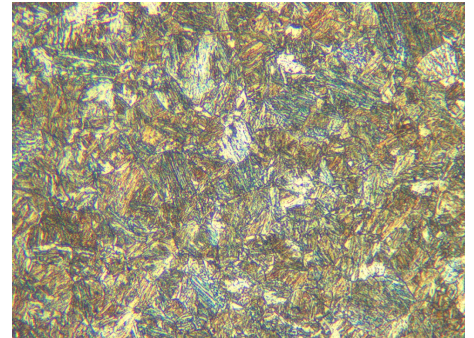
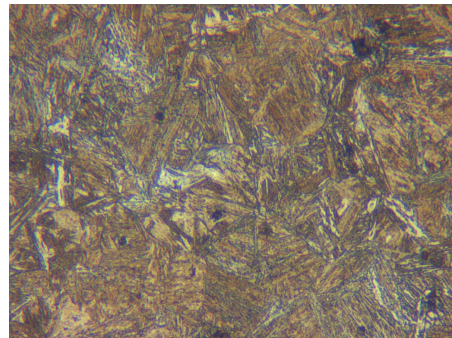
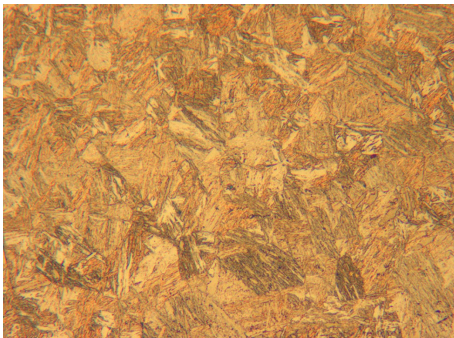


PROJET DE DIPLÔME

Sur le thème

DETERMINATION DU DIAGRAMME TRC POUR UN ACIER HAUTE RESISTANCE, LE S690QH



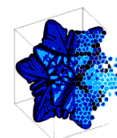
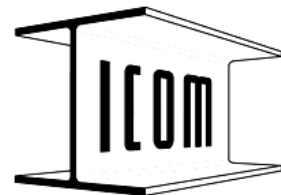
Diplômant : François-Joseph CONTAT

Responsables : Prof. Alain NUSSBAUMER
MER Jean-Marie DREZET

Assistants : Farshid ZAMIRI (ICOM)
Bastien MIREUX (LSMX)



ÉCOLE POLYTECHNIQUE
FÉDÉRALE DE LAUSANNE



LSMX
LABORATOIRE DE SIMULATION DES MATERIAUX
COMPUTATIONAL MATERIALS LABORATORY

Année académique 2013 – 2014

Image de couverture :

Les différentes microstructures obtenues pour l'acier S690QL du présent rapport à partir de la phase austénite au cours du processus de refroidissement. Evolution de gauche à droite d'une vitesse de refroidissement décroissante

(1) Martensite, (2) Bainite/Martensite/Ferrite, (3) Bainite/Ferrite/Perlite

« L'important dans la
recherche,
c'est l'imprévisible

François Gros et François Jacob, *Sciences de la vie et société*

O BJECTIFS

Ce travail vise à la prédiction des contraintes résiduelles générées au cours d'une opération de soudage pour un acier à haute résistance, le S690QH. Il s'agit de se limiter aux techniques de soudage à l'arc et plus particulièrement au procédé du Métal active gas (MAG).

En raison de la complexité des phénomènes mis en jeu, une étude premièrement bibliographique est nécessaire afin de caractériser le comportement thermodynamique des aciers. Une étude expérimentale sera par la suite menée afin de valider les lois de comportement et déduire les principales caractéristiques de l'acier S690QH. L'ensemble de ces expérimentations permettra la construction du diagramme de transformations en refroidissement continu (TRC). Les ingénieurs-soudeurs peuvent être particulièrement intéressés par cette information afin de préciser les DMOS de structures réalisées avec cet acier.





19740
obitel
20

SOMMAIRE

Introduction générale	1
I. Enoncé du problème	2
II. Objectifs	3
III. Structure du rapport	3
Première partie : Protocoles expérimentaux	5
I. Matériau : S690QH	6
II. Caractérisation des spécimens	7
III. Protocole	8
1. Cycle de réchauffement	8
2. Cycle de refroidissement	9
3. Métallographie	11
4. Essais de dureté	13
IV. Conclusions	14
Seconde partie : Méthode expérimentale sur Gleeble® 1500	15
I. Dispositif Gleeble® 1500	16
II. Réglage de la Gleeble® 1500	18
1. Calibration des instruments de mesure	18
2. Paramètres PID	19
3. Simulation du Satoh test	20
4. Modification du dispositif	23
III. Méthode de traitement des données	24
1. Hypothèses	24
2. Interprétation des courbes dilatométriques	25
IV. Conclusions	28

Troisième partie : Présentation et analyse des résultats	29
I. Présentation des résultats	30
1. <i>Cycle de réchauffement</i>	30
2. <i>Cycle de refroidissement</i>	34
3. <i>Métallographie</i>	37
4. <i>Essais de dureté</i>	39
II. Construction de la loi de comportement en phase de réchauffement	42
III. Construction du diagramme CCT	43
IV. Conclusions	45
Quatrième partie : Etude comparative	47
I. Comparaison avec les modèles de calcul	48
II. Comparaison en fonction des éléments d'addition	52
III. Conclusions	55
Cinquième partie : Conclusion générale	57
Bibliographie	59
Annexes	63

NOTATIONS

LETTRES

Ac_{1,v}	Désigne la température de début d'austénisation pour une vitesse de chauffe v
Ac_{3,v}	Désigne la température de fin d'austénisation pour une vitesse de chauffe v
B_{S,v}	Désigne la température de début de transformation bainitique pour une vitesse de refroidissement v
E_T	Désigne la valeur du module de Young pour une température T
F_{S,v}	Désigne la température de début de transformation ferritique pour une vitesse de refroidissement v
L	Désigne la longueur de l'éprouvette
LVDT	Désigne le système Linear Variable Differential Transformer de mesure dilatométrique
MAG	Acronyme désignant le Metal Active Gas , procédé de soudage semi-automatique avec un fil sous protection gazeuse active
M_{S,v}	Désigne la température de début de transformation martensitique pour une vitesse de refroidissement v
M_{F,v}	Désigne la température de fin de transformation martensitique pour une vitesse de refroidissement v
PID	Acronyme pour régulateur proportionnel intégral dérivé . Désigne l'organe de régulation de la machine Gleeble [®] 1500 pour les grandeurs température, force et déplacement
P_{S,v}	Désigne la température de début de transformation perlitique pour une vitesse de refroidissement v
RL	Désigne la règle du levier qui permet l'extraction des cinétiques de phases à partir d'une courbe dilatométrique moyennant certaines hypothèses
t	Désigne le vecteur temps
T	Désigne le vecteur température
TRC	Acronyme désignant le diagramme de transformation à refroidissement continu indissociable d'un certain type d'acier, de sa composition en éléments d'alliage et de la taille des grains austénitiques. Notation anglo-saxonne : CCT
TRIP	Acronyme désignant la déformation plastique induite par un changement de phase (Transformation Induced Plasticity)
TTT	Acronyme désignant le diagramme de transformation isothermes faisant intervenir les paramètres Temps - Température - Transformation
ZAT	Acronyme désignant la zone du métal de base affectée par la chaleur par une opération de soudage. Notation anglo-saxonne : HAZ

LETTRES SPECIALES

α_x	Désigne le coefficient de dilatation thermique pour la phase x
ν_T	Désigne le coefficient de poisson pour la température T
ρ_T	Désigne la masse volumique pour la température T
σ	Désigne la contrainte
s	Désigne la conductivité
ε	Désigne la déformation
ξ	Désigne l'erreur
Δ	Désigne la différence entre une valeur de référence et une valeur mesurée pour un temps donné ou une température donnée
$\Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}$	Désigne le terme de compaction entre les phases austénitique et ferritique

INDICES

i	Désigne la position à la quelle on se situe sur un vecteur
α	Désigne la phase ferritique
$\acute{\alpha}$	Désigne la phase martensitique
γ	Désigne la phase austénitique

L ISTE DES FIGURES

- Figure 1.** Passerelle Kurt-Heartel-Passage de Munich, Bernd Loos (2010), <http://www.flirckr.com>
- Figure 2.** Illustration du problème inverse
- Figure 3.** Autoroute A73, BW 67-1, pont en arc en treillis à grande ouverture, SSF Ingénieure (2008), <http://www.ssf-ing.de/>
- Figure 4.** Méthode de prélèvement dans un tube ROR
- Figure 5.** Microstructure de l'acier S690QH sans traitement thermique (attaque 2% Nital)
- Figure 6.** Traitement de l'image donnée en figure 5 à partir de ImageJ
- Figure 7.** Protocole pour caractériser le comportement de l'acier S690QH en cycle de réchauffement
- Figure 8.** Protocole pour caractériser le comportement de l'acier S690QH en cycle de refroidissement
- Figure 9.** Procédure d'extraction des fractions de phase
- Figure 10.** Etapes de préparation des échantillons
- Figure 11.** Metalogram, sélection de la méthode de préparation selon les propriétés du matériau
- Figure 12.** Illustration du dispositif pour les tests Vickers
- Figure 13a.** Principe du fonctionnement général de la machine Gleeble® 1500
- Figure 13b.** Illustration de l'effet Power Angle et du moment de mesure de la température
- Figure 14.** Calibration LVDT
- Figure 15.** Résultats pour un chauffage de 100°C/s pour le dispositif 1 (à gauche) et de 10°C/s pour le dispositif 2 (à droite, avec sa partie en refroidissement)
- Figure 16.** Résultats obtenus pour un essai de type Satoh
- Figure 17.** Dilatométrie pour un essai de type Satoh
- Figure 18.** Dilatométrie obtenue au moyen d'un contrôle en force pour une vitesse de refroidissement de 2.5°C/s
- Figure 19.** Philosophie de correction des courbes dilatométriques
- Figure 20.** Dispositif Gleeble « low force pocket jaws »
- Figure 21.** Exemple de dispositif imaginé pour la Gleeble® 1500 afin de simuler une dilatométrie libre
- Figure 22.** Test de chauffe avec une liaison en cuivre sur Gleeble® 1500
- Figure 23.** Illustration de la règle du levier (exemple pour la phase de réchauffement)
- Figure 24.** Illustration de la méthode de résolution pour trouver les températures de début de transformation
- Figure 25.** Interprétation visuelle des courbes de refroidissement
- Figure 26.** Courbe dilatométrique en cycle de réchauffement pour le test 16

- Figure 27.** Résultats des tests de dilatométrie libre en phase de réchauffement pour 10°C/s (gauche) et 700°C/s (droite) [2]
- Figure 28.** Répartition statistique des températures de début et de fin d'austénisation
- Figure 29.** Diagramme de transformation en chauffage continu [38]
- Figure 30.** Répartition statistique des coefficients de dilatation pour la phase austénitique et ferritique (cycle de réchauffement)
- Figure 31.** Répartition statistique du terme de compaction
- Figure 32.** Evolution des fractions de phase approximée par une spline lissée
- Figure 33.** Evolution des fractions de phase approximée par une fonction de Fourier
- Figure 34.** Courbes dilatométriques en phase de refroidissement à différentes vitesses
- Figure 35.** Répartition statistique des coefficients de dilatation pour la phase austénitique et ferritique (cycle de refroidissement)
- Figure 36.** Diagramme TRC tiré de l'article de Zhao1995[43]
- Figure 37.** Vue au microscope des plaquettes et des lattes de martensite pour une vitesse de -40°C/s (grossissement x20)
- Figure 38.** Vue au microscope d'une structure martensitique et bainitique obtenue à une vitesse de -23°C/s (grossissement x20)
- Figure 39.** Vue au microscope d'une structure bainitique et faiblement ferritique obtenue à une vitesse de -6.66°C/s (grossissement x20 pour la vue de gauche et x50 pour la vue de droite)
- Figure 40.** Vue au microscope d'une structure bainitique et faiblement ferritique obtenue à une vitesse de -6.66°C/s (grossissement x20 pour la vue de gauche et x50 pour la vue de droite)
- Figure 41.** Vue au microscope d'une structure bainitique et ferritique obtenue à une vitesse de -4.60°C/s (grossissement x50)
- Figure 42.** Vue au microscope d'une structure ferritique et faiblement bainitique obtenue à une vitesse de -2.50°C/s (grossissement x20 pour la vue de gauche et x50 pour la vue de droite)
- Figure 43.** Diagramme TRC de l'acier S690QL [3]
- Figure 44.** Evolution de la dureté en fonction des différentes vitesses de refroidissement (avec en pointillé les incertitudes)
- Figure 45.** Evolution des duretés pour l'acier S690QL [3]
- Figure 46.** Résultats obtenus au moyen de la modélisation JMatPro
- Figure 47.** Illustration du phénomène de cémentation
- Figure 48.** Evolution de la dureté en fonction du refroidissement, JMatPro
- Figure 49.** Diagramme TRC de SLV
- Figure 50.** Diagramme TRC de Nolde

L

ISTE DES TABLES

- Tableau 1.** Composition en élément d’alliage pour l’acier S690QH
- Tableau 2.** Vitesses de refroidissement pour la construction du diagramme TRC
- Tableau 3.** Paramètres pour l’utilisation de l’enrobeuse EPFL (MX)
- Tableau 4.** Paramètres pour les tests de dureté
- Tableau 5.** Prise en compte des incertitudes pour les tests Vickers (ISO6507)
- Tableau 6.** Réglage des paramètres PID pour les protocoles d’essais
- Tableau 7.** Comparaison des températures d’austénisation en fonction de la vitesse de chauffe
- Tableau 8.** Evolution des températures de transformation de phase en fonction de la vitesse de refroidissement
- Tableau 9.** Evolution des duretés en fonction de la vitesse de refroidissement
- Tableau 10.** Comparaison des valeurs de transformations de phase
- Tableau 11.** Composition chimique en éléments d’alliage pour les aciers S690QH et S690QL [2]
- Tableau 12.** Comparaison des quantités en éléments d’alliage pour les aciers S690QH et S690QL

L

ISTE DES FORMULES

- F1.** Puissance délivrée par un courant alternatif
- F2.** Valeur du coefficient de Seebeck
- F3.** Rapport entre les coefficients thermiques de l'acier et du quartz
- F4.** Relation pour la calibration LVDT
- F5.** Relation pour passer des lectures Gleeble aux valeurs réelles de force
- F6.** Calcul de la contrainte pour un problème 1D
- F7.** Expression de la déformation dans le cas d'un problème de soudage
- F8.** Expression de la déformation sous H2
- F9.** Règle de l'additivité

INTRODUCTION GENERALE

Ces dernières années témoignent d'une réinterprétation architecturale des ponts mixtes en raison de l'utilisation d'acier à haute résistance. Ainsi de nouvelles conceptions viennent façonner avec plus de légèreté et de transparence nos paysages européens comme en témoignent la passerelle Kurt-Heartel-Passage de Munich (figure 1) ou encore le passage supérieur de la LIF 2 en Bavière (figure 3). D'apparence simples, ces structures sont cependant complexes. En effet, l'ingénieur doit accorder une attention toute particulière à leur dimensionnement, et principalement à leur résistance en fatigue.

Ces structures mixtes peuvent se présenter sous la forme de poutres de treillis dont les diagonales sont soudées bout-à-bout aux membrures. L'opération de soudage, généralement réalisée au MAG (Métal active gas), est à l'origine de la création de contraintes résiduelles. Ainsi, pour de tels assemblages, la région des nœuds constitue la zone de faiblesse et détermine le comportement à la fissuration de la structure.

En effet, les états de contraintes mettent à mal la durée de vie des composants : ils affectent la zone de reconstitution de la matière par la création de distorsions, facilitent la corrosion et la fissuration à froid (maintien de la fissure ouverte, réf. Zamiri2014[1]). Les travaux qui ont été menés par l'ICOM ces dernières années se sont intéressés au comportement à la fatigue des nœuds moulés de géométrie complexe tels que les joints tubulaires en K.

I. Enoncé du problème

Ce travail s'inscrit dans l'étude de la prédiction des contraintes résiduelles générées au cours d'une opération de soudage pour permettre ainsi l'amélioration des critères de prédictions du comportement en fatigue pour les aciers à haute résistance. Sur la base du travail de Rohr2013[2], qui a permis entre-autres de caractériser le comportement métal-mécanique de l'acier S690QH, vient se greffer ce projet de master qui se borne à déterminer le diagramme TRC de ce même acier.

Ce diagramme est un outil essentiel pour mieux comprendre les cinétiques de transformation de phases et l'influence des éléments d'alliage sur la forme générale du TRC. Son utilisation permettra d'améliorer les programmes de calcul FEM et la prévision des champs de contraintes résiduelles. Une modélisation plus fine des phénomènes liés à la transformation métallurgique des aciers est d'un intérêt tout particulier afin de créer de nouveaux matériaux aux propriétés spécifiques.



Figure 1. Passerelle Kurt-Heartel-Passage de Munich, Bernd Loos (2010), <http://www.flirckr.com>

II. Objectifs

La construction du diagramme TRC de l'acier S690QH s'appuie sur une série de tests et, comme l'illustre la figure 2, elle ne se base pas sur les modèles de calcul élaborés par Avrami ou encore Leblond (Amalou2006 [50]). Le but de ce projet est d'extraire les fractions de phases et les cinétiques de transformation à partir des mesures dilatométriques préalablement réalisées au moyen de la machine Gleeble[®] 1500.

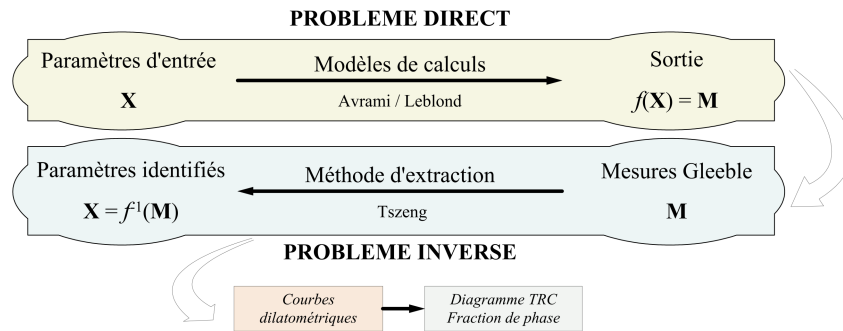


Figure 2. Illustration du problème inverse

Ce travail se fonde sur de nombreux articles comme celui de Taleb2001[7], afin de caractériser les effets de plasticité pour les transformations de phases, et aussi celui de Lee2006[8] pour l'extraction des fractions de phase à partir de mesures dilatométriques. L'interprétation des différentes courbes expérimentales trouve sa source entre-autres dans le travail de Lindgren2007[9] et de Zhao2001[10].

III. Structure du rapport

Le présent rapport s'articule de la manière suivante :

Première partie : Protocoles expérimentaux

Introduction des caractéristiques du matériel de base, de la forme des éprouvettes adoptée et présentation des protocoles expérimentaux en fonction des paramètres recherchés. Indication des éventuelles sources d'erreur.

Seconde partie : Méthode expérimentale sur la Gleeble[®] 1500

Présentation des différentes interventions qui ont été réalisées au niveau de la Gleeble[®] 1500 avec une description du fonctionnement général de cette machine. Les méthodes d'interprétation des courbes dilatométriques y sont aussi explicitées.

Troisième partie : Présentation et analyse des résultats

Exposition et critique des résultats obtenus au moyen de la Gleeble[®] 1500 et de la métallographie en fonction des articles de référence.

Quatrième partie : Etude comparative

Comparaison entre le diagramme TRC déterminé par JMatPro et celui issu des expériences et confrontation des compositions chimiques.

Cinquième partie : Conclusion générale

Synthèse des conclusions et propositions de travaux futurs.

Sont fournis en annexe les informations complémentaires sur l'utilisation de la Gleeble, la correspondance avec les professionnels, quelques articles de référence et les programmes de calcul de transformation structurale.



Figure 3. Autoroute A73, BW 67-1, pont en arc en treillis à grande ouverture, SSF Ingénieure (2008), <http://www.ssf-ing.de/>

P

REMIERE PARTIE

PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

S'appuyant sur les publications des revues spécialisées

Dans cette première partie, nous allons préciser quel protocole expérimental permet de trouver les inconnues nécessaires à l'obtention du diagramme TRC spécifique de l'acier S690QH pour une composition en élément d'alliage donnée. Pour ce faire, en s'appuyant sur l'étude bibliographique qui a été réalisée au moment de la pré-étude, nous allons exposer le matériel de base avec lequel ont été effectuées nos expérimentations, caractériser sa composition initiale et indiquer quelle forme d'éprouvettes semble la plus adaptée à nos objectifs. Nous nous inspirerons des protocoles expérimentaux tirés de la littérature existante. Les campagnes d'essais seront menées sur la machine Gleeble® 1500.

I. Matériau de base : S690QH

Les expériences sont réalisées sur l'acier S690QH, acier de construction trempé et revenu. Cet acier possède une haute limite d'élasticité égale à $R_{p0.2} = 812 \pm 5 \text{ MPa}^1$ à température ambiante (25°C) (réf. tests Rohr2013[1]). Le revenu, qui fait suite à la trempe de l'acier (formation de martensite), permet de gagner en ductilité par la formation de ferrite et de cémentite.

Cet acier provient des profilés ROR du treillis d'étude de Zamiri2014[1]. Le prélèvement est réalisé dans le sens longitudinal, comme l'illustre la figure 4, et est suivi d'un usinage par décolletage. En raison du gabarit des éprouvettes, un seul prélèvement est réalisé dans l'épaisseur du ROR. On supposera pour la suite que les éprouvettes présentent des caractéristiques identiques (composition, propriétés mécaniques...).

Quant à l'analyse chimique, l'étude a été réalisée par V&M (Vallourec & Mannesmann Tubes) et elle est reportée au tableau 1 (réf. Zamiri2014[1]).

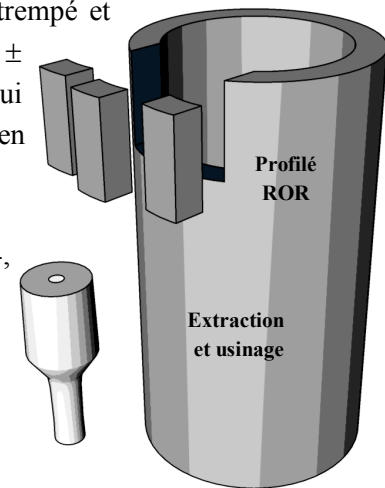


Figure 4. Méthode de prélèvement dans un tube ROR

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Al	Ti	Nb	N
0.15	0.29	1.54	0.01	0.0013	0.7	0.1	0.21	0.07	0.06	0.026	0.005	0.032	0.0063

Tableau 1. Composition en élément d'alliage pour l'acier S690QH [1]

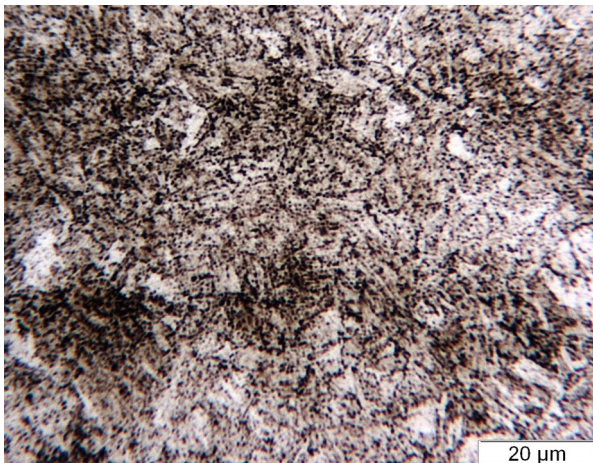


Figure 5. Microstructure de l'acier S690QH sans traitement thermique (attaque 2% Nital)

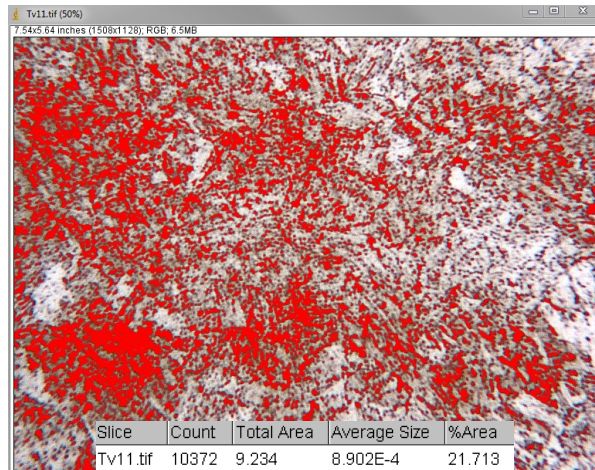


Figure 6. Traitement de l'image donnée en figure 5 à partir de ImageJ

La microstructure de cet acier, présentée en figure 5, se caractérise par un pourcentage en bainite d'environ 84% et une quantité en martensite de 16% (réf. Zamiri2014[1]). On remarque une fine dispersion de la cémentite (Fe_3C , partie foncée sur la figure 5) noyée dans une structure ferritique, typique d'une structure bainitique.

Pour caractériser la dureté de l'éprouvette initiale, nous avons procédé à des tests Vickers avec quatre points de mesure (deux au centre et deux aux bords) : nous obtenons $269\text{HV}_{20}/16^2$ avec une précision de $\pm 4.2\text{HV}$.

¹ Résultats obtenus sur 3 échantillons par tests Gleeble® 1500 par contrôle en déplacement. Référence au travail Rohr2013[1]

² Essais obtenus pour une surface circulaire plane de $28.3[\text{mm}^2]$ (diamètre de $6[\text{mm}]$), pour une épaisseur d'éprouvette de $6 \pm 2[\text{mm}]$ et en considérant une erreur maximale pour la machine de 3%

Dans le but de confirmer les différentes hypothèses faites sur les fractions de phases initiales de nos échantillons, nous allons traiter l'image 5 avec le logiciel *ImageJ*. Ce logiciel va nous permettre de sélectionner les surfaces en fonction de leur couleur et ainsi de déterminer les fractions de chaque domaine monophasé pour la zone de l'échantillon étudiée.

Les points noirs qui apparaissent sur la photographie représentent la précipitation de cémentite. On précise au programme de prendre en compte uniquement les surfaces foncées de l'image (cf. figure 6). Le programme nous fournit finalement un pourcentage en Fe_3C de 21.7%. Avec un pourcentage de bainite, admis à 84%, il est possible de retrouver la fraction de ferrite : 62.3%. La manipulation a été répétée pour trois différents clichés (1 au centre et 2 aux bords). On obtient finalement une valeur moyenne de $C_{\text{Fe}_3\text{C}}=21.3\%$ et de $C_{\alpha}=62.7\%$.

En combinant ces fractions de phases à leur dureté, il est possible de retrouver la valeur de la dureté de l'échantillon précédemment donnée. Pour cela, on se réfère à un article paru sur le site de *Techniques de l'ingénieur*, Murry2000[5], qui assume que la cémentite possède une dureté de 700HV et que la ferrite possède une dureté de 80HV. De plus, en tenant compte du travail de Nolde[3] et de SLV[4], on suppose que pour une structure totalement martensitique on obtient une dureté de 420HV.

$$420 \times 16 / 100 + 80 \times 62.7 / 100 + 700 \times 21.3 / 100 = 266 \text{HV}$$

On retrouve donc bien la dureté de l'élément testé pour l'intervalle de précision donné et suivant les hypothèses. D'autre part, afin de se rendre compte de l'acceptabilité de la valeur de dureté mesurée, il est possible d'utiliser la relation qui lie H_V à R_p :

$$R_p = H_V / 3$$

avec R_p en $[\text{kg}/\text{mm}^2]$ et $g = 9.81$ $[\text{kg} \cdot \text{m}/\text{s}^2]$.

$$R_p = 880 \text{ [MPa]}$$

Cette valeur de limite d'élasticité est supérieure à celle mesurée par Rohr2013[2]. Elle semble plutôt s'approcher de la résistance ultime en traction. Néanmoins, cet écart s'explique par l'accumulation de sources d'imprécisions :

- ◆ Les tests de traction à température ambiante ont été réalisés par un contrôle en déplacement au moyen de la machine Gleeble[®] 1500. Or, (cf. *Annexe A*, correspondance et glissement relatif des mors), la machine semble nous donner une borne inférieure de la valeur réelle de force.
- ◆ Les mesures de dureté sont aussi légèrement perturbées (présence de résine, plus compressible). Les valeurs de dureté mesurées sont donc majorées. En considérant une erreur maximale de 3% pour la machine, on arrive à $R_p = 841$ [MPa].

Quoiqu'il en soit, les valeurs obtenues se situent dans l'intervalle *limite d'écoulement / résistance à la traction* : les échantillons sont représentatifs des hypothèses précédemment réalisées.

II. Caractérisation des spécimens

La géométrie de nos éprouvettes doit garantir :

- ◆ L'obtention d'un très faible gradient thermique sur la section transversale où s'effectuent les mesures,
- ◆ Une section transversale suffisante pour venir réaliser des tests de contrôle aux essais TRIP¹ effectués par Rohr2013[2]²,
- ◆ Une chauffe efficace de l'éprouvette : liée à la taille de l'éprouvette et à sa longueur (pour limiter le gradient longitudinal),
- ◆ La réalisation de mesures dilatométriques dans le sens transversal

Une section circulaire a été choisie pour éviter les effets de bord (comme pour une section carrée) lors du chauffage par effet Joule et pour satisfaire la compatibilité avec les mors d'attache. L'essai TRIP est le

¹ Se référer à la page des notations

² Les tests TRIP ont permis de déterminer une déformation $\epsilon_p = 0.0012$ [-]

³ Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials

paramètre déterminant pour la définition du diamètre. Ainsi, en s'inspirant des géométries prescrites dans l'ASTM E21 – 09³ et de la thèse Rohr2013[2], le diamètre sur lequel vont être effectuées nos mesures thermiques et de dilatométrie est égal à $6 [mm]$. La géométrie générale de l'éprouvette est reportée en *Annexe B*. Nous supposons qu'il existe un faible gradient thermique transversal et donc que la température mesurée à l'aide du thermocouple (soudé par décharge électrique sur la surface de l'éprouvette) est uniforme sur la section transversale. D'autre part, au moment de la réception des échantillons, il faudra vérifier l'état de surface des éprouvettes (influence le gradient thermique).

La géométrie choisie modifie aussi la vitesse de refroidissement critique à l'air (effet de convection/conduction/rayonnement avec l'air ambiant) : avec un diamètre grandissant, la vitesse de refroidissement diminue.

III. Protocole

Notre but est de pouvoir simuler le comportement de notre acier en phase de réchauffement et en phase de refroidissement. Il s'agit donc de convenir de deux protocoles expérimentaux : un qui soit capable de simuler l'effet du soudage au MAG et un autre qui permette de caractériser le comportement de la ZAT lorsqu'elle se refroidit. Les traitements de surfaces réalisés sur nos éprouvettes pour étudier leur métallographie et leur dureté seront également présentés.

III.1. Cycle de réchauffement

La Gleeble[®] 1500 est une machine puissante capable de reproduire des situations thermiques, mécaniques et métallurgiques variées et avec laquelle il est possible de dépasser des vitesses de chauffe de $700[^\circ\text{C}/\text{s}]$. Or dans notre cas d'étude, nos essais doivent pouvoir simuler les conséquences d'un soudage au MAG. En se référant à la thèse Mayr2007[6], il est possible de considérer une vitesse de réchauffement égale à $100[^\circ\text{C}/\text{s}]$ pour les soudures réalisées à l'arc.

