamique », résulte de l'apparition brutale de la martensite orientée par les contraintes produisant une déformation de transformation adoucissant le matériau.

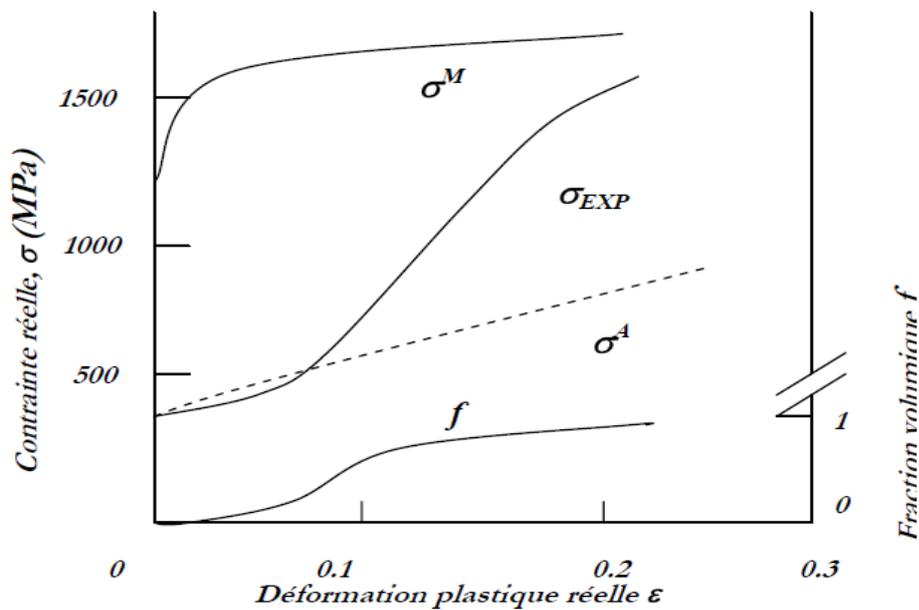


Figure I.16 : Courbe $\sigma, f (\epsilon)$ d'un acier austénitique métastable, comportement de l'austénite et de la martensite, cinétique de transformation.

Tomita et Iwamoto [18] se sont intéressés au comportement en traction et en compression ainsi qu'à l'évolution du taux de martensite formée à différentes températures entre 77K et 353K. Les résultats expérimentaux sont montrés par la figure I.17. La forme particulière des courbes obtenues aux basses et moyennes températures (figure.I.17.a) exprime l'existence d'un maximum du taux d'écrouissage, qui est corrélé à la transformation martensitique (figure.I.17.b).

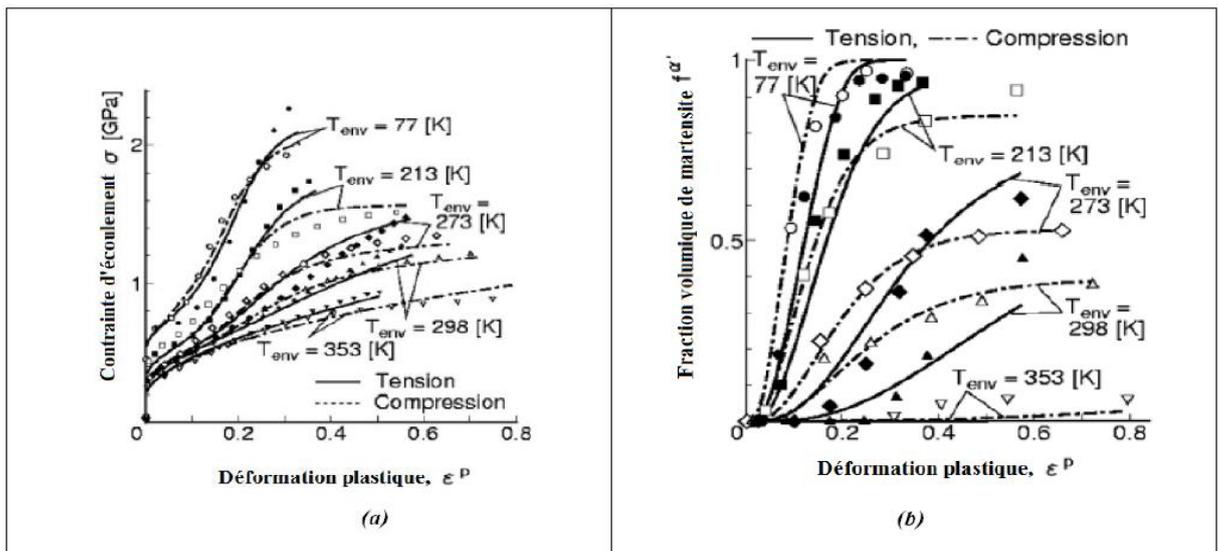


Figure I.17 : Résultats expérimentaux obtenus en traction et en compression pour différentes températures d'un acier 304 [18] : (a) courbe $\sigma - f(\epsilon)$ et (b) cinétique de la transformation martensitique.

Les résultats des travaux de Byun et al. [19] en traction à différentes températures, sur un acier 304 recuit, confirment un certain nombre des résultats de Tomita et Iwamoto [18], comme par exemple le passage par un maximum de ductilité pour une température intermédiaire (figure I.18.a). Le taux d'écrouissage $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ (figure I.18.b) présente un maximum très important à basse température : ce maximum est corrélé à un maximum du taux de transformation martensitique.

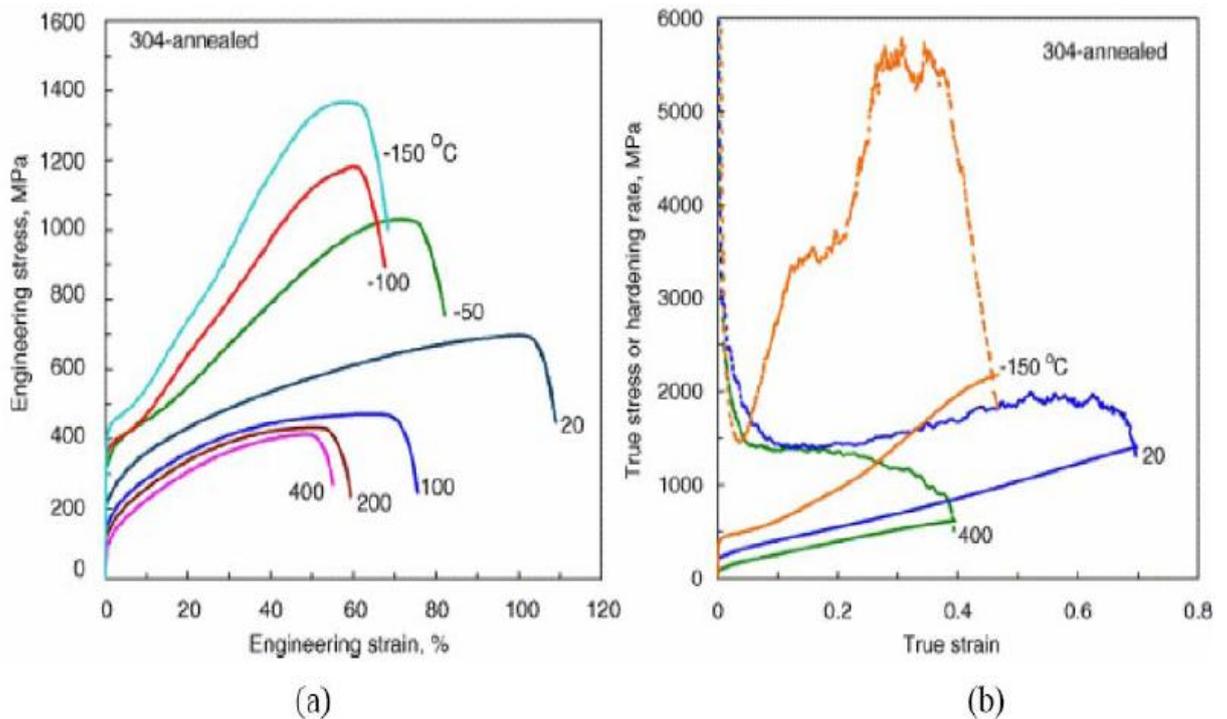


Figure I.18 : Comportement d'un acier austénitique 304 recuit à différentes températures et à une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} : (a) courbes de traction conventionnelles (b) courbes de traction rationnelles (lignes continues) et variation du taux d'écouissage (lignes discontinues) [19].

Le comportement en traction uniaxiale à différentes températures de l'acier AISI304 est étudié par Kubler [4] (figure.I.19). La figure montre que plus la température est basse, plus la transformation est facile, ce qui traduit un durcissement dans la courbe de comportement $\sigma - f(\varepsilon)$. Un dosage de la phase est réalisé par diffraction des rayons X après décharge à différentes pré-déformations pour la température de -60°C . On remarque qu'il existe un gradient de transformation entre la surface et une profondeur de $100\mu\text{m}$.

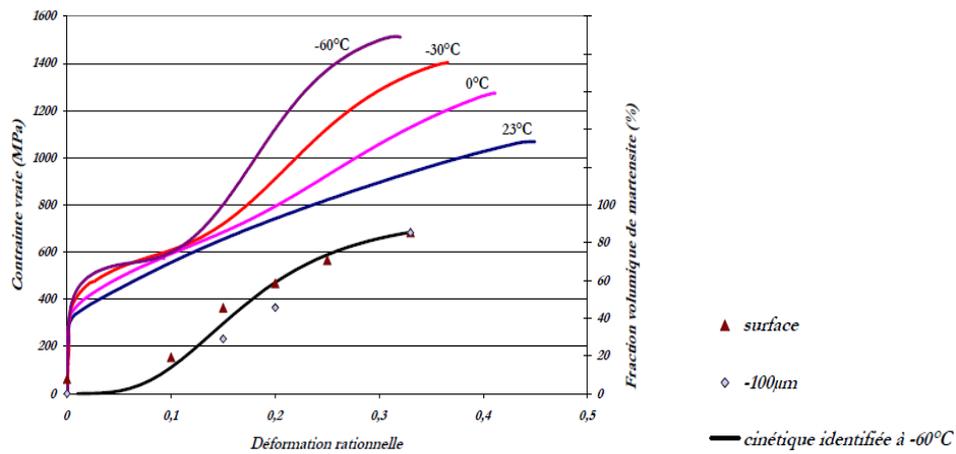


Figure I.19: Comportement de l’acier AISI304 pour un essai de traction uniaxiale à différentes températures (-60°C, -30°C, 0°C et 23°C). Courbes $\sigma - f(\varepsilon)$ et cinétique de transformation à -60°C mesurée par DRX en surface et à -100µm. [4]

L’évolution du coefficient d’érouissage instantané $n = \frac{d\Sigma}{dE} \cdot \frac{E}{\Sigma}$ de la figure I.20 indique l’augmentation de la pente d’érouissage due à la transformation martensitique induite lors de la déformation.

