

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique  
Département de Métallurgie  
Laboratoire de Science et Génie des Matériaux

LSGM

## Mémoire de Magister en Métallurgie

**Option : Matériaux**

Présenté par :

**HACHEMI Hania**

Ingénieur d'Etat en Métallurgie de l'ENP

**Intitulé**

# **Etude de l'évolution de la structure des macles dans un acier inoxydable austénitique (316L) en fonction de traitements thermomécaniques**

Soutenu publiquement le **15/05/2012** devant le jury composé de :

<b>Président :</b>	M <sup>r</sup> SALHI Essaid	Professeur	ENP
<b>Rapporteur :</b>	M <sup>r</sup> HELLAL Fatah	Professeur	ENP
<b>Examineurs :</b>	M <sup>r</sup> MESRATI Nadir	Professeur	ENP
	M <sup>r</sup> CHITROUB Mohamed	Professeur	ENP
	M <sup>r</sup> KASSER Abdelmadjid	Maître de Conférences	ENP

**ENP 2012**

من أجل دراسة الحدود المتوأمة في الفولاذ الأستيني غير القابل للصدأ AISI316L ، قمنا بالمعالجات عند درجة حرارة من 700°م إلى 925°م وفق أزمنة متغيرة من 10 دقائق إلى 300 دقيقة، و أيضا قمنا بتصفيح بارد وفق نسب تشويه ضعيفة. أستعملت طرق حساب على البنسى الميكروسكوبية بواسطة المعدغرافيا و تحليل الصور الرقمية. الدراسة بالأشعة إكس و قياس الصلابة الميكروسكوبية تسمح بتتبع الأثر الكيماوي و الميكانيكي لأي ترسب محتمل لحبان طور ثاني تكون نتيجة المعالجة الحرارية. الدراسة الحالية تحاور المساهمة في تقييم مقادير ميكروسكوبية جديدة متعلقة بحدود الوصل و الحدود المتوأمة من أجل فهم أعمق للبنية الدقيقة لـ AISI316L الخام أو المعالج.

**الكلمات الدلييلة:** الفولاذ الأستيني غير القابل للصدأ ، حدود متوأمة ، البنية الميكروسكوبية ، المعالجة الحرارية تصفيح بارد ، عيار الحبيبات ، تحليل الصور الرقمية .

## Résumé

Afin d'étudier les macles dans l'acier inoxydable austénitique AISI316L, nous avons effectué des traitements à des températures variant entre 700° et 925°C, à des durées variant entre 10 et 300 minutes ainsi qu'un laminage à froid de la tôle d'acier à de faibles taux de déformation. Les méthodes de quantification des microstructures sont effectuées par métallographie et analyse d'images numériques. La caractérisation aux rayons X et les mesures de microdureté locale envisagent de suivre les effets chimique et mécanique d'une éventuelle précipitation de particules de seconde phase après traitement thermique.

Le présent travail tente de contribuer à l'estimation de nouvelles grandeurs microstructurales liées joints de la microstructure y compris les macles dans le but d'approfondir nos connaissances sur la microstructure de l'acier inoxydable AISI316L brut ou traité.

**Mots clés :** Acier inoxydable austénitique, macle, microstructure, traitement thermique, laminage à froid, taille de grains, analyse d'images.

## Abstract

In order to study twins in the austenitic stainless steel AISI316L, we have accomplished treatments at temperatures varying between 700° and 925°C, for times varying between 10 and 300 minutes as well as a cold rolling of the plate of the steel at feeble rate of distortion. The methods of quantification of the microstructures are done by metallography and image analysis and processing. The X-ray characterization and the measures of local microhardness consider the chemical and mechanical effect of a possible precipitation of particles of second phase after heat treatment.

The present work aims to study the evaluation of new parameters associated to microstructural boundaries including twins in the goal to deepen our knowledge on the microstructure of the stainless steel AISI316L bulk or treated.

**Key words :** Austenitic stainless steel, twins, microstructure, heat treatment, cold rolling, grain size, image analysis.

( الحمد لله الذي هدانا لهذا و ما كنا لنهتدي لولا أن هدانا الله ) الأعراف

## Remerciements

---

Avant toute chose, je tiens à exprimer ma gratitude et ma profonde reconnaissance à ma famille qui m'a toujours soutenue et encouragée pendant ma scolarité et ma graduation aux études universitaires. C'est un devoir agréable pour moi de dédier cet humble travail à mes chers parents spécialement à ma maman que je respecte infiniment.

Au terme de ce travail, je tiens à adresser mes remerciements à :

Pr HELLAL pour ses conseils et l'intérêt qu'il a porté à mon travail de recherche ;

Pr SALHI qui m'a fait honneur d'accepter de présider le jury ;

Pr MESRATI, Dr KASSER et Pr CHITROUB qui ont accepté d'être le jury de mon humble travail ;

Je n'oublie pas de remercier tous mes professeurs et enseignants du département Métallurgie à l'Ecole Nationale Polytechnique et de l'ex-département des Sciences Fondamentales. Je tiens à remercier M<sup>r</sup> ABADLI pour ces conseils et ses appuis pratiques ;

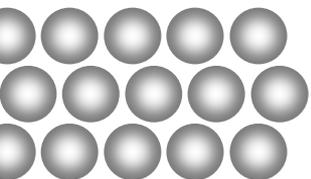
Je remercie également M<sup>r</sup> BELKADI, ingénieur analyste du Laboratoire Diffractométrie des rayons X au Centre de Recherche et Développement (Boumerdes) pour sa disponibilité et son aide ;

Je remercie M<sup>r</sup> BADJI du Centre National de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC) de Chéraga pour son aide ;

Mes remerciements les plus sincères aux membres de ma grande famille qui m'ont toujours encouragé ; je cite : ma tante Fatma Zohra, mon oncle Tahar et sa famille, mon oncle Nouredine et sa famille.