Une première série de tests sera réalisée en imposant un cycle thermique tel que proposé en figure 7 : la montée en température jusqu'à 1100°C permet de reproduire le comportement de l'acier au niveau de la zone de recristallisation (cf. Pré-étude, figure 6) (c'est la zone qui se situe à côté de la région de grossissement des grains austénitiques et de la zone partiellement transformée). Le refroidissement se réalise dès que la température maximale est atteinte (sans maintien). En effet, le maintien d'une température constante n'était pas compatible pour les paramètres PID (*Annexe D*) réglés (overshoot trop important). D'autre part, les résultats obtenus lors de la phase de refroidissement n'étaient pas exploitables en raison du mauvais contrôle en force réalisé par la Gleeble[®] 1500. C'est pourquoi une seconde campagne de tests (pour le calcul des cinétiques de transformation) a été menée (III.2. Cycle de refroidissement).

Le cycle de réchauffement n'est imposé qu'une seule fois à une éprouvette. Ainsi, la composition initiale de l'échantillon n'est pas perturbée. Les expériences garantissent donc une certaine représentativité (hormis les autres sources d'imprécisions) du comportement du métal de base affecté thermiquement.

Ces premiers tests ont été réalisés avec le dispositif initial de la Gleeble[®] 1500 (sans modifications pour le contrôle en force nulle, cf. *Annexe C*). L'échantillon est inséré, de chaque côté, dans les mors en cuivre. Ces derniers éléments sont refroidis continuellement au moyen d'un circuit de refroidissement fermé, à eau (valable pour ces premiers essais, cf. III.2.). L'eau est maintenue à une température de 20°C .

Comme il est précisé en figure 7, la vitesse de refroidissement obtenue uniquement avec ce système de refroidissement (sans autres interventions et pour la configuration d'installation précisée) est de $21 [^\circ\text{C}/\text{s}]$ en moyenne (i.e. un $t_{8/5}=14 [s]$). La vitesse de $100 [^\circ\text{C}/\text{s}]$ est atteinte avec un refroidissement à l'air pulsé (installation d'une buse en cuivre à côté de l'éprouvette). Un régulateur permet de contrôler le débit sortant.

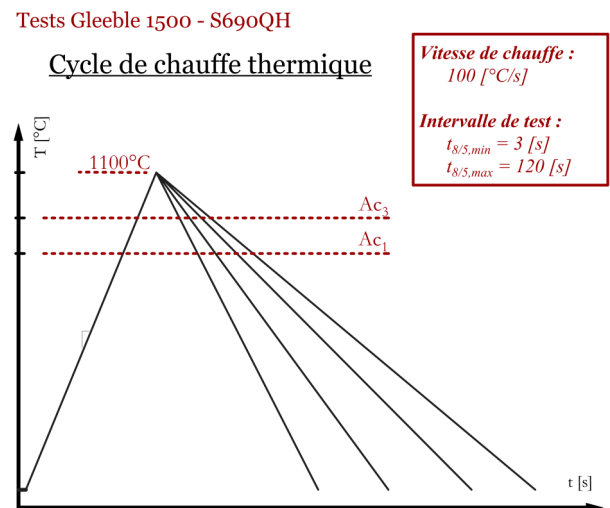


Figure 7. Protocole pour caractériser le comportement de l'acier S690QH en cycle de réchauffement

L'Annexe D fournit l'ensemble des recommandations en ce qui concerne l'installation générale des éléments (mors, cales...) et des instruments de mesures (thermocouples et système « Linear Variable Differential Transformer » (LVDT)).

Pour les tests effectués on supposera que :

- ◆ La température est uniforme sur la section transversale étudiée (on néglige les effets de peau induit par un courant alternatif)
- ◆ Le gradient thermique longitudinal est de forme parabolique sur la section utile de l'éprouvette
- ◆ Les phases sont indépendantes entre elles (ne s'influencent pas et ne se mélangent pas)

Les résultats obtenus permettront d'obtenir (dans l'ordre) :

- ◆ Les coefficients de dilatation de la phase ferritique¹ et de la phase austénitique et le terme de compaction $\Delta\epsilon_{\alpha\gamma}$ à 30°C entre α et γ
- ◆ L'évolution des fractions de phases au cours de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$
- ◆ Les températures Ac_1 et Ac_3

Une analyse statistique (avec test de Student et en tenant compte des sources d'imprécisions) et une comparaison avec le travail de Rohr2013[2] et avec les valeurs précisées dans la littérature (réf. Taleb2001[7], Francis2011[17]) seront entreprises.

Le modèle de comportement, relation entre la *déformation* ϵ et la *température* T , en phase de réchauffement pour du soudage à l'arc de type MAG pourra donc être construit, moyennant certaines hypothèses.

III.2. Cycle de refroidissement

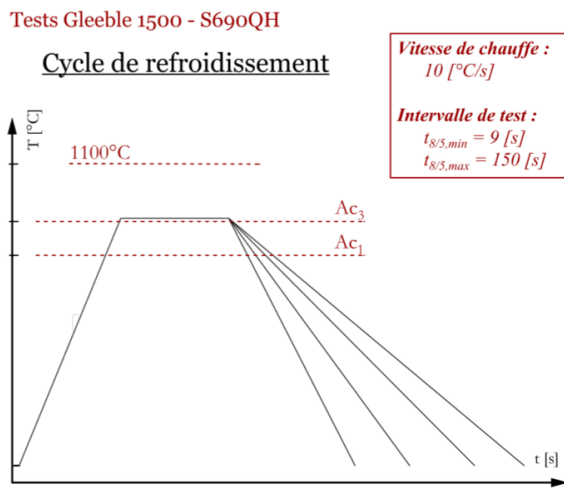


Figure 8. Protocole pour caractériser le comportement de l'acier S690QH en cycle de refroidissement

En raison de la difficulté d'interprétation des courbes dilatométriques obtenues avec le système initial de test, la machine Gleeble[®] 1500 a été modifiée. C'est avec le nouveau dispositif que ces tests sont entrepris.

Comme le suggère la figure 8 ci-contre, la vitesse de chauffe adoptée est de 10 [°C/s] en raison des paramètres PID utilisés (cf. Annexe D). S'en suit un maintien de la température légèrement au dessus de la température d'austénisation, i.e. 870°C. Ce palier est appliqué pendant 300 secondes (5 minutes) et il permet à notre acier d'homogénéiser sa structure (en austénite). Il peut aussi être à l'origine d'un grossissement des grains. Ce protocole s'inspire des travaux de Lee2007[8] et de Warke2009[18].

Les courbes de refroidissement ont été sélectionnées afin d'obtenir une forme de diagramme TRC représentative de ce qui a déjà été établi (réf. Nolde[3] et SLV[4]). Les compositions chimiques ne sont pas celles utilisées par Nolde[3] et SLV[4] : un diagramme TRC différent des leurs est donc attendu.

Les conditions d'austénisation (température maximale et temps de maintien) et le choix du temps initial de refroidissement ont été fixés pour permettre une comparaison avec les autres diagrammes. Néanmoins, la taille des grains n'est pas nécessairement la même et donc détermine :

- ◆ Les caractéristiques finales de **dureté** de l'échantillon (réf. Zergoug2004[20]) : des grains de grande taille donneraient une dureté plus faible
- ◆ La température **M_S** (réf. Yang2008[19] et Lee2005[21]) et la cinétique de transformation martensitique (réf. Turteltaub2006[24]) : M_S diminue avec la finesse de taille des grains
- ◆ La **forme** du diagramme TRC (réf. Roux2007[22]) : avec une grande taille de grains, la mi-

¹ En raison de la qualité des résultats, on assume pour ce projet que la ferrite, la perlite, la bainite et la martensite ont un même coefficient de dilatation, constant quelque soit la température

gration du carbone en direction des joints de grains est plus longue et donc induit un déplacement des courbes TRC vers la droite

- ◆ Le domaine de formation de ferrite (réf. Boudiaf2012[23]) : le grossissement des grains d'austénite favorise le développement de la ferrite
- ◆ Le **TRIP** (réf. Desalos1981[25]) : devient plus important avec une augmentation de la taille du grain austénitique (chargement en traction)

Il faut donc faire figurer ce paramètre sur le diagramme TRC. D'autre part, la taille des grains change en fonction du nombre de cycles de chauffe (réf. Cornet2006[28]) et en fonction de la composition chimique (réf. Boudiaf2012[23]), d'où l'utilité d'utiliser un échantillon par test (i.e. ne pas faire plusieurs cycles sur le même échantillon).

Ainsi, aux vues de ces dépendances, on supposera que (en plus des hypothèses données en III.1):

- ◆ La taille des grains austénitiques se distribue uniformément sur la section transversale étudiée
- ◆ La taille des grains (une fois normalisée avec le palier d'austénisation) est identique pour les différentes éprouvettes testées (à confirmer avec une étude métallographique sur *ImageJ*)
- ◆ L'écroissage à haute température de l'austénite n'entraîne aucune conséquence sur les cinétiques de transformation de phase
- ◆ Les effets de changement de volume non-isotrope (réf. Suh2007[13]) ne sont pas considérés
- ◆ Les effets TRIP, eux aussi, ne sont pas considérés
- ◆ Les phases formées sont au nombre de trois : Ferritique / Bainitique / Martensitique

C'est en fonction de ces hypothèses que sera réalisée l'analyse dilatométrique de nos différents essais de refroidissement à partir de la règle du levier (RL). Ceci implique que les tests réalisés sont des tests de dilatométrie libre : c'est pour cette raison que la Gleeble[®] 1500 a été modifiée. Une description détaillée des interventions est donnée en seconde partie (chapitre II.4.).

Les vitesses de refroidissement choisies sont spécifiées au tableau 2.

Vitesses ¹	-30 [°C/s]	-20 [°C/s]	-10 [°C/s]	-7 [°C/s]	-5 [°C/s]	-2 [°C/s]
Temps $t_{g/5}$	10 [s]	15 [s]	30 [s]	43 [s]	60 [s]	150 [s]
Phases	M ou MB	MB	B	B ou BF	BF	BF

M : Martensite B : Bainite F : Ferrite

Tableau 2. Vitesses de refroidissement pour la construction du diagramme TRC

L'obtention du diagramme TRC correspondant s'établira grâce à :

- ◆ La détermination des températures de début de transformation en fonction du refroidissement
- ◆ L'évolution des fraction de phase en fonction du refroidissement : en se référant à la figure 9, la fraction d'austénite (courbe rouge) peut être estimée en calculant la fraction AC sur AB.

Remarque : Avec les modifications de la Gleeble, le refroidissement critique est moins efficace en raison de la non symétrie du dispositif (un côté refroidi, l'autre non) et il n'est pas possible d'effectuer de tests TRIP.

En raison du nombre limité d'éprouvettes, chaque test a une vitesse de refroidissement différente. Le traitement des données, spécifié en troisième partie, permet d'intégrer les imprécisions de mesures dues au LVDT. Pour l'interprétation des courbes, on se référera aux articles de Warke2001[18], de Jung2012[26] et de Lindgren2007[9].

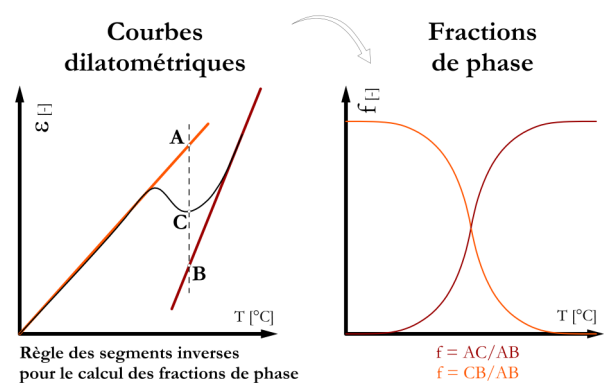


Figure 9. Procédure d'extraction des fractions de phase

¹ En se référant à l'article Taleb2001[7], la vitesse critique d'obtention de martensite est égale à environ -10°C/s tandis que pour les transformations bainitiques les vitesses de refroidissement doivent être plus importantes que -0.3°C/s

III.3. Métallographie

L'utilisation du modèle de calcul mathématique (sommairement exposé en III.2.) nous permet donc d'approximer les cinétiques de transformation de phase. Afin de vérifier la validité des calculs, une analyse métallographique va être réalisée : en effet, elle permet de vérifier la composition finale de l'acier (pas d'indication sur les cinétiques). Notre diagramme TRC fera correspondre à chaque éprouvette (et donc à chaque courbe de refroidissement) sa métallographie. La préparation des échantillons s'appuie sur la méthode Metalog, Bjerregaard1992[29].

Remarque : Pour des raisons de délais, la métallographie réalisée correspond aux premières séries de tests (III.1.) et non aux dernières. Les courbes de refroidissement utilisées pour la construction du diagramme TRC proviennent cependant de la seconde salve de tests. Pour la suite, nous allons néanmoins utiliser cette métallographie (associée aux vitesses de refroidissement proches) qui estimera de manière qualitative les différentes phases formées au cours du refroidissement.

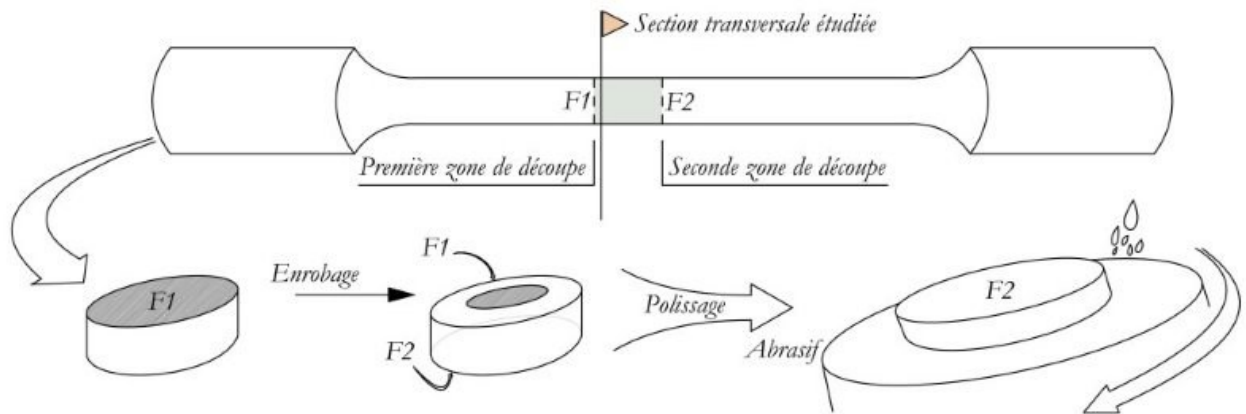


Figure 10. Etapes de préparation des échantillons

III.3.1. Préparation des échantillons

Les différentes étapes de préparation des échantillons sont résumées en figure 10.

La première étape, qui consiste à scinder en trois notre échantillon, se réalise grâce à une machine de tronçonnage abrasif sous eau (cf. *Annexe C* pour la photo) à une distance très légèrement décalée de la section transversale étudiée : on tient ainsi compte de la perte de matière induite par le polissage. On supposera que l'effet de chaleur causé par la découpe n'affecte en rien la métallographie de nos échantillons.

La seconde étape consiste à réaliser un enrobage autour de l'éprouvette cylindrique obtenue. Une presse d'enrobage (cf. *Annexe C*) a été utilisée pour l'enrobage à chaud. Une résine de type Epoxy a été employée. Au moment de l'installation de l'acier dans l'enrobeuse, il faut bien placer la face F1 (cf. figure 10) vers l'extérieur. Cette résine nous permettra de faciliter la manipulation de notre éprouvette. Les paramètres à préciser sur l'enrobeuse de la salle de métallographie I à l'EPFL (section MX) sont donnés au tableau 2.

Résine	Quantité	Diamètre	Pression	Chauffe	Refroid.
Epoxy	30-40 ml	25 mm	17-20 kN	5 min	3 min

Tableau 3. Paramètres pour l'utilisation de l'enrobeuse EPFL (MX)

La dernière étape correspond au prépolissage/polissage, nécessaire pour les observations au microscope. Comme présenté en figure 11, il existe plusieurs méthodes de polissage adaptées au type de matériau. Le guide Metalog nous permet de trouver une préparation efficace pour nos échantillons en un temps le plus court possible et qui nécessite le minimum de manipulation. Les conditions de polissage pour nos échantillons ne répondent pas à des critères élevés. C'est pourquoi nous avons combiné les protocoles des aciers à outils (cf. Figure 11, point 6) et des fontes grises (point 5).

On procède à un prépolissage avec lubrification à l'eau au moyen de papier SiC (très abrasif) de granulométrie successive de 120, 240, 320, 600 et 1200. L'échantillon est rincé à l'éthanol à chaque étape. Il est tourné

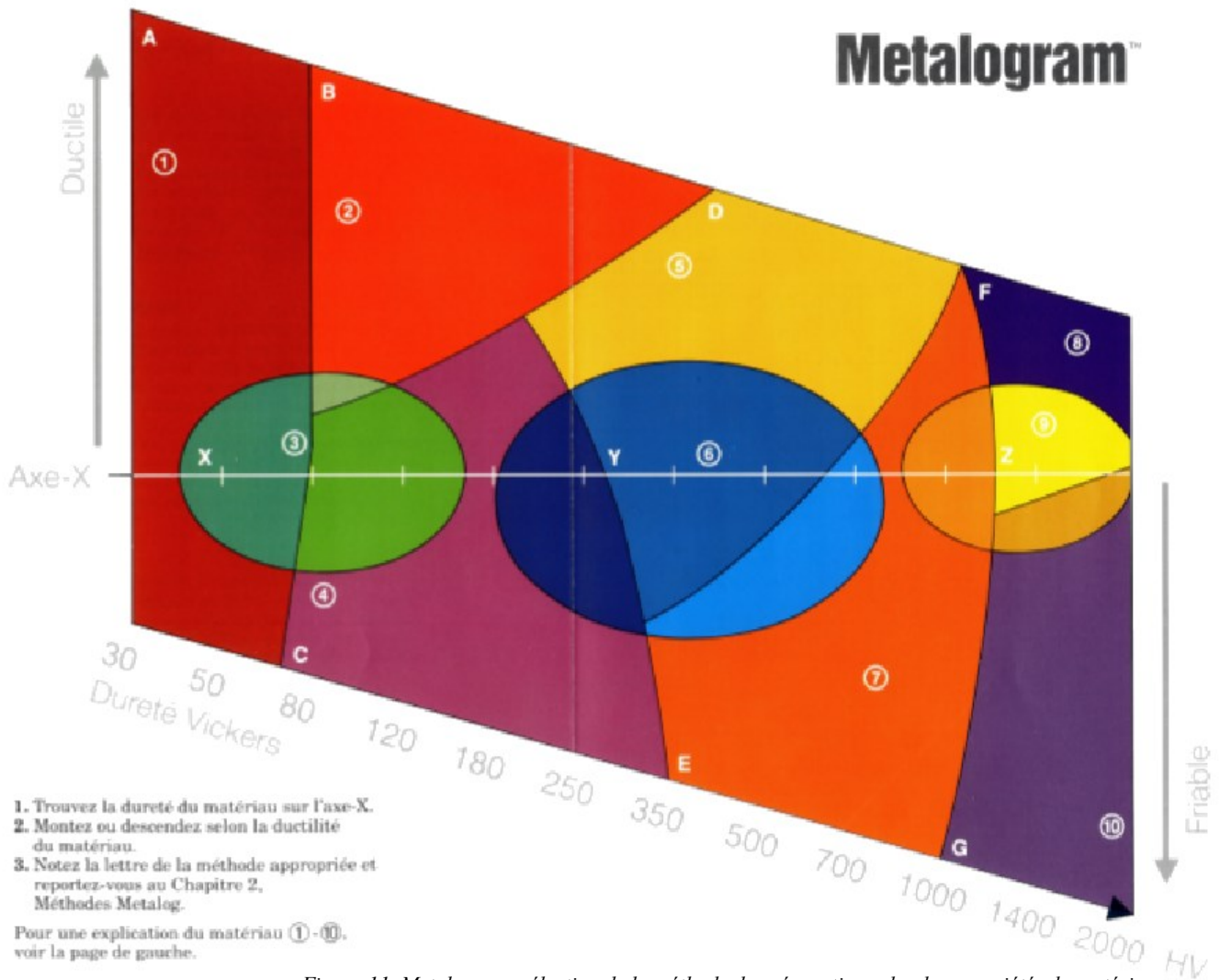


Figure 11. Metallogram, sélection de la méthode de préparation selon les propriétés du matériau

de 90° par rapport au sens de polissage à chaque changement : en effet, cette manière de procéder permet de vérifier que les rayures du prépolissage inférieur disparaissent. Une fois ce résultat obtenu et avec une bonne planéité de l'échantillon, on peut passer à l'étape supérieure.

Le polissage, quant à lui, se réalise sur un drap diamanté d'abord de 6 μm et ensuite de 1 μm . La lubrification est réalisée avec de l'éthanol. L'échantillon est nettoyé à la fin de ces deux manipulations dans un bain d'éthanol sous ultrasons. Là aussi l'acier est tourné de 90° entre les deux étapes. La vitesse de rotation a été réglée à 300 t/min. Aucune condition de pression particulière n'a été appliquée.

III.3.2. Etude métallographique

Les échantillons obtenus ont subi une attaque au Nital 2% (convient bien aux aciers peu alliés) afin de pouvoir distinguer les différentes microstructures. En fonction des conditions de refroidissement (et donc des transformations), les temps d'immersion dans cet acide sont compris entre :

- ◆ 8 et 10 secondes (grand maximum) pour les structures martensitiques
- ◆ 12 et 15 secondes pour les structures ferritiques et perlitiques

L'échantillon est noyé dans de l'alcool afin de stopper l'attaque chimique et il est rincé au séchoir avant d'être observé au microscope. Nous avons utilisé le microscope polarisant de l'EPFL (MX) afin d'obtenir des photos de bonne qualité utilisables sur *ImageJ*. L'homogénéité de l'échantillon dans son ensemble (métallographie à peu près identique entre les bords et le cœur de l'éprouvette) a été vérifiée. L'échelle du microscope polarisant n'a pas été calibrée : les grossissements pour chaque cliché ont donc été reportés.

L'interprétation des différents clichés métallographiques s'appuiera sur les indications données dans Cornet2006[28] et sur une comparaison avec les résultats de Lee2007[8], de Garcia2002[12], de Zhao2001[10] et Zhang2006[30].

III.4. Essais de dureté

Pour l'étude, nous avons utilisé des tests de dureté Vickers avec un dispositif de correction de planéité donné en figure 12. Les échantillons sont placés sur la pâte par application d'une pression d'environ 20 kg (correspond à la force de test : on évite ainsi d'augmenter les imprécisions de mesures).

Pour la mise en place de la procédure de test, nous suivons les recommandations données dans la norme européenne ISO6507 (Partie 1, 2, 3 et 4). La photo de la machine utilisée est fournie en Annexe C. Les paramètres réglés sur la machine de dureté sont donnés au tableau 3.

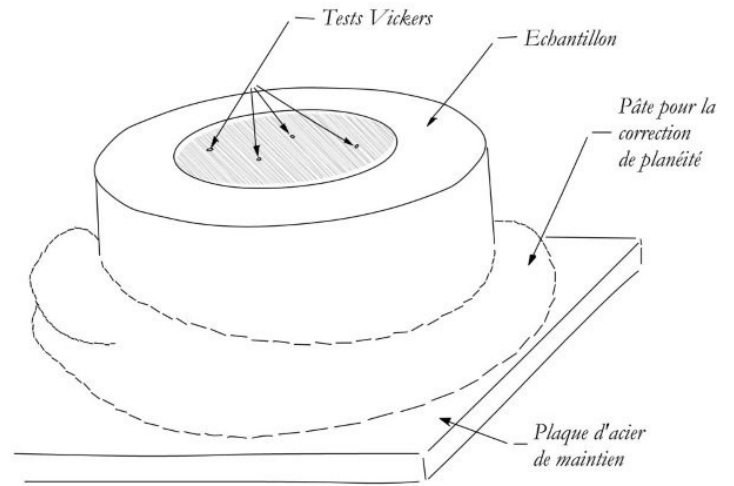


Figure 12. Illustration du dispositif pour les tests Vickers

Machine Vickers		Epreuve		
Poids	Temps	Diamètre	Epaisseur d'acier	Nombre de mesures
20 kg	16 s	6 mm	6 ±2 mm	4

Tableau 4. Paramètres pour les tests de dureté

Pour permettre d'avoir une bonne représentativité de la dureté de l'échantillon, nous avons réalisé quatre points de mesures avec deux vers les bords de l'éprouvette et deux vers le centre de l'éprouvette. En ce qui concerne le traitement des données, les incertitudes correspondent au calcul des incertitudes élargies (tiré de la norme ISO6507-1) sous conditions des hypothèses du tableau 4.

u_E	u_{CRM}	u_H	u_X	u_{ms}
Incertitude type	Incertitude étalonnage	Incertitude machine	Incertitude éprouvette	Incertitude résolution
Pas prises en compte			Prises en compte	

Tableau 5. Prise en compte des incertitudes pour les tests Vickers (ISO6507)

Les duretés mesurées correspondent aux métallographies étudiées mais pas aux courbes dilatométriques. En raison du cycle thermique qui a été imposé pour la première salve de tests, la taille des grains sera différente de celle des éprouvettes testées avec le second protocole de cycle thermique : des écarts de dureté sont donc attendus. Néanmoins, nous utiliserons les valeurs moyennes (associées à leur courbe de refroidissement) pour la construction du diagramme TRC afin de nous rendre compte de l'évolution générale de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement. Nous pourrons ainsi comparer nos données expérimentales avec celles de Nolde[3] et SLV[4].

Remarque 1 : Les échantillons ont été repolis (puisque l'analyse métallographie est réalisée avant que ce test destructif ne soit entrepris) avant d'être testés au duromètre.

Remarque 2 : Les tests de dureté nous fournissent une valeur moyenne de dureté sur la surface indentée. Ce qui est pour nous plus intéressant qu'une analyse de micro-dureté : elle nous aurait fourni des valeurs de dureté plus liées à la monophase (Fe_3C , $\alpha...$), et donc de plus grands écarts de dureté. Néanmoins, utiliser ce dernier dispositif permettrait de vérifier les hypothèses de dureté (pour les monophases) réalisées au chapitre I. de cette partie. Pour cela, il faut garder une surface attaquée (au Nital par exemple) afin de viser le grain désiré.

IV. Conclusions

Dans cette phase préparatoire, nous venons de donner les caractéristiques initiales de l'acier S690QH. Sa composition chimique diffère des aciers testés par Nolde[3] et SLV[4] et conditionne son comportement en phase de chauffe et de refroidissement. Pour se rendre compte de ces différences, deux protocoles ont été établis : l'un permet de caractériser l'acier en état de chauffe, l'autre permet d'identifier l'évolution de la microstructure en phase de refroidissement à vitesse constante. Sont venus s'ajouter à ces tests, une analyse métallographique et des tests de dureté. Les cycles thermiques ont été effectués sur des éprouvettes de forme adaptée à l'aide de la machine Gleeble® 1500.

Cette plateforme de simulation thermomécanique est un produit du groupe Dynamic Systems Inc. (DSI). Son usage demande une certaine expérience et nécessite la vigilance de celui qui l'emploie. Plusieurs problèmes se sont posés au moment de son utilisation et une série d'interventions (à l'aide des techniciens de la halle GC) ont été nécessaires afin de permettre son bon fonctionnement et obtenir ainsi des résultats exploitables par la suite.

S E C O N D E P A R T I E

M E T H O D E

E X P E R I M E N T A L E

Expérimentations à partir de la machine Gleeble® 1500

L'étude expérimentale que nous allons aborder va s'effectuer à l'aide de la machine Gleeble® 1500. Cet outil permet de simuler le comportement de l'acier S690QH à haute température. Dans le passé, la Gleeble® 1500 a bénéficié de quelques modifications de son système de contrôle et d'acquisition des données. Toutefois, d'autres interventions se sont avérées nécessaires afin d'obtenir des résultats de bonne qualité. Cette seconde partie présente en un premier temps le fonctionnement général de la plateforme et les changements apportés dans le but d'améliorer les résultats des expériences. Dans un second temps, on abordera les méthodes de traitement des données Gleeble (fichiers d'extraction LabView) qui sont directement liées aux protocoles expérimentaux exposés en première partie.

I. Dispositif Gleeble® 1500

Le fonctionnement général de la machine est résumé en figure 13a. Cette étape de compréhension fut un moment très important. En effet, en collaboration avec les techniciens de l'EPFL et avec l'aide de SCI Consulting, nous avons pu solutionner de manière temporaire le problème lié au mauvais contrôle en force (cellule de force, boucle de régulation PID...).

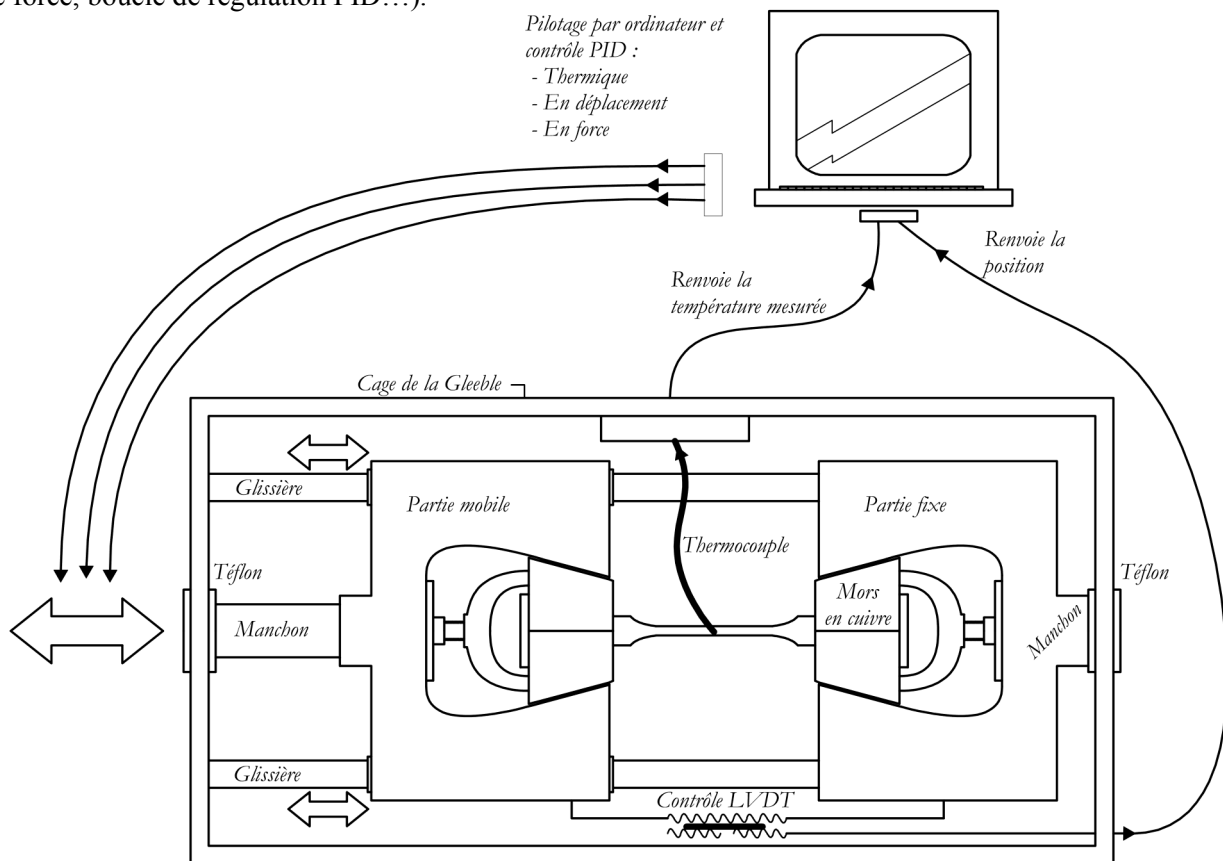


Figure 13a. Principe du fonctionnement général de la machine Gleeble® 1500

La Gleeble® 1500 contrôle le chauffage de l'éprouvette au moyen d'un courant alternatif (effet Joule). La puissance délivrée est quantifiable de la manière suivante :

$$E_J = R \cdot i^2 \quad (\text{formule 1})$$

La machine évalue la différence de potentiel entre la partie mobile et la partie fixe (cf. figure 13a) à l'aide d'un voltmètre. Elle convertit la valeur mesurée en une différence de température. Cet effet thermodynamique fut découvert par Thomas Johann Seebeck en 1821 et, l'une des utilisations les plus connues qui se base sur l'effet Seebeck est la mesure de température à l'aide de thermocouples (de type K pour nos tests). Un certain couple de matériaux (par exemple A et B) se caractérise par une certaine valeur du coefficient de Seebeck qui peut se définir de la manière suivante :

$$S_{A,B} = S_A - S_B = \Delta V / \Delta T \quad (\text{formule 2})$$

Ainsi, comme indiqué en figure 13b, le contrôle du courant électrique (donc de la température de chauffe) s'effectue à partir de mesures accomplies par un thermocouple (ce dernier est soudé par décharge électrique à la surface de l'éprouvette). Dans ce sens, le choix du courant alternatif semble une bonne solution : les mesures de température ne sont donc pas perturbées (cf. figure 13b). Dynamic Systems Inc. (DSI) a déterminé cette période de chauffe efficace en définissant un angle, le « Power Angle », qui caractérise la proportion de courant qui doit être transmise à l'éprouvette. Cet angle est compris entre 0°C et 110°C .