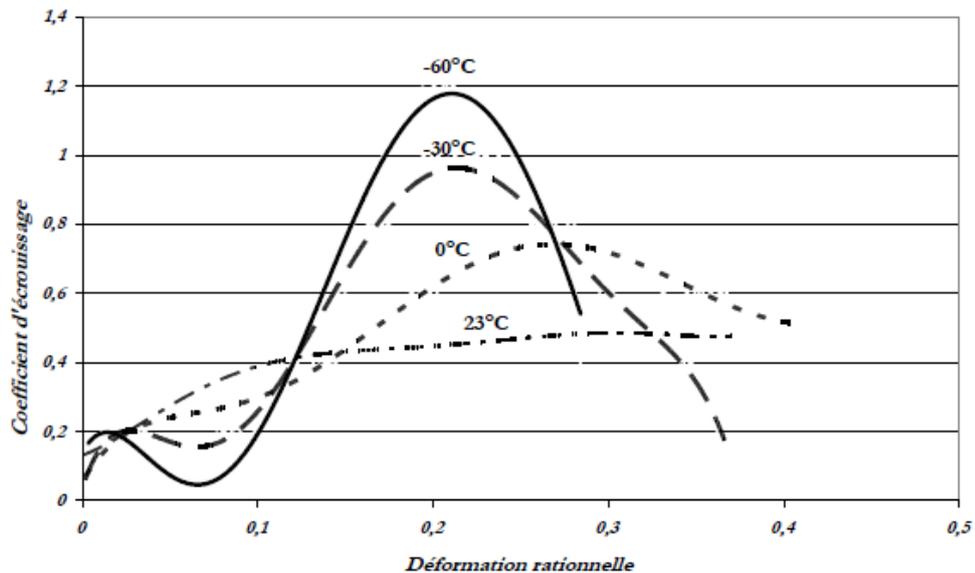


Figure I.20 : évolution du coefficient d’érouissage pour un essai de traction uniaxiale à différentes températures (-60°C, -30°C, 0°C et 23°C). [4]

II.1 Introduction

Cette partie de notre travail sera réservée premièrement à la présentation du matériau qui fait l'objet de notre étude (acier inoxydable de nuance 304L), sa composition chimique et ses caractéristiques théoriques. Ensuite, Nous y présenterons les différentes techniques expérimentales utilisées dans notre investigation à savoir l'essai de traction, polissage, attaque chimique et observations microscopiques.

II.2 Matériau de l'étude

Le matériau de notre étude est un acier inoxydable entièrement austénitique de type 304L. Le (L) signifie que l'acier à une faible teneur en carbone. Suivant la norme AFNOR sa désignation est X2CrNi18-9. Le matériau nous a été livré sous forme de tôle de trois millimètres d'épaisseur. La figure ci-dessous représente la micrographie MEB de l'acier inoxydable entièrement austénitique **AISI 304L** à l'état initial, obtenue après la réalisation du polissage et attaque électrolytique. On y observe des grains entièrement austénitiques.

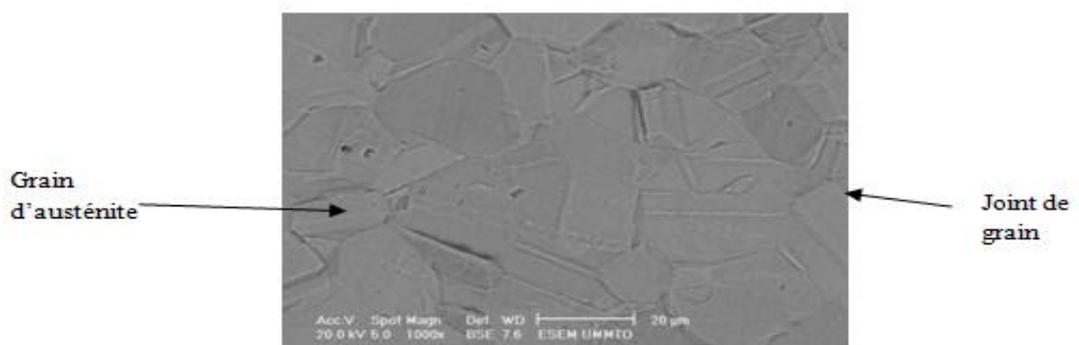


Figure II.1 : micrographie MEB d'un acier inoxydable entièrement austénitique AISI 304L à l'état initial

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

La composition chimique et le pourcentage de chaque élément de cet acier entièrement austénitique sont répertoriés sur le tableau ci-dessous (tableau II.1). Sa dureté Vickers est de 173.98.

Tableau II. 1: Composition chimique de l'acier 304L.

Désignation	C	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	N
Eléments %	≤ 0.03	18 - 20	8 - 12	1.00	2.00	0.045	0.015	0.1

Les aciers inoxydables entièrement austénitiques présentent une excellente résistance à la corrosion, une bonne ductilité et une résistance mécanique élevée. Ils sont amagnétiques et sont formables et soudables. Le procédé d'écrouissage permet d'augmenter leur résistance mécanique, bien que cela rende parfois le métal légèrement magnétique et peut éventuellement réduire la résistance à la corrosion. Les aciers inoxydables austénitiques sont fréquemment utilisés pour la fabrication des ustensiles de cuisines, le bâtiment, les fours, les étuves, les réservoirs jusqu'à la température de 750 °C. Les différentes caractéristiques de l'acier 304L sont mentionnées dans le tableau II.2.

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

Tableau II.2: Différentes caractéristiques de l'acier 304L

Mécaniques	physiques	Thermiques	électriques
Dureté-brinell 160-190	Densité (g.cm ⁻³) 7.93	Coefficient d'expansion thermique à 20-100°C (x10 ⁻⁶ K ⁻¹) 18.0	Résistivité électrique (μOhm.cm) 70-72
Elongation à la rupture (%) 60	Point de fusion 1400-1455 (°C)	Conductivité thermique à 23 °C (W m ⁻¹ K ⁻¹) 16.3	
Module d'élasticité (GPa) 190-210			
Résistance à la traction (MPa) 460-1100			
Résistance aux chocs-IZOD (J m ⁻¹) 20-136			

II.2 Techniques expérimentales

II.2.1 Caractérisation mécanique

II.2.1.1 Essai de traction

Un essai de traction est une expérience physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque. Certains objets fabriqués par l'homme doivent avoir un minimum de solidité pour pouvoir supporter les charges, les poids et bien d'autres efforts. L'essai de traction quantifie la résistance des différents matériaux. Cet essai consiste à placer une petite barre du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture. On enregistre l'allongement et la

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

force, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte. L'essai de traction donne plusieurs valeurs importantes dont : L'allongement à la rupture, qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture et le coefficient de Poisson, qui donne la variation de volume induite par la déformation des matériaux sous charge.

Cet essai permet de tracer une courbe dite de traction à partir de laquelle les caractéristiques suivantes peuvent être déduites :

- la déformation élastique en fonction de la force appliquée d'où on peut déduire, connaissant les dimensions de l'éprouvette,
- le module de Young ;
- la limite élastique souvent notée R_e , ou bien la limite d'élasticité à 0,2% $R_{e0,2}$;
- la déformation plastique ;
- la résistance à la traction ou tension de rupture, souvent notée R_m , qui est la contrainte maximale atteinte en cours d'essai.

Les étapes successives qu'on observe sur le diagramme contrainte-déformation lors d'un essai de traction sont:

- **Zone OA** : Elle représente le domaine des déformations élastiques (zone parfois linéaire), si l'on cesse la charge, l'éprouvette retrouve ses dimensions initiales.
- **Zone AB** : Dans cette zone, la déformation n'est plus complètement réversible. La déformation est plastique (ou permanente) homogène ; appelée aussi déformation plastique répartie. Les allongements augmentent plus vite que les charges. L'allongement a lieu avec une diminution régulière de la section tout au long de l'éprouvette.

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

- **Zone BC:** La déformation plastique se localise dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la striction, on aboutit à la rupture en C.

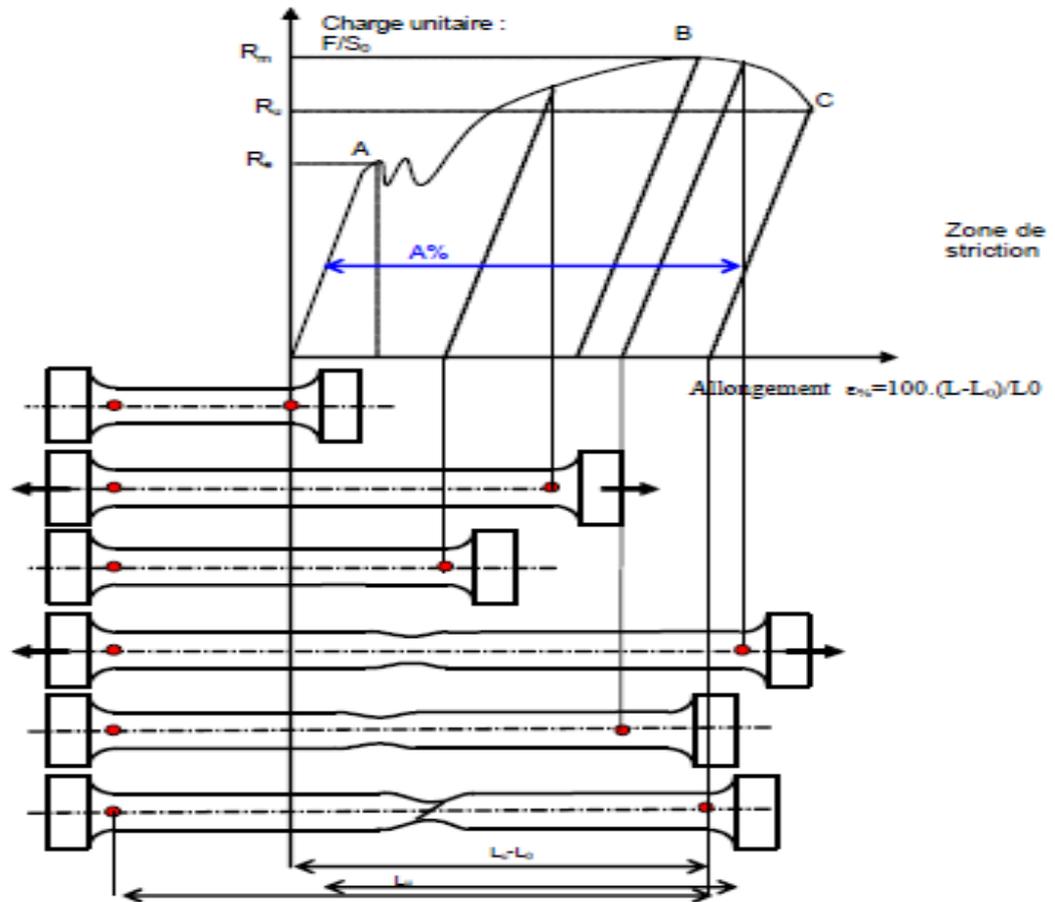


Figure II.2 : Différents états qui se produisent lors d'un essai de traction

Sur le diagramme contrainte-allongement, qui peut être enregistré ou tracé par points, on utilise les coordonnées suivantes :

En abscisse : l'allongement relatif $\Delta L/L_0$ de l'éprouvette où L_0 est la longueur initiale

$$\epsilon(\%) = \frac{L-L_0}{L_0} * 100 \dots\dots\dots 1$$

En ordonnée : La contrainte (charge unitaire), définie à tout instant de l'essai, c'est le rapport de la charge par la section initiale de l'éprouvette S_0

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \dots\dots\dots 2$$

Le point A est la limite d'élasticité (ou résistance élastique à la traction) :

$$\mathbf{Re} = \frac{Fe}{S_0} \dots\dots\dots 3$$

Le point B correspond à la charge maximale, il est appelé résistance à la traction ou résistance à la rupture (bien qu'il n'y ait pas encore de rupture),

$$\mathbf{Rm} = \frac{Fm}{S_0} \dots\dots\dots 4$$

❖ Eprouvettes

Dans le cadre de notre étude nous avons réalisé des éprouvettes avec différents rayons ; à savoir R0, R4, R6 et R12. Pour, chaque rayon, on a usiné quatre éprouvettes. Les différentes éprouvettes sont données dans les figures suivantes. L'usinage de nos éprouvettes est fait à l'aide d'une machine à commande numérique.