Mes remerciements s'adressent à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin : mes amies M<sup>lles</sup> : Hadjar, Amina ma cousine, Nawel, mes collègues en Post-graduation et les ex-étudiants de 5<sup>ème</sup> année de la promotion 2011, sans oublier M<sup>me</sup> CHETOUH et M<sup>lles</sup> Mounia et Amina du Laboratoire Solutions Solides de la Faculté de Physique à l'USTHB ;

*Hania*



## Liste des abréviations et symboles

316L brut	Échantillon découpé de la tôle d'acier 316L de départ sans traitement
316L <i>diss</i>	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100° durant 30 minutes ( <i>le refroidissement final jusqu'à l'ambiante est effectué en dehors du four à l'air calme après tout traitement thermique</i> )
316L <i>diss</i> + [700°,30']	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100° et un recuit pendant 30 minutes à 700°C suivi d'un refroidissement à l'air.
316L <i>diss</i> + [770°,30']	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100° et un recuit pendant 30 minutes à 770°C suivi d'un refroidissement à l'air.
316L <i>diss</i> + [850°,30']	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100°C et un recuit pendant 30 minutes à 850°C suivi d'un refroidissement à l'air.
316L <i>diss</i> + [ 925°,30']	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100° et un recuit pendant 30 minutes à 925°C suivi d'un refroidissement à l'air.
316L <i>diss</i> + [ 925°,10']	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100°, un recuit pendant 10 minutes à 925°C suivi d'un refroidissement à l'air.
316L <i>diss</i> + [ 925°,300']	Échantillon ayant subi le recuit de dissolution à 1100° et un recuit pendant 5 heures à 925°C suivi d'un refroidissement à l'air.
316L brut + 20%	Échantillon 316L brut de départ laminé à froid au taux $\epsilon = 20\%$ .
316L <i>diss</i> + 10%	Échantillon 316L <i>diss</i> laminé à froid au taux $\epsilon = 10\%$ .
316L <i>diss</i> + 20%	Échantillon 316L <i>diss</i> laminé à froid au taux $\epsilon = 20\%$ .
316L <i>diss</i> + 30%	Échantillon 316L <i>diss</i> laminé à froid au taux $\epsilon = 30\%$ .
316L <i>diss</i> + 10% + [925°,30']	Échantillon 316L <i>diss</i> + 10% traité pendant 30 min à 925°C.
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,30']	Échantillon 316L <i>diss</i> + 20% traité pendant 30 min à 925°C.
316L <i>diss</i> + 30% + [925°,30']	Échantillon 316L <i>diss</i> + 30% traité pendant 30 min à 925°C.
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,10']	Échantillon 316L <i>diss</i> + 20% traité pendant 10 min à 925°C.
316L <i>diss</i> +20%+ [925°,300']	Échantillon 316L <i>diss</i> + 20% traité pendant 300 min à 925°C
BG	Bande de glissement.
CFC	Cubique à Faces Centrées.
CSL	<i>Coïncidence Site Latice</i> ; réseau de sites de coïncidence.
<i>D</i>	Diamètre des grains calculé par analyse d'images.
<i>D</i> <sub>moy</sub>	Diamètre des grains calculé par analyse d'images et moyenné sur plusieurs mesures.
EBSD	<i>Electron Back Scattering Diffraction</i> ; diffraction des électrons rétrodiffusés.
Jdg	Joint de grains.
RX	Rayons X
$\rho$	Fraction de macleen % estimée par méthode linéaire.

# Liste des tableaux

---

Tableau I.1 : Principales phases intermétalliques présentes dans les aciers inoxydables austénitiques de la famille d'acier AISI 316 .....	9
Tableau I.2 : Les 12 systèmes de maclage dans le cristal CFC. ....	16
Tableau I. 3: Energie de faute d'empilement pour quelques métaux .....	18
Tableau III. 1 : Composition chimique de l'acier AISI 316L de notre étude .....	35
Tableau III.2 : Résultats après laminage à froid .....	42
Tableau III.3 : Détails des réactifs utilisés dans l'étude microstructurale .....	45
Tableau III.4 : Conditions de l'essai de microdureté (HV) selon l'échantillon .....	48
Tableau III. 5 : Paramètres de mesures globales .....	55
Tableau III. 6 : Paramètres de mesures individuelles .....	55
Tableau III.7 : Différence dans le calcul de $D_{\text{moy}}$ due au choix du grossissement .....	62
Tableau III.8 : Résumé des traitements thermiques et thermomécaniques et leur notation .....	63
Tableau IV. 1 : Résultats du calcul sur le 316L brut non traité. ....	108
Tableau IV. 2 : Résultats du calcul sur les échantillons traités thermiquement.....	109
Tableau IV. 3 : Résultats du calcul sur les échantillons laminés à froid .....	109
Tableau IV.4 : Résultats du calcul sur les échantillons laminés puis traités 30 minutes à 925°.....	110
Tableau IV.5 : Résultats de la microdureté pour chaque élément de la microstructure traitée thermiquement de l'acier inoxydable 316L.....	114
Tableau IV.6 : Résultats de la microdureté par chaque élément de microstructure de l'acier inoxydable 316L traités mécaniquement et thermomécaniquement .....	115