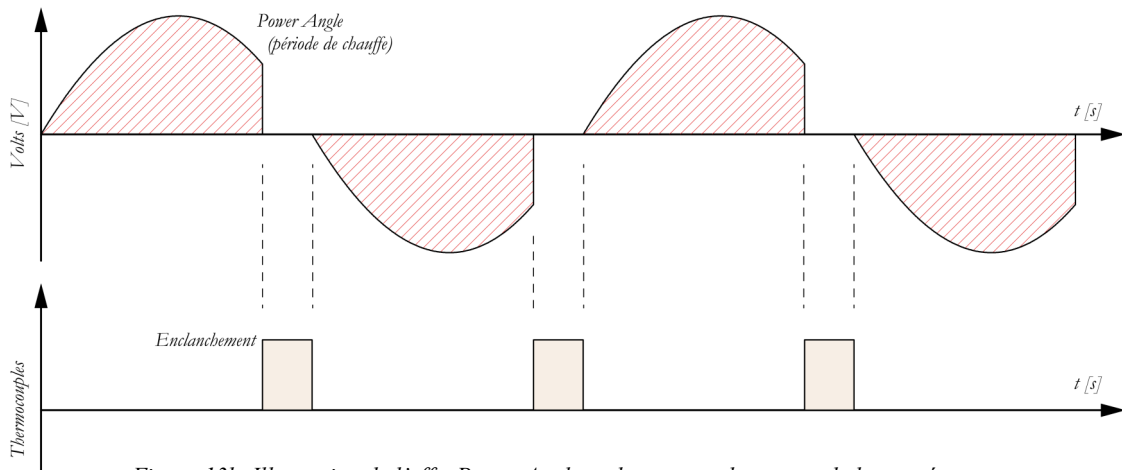


Figure 13b. Illustration de l'effet Power Angle et du moment de mesure de la température

Lorsque le courant est nul, c'est-à-dire en dehors de la zone de définition du PowerAngle (fonction sinus), le thermocouple est actionné et le contrôle de la température peut donc être effectué. A ce moment, cette mesure thermique est renvoyée au centre de pilotage (c'est l'ordinateur qui est muni du programme *Gleeble Control*). La densité de courant est donc ajustée au moyen de cette boucle fermée. La méthode employée correspond à la régulation PID.

Remarque : La fréquence de mesure pour la température est réglée à 50 Hz .

Le signal de commande PID tient compte du signal de sortie (mesure réalisée au moyen du thermocouple) et de la consigne (température désirée et qui est précisée dans le programme *Gleeble Control*, fenêtre *Recipe*). Son fonctionnement s'appuie sur trois paramètres qui sont :

- ◆ Un terme proportionnel, qui permet de donner la nervosité au système et influe sur l'overshoot et sur la température finale
- ◆ Un terme dérivateur, qui permet d'améliorer la stabilité de la boucle
- ◆ Un terme intégrateur, qui permet d'éliminer l'erreur statique

Le manuel utilisateur de la Gleeble[®] 1500 (*Annexe D*) donne les indications nécessaires sur la méthode d'ajustement des paramètres PID. Cette régulation permet de contrôler la machine en température, en déplacement (cf. Figure 13a, LVDT interne à la machine) et en force (cellule force placée sur le bras mobile, cf. *Annexe C*).

Le dispositif Gleeble est aussi relié à un système de refroidissement à l'eau (comme précisé dans la première partie). Ce dernier permet de conserver les mors à une température largement inférieure au point de fusion du cuivre (dans les environs de 1100°C). Une pompe permet de contrôler le débit d'eau (gardé à une température de 20°C) qui circule dans la partie mobile et dans la partie fixe (cf. Figure 13a) par le biais des manchons principaux de soutien (ce sont les bras qui traversent la partie en téflon). La cage qui entoure le dispositif de test est, elle aussi, refroidie.

Le choix d'utiliser des mors en cuivre garantit une bonne conduction de l'électricité et un refroidissement efficace. Ces éléments maintiennent solidement l'éprouvette pour permettre le passage du courant sans création de 'mini' arcs électriques (et donc sans créations de soudures entre l'éprouvette et les mors). Mais cette connexion est aussi un détail qui a soulevé des questions, nous y reviendrons. L'effet de maintenir une température au niveau des mors en dessous des trois cents degrés celcius occasionne un gradient ther-

mique longitudinal prononcé. Il est donc difficile de procéder à une analyse dilatométrique dans le sens longitudinal. C'est pourquoi une mesure dilatométrique radiale (variation de la température négligeable) est utilisée. Cette mesure est réalisée au moyen d'un capteur LVDT en quartz : ceci permet de limiter les effets de dilatation thermique du dilatomètre. Le rapport entre les coefficients thermiques de l'acier et du quartz est suffisamment grand (>10) pour négliger la dilatation du quartz :

$$\alpha_{th,a} / \alpha_{th,q} = 24 \quad (\text{formule 3})$$

Le comportement thermique simulé correspond donc à un problème 1D. Le but des tests est de pouvoir dessiner les courbes dilatométriques obtenues avec les mesures du LVDT. Comme présenté en première partie, les déformations dues au comportement à très haute température de l'acier (on veut parler des effets de plasticité et de viscosité) ne sont pas désirées. En effet, leur présence rendrait la tâche du calcul des fractions de phase presque impossible. En prenant le cas d'un état de contrainte 1D, étude menée par Rohr2013[2], les phénomènes observables sont :

- ◆ Des déformations **élastiques** : si la contrainte ne dépasse pas la limite d'élasticité pour la température donnée. Le coefficient de poisson varie avec la température (cf. Mertens2012[33]) de manière linéaire pour finalement plafonner à 0.48 [-]
- ◆ Des déformations **plastiques** : si la contrainte dépasse la limite d'élasticité. Dans ce cas on peut utiliser un coefficient de poisson égal à 0.48 [-].
- ◆ Un **écrouissage** : il peut se produire un écrouissage de la phase austénitique. Il peut être à l'origine de changements de propriétés (comme par exemple pour les aciers TRIP) bien qu'il existe les phénomènes de restauration d'écrouissage
- ◆ Des **plasticités de transformation** : déformation permanente induite par l'application d'une charge au moment d'une transformation de phase.

C'est pourquoi la construction du diagramme TRC est basé sur l'hypothèse qu'aucune contrainte autre que interne, (induit par les différences de compaction de phase) ne s'applique. Le choix de la Gleeble[®] 1500 est donc tout réfléchi : son mode de contrôle en force permet de suivre la dilatation de l'échantillon (on pourra se référer à l'Annexe D pour de plus amples explications sur le fonctionnement général de la machine). Néanmoins, les premiers tests ont révélé que la précision de la plateforme n'était pas suffisante : les résultats étaient faussés et ne respectaient pas nos hypothèses.

Une étude a été effectuée sur la Gleeble[®] 1500 afin de se rendre compte de ses capacités réelles et de sa précision à pouvoir simuler les effets thermomécaniques d'un acier. Les résultats d'expériences s'appuient sur une calibration des éléments de mesure (Force et mesures dilatométriques) comme présenté en Annexe D. Le manuel d'utilisation de la Gleeble précise uniquement les principes de calibration (i.e. de quelle manière ils ont été réalisés).

II. Réglage de la Gleeble[®] 1500

II.1. Calibration des instruments de mesure

La calibration du dilatomètre tient compte des conditions réelles du test. Quatre séries de mesures ont été réalisées afin d'obtenir la relation entre les mesures Gleeble et les diamètres de contrôle. La précision des diamètres de contrôle est de l'ordre du μm . L'erreur standard pour un diamètre donné est d'environ 170 [V] soit environ 70 μm .

La droite obtenue possède une pente légèrement plus faible que celle obtenue par Rohr2013[2]. Cette expression sera utilisée dans le code de la manière suivante :

$$D = 4.06 \cdot 10^{-4} \cdot Q + 7.97 \quad (\text{formule 4})$$

Note : D est en [mm] et Q correspond à des [V]. Q peut être négatif.

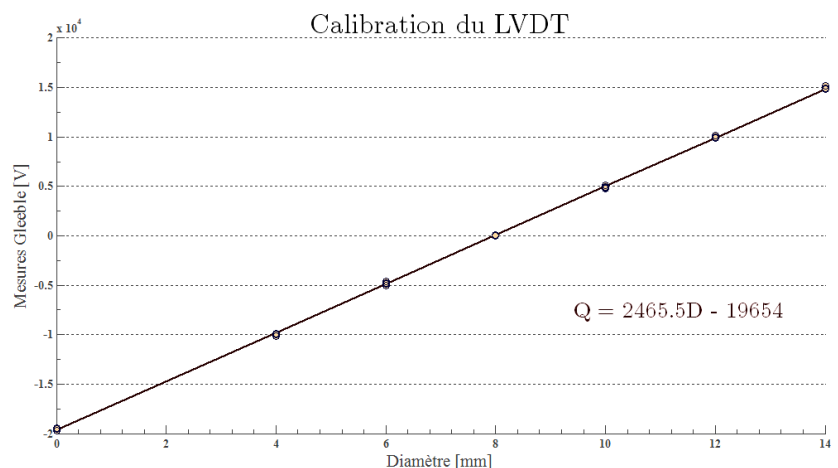


Figure 14. Calibration LVDT

En ce qui concerne la calibration en force, on effectue les mesures de déplacement avec l'éprouvette de test (où sont placés les extensomètres) pour une certaine force dont la valeur est indiquée par la Gleeble (avec $FG = -6.8635$, valeur trouvée par Rohr2013[2]). La procédure est explicitée en détail dans le manuel utilisateur. Finalement sur quatre séries de mesures pour 6 paliers de force, la valeur moyenne du module de Young calculée est de 207 kN/mm^2 avec une erreur standard de 13 kN/mm^2 . Nous avons donc décidé de travailler avec la relation donnée par Rohr2013[2] pour passer des lectures Gleeble aux valeurs réelles de force :

$$F_{\text{réel}} = 1.0091 \cdot F_{\text{mesure}} - 1.0198 \quad (\text{formule 5})$$

II.2. Paramètres PID

Le réglage de ces paramètres a été une étape très importante : la précision des résultats en dépend très fortement. L'ensemble des combinaisons PID est reporté dans le manuel utilisateur de la Gleeble® 1500. Les tests qui ont été réalisés se fondent sur le travail de Rohr2013[2]. Nous sommes parvenus à améliorer le contrôle en force de la Gleeble mais pas à la précision voulue. L'amplitude d'oscillation de la force pour les derniers tests réalisés avec le dispositif 1 (i.e. Gleeble non modifiée) se situe dans les alentours de 0.25 kN .

Avec l'aide de M. Probst et de M. Vâju (SCI Consulting), nous nous sommes rendu compte de l'influence de l'énergie électrique (pour le chauffage) sur le contrôle mécanique (cf. *Annexe A*). Il est aussi possible d'utiliser les premiers résultats d'essais. En effet, les illustrations ci-dessous (cf. Figure 15) représentent la relation Température - Force dans le cas d'un chauffage de 100°C/s (dispositif initial de la Gleeble) et de 10°C/s (dispositif modifié de la Gleeble, avec une extrémité libre).

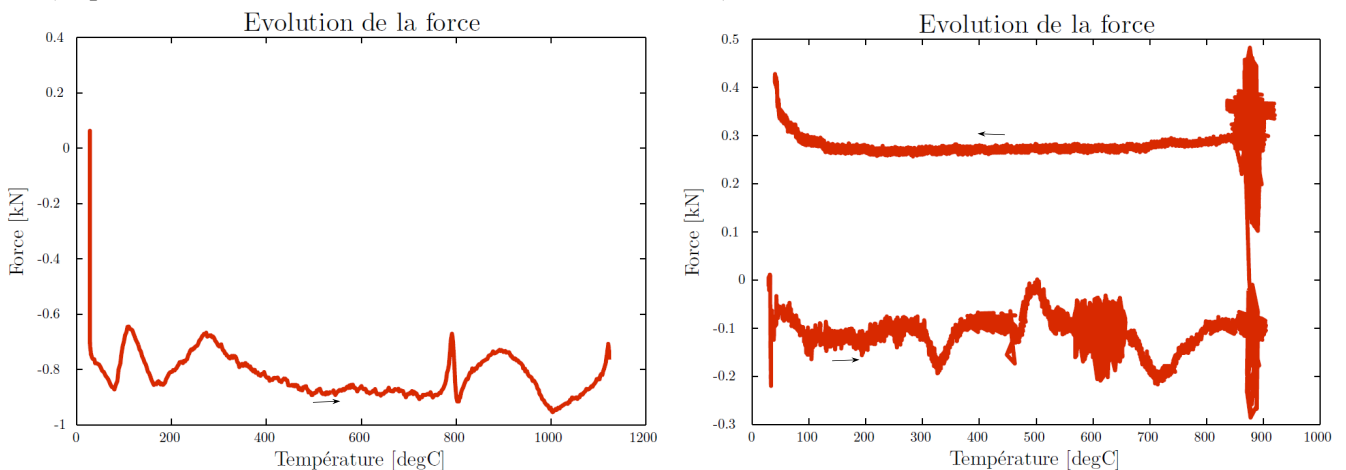


Figure 15. Résultats pour un chauffage de 100°C/s pour le dispositif 1 (à gauche) et de 10°C/s pour le dispositif 2 (à droite, avec sa partie en refroidissement)

L'image à gauche est obtenue avec le dispositif initial de la Gleeble® 1500 pour un contrôle en force d'une valeur de -1.0198 kN . La droite verticale pour les 20°C représente juste une valeur d'initiation au moment où on lance le test. Il est possible de retirer cette valeur, ce qui a été fait pour les résultats finaux. La forme de la relation Température - Force se répète pour tous les tests de chauffe. Dans la zone des faibles températures, c'est-à-dire en dessous de 300°C , la machine a du mal à suivre l'échantillon. Puis, la force commence à converger vers une valeur jusqu'aux alentours de 760°C , c'est-à-dire au moment où la transformation austénitique a lieu.

NB : Pour l'essai représenté à gauche, la valeur cible n'est pas respectée. En effet, au moment du test la machine n'a pas eu le temps d'atteindre les -1.0198 kN avant que la chauffe de l'éprouvette ne commence. C'est pourquoi il existe ce décalage.

Dans l'image de droite, on a reporté les valeurs de force avec les valeurs de température pour le dispositif 2. Notons que la courbe du réchauffement se trouve en dessous de la courbe de refroidissement. La partie mobile n'est pas contrôlée en force mais en déplacement. Ici le déplacement imposé est nul puisque le mors mobile ne joue aucun rôle de contrôle sur l'échantillon. Pourtant, on remarque qu'il existe une variation "fantôme" de force d'une amplitude de 0.2 kN alors qu'en refroidissement rien. L'énergie électrique de

chauffe semble donc perturber l'électronique d'amplification du capteur force de la Gleeble. Cette valeur se rapproche de l'amplitude d'oscillation pour un test contrôlé en force.

Le test de droite se caractérise par une phase d'austénisation, donc d'un maintien de la température (la densité de courant est plus ou moins constante). Au moment de cette transition, la valeur de la force "fantôme" est décalée. Ceci semble confirmer que l'électricité influe sur les mesures de force. Lorsque la Gleeble® 1500 coupe le module thermique pour que l'échantillon commence à se refroidir, la force, uniquement à cet instant, est maintenue constante : il n'y a plus le couplage électricité/mécanique.

Vers la fin du refroidissement à partir des 200°C, une déviation commence à apparaître comme si un frottement se réalisait (effet de compression, la courbe monte). On peut se référer à l'Annexe A pour les échanges mail avec SCI où on essaye de comprendre d'où provient cette « force de frottement » : effets de frottements statiques, frottements induits par les dilations thermiques de la partie mobile... Beaucoup de pistes sont donc à exploiter afin d'améliorer le contrôle en force.

Pour les deux différents cycles thermiques obtenus avec un contrôle en force constante de -1.0198kN (qui correspondent aux deux protocoles), les paramètres PID et les vitesses de réchauffement utilisés ont été reportés dans le tableau ci-dessous.

Vitesse chauffe [°C/s]	T max [°C]	Température				Force				Déplacement			
		Range	P	I	D	Range	P	I	D	Range	P	I	D
Protocole 1. Cycle de réchauffement													
100	1100	0:15000	8000	200	50	± 3000	900	20	800	± 14000	10000	10	100
Protocole 2. Cycle de refroidissement													
10	870	0:13500	7000	20	10	± 3000	900	20	800	± 14000	10000	10	100

Tableau 6. Réglage des paramètres PID pour les protocoles d'essais

Les résultats pour le protocole 1 ont été uniquement exploités pour la partie en réchauffement. En effet, les courbes dilatométriques en phase de refroidissement présentaient une forme légèrement parabolique en phase austénitique (et non une droite, normalement désirée). Nous en avons donc conclu que ces mauvais résultats étaient induits par le contrôle en force de la machine. Afin de confirmer nos propos, nous avons réalisé le Satoh test afin de nous rendre compte des effets induits par un état de contrainte dans notre éprouvette.

II.3. Simulation du Satoh test

L'essai Satoh, réalisé il y a environ 40 années par le Japonais Kinihiko Satoh (cf. Depradeux2004 [37]), est un outil intéressant à partir duquel il est possible de tirer plusieurs informations et en particulier les phénomènes de restauration d'écroutissage (restauration visqueuse). Ce test est obtenu en bloquant l'échantillon (de forme cylindrique) à chacune des ses extrémités pour la longueur utile étudiée (ce qui n'est pas vraiment le cas pour l'échantillon testé). Le test est reporté en Figure 16.

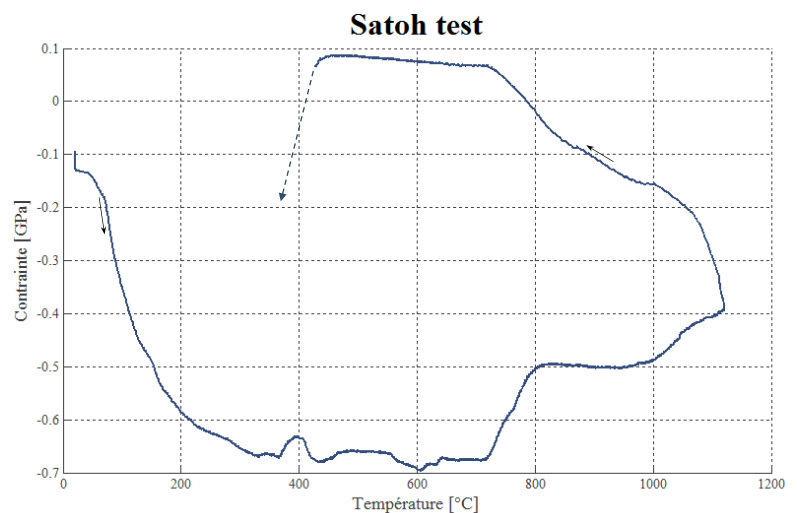


Figure 16. Résultats obtenus pour un essai de type Satoh

L'expérience a été réalisée à partir d'un contrôle en déplacement nul pour une vitesse de réchauffement de 10°C/s avec les paramètres PID correspondants (ils sont donnés en tableau 6). Le déplacement reste nul à quelques 0.11% près au maximum. Le calcul de la contrainte est réalisé, en supposant que le problème reste 1D, tel que :

$$\sigma = F_{réel} / A_{réel} \quad (\text{formule 6})$$

Le $F_{\text{réel}}$ correspond à la correction de la force mesurée sur la Gleeble à partir de la formule 5 et $A_{\text{réel}}$ est le calcul de l'aire de l'échantillon en tenant compte de la dilation réelle ($\varepsilon_{\text{réel}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{ing}})$).

En se référant au livre de Lindgren2007[9] et aux expériences menées par Depradeux2004[37], la forme générale de notre test correspond bien à un test de type Satoh. Néanmoins quelques anomalies subsistent sur les forces mesurées. En effet, si on considère un coefficient de dilatation pour la phase ferritique de $1.90 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (coefficient moyen évalué à partir de la courbe dilatométrique) et en supposant que le module de Young reste constant à une valeur de 210 MPa (valeur moyenne trouvée par Rohr2013[2]), on peut donc affirmer que le gain de contrainte par degré de température est égal à 3.99 MPa/ $^\circ\text{C}$. Donc pour une température de 100 $^\circ\text{C}$ on devrait trouver une contrainte de 399 MPa. La valeur mesurée est de 377 MPa. La machine semble donc nous fournir des valeurs de force cohérentes dans le cas d'un déplacement nul.

D'autre part, on constate que dans les environs de 350 $^\circ\text{C}$ la relation entre la contrainte et la température redevient linéaire. Ce changement de comportement est lié à la plastification de l'acier. La contrainte mesurée devrait donc correspondre à la limite élastique de l'acier S690QH : la valeur de 660MPa rejoint en effet les ordres de grandeur des $R_{p0.2}$ trouvés par Rohr2013[2]. Néanmoins, le plateau obtenu entre 400 $^\circ\text{C}$ et 715 $^\circ\text{C}$ est critiquable : ici la valeur de la contrainte axiale est normalement limitée par la limite d'élasticité de l'acier étudié, on ne devrait donc pas avoir un plateau mais au contraire une diminution linéaire de la contrainte. La Gleeble[®] 1500 ne semble donc pas rendre compte de ce comportement.

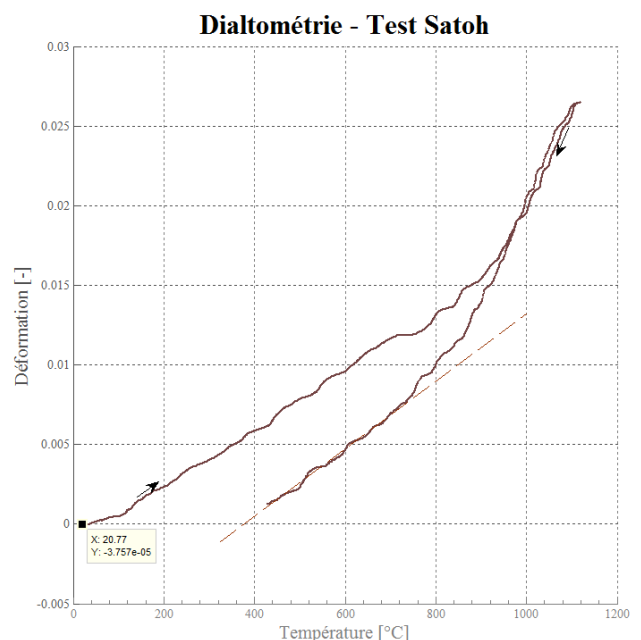
Ce test met aussi en évidence la différence de compaction entre les phases par une température de début de relâchement des contraintes (des contraintes de traction commencent à apparaître, ce qui implique une diminution des contraintes totales). On peut donc approximer la température de début d'austénisation à 715 $^\circ\text{C}$ et la température de fin d'austénisation à 808 $^\circ\text{C}$ (ceci n'est valable que pour ce réchauffement de 10 $^\circ\text{C}/\text{s}$). Les températures trouvées par Rohr2013[2] sont égales à $Ac_1 = 721^\circ\text{C}$ et à $Ac_3 = 845^\circ\text{C}$. Notons que les conditions de test ne sont pas les mêmes (les valeurs de Ac_1 sont néanmoins assez proches) et donc que les valeurs trouvées au moyen du test Satoh sont à considérer avec précaution.

Les contraintes de compression tendent à s'amoinrir au fur et à mesure du réchauffement. Dans les tests réalisés par Depradeux2004[37], les contraintes de compression deviennent presque nulles au niveau de la température maximale : ceci peut s'expliquer par la faiblesse du seuil de plasticité. Le phénomène n'est pas vraiment observable pour le test présenté.

Au moment de la phase de refroidissement, l'échantillon austénisé commence à se rétracter créant ainsi des contraintes de traction. La zone comprise entre 1100 $^\circ\text{C}$ et 720 $^\circ\text{C}$ présente un développement rapide de ces contraintes jusqu'à atteindre la limite élastique de l'austénite environ égale à 915MPa pour une température de 450 $^\circ\text{C}$. Cette valeur est en accord avec les travaux de Sysweld2006[35], les tableaux récapitulatifs sont reportés dans Rohr2013[2].

L'acquisition des données s'est arrêtée avant que ne se termine le refroidissement. Néanmoins, pour la vitesse de refroidissement de ce test (qui est de 30 $^\circ\text{C}/\text{s}$ entre 800 $^\circ\text{C}$ et 500 $^\circ\text{C}$), il est possible de se rendre compte de la présence d'une transformation martensitique : les contraintes semblent se diriger vers un état de compression (augmentation de volume dû à la transformation martensitique). Cette transformation semble apparaître pour une température de 430 $^\circ\text{C}$.

Normalement, une fois la transformation martensitique finie, la contraction thermique de l'éprouvette peut reprendre la relève entraînant l'apparition de contraintes de traction et donc un effet TRIP. L'intensité de ces contraintes est bornée par la limite d'élasticité de la structure formée.



Remarque : Les contraintes résiduelles de traction créées dans le cas du test Satoh constituent une indication intéressante sur le comportement de l'acier au niveau de la zone de soudure. Un refroidissement très lent (structure ferrito-perlitique) tendra à limiter l'intensité des contraintes résiduelles (limite d'élasticité plus faible) (cf. Robin2009[36]). Dans le cas d'une transformation bainitique les contraintes créées sont les plus grandes qui peuvent se former, elles sont même supérieures à celles obtenues avec la martensite.

La forme de la courbe dilatométrique du test Satoh est donnée en Figure 17. On remarque que la déformation en phase de réchauffement atteint les 2.6‰ pour la température maximale de 1100°C et que la transformation de phase ferrite-austénite n'est pas tellement marquée. En effet, l'influence des contraintes de compression y est pour beaucoup. Dans sa phase de refroidissement, cette courbe présente une forme légèrement parabolique en raison de l'état de contrainte. Dans la zone des 720°C (moment de stabilisation des contraintes), la courbe commence à gagner en linéarité et elle décrit alors pour les plus basses températures une droite d'une pente d'environ $2.2 \cdot 10^{-5} [^{-}/^{\circ}\text{C}]$ (ce qui proche de la valeur de la dilation austénitique donnée par Zamiri2014 [1] à $0.1 \cdot 10^{-5} [^{-}/^{\circ}\text{C}]$ près).

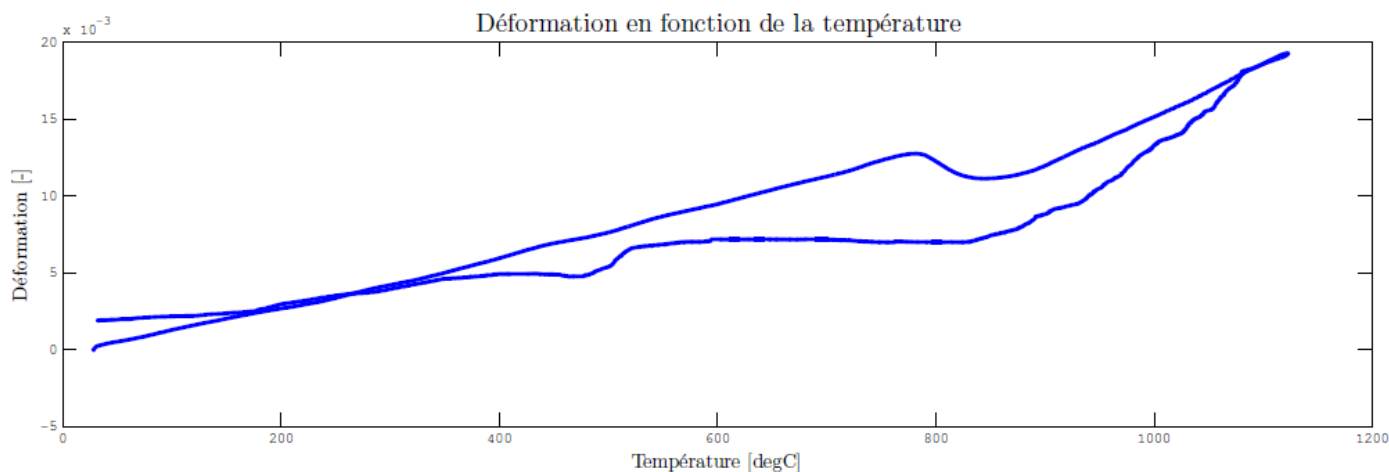


Figure 18. Dilatométrie obtenue au moyen d'un contrôle en force pour une vitesse de refroidissement de 2.5°C/s

On retrouve cet effet de déviation dans nos premiers tests de dilatométrie (cf. Figure 18). On en déduit donc l'existence de contraintes de traction. Le Gleeble® 1500 semble contrôler difficilement le passage entre la phase d'échauffement et la phase de refroidissement. Les contraintes qui s'établissent alors dans notre échantillon induisent un effet TRIP : ces dernières perturbent les cinétiques de transformation de phases (mécanisme de Magee pour les transformations martensitiques et mécanisme de Greenwood-Johnson pour les transformations ferrito-perlitiques). Finalement, entre une déviation initiale et des cinétiques modifiées, l'utilisation de la RL devient difficile à employer, voire impossible.

Remarque : Si l'on souhaite corriger les courbes à partir d'un modèle numérique, un bon nombre de phénomènes est alors à prendre en considération. L'étude devrait se réaliser dans le sens longitudinal de l'éprouvette (cf. Figure 19). Il faudrait vivre sur un modèle de dilatation thermique pure, calculer les différences avec les valeurs issues des essais, puis tenir compte des changements mécaniques en fonction de la température (module d'élasticité, coefficient de poisson, limite élastique...). Le modèle devient complexe à construire et à interpréter (comment séparer les dilatations plastiques des effets TRIP ou encore des effets de viscosité).

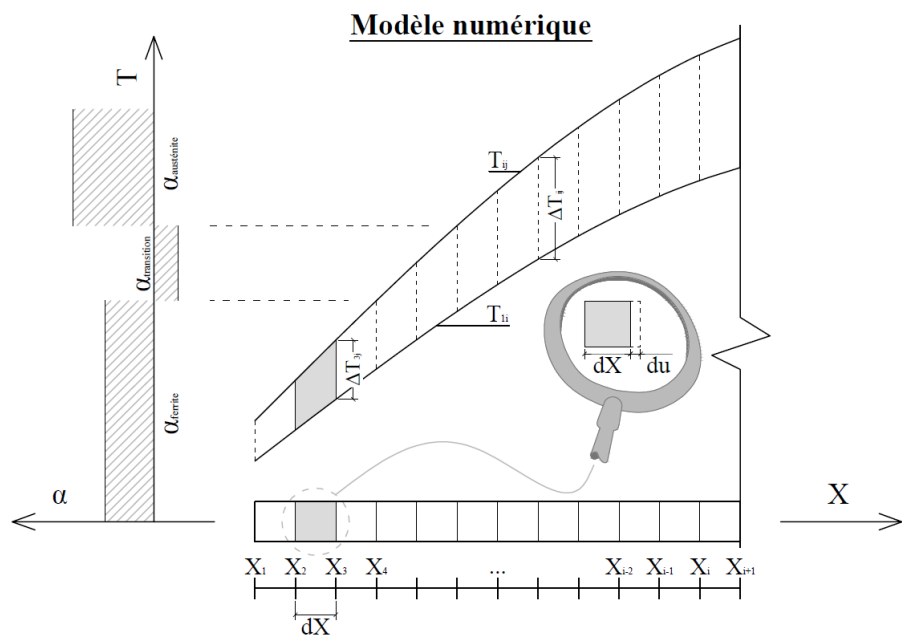


Figure 19. Philosophie de correction des courbes dilatométriques

Ainsi, le dispositif initial de la Gleeble selon les paramètres PID utilisés ne répond pas à nos attentes. Il a donc été question de trouver une solution qui permette l'obtention de résultats exploitables.

