

Cinétique de transformation de phase dans des aciers austénitiques métastables

Sommaire

2.1	Introduction	51
2.2	Sollicitations uniaxiales et suivi de la transformation de phase	51
2.2.1	Moyens d'essai	52
2.2.1.1	Matériau	52
2.2.1.2	Dispositif expérimental	53
2.2.2	Exploitation des mesures de résistance électrique	55
2.2.3	Résultats expérimentaux	58
2.2.3.1	Influence de la température	62
2.2.3.2	Influence de l'élasticité et de la plasticité	64
2.2.3.3	Influence de la transformation de phase	66
2.2.4	Détermination de la fraction volumique de martensite	66
2.2.4.1	Influence de la loi de mélange	68
2.2.4.2	Comparaison avec d'autres méthodes	69
2.2.5	Bilan	70
2.3	Sollicitations complexes et suivi de la transformation de phase	72
2.3.1	Moyens d'essai	72
2.3.1.1	Matériau et éprouvette	72
2.3.1.2	Dispositif expérimental	73
2.3.1.3	Mesure de la déformation	78

2.3.1.4	Mesure de la résistance électrique	81
2.3.2	Exploitation des mesures de résistance électrique	83
2.3.3	Résultats expérimentaux	84
2.3.3.1	Pilotage des essais	86
2.3.3.2	Choix de la température d'essai	87
2.3.3.3	Essais de traction	87
2.3.3.4	Essai d'écroissage	91
2.3.3.5	Essai de torsion	93
2.3.3.6	Essais non proportionnels	95
2.4	Conclusion	104

2.1 Introduction

Ce chapitre concerne la caractérisation du comportement uniaxial et multiaxial de deux nuances d'acier iTRIP (301L et 304L) couplée avec un suivi de la cinétique de transformation de phase.

L'objectif de ce chapitre est la constitution d'une base expérimentale sur le comportement axial et multiaxial des aciers iTRIP couplée avec le suivi de la cinétique de transformation de phase. Cette base servira de référence pour le développement et la validation de modèles numériques indispensables à la modélisation du comportement de ce type de matériaux.

Ainsi, les essais réalisés sur deux nuances d'aciers inoxydables, très utilisés dans l'industrie et sujets à une transformation de phase martensitique, à savoir les aciers iTRIP 301L et 304L, sont présentés.

D'abord, le matériau et le matériel d'essais utilisés dans la caractérisation du comportement uniaxial de l'acier iTRIP 301L sont exposés. Ensuite, la méthode de dosage de phase entreprise par notre équipe afin de caractériser la cinétique de transformation de phase dans cet acier sera déroulée. Enfin, une comparaison de nos résultats avec quelques résultats de la littérature sera effectuée.

De même, pour les essais multiaxiaux réalisés sur l'acier iTRIP 304L, nous présentons, dans un premier temps, le matériel d'essai utilisé. Plus précisément, nous montrons le montage d'essai que nous avons conçu pour réaliser ces essais multiaxiaux couplés avec le suivi de la transformation de phase. Dans un deuxième temps, la technique de dosage de phase ainsi que ses particularités pour ces essais multiaxiaux seront analysées. Les différents essais multiaxiaux réalisés sur l'acier iTRIP 304L et leurs résultats ainsi que les analyses qui en découlent sont présentés dans un dernier temps.

2.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de la transformation de phase

Dans la première partie de cette section, nous présentons le matériau utilisé ainsi que le matériel d'essai mis en œuvre. La deuxième partie sera consacrée à la présentation de la méthode de dépouillement de la mesure électrique réalisée. La troisième partie sera attribuée aux essais réalisés. La quatrième partie sera consacrée à la détermination de la fraction volumique des phases présentes dans le matériau.

L'acier inoxydable métastable 301L est un matériau ductile qui connaît un très grand couplage entre la plasticité et la transformation de phase. Cette transformation engendre, par conséquent, un comportement thermomécanique fortement non linéaire et un effet

de surécrouissage dans le matériau [60]. Ce phénomène dépend aussi de la température. Par conséquent, la détermination de la cinétique de transformation de phase nécessite la réalisation d'essais thermomécaniques avec un suivi de la transformation de phase.

Nous avons réalisé des essais de traction isothermes à différentes températures pour étudier leurs influences sur le comportement du matériau et plus particulièrement sur la transformation de phase qui y arrive. Dans ces essais, l'évolution de la fraction volumique de martensite a été déterminée en continu par la méthode de mesure par quatre points. Cette méthode se base sur des mesures de la tension électrique (la résistance électrique) qui sont réalisées sur la partie utile de l'éprouvette au cours des essais thermomécaniques. Nous avons choisi par la suite une méthode de post-traitement appropriée basée sur les tensions enregistrées. De ce fait, il a été possible de déterminer l'effet de la température, de l'élasticité, de la plasticité et de la transformation de phase sur la résistivité du matériau étudié. Après identification de l'effet de chaque mécanisme de déformation, une méthode de détermination de la fraction volumique basée sur la variation de la résistivité a été développée et utilisée pour déterminer la cinétique de transformation de phase. Finalement, nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus par deux autres méthodes classiques : la diffraction de neutrons et la méthode magnétique [52].

La réalisation d'essais thermomécaniques isothermes à différentes températures couplés avec le suivi de la transformation de phase permet d'obtenir des paramètres indispensables à la caractérisation de cette transformation dans ce matériau. Ainsi, nous réalisons des essais thermomécaniques dont nous présentons les différents paramètres ainsi que les moyens d'essai mis en œuvre lors de cette campagne.

2.2.1 Moyens d'essai

Le matériau ainsi que le matériel d'essais utilisés pour réaliser des essais uniaxiaux seront présentés dans cette partie.

2.2.1.1 Matériau

Nous avons utilisé des éprouvettes en acier inoxydable austénitique métastable 301L, fourni par ArcelorMittal, dans les essais de cette partie. Ces éprouvettes sont sous forme de lame de 0,7 mm d'épaisseur, de 6 mm de largeur et de 249 mm de longueur (Figure 2.1), découpées par électroérosion.

La composition chimique de cet acier est donnée dans le tableau 2.1.

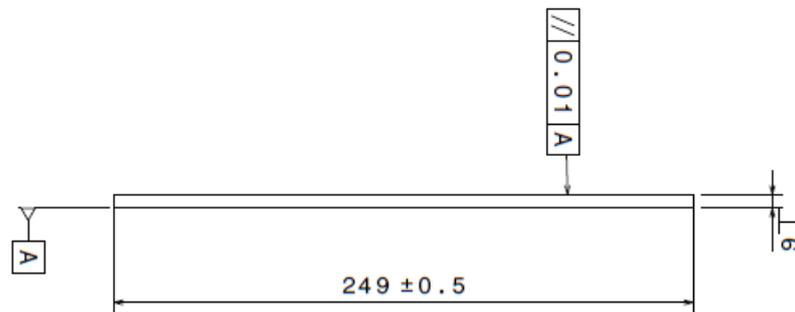


FIGURE 2.1 – Géométrie des éprouvettes en acier iTRIP 301L.