# Liste des illustrations

---

Figure I. 1 : Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques au chrome-nickel (molybdène) dérivés de la nuance de base X5CrNi18-10 (AISI 304) .....	3
Figure I. 2: Diagramme d'équilibre binaire fer – chrome .....	5
Figure I. 3: Vue tridimensionnelle du diagramme d'équilibre ternaire fer – chrome – nickel .....	6
Figure I. 4: Coupes isothermes du système fer – chrome – nickel – molybdène avec %pds.Fe=70% aux températures (A) 1093°C et (B) 816°C .....	6
Figure I.5 : Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 316L .....	7
Figure I.6 : Observations des joints de grains à diverses échelles .....	11
Figure I.7 : Circuit de Frank pour définir l'angle de désorientation d'un joint de grains associé à une déformation .....	12
Figure I. 8: Maille de coïncidence d'un bicristal de structure cubique .....	13
Figure I.9 : Evolution de l'énergie intergranulaire en fonction de la désorientation $\theta <110>$ .....	14
Figure I. 10 : Schéma de la structure atomique au niveau d'une macle .....	16
Figure I.11 : Joints de macles à l'échelle du grain ; (c) joints cohérents et (i) incohérents.....	17
Figure I.12 : Illustration d'un germe de macle formé sur un joint de grains .....	20
Figure II. 1 : Représentation schématique des modifications du réseau des dislocations au cours d'une déformation à froid .....	24
Figure II. 2 : Phénomène de glissement d'une structure déformée .....	25
Figure II. 3 : Bandes de glissement ( <i>Shear bands</i> ) dans une éprouvette polycristalline en zircaloy .....	25
Figure II.4 : Tracé qualitatif de la formation à différentes température de martensite dans un acier austénitique 304 en fonction de la déformation rationnelle .....	27
Figure II. 5: Morphologies de la martensite de déformation .....	28
Figure II. 6: Morphologie de la martensite en plaquette .....	29
Figure II. 7 : Morphologie de la martensite en plaquettes d'un acier austénitique .....	30
Figure II. 8 : Schéma de la migration induite d'un joint de grain .....	32.
Figure II. 9 : Variation de la taille de grains avec la température au cours de la recristallisation primaire et secondaire .....	33
Figure III.1 : Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L brut observée au microscope optique aux grossissements 400 et 650 .....	36
Figure III. 2 : Eléments de la structure maclée de l'acier 316L brut par microscopie optique .....	36
Figure III.3 : Réseau des joints de grains de l'acier inoxydable austénitique 316L brut au microscope optique aux grossissements 400 et 650.....	37
Figure III. 4 : Microstructure de l'acier 316L brut observée par MEB/EBSD .....	37
Figure III.5 : Principaux traitements thermiques pour l'acier inoxydable austénitique 316L avant et après déformation à la température ambiante .....	39
Figure III.6 : Cycles thermiques à 925°C à des durées variables .....	40
Figure III.7 : Cycles thermiques à températures variables .....	41
Figure III. 8 : Déformation pendant le laminage à froid .....	41
Figure III.9 : Chemin thermomécanique n°1 .....	43
Figure III.10 : Chemin thermomécanique n°2 .....	43
Figure III.11 : Création d'un microrelief par effet d'attaque .....	45
Figure III.12 : Principe de formation d'un diagramme EBSD .....	46
Figure III. 13 : Exécution et mesure de la microdureté Vickers .....	48
Figure III. 14: Empreintes du microduromètre exécutées sut le 316L <i>diss</i> + $[850^{\circ},30']$ .....	49
Figure III. 15 : Amélioration d'une image en niveau de gris par la méthode .....	50

Figure III. 16 : Amélioration locale par un filtre <i>passé-haut</i> .....	51
Figure III. 17 : Exemple de spectre d'une image, calculé par la transformée de Fourier .....	51
Figure III. 18 : Filtrage gaussien .....	52
Figure III.19 : Restauration d'une dérive lumineuse .....	53
Figure III.20 : Exemple de traitement d'une micrographie par seuillage .....	54
Figure III.21 : Niveaux de gris d'un voisinage 3X3 et deux interprétations possibles .....	54
Figure III.22 : Illustrations des différents modes d'observations et d'analyse d'un volume d'échantillon de grains maclés de l'acier inoxydable austénitique 316L .....	58
Figure III. 23: Résultats du calcul manuel de la taille de grains de l'échantillon 316L $diss+[925^{\circ},30']$ par l'interception linéaire .....	61
Figure III.24 : Nuages de points expérimentaux du $D_{moy}$ calculé de l'échantillon 316L $diss+[925^{\circ},30']$ par l'analyse automatique des images .....	61
Figure IV.1 : Microstructure du 316L <i>diss</i> .....	65
Figure IV.2 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + [700°, 30'].....	66
Figure IV.3 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + [770°, 30'] .....	66
Figure IV.4 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + [850°, 30'] .....	67
Figure IV.5 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + [925°, 10'] .....	68
Figure IV.6 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + [925°, 30'] .....	68
Figure IV.7 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + [925°, 300'] .....	68
Figure IV.8 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 10% .....	70
Figure IV.9 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 20% ..	70
Figure IV.10 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 30% ..	71
Figure IV.11 : 316L brut laminé à 20% .....	72
Figure IV.12 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 10% + [925°, 30'] .....	72
Figure IV.13 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 30% + [925°, 30'] .....	73
Figure IV.14 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 30'] .....	73
Figure IV.15 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 10'] .....	74
Figure IV.16 : Microstructure du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 300'] .....	75
Figure IV.17 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L brut non traité ....	76
Figure IV.18 : Observation de la structure des joints de grains du 316L brut .....	77
Figure IV.19 : Représentation de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L brut sous forme d'histogramme .....	77
Figure IV.20 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> .....	78
Figure IV.21 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> .....	78
Figure IV.22 : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> .....	79
Figure IV.23 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L <i>diss</i> + [700°, 30'] .....	80
Figure IV.24 : Observation des grains du 316L <i>diss</i> + [700°, 30'] .....	80
Figure IV.25 : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + [700°, 30'] .....	81
Figure IV.26 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L <i>diss</i> + [770°, 30'] .....	81
Figure IV.27 : Observation des grains du 316L <i>diss</i> + [770°, 30'] .....	82
Figure IV.28 : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + [770°, 30'] .....	82
Figure IV.29 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> + [850°, 30'] .....	83
Figure IV.30 : Observation des grains du 316L <i>diss</i> + [850°, 30'] .....	83
Figure IV. 31: Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains de l'échantillon 316L <i>diss</i> + [850°,30'] .....	84