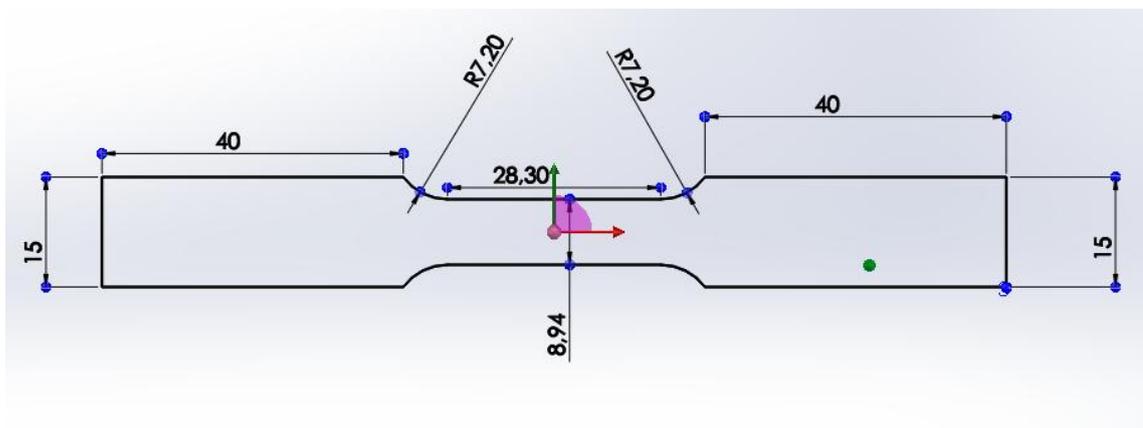


Figure II.3 : Eprouvette de traction normalisée de rayon R₀

Chapitre II
Matière première et techniques expérimentales

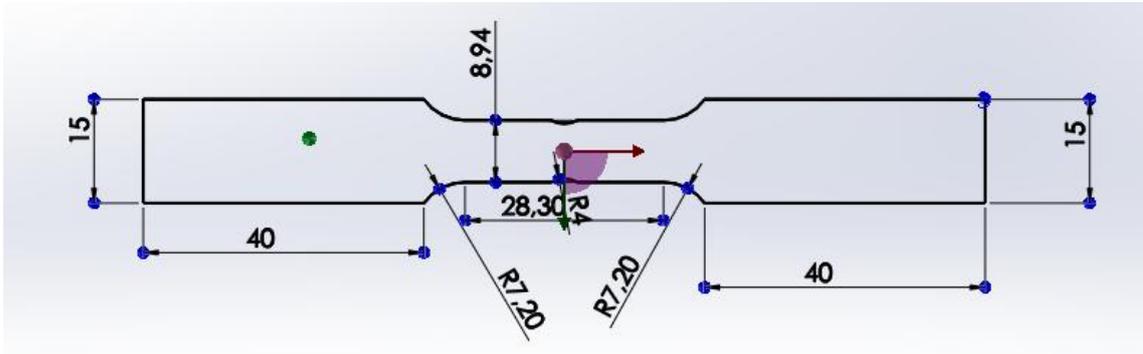


Figure II.4 : Epreuve de traction normalisée de rayon R_4

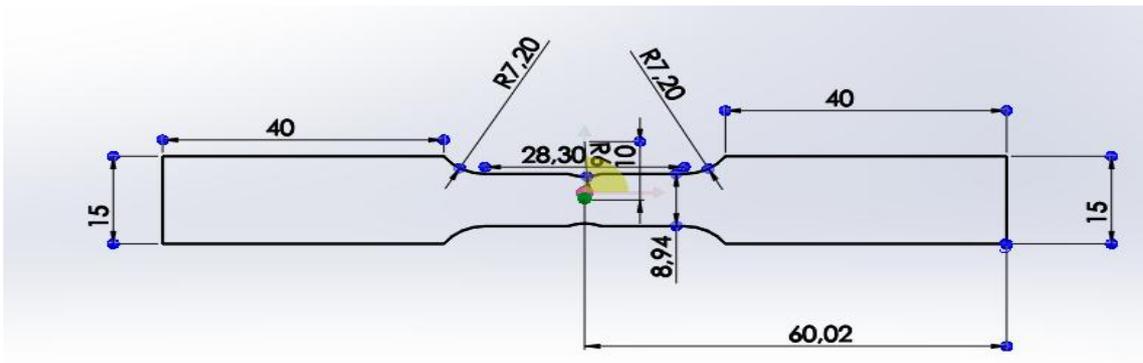


Figure II.5 : Epreuve de traction normalisée de rayon R_6

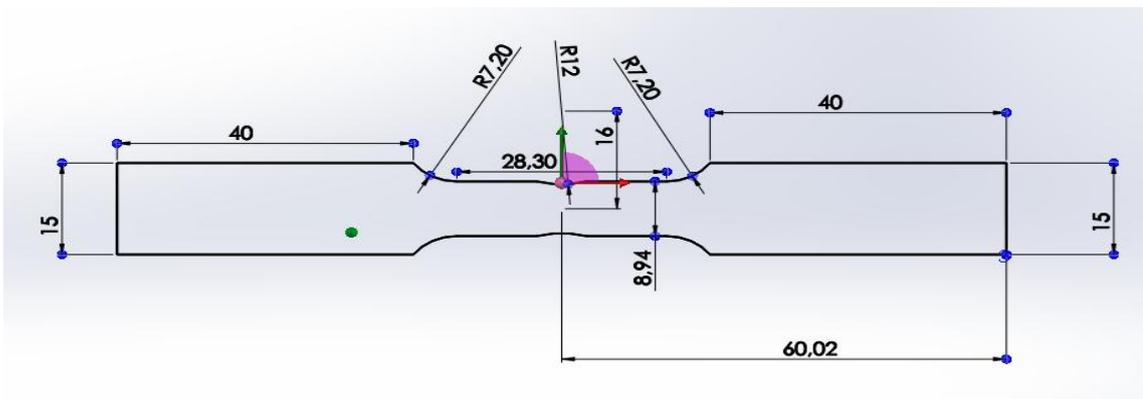


Figure II.6 : Epreuve de traction normalisée de rayon R_{12}

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

❖ **Réalisation des essais de traction**

Les essais de traction ont été effectués sur une machine de traction au laboratoire de RDM. La vitesse de déformation est fixée à 2mm/mn. L'essai est effectué à la température ambiante dans les limites comprises entre 10°C et 35°C.

La machine de traction utilisée est de type IBERTEST. Celle-ci est constituée d'un bâti rigide équipé d'un travers fixe à laquelle est fixée l'une des têtes de l'éprouvette, l'autre extrémité de l'éprouvette est fixée à une traverse mobile. Le mouvement de la traverse mobile est assuré soit par une commande hydraulique, soit des vis sans fin. La charge imposée à l'éprouvette est mesurée par un dynamomètre, et l'allongement par un extensiomètre. Cette machine est équipée d'un système numérique lié à un ordinateur qui permet de tracer les courbes de traction et fournir les résultats tels que la charge maximale, l'allongement à la rupture, etc.

Les caractéristiques de la machine de traction sont:

Charge d'essais : 100KN ;

Vitesse d'essai: 0 à 300 mm/min ;

Alimentation électrique T=380V.

Chapitre II
Matière première et techniques expérimentales

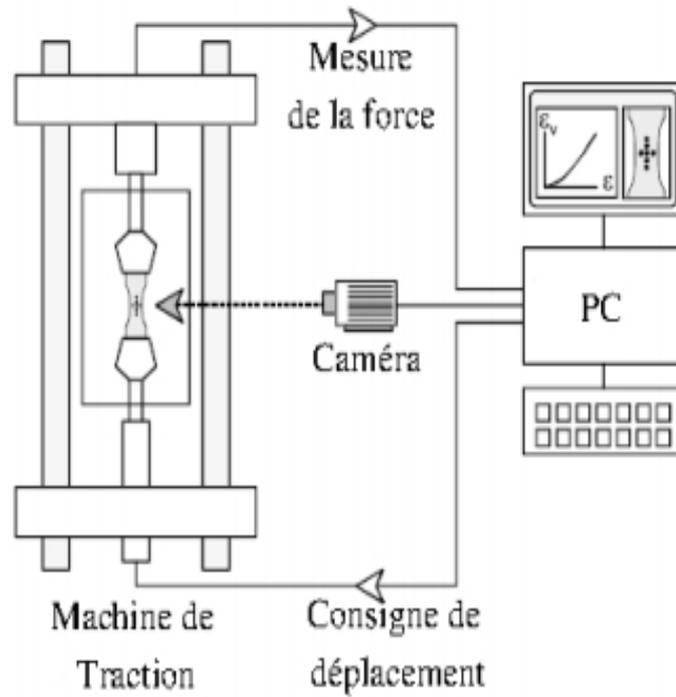


Figure II.7 : Machine de traction



Figure II.8 : Machine de traction utilisée dans les essais de traction

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales



Figure II.9 : éprouvette en traction sur une machine IBERTEST

II.2.1.1 Essai de dureté

Le principe de l'essai de dureté est qu'un pénétrateur, de forme et de résistance appropriées (sphère, pyramide,...) est appliqué progressivement sous l'action d'une force F sur la surface de l'échantillon pendant un certain temps.

La dureté s'exprime alors par: $H = F/S$

Bien qu'homogène à une contrainte de résistance à la pénétration, la dureté doit être exprimée, selon les normes, comme un nombre sans dimension.

On mesure la longueur (d) moyenne des deux diagonales de l'empreinte, à l'aide d'un système optique. La dureté Vickers HV est donnée par la relation suivante:

$$HV = 1.8544 \frac{F}{d^2} \dots\dots\dots 5$$

Où $d = (d_1 + d_2) / 2 \dots\dots\dots 6$

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

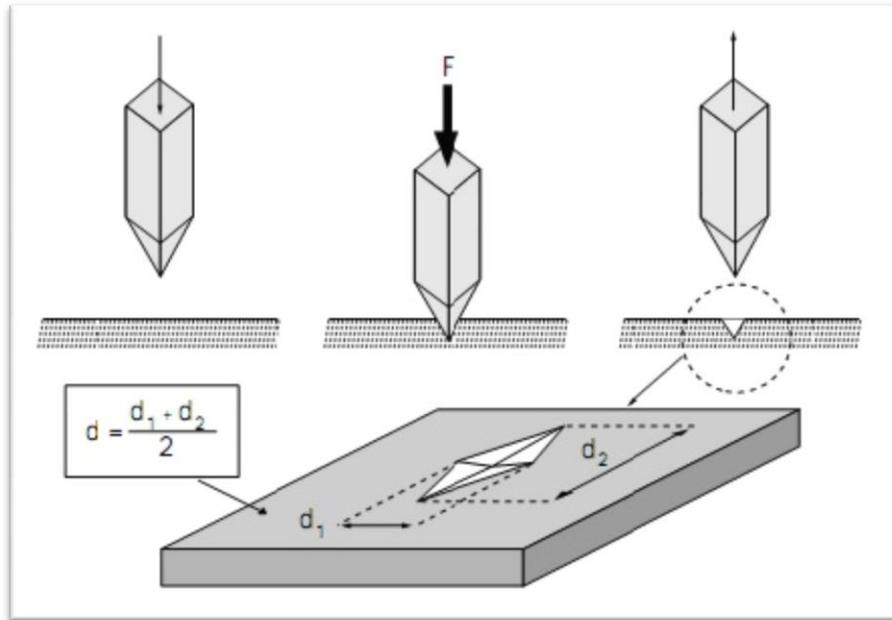


Figure II.10 : Essai de dureté Vickers

II.3 Caractérisation Microscopique

II.3.1 Préparation des échantillons

❖ **Découpage :**

Après avoir réalisé les essais de traction, nous avons découpé des échantillons de chaque éprouvette (1cm de longueur) à l'aide d'une scie à métaux.