II.4. Modification du dispositif

L'échantillon qui est placé dans l'enceinte de test doit être installé de façon à ce que le courant électrique puisse permettre un échauffement efficace par effet Joule. On est donc obligé de garantir un bon contact entre les éléments de transmission du courant et l'éprouvette. Mais cette disposition est en contradiction avec le fait de vouloir laisser l'échantillon libre de toute contrainte. Néanmoins, il existe un module pour la Gleeble qui permet de recréer des conditions de test en dilatométrie libre (cf. Figure 20). Son utilisation n'a pu s'effectuer en raison des délais impartis pour ce PDM et du temps d'installation que ce module requiert.

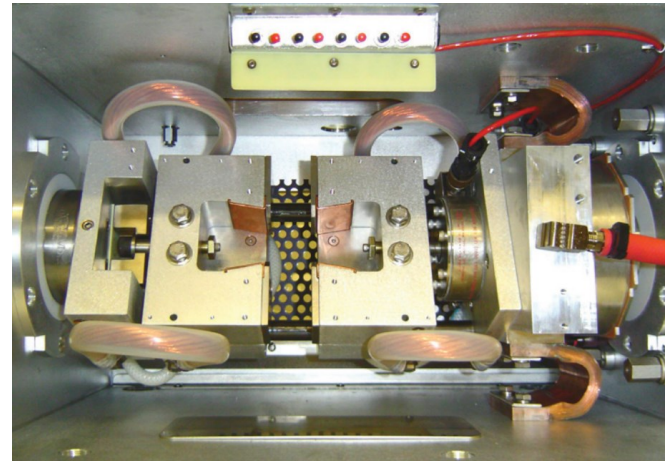


Figure 20. Dispositif Gleeble « low force pocket jaws »

Les réflexions se fondent sur des conditions de test telles que :

- ◆ L'éprouvette doit être libre de se déplacer sans contrainte
- ◆ Le nouveau dispositif doit permettre le passage d'un courant au niveau de l'éprouvette
- ◆ Au niveau des zones de transmission d'électricité, on doit éviter un effet de soudage, la température doit donc être contrôlée

Les premières pistes sont résumées en Figure 21 ci-dessous.

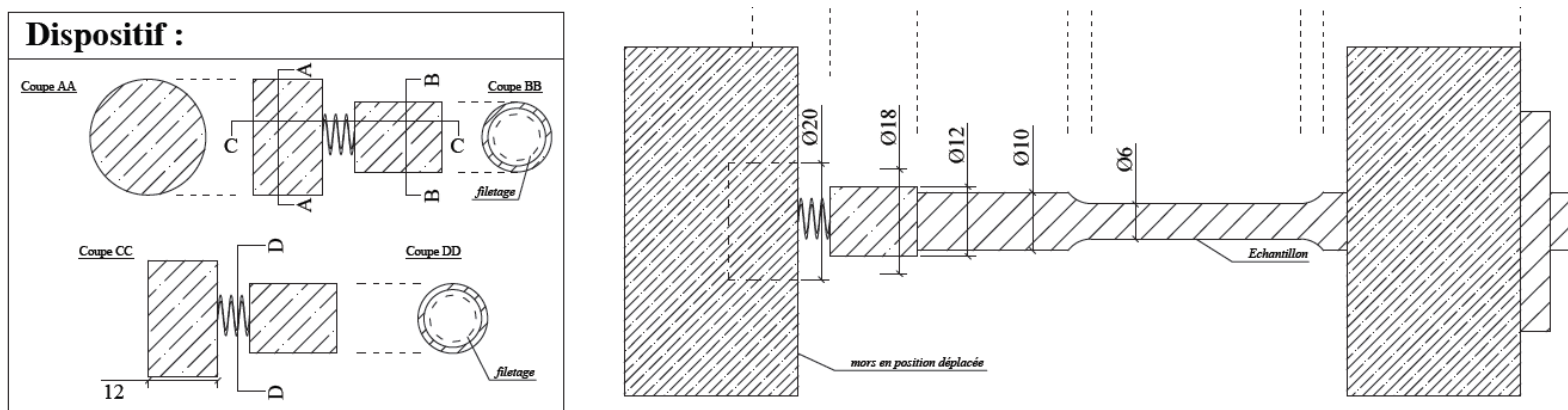


Figure 21. Exemple de dispositif imaginé pour la Gleeble® 1500 afin de simuler une dilatométrie libre

L'idée présentée se base sur un jeu de rigidité au niveau de la zone transition entre la partie intégrée dans les mors en cuivre et l'échantillon. La liaison se réalise au moyen d'un fil conducteur. Le risque avec une telle liaison est qu'au moment du passage de l'électricité (en raison de sa faible section) le fil soit grillé.

C'est pourquoi, afin de confirmer nos hypothèses, nous avons essayé de faire passer un courant dans un dispositif simplifié tel que présenté en figure 22. Pour une valeur de 200°C ciblée, la liaison en cuivre a commencé à s'échauffer intensément. La solution pour éviter un tel phénomène était donc de diminuer la densité de courant et donc d'utiliser une section plus importante. Nous nous sommes inspirés du dispositif « low force pocket jaws » donné en figure 20 pour estimer la section du fil conducteur.



Figure 22. Test de chauffe avec une liaison en cuivre sur Gleeble® 1500

Utiliser une section plus importante n'est plus un choix cohérent avec notre idée de départ. Il est vrai que nous voulions profiter du refroidissement réalisé au niveau de la partie mobile, c'est pourquoi notre intervention s'est limitée au niveau de la cellule de test. Mais nous avons dû nous adapter à la situation.

La seule solution, la plus rapide et la plus simple à réaliser, fut de nous brancher au niveau de la zone d'arrivée d'électricité (cf. *Annexe D*) au moyen d'un fil de 3 mètres de long et d'une section de 25mm de diamètre. La jonction avec l'échantillon se réalise à l'aide d'une cosse. L'installation générale de l'échantillon pour ce dispositif est décrite dans le manuel d'utilisation de la Gleeble® 1500.

Remarque : Deux autres solutions ont aussi été testées, mais se sont révélées insatisfaisantes. Une des solutions était de placer l'échantillon au niveau des mors de plus gros diamètres. Pour assurer le passage de l'électricité, une pâte conductrice a été employée. L'autre solution était d'utiliser du graphite (connu pour sa conductivité maximale et pour son faible coefficient de frottement).

Les résultats obtenus avec ce nouveau dispositif sont apparus de bonne qualité et seront présentés en troisième partie. Néanmoins, l'utilisation de ce système de test présente aussi ses limites qui sont :

- ◆ L'apparition d'un effet de flexion (ce qui a été le cas pour certains des tests) est dû au poids propre de l'échantillon et aussi à la diminution de sa rigidité avec la température. Si la mise en place du dispositif est soignée, on peut limiter ces effets et le fil agit comme une "suspente de soutien"
- ◆ Ce dispositif ne peut être utilisé que pour simuler des dilatations libres. Il ne permet pas de charger l'éprouvette
- ◆ Le refroidissement du côté du fil conducteur se réalise plus lentement que dans le cas du dispositif initial. Ceci risque de limiter la plage de test des vitesses de refroidissement rapide.

La machine est maintenant prête. A présent, il convient d'explicitier les méthodes d'interprétation des courbes dilatométriques.

III. Méthode de traitement des données

La construction du diagramme TRC se base sur un étude des courbes dilatométriques en fonction de la vitesse de refroidissement. A partir d'une série d'hypothèses, il s'agit de présenter la manière dont les cinétiques de transformations métallurgiques sont extraites des mesures dilatométriques de notre éprouvette.

III.1. Hypothèses

Nous avons décrit lors de la pré-étude les différentes interactions qui existent entre le problème thermique, le problème mécanique et le problème mécanique. Les expériences réalisées à l'aide de la Gleeble® 1500 se basent sur :

- ◆ **H1. Des mesures thermiques globales :** La température mesurée est une mesure moyenne sur la section qui intègre les effets de chaleur latente et de recalescence
- ◆ **H2. Une non considération des forces extérieures :** on suppose qu'elles sont nulles au moment du refroidissement (but du dispositif Gleeble modifié)
- ◆ **H3. L'indépendance entre les différentes phases :** c'est le principe de l'additivité qui est utilisé pour déterminer les caractéristiques de l'acier

L'expression générale de la déformation du matériel, dans le cas d'un problème de soudage, prend la forme suivante :

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{th} + \varepsilon_e + \varepsilon_{pl} + \varepsilon_{pt} + \varepsilon_{vp} \quad (\text{formule 7})$$

Les termes de déformation liés à un état de contrainte (élasticité, plasticité normale, plasticité de transformation, viscosité) disparaissent (H2). Ainsi les effets thermiques sont les seuls à être considérés :

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{th} \quad (\text{formule 8})$$

En raison de H1, la déformation thermique s'écrit comme la somme pondérée (avec les fractions de phase) des déformations thermiques des différentes phases (tient compte des différences de compaction) :

$$\varepsilon_{tot} = \sum z_k \cdot \varepsilon_{th,k}(T) \quad (\text{formule 9})$$

III.2. Interprétation des courbes dilatométriques

L'interprétation de la formule 9 sur la courbe dilatométrique est donnée en figure 23. Elle permet d'illustrer l'utilisation de la règle du levier pour qualifier la transformation d'un acier. Nos analyses vont se réaliser à l'aide de cette méthode.

III.2.1. Phase de réchauffement

Pour les phases de réchauffement, c'est-à-dire pour les premiers essais réalisés au moyen du dispositif initial de la Gleeble, la règle du levier convient bien : une seule transformation de phase (ferrite vers austénite) a lieu.

Il est donc possible de dessiner la décomposition de la ferrite en fonction de la température. Ceci permettra de retrouver la fonction z_k caractéristique pour du soudage au MAG, donc pour un réchauffement de 100°C/s.

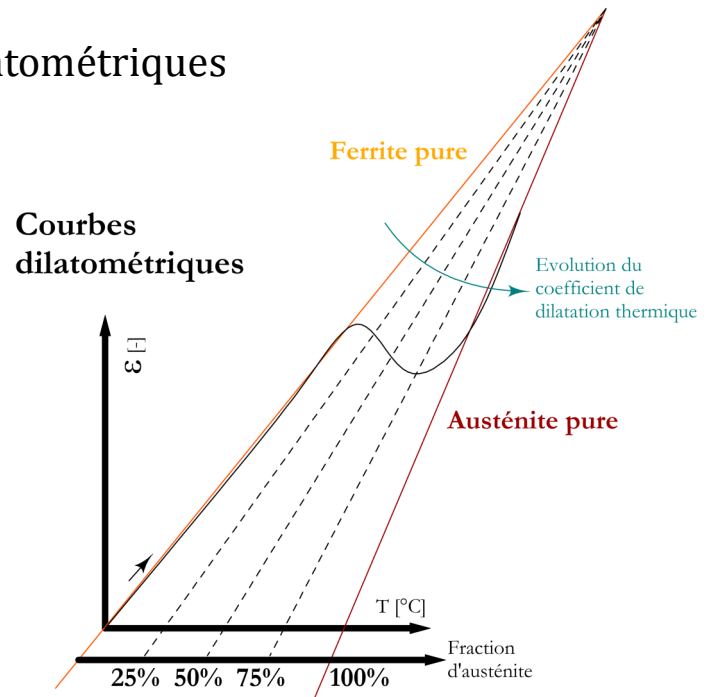


Figure 23. Illustration de la règle du levier (exemple pour la phase de réchauffement)

La détermination des différents paramètres (que nous avons précisés en première partie dans le protocole expérimental pour la phase de réchauffement) suit la logique qui suit :

1. Utilisation de la règle du levier pour les températures d'austénisation

Les courbes brutes, obtenues à partir d'une série de 16 tests à l'aide de la Gleeble, sont lissées au moyen d'une moyenne mobile par tranche de 10 points de mesures (sauf pour les 10 premiers et 10 derniers points de mesures, on se retrouve donc avec un vecteur de taille inchangée) pour les données dilatométriques. Le critère de début de transformation utilisé correspond à un rapport de $AC/AB \geq 1\%$ (cf. Figure 9, p10) (réf. Mayr2010[37]). Quant au critère employé pour la fin de transformation austénitique, il doit satisfaire à $AC/AB \geq 99\%$. La détermination des valeurs moyennes et des fractiles 5% se base sur une répartition Gaussienne corrigée à partir de la loi de Student afin de tenir compte du nombre de tests.

2. Détermination de la différence de compacité

La détermination du terme de différence de compacité entre les deux différentes phases est calculée pour une température de 30°C par prolongation des interpolations trouvées pour la phase austénitique et ferritique. Les valeurs moyennes et les fractiles 5% sont obtenus sur la base d'une répartition Gaussienne corrigée à partir de la loi de Student.

3. Détermination des coefficients de dilatation

Les coefficients de dilatation ferritique sont estimés entre 200°C et 600°C. Dans un cas de mesure la droite d'interpolation a été déplacée vers le haut afin de rendre compte de la réelle température de début d'austénisation (Test 12, cf. Annexe G). Pour le cas de l'austénite, le coefficient de dilatation a été estimé en général sur une plage de température de 880°C à 1000°C sauf pour les tests 12, 16 et 19. On a restreint la plage d'interpolation pour ces trois derniers tests. En effet, afin de procéder aux comparaisons avec les valeurs données dans la littérature, nous avons décidé de ne pas considérer la zone d'augmentation du coefficient thermique (correspond au moment où les carbures sont dissous dans la matrice austénitique, réf. Lindgren2007[9]).

4. Détermination de la loi d'évolution des fractions de phase

Les évolutions des quantités de phase sont obtenues à partir des critères de fin et de début d'austénisation donné en 1. L'ensemble des résultats individuels sont combinés et on ajuste la forme de l'évolution des fractions au moyen d'une spline lissée.

Le modèle de comportement dilatométrique repose sur des valeurs de coefficients de dilatation maximisées afin de considérer les plus grands risques de dilatation (et de ce fait la création de contraintes de traction plus importantes et de manière plus rapide en phase de refroidissement). Les valeurs de différence de compacité sont, quant à elles, aussi maximisées (puisque le coefficient de dilatation austénitique l'est). Comme nous l'avons vu au moment du test Satoh, les effets de compression dus à la phase de réchauffement s'estompent dans la zone austénitique en raison de son caractère visqueux (restauration visqueuse). Afin d'augmenter ces effets de restauration et donc de limiter les effets de compression (ils jouent un rôle bénéfique dans le comportement à la fatigue) avant le refroidissement, le domaine austénitique est élargi en minimisant les températures de début et de fin d'austénisation.

L'évolution des fractions de phase sera construite à partir de l'ensemble des évolutions calculées pour les 16 tests. Pour cette étude nous n'avons pas ajusté le modèle aux valeurs caractéristiques de Ac_1 et de Ac_3 , seule l'évolution moyennée est donnée.

III.2.2. Phase de refroidissement

L'interprétation des courbes dilatométriques en phase de refroidissement est plus complexe que dans le cas du réchauffement. Plusieurs transformations de phase sont en jeu et l'utilisation de la règle du levier devient donc plus difficile. Les modèles de calcul basés sur les évolutions volumiques (qui considèrent les coefficients de maille et les concentrations en carbone) utilisent le diagramme de phase métastable de l'acier qui est étudié (réf. Lee2007[8]) pour quantifier la fraction atomique de carbone contenue dans chaque phase. Or, le diagramme de phase de l'acier S690QH n'est pas connu, et en raison de sa quantité plus chargée en éléments d'alliage, les domaines ferritiques et austénitiques sont bien différents du diagramme binaire Fe-C.

Alors, comment interpréter nos courbes de refroidissement par la seule utilisation de la règle du levier ? Dans nos lectures (réf. Lee2007[8]) nous avons remarqué que l'évolution de la fraction d'austénite présente une certaine forme avec la présence de points d'inflexion. En combinant les critères qui lient la forme de la courbe dilatométrique aux formations de phases (réf. Garcia2002[12], Lindgren2007[9] et Jung2012[26]) il est possible de lier les zones d'inflexion au début des transformations de phase (cf. Figure 24).

La courbe dilatométrique est lissée par une moyenne mobile (toujours sur les mesures LVDT, par tranche de 10 points de mesures) afin d'obtenir une dérivation de bonne qualité. D'autre part, afin de tenir compte des imprécisions de mesures réalisées au moyen du LVDT, un premier calcul sur l'évolution austénitique est entrepris en considérant les courbes moyennes de dilatation des phases austénitique et ferritique. Ceci permet de nous donner la borne inférieure des évolutions de phase. Un calcul est ensuite réalisé en tenant compte cette fois-ci des déviations standards des droites de dilatation (cf. Figure 24). Les deux droites sont déplacées vers l'intérieur et on obtient ainsi la borne supérieure.

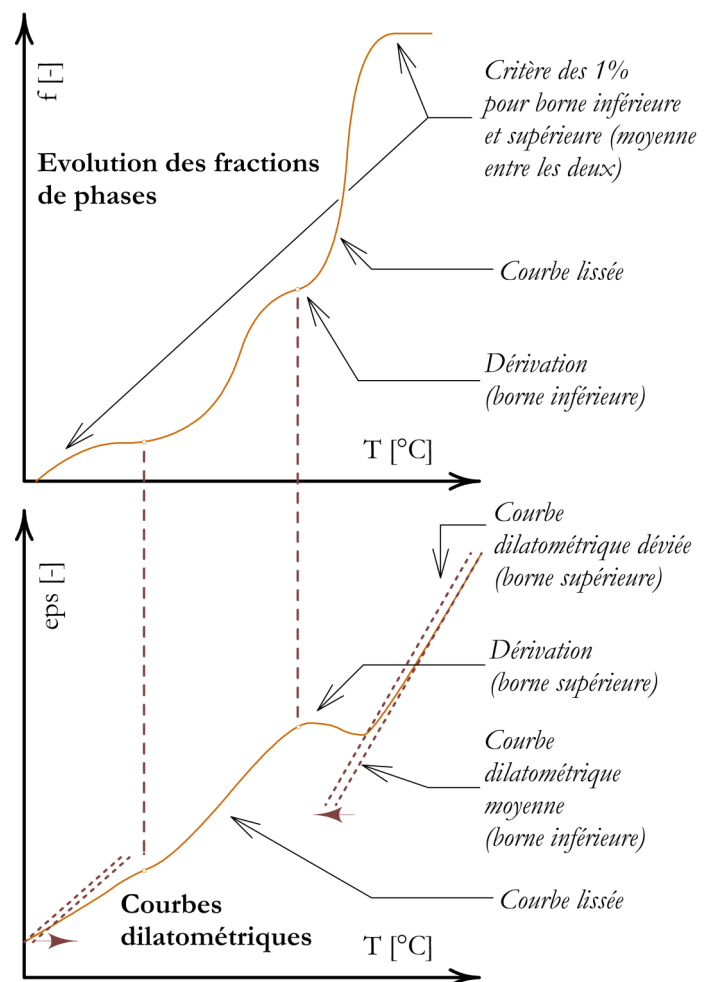


Figure 24. Illustration de la méthode de résolution pour trouver les températures de début de transformation

L'évolution des fractions de phase donnée en *Annexe G* correspond à la courbe moyennée entre borne supérieure et borne inférieure. Un lissage sur les fractions calculées est aussi accompli afin de pouvoir effectuer une correcte dérivation de cette courbe. Ce lissage est réalisé avec une moyenne mobile sur 10 à 50 points de mesures en fonction de la qualité de base de la courbe.

Remarque : Pour la courbe de refroidissement de -2°C/s , on a aussi considéré une température moyennée. En effet, le contrôle en température a été perturbé pendant un certain temps.

La figure 25 présente les interprétations visuelles qui nous ont permis de caractériser les moments de transformations ferrito-perlitique, bainitique et martensitique (réf. Garcia2002[12], Lindgren2007[9] et Jung2012 [26]).

INTERPRETATION DES COURBES DE REFROIDISSEMENT

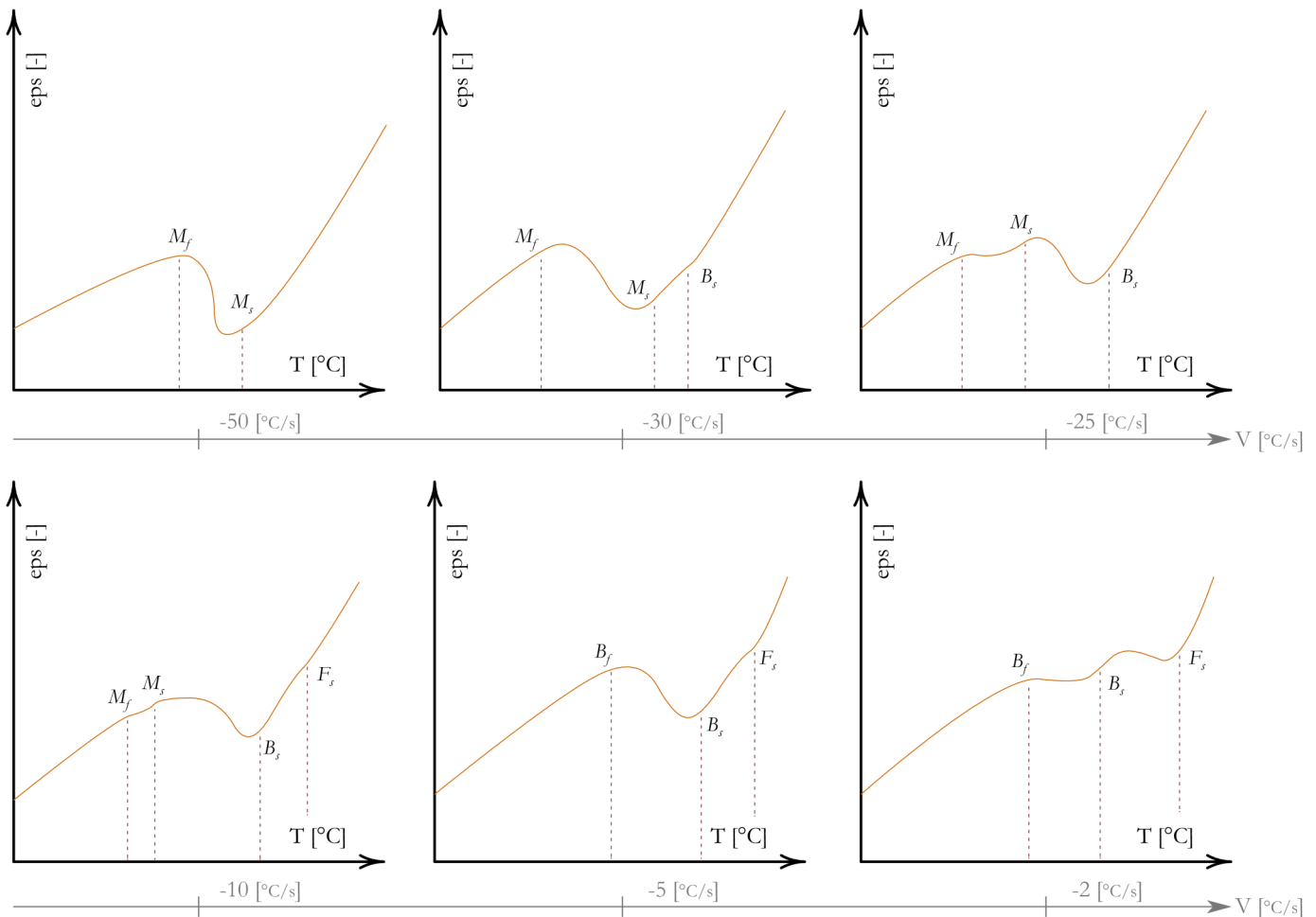


Figure 26. Interprétation visuelle des courbes de refroidissement

Une fois les températures M_f , M_s , B_f , B_s et F_s trouvées, ces dernières sont reportées sur leur courbe de refroidissement et elles permettront de dessiner la définition des domaines Martensitique, Bainitique et Ferritique (le domaine Perlite est intégré au domaine Ferritique). De plus, on ne fera pas la différence entre la Bainite supérieure et la Bainite inférieure.

L'extrapolation des données expérimentales sera réalisée à partir de Splines cubiques et ces frontières supposées passeront obligatoirement aux endroits des données expérimentales. L'évolution des fractions de phase en fonction de la vitesse de refroidissement sera reportée sur un second graphique et elle sera interpolée par une spline.

Remarque : Nous avons préféré ne pas mélanger les résultats des tests métallographiques et de dureté, réalisés sur les éprouvettes issues du premier protocole, avec les résultats des refroidissements obtenus avec le second protocole.

IV. Conclusions

Dans cette phase expérimentale, nous nous sommes rendu compte que la machine Gleeble[®] 1500, certes ancienne, est néanmoins un outil valable pour la simulation du comportement thermomécanique des aciers. Cette plateforme présente l'avantage de pouvoir être modifiée facilement, au gré de l'utilisateur : les sources d'imprécisions peuvent donc mieux être décelées. La solution temporaire nous a permis d'obtenir, à première vue, des résultats en cohérence avec la littérature. Mais cette solution se limite aux tests de dilatométrie libre. Il semble donc justifié de procéder à des interventions au niveau de la cellule de force ou encore d'améliorer les paramètres de contrôles (PID) pour effectuer, à l'avenir, des tests TRIP.

Une fois les tests réalisés, selon les protocoles expérimentaux donnés en première partie, on commence à construire les relations entre la température et la dilatation qui permettront de trouver les températures de transformation de phase. L'interprétation des courbes dilatométriques se réalise de manière simplifiée, par l'utilisation de la règle du levier, et elle intègre dans cette analyse les imprécisions de mesures dues au LVDT.

Un premier code Matlab a donné le moyen de retrouver les valeurs de A_{c1} et A_{c3} dans le cas d'un réchauffement de 100°C/s et de caractériser la transition entre la phase ferritique et la phase austénitique. Un autre code Matlab a été rédigé afin de retranscrire les méthodes d'analyse des courbes de dilatation qui ont été précédemment exposées. Ce dernier code change légèrement en fonction du nombre de phases qui entrent en jeu au cours d'un refroidissement et il est adapté en fonction de la qualité des résultats obtenus à l'aide de la Gleeble[®] 1500.

Ce traitement des données rendra possible la construction du modèle de comportement de l'acier S690QH en condition de réchauffement, caractéristique pour du soudage au MAG et l'établissement de son diagramme TRC.

TROISIEME PARTIE

ANALYSE DES RESULTATS

Présentation des résultats et analyse avec les articles de références

Les cheminements entrepris jusqu'ici nous conduisent à l'ultime étape que nous allons exposer. Avec les conditions expérimentales et les modifications effectuées sur la Gleeble[®] 1500, nous avons composé avec les sources d'imprécisions afin d'obtenir des résultats qui soient les plus représentatifs de la réalité. L'utilisation d'un code Matlab nous a permis de traiter avec efficacité les données des expériences. Ainsi, nous sommes parvenus à établir les modèles de comportement en phase de réchauffement et en phase de refroidissement. Ces modèles pourront servir de données d'entrée dans un programme d'éléments finis.

I. Présentation des résultats

I.1. Cycle de réchauffement

L'application du premier protocole et des méthodes d'analyse des données Gleeble nous ont permis d'obtenir les résultats présentés en *Annexe G*. Les contraintes induites par le mauvais contrôle en force de la machine sont considérées comme négligeables pour cette phase de réchauffement.

La dilatation ferritique suit une évolution générale linéaire. Les courbes présentent une légère erreur systématique au début du réchauffement. C'est pourquoi la détermination du coefficient de dilatation se réalise sur un intervalle de température compris entre 200°C et 600°C. Le coefficient de dilatation est quant à lui déterminé sur un plus court intervalle pour les raisons exposées en deuxième partie.

Un exemple de dilatométrie, représentatif du comportement général de l'acier en cycle de chauffe, est donné en figure 26.

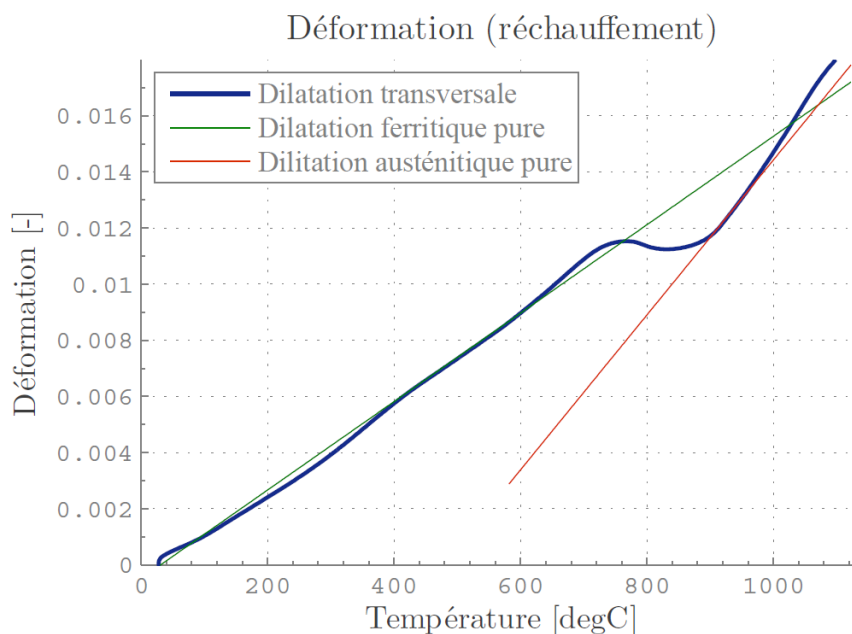


Figure 26. Courbe dilatométrique en cycle de réchauffement pour le test 16

Si on se réfère aux courbes dilatométriques trouvées par Rohr2013[2] et qui sont reportées en Figure 27, les ordres de grandeur des dilatations thermiques pour une température de 1100°C concordent à quelques pourcents près. La série de tests de gauche de la Figure 27 a été obtenue suite à un échauffement de 10°C/s. A cette vitesse, l'équilibre thermodynamique est respecté. Les échauffements de 700°C/s, tests de droite, quant à eux ne le respectent pas. C'est pour cette raison que les températures d'austénisation sont déplacées vers les plus hautes températures. Le tableau 7 illustre l'évolution des températures de début et de fin d'austénisation en fonction des vitesses de chauffe.