Figure IV.32 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains de l'échantillon 316L <i>diss</i> + [925°, 30']	84
Figure IV.33 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 30']	85
Figure IV.34 : Tracé de la distribution moyenne de la taille des grains du 316L <i>diss</i> + [925°,30']	85
Figure IV. 35: Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 10']	86
Figure IV.36 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 10']	86
Figure IV. 37: Distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 10']	87
Figure IV. 38: Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 300']	88
Figure IV.39 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 300']	88
Figure IV. 40: Distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + [925°, 300']	89
Figure IV.41 : Observation des joints de grains du 316L <i>brut</i> + 20%	89
Figure IV.42 : Observation des joints de grains du 316L laminé à 10% à l'état homogénéisé	90
Figure IV.43 : Observation des joints de grains du 316L laminé à 20% à l'état homogénéisé	90
Figure IV. 44 : Observation des joints de grains du 316L laminé à 30% à l'état homogénéisé	91
Figure IV.45 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + 10% + [925°, 30']	91
Figure IV.46 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L <i>diss</i> + 10% + [925°, 30']	92
Figure IV.47 : Représentation de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + 10% + [925°, 30']	93
Figure IV.48 : Résultats de l'analyse d'images du calcul de la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 30']	93
Figure IV.49 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 30']	94
Figure IV.50 : Représentation de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 30']	94
Figure IV.51 : Résultats de l'analyse d'images pour calculer la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> + 30% + [925°, 30']	95
Figure IV.52 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + 30% + [925°, 30']	95
Figure IV.53 : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains de l'échantillon 316L <i>diss</i> + 30% + [925°, 30']	96
Figure IV.54 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 10']	97
Figure IV.55 : Distribution moyenne des tailles de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 10']	97
Figure IV.56 : Résultats de l'analyse d'images pour calculer la taille moyenne de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 300']	98
Figure IV.57 : Observation des joints de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 300']	99
Figure IV.58 : Représentation de la distribution moyenne de la taille des grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 300']	99
Figure IV.59 : Variations des paramètres de formes des grains de l'acier 316L à l'état brut avant et après laminage à 20%	100
Figure IV. 60 : Variations des paramètres de forme de grains de l'acier 316L <i>diss</i>	101
Figure IV.61 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + [700°,30']	102
Figure IV.62: Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + [770°,30']	102
Figure IV.63 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + [850°,30']	102
Figure IV.64: Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + [925°,10']	103
Figure IV. 65 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + [925°,30']	103
Figure IV. 66 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + [925°,300']	103
Figure IV. 67 : Variations des paramètres de formes des grains du 316L <i>diss</i> + 10%	104
Figure IV. 68 : Variations des paramètres de formes des grains du 316L <i>diss</i> + 20%	105
Figure IV. 69 : Variations des paramètres de formes des grains du 316L <i>diss</i> + 30%	105
Figure IV. 70 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + 10% + [925°, 30']	106
Figure IV. 71 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 30']	106
Figure IV. 72 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + 30% + [925°, 30']	106

Figure IV. 73: Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 10'].....	107
Figure IV. 74: Variations des paramètres de forme de grains du 316L <i>diss</i> + 20% + [925°, 300'].....	107
Figure IV. 75 : Diffractogrammes RX de trois échantillons traité thermiquement à 770°C à 30 minutes et 925°C à 30 et 300 minutes respectivement .....	113
Figure IV.76 : Histogramme de la taille moyenne des grains après traitements thermiques.....	116
Figure IV.77 : Certains grains grossis dans les échantillons traités thermiquement .....	117
Figure IV.78 : Variations de la microdureté des échantillons traités entre 700° et 925°C.....	118
Figure IV.79 : Variations de la microdureté HV des échantillons traités à 925°C.....	119
Figure IV.80 : Effet d'un blocage par une inclusion sur la migration d'un joint.....	119
Figure IV. 81 : Courbes de distributions moyennes de tailles de grains à l'état brut et dissolu .....	120
Figure IV.82 : Effet de la température du recuit sur la distribution de la taille des grains.....	121
Figure IV.83 : Effet de la durée ( $\Delta t^{925^\circ}$ ) sur la distribution de la taille des grains.....	122
Figure IV. 84: Histogramme de la taille moyenne des grains après laminage.....	123
Figure IV.85 : Eléments de la microstructure du 316L <i>diss</i> + 20%.....	124
Figure IV.86 : Eléments de la microstructure du 316L <i>diss</i> + 30%.....	124
Figure IV.87 : Variations de la microdureté des échantillons bruts avant et après laminage à 20%....	125
Figure IV.88 : Variations de la microdureté des échantillons laminés à l'état dissous.....	125
Figure IV. 89: Variations de la taille moyenne des grains après laminage et recuit à 925°C.....	126
Figure IV.90 : Effet du taux de déformation sur la distribution des tailles de grains recristallisés à [925°, 30'].....	127
Figure IV.91 : Effet de la durée ( $\Delta t^{925^\circ}$ ) du recuit de recristallisation sur la distribution des tailles de grains.....	127
Figure IV.92 : Variation de la microdureté des échantillons laminés à 20% puis traités à 925°C.....	128
Figure IV. 93: Variations de la fraction moyenne des macles avec (A) la température et (B) le temps de recuit .....	130
Figure IV.94 : Variations de la longueur moyenne des joints de grains et celle des macles avec (A) la température et (B) le temps de recuit.....	131
Figure IV.95 : Corrélation entre la fraction moyenne de macles et la taille moyenne de grains à l'état traité thermiquement.....	132
Figure IV. 96 : Macles de recuit formée durant la migration du joint de grain à 925°C (X650) ; Echantillon 316L <i>diss</i> + [925°, 300'] .....	134
Figure IV.97 : Variations de la longueur moyenne des joints de grains ( $\overline{L_A^g}$ ) et celle des macles $\overline{L_A^m}$ en fonction du taux de déformation .....	136
Figure IV.98 : Variation du maillage et des BG avec le taux de déformation .....	137
Figure IV.99 : Images sur l'orientation cristallographique (EBSD) d'un échantillon d'acier 316L laminé à froid 52% .....	138
Figure IV.100 : Variations de la fraction des macles avant et après le traitement à 925° durant 30' en fonction du taux de déformation .....	139
Figure IV.101 : Variation de la fraction moyenne des macles en fonction de la durée du traitement à 925° après 20% de déformation en coordonnées semilogarithmiques .....	140
Figure IV.102 : Variations de la longueur moyenne des joints de grains et celle des macles en fonction de la durée du traitement à 925° après 20% de déformation .....	140
Figure IV.103 : Corrélation entre la fraction moyenne de macles et la taille moyenne de grains à l'état recristallisé .....	141
Figure IV.104 : Courbes potentiostatiques résultant des essais de polarisation d'échantillons 316L brut et traités thermiquement dans FeCl <sub>3</sub> (pH 5,6) .....	142
Figure IV.105 : Histogramme de l'évolution de la fraction de macles et de la vitesse de corrosion d'échantillons 316L brut et traités thermiquement .....	143.