❖ **Polissage :**

Le polissage est une opération qui consiste à rendre la surface à analyser plane, brillante et dénuée de toute rayure. L'opération du polissage s'est faite d'une façon graduelle.

- On a commencé par un polissage au papier SiC avec les grades successifs 800, 1200, 2000, 4000. L'opération est effectuée sur une polisseuse électrique de type « Struers », à deux disques, munie d'un dispositif d'arrosage permanent d'eau afin d'éviter tout échauffement local suite au frottement. Le

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

passage d'un papier à l'autre nécessite une rotation de 90° de l'échantillon, afin d'éliminer les rayures laissées par le papier abrasif précédent. La vitesse de rotation des disques est de 300trs/mn.



Figure II.11 : Polisseuse à deux disques

- Pour la finition, les échantillons sont frottés sur des disques de feutre ou de drap imbibé d'une suspension d'abrasifs qui est le plus souvent de l'alumine (Al_2O_3). Les granulométries sont caractérisées par le temps nécessaire au dépôt de l'alumine en suspension, après agitation. Plus l'alumine est fine et plus la durée est longue. La vitesse de rotation du disque est de 300trs/min.



Figure II.12: Polisseuse mono disque de finition

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

❖ **Attaque chimique**

C'est un procédé électrochimique adapté au polissage des surfaces complexes. Il sert à supprimer les irrégularités et à renforcer ainsi la brillance mais ne permet pas d'atteindre la réflectivité du poli-miroir. Très fin et très lisse, il assure par ailleurs une résistance optimale à la corrosion et à l'encrassement.

✓ **Avantages du polissage électrolytique**

- L'élimination des bavures détachables.
- L'élimination des inclusions ferriques.
- Un décapage sans risque de fragilisation.
- Une grande facilité de nettoyage.
- Une mise en propreté parfaite.
- L'élimination des couches métalliques perturbées par l'usinage.
- Aucun risque de corrosion intercrystalline.
- Une plus grande tenue à la corrosion.
- Une plus grande brillance des surfaces traitées.

II.3.2.Observation Microscopique

Après le polissage et l'attaque chimique nécessaire pour la réalisation de cette caractérisation microstructurale, nous avons besoins du microscope optique ainsi que du microscope électronique à balayage chacun d'eux dans des buts bien précis, bien évidemment. La figure ci-dessous montre le classement du MO et du MEB sur une échelle de grossissement et de la résolution.

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

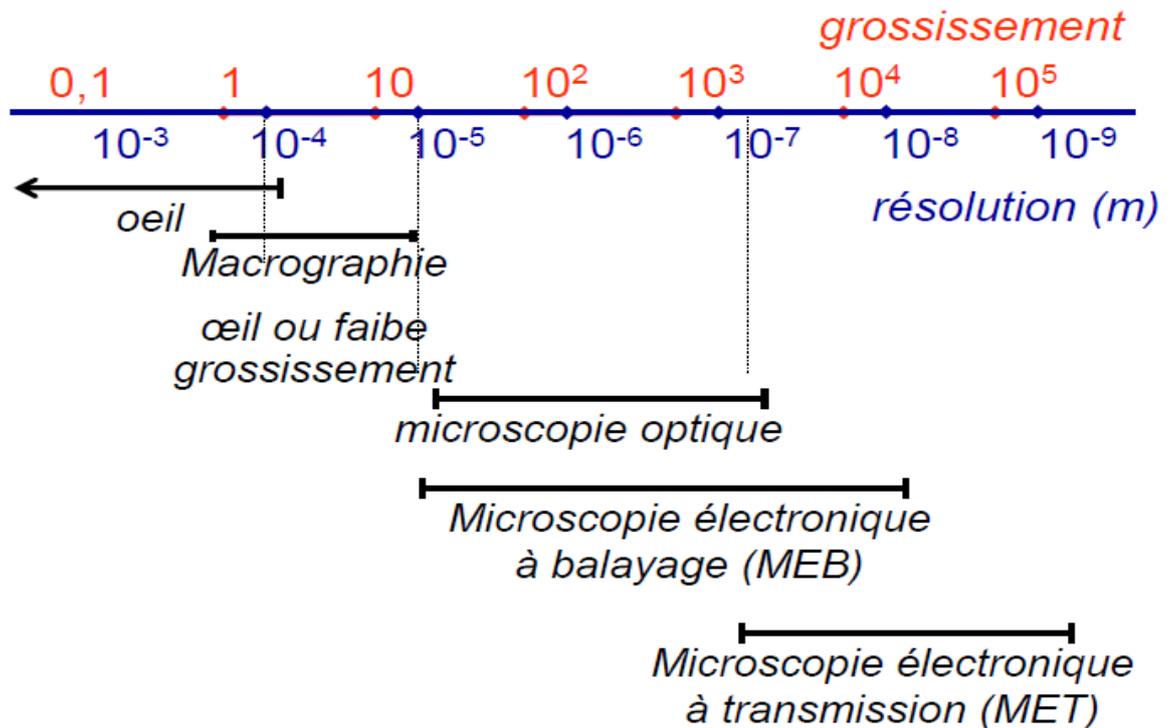


Figure II.13. Classement des différents microscopes sur l'échelle de grossissement et de la résolution

II.3.2.1 Analyse par microscopie optique (MO)

Les analyses métallographiques ont été réalisées afin de mettre en évidence la structure de nos échantillons. Pour ce faire, nous avons utilisé un microscope optique de type HUND WETZLART 100 équipé d'une caméra vidéo de type Eyes Cora permettant l'acquisition des micrographies sur ordinateur. Ce microscope est équipé de quatre(4) objectifs de grossissement 4,10, 20 et 40 fois et de deux (2) oculaires avec un grossissement de 10 fois.

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

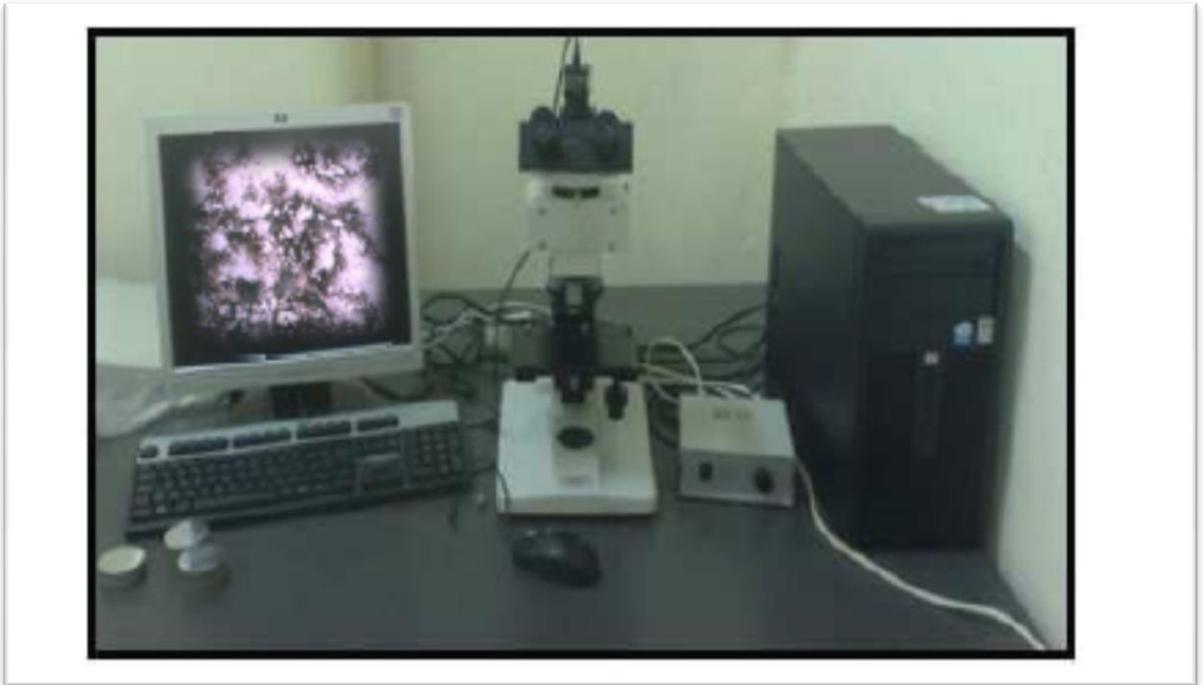


Figure II.14 : Microscopie optique (MO)

II.3.2.2 Microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning ElectronMicroscopy en anglais) est une technique de microscopie utilisant les diverses interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons, produit par un filament en tungstène, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des électrons et des rayons X (figure II .15). Se différents détecteurs permettent d'analyser les électrons et de reconstruire une image de la surface (figure II.16).

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

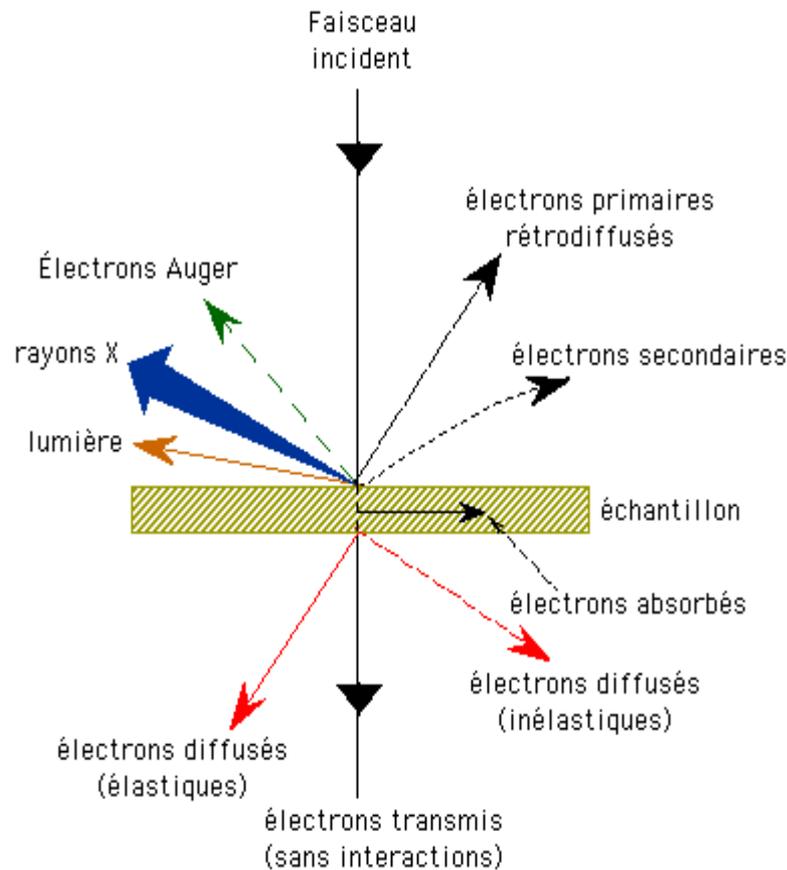


Figure II.15 : Différents sortes de signaux émis par les interactions entre les électrons incidents et l'échantillon

- Électrons secondaires (SE)

On appelle électron secondaire, l'électron éjecté lors d'un choc entre les électrons primaires du faisceau incident et les atomes de l'échantillon. Ces électrons sont de faible énergie (environ 50 eV). De part cette faible énergie, les électrons secondaires produits dans les couches profondes ne pourront pas sortir de l'échantillon. De ce fait, seuls les électrons provenant des couches superficielles peuvent être recueillis par les détecteurs. Etant donné qu'ils proviennent des couches superficielles, ils sont donc utilisés pour l'examen de la morphologie et de la topographie de l'échantillon.