Vitesse	10	100	700
Ac ₁	721	745	749
Ac ₃	845	889	914

Tableau 7. Comparaison des températures d'austénisation en fonction de la vitesse de chauffe

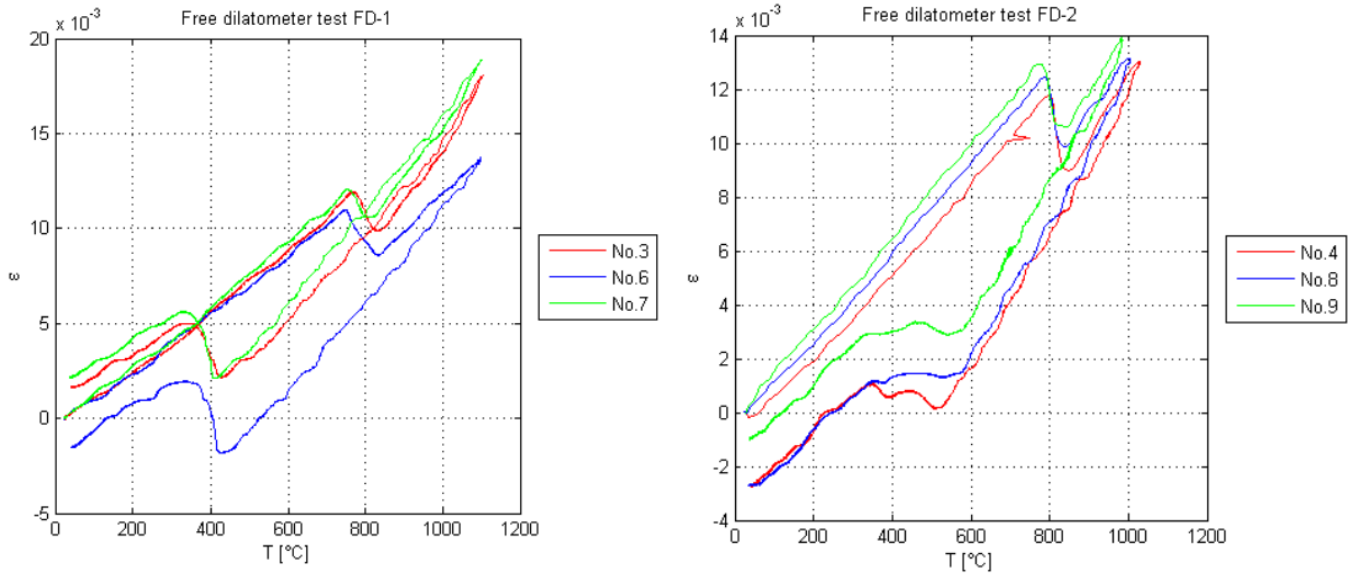


Figure 27. Résultats des tests de dilatométrie libre en phase de réchauffement pour 10°C/s (gauche) et 700°C/s (droite) [2]

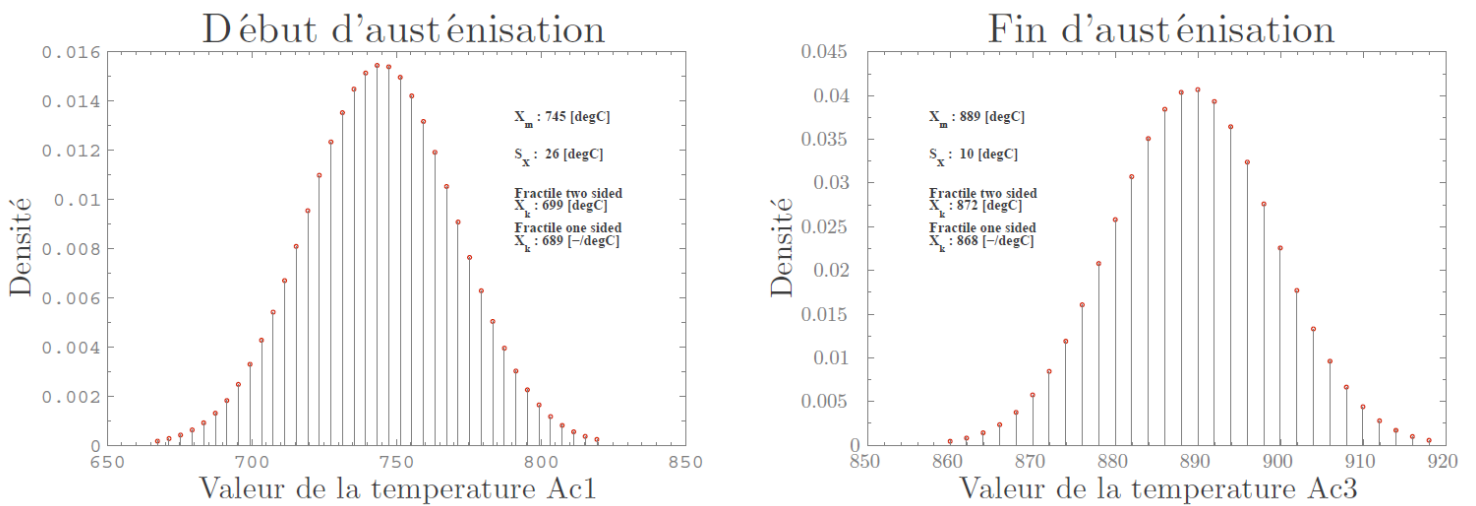


Figure 28. Répartition statistique des températures de début et de fin d'austénisation

Bien que les critères utilisés pour la détermination des températures d'austénisation soient différents, la valeur moyenne obtenue pour une vitesse de chauffe comprise entre les vitesses programmées par Rohr2013[2] est bien encadrée par les valeurs minimales et maximales.

Pour nos résultats de calcul de températures de début et de fin d'austénisation, les imprécisions induites par le système de chauffe et par les mesures des thermocouples sont de l'ordre de 20°C. Les résultats sont tout de même considérés avec les chiffres de l'unité pour permettre de meilleures comparaisons. Une répartition gaussienne aplatie par une loi de Student a été utilisée pour la détermination des valeurs moyennes et caractéristiques comme montré en figure 28.

Remarque : Les résultats sont en accord avec la littérature (cf. Lévêque2013[38]) avec un domaine austénitique présent aux plus hautes températures et un intervalle de température de transition grandissant dans le cas de plus grandes vitesses de chauffage (cf. Figure 29).

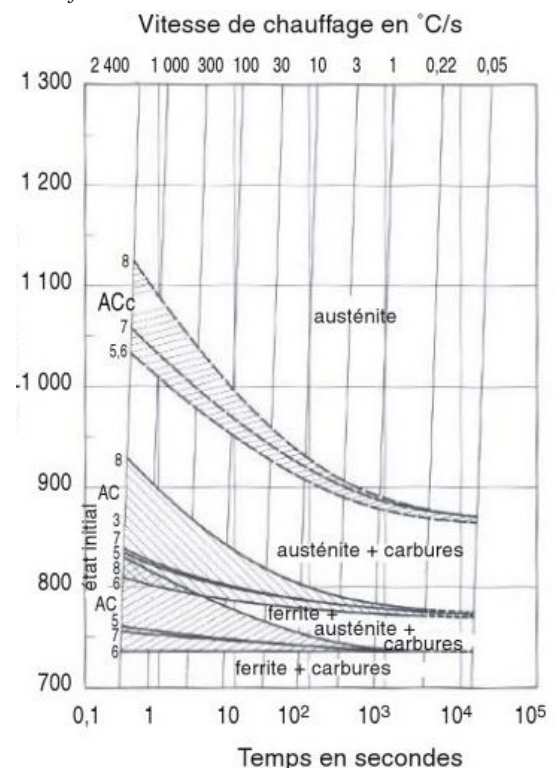


Figure 29. Diagramme de transformation en chauffage continu [38]

Le test en Figure 26 montre une forme bien représentative décrite dans le livre de Lindgren2007[9] : la pente austénitique est en constante augmentation avec la température. Ce phénomène est lié à la dissolution des atomes de carbone dans la matrice austénitique. Ainsi, pour les essais dont la forme permet de distinguer la phase sans et avec dissolution des carbures, nous avons considéré une droite qui s'approche davantage du comportement (austénite + carbures). Mais ce n'est pas le cas pour toutes les courbes. Nous avons donc des valeurs de pentes bien plus prononcées que celles trouvées dans la littérature. L'analyse statistique (cf. Figure 30) pour les coefficients de dilatation ferritique et austénitique, nous fournit des valeurs égales à :

$$\alpha_{\alpha,m} = 1.7 \cdot 10^{-5} \text{ [-/}^\circ\text{C]}$$

$$\alpha_{\gamma,m} = 2.9 \cdot 10^{-5} \text{ [-/}^\circ\text{C]}$$

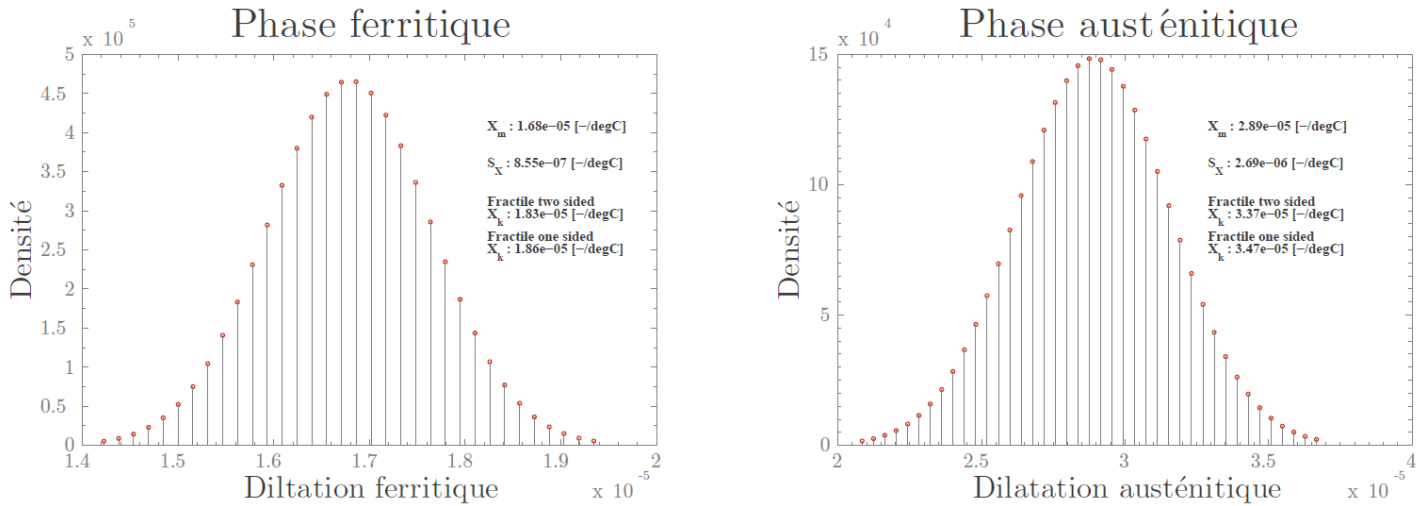


Figure 30. Répartition statistique des coefficients de dilatation pour la phase austénitique et ferritique (cycle de réchauffement)

Si on se réfère au travail de Zamiri2014[1], les valeurs qui ont été considérées pour son calcul numérique sont plus proches des valeurs moyennes que des valeurs caractéristiques trouvées. Les dilatations thermiques sont bien plus importantes dans le cas de l'utilisation des valeurs caractéristiques ici calculées.

En ce qui concerne le terme de compaction, sa valeur moyenne (pour une température T_0 de 30°C) est égale à :

$$\Delta\varepsilon_{\alpha,\gamma,m} = (\alpha_{\gamma,m} \cdot T_0 + \Delta\varepsilon_{\gamma,m}) - (\alpha_{\alpha,m} \cdot T_0 + \Delta\varepsilon_{\alpha,m}) = -0.013 \text{ [-]}$$

Ce terme permet de caractériser la phase de transition entre la partie ferritique et la partie austénitique. Plus ce terme est important et plus le relâchement des contraintes (cf. le test Satoh) sera important. La restauration visqueuse qui s'en suit n'en sera que plus accélérée.

Finalement il ne reste plus qu'à présenter l'évolution moyenne des fractions de phase pour ce type de réchauffement de 100°C/s.

L'Annexe G présente la cinétique de transformation en fonction de la température pour chacun des essais. Le modèle présenté en figure 32 est obtenu à partir d'un regroupement de toutes les données approximées par une spline lissée. On se rend compte que la température de début d'austénisation est décalée sur la droite en raison de l'existence de certaines données. D'autre part, la plage de température sur laquelle cette évolution se réalise est légèrement plus grande que celle trouvée à partir des valeurs caractéristiques Ac_1 et Ac_3 (elle est de 185°C pour le modèle et de 179°C pour l'expérimental).

Afin de suivre l'évolution plus moyenne des courbes, nous avons utilisé une seconde approximation et cette fois-ci une fonction de Fourier (cf. Figure 33). Les déviations dues aux effets numériques disparaissent.

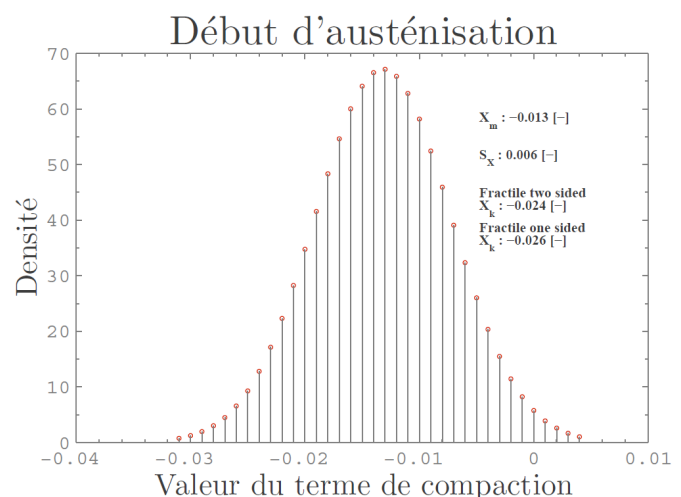


Figure 31. Répartition statistique du terme de compaction

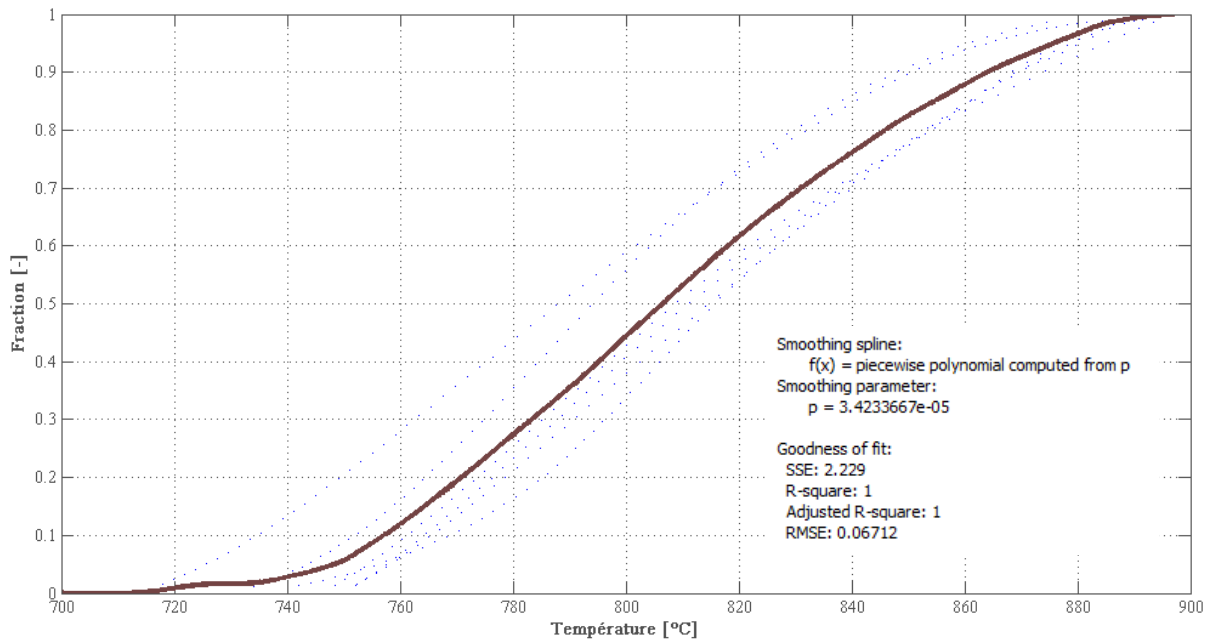


Figure 32. Evolution des fractions de phase approximée par une spline lissée

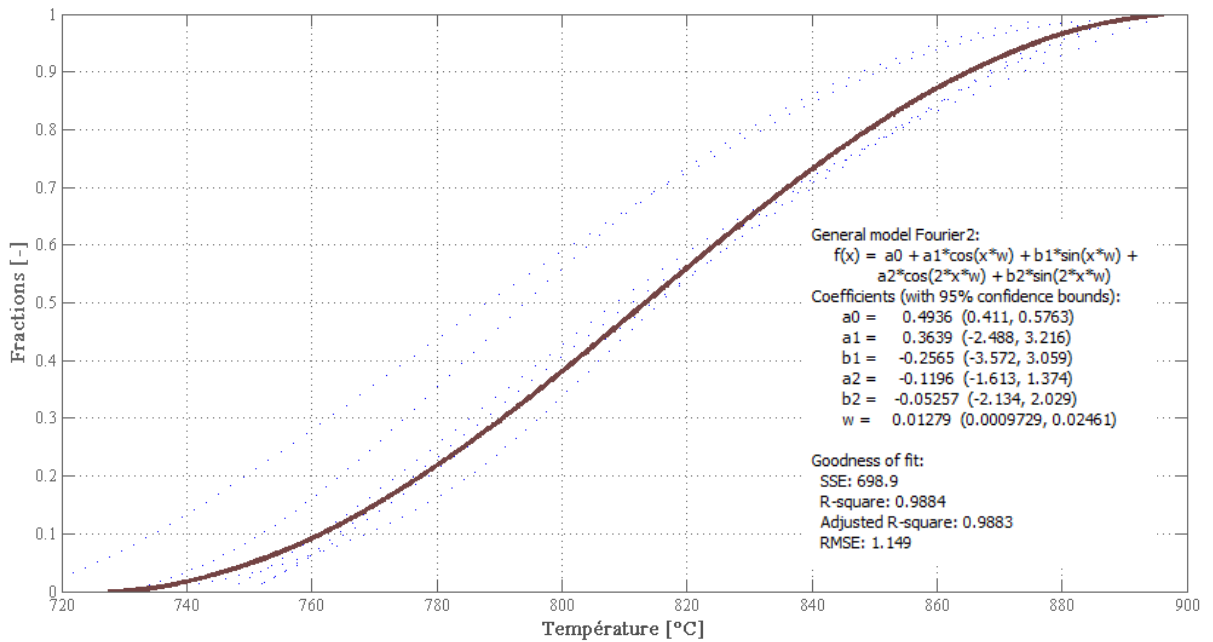


Figure 33. Evolution des fractions de phase approximée par une fonction de Fourier

Cette nouvelle interpolation des données se rapproche plus du comportement moyen de notre acier en phase de réchauffement. Cette évolution nous fournit une valeur de début d'austénisation de 725°C et de fin d'austénisation de 895°C. La transformation austénitique s'établit sur une plage de température égale à 170°C et elle est cette fois-ci plus petite que pour le cas précédent. Néanmoins cette dernière courbe présente une évolution qui caractérise un début de transformation plus progressif que pour le cas de la figure 32.

L'ensemble de ces résultats permettra l'établissement du modèle de comportement en phase de réchauffement caractéristique pour du soudage au MAG.

I.2. Cycle de refroidissement

Le résultat des interprétations des courbes dilatométriques en phase de refroidissement est fourni en *Annexe G*. Les métallographies qui y ont été insérées ont été obtenues à l'aide du premier protocole pour des vitesses de refroidissement proches.

L'ensemble des courbes de refroidissement décrivent les hystèreses données dans les articles de Zhao2001 [10] et de Jung2012 [24]. Des effets d'érouissage de la partie austénitique se réalisent à très haute température. Ainsi, les courbes présentées en figure 34 ont été déplacées vers le haut (sauf trois d'entre elles qui ne présentaient pas cette déviation et une autre pour laquelle l'effet de flexion était plus marqué) d'une valeur de dilatation égale à $1.5 \cdot 10^{-3}$ [-].

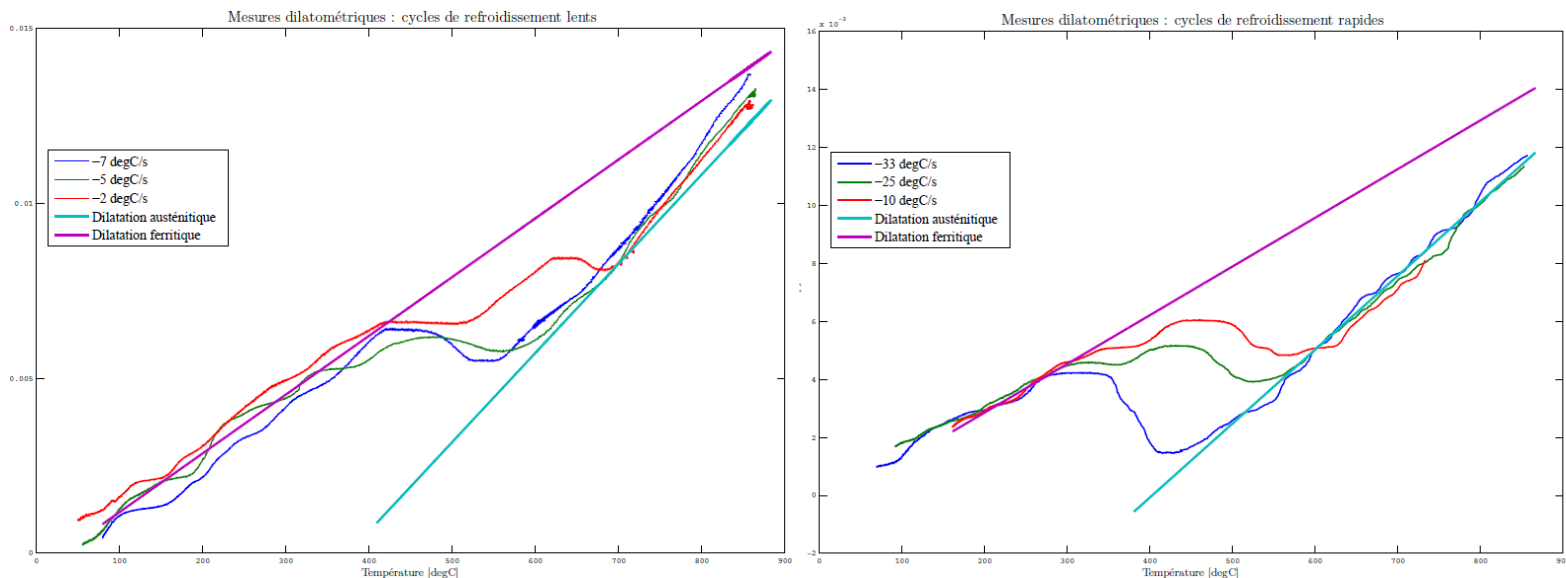


Figure 34. Courbes dilatométriques en phase de refroidissement à différentes vitesses

Les résultats se rejoignent en fin de refroidissement à une valeur de zéro (à quelques pourcents près). La dilatation nulle est calculée pour l'état initial de l'éprouvette n'ayant subi aucun traitement thermique. Les coefficients de dilatation thermiques pour la phase austénitique et pour la phase ferritique reportés sur les graphiques en figure 34, correspondent à la moyenne calculée sur l'ensemble de ces courbes. Leur répartition et leur valeur sont données en figure 35. Le terme de compaction est quant à lui égal à -0.011 [-] pour sa valeur moyenne et présente une valeur caractéristique de -0.021 [-].

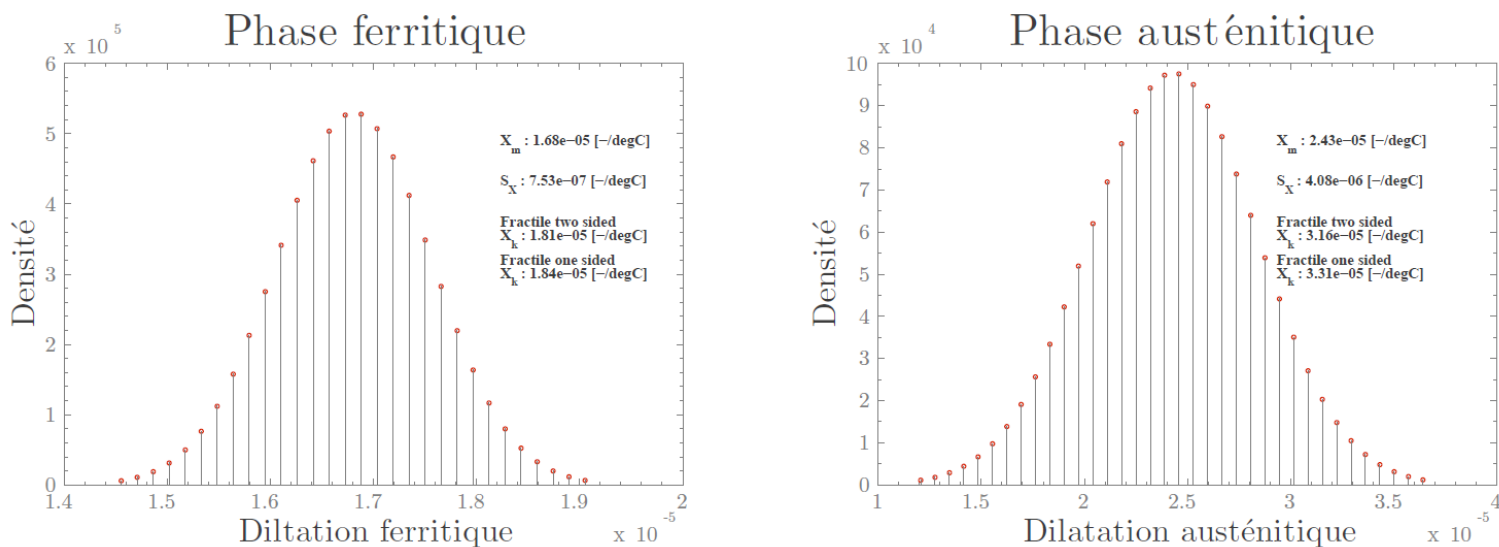


Figure 35. Répartition statistique des coefficients de dilatation pour la phase austénitique et ferritique (cycle de refroidissement)

Le code Matlab utilisé procède à l'identique de la méthode exposée en deuxième partie. Les perturbations que présentent les courbes de refroidissement sont dues aux imprécisions de mesures induites par le LVDT. En particulier, pour la courbe de refroidissement des -33°C/s , on remarque que la courbe dilatométrique présente une légère déviation vers les 550°C . Soit ce décalage est dû aux imprécisions de mesures, soit il correspond au début de la transformation bainitique. Ainsi, pour l'établissement du diagramme TRC, nous avons considéré deux différents cas :

- ◆ Le début de transformation bainitique se réalise à une température de 502°C : le décalage de la courbe est bien considéré comme un début de transformation de phase et donc, ceci revient à considérer une limite supérieure pour la frontière du domaine bainitique.
- ◆ Le début de transformation bainitique se réalise à une température de 462°C : dans ce cas, cette valeur de température représente une limite inférieure pour la définition de la frontière du domaine bainitique.

L'évolution des fractions de phase calculées reposent sur une estimation des coefficients de dilatation thermique propre à la courbe de refroidissement. Les erreurs standards de ces courbes sont représentées sur les résultats donnés en *Annexe G*. On se propose de reporter les valeurs des températures de transformation de phase dans un tableau récapitulatif (cf. Tableau 8).

Vitesse de refroidissement	-33°C/s	-25°C/s	-10°C/s	-7°C/s	-5°C/s	-2°C/s
Martensite Finish [$^{\circ}\text{C}$]	328	318	359	350		
Martensite Start [$^{\circ}\text{C}$]	421	392	408	406		
Bainite Finish [$^{\circ}\text{C}$]					451	423
Bainite Start [$^{\circ}\text{C}$]	$462_{(\text{cal.1})} - 502_{(\text{cal.2})}$	561	640	630	620	619
Ferrite Start [$^{\circ}\text{C}$]				674	707	697

Tableau 8. Evolution des températures de transformation de phase en fonction de la vitesse de refroidissement

On remarque que le domaine martensitique (donné par les températures de M_f et de M_s) devient de moins en moins grand au fur et à mesure que l'on diminue les vitesses de refroidissement. Pour la construction du diagramme TRC, on supposera que la température de début de transformation en martensite, pour des vitesses de refroidissement plus rapides que -33°C/s , est égale à 421°C . En effet, les premiers tests issus du premier protocole nous fournissent des valeurs à $\pm 5^{\circ}\text{C}$ de la valeur admise (nous n'avons pas représenté les courbes puisque ces dernières étaient issues d'un autre protocole). La valeur de 392°C pour la valeur de Martensite Start (-25°C/s) se décale de l'évolution décroissante décrite par les autres valeurs. Bien évidemment, les valeurs trouvées ne se basent que sur un unique essai de refroidissement : le diagramme TRC gagnerait en représentativité si plusieurs tests pour une même vitesse de refroidissement étaient réalisés.

Le domaine bainitique, en fonction d'une vitesse décroissante, prend le dessus sur les transformations martensitiques jusqu'à diminuer en raison de l'apparition d'un domaine ferritique. Ces résultats semblent concorder avec les diagrammes TRC trouvés dans la littérature (Dobrzański2004[39]).

Finalement, l'apparition du domaine ferritique se réalise pour de faibles vitesses de refroidissement, dans les alentours de -7°C/s . Sa tendance est d'apparaître pour une température toujours plus grande (où les effets de diffusion gouvernent les transformations). Pour notre cas elle plafonne à une valeur moyenne de 702 (entre 707°C et 697°C) pour un refroidissement moyen de -3.5°C/s (entre -5°C/s et -2°C/s). En diminuant la vitesse de refroidissement à l'extrême, on serait capable de retrouver le diagramme d'équilibre métastable pour la tranche du taux de carbone donné.

Pour la construction du diagramme TRC, nous n'avons pas fait la différence entre le domaine perlitique et le domaine ferritique. Tout a été combiné sous la dénomination "domaine ferritique". On a reporté en *Annexe G* le diagramme TRC expérimental qui permet de combiner l'ensemble des courbes de refroidissement.

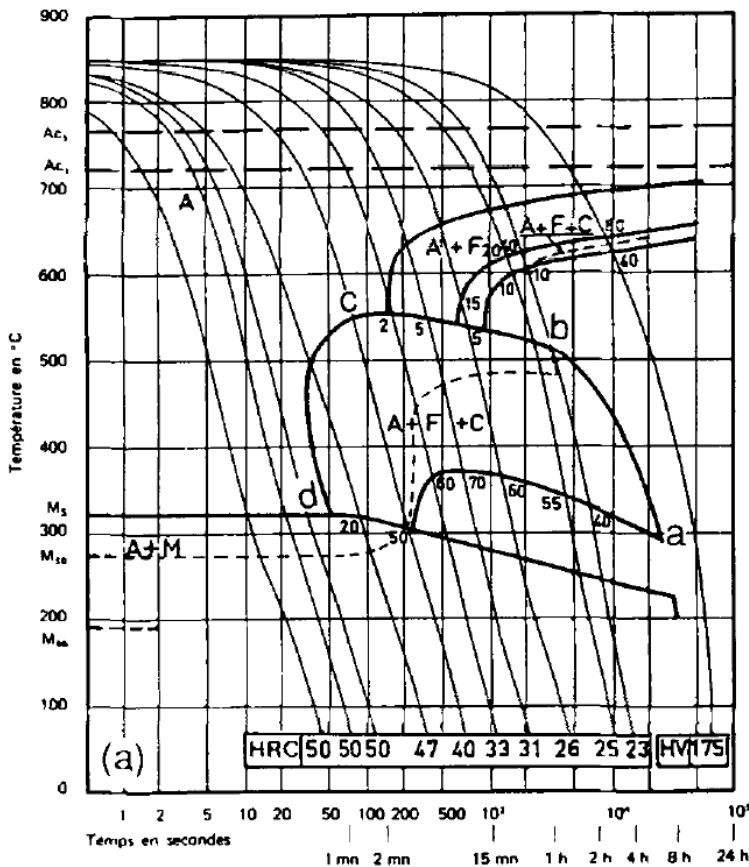


Figure 36. Diagramme TRC tiré de l'article de Zhao1995[43]

Remarque 1 : Les températures Ac_1 et Ac_3 sont déduites des courbes de réchauffement lent (i.e. $10^\circ C/s$) et elles correspondent aux températures trouvées par Rohr2013[2] (cf. Tableau 7). On donc que $Ac_1 = 721^\circ C$ et que $Ac_3 = 845^\circ C$.