# Table des matières

---

INTRODUCTION .....	1
PREMIERE PARTIE : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	
CHAPITRE I : MICROSTRUCTURE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES	
I. 1. Généralités sur les aciers inoxydables austénitiques .....	3
I. 2. Diagrammes d'équilibre des phases .....	4
I. 2. 1. Diagramme d'équilibre Fer–Chrome .....	4
I. 2. 2. Diagramme d'équilibre Fer–Chrome–Nickel (Molybdène) .....	5
I. 3. Diagramme Température–Temps–Précipitation .....	7
I. 3. 1. Précipitation de carbures .....	7
I. 3. 2. Précipitation de phases intermétalliques .....	9
I. 4. Classes de traitements thermiques .....	10
I. 5. Réseau de joints de grains .....	11
I. 5. 1. Généralités sur les grains et les joints de grains .....	11
I. 5. 2. Notion de réseau de coïncidence .....	13
I. 5. 3. Classification d'un joint fondée sur son énergie .....	14
I. 6. Maclage des aciers inoxydables austénitiques .....	15
I. 6. 1. Définition et caractéristiques d'une macle .....	15
I. 6. 2. Energie de défaut d'empilement et cission critique de maclage .....	17
I. 6. 3. Genèse et croissance d'une macle .....	18
Conclusion du CHAPITRE I .....	21
CHAPITRE II : TRANSFORMATIONS MICROSTRUCTURALES APRES TRAITEMENTS MÉCANIQUE ET THERMOMÉCANIQUE	
II. 1. Phénoménologie de la déformation plastique à froid .....	22
II. 1. 1. Mécanismes de la plasticité à froid .....	22
II. 1. 2. Evolutions structurales après déformation à froid .....	23
II. 2. Transformation martensitique partielle .....	27
II. 2. 1. Evolution de la teneur des phases martensitiques .....	27
II. 2. 2. Transformations de l'austénite métastable dans les aciers inoxydables austénitiques .....	28
II. 2. 3. Morphologies de la martensite .....	28
II. 3. Restauration et recristallisation statique .....	30
II. 3. 1. Restauration de la microstructure .....	30
II. 3. 2. Recristallisation statique .....	30
II. 3. 3. Phénomènes thermiques liés à la recristallisation .....	33
Conclusion du CHAPITRE II .....	34

## DEUXIÈME PARTIE : EXPERIENCES ET RÉSULTATS

### CHAPITRE III : MATÉRIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III. 1. Caractérisation du matériau de départ .....	35
III. 1. 1. Composition chimique .....	35
III. 1. 2. Microstructure de l'AISI 316 L brut .....	35
III. 2. Techniques expérimentales .....	38
III. 2. 1. Traitements thermiques et laminage à froid .....	38
III. 2. 2. Etude métallographique .....	44
III. 2. 3. Analyse MEB / EBSD .....	46
III. 2. 4. Caractérisation aux rayons X .....	47
III. 2. 5. Essai mécanique de microdureté .....	47
III. 3. Techniques de traitement et analyse de l'image .....	49
III. 3. 1. Introduction au traitement et analyse de l'image .....	49
III. 3. 2. Méthodes de traitement numérique des images .....	50
III. 3. 3. Paramètres mesurable sur une microstructure .....	55
III. 3. 4. Sources d'erreurs de mesure .....	56
III. 4. Analyse d'une microstructure maclée .....	57
III. 4. 1. Choix du paramètre microstructural .....	57
III. 4. 2. Lois d'analyse quantitative .....	57
III. 4. 3. Corrélacion avec les paramètres du grain .....	60
III. 5. Notations des différents traitements et paramètres .....	63

### CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

IV. 1. Résultats de l'observation métallographique .....	65
IV. 1. 1. Echantillons traités thermiquement .....	65
IV. 1. 2. Echantillons laminés à froid .....	70
IV. 1. 3. Echantillons laminés puis traités thermiquement .....	72
IV. 2. Résultats de l'analyse de la taille des grains .....	76
IV. 2. 1. Echantillon brut non traité .....	76
IV. 2. 2. Echantillons traités thermiquement .....	78
IV. 2. 3. Echantillons laminés .....	89
IV. 2. 4. Echantillons laminés puis traités thermiquement .....	91
IV. 3. Résultats de l'analyse de la morphologie des grains .....	100
IV. 3. 1. Echantillons brut non laminé et brut laminé à 20% .....	100
IV. 3. 2. Echantillons traités thermiquement .....	101
IV. 3. 3. Echantillons laminés .....	104
IV. 3. 4. Echantillons laminés puis traités thermiquement .....	105

IV. 4. Résultats du calcul sur les macles .....	108
IV. 4. 1. Echantillon brut non traité .....	108
IV. 4. 2. Echantillons traités thermiquement .....	108
IV. 4. 3. Echantillons laminés .....	109
IV. 4. 4. Echantillons laminés puis traités thermiquement .....	110
IV. 5. Résultats de la caractérisation aux rayons X .....	112
IV. 6. Résultats de l'essai de microdureté HV .....	114
IV. 7. Discussions sur la taille et la morphologie des grains .....	116
IV. 7. 1. Discussion sur l'effet des traitements thermiques .....	116
IV. 7. 2. Discussion sur l'effet de la déformation mécanique par laminage .....	122
IV. 7. 3. Discussion sur l'effet des traitements thermomécaniques .....	126
IV. 8. Discussions sur la genèse et la croissance des macles .....	130
IV. 8. 1. Discussion sur les effets purement thermiques .....	130
IV. 8. 2. Discussion sur les effets mécaniques et thermomécaniques .....	135
IV. 9. Relation entre le maclage et le comportement électrochimique du AISI 316L .....	142
.....	
CONCLUSION ET PERSPECTIVES .....	145
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	147
ANNEXE	

Annexe : Organigramme du calcul morphologique des grains sous Aphelion.

# INTRODUCTION

La maîtrise du comportement des structures est une nécessité croissante dans divers secteurs : dans l'industrie chimique et pétrolière, dans les installations nucléaires, dans l'industrie agroalimentaire et en biomédecine. La connaissance approfondie des phénomènes intervenant au cours de la mise en service du matériau et les facteurs métallurgiques influençant son comportement permet de prévenir la cinétique de dégradation et de choisir les conditions les plus appropriées pour une meilleure utilisation. Pour les aciers inoxydables austénitiques, la principale propriété est la résistance à la corrosion. Cette propriété donne au matériau une durée de vie quasi exceptionnelle dans une multitude de milieux industriels. A cette propriété fondamentale, s'ajoutent les caractéristiques mécaniques intéressantes. Du fait de leur composition chimique très variée, ces matériaux offrent la possibilité de contrôle de leur microstructure via une large gamme de traitements.

La microstructure des aciers inoxydables austénitiques se distingue par le phénomène de maclage. Les macles sont observables à l'échelle microscopique et prennent la forme de lamelles tranchant le grain austénitique. Les propriétés particulières des joints de macles font d'eux une voie d'étude prometteuse dans le contrôle de la microstructure des aciers inoxydables austénitiques.

L'objectif du présent mémoire est l'étude des macles et des joints dans l'acier inoxydable austénitique AISI316L à travers la quantification des paramètres microstructuraux et de la texture cristalline sous l'effet de traitement thermique, mécanique ou thermomécanique. Une caractérisation multi échelle a été mise en place sur nos échantillons. Les techniques utilisées reposent sur la quantification des paramètres microstructuraux via l'analyse de la taille de grains et de la texture cristalline ainsi que le calcul sur les macles. Des analyses aux rayons X ainsi que des essais de microdureté Vickers ont été effectuées dans le but de mettre en évidence les modifications physico-chimiques et mécaniques survenues après les traitements.

Ceci passe par :

- La caractérisation expérimentale du matériau de départ, disponible sous forme de tôle mince ;
- L'analyse de l'évolution des joints de grains et des macles après des cycles de traitements thermiques, mécaniques et thermomécaniques par une étude métallographique, quantitative et statistique ;
- La caractérisation chimique et mécanique après traitements ;
- La corrélation entre les grandeurs microstructurales et les paramètres opératoires.

Le présent mémoire est structuré de la façon suivante :

- Les chapitres I et II décrivent une synthèse bibliographique des différents travaux ayant porté sur la microstructure des aciers inoxydables austénitiques. Nous présentons un ensemble de données expérimentales, métallurgiques et cristallographiques qui permettent de comprendre l'origine et l'évolution des joints de grains et des macles. Nous décrivons aussi les phénomènes associés à une sollicitation mécanique par déformation à froid ainsi qu'aux phénomènes de restauration et recristallisation statique.
- Le chapitre III est consacré à la panoplie des techniques utilisées, en particulier celles portant sur la quantification des paramètres structuraux à l'échelle microscopique. Nous expliquons les techniques de traitement et analyse d'images numériques.
- Dans le chapitre IV, nous présentons les résultats de l'observation métallographique, de l'analyse de la taille et de la morphologie des grains, du calcul sur les macles et la caractérisation chimique. Une discussion détaillée est menée au cours du mémoire sur la genèse et l'évolution des macles, sur les paramètres de quantification des joints de grains et enfin sur les transformations d'origine thermique, mécanique ou thermomécanique survenues dans l'acier AISI 316L.