TABLE 2.1 – Composition chimique de l’acier inoxydable 301L étudié en pourcentage massique (%).

C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	Fe
0.05	17	7	0.5	1.5	0.1	balance

2.2.1.2 Dispositif expérimental

Les essais de traction de cette section, ont été réalisés sur une machine de traction électromécanique universelle Zwick modèle 2050 (Figure 2.2). Cette machine est pilotée par le biais d’un ordinateur équipé du logiciel de commande et d’acquisition TestxWare. L’effort est mesuré par un capteur de force de 50 kN (Figure 2.2) tandis que la déformation réelle est mesurée par un extensomètre électromécanique (Figure 2.3). Ainsi, les variations de la force et de la déformation sont mesurées en utilisant ce même système d’acquisition de données.

Une enceinte thermique a été utilisée pour réaliser les chargements thermiques voulus. La variation de la température de l’éprouvette est mesurée par deux thermocouples de type K fixés au milieu de la zone utile de l’éprouvette (Figure 2.3).

Quant à la mesure de la résistance électrique, elle a été effectuée par la méthode de mesure par quatre points. Elle permet d’évaluer la résistance électrique des éprouvettes par mesure de la tension électrique.

Cette méthode consiste à introduire un courant électrique constant fourni par un générateur de courant à travers deux points de l’éprouvette et de mesurer la tension résultante entre deux autres points situés entre ces deux premiers (Figure 2.4). Dans cette technique de mesure, l’éprouvette nécessite d’être isolée électriquement de la machine d’essai et de l’extensomètre pour éviter de fausser ces mesures électriques. Pour se faire, un carton isolant est placé entre les mors et des cales intermédiaires qui

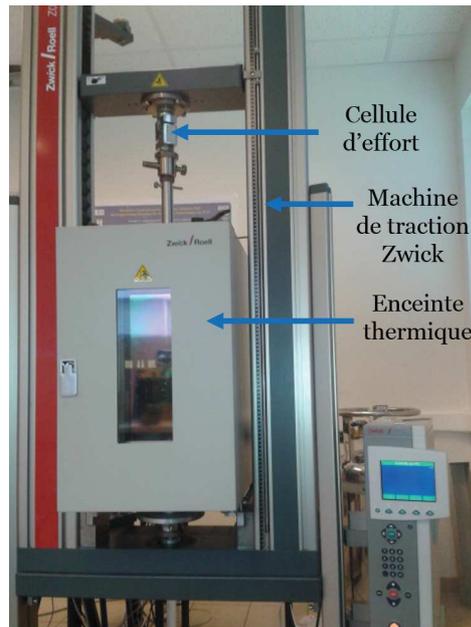


FIGURE 2.2 – Machine de traction Zwick avec enceinte thermique.

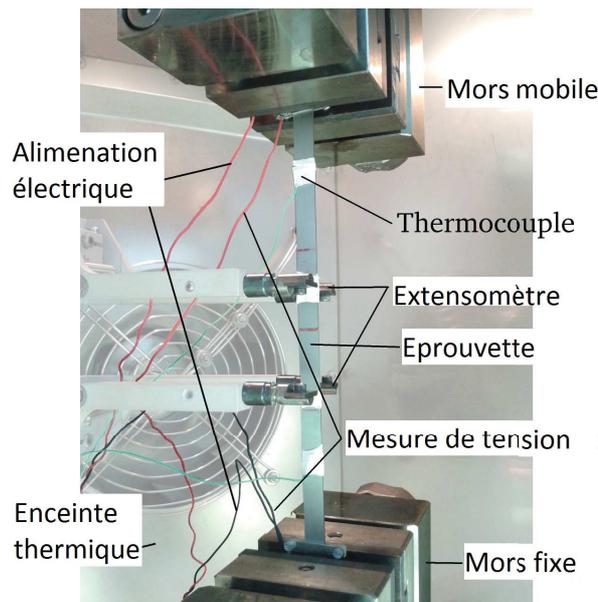


FIGURE 2.3 – Montage d'essais uniaxiaux.

sont en appui contre l'éprouvette. De même, du téflon a été mis entre les lames de l'extensomètre et l'éprouvette. Ainsi, les fluctuations et les erreurs qui peuvent résulter à cause de la circulation du courant électrique dans la machine d'essai sont évitées.

Par ailleurs, l'acquisition des valeurs de la résistance électrique est réalisée par le biais d'une carte d'acquisition commandée par Labview sur un deuxième ordinateur.

Deux systèmes d'acquisition sont utilisés (Figure 2.5). Le premier sert à enregistrer les valeurs fournies par la machine d'essai. Tandis que le deuxième enregistre les données

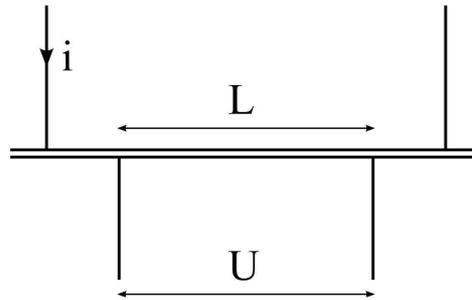


FIGURE 2.4 – Mesure de résistance par quatre points.

issues de la carte d'acquisition qui sont la tension électrique relative à la résistivité de l'échantillon et la température. Afin de synchroniser les acquisitions réalisées par ces deux systèmes, un signal sinusoïdal fourni par un générateur de signaux est injecté dans ces deux chaînes d'acquisition.