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

- Électrons rétrodiffusés (BSE)

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons issus du faisceau primaire qui sont entrés en collision avec des atomes de l'échantillon et qui ont réagi de façon quasi élastique avec eux. Ces électrons ont une énergie relativement élevée, pouvant aller jusqu'à l'énergie initiale des électrons du faisceau incident. Ils sont sensibles aux numéros atomiques des atomes de l'échantillon. Les atomes les plus lourds (ceux ayant un nombre important d'électrons) réémettront plus d'électrons que les atomes plus légers. Cette particularité sera utilisée pour l'analyse en électrons rétrodiffusés. Les zones formées d'atomes avec des nombres atomiques élevés apparaîtront plus brillantes que d'autres, c'est le contraste de phase.

- Rayons X

Provenant de l'excitation des atomes aux niveaux électroniques profonds. Le retour à l'équilibre par transition des électrons des niveaux supérieurs vers les niveaux excités provoque l'émission des rayons X. L'analyse des ces rayons permet d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome. Car le rayonnement X produit possède une énergie caractéristique qui correspond à une désexcitation spécifique de l'atome.

- Électrons Auger

Les électrons Auger sont émis lors de l'émission des rayons X. Les rayons X peuvent parfois, à condition d'être suffisamment énergétique, ioniser l'atome qui émet un électron appelé électron Auger. Ces électrons sont utilisés pour faire des analyses élémentaires de surface (couches minces).

Nos échantillons ont été analysés à l'aide d'un microscope électronique à balayage du type Philips XL30. Celui-ci est équipé de détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés ainsi que d'un analyseur EDS (Energy Dispersive

Chapitre II

Matière première et techniques expérimentales

Spectroscopy) permettant de réaliser des cartographies des éléments et d'évaluer la teneur en éléments de l'échantillon par des méthodes semi-quantitative en utilisant les rayons X caractéristiques des atomes contenus dans l'échantillon.

L'appareil est relié à deux microordinateurs sur lesquels sont installés les logiciels de commande du microscope, d'acquisition et de traitement des résultats.

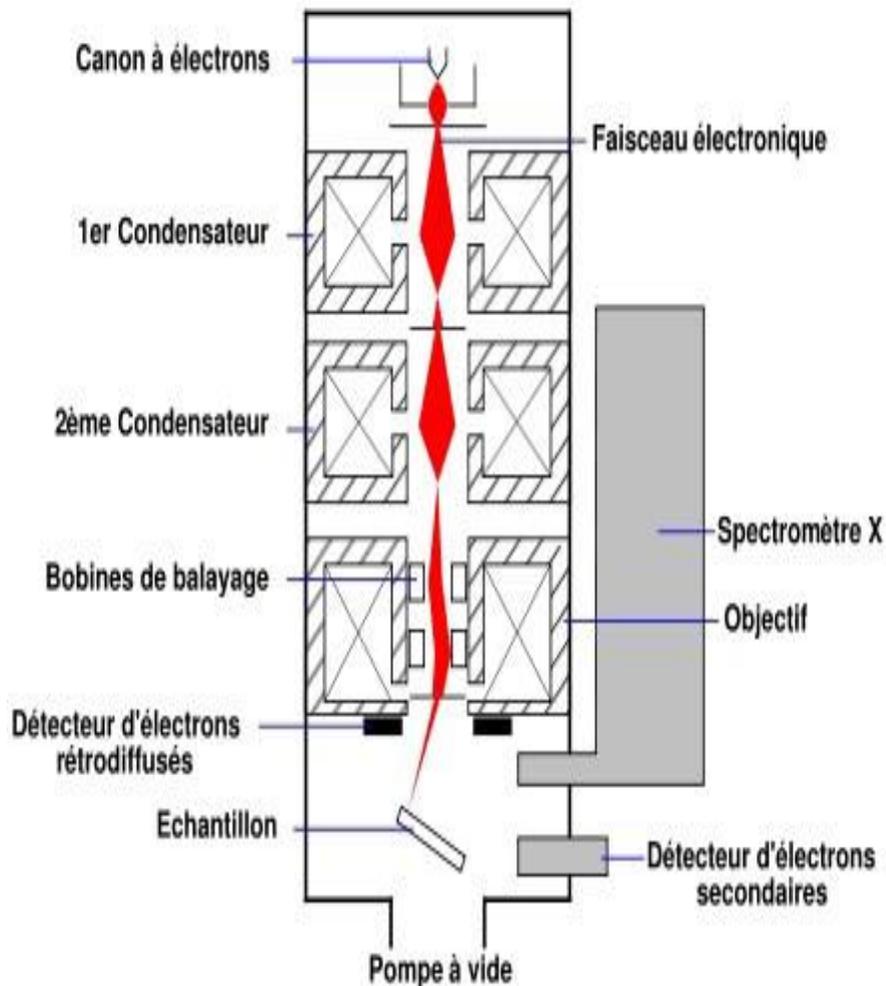


Figure II.16 : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur de rayons X

Chapitre III

Résultats et discussions

III.1.Introduction

Le but de ce travail étant de déduire les caractéristiques de notre alliage de base ainsi que l'influence de la triaxialité (état de contrainte) sur la transformation martensitique dans ce type d'acier. Pour cela quatre (4)éprouvettes de traction ont été utilisées. Chacune de ces éprouvettes porte une entaille sous forme d'un rayon sur sa partie utile, la taille des rayons d'entaille est 0mm (métal sain), 4mm, 6mm et 12mm. L'essai de traction est suivi d'une observation microscopique et d'un essai de dureté Vickers. Les observations microscopiques ont été faites afin de suivre l'évolution de la microstructure en fonction de la triaxialité et pour déterminer le type de rupture qui s'est produit, pour cela, nous avons utilisés le microscope électronique à balayage pour étudier la morphologie de la surface de rupture (faciès de rupture) et le microscope optique pour suivre l'évolution de la microstructure de nos échantillons. Les résultats de la caractérisation ainsi que leurs discussion sont regroupés dans ce chapitre III.

III.2. Résultats de la caractérisation

III.2.1 Courbes de traction

Dans le cadre de notre étude nous avons réalisés des essais de traction sur des éprouvettes normalisées, pendant l'essai nous avons remarqué que la déformation se produit en trois étapes :

1. Un allongement limité de l'éprouvette.

2. Puis petit à petit on peut observer une diminution de la section sur la partie calibrée de l'éprouvette jusqu'à l'apparition de la striction.
3. Puis vient la rupture de l'éprouvette.

Les résultats sont obtenus par une chaîne d'acquisition reliée à un ordinateur qui enregistre ses données. Les courbes obtenues lors des essais de traction sont montrées sur les figures suivantes :

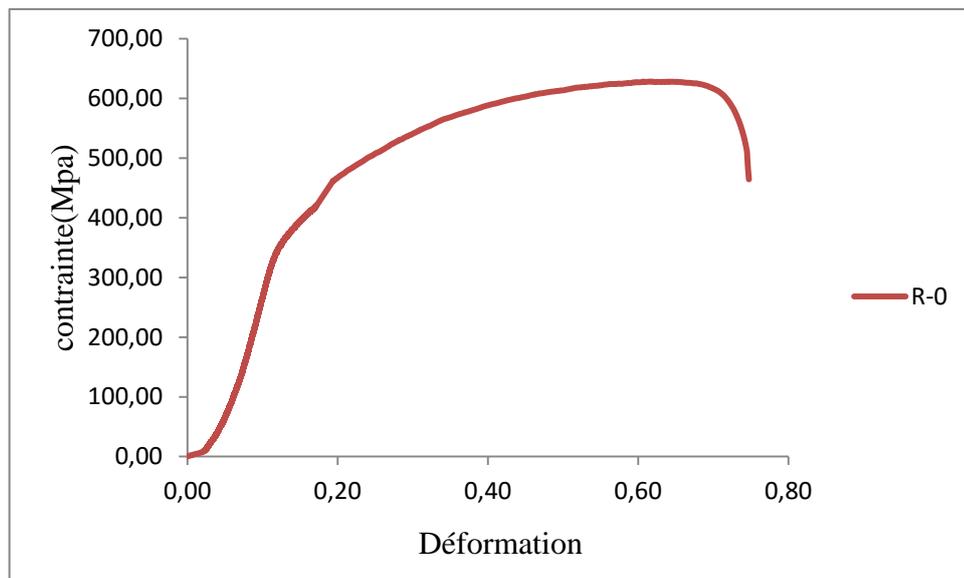


Figure III.1. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 0.

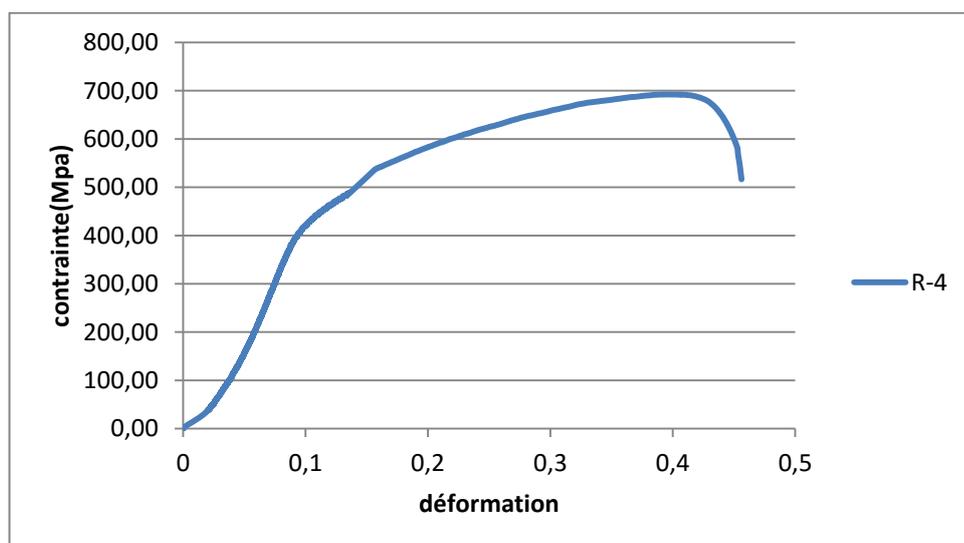


Figure III.2. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 4.