Remarque 2 : L'utilisation du diagramme TRC convient moyennant encore d'autres hypothèses qui concernent la forme des courbes de refroidissement :

- ◆ Les vitesses de refroidissement rapides qui ont été présentées en figure 34, ne correspondent pas vraiment à des vitesses en refroidissement continu. En effet, en raison de la recalescence¹ qui apparaît au moment de la transformation martensitique, et aussi en raison de la capacité thermique de l'acier, la vitesse de refroidissement est affaiblie.
- ◆ Les vitesses de refroidissement lentes, quant à elles, correspondent bien à un refroidissement linéaire en fonction du temps.

En raison de ces différences, si l'on souhaite utiliser ce diagramme TRC comme donnée d'entrée d'un programme d'éléments finis, Il s'agirait de caractériser les courbes de refroidissement à l'aide d'une fonction puissance en fonction du temps de refroidissement entre $800^\circ C$ et $500^\circ C$ (en effet, il est possible de baser nos calculs sur un temps de refroidissement entre $800^\circ C$ et $500^\circ C$ en fonction du type de soudage utilisé, l'épaisseur de la pièce analysée et l'apport en chaleur (cf. Murry1994[46])). Par exemple, pour notre cas, il faudrait une expression pour les vitesses supérieures à la courbe des $-25^\circ C/s$, une autre expression pour celles comprises entre $-25^\circ C/s$ et $-7^\circ C/s$ et une dernière pour les refroidissements n'excédant pas les $-7^\circ C/s$.

Le diagramme TRC final est obtenu à partir d'un lissage des données expérimentales à l'aide d'une spline cubique. Les fractions de phase qui ont été estimées à partir de la règle du levier sont reportées sur un graphique annexe avec la définition des temps de refroidissement entre $800^\circ C$ et $500^\circ C$ (en accord avec la Remarque 2 du paragraphe précédent). Les résultats métallographiques et de dureté ne sont pas combinés avec ce diagramme puisqu'ils sont issus d'un protocole différent.

¹ Augmentation en température qui se produit lorsqu'un métal est refroidit dans une zone de températures où un changement de structure se produit.

Le diagramme construit semble se rapprocher du digramme présenté dans l'article de Zhao1995[43] en page 159 (cf. Figure 36).

La température d'austénisation correspond à peu près à celle utilisée pour notre acier. En effet, l'évolution rapide du domaine bainitique est aussi présent dans notre diagramme : les quantités en éléments alpha-gènes proches pour les deux aciers (Cr particulièrement) y sont pour beaucoup.

Se retrouve aussi, la diminution de la température de début de transformation bainitique et de Martensite Start en fonction d'une vitesse de refroidissement décroissante.

L'évolution des températures de fin de transformation martensitique de la figure 36 ont aussi tendance à augmenter avec de plus lents refroidissements.

Il est possible de réaliser des remarques similaires pour le diagramme TRC présenté dans l'article de Vermeulen2007[45].

I.3. Métallographie

Les échantillons métallographiques permettent de caractériser la composition finale de l'acier. Ici, on reporte les différentes vues métallographiques des échantillons (attaque au Nital 2%) obtenues à l'aide d'un microscope polarisant (permet d'améliorer la qualité de l'image). Les coupes sont classées en fonction d'une vitesse décroissante.

Remarque : Avant de caractériser les différentes coupes métallographiques, il est intéressant de présenter les risques liés à la composition de notre acier. Présentés au tableau 1, les éléments d'alliages jouent un rôle important dans la cinétique de transformation de phase. La microstructure qui en résulte présente des caractéristiques pouvant péjorer le comportement mécanique de la zone soudée. L'utilisation du diagramme de Schaeffler se justifie donc : pour notre acier on trouve que $EqCr = 1.361\%$ et que $EqNi = 5.370\%$. On se situe donc dans la zone MF (martensite ferrite). Ceci correspond aux résultats que nous avons obtenus lors de l'analyse des courbes dilatométriques. Ainsi, pour une passe de soudure réalisée au niveau de l'acier S690QH au moyen d'un métal d'apport de même qualité, les risques liés à la fissuration à froid (donc de fragilisation) sont grands.

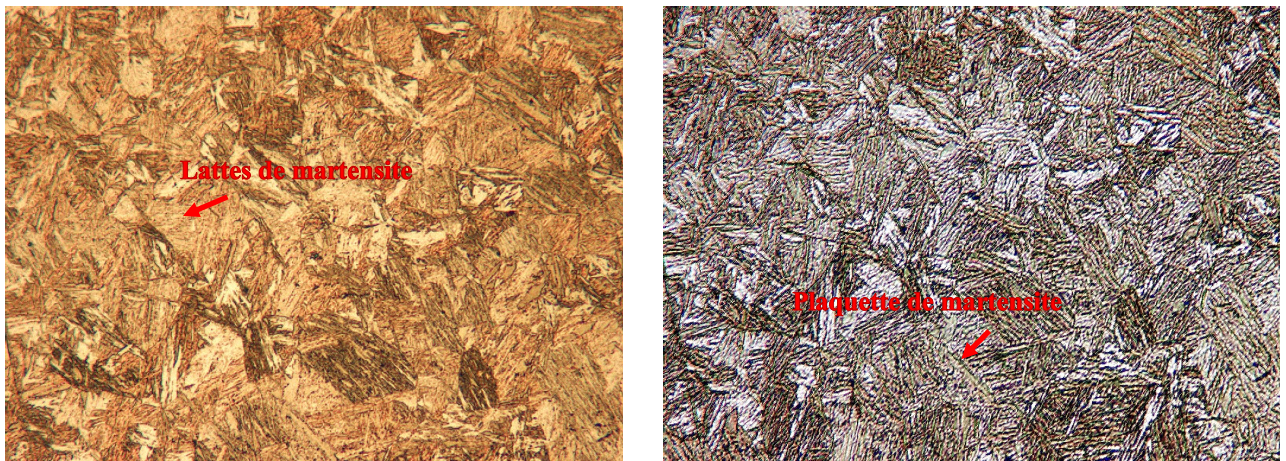


Figure 37. Vue au microscope des plaquettes et des lattes de martensite pour une vitesse de $-40^{\circ}C/s$ (grossissement x20)

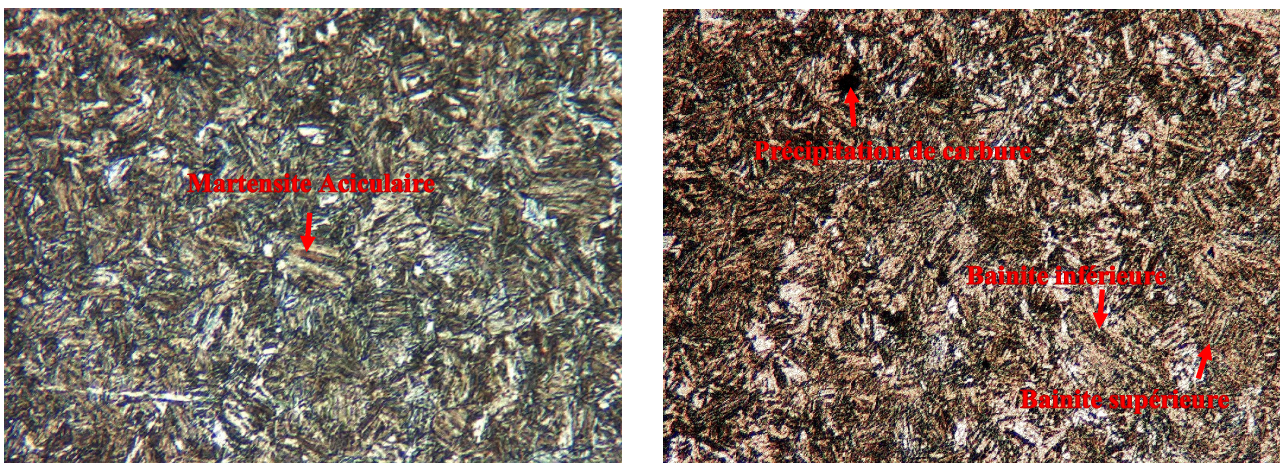


Figure 38. Vue au microscope d'une structure martensitique et bainitique obtenue à une vitesse de $-23^{\circ}C/s$ (grossissement x20)

En figure 37, la structure martensitique se présente comme un assemblage de plaquettes orientées. Cette martensite agglomérée en forme de lattes est appelée martensite massive. Cette dernière se forme, comme on peut le constater, à l'intérieur du grain austénitique. On peut aussi noter la présence de martensite aciculaire (ou en plaquettes). On ne remarque pas de présence d'austénite résiduelle, la transformation martensitique est donc complète. La structure étudiée s'accorde avec les représentations données dans Cornet2006[28].

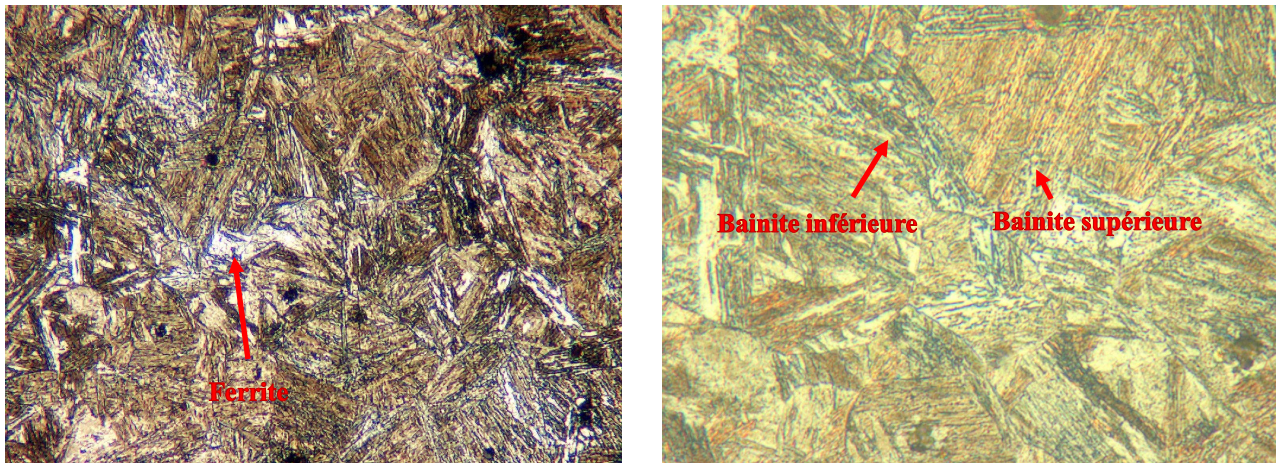


Figure 39. Vue au microscope d'une structure bainitique et faiblement ferritique obtenue à une vitesse de -6.66°C/s (grossissement $\times 20$ pour la vue de gauche et $\times 50$ pour la vue de droite)

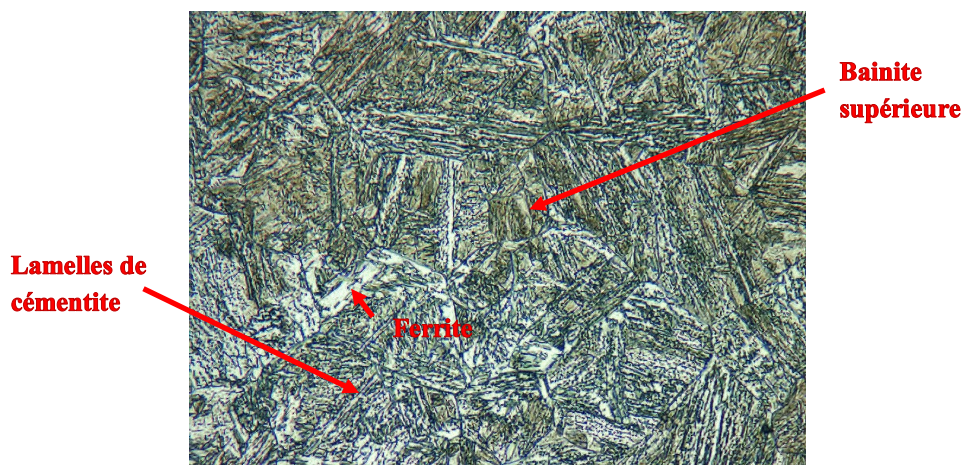


Figure 40. Vue au microscope d'une structure bainitique et ferritique obtenue à une vitesse de -4.60°C/s (grossissement $\times 50$)

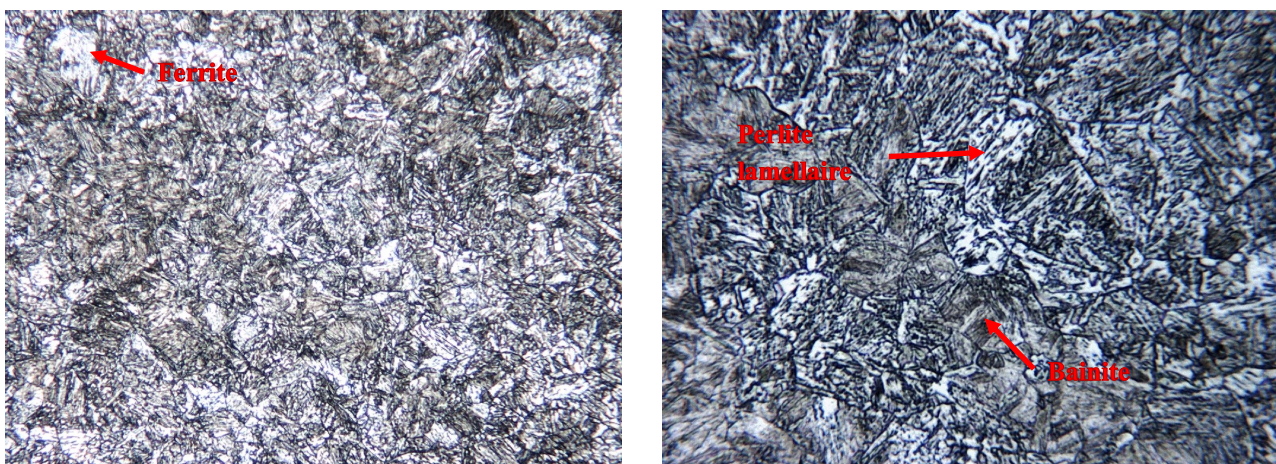


Figure 41. Vue au microscope d'une structure ferritique et bainitique obtenue à une vitesse de -3.30°C/s (grossissement $\times 20$ pour la vue de gauche et $\times 50$ pour la vue de droite)

En figure 38, la matrice martensitique ne se présente plus sous sa forme aciculaire. On note aussi la présence de bainite inférieure. Ceci semble logique puisque pour un refroidissement de -23°C/s la bainite se forme surtout à basses températures (cf. diagramme TRC). Cette forme de bainite présente à sa surface des précipités de carbures qui est à l'origine d'un durcissement structural. On obtient un bon compromis entre la limite d'élasticité et la résilience. La structure bainitique domine dans les deux clichés pris, ce qui est en accord avec nos résultats d'expériences.

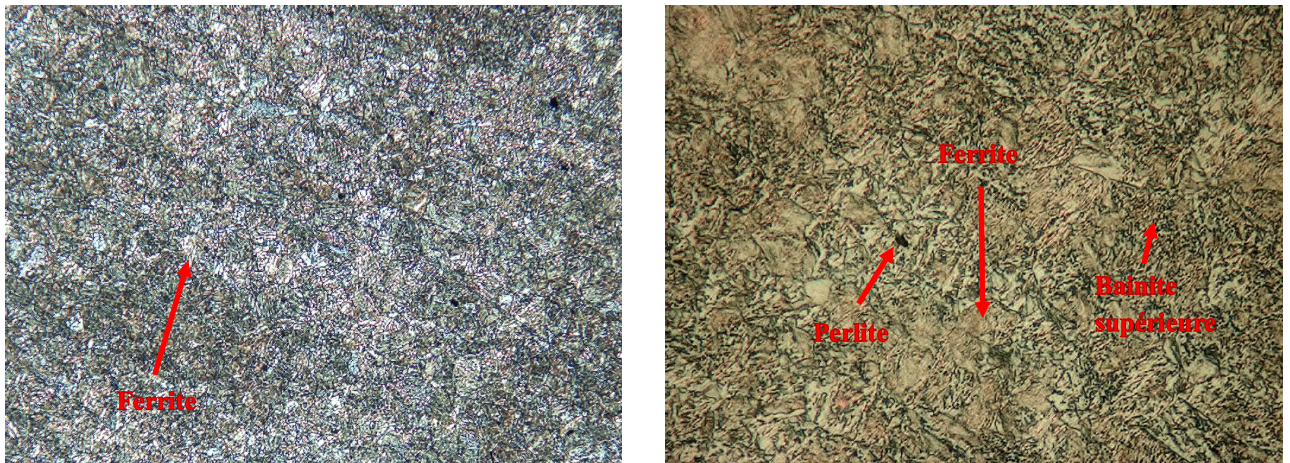


Figure 42. Vue au microscope d'une structure ferritique et faiblement bainitique obtenue à une vitesse de -2.50°C/s (grossissement $\times 20$ pour la vue de gauche et $\times 50$ pour la vue de droite)

La figure 39 permet de caractériser une structure bainitique faiblement ferritique avec la présence de précipités de carbures. Dans la figure de droite on peut noter la présence de "crénelage" caractéristique du début de formation de cémentite. Quelques restes d'une structure martensitique sont présents (traces d'aiguilles foncées sur l'image de gauche).

La figure 40 correspond à la métallographie d'un acier refroidi lentement. Les phénomènes de diffusion étant plus présents que pour les transformations précédentes, on se rend compte que la structure crénelée commence à prendre de l'importance (cémentite). La structure bainitique commence, quant à elle, à perdre de l'importance. On remarquera aussi que la structure ferritique se développe en forme d'aiguille à l'intérieur de grains austénitiques (structure de Widmanstaetten). Cette structure possède des propriétés mécaniques médiocres. L'ensemble de ces remarques permet de constater que l'évolution des frontières de notre diagramme TRC correspond aux résultats obtenus avec la métallographie.

La figure 41 présente une structure essentiellement ferritique. Quelques zones recèlent encore une structure bainitique. La phase ferritique n'est pas capable de contenir une grande quantité en carbone. Ainsi, l'austénite peut commencer à s'enrichir en carbone et donner naissance à de la perlite. Une structure dentelée en résulte ; on parle alors de perlite lamellaire.

La figure 42 quant à elle, présente une structure beaucoup plus globuleuse. En effet, c'est le temps plus lent de refroidissement qui est à l'origine de ce changement de structure : on passe d'une structure aciculaire à une structure cellulaire. Dans ces conditions on commence à s'approcher de conditions métastables et la perlite commence à se former comme une "perle" (d'où son nom). Les régions bainitiques disparaissent à de tels refroidissements.

Finalement, l'analyse qualitative des différents clichés permet de confirmer les résultats obtenus à l'aide de la règle du levier. Néanmoins, il serait nécessaire d'analyser les échantillons (issus du second protocole) afin de pouvoir caractériser la taille des grains austénitiques. Aussi, une analyse métallographique plus poussée avec l'aide du logiciel *ImageJ* permettrait de vérifier les différentes fractions de phases que nous avons précédemment calculées. A présent il ne reste plus qu'à caractériser les différentes duretés des échantillons.

I.4. Essais de dureté

Le but de cette partie est de vérifier l'évolution de la dureté de nos échantillons en fonction de la vitesse de refroidissement de l'acier. Les échantillons testés correspondent aux échantillons qui ont servi à la réalisation des clichés métallographiques (présenté précédemment).

Les tests se sont donc réalisés au moyen d'un duromètre. Nous avons préféré réaliser des essais de dureté que des essais de micro-dureté afin d'éviter de caractériser la dureté d'une certaine phase. Dans notre cas nous souhaitons obtenir une dureté moyenne.

Le tableau qui suit (Tableau 9) permet de rendre compte des évolutions de dureté.

Vitesse [°C/s]	-40	-23	-6.66	-4.60
Dureté HV20	408.7 ± 8.5	388.2 ± 7.1	377.5 ± 7.6	335.8 ± 9.8

Tableau 9. Evolution des duretés en fonction de la vitesse de refroidissement

Les incertitudes qui sont précisées au tableau 9 correspondent aux incertitudes élargies calculées à partir de la norme ISO.

Ainsi, l'évolution générale des duretés est à la baisse avec une vitesse de refroidissement décroissante. Néanmoins, par rapport aux résultats de SLV (réf. SLV[3]) qui sont reportés en figure 43, on peut noter que :

- ♦ La valeur de dureté trouvée avant l'apparition de la partie bainitique correspond à celle déterminée par SLV.
- ♦ Par contre, les valeurs de dureté qui suivent sont bien différentes de celles trouvées par SLV. Cette différence peut s'expliquer en raison du protocole expérimental. Le fait de ne pas avoir réalisé de palier d'austénisation a permis à notre structure austénitique d'éviter un grossissement des grains et donc de conserver de bonnes caractéristiques mécaniques (cf. première partie de ce rapport).
- ♦ Entre les dernières vitesses de refroidissement, c'est-à-dire entre -6.66°C/s et -4.60°C/s, un écart de dureté plus important est identifiable. On peut supposer que le fait de refroidir plus lentement à des températures plus hautes (1100°C pour les tests effectués) implique un effet d'austénisation au niveau de notre structure d'acier.

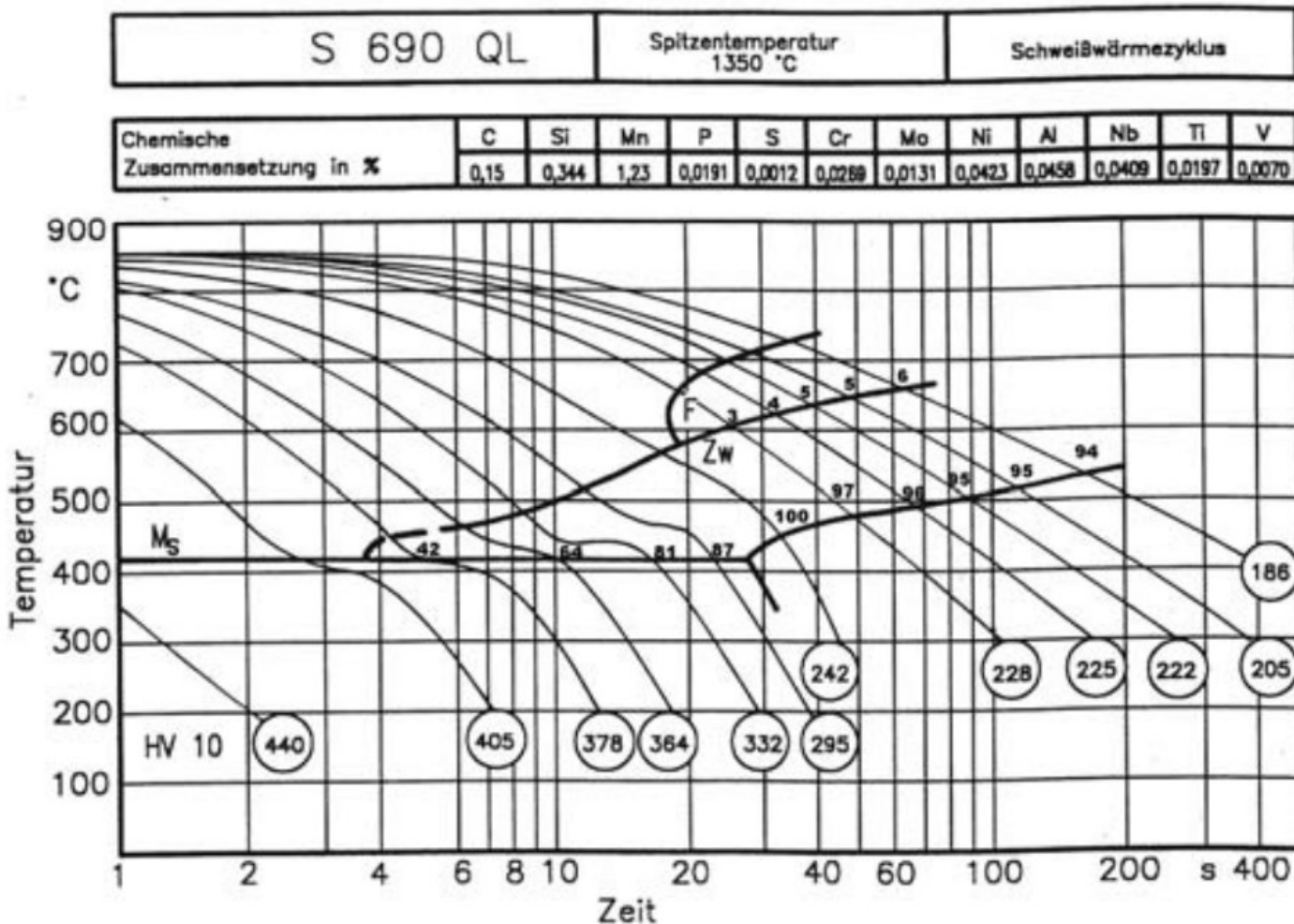


Figure 43. Diagramme TRC de l'acier S690QL [3]

Si on désire reporter les différentes valeurs de duretés trouvées sur un graphique avec pour abscisse le temps de refroidissement entre 800°C et 500°C (on a évalué ce temps pour les cycles de refroidissement des essais issus du protocole 1), alors on obtient l'évolution suivante (cf. Figure 44) :

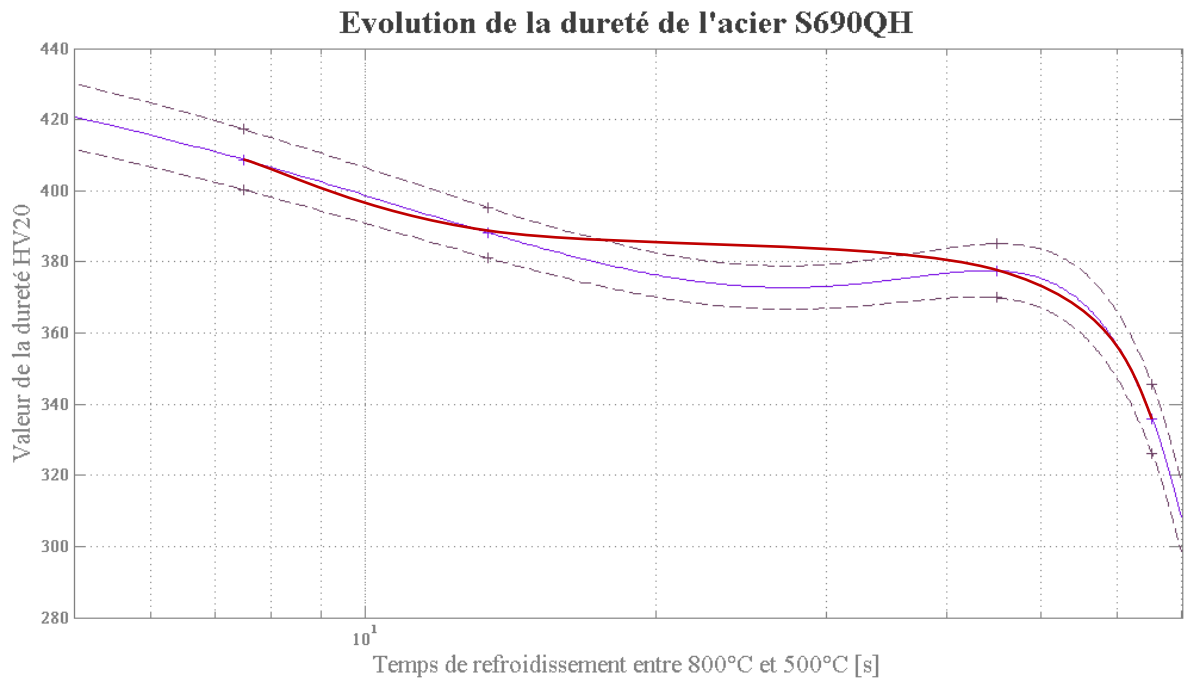


Figure 44. Evolution de la dureté en fonction des différentes vitesses de refroidissement (avec en pointillé les incertitudes)

En raison du nombre limité de points de mesures, la forme lissée (à l'aide d'une spline) chute brutalement entre 45s et 65.2s. L'évolution proposée par la spline extrapole les valeurs un peu en dehors de la zone de mesures (ce qui peut être n'a aucune signification physique). La courbe rouge propose une évolution plus réaliste de la valeur de dureté. Cette évolution de dureté est faussée par le protocole utilisé pour réaliser les tests. Notons néanmoins que l'évolution vers les refroidissements plus rapides est en adéquation avec l'évolution trouvée par SLV (donné en figure 45).