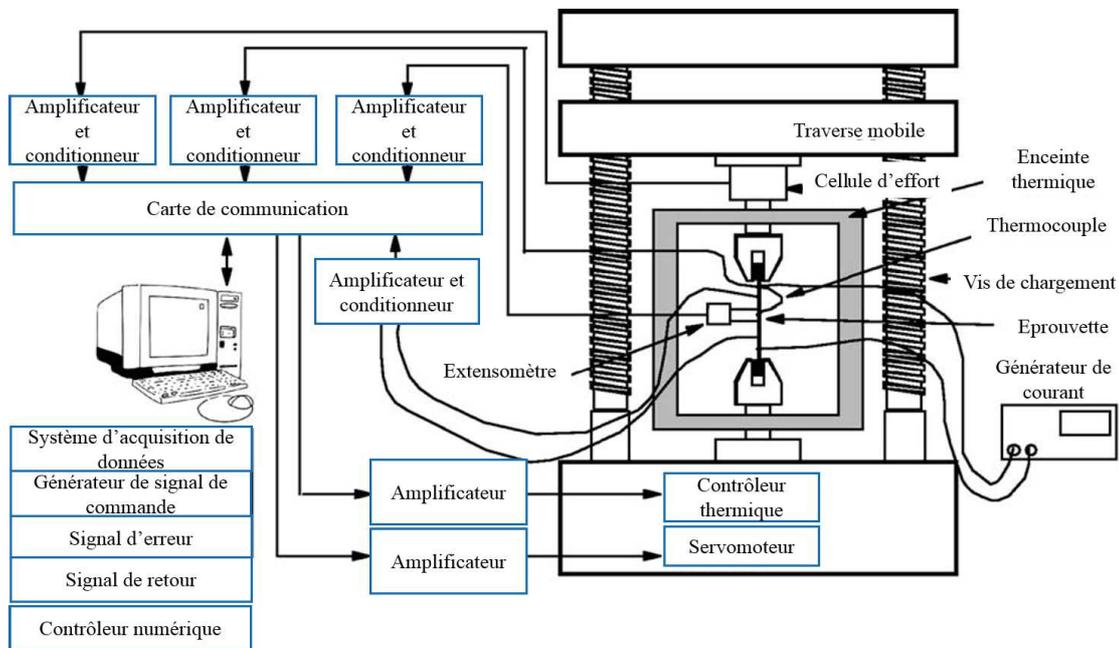


FIGURE 2.5 – Montage d'essai et d'acquisition.

2.2.2 Exploitation des mesures de résistance électrique

Une méthode de mesure et de post-traitement originale est utilisée afin d'aboutir au suivi de la transformation de phase.

Lors de cette étude, l'indicateur choisi pour réaliser le suivi de la transformation de phase est la variation de la résistivité en fonction des phases en présence dans l'alliage étudié. L'explication de la démarche que nous avons appliquée est présentée dans cette partie.

La tension mesurée, dans la méthode de mesure par quatre points, dépend du courant, constant durant les essais et de la résistance électrique de l'éprouvette. Cette résistance peut varier en fonction de plusieurs facteurs dont nous détaillerons l'étude ci-dessous :

En effet, la loi d'Ohm permet d'écrire,

$$U = Ri \quad (2.1)$$

Aussi, la résistance électrique dépend des dimensions de l'éprouvette ainsi que de sa résistivité, ρ :

$$R = \frac{L}{S}\rho \quad (2.2)$$

L étant la longueur de l'éprouvette entre les deux points de mesure (Figure 2.4) et S la section de l'éprouvette.

Si le volume de l'éprouvette est supposé être constant, on peut écrire,

$$V_0 = S_0L_0 = SL \quad (2.3)$$

Alors, la résistance R dépend seulement de la longueur de l'échantillon et de sa résistivité.

$$R = \frac{L^2}{V_0}\rho \quad (2.4)$$

Pour une comparaison simple des différents essais, une expression différentielle est utilisée.

$$\Delta R = \frac{2L}{V_0}\rho\Delta L + \frac{L^2}{V_0}\Delta\rho \quad (2.5)$$

Le premier terme comprend la variation de la résistance due à la variation de la géométrie et sera noté ΔR_ε :

$$\Delta R_\varepsilon = \frac{2L}{V_0}\rho\Delta L \quad (2.6)$$

Le second terme de l'équation (2.5) est supposé comprendre tous les facteurs qui peuvent influencer la résistance d'un matériau, il sera noté ΔR_ρ :

$$\Delta R_\rho = \frac{L^2}{V_0}\Delta\rho \quad (2.7)$$

À ce terme, en assimilant la résistivité ρ à la résistivité initiale, ρ_0 , et en divisant l'équation (2.5) par la résistance initiale, R_0 , les équations suivantes sont obtenues :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} + \frac{\Delta R_\rho}{R_0} \quad (2.8)$$

$$\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} = \frac{\frac{2(L_0+\Delta L)}{V_0} \rho_0 \Delta L}{\frac{L_0^2}{V_0} \rho_0} \quad (2.9)$$

$$\frac{\Delta R_\rho}{R_0} = \frac{\frac{(L_0+\Delta L)^2}{V_0} \Delta \rho}{\frac{L_0^2}{V_0} \rho_0} \quad (2.10)$$

Cela peut être réécrit en utilisant la déformation $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$:

$$\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} = 2(1 + \varepsilon)\varepsilon \quad (2.11)$$

$$\frac{\Delta R_\rho}{R_0} = (1 + \varepsilon)^2 \frac{\Delta \rho}{\rho_0} \quad (2.12)$$

Un courant constant i est appliqué à l'éprouvette pendant les essais. De ce fait, l'équation (2.1) peut être dérivée ainsi :

$$\Delta U = i \Delta R \quad (2.13)$$

La variation de la tension peut être écrite ainsi :

$$\Delta U = U_0 \frac{\Delta R}{R_0} = U_0 \left(\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} + \frac{\Delta R_\rho}{R_0} \right) \quad (2.14)$$

De ce fait, pour la variation de la tension, deux termes peuvent être définis. Le premier, concernant la variation de la tension causée par la variation de la géométrie, ΔU_ε :

$$\Delta U_\varepsilon = U_0 \frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} = 2U_0(1 + \varepsilon)\varepsilon \quad (2.15)$$

et le second, concernant la variation de la tension causée par la variation de la résistivité, ΔU_ρ :

$$\Delta U_\rho = U_0 \frac{\Delta R_\rho}{R_0} = U_0(1 + \varepsilon)^2 \frac{\Delta \rho}{\rho_0} \quad (2.16)$$

Pendant un essai, la résistivité électrique ρ , dépend de la température T , de la fraction volumique de martensite z , de l'élasticité e (liée à l'effet de la contrainte) et de la plasticité cumulée p (liée aux effets microstructuraux induits tels que les dislocations) :

$$\rho = \rho(T, z, e, p) \quad (2.17)$$

Cela peut être aussi écrit comme une fonction des résistivités de la martensite et de

l'austénite ρ_M et ρ_A respectivement, en utilisant une loi de mélange en série.

$$\rho(\rho_A, \rho_M, z) = (1 - z)\rho_A + z\rho_M \quad (2.18)$$

$$\begin{cases} \rho_A = \rho_A(T, e, p) \\ \rho_M = \rho_M(T, e, p) \end{cases} \quad (2.19)$$

$$\quad (2.20)$$

La variation de la résistivité $\Delta\rho$ peut être écrite ainsi :

$$\Delta\rho = \Delta z(\rho_M - \rho_A) + (1 - z)\Delta\rho_A + z\Delta\rho_M \quad (2.21)$$

Avec

$$\begin{cases} \Delta\rho_A = \frac{\partial\rho_A}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\rho_A}{\partial e}\Delta e + \frac{\partial\rho_A}{\partial p}\Delta p \\ \Delta\rho_M = \frac{\partial\rho_M}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\rho_M}{\partial e}\Delta e + \frac{\partial\rho_M}{\partial p}\Delta p \end{cases} \quad (2.22)$$

$$\quad (2.23)$$

En remplaçant $\Delta\rho$ par son expression en fonction de $\Delta\rho_A$ et $\Delta\rho_M$ à partir des équations (2.22) et (2.23) en utilisant la loi de mélange de l'équation (2.18), on peut noter le changement de la tension dû à la variation de la résistivité ainsi :

$$\begin{aligned} \Delta U_\rho = U_0 \frac{(1 + \varepsilon)^2}{\rho_0} & \left(\Delta z(\rho_M - \rho_A) + (1 - z) \left(\frac{\partial\rho_A}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\rho_A}{\partial e}\Delta e + \frac{\partial\rho_A}{\partial p}\Delta p \right) \right. \\ & \left. + z \left(\frac{\partial\rho_M}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\rho_M}{\partial e}\Delta e + \frac{\partial\rho_M}{\partial p}\Delta p \right) \right) \end{aligned} \quad (2.24)$$