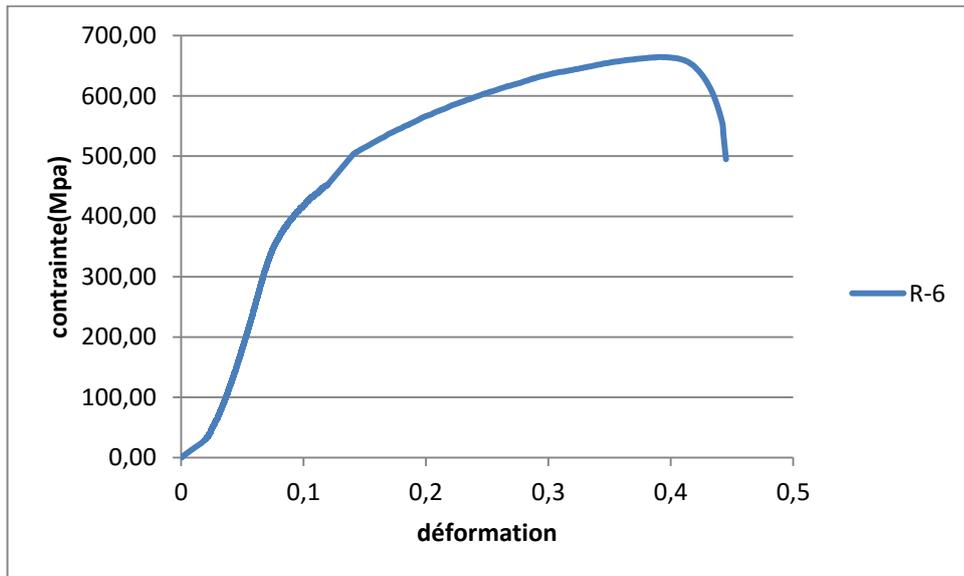


Figure III.3. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 6.

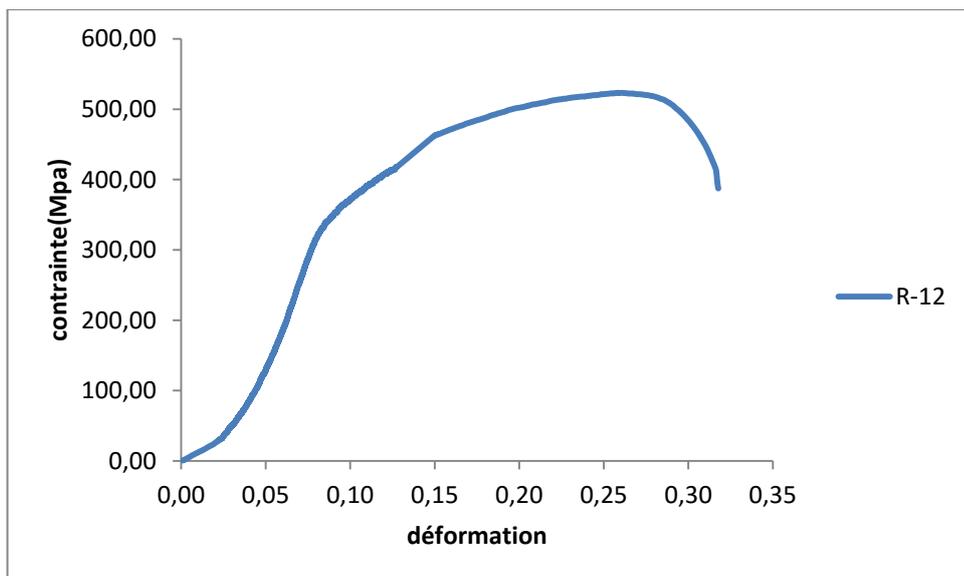


Figure III.4. Courbe de traction de l'éprouvette de rayon 12.

D'après les courbes obtenues, on voit bien que cet acier a un comportement élasto-plastique ductile, une ductilité qui est due à la structure de notre acier qui est cubique à faces centrées.

Sur chaque courbe, on remarque l'existence de plusieurs parties distinctes :

1. Tout d'abord, on a une partie non-linéaire due au glissement de l'éprouvette entre les mors de la machine de traction
2. Puis, une partie élastique quasi-linéaire.
3. Puis, on rentre dans le domaine plastique avec écrouissage, striction
4. Puis la rupture.

En plus de ces étapes qu'on observe sur chaque éprouvette d'un matériau ayant un comportement élasto-plastique, on remarque un changement d'allure dans la partie plastique. Thermodynamiquement, un changement d'allure correspond à une transformation qui s'est produite, dans notre cas la transformation en question est la transformation martensitique.

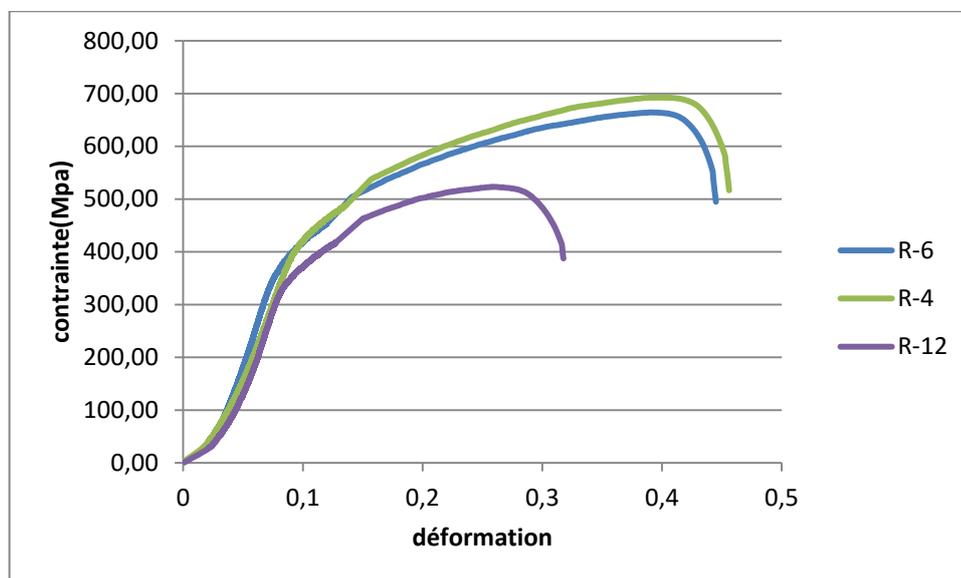


Figure III.5. Superposition des courbes

La superposition des courbes des éprouvettes entaillées, nous montrent que la courbe de l'éprouvette à triaxialité importante (R4) passe au dessus des

autres courbes (R6 et R12) quelque que soit en terme de la résistance ou de la plasticité.

❖ Caractéristiques mécaniques tirées à partir des courbes de traction pour chaque éprouvette

Les caractéristiques mécaniques, de notre matériau, pour chaque rayon d'entaille, tirées à partir des courbes ci-dessus, sont regroupées dans les tableaux ci-dessous.

Tableau III.1. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R0.

Module de Young (MPa)	Limite d'élasticité supérieure (MPa)	Limite d'élasticité conventionnelle (MPa)	Limite à la rupture (MPa)	Déformation totale
204727	351.6145	409.451	670.4	0.75

Tableau III.2. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R4.

Module de Young (MPa)	Limite d'élasticité supérieure (MPa)	Limite d'élasticité conventionnelle (MPa)	Limite à la rupture (MPa)	Déformation totale
226474.45	440.6811	452.9489	682.2	0.45

Tableau III.3. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R6.

Module de Young (MPa)	Limite élasticité supérieur (MPa)	Limite élasticité conventionnelle (MPa)	Limite à la rupture (Mpa)	Déformation totale
209223.9	395.0351	418.4478	664.3	0.43

Tableau III.4. Caractéristiques mécaniques en traction de l'éprouvette R12.

Module de Young (MPa)	de	Limite élasticité supérieur (MPa)	Limite élasticité conventionnelle (MPa)	Limite à la rupture (MPa)	Déformation totale
184712.4		347.4655	369.4248	523.4	0.33

❖ Variation des caractéristiques mécaniques en fonction du rayon

Dans cette partie, nous avons donné la variation des caractéristiques mécaniques (le Module de Young, la limite d'élasticité, la limite d'élasticité conventionnelle, la limite à la rupture et la déformation à la rupture) en fonction du rayon d'entaille. Ces caractéristiques sont présentées sous forme de Tableaux et de graphes.

➤ Module de Young (E)

Tableau III.5. Variation du module de Young en fonction du rayon d'entaille

Rayon (mm)	0	4	6	12
Module d'Young (MPa)	204727	226474.45	209223.9	184712.4

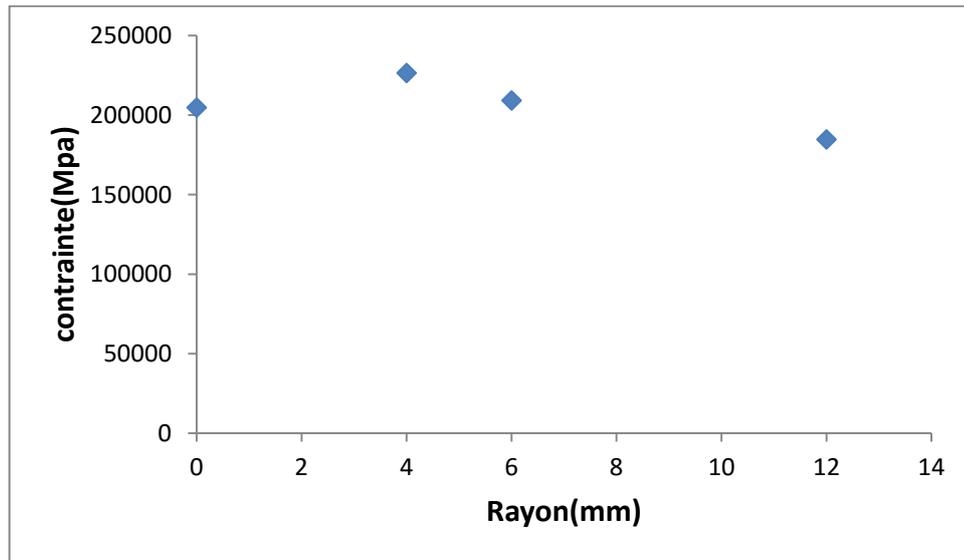


Figure III.6. Variation du module de Young en fonction du rayon d'entaille

➤ Limite d'élasticité (Re)

Tableau III.6. Variation de la limite d'élasticité (Re) en fonction du rayon d'entaille

Rayon (mm)	0	4	6	12
Limite élasticité supérieure	351.6145	440.6811	395.0351	347.4655

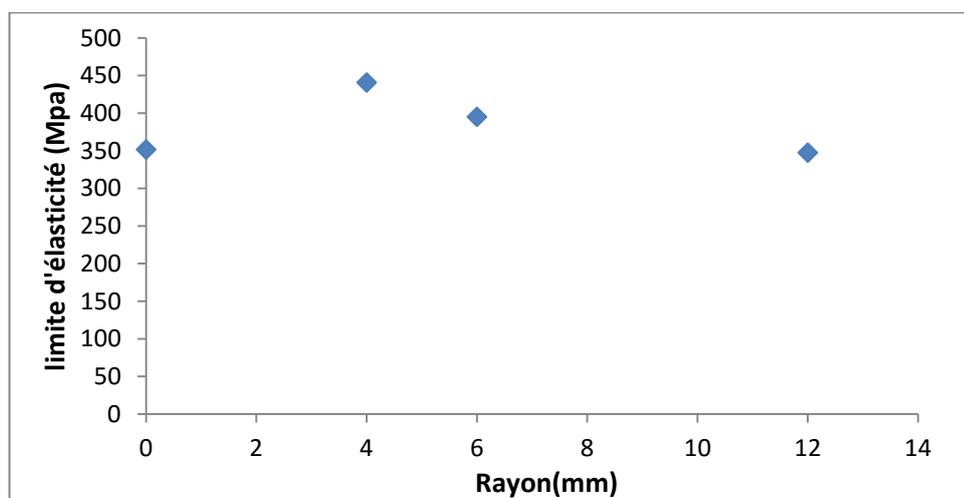


Figure III.7 : Variation de la Limite d'élasticité supérieur en fonction du rayon d'entaille