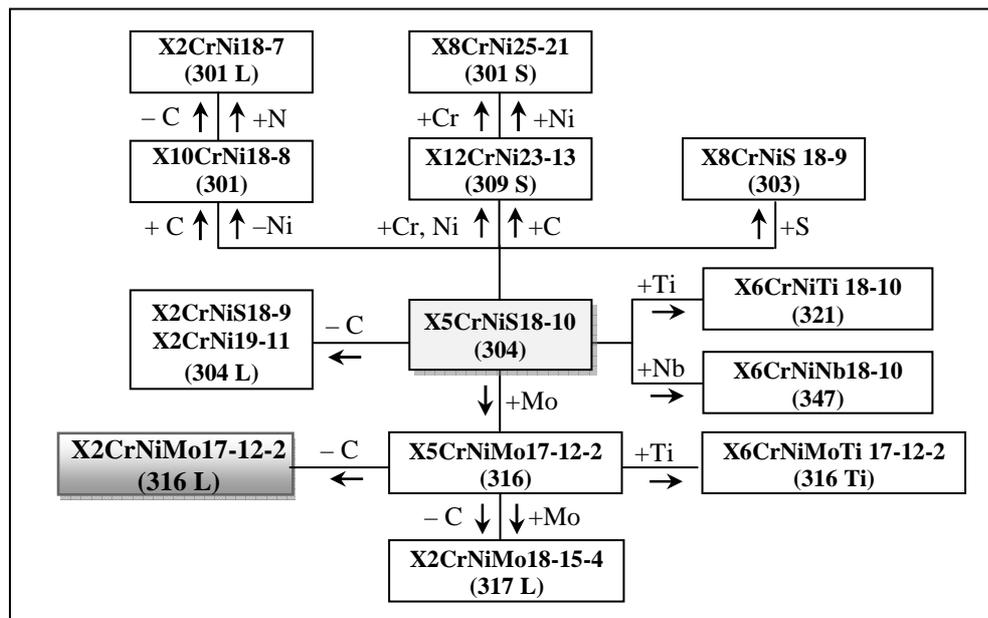
# SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette première partie résume les propriétés métallurgiques des aciers inoxydables austénitiques et leurs caractéristiques microstructurales. Comme le réseau des macles est inclus dans celui des joints de grains, un sous-chapitre a été consacré aux propriétés des joints de grains. Les macles seront abordées en premier lieu de par leurs caractéristiques cristallographiques et thermodynamiques. Dans la partie dédiée aux transformations microstructurales après déformation plastique, le maclage sera traité sous l'angle mécanique autant que mode de déformation.

**MICROSTRUCTURE  
DES ACIERS  
INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES**

## I.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

Les aciers inoxydables austénitiques sont des alliages ferreux paramagnétiques contenant entre 0,02 et 0,10 % de carbone, 17 à 20 % de chrome, 7 à 25 % de nickel et 2 à 5 % de molybdène (figure I.1). La nuance AISI 316L possède un très faible pourcentage en carbone pour une meilleure tenue à la corrosion humide[1, 2]



**Figure I. 1** : Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques au chrome-nickel (molybdène) dérivés de la nuance de base X5CrNi18-10 (AISI 304) [3].

Les propriétés de l'acier inoxydable austénitique sont intimement liées aux effets isolés ou combinés des éléments d'addition, parmi lesquels on distingue :

- Le *chrome*, élément alphagène, augmente la résistance à la corrosion à des teneurs supérieures 3 à 11% (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud.
- Le *nickel*, élément gammagène, élargit le domaine austénitique et son effet stabilisateur est plus intense dans les aciers au chrome. L'ajout du nickel en solution solide favorise la mise en œuvre par déformation plastique.
- Le *carbone*, élément fortement gammagène, stabilise l'austénite lors d'une déformation à froid. Il peut provoquer la formation de carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  et diminue par la suite la résistance à la corrosion intergranulaire.
- Le *molybdène*, élément alphagène, améliore la résistance à la corrosion dans presque tous les milieux. Il peut être à l'origine de la formation de phases intermétalliques qui altèrent à la fois la tenue à la corrosion et les caractéristiques mécaniques.

- Le *titane*, le *niobium* et le *vanadium*, éléments alphas, peuvent se combiner au carbone sous des conditions de température et de temps bien déterminées. Or, les carbures TiC, NbC, et VC formés sont fins et, contrairement aux carbures de chrome améliorent la résistance à la corrosion.

Le module d'élasticité des aciers inoxydables austénitiques est de l'ordre de 200 GPa. Le fait que leur structure cristallographique soit de type cubique à faces centrées leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles depuis les températures très basses jusqu'à plusieurs centaines de degrés Celsius [4]. A ces propriétés essentielles, il faut ajouter une excellente soudabilité, ce qui en facilite la mise en œuvre. Aussi, les aciers inoxydables austénitiques sont libres de transformations structurales et par conséquent non durcissables par traitement thermique. Après hypertrempe, l'austénite métastable peut toutefois se transformer partiellement en une martensite cubique centrée lorsque l'acier est écroui à la température ambiante ou à basse température.

## I.2. DIAGRAMMES D'EQUILIBRE DES PHASES

### I.2.1. Diagramme d'équilibre Fer–Chrome

Le diagramme d'équilibre binaire fer – chrome (figure I. 2. A) illustre l'existence de l'austénite ( $\gamma$ ) limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle  $\gamma$  » ; ce domaine est d'autant plus faible que la teneur en chrome est élevée. Cela est dû à un phénomène d'isomorphisme : le chrome favorise la ferrite à réseau cubique centrée. L'ajout de carbone au système fer-chrome peut élargir la boucle ( $\gamma$ ) [4].

Dans la partie du diagramme au dessous de 850°C (figure I. 2. B), apparaît une nouvelle phase appelée *phase sigma* ( $\sigma$ ) de structure quadratique complexe et de teneur massique en chrome comprise entre 45 et 50%. Pour les aciers contenant moins de 25% en chrome et portés à des températures au dessous de 820°C, la phase sigma se décompose donnant naissance à des précipités fins de deux nouvelles phases ( $\alpha$ ) et ( $\alpha'$ ). Cela implique un effet de durcissement structural qui peut entraîner une fragilisation importante suivant une cinétique relativement lente. La phase intermétallique sigma réputée être une source de fragilité, peut donc se former lors des maintiens de longues durées (plusieurs dizaines d'heures) et à des températures assez basses.

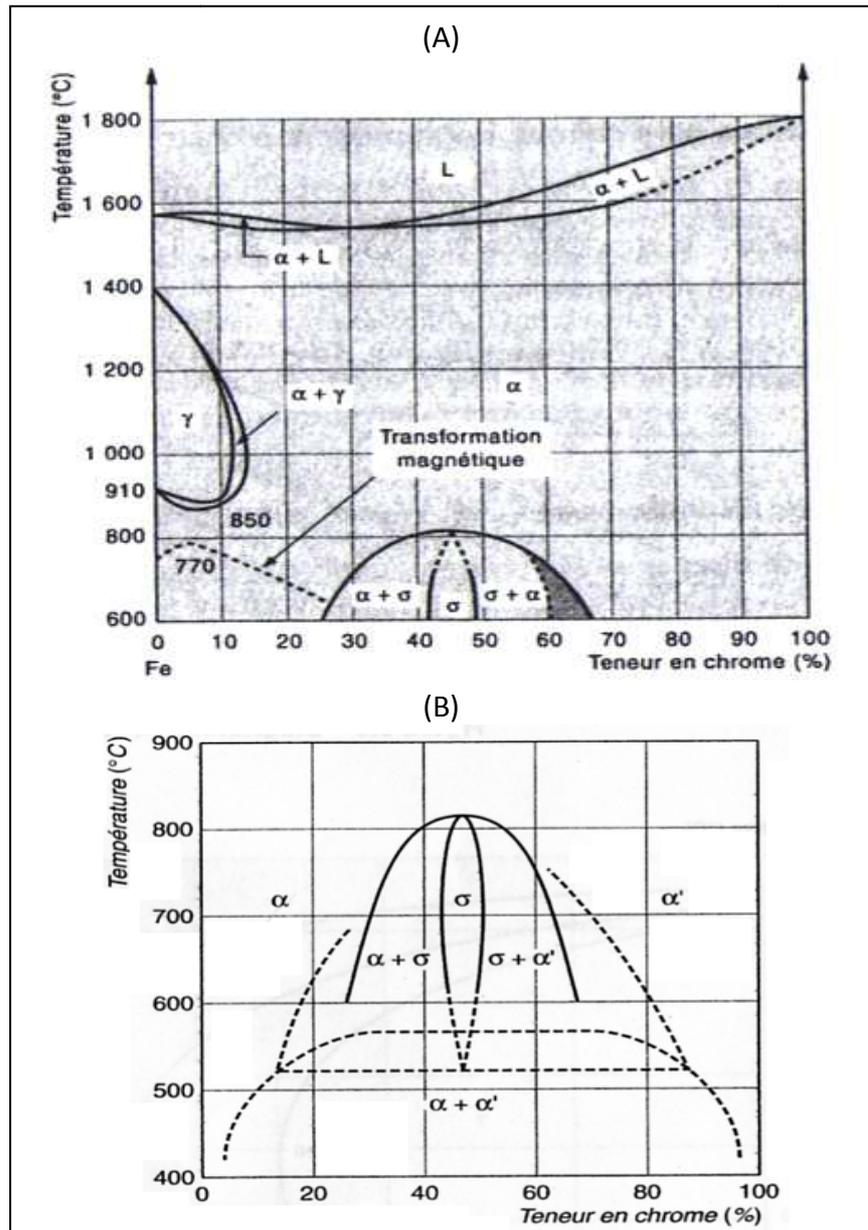
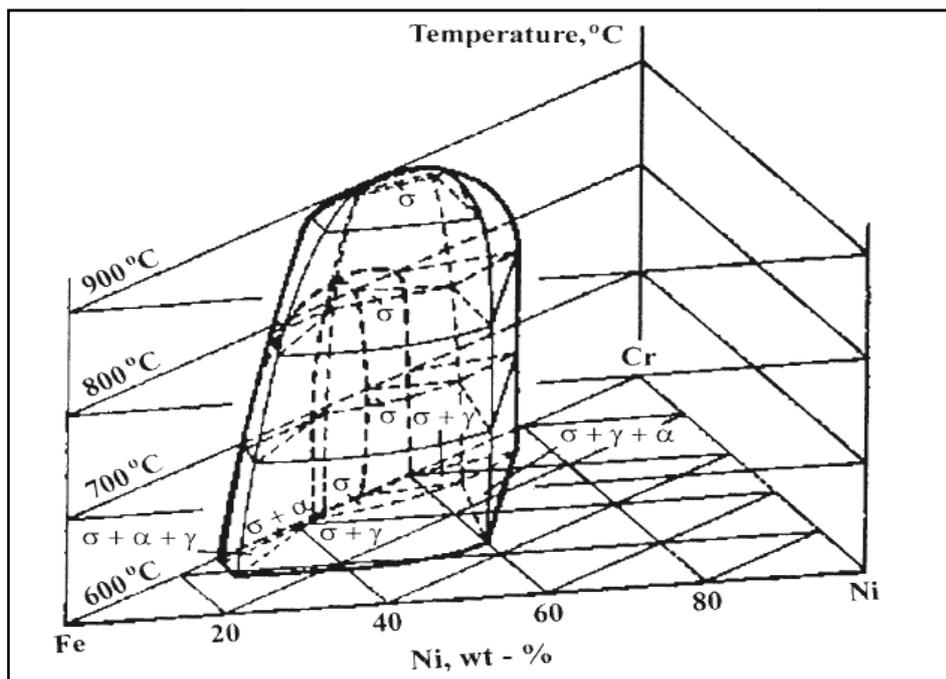