U_0 et ρ_0 sont mesurées au début de chaque essai et ΔT et ε sont mesurées au cours des essais. $\rho_M(T)$, $\rho_A(T)$, $\frac{\partial\rho_M}{\partial T}$ et $\frac{\partial\rho_A}{\partial T}$ sont déterminées durant les essais de dilatométrie qui seront présentés et expliqués dans la section 2.2.3.1. $\frac{\partial\rho_M}{\partial p}$ et $\frac{\partial\rho_A}{\partial p}$ sont déterminées durant les essais de traction expliqués dans la section 2.2.3.2.1. $\frac{\partial\rho_M}{\partial e}$ et $\frac{\partial\rho_A}{\partial e}$ sont déterminées durant des décharges élastiques expliquées dans la section 2.2.3.2.2.

Ainsi, il est possible de lier la fraction volumique de martensite à la variation de la tension. Pour ce faire, les influences de la température, de l'élasticité et de la plasticité sur la variation de la tension doivent être connues. Des essais spécifiques et une méthode de post-traitement appropriée sont présentés dans la section 2.2.3.1 afin d'isoler l'effet de chaque mécanisme sur la variation de la tension.

2.2.3 Résultats expérimentaux

Dans cette partie, nous avons réalisé des essais uniaxiaux jusqu'à rupture à différentes températures afin de déterminer la cinétique de transformation de phase des éprouvettes

en acier inoxydable 301L.

Le pilotage des essais est fait en déformation avec une vitesse de chargement faible de $2.10^{-3} \text{ \%}.s^{-1}$. Cette vitesse est choisie pour éviter l'auto échauffement de l'éprouvette testé ; une vitesse de déformation élevée est à l'origine de l'augmentation de la température de l'éprouvette qui influence à son tour la transformation de phase [86].

Nous mesurons la température de l'éprouvette au cours des essais avec deux thermocouples de type K. Cette mesure permet de vérifier que les essais sont réalisés à des températures presque constantes (Figure 2.6).

La contrainte axiale σ est calculée par la relation suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (2.25)$$

Avec F est l'effort de traction appliqué sur l'éprouvette et S_0 la section de l'éprouvette.

La déformation axiale est fournie par le système d'acquisition.

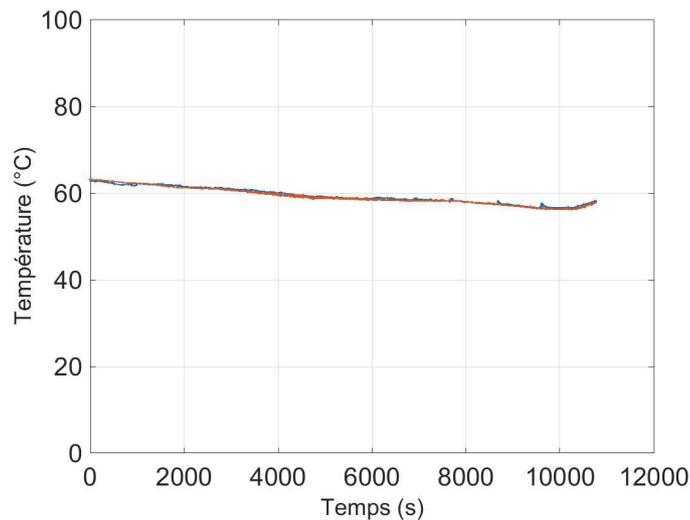


FIGURE 2.6 – Température de l'éprouvette durant l'essai à 60 °C.

Avant le lancement des essais thermomécaniques programmés, l'éprouvette est placée entre les deux mors de la machine de traction à l'intérieur de l'enceinte thermique. Le montage d'essai est illustré sur la figure 2.3 de la page 54.

Le montage de l'éprouvette dans les mors de la machine d'essai doit être effectué avec une attention particulière pour éviter toute déformation accidentelle de l'éprouvette avant le début de l'essai. Elle est placée verticalement dans le mors du haut et serrée sans excès après contrôle de sa verticalité. De même, le mors du bas est aussi serré contre l'éprouvette tout en évitant de trop la serrer et en contrôlant l'effort engendré à cause de cette manipulation. De cette manière, nous évitons d'appliquer un effort de

traction sur l'éprouvette en traction avant de lancer l'essai.

Après montage et instrumentation de l'éprouvette (Figure 2.3, page 54), l'enceinte thermique est fermée et programmée pour obtenir la température d'essai voulue. L'opération de chauffage dans le cas des essais à haute température ou de refroidissement dans le cas des essais à basse température est effectuée tout en contrôlant l'effort mesuré par la machine de traction. Au cours du chauffage ou du refroidissement, l'éprouvette ainsi que le reste des pièces de la machine de traction situé à l'intérieur de l'enceinte se dilatent ou se rétractent, cela cause une augmentation de l'effort de traction ou de compression que l'éprouvette subit. Pour y remédier, nous pilotons manuellement la traverse de la machine de traction afin de remettre la valeur de l'effort à l'état initial. En obtenant la température programmée, nous lançons l'acquisition par la carte d'acquisition pilotée par Labview qui acquiert la tension électrique (résistivité) ainsi que la température de l'éprouvette au cours de l'essai.

La mesure de contrainte en fonction de la déformation est alors obtenue avec les moyens d'acquisition mentionnés précédemment. Ainsi, nous identifions le comportement en traction de l'acier austénitique 301L à différentes températures dans ces essais (Figure 2.7).

TABLE 2.2 – Influence de la transformation de phase sur les propriétés du matériau.

Température (°C)	-60	-40	20	40
Déformation maximale (%)	12	16	20	29
Contrainte maximale (MPa)	1200	1200	850	800

Le comportement uniaxial de ce matériau varie remarquablement en fonction de la température d'essai. D'ailleurs, la courbe de traction de l'acier 301L à 100 °C ne présente pas de surécrouissage (Figure 2.7(g)), qui est un signe de l'absence de la transformation de phase, comparée aux courbes de comportement de ce matériau à basse température. Ces courbes de traction présentent un surécrouissage qui est d'autant plus marqué et arrive pour des déformations moins importantes quand la température diminue. Cet écrouissage supplémentaire est induit par la transformation martensitique. Autrement dit, il est lié directement à la quantité de martensite formée, qui est beaucoup plus importante dans les basses températures puisque la transformation de phase arrive facilement à cause de l'instabilité de l'austénite avec la baisse de la température [17, 19].