➤ Limite d'élasticité conventionnelle ($R_{p0.2}$)

Tableau III.7. Variation de la limite d'élasticité conventionnelle ($R_{p0.2}$) en fonction du rayon d'entaille

Rayon (mm)	0	4	6	12
Limite élasticité conventionnelle (Mpa)	409.45	452.94	418.44	369.42

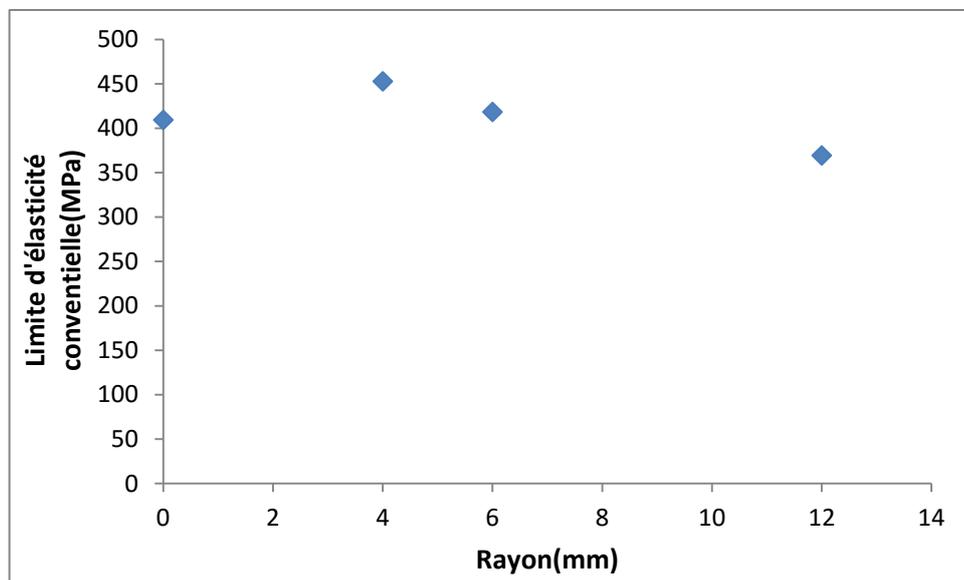


Figure III.8 : Variation de la Limite d'élasticité conventionnelle en fonction du rayon d'entaille

➤ Limite à la rupture (R_p)

Tableau III.8. Variation de la limite à la rupture (R_p) en fonction du rayon d'entaille

Rayon (mm)	0	4	6	12
Limite à la rupture (Mpa)	670.4	682.2	664.3	523.4

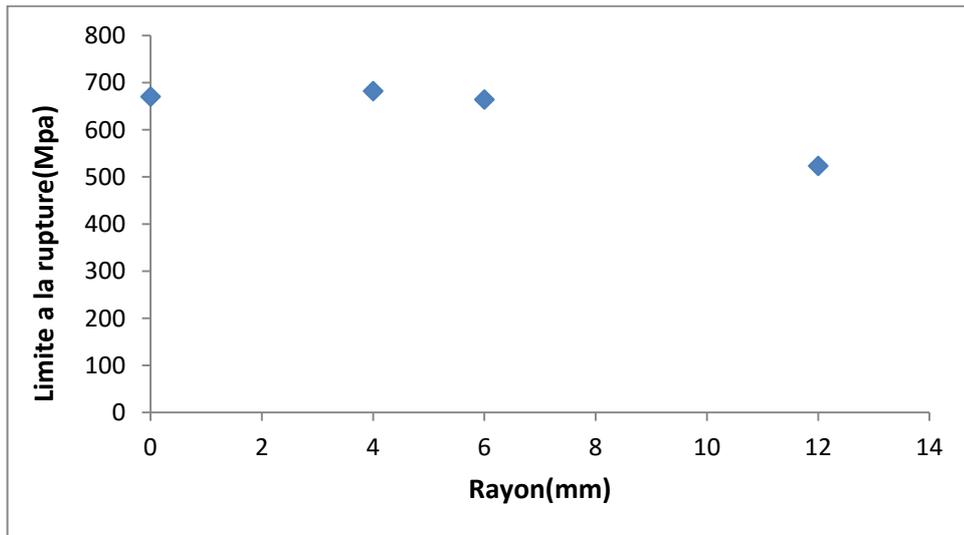


Figure III.9 : Variation de la Limite à la rupture en fonction du rayon d'entaille

➤ Déformation à la rupture

Tableau III.9. Variation de la déformation à la rupture en fonction du rayon d'entaille

rayon	0	4	6	12
Allongement totale	0.75	0.43	0.45	0.33

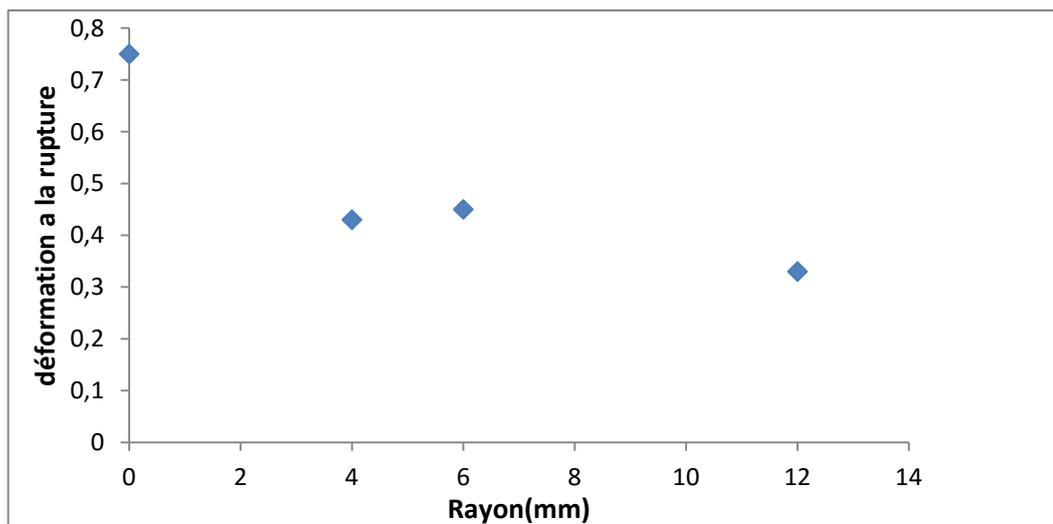
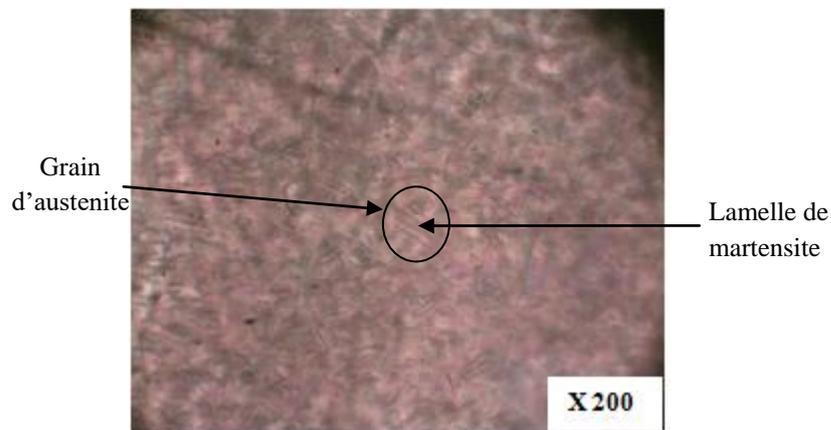


Figure III.10 : Variation de la déformation à la rupture en fonction du rayon d'entaille

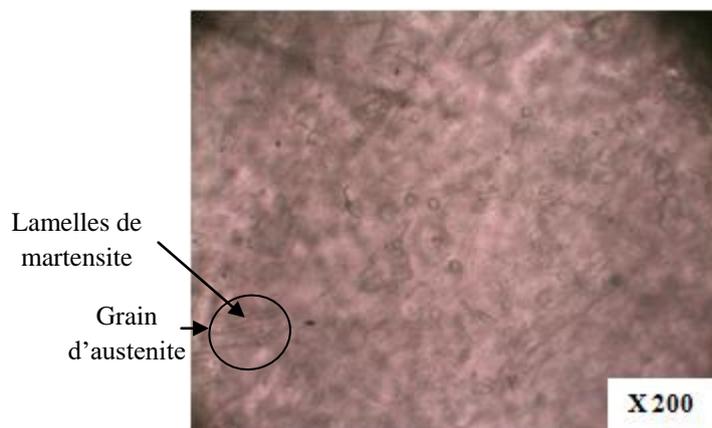
III.2.2 Micrographies

Dans le but de voir les changements qui se sont produit au niveau de la microstructure des éprouvettes déformées, nous avons découpé à l'aide d'une scie métallique, des petits échantillons dans chacune de ces dernières. Les échantillons découpés ont subi ensuite une opération de polissage et une attaque chimique avant d'être observés par le microscope optique.

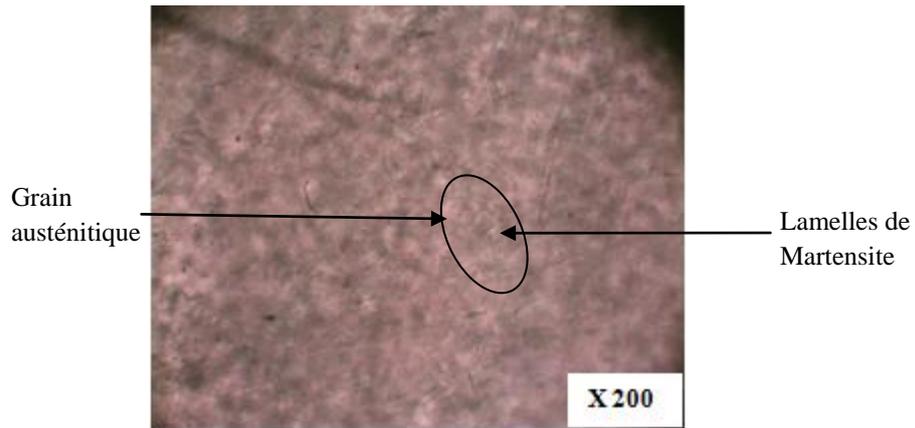
Les figures ci-dessous montrent les microstructures obtenues à différents taux de triaxialité avec un grossissement de 200.



(a) :R4



(b) :R6



(c) :R12

Figure III.11 : Microstructure de l'acier X2Cr-Ni18-9 avec un grossissement X200, à différents rayons d'entaille.

Les micrographies, nous montrent l'existence de deux phases qui sont la martensite et l'austenite et cela sur tous les échantillons analysés. Les lamelles de martensite se localisent dans les grains austénitiques. Cela signifie qu'au cours de la déformation, les grains austénitiques se transforment en lamelles de martensite. Les micrographies, nous montrent également la quantité de la martensite qui s'est formée est plus importante dans les échantillons à triaxialité élevée.