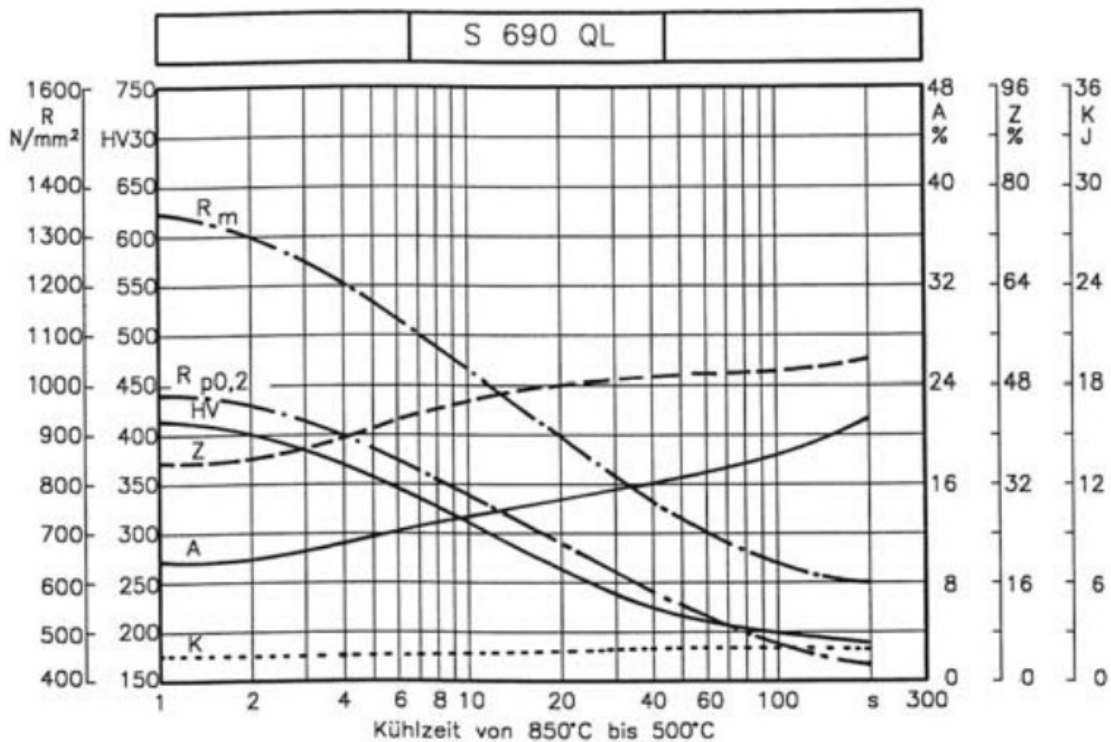


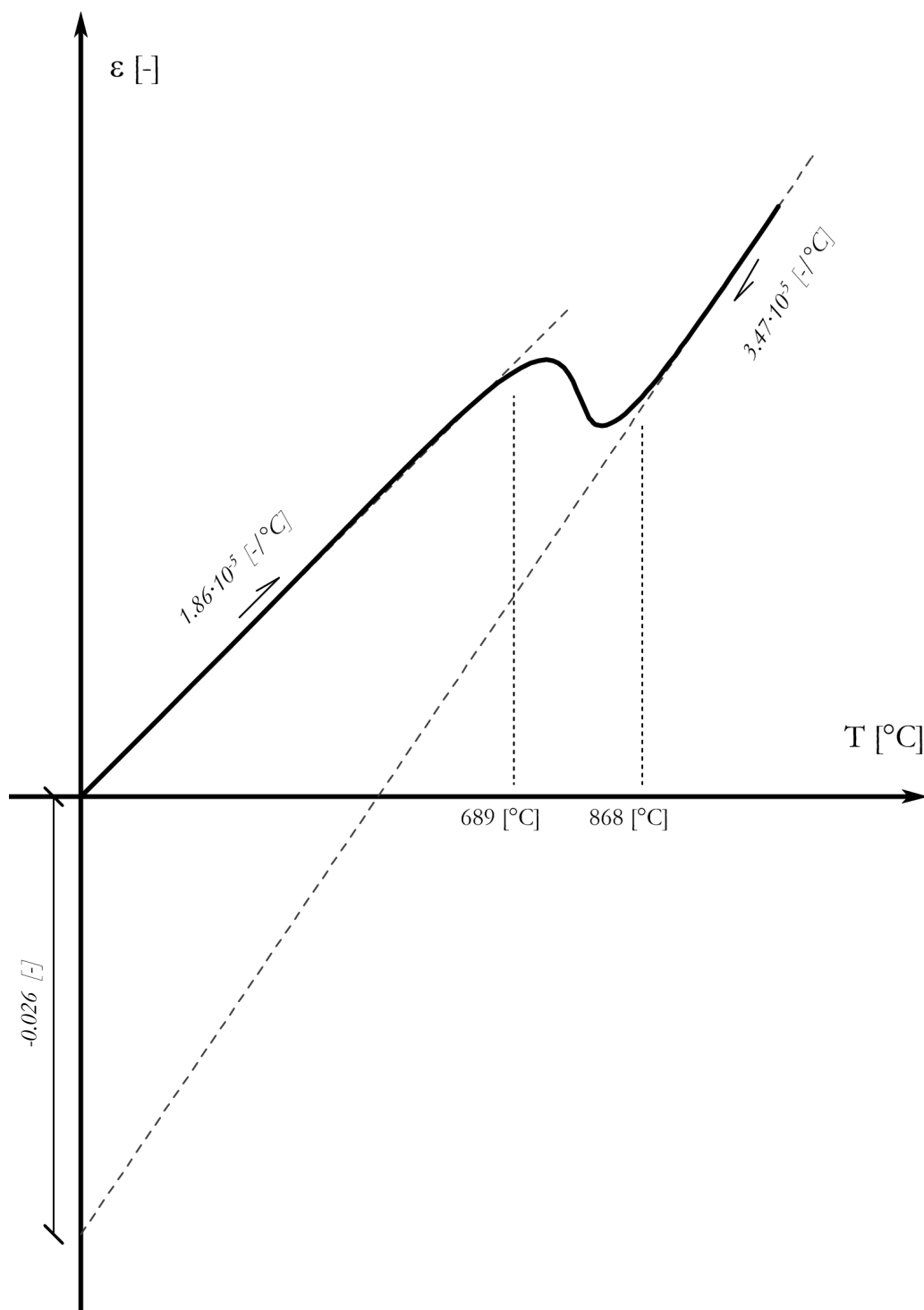
Figure 45. Evolution des duretés pour l'acier S690QL [3]

II. Construction de la loi de comportement en phase de réchauffement

Les résultats obtenus nous permettent de construire la loi de réchauffement suivante (avec les valeurs caractéristiques) :

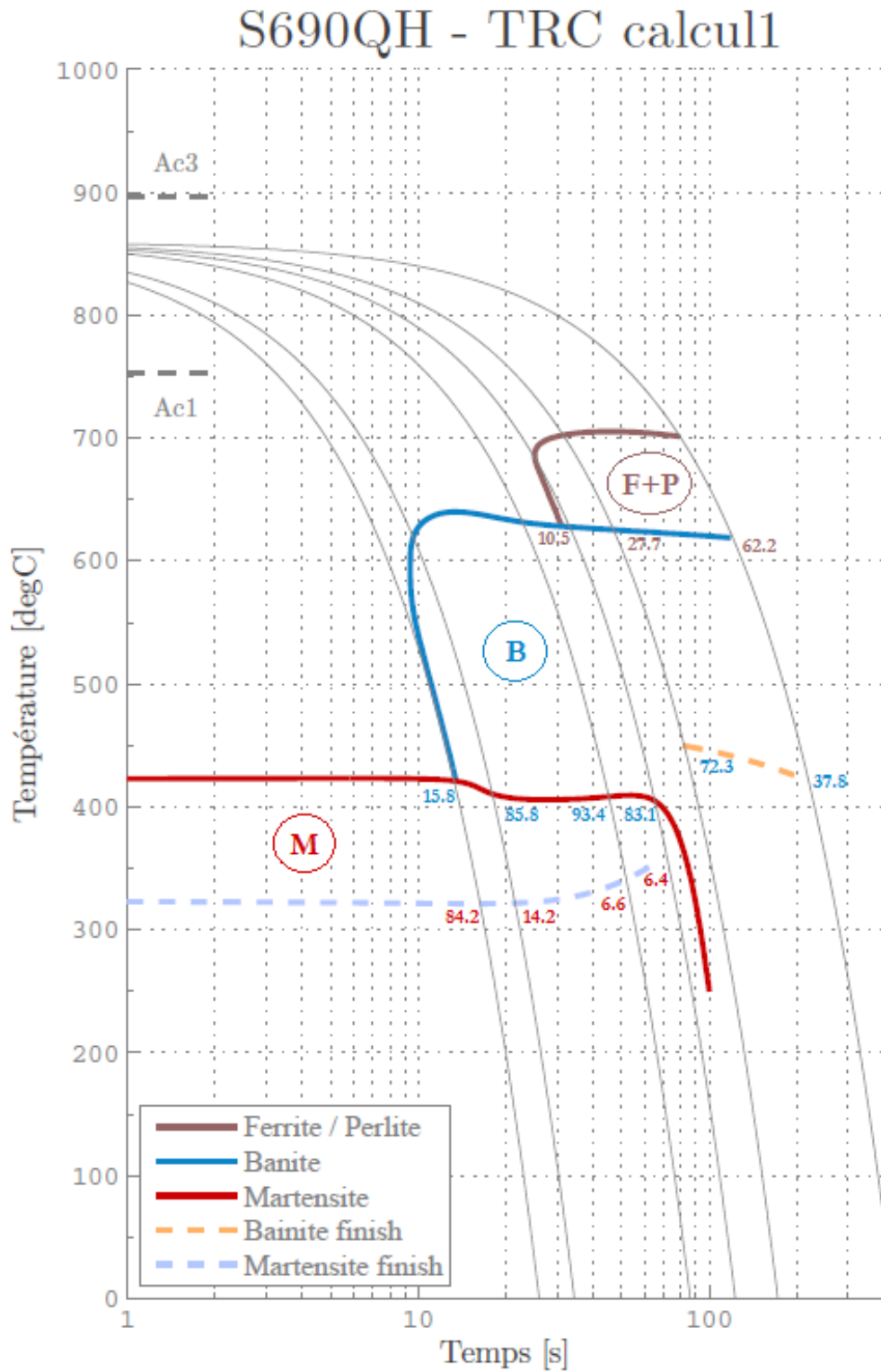
Loi de comportement en phase de réchauffement

Utilisable pour du soudage au MAG

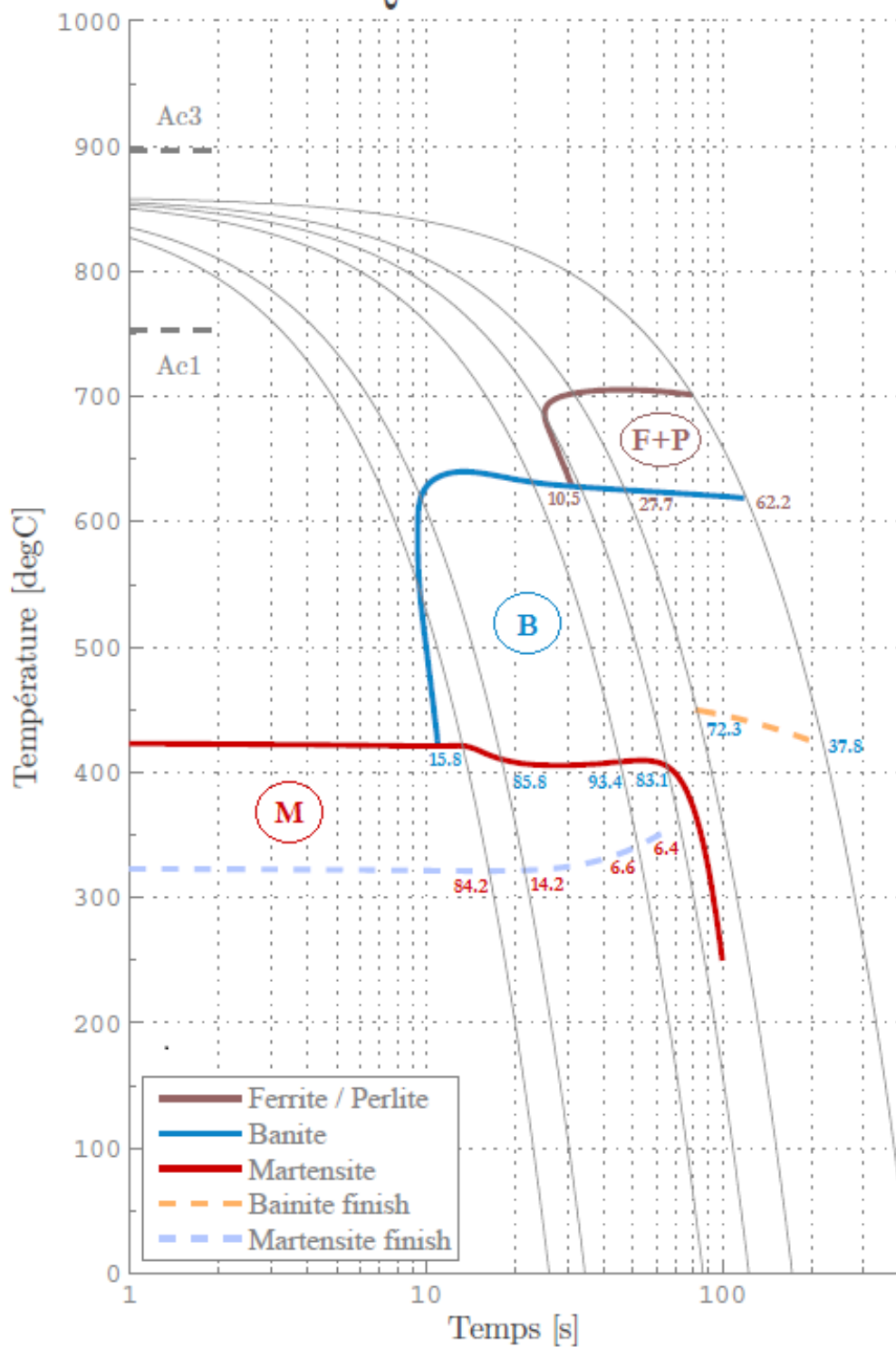


III. Construction du diagramme CCT

Les résultats obtenus nous permettent de construire la loi de refroidissement de l'acier S690QH suivante :



S690QH - TRC calcul2



IV. Conclusions

L'analyse des résultats nous a permis d'obtenir le comportement caractéristique de l'acier S690QH en phase de réchauffement qui peut être utilisé pour du soudage au MAG. Nous avons aussi construit le diagramme TRC de l'acier S690QH à partir de la règle du levier. Cependant, des précisions, qui manquent à notre diagramme, doivent encore être ajoutées et concernent la dureté du métal après refroidissement et les tailles des grains austénitiques.

Les résultats issus du premier protocole (dureté et métallographie) nous ont permis de qualifier la justesse d'interprétation des courbes dilatométriques du second protocole ainsi que l'efficacité de la règle du levier pour estimer les fractions de phase.

Il n'en reste pas moins que notre étude se limite à un nombre d'échantillons de 16 pour caractériser la phase d'échauffement et d'un unique test par vitesse de refroidissement. Comme nous l'avons remarqué, les erreurs induites par le contrôle LVDT ont des conséquences graves sur la qualité d'estimation des fractions de phase. Il faut donc considérer ces résultats avec vigilance.

Les modèles de calcul existants permettent d'estimer la forme des diagrammes de phase en fonction de la composition de l'acier. Il semble donc opportun de caractériser les différences entre les modèles de calculs et nos résultats d'expériences.

QUATRIEME PARTIE

ETUDE

COMPARATIVE

Comparaison du diagramme TRC avec les modèles numériques

Nous avons constaté que créer un diagramme TRC à partir d'expériences demande du temps et de la préparation. C'est pourquoi l'utilisation de programmes de calcul capables de simuler les cinétiques de transformations de phase deviennent des outils avantageux. Les logiciels de calcul actuels, tel que JMatPro, se basent sur un calcul thermodynamique et thermophysique en utilisant entre autres les équations de Johnson-Mehl-Avrami, d'autres utilisent des interpolations entre diagrammes existants : c'est le cas de "Großer Atlas Schweiß ZTU Schaubilder" (GASZS). Ainsi, afin de juger de l'efficacité de ces programmes, nous allons d'abord dans cette dernière partie confronter les résultats que nous avons obtenus avec ceux issus d'un calcul théorique. Dans un second temps, il s'agira aussi de se rendre compte de l'influence des éléments d'addition sur les cinétiques de transformations de phase. Pour cela, nous analyserons notre diagramme TRC avec ceux obtenus par SLV et Nolde.

I. Comparaison avec les modèles de calcul

Une modélisation a été réalisée au moyen du logiciel GASZS afin de retrouver le diagramme TRC de l'acier S690QH avec les quantités en éléments d'alliages précisés au tableau 1. Les résultats obtenus sont résumés en figure 46.

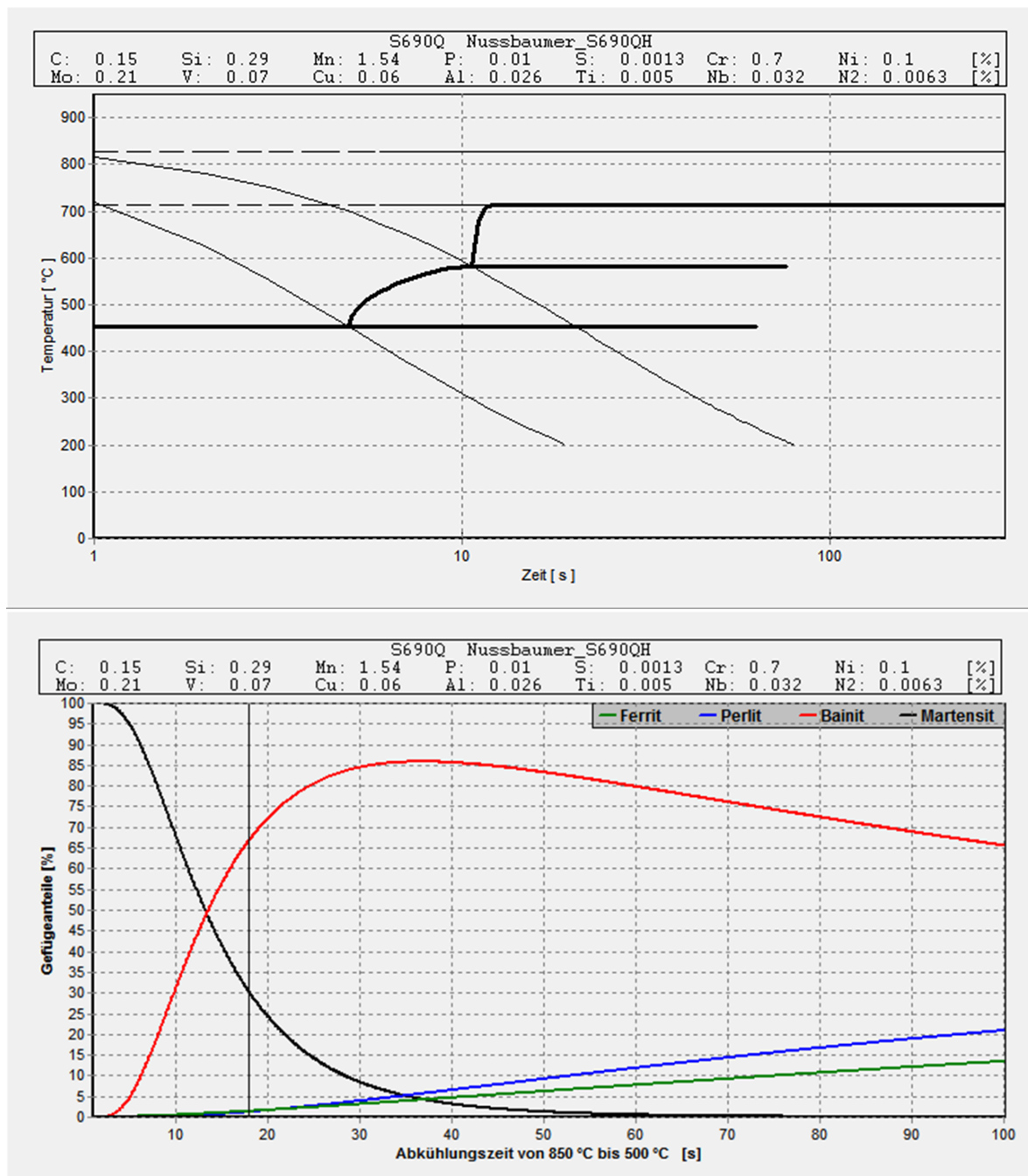


Figure 46. Résultats obtenus au moyen du GASZS

	Ac1	Ac3	T _{0, refroidissement}	F _s	B _s	M _s
JMatPro	713	828	850	713	581	452
Expérience	721	845	870	707	630	421
Différence	1.10%	2.00%	2.30%	0.08%	7.78%	7.36%

Tableau 10. Comparaison des valeurs de transformations de phase

Plusieurs différences sont notables entre les deux diagrammes TRC :

- ♦ **La phase de réchauffement** : le programme considère une montée en température lente. Dans ce sens si on se réfère au travail de Mertens2012[33], nos résultats de début et de fin d'austénisation correspondent à quelques degrés près aux températures trouvées par cette personne (Ac₁=715°C et Ac₃=840°C). GASZS semble simuler le début de transformation de manière plus que correcte, par contre la fin d'austénisation débute avant.
Remarque : les temps Ac₁ et Ac₃ reportés sur notre TRC correspondent aux valeurs calculées dans le cas d'un réchauffement de 100°C/s.
 Au sens d'Andrews, les valeurs (déterminées à partir des quantités en éléments d'alliage) de Ac₁ et de Ac₃ sont réciproquement égales à 729.1°C et 860.7°C. Ainsi, ces valeurs représentent une borne inférieure aux valeurs déterminées expérimentalement et s'éloignent des températures déterminées par GASZS.
- ♦ **Température de référence** : les courbes de refroidissement ont été considérées pour notre cas à partir de 860°C (avec une température d'austénisation de 870°C). Il se trouve que le logiciel n'utilise pas la même référence à 10°C près. Cette légère différence ne devrait normalement pas compliquer les comparaisons entre graphiques.
Remarque : Dans le cas d'une austénisation, il est en général recommandé de considérer une température de maintien de 50°C supérieure à la température Ac₃ : en raison du dispositif Gleeble utilisé, nous avons limité la puissance en énergie électrique afin de ne pas "bruler" le fil conducteur. En effet, à partir de 900°C le fil commence à s'échauffer de manière conséquente entraînant un contrôle de la température de moins bonne qualité.
- ♦ **Forme générale** : Le graphique donné par GASZS présente une région bainitique moins importante que celle qui a été trouvée expérimentalement. La frontière de la Martensite Start est maintenue constante par le programme, or dans notre cas, lorsque la formation de bainite apparaît, une diminution de cette valeur est visible. La formation ferritique-perlitique se réalise rapidement dans les deux cas avant de plafonner à une valeur très proche. On peut donc supposer deux choses :
 - ◇ Soit le programme de calcul ne considère pas toutes les subtilités des mécanismes de transformations de phase
 - ◇ Soit la valeur de début de transformation bainitique trouvée au moyen de la règle du levier représente une borne supérieure : en se référant à l'Annexe G, à la courbe dilatométrique de -10°C/s, la transition entre la partie austénitique et bainitique se réalise assez brutalement. En supposant une transition plus douce, on arrive à abaisser la température de début d'austénisation vers les 595°C. Cette dernière valeur s'accorde mieux avec les résultats de GASZS.

On peut aussi remarquer que notre diagramme se trouve plus décalé vers la droite que dans le cas du calcul par ordinateur. En effet, cette différence peut s'expliquer en raison des conditions d'expérience : une très légère couche d'oxydation apparaît à la surface de l'éprouvette (cette couche est cependant moins marquée que pour les premiers tests effectués, le refroidissement était plus rapide). La couche superficielle se refroidit donc plus rapidement que le cœur de l'éprouvette. Elle se trouve donc enrichie en carbone (réf. Barralis1999[48]). On se trouve donc de ce fait avec un matériau composite comme l'explique Barralis1999[48]. Le diagramme TRC

de la couche superficielle se caractérise par des frontières qui s'éloignent de la température de début de refroidissement et les évolutions de phase sont brutales. Ceci est dû à l'enrichissement superficiel en carbone. Le cœur, quant à lui, présente une évolution plus douce avec une frontière banitique amoindrie, une phase martensitique qui apparaît pour de plus hautes températures et une transformation ferritique-perlitique qui se réalise plus tôt. D'autre part, une présence plus importante en martensite aciculaire est identifiable (ce qui est le cas pour nos résultats métallographiques). Notre diagramme TRC correspond donc à un diagramme moyenné entre la couche cémentée et le cœur homogène (au cœur de l'éprouvette on reste avec un pourcentage en carbone de 0.15%) (cf. figure 47).

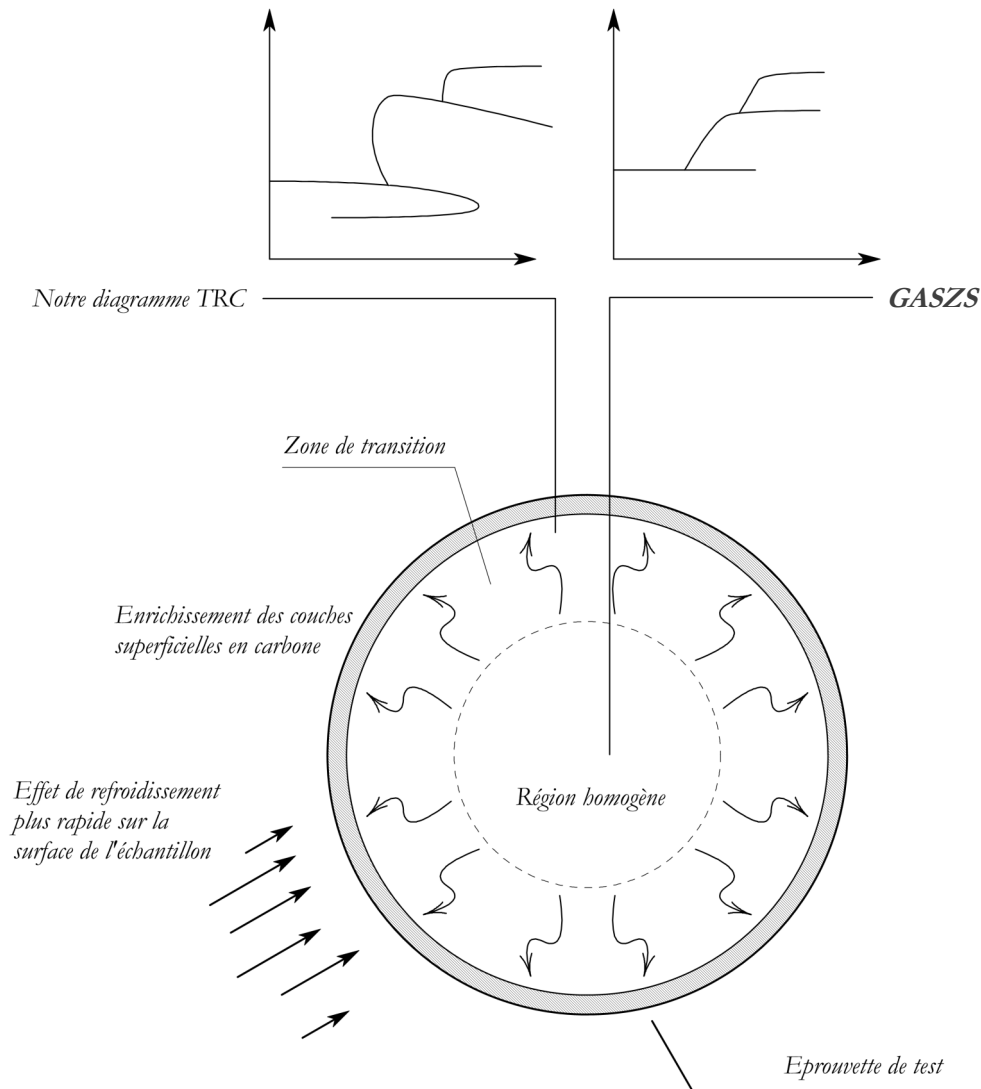


Figure 47. Illustration du phénomène de cémentation

Le programme de calcul semble donc nous fournir des résultats applicables pour des régions affectées par la chaleur et homogènes sans considérer les effets de migration du carbone. Notons qu'au vu des remarques, nos différentes hypothèses de départ ne sont plus respectées :

- ◇ Le fait de considérer un gradient thermique comme nul pour la section transversale étudiée ne semble pas être respecté
- ◇ Le fait de considérer que la transformation de phase se réalise de manière homogène sur l'ensemble de la section transversale ne semble pas une hypothèse valide
- ◇ Des effets de précontrainte peuvent apparaître au niveau du cœur en raison de la rétraction des surfaces. Ceci est en contradiction avec le fait d'avoir négligé les effets de contraintes sur la cinétique des transformations de phase.

- ◆ **Température de début de transformation martensitique** : celle déterminée par le programme de calcul est supérieure de 7.36% par rapport à la valeur expérimentale. En utilisant les formules d'Andrews, qui étaient données dans le dossier de la pré-étude, la valeur de la Martensite Start est égale à 416.6°C : cette valeur calculée s'accorde bien avec celle issue des expériences. Les autres modèles de calcul tel que celui de Nehrenberg fournissent des valeurs plus basses encore, et donc s'éloignent des résultats d'expériences.
- ◆ **Température de début de transformation bainitique et ferritique/perlitique** : en raison des explications données au paragraphe 'Forme générale', les différences notables entre les deux graphiques sur le décalage de leurs frontières trouvent leurs explications. L'utilisation des formules données par Dobrzański2004[41], nous permettent de trouver :

$$B_s = 580.77^\circ\text{C} \text{ (formule de Steven and Haynes)}$$
 Cette valeur correspond à la valeur indiquée par GASZS.
- ◆ **Evolution des fractions de phase** : L'évolution des fractions de phase qui a été déterminée par le programme de calcul, montre une transition plus douce que celle déterminée à partir des tests. Ceci corrobore les explications données au paragraphe 'Forme générale'. Sans se préoccuper de l'échelle des temps, la forme générale de ce graphique est transposable sur nos résultats de tests.
- ◆ **Evolution de la dureté** : on reporte en figure 48 l'évolution de la dureté calculée par le programme GASZS. Le graphique que nous avons établi en figure 44 présente une évolution

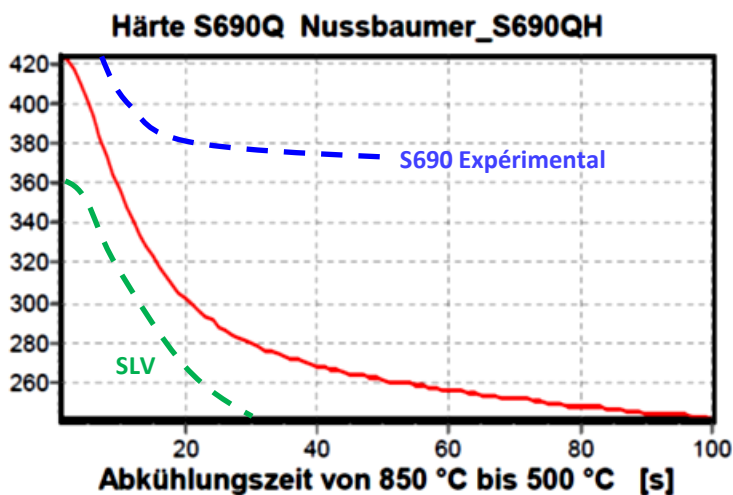


Figure 48. Evolution de la dureté en fonction du refroidissement, JMatPro

similaire pour les temps de refroidissement inférieur à 10s. Par contre, pour de faibles vitesses de refroidissement, notre courbe se situe bien au-dessus de celle présentée sur la figure ci-contre. Il est difficile de juger de la pertinence de ces résultats : une étude à partir des éprouvettes qui ont été testées avec le second protocole devrait être menée dans le but de confirmer ou d'infirmer l'évolution présentée par GASZS.

Remarque générale : Le phénomène de cémentation, comme nous l'avons évoqué, est sûrement plus marqué pour les séries de tests issues du premier protocole (les effets d'oxydation étaient plus importants). Ainsi, le fait d'avoir réalisé des mesures de dureté sur les bords des éprouvettes a entraîné l'obtention de valeurs de dureté plus grandes. Notons que pour l'éprouvette qui a été refroidie à une vitesse de -4.6°C/s , le phénomène d'oxydation était moins important d'où une valeur de dureté moins conséquente.

Finalement, le programme GASZS nous a permis de mieux comprendre pour quel cas le diagramme TRC que nous avons construit s'applique. Il semble que le modèle de calcul évalue les changements de phase dans l'éventualité d'un matériel homogène en austénite sans intégrer les effets de gradient thermique et les phénomènes de migration du carbone. La détermination de l'épaisseur de la couche affectée par le phénomène de cémentation permettrait de se prononcer plus quantitativement sur les évolutions des résultats (pour nos échantillons, il semble que la couche cémentée ne soit pas importante (à vérifier) et entraîne tout de même des divergences plus ou moins remarquables).

II. Comparaison en fonction des éléments d'addition

Afin de permettre cette comparaison, nous allons utiliser les diagrammes TRC de l'acier S690QL (propriétés similaires à celles de notre acier) qui ont été déterminés par SLV (Figure 49) et Nolde (Figure 50) :

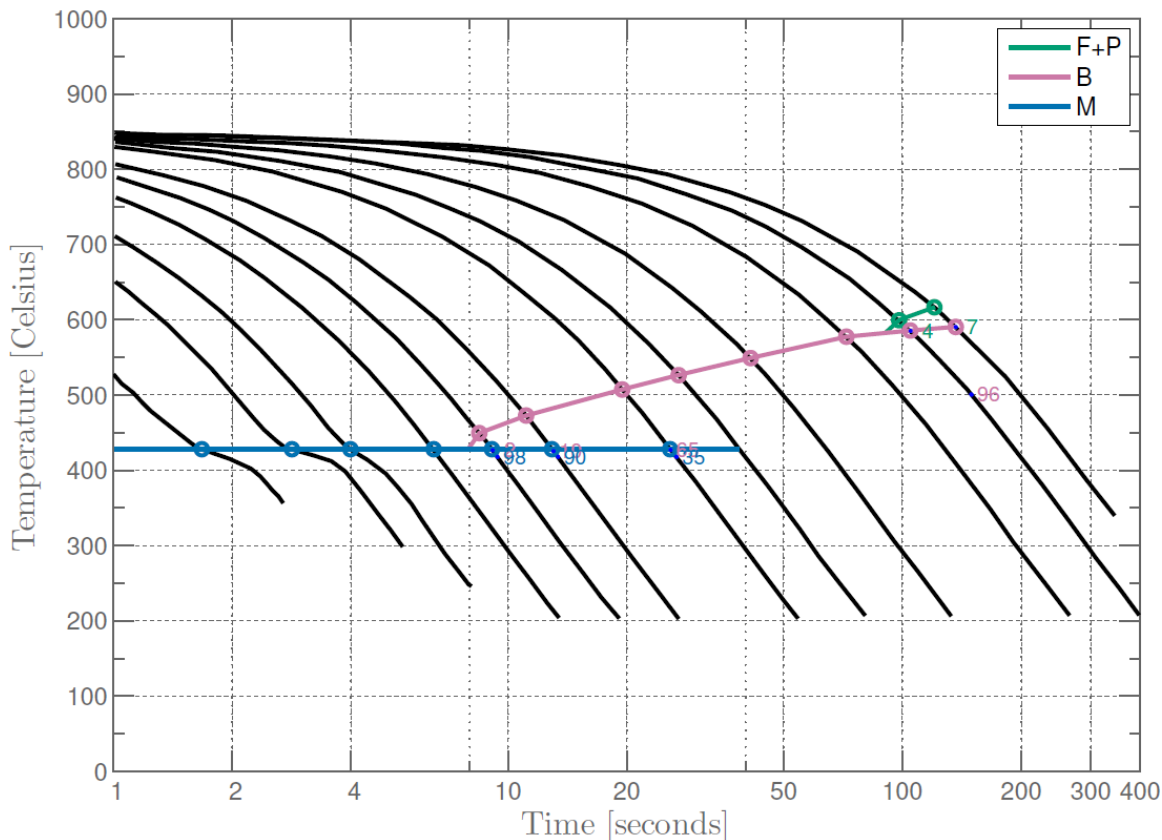


Figure 49. Diagramme TRC de SLV

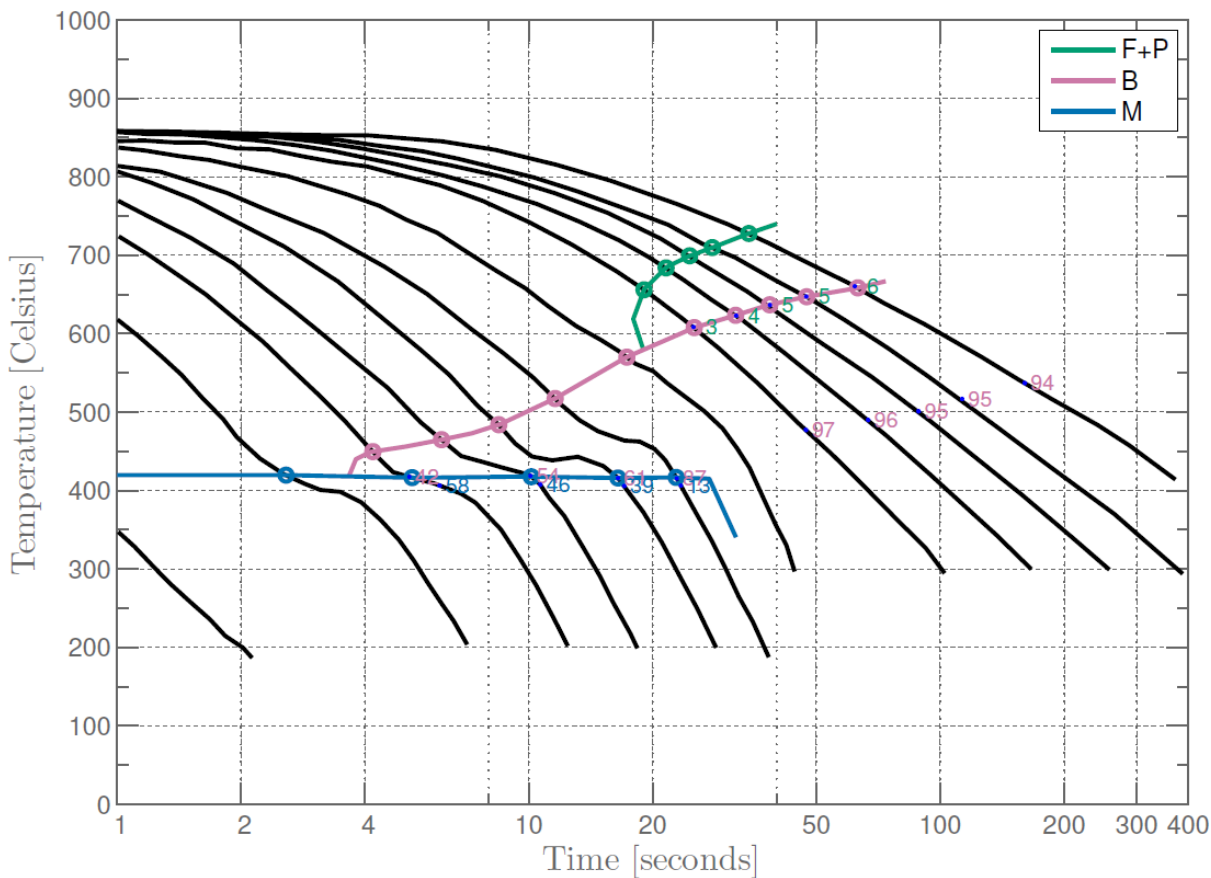


Figure 50. Diagramme TRC de Nolde

Les compositions chimiques des deux différents diagrammes sont reportées dans le tableau 11 ci-dessous avec pour rappel celles de notre acier :

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Al	Ti	Nb	N
S690QH	0.15	0.29	1.54	0.01	0.0013	0.7	0.1	0.21	0.07	0.06	0.026	0.005	0.032	0.0063
SLV	0.15	0.34	1.23	0.02	-	0.03	0.04	0.01	0.01	-	0.05	0.02	-	-
Nolde	0.16	0.29	1.24	0.02	-	0.05	0.01	0.10	0.00	-	0.07	0.00	-	-

Tableau 11. Composition chimique en éléments d'alliage pour les aciers S690QH et S690QL [2]

L'intérêt porté aux différentes quantités en éléments d'addition a son importance. En effet, ces éléments qui sont ajoutés au fer induisent un comportement différent du matériel, à la fois dans sa phase de chauffe et dans sa phase de refroidissement. Afin de pouvoir étayer les différentes implications des fractions choisies, le tableau 12 permet de comparer deux à deux les compositions données au tableau 11.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Al	Ti	Nb	N
S690QH	0.15	0.29	1.54	0.01	0.0013	0.7	0.1	0.21	0.07	0.06	0.026	0.005	0.032	0.0063
SLV	0.15	0.34	1.23	0.02	-	0.03	0.04	0.01	0.01	-	0.05	0.02	-	-
	=	-	+	+ ou -		+++	++	++	+		-	-		
S690QH	0.15	0.29	1.54	0.01	0.0013	0.7	0.1	0.21	0.07	0.06	0.026	0.005	0.032	0.0063
Nolde	0.16	0.29	1.24	0.02	-	0.05	0.01	0.10	0.00	-	0.07	0.00	-	-
	+ ou -	=	+	+ ou -		+++	++	+	+		-	+		
SLV	0.15	0.34	1.23	0.02	-	0.03	0.04	0.01	0.01	-	0.05	0.02	-	-
Nolde	0.16	0.29	1.24	0.02	-	0.05	0.01	0.10	0.00	-	0.07	0.00	-	-
	+ ou -	+	+ ou -	=		-	+	-	+ ou -		-	+		

Tableau 12. Comparaison des quantités en éléments d'alliage pour les aciers S690QH et S690QL

On pourra se référer à l'Annexe G qui présente la forme du diagramme TRC pour l'acier S690QH. Les réflexions qui suivent s'appuient sur l'article de Murry1998[5] et de Côté2007[49] :

- ♦ **Quantité en carbone** : L'action de cet élément peut être négligeable par rapport aux autres éléments rajoutés. En effet, sa teneur est inférieure à 0.2%. Néanmoins, comme il en a été question dans le chapitre qui précède, l'effet de cémentation induit une migration du carbone dans certaines zones. Ces zones se caractérisent par un domaine austénitique plus important : ce phénomène traduit donc l'effet d'une forte teneur en carbone. Les quantités de carbone peuvent être considérées comme identiques pour nos aciers.
- ♦ **Quantité en silicium** : Le silicium permet de réduire, d'une manière conséquente le domaine austénitique. Cette quantité est identique pour l'acier S690QH et celui de Nolde : en effet on remarquera que le début de transformation bainitique est retardé de manière proche. Dans le cas du diagramme obtenu par SLV, la bainite se forme pour des vitesses de refroidissement plus faibles. Il est difficile d'expliquer qualitativement les différences qui existent entre les différents diagrammes puisque chaque composant interagit avec un autre et ainsi de suite. Effectivement, notre diagramme contrairement à celui de Nolde présente une zone bainitique bien plus conséquente, réduisant ainsi la zone austénitique. L'addition identique en silicium ne permet pas de juger de cette différence. Notons par contre que son utilisation permet d'améliorer la transformation austénitique (tend à la rendre plus complète).
- ♦ **Quantité en manganèse** : Son utilisation permet de soutenir la stabilité de l'austénite. On arrive ici à une contradiction par rapport aux graphiques présentés puisque le domaine austénitique de l'acier S690QH est moins grand que les deux autres, bien qu'il possède un taux en manganèse plus grand. Il semble donc qu'un autre élément vienne perturber la stabilité de l'austénite.
- ♦ **Quantité en Phosphore** : La quantité de cet élément et de son effet (plutôt alphagène) peuvent donc être considérés comme nuls quant aux différences entre les diagrammes.

- ◆ **Quantité en Chrome** : C'est un élément qui stabilise la phase ferritique. Sa présence en grande quantité dans l'acier S690QH (très faible pour les autres aciers) implique une transformation ferritique plus précoce. L'évolution des transformations de phase permet de rendre compte de son influence (le domaine ferritique devient très vite important). Sa quantité importante semble prendre le dessus sur les effets induits par le manganèse. D'autre part, nous avons remarqué que nos échantillons présentaient facilement une couche d'oxydation : ce phénomène est lié à la présence du chrome.
- ◆ **Quantité en Nickel** : Les implications d'une utilisation de chrome en grande quantité implique l'utilisation de nickel : sa présence limite la formation de ferrite à basses températures (à cause du chrome). Notons aussi que son utilisation permet de gagner en ductilité, et en un même temps, d'assurer la formation de martensite. L'ensemble de ces phénomènes sont visibles sur le diagramme TRC de l'acier S690QH.

Remarque : Les quantités importantes en chrome, manganèse, silicium et nickel sont typiques pour des aciers à haute limite d'élasticité.

- ◆ **Quantité en Molybdène** : L'acier S690QH en possède une fraction massique plus importante que pour les autres aciers. Le molybdène lui permet de renforcer la formation de bainite et de ferrite. Son action est visible si on compare les résultats obtenus par SLV et Nolde : le domaine ferritique et bainitique est bien plus marqué pour Nolde que pour SLV.
- ◆ **Quantité en Aluminium** : C'est un élément alphagène. Dans nos cas exposés, sa quantité ne joue qu'un rôle mineur dans les différences de comportement.
- ◆ **Quantité en Titane** : Cet élément est présent en plus grande quantité pour l'acier de SLV. Les autres aciers n'en présentent pas (Nolde) ou très peu (S690QH). Sa présence permet de prévenir les altérations des structures métallurgiques au moment d'une création de soudure et qui, combiné avec l'azote (N) permet de générer une microstructure plus fine au niveau de la zone affectée thermiquement.

La quantité d'azote présente au niveau de notre acier est conservée basse pour éviter des risques de fissuration à froid (induit par l'attaque de l'hydrogène) : un durcissement de la martensite peut se produire (notons que la présence de Ni permet d'éviter un durcissement trop important). Mais à contrario, la présence d'azote permet d'améliorer de manière conséquente la soudabilité de l'acier (cette dernière affirmation est un sujet de débat).

Le cuivre, quant à lui, permet d'améliorer la résistance à la corrosion. La dureté et la résistance mécanique de l'échantillon augmentent grâce à son utilisation.

Finalement, à partir de cette comparaison chimique, on constate que les résultats correspondent bien aux implications de l'utilisation des éléments d'alliage. Il aurait été aussi intéressant de comparer les métallographies trouvées pour l'acier S690QL de Nolde et de SLV.

Le comportement de notre acier au moment d'une passe de soudure est influencé par la présence de ces éléments d'addition. La présence en grande quantité de manganèse permet de limiter les risques de fissuration à chaud (au moment des solidifications) et donc il permet d'améliorer la fiabilité des détails de structure. Le silicium, quant à lui, joue le rôle inverse. La présence de martensite, influencée par la teneur en carbone, augmente les risques de fissuration à froid par son caractère fragile (dureté élevée).

Remarque : Il existe aussi d'autres phénomènes qui induisent l'apparition de fissures tels que la forme des cordons de soudure, la vitesse de soudage, le métal d'apport...

III. Conclusions

Le modèle mathématique qui nous a permis de retrouver le diagramme TRC de l'acier S690QH est fondé sur un ensemble d'hypothèses. Or, lors de cette étude comparative, la confrontation des résultats issus de l'expérience et ceux issus d'un calcul numérique (GASZS), nous a révélé que certaines hypothèses n'étaient pas valides. Ainsi, l'interprétation du diagramme TRC devient plus subtile : des phénomènes de migration des atomes de carbone vers les parties superficielles de l'éprouvette (i.e. vers la surface) sont mis en jeu et ils ont pour conséquence l'obtention d'un diagramme TRC différent de celui qui existe au cœur de l'éprouvette. Les résultats reportés en troisième partie de ce rapport, correspondent en fait à une combinaison des deux diagrammes TRC que nous venons d'évoquer. On ne tient donc pas compte de l'hétérogénéité qui existe au sein de la section transversale. Ces dires prouvent que le modèle numérique vit sur une hypothèse d'homogénéité de la structure tandis que nos résultats ne le peuvent pas. Néanmoins, l'évolution générale décrite par les deux diagrammes se rejoint. Il est possible expérimentalement de réduire le gradient thermique transversal en optant pour une éprouvette évidée (comme les éprouvettes utilisées par Taleb2001[7]).

Les résultats de l'étude métallurgique permet de vérifier avec succès la forme finale du diagramme TRC de l'acier S690QH. Au-delà de ce simple diagramme, les transformations de phase qui s'y déroulent ont une implication directe sur le comportement des détails soudés. L'apparition de fissures, la résistance à la corrosion et les transformations martensitiques, qui dépendent de la composition de l'acier entre-autres, peuvent nuire au comportement à la fatigue des structures, tels que les ponts.

CINQUIEME PARTIE

CONCLUSION GENERALE

Synthèse et propositions de travaux futurs

L'étude de l'acier S690QH sous cycles thermiques a été simulée par la machine Gleeble® 1500. Par le biais d'une première analyse menée sur le matériau de base, nous avons déterminé les caractéristiques initiales de cet acier. Les protocoles qui ont ensuite été établis se fondent sur un ensemble d'hypothèses et ils sont capables de préciser les lois de réchauffement et de refroidissement.

La réalisation des tests s'est effectuée de telle manière à respecter nos hypothèses de calcul. C'est pourquoi nous sommes intervenus au niveau de la Gleeble® 1500 et nous avons modifié son système de contrôle en force. Les résultats obtenus ont été à même d'être exploités au moyen de deux méthodes d'analyse :

- ◆ La première permet de construire le comportement de l'acier en état de chauffe en fonction de ses valeurs caractéristiques de dilatation et de compaction de phase.
- ◆ La seconde extrait les cinétiques de transformations de phase des courbes dilatométriques à l'origine de la création du diagramme TRC, sous couvert de certaines imprécisions.

Nous avons comparé ces lois aux résultats de métallographie et de dureté. Cette confrontation nous a permis de valider les modèles obtenus. Néanmoins, il faut faire preuve de prudence quant à l'utilisation des modèles trouvés. En effet, nous avons effectué nos tests sur un nombre limité d'éprouvettes et les métallographies et duretés étudiées ne sont pas issues des mêmes protocoles utilisés pour l'établissement des courbes de refroidissement.

Le cycle de chauffe a été construit de façon à considérer les plus grandes dilatations possibles en phase de réchauffement et donc maximiser les effets de contraction en phase de refroidissement. En effet, dans le cas d'une passe de soudure unique au niveau d'un cordon d'angle, les pires effets de distorsion pourront être considérés et dans le cas de soudures multi-passes, une limite supérieure des contraintes de traction (et de ce fait les effets de fissurations) pourra être calculée.

Finalement l'analyse numérique, réalisée à l'aide de GASZS, nous a donné la possibilité de discuter de la représentativité du diagramme TRC. Il en résulte des imprécisions, non détectées au moment des tests, qui sont à l'origine des effets de cémentations sur la surface périphérique de l'éprouvette. De ces phénomènes, il en résulte une section transversale hétérogène et donc un diagramme TRC caractéristique de cette structure hétérogène.

Travaux futurs

Une étude métallographique plus poussée permettrait d'ajouter à notre diagramme, la taille moyenne des grains austénitiques obtenus pour une austénisation de 5 minutes à une température de 870°C. Des essais de dureté plus précis donneraient la possibilité, quant à eux, de construire la réelle évolution de la dureté en fonction du refroidissement.

Comme il en a été question dans la première partie du rapport, l'utilisation du logiciel *ImageJ* servirait à combiner les fractions de phase trouvées au moyen des clichés métallographiques avec celles évaluées par la méthode de la règle du levier. Des estimations de dureté, du module de Young et des limites d'élasticités à partir de la loi d'additivité en découleraient.

Autres possibilités encore : l'intérêt d'exécuter un essai TRIP au moyen d'une machine Gleeble® 1500 avec un contrôle de cellule de charge amélioré permettrait de comprendre les implications d'un état de contrainte, en traction ou en compression, sur les cinétiques de transformations de phase. Associés à un essai Satoh, ces résultats nous permettraient de progresser dans la compréhension des phénomènes liés à la recristallisation et aux états de contrainte dans une soudure. Qu'en serait-il pour plusieurs cycles thermiques ?

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **Akhlaghi**, F.Z., 2014. Welding Simulation and Fatigue Assessment of Tubular K-Joints in High-Strength Steel, Ph.D. thesis, EPFL, n°6158.
- [2] **Rohr**, K., 2013. Evaluation of Weld-induced Residual Stresses in S690 Steel, MS thesis.
- [3] **SLV**, Index of /fileadmin/Dokumente/Forschungsberichte [WWW Document], n.d. URL <http://www.igmhs.de/fileadmin/Dokumente/Forschungsberichte/> (accessed 6.1.14)
- [4] **Scharff**, A., 2012. Development of Innovative and Efficient Welding Technologies for Plates and Profiles Made of High Strength Steels Using the Example of the Production of Mobile Cranes, in: Materials Science Forum. Trans Tech Publ, pp. 2296–2301.
- [5] **Murry**, G., 1998. Transformations dans les aciers. Techniques de l'ingénieur M 1.
- [6] **Mayr**, P., 2007. Evolution of microstructure and mechanical properties of the heat affected zone in B-containing 9% chromium steels.
- [7] **Taleb**, L., Cavallo, N., Waeckel, F., 2001. Experimental analysis of transformation plasticity. International Journal of Plasticity 17, 1–20. doi:10.1016/S0749-6419(99)00090-X
- [8] **Lee**, S.-J., Lusk, M.T., Lee, Y.-K., 2007. Conversional model of transformation strain to phase fraction in low alloy steels. Acta Materialia 55, 875–882. doi:10.1016/j.actamat.2006.09.008
- [9] **Lindgren**, L.-E., 2007. Computational welding mechanics. Elsevier.
- [10] **Zhao**, J.Z., Mesplont, C., Cooman, B.C.D., 2001. Kinetics of Phase Transformations in Steels: A New Method for Analysing Dilatometric Results. ISIJ International 41, 492–497.
- [11] **Akbarnejad**, S., 2012. Investigation on static strength of welded joints.
- [12] **Garcia de Andrés**, C., Caballero, F.G., Capdevila, C., Álvarez, L.F., 2002. Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels. Materials Characterization 48, 101–111. doi:10.1016/S1044-5803(02)00259-0
- [13] **Suh**, D.-W., Oh, C.-S., Han, H.N., Kim, S.-J., 2007. Dilatometric analysis of austenite decomposition considering the effect of non-isotropic volume change. Acta Materialia 55, 2659–2669. doi:10.1016/j.actamat.2006.12.007
- [14] **Yang**, H.-S., Bhadeshia, H.K.D.H., 2007. Uncertainties in dilatometric determination of martensite start temperature. Materials Science and Technology 23, 556–560. doi:10.1179/174328407X176857
- [15] **Boudiaf**, A., 2011. Relation microstructure-comportement macroscopique dans les aciers: Effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. INSA de Rouen.
- [16] **Larouk**, Z., Rouag, N., 2008. Diagramme TRC et structures de trempe et de revenu d'un acier faiblement allié au manganèse-chrome. Sciences & Technologie A 19–24.
- [17] **Francis**, J. A. & Withers, P. J., 2011. Modelling the effects of phase transformations on welding stress and distortion. In P. Michaleris (Ed.), Minimization of Welding Distortion and Buckling: Modelling and Implementation, pp. 78–98. Woodhead Publishing.
- [18] **Warke**, V.S., Sisson Jr, R.D., Makhlof, M.M., 2009. A Model for Converting Dilatometric Strain Measurements to the Fraction of Phase Formed During the Transformation of Austenite to Martensite in Powder Metallurgy Steels. Metallurgical and Materials Transactions A 40, 569–572.

- [19] **Yang**, H.-S., Bhadeshia, H.K.D.H., 2009. Austenite grain size and the martensite-start temperature. *Scripta Materialia* 60, 493–495. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.11.043
- [20] **Zergoug**, M., Lebaili, S., Boudjellal, H., Benchaala, A., 2004. Relation between mechanical microhardness and impedance variations in eddy current testing. *NDT & E International* 37, 65–72. doi:10.1016/j.ndteint.2003.09.002
- [21] **Lee**, S.J., Lee, Y.K., 2005. Effect of austenite grain size on martensitic transformation of a low alloy steel, in: *Materials Science Forum*. Trans Tech Publ, pp. 3169–3172.
- [22] **Roux**, G., 2007. Prédiction des contraintes résiduelles induites par le soudage TIG d'un acier martensitique (X10CrMoVNb9-1). Paris 6.
- [23] **Boudiaf**, A., 2011. Relation microstructure - comportement macroscopique dans les aciers : effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation. INSA de Rouen, Ecole Militaire Polytechnique Alger.
- [24] **Turteltaub**, S., Suiker, A.S.J., 2006. Grain size effects in multiphase steels assisted by transformation-induced plasticity. *International journal of solids and structures* 43, 7322–7336.
- [25] **Desalos**, Y., 1981. Comportement mécanique et dilatométrique de l'austénite métastable de l'acier A533. Tech. rept.
- [26] **Jung**, M., Kang, M., Lee, Y.-K., 2012. Finite-element simulation of quenching incorporating improved transformation kinetics in a plain medium-carbon steel. *Acta Materialia* 60, 525–536. doi:10.1016/j.actamat.2011.10.007
- [27] **Gerami**, S., 2010. Characterization and microstructural evolution model of a Nb ferrite-bainite steel.
- [28] **Cornet**, A., Hlawka, F., 2006. *Métallurgie mécanique: Du microscopique au macroscopique*. Ellipses.
- [29] **Bjerregaard**, L., Geels, K., Ottesen, B., Rueckert, M., n.d. "Metalog Guide", Struers, 1992. Struers Tech A/S, Rødovre, Denmark.
- [30] **Zhang**, M., Li, L., Fu, R.Y., Krizan, D., De Cooman, B.C., 2006. Continuous cooling transformation diagrams and properties of micro-alloyed TRIP steels. *Materials Science and Engineering: A, Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations* 438–440, 296–299. doi:10.1016/j.msea.2006.01.128
- [31] **ISO 6507-1:2005** - Matériaux métalliques -- Essai de dureté Vickers -- Partie 1: Méthode d'essai [WWW Document], n.d. URL http://www.iso.org/iso/FR/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=37746 (accessed 6.9.14).
- [32] **ISO 6507-2:2005** - Matériaux métalliques -- Essai de dureté Vickers -- Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai [WWW Document], n.d. URL http://www.iso.org/iso/FR/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=37747 (accessed 6.9.14).
- [33] **Mertens**, A., Lecomte-Beckers, 2012. Caractérisation thermophysique de 2 échantillons d'acier. Rapport d'essai, Uni. Liège, Belgique, Département A&M, Laboratoire MMS.
- [34] **Depradeux**, L., 2004. Simulation numérique du soudage-acier 316l validation sur cas de complexité croissante. Ph. D. dissertation, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [35] **Sysweld**, 2006. Paris, ESI group, 2006

BIBLIOGRAPHIE

- [36] **Robin**, V., 2009. De la modélisation numérique des procédés et du soudage en particulier au comportement mécanique des assemblages. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- [37] **Mayr**, P., Palmer, T.A., Elmer, J.W., Specht, E.D., Allen, S.M., 2010. Formation of Delta Ferrite in 9 Wt Pct Cr Steel Investigated by In-Situ X-Ray Diffraction Using Synchrotron Radiation. *Metallurgical and Materials Transactions A* 41, 2462–2465.
- [38] **Lévêque**, R., 2013. Traitements et revêtements de surface des métaux - NP. Dunod.
- [39] **Dobrzański**, L.A., Trzaska, J., 2004. Application of neural networks to forecasting the CCT diagrams. *Journal of Materials Processing Technology, Achievements in Mechanical and Materials Engineering Conference* 157–158, 107–113. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.09.009
- [40] **Dobrzański**, L.A., Trzaska, J., 2004. Application of neural networks for the prediction of continuous cooling transformation diagrams. *Computational Materials Science, Theory, modeling and simulation of materials for advanced technologies: Proceedings of the International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT 2003) and IUMRS International Conference in Asia (IUMRS-ICA 2003)* 30, 251–259. doi:10.1016/j.commatsci.2004.02.011
- [41] **Dobrzański**, L.A., Trzaska, J., 2004. Application of neural networks for prediction of critical values of temperatures and time of the supercooled austenite transformations. *Journal of Materials Processing Technology, Proceedings of the International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies: Part 2* 155–156, 1950–1955. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.04.056
- [42] **Trzaska**, J., Dobrzański, L.A., 2005. Application of neural networks for designing the chemical composition of steel with the assumed hardness after cooling from the austenitising temperature. *Journal of Materials Processing Technology, AMPT/AMME05 Part 2* 164–165, 1637–1643. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.01.014
- [43] **Zhao**, J.-C., Notis, M.R., 1995. Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformation kinetics of steels: a phenomenological rationalization of experimental observations. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 15, 135–207. doi:10.1016/0927-796X(95)00183-2
- [44] **Trzaska**, J., Dobrzański, L.A., 2007. Modelling of CCT diagrams for engineering and constructional steels. *Journal of Materials Processing Technology, The Seventh Asia Pacific Conference on Materials Processing (7th APCMP 2006)* 192–193, 504–510. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.04.099
- [45] **Vermeulen**, W., Zwaag, S. van der, Morris, P., Weijer, T. de, 1997. Prediction of the continuous cooling transformation diagram of some selected steels using artificial neural networks. *steel research* 68, 72–79.
- [46] **Murry**, G., 1994. Soudage et soudabilité métallurgique des métaux. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques M715–1*.
- [47] **Saunders**, N., Guo, U.K.Z., Li, X., Miodownik, A.P., Schillé, J.-P., 2003. Using JMatPro to model materials properties and behavior. *JOM* 55, 60–65. doi:10.1007/s11837-003-0013-2
- [48] **Barralis**, J., Castex, L., Maeder, G., 1999. Précontraintes et traitements superficiels. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques M1180–1*.

- [49] **Côté, M.**, 2007. Étude des cinétiques de transformation de phase d'un acier inoxydable martensitique 13% Cr-4% Ni. École de technologie supérieure.
- [50] **Amalou, Z.**, Ivanov, D., 2006. Contribution à l'étude de la structure semi-cristalline des polymères à chaînes semi-rigides.

A N N E X E S

Annexe A. Correspondance	ann1
Annexe B. Préparation des tests	ann16
1. Commande des échantillons	ann16
2. Protocoles	ann17
Annexe C. Photos de la Gleeble	ann18
Annexe D. Manuel d'utilisation de la Gleeble	ann24
Annexe E. Articles de référence	ann25
1. Taleb , L., Cavallo, N., Waeckel, F., 2001. Experimental analysis of transformation plasticity. <i>International Journal of Plasticity</i> 17, 1–20. doi:10.1016/S0749-6419(99)00090-X	
2. Lee , S.-J., Lusk, M.T., Lee, Y.-K., 2007. Conversional model of transformation strain to phase fraction in low alloy steels. <i>Acta Materialia</i> 55, 875–882. doi:10.1016/j.actamat.2006.09.008	
3. Garcia de Andrés , C., Caballero, F.G., Capdevila, C., Álvarez, L.F., 2002. Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels. <i>Materials Characterization</i> 48, 101–111. doi:10.1016/S1044-5803(02)00259-0	
4. Zhao , J.Z., Mesplont, C., Cooman, B.C.D., 2001. Kinetics of Phase Transformations in Steels: A New Method for Analysing Dilatometric Results. <i>ISIJ International</i> 41, 492–497.	
5. Jung , M., Kang, M., Lee, Y.-K., 2012. Finite-element simulation of quenching incorporating improved transformation kinetics in a plain medium-carbon steel. <i>Acta Materialia</i> 60, 525–536. doi:10.1016/j.actamat.2011.10.007	
6. Zhang , M., Li, L., Fu, R.Y., Krizan, D., De Cooman, B.C., 2006. Continuous cooling transformation diagrams and properties of microalloyed TRIP steels. <i>Materials Science and Engineering: A, Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations</i> 438–440, 296–299. doi:10.1016/j.msea.2006.01.128	
7. Suh , D.-W., Oh, C.-S., Han, H.N., Kim, S.-J., 2007. Dilatometric analysis of austenite decomposition considering the effect of non-isotropic volume change. <i>Acta Materialia</i> 55, 2659–2669. doi:10.1016/j.actamat.2006.12.007	

Annexe F. Code Matlab ann87

1. Extraction des données et opérations de base ann87
2. Traitement pour extraire les fractions de phases ann90
3. Construction du diagramme TRC ann95

Annexe G. Résultats Gleeble® 1500 ann100

1. Première série de tests : Dilatométrie et Fraction de phases ann100
2. Analyse statique ann120
3. Première série de tests : Métallographie ann125
4. Seconde série de tests : Dilatométrie ann140
5. Diagramme TRC ann160

R

EMERCIEMENTS

Je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué, par leurs connaissances et leurs conseils, à l'élaboration de mon projet de Master.

Tout particulièrement, le Prof. Alain Nussbaumer (ICOM), à l'initiative de ce travail. Tout au long de ce semestre il m'a accompagné en faisant don de son temps avec patience et générosité. Sa rigueur, ses qualités humaines, l'intérêt qu'il a porté à mon étude m'ont vivement stimulé et motivé. Je lui exprime ici ma reconnaissante gratitude et mon profond respect.

Au Dr. Jean-Marie Drezet (LSMX), j'exprime ma respectueuse reconnaissance pour son accueil bienveillant au sein de son laboratoire et pour la richesse de nos échanges. Il m'a guidé dans ma recherche avec efficacité et m'a fait bénéficier de ses conseils avisés.

Ma vive gratitude à M. Farshid Zamiri et M. Bastien Mireux pour leur disponibilité, leur compétence et leur rigueur.

Une grand merci aux techniciens des laboratoires GC et MX pour le temps et l'aide qu'ils m'ont consacré et pour avoir partagé mes préoccupations.

Mes sincères remerciements à SCI Consulting pour l'intérêt porté à mon étude et pour les conseils prodigués à propos de la machine Gleeble[®] 1500.

Je suis reconnaissant à M. le Prof. Andreas Mortensen de m'avoir accueilli et éclairé grâce à ses conseils judicieux.

Mes chaleureux remerciements à M. Claudio Leonardi pour son accueil sympathique et son aide.

Encore merci à vous pour m'avoir permis de mener à bien ce projet de diplôme.