Il est à noter aussi que la contrainte à la rupture et la dureté du matériau augmentent tandis que la ductilité du matériau diminue avec la baisse de la température. D'ailleurs, les éprouvettes testées aux basses températures contiennent plus de martensite transformée et rompent à un niveau de déformation inférieur à celui des éprouvettes testées à

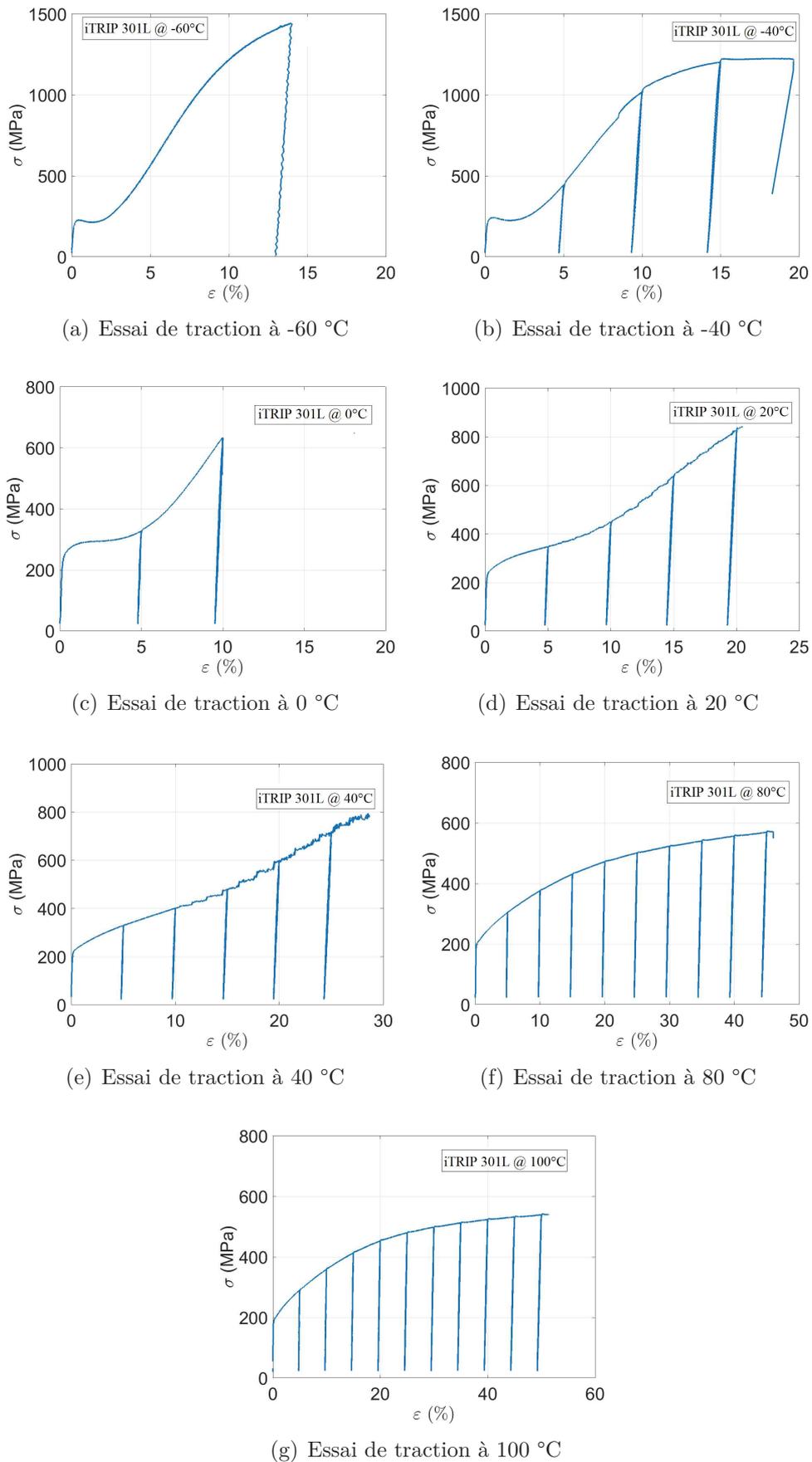


FIGURE 2.7 – Essais de traction isothermes sur acier 301L.

des températures plus élevées (Tableau 2.2). Par contre, elles ont des contraintes de rupture plus importantes (Tableau 2.2). Ce phénomène est lié à la transformation de phase.

Ainsi, ces différents chargements thermomécaniques montrent, clairement, l'influence de la température sur la cinétique de transformation de phase de notre matériau. La baisse de la température cause une augmentation du taux de transformation de phase dans ce matériau.

À partir de ces essais thermomécaniques à différentes températures, nous étudierons l'effet de la plasticité, de l'élasticité et de la transformation de phase.

2.2.3.1 Influence de la température

Compte tenu de l'équation (2.24), le but de cette section est d'identifier la résistivité de la martensite et de l'austénite, $\rho_M(T)$ et $\rho_A(T)$. Nous déterminons aussi l'effet de la température sur la résistivité électrique des deux phases, $\frac{\partial \rho_M}{\partial T}$ et $\frac{\partial \rho_A}{\partial T}$ séparément d'autres effets.

Ainsi, des essais de dilatométrie ont été réalisés sur des éprouvettes dans un état austénitique et martensitique. Ce type d'essais consiste à appliquer un cycle thermique sur une éprouvette, qui n'est soumise à aucun chargement mécanique, tout en mesurant les variations de la déformation ainsi que les variations de résistance électrique de l'éprouvette avec la méthode des quatre points.

L'éprouvette dans un état martensitique a été obtenue en réalisant un essai de traction jusqu'à rupture à -60 °C. Nous avons réalisé un essai de dilatométrie sur cette éprouvette rompue, en considérant qu'elle est totalement martensitique.

Durant ces essais, il n'a eu ni élasticité, ni plasticité et ni transformation de phase. Les figures 2.8 et 2.9 illustrent la variation de la tension, ΔU , mesurée durant les essais de dilatométrie en comparaison avec la variation de la tension calculée à partir de la variation de la géométrie, ΔU_ε (Équation (2.15)) respectivement pour une éprouvette dans un état austénitique et martensitique. Les discontinuités dans la variation de la tension ΔU mesurée durant l'essai de dilatométrie pour l'éprouvette dans un état martensitique (Figure 2.9) sont dues à la perte de contact électrique durant l'essai.

La variation de la tension causée par les variations géométriques, ΔU_ε , induites par la température a été très faible. Par conséquent, les résistivités de la martensite et de l'austénite varient significativement et linéairement en fonction de la température.

Ainsi, on peut noter :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_A(T) = \rho_A(T_0) + \frac{\partial \rho_A}{\partial T}(T - T_0) \\ \rho_M(T) = \rho_M(T_0) + \frac{\partial \rho_M}{\partial T}(T - T_0) \end{array} \right. \quad (2.26)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_A(T) = \rho_A(T_0) + \frac{\partial \rho_A}{\partial T}(T - T_0) \\ \rho_M(T) = \rho_M(T_0) + \frac{\partial \rho_M}{\partial T}(T - T_0) \end{array} \right. \quad (2.27)$$

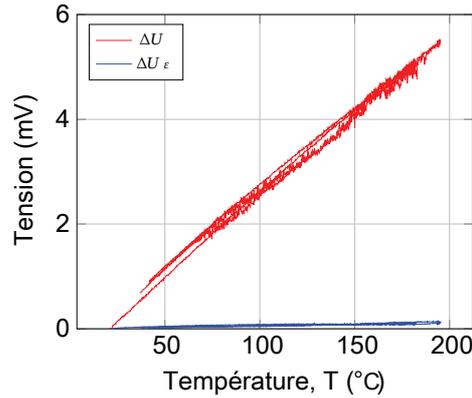


FIGURE 2.8 – Variation de la tension en fonction de la température pour une éprouvette à l'état austénitique.

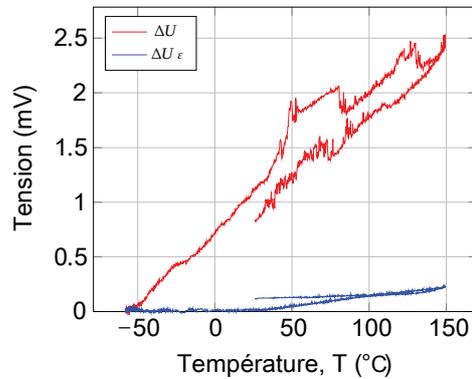


FIGURE 2.9 – Variation de la tension en fonction de la température pour une éprouvette à l'état martensitique.

Avec $\frac{\partial \rho_A}{\partial T}$ et $\frac{\partial \rho_M}{\partial T}$ qui correspondent aux pentes des courbes de la variation de la résistivité. Ces pentes ont été déduites de la variation de la tension en utilisant l'équation (2.16). La figure 2.10 illustre la variation de la résistivité de l'austénite et de la martensite en fonction de la température dans le matériau testé. Cette variation de la résistivité, ρ , a été observée durant des essais de dilatométrie. Ces résultats ont été utilisés pour vérifier la cohérence de la résistivité de l'austénite au début de tous les essais de traction isothermes réalisés dans cette section.

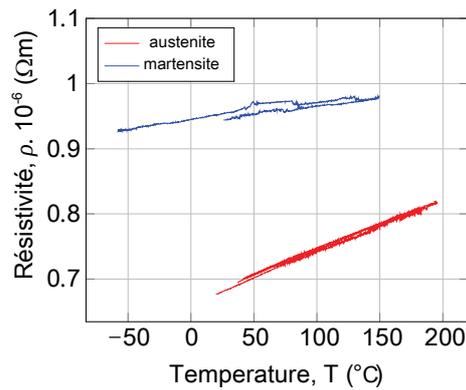


FIGURE 2.10 – Détermination de la résistivité de l’austénite et de la martensite en fonction de la température.

Ainsi, nous déterminons à partir de la figure 2.10 la variation de la résistivité de l’austénite ainsi que celle de la martensite en fonction de la température. Elles sont, respectivement, $\frac{\partial \rho_A}{\partial T} = 8.10^{-10} \Omega m^{\circ}C^{-1}$ et $\frac{\partial \rho_M}{\partial T} = 3.10^{-10} \Omega m^{\circ}C^{-1}$.

2.2.3.2 Influence de l'élasticité et de la plasticité

Nous avons réalisé des essais de traction thermomécaniques afin de caractériser l'influence de l'élasticité ainsi que de la plasticité sur la variation de la résistivité de notre matériau.

2.2.3.2.1 Plasticité

L'influence de la plasticité sur la résistivité de l'austénite a été étudiée en utilisant un essai de traction à haute température (100 °C), durant lequel, aucune transformation de phase n'a lieu. De ce fait, l'influence de la plasticité peut être facilement isolée des effets de la transformation de phase. La figure 2.11 illustre la comparaison de la variation de la tension, ΔU , observée pendant l'essai et l'estimation de la variation de la tension due à la variation géométrique, ΔU_ϵ (Équation (2.15)). Aucune différence significative ne se trouve entre les deux courbes ; de ce fait, nous concluons que la plasticité a une influence négligeable sur la résistivité du matériau par rapport aux autres phénomènes [25, 35]. Une explication de ce phénomène a été présentée dans la section 1.4. Pour la martensite, l'absence des effets de la plasticité peut être supposée du fait que la ductilité de la martensite à basse température est très faible. Il n'a pas été possible de réaliser le même type d'essai dans un état martensitique pur, car notre matériel ne permet pas d'atteindre la température de cet état.

De ce fait, cette absence de l'effet de la plasticité sur la martensite a été supposée

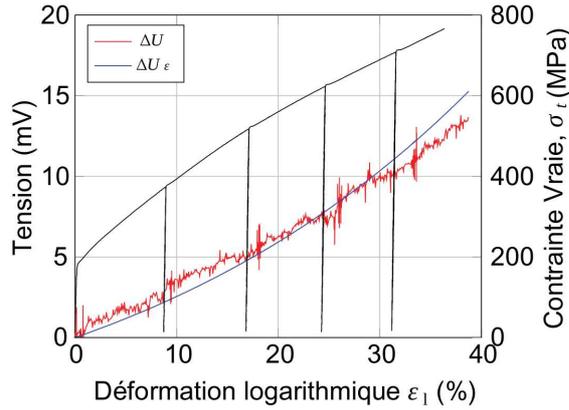


FIGURE 2.11 – Variation de la tension en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à 100 °C.

pour cette étude.

$$\frac{\partial \rho_A}{\partial p} = \frac{\partial \rho_M}{\partial p} \approx 0 \quad (2.28)$$

2.2.3.2.2 Élasticité

Quant à la détermination de l'influence de l'élasticité sur la résistivité du matériau, on procède à une charge-décharge de l'éprouvette à chaque 5 % de déformation.

L'influence de l'élasticité sur la résistivité a été, aussi, vérifiée durant l'essai décrit dans la section 2.2.3.2.1 en utilisant les étapes de charge-décharge élastiques. Pendant ces étapes, il n'a eu ni transformation de phase ni plasticité (Figure 2.11). Par conséquent, l'influence de l'élasticité a été facilement isolée des autres effets. La figure 2.12 montre la variation de la tension, ΔU , mesurée pendant une étape de l'essai, et la variation de la tension estimée due à la variation géométrique ΔU_ε (Équation (2.15)). D'après les courbes, on constate qu'aucune différence significative ne se trouve entre ces dernières. La charge et la décharge élastiques ne modifient pas la valeur de la tension mesurée ΔU qui reste égale à ΔU_ε . Alors, nous en concluons que l'élasticité n'a pas d'influence significative sur la résistivité de l'austénite (Équation (2.29)). Pour la martensite, l'absence de tout effet de l'élasticité a été supposée comme pour l'effet de plasticité.

$$\frac{\partial \rho_M}{\partial e} = \frac{\partial \rho_A}{\partial e} = 0 \quad (2.29)$$

Pour les analyses décrites dans la section 2.2.4, nous supposons l'absence de l'effet de l'élasticité afin de simplifier l'écriture de l'équation (2.24).

Les étapes de charge-décharge élastiques ont été réalisées durant la majorité des essais

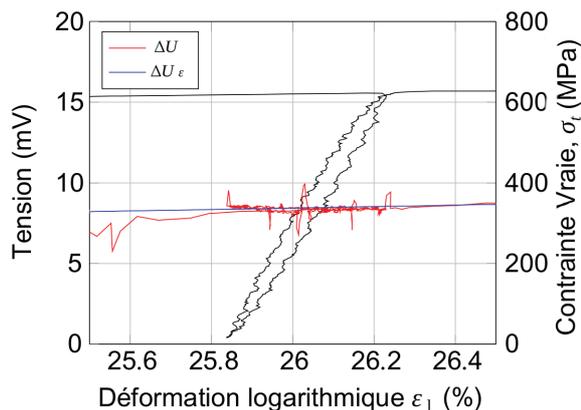


FIGURE 2.12 – Variation de la tension électrique durant les charges et les décharges élastiques d'un essai de traction à 100 °C

uniaxiaux isothermes de ce chapitre. Dans chaque cas, aucune différence significative n'a été observée entre ΔU et ΔU_ε .

2.2.3.3 Influence de la transformation de phase

L'influence de la transformation de phase martensitique sur la résistivité a été étudiée lors d'un essai de traction à une basse température de -60 °C durant lequel la transformation de phase se produit. Cette température est la plus basse température fournie par l'enceinte thermique utilisée dans ce chapitre. La figure 2.13 montre la comparaison entre la variation de la tension observée ΔU et la variation de la tension estimée, due à la variation géométrique ΔU_ε (Équation (2.15)). La différence très importante entre la courbe estimée et la courbe observée nous amène à conclure que la transformation a une influence significative sur la résistivité de l'échantillon.

Les résultats montrés dans la figure 2.13 illustrent clairement l'effet de la transformation de phase sur la résistivité du matériau. Puisque la plasticité et l'élasticité n'ont aucun effet. Il est possible de développer une méthode de détermination de la fraction volumique des phases basée sur la variation de la résistivité.

2.2.4 Détermination de la fraction volumique de martensite

Dans les sections précédentes, nous avons démontré que seulement la température et la transformation de phase affectent significativement la résistivité de l'éprouvette. En conséquence, nous pouvons déterminer la fraction volumique de martensite à partir de la mesure de la tension en utilisant une méthode de post-traitement appropriée.

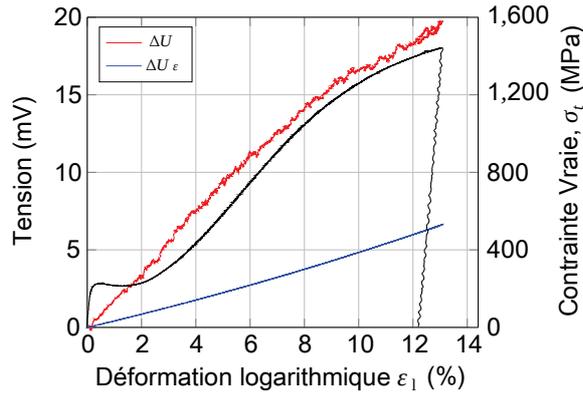


FIGURE 2.13 – Variation de la tension en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à -60 °C .

La fraction volumique de martensite peut être calculée de l'équation (2.18) :

$$z = \frac{\rho(T) - \rho_A(T)}{\rho_M(T) - \rho_A(T)} \quad (2.30)$$

Avec $\rho_A(T)$ et $\rho_M(T)$ définies dans les équations (2.26) et (2.27). Elles ont été déterminées durant les essais de dilatométrie décrits dans la section 2.2.3.1 (Figure 2.10).

La figure 2.14 montre la fraction volumique observée durant les essais de traction isothermes à six températures différentes. Elle devient de plus en plus remarquable à une température de 20 °C . Par ailleurs avec les basses températures, cette transformation arrive rapidement et elle est presque complète à moins de 15% de déformation. Par contre, la transformation de phase pour une température de 60 °C est très faible. Le bruit de mesure du résultat à 60 °C est dû à une amplification du faible bruit de mesure de la tension causée par la méthode de post-traitement.

Ainsi, cet alliage connaît une transformation de phase martensitique liée à la plasticité à basse température. Elle commence à des niveaux de déformation faibles et le matériau atteint rapidement à peu près un état martensitique complet. À haute température la transformation de phase arrive à des niveaux de déformation plus importants qui sont de l'ordre de 5% pour une température de 20 °C et de 15% pour une température de 60 °C . Cela est dû à la stabilité de la phase austénitique à haute température.

À de grandes déformations, le taux de transformation martensitique diminue [19] ; l'augmentation des dislocations stabilise la phase austénitique [19]. Cela est caractérisé par la tendance de la courbe de dosage de phase à devenir tangente au taux de 100% de martensite.

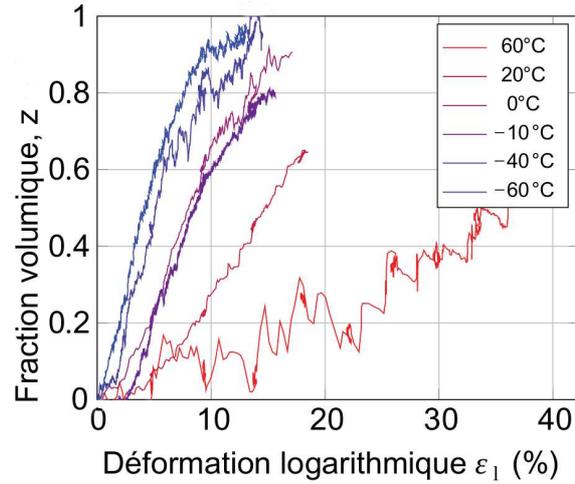


FIGURE 2.14 – Variation de la fraction volumique de la martensite durant des essais de tractions à différentes températures.

2.2.4.1 Influence de la loi de mélange

Étant donné que les résistivités de l'austénite et de la martensite sont assez différentes, le choix de la loi de mélange peut avoir un impact important sur les résultats de la fraction volumique des phases. D'ailleurs, différentes lois de mélange peuvent être prises en compte. Dans la section précédente, la loi de mélange en série a été utilisée (Équation (2.18)), mais d'autres lois peuvent être utilisées, par exemple :

— La loi en parallèle :

$$\rho = \frac{\rho_A \rho_M}{z \rho_A + (1 - z) \rho_M} \quad (2.31)$$

— Les deux lois de mélange de Hashin et Shtrickman (notées H&S+ et H&S- dans la figure 2.15)

$$\rho = \frac{z \rho_M + \frac{3(1-z) \rho_A \rho_M}{2 \rho_A + \rho_M}}{z + \frac{3(1-z) \rho_M}{2 \rho_A + \rho_M}} \quad (2.32)$$

$$\rho = \frac{z \rho_M + \frac{3(1-z) \rho_A (\rho_A + \rho_M)}{5 \rho_A + \rho_M}}{z + \frac{3(1-z) (\rho_A + \rho_M)}{5 \rho_A + \rho_M}} \quad (2.33)$$

— La loi de mélange de Bruggeman [69] :

$$z = 1 - \frac{\rho - \rho_M}{\rho_A - \rho_M} \left(\frac{\rho_A}{\rho} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2.34)$$

Les différentes lois de mélange ont été utilisées dans l'essai de traction à -60 °C. À cette température, la cinétique de transformation de phase varie considérablement en

comparaison avec les essais réalisés dans les hautes températures. La figure 2.15 montre que la loi de mélange n'a pas une influence significative sur les résultats de la fraction volumique de martensite. Par conséquent, nous recommandons d'utiliser la loi la plus simple qui est la loi en série.

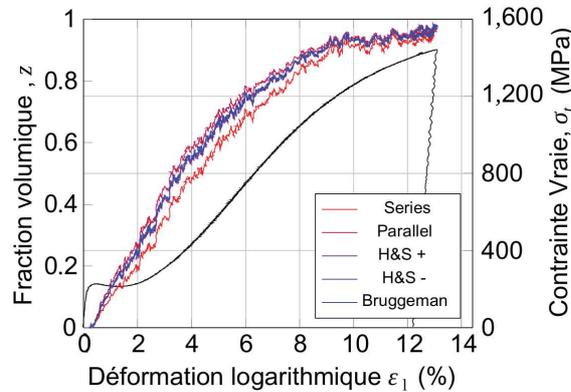


FIGURE 2.15 – Influence des lois de mélange sur la cinétique de transformation de phase.

2.2.4.2 Comparaison avec d'autres méthodes

Pour évaluer la validité de nos résultats de fraction volumique de martensite déterminée par le suivi de la variation de la résistivité électrique, nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus par deux autres techniques.

Haušild et al [52] ont publié des résultats pour le même acier 301L obtenu du même fournisseur (ArcelorMittal) en utilisant des mesures par diffraction de neutrons et des mesures magnétiques. La figure 2.16 montre la comparaison entre la technique que nous avons utilisé et celles-ci. Pour cette température, une bonne concordance entre les résultats est notée.

Qualitativement, nous arrivons par cette méthode, avec des moyens simples et un post-traitement bien fondé avec des hypothèses particulières, à avoir la même tendance de transformation de phase.

Quantitativement parlant, les moyens de mesure peuvent être la cause de la différence des valeurs de fraction volumique de martensite pour les faibles déformations. Aussi, l'hypothèse que nous avons faite concernant l'état martensitique de l'éprouvette testée à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, afin de déterminer la résistivité de la martensite, peut être une origine de cet écart. Pour des déformations plus importantes, les résultats de nos mesures ont tendance à se rapprocher de celles obtenues par Haušild et al [52].

Ces résultats restent très proches dans la mesure où les techniques utilisées diffèrent l'une de l'autre. Comme nous l'avons cité dans le chapitre 1, la technique de mesure par

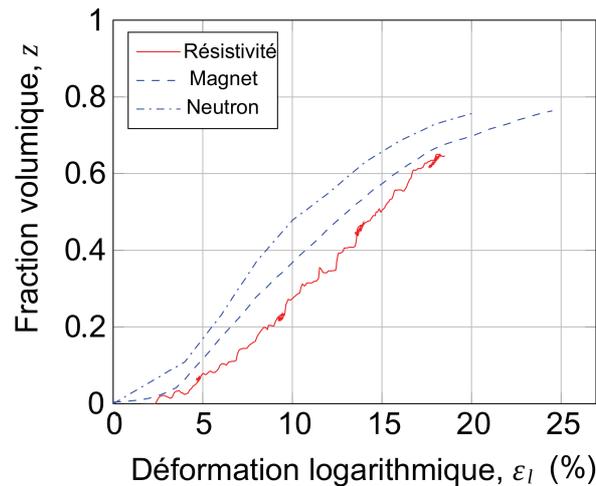


FIGURE 2.16 – Fraction volumique de martensite, z , en fonction de la déformation logarithmique ϵ_l durant un essai de traction à température ambiante

diffraction de neutrons reste une technique de mesure locale par rapport à notre technique. Localement, la transformation de phase peut être plus importante qu’au niveau global de l’éprouvette. Cela peut expliquer la détection précoce de la transformation de phase dans le matériau. La méthode magnétique reste une méthode, dans certains cas, locale et qui peut surestimer le taux de martensite.

2.2.5 Bilan

Les aciers austénitiques métastables sont des aciers qui ont la particularité d’être le siège d’une transformation de phase. Cette dernière change les caractéristiques mécaniques de ce type de matériau. Le suivi de cette transformation peut se faire par plusieurs méthodes. Dans notre cas, nous avons opté pour la méthode de mesure de résistivité par la technique de mesure par quatre points.

Dans ce sens, nous avons réalisé des essais thermomécaniques uniaxiaux sur un acier austénitique métastable 301L. En parallèle, la tension électrique des éprouvettes a été mesurée pendant ces essais. Après un post-traitement approprié basé sur les mesures de cette tension, les effets de la température, de la plasticité, de l’élasticité et de la transformation de phase sur la résistivité du matériau considéré ont été étudiés. Nous avons montré, par conséquent, que seules, la température et la transformation de phase affectent significativement cette résistivité. De ce fait, il est possible d’utiliser la variation de celle-ci comme indicateur de la transformation de phase.

L’influence de la loi de mélange utilisée pour la détermination de la fraction volumique de phase a été aussi étudiée. Son calcul avec cinq différentes lois de mélanges a été effectué. Aucune influence significative n’a été observée sur les valeurs de cette fraction.

Pour valider la méthode proposée pour la détermination de la fraction volumique de phase, nous avons comparé les résultats de dosage à température ambiante avec ceux de la littérature utilisant la méthode magnétique et celle par diffraction de neutrons. Une bonne concordance existe entre les résultats obtenus dans les trois méthodes. Aussi, les résultats obtenus sont compatibles avec la cinétique de transformation de phase typique dans ce matériau. Par conséquent, nous proposons dans cette étude une méthode simple pour la détermination de la cinétique de transformation basée sur la variation de la résistivité électrique.

Nous pouvons, alors, exploiter cette technique dans le cas des éprouvettes tubulaires soumises à des chargements multiaxiaux.