III.2.3 Dureté

Pour une complémentarité des résultats, nous avons réalisé des essais de dureté Vickers. En effet, ayant les valeurs de la dureté moyenne, de la nuance d'acier étudié, à l'état initial, connaissant aussi que la dureté des matériaux varie en fonction de sa microstructure, nous pouvons alors déduire avec ces essais, si l'austenite s'est transformée ou non. Le test est effectué en trois (3) points différents pour chaque échantillon. Les résultats de la dureté moyenne obtenus sont répertoriés dans le tableau ci dessous :

Tableau III. 10 Valeurs de la dureté Vickers (Hv)

Essais	Métal de base	R0	R4	R6	R12
La moyenne de la dureté (Hv)	173.98	330.94	262.91	241.45	222.52

En comparant les différents résultats obtenus, nous pouvons constater que la dureté Vickers passe d'une moyenne de 173.98 à l'état initial à 330.94 quand y'a rupture. On en déduit ainsi qu'il y'a une transformation de phase, l'austénite s'est transformée en martensite au cours de la déformation plastique. En comparant aussi les duretés Vickers obtenues à différents rayons d'entailles on remarque que plus le rayon d'entaille est petit plus la dureté est élevée. Ce qui nous a amené à dire que le triaxialité favorise positivement la transformation martensitique.

III.2.4 Faciès de rupture

Les figures III.12(a,b,c,d) correspondent respectivement aux micrographies des faciès de rupture des éprouvettes entaillées R0, R4, R6 et R12 ,de l'acier inox AISI 304L(X2CrNi 18-9), obtenus après la rupture . Ces micrographies sont faites par la microscopie électronique à balayage en mode électron secondaire. Sur toutes les micrographies obtenues, on observe l'existence des alvéoles étirées dans la direction de glissement, ce qui nous permet de dire que la rupture est ductile dans toutes les éprouvettes. On en déduit ainsi que la transformation martensitique qui se produit dans les aciers à effets TRIP notamment l'acier 304L n'affecte pas la ductilité du matériau.

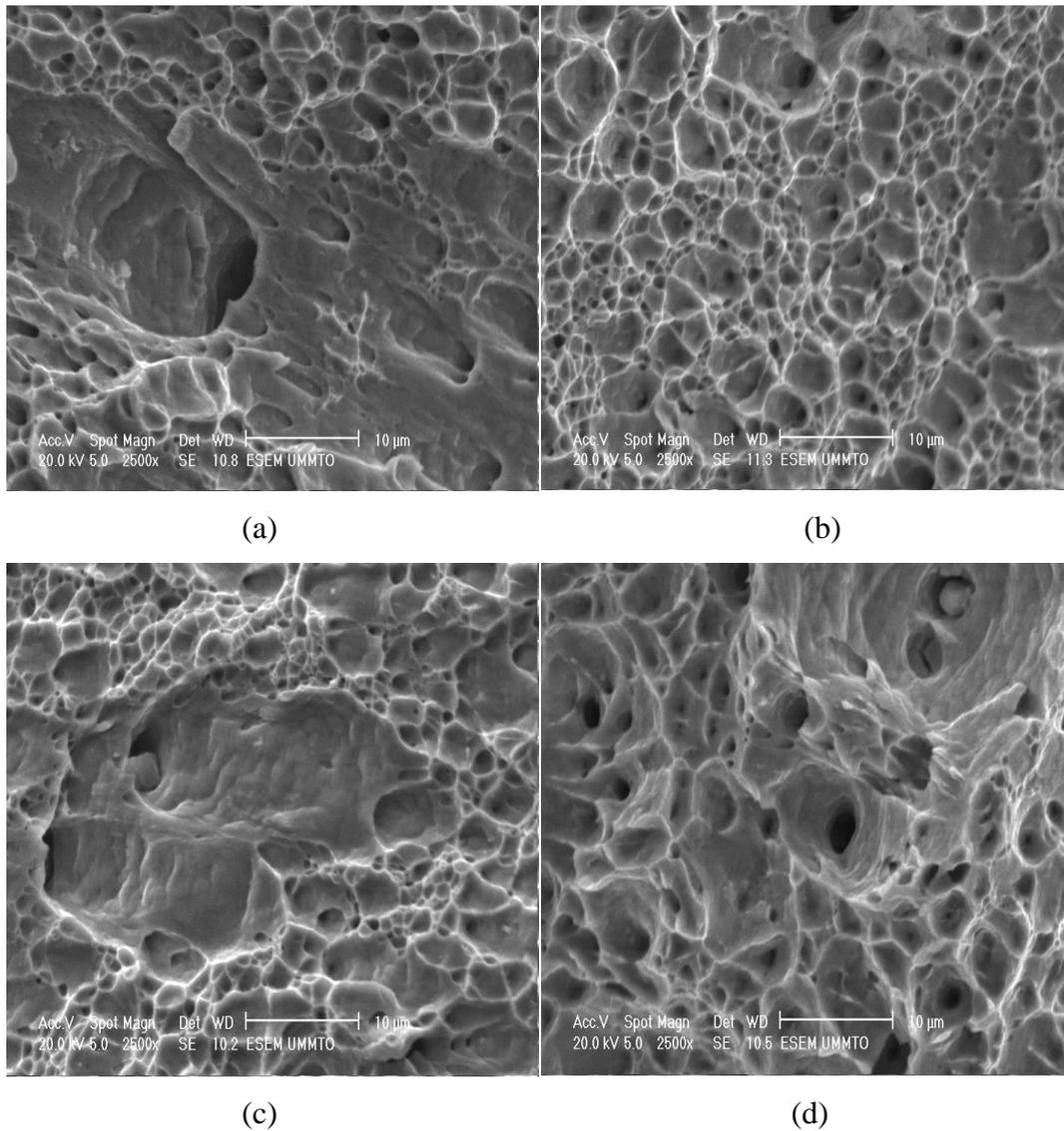


Figure III.12 : Faciès de rupture obtenus par le MEB

Conclusion générale

Au cours de ce présent travail le but était de déduire les caractéristiques de notre métal de base ainsi que l'influence de la triaxialité (état de contrainte) sur la transformation martensitique dans ce type d'acier. Pour cela nous avons réalisé des essais de traction sur quatre éprouvettes normalisées. Chacune de ces éprouvettes porte une entaille sous forme d'un rayon sur sa partie utile, la taille des rayons d'entaille est 0mm (métal sain), 4mm, 6mm et 12mm. L'essai de traction est ensuite suivi d'une observation microscopique et d'un essai de dureté Vickers. Les observations microscopiques ont été faites afin de suivre l'évolution de la microstructure en fonction de la triaxialité et pour déterminer le type de rupture qui s'est produit, pour cela nous avons utilisés le microscope électronique à balayage pour étudier la morphologie de la surface de rupture (faciès de rupture) et le microscope optique pour suivre l'évolution de la microstructure de nos échantillons.

Les résultats de l'essai de traction nous ont montré que notre matériau à un comportement élasto-plastique ductile. On a remarqué aussi un changement d'allure sur toutes les courbes correspondant à la transformation de l'austénite en martensite. La superposition des courbes des éprouvettes entaillées ont montré que la courbe de l'éprouvette à triaxialité importante (R4) passe au dessus des autres courbes (R6 et R12) quelque que soit en terme de résistance ou en plasticité.

Les observations au microscope optique ont révélé l'existence de deux phases qui sont la martensite et l'austénite et cela pour tout les échantillons analysés. Les lamelles de martensite se localisent dans les grains austénitiques. Les micrographies ont montré également que la quantité de la martensite qui s'est formée est plus importante dans les échantillons à triaxialité élevée. Ces resultat sont confirmé par l'essai de dureté. En effet, en comparant les duretés

Vickers obtenues à différents rayons d'entaille on remarque que plus le rayon d'entaille est petit plus la dureté est élevée. Ce qui nous a amené à dire que la triaxialité favorise positivement la transformation martensitique.

L'observation au microscope électronique des faciès de rupture a révélé des cupules orientées dans la direction de cisaillement et cela pour tous les échantillons témoignant ainsi d'une rupture ductile. On en déduit ainsi que la transformation martensitique qui se produit dans les aciers à effets TRIP notamment l'acier 304L n'affecte pas la ductilité du matériau.

En perspective, l'étude peut être approfondir par des analyses à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX) afin de déterminer le type de la martensite qui s'est formée et de pouvoir également la quantifier.

Références Bibliographiques

- [1] : J.BARALIS G. MAEDER : précis métallurgie, édition Nathan, Paris 1997, p.102.
- [2] : CASTRO, R. Historique des aciers inoxydables, les aciers inoxydables. 1990. Les éditions de physique.
- [3] : GUY MURRY, Technique de l'ingénieur, Matériaux, Aciers. Généralités, M300.
- [4] : REGIS KUBLER, comportement thermomécanique des aciers à effet TRIP : approches Micromécaniques et phénoménologiques « applications à la mise en forme », ENSMA Paris 2004.
- [5]: W. MITTER, Umwandlungsplastizität und ihre Berücksichtigung bei der Berechnung von Eigenspannungen. Materialkundlich-Technische, Stuttgart, Allemagne, (1987).
- [6]. ZIARI SABER, modélisation de la plasticité de transformation dans les phases de Transformation, Constantine 2006.
- [7] : A et B PIERRE-JEAN CUNAT, « Aciers inoxydables, critères de choix et structures », traité « Matériaux métalliques », Techniques de l'ingénieur, mars 2000, M4540.
- [8] GREENWOOD GW, JOHNSON RH. The deformation of metals under small stresses during phase transformations. Proc Roy Soc London A 1965;283:403.
- [9] MAGEE CL. Transformation kinetics, microplasticity and ageing in Fe-31-Ni. PhD thesis, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh, PA; 1966.
- [10] : E. GAUTIER, J.S. ZHANG, X.M. ZHANG, « Martensitic transformation under stress in ferrous alloys : Mechanical behaviour and resulting morphologies » Journal de Physique IV, Vol 5, (1994), pp. 41-50.
- [11]. T. ANGEL, « Formation of martensite in austenitic stainless steels: Effects of deformation, temperature and composition » Journal of the Iron and Steel Institut, 177, (1954), pp. 154-174.
- [12]. IRVINE, K.J., High-strength austenitic stainless steels. J. of the Iron and Steel Inst. (1961), pp153-175.

Références Bibliographiques

- [13]. HECKER, S.S., STOUT, M.G., STAUDHAMMER, K.P., SMITH, J.L., Effects of strain state and strain rate on deformation induced transformation in 304 stainless steel: Part I et Part II. *Met. Trans. A* (1982), 13A, pp619-635.
- [14]. STOUT, M.G., FOLLANSBEE, P.S., Strain rate sensitivity, strain hardening, and yield behavior of 304L stainless steel. *Trans. ASME* (1986), 108, pp344-353.
- [15] DAVID G, les aciers inoxydables: propriétés, mise en oeuvre, employ, norms, Technique et documentation, Lavoisier.
- [16] BUZIT, S., BERGUGNAT, J.B., Evolution of texture of the austenite during martensitic transformation in TRIP steels. Rapport de fin d'études, ENSAM Metz (2001).
- [17] OLSON, G.B., COHEN, M. Stress assisted isothermal martensitic transformation: application to TRIP steels. *Metalurgical Transactions A* (1982), 13A, p1907.
- [18]. IWAMOTO T, TOMITA Y. Computational prediction of deformation behaviour of TRIP steels under cyclic loading. *International Journal of Mechanical Sciences* 2001;43:2017–34.
- [19] BYAN T.S., HASHIMOTO N. et FARRELL K., Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviours in austenitic stainless steels, *Acta Materialia* (2004), 52, p.3889-3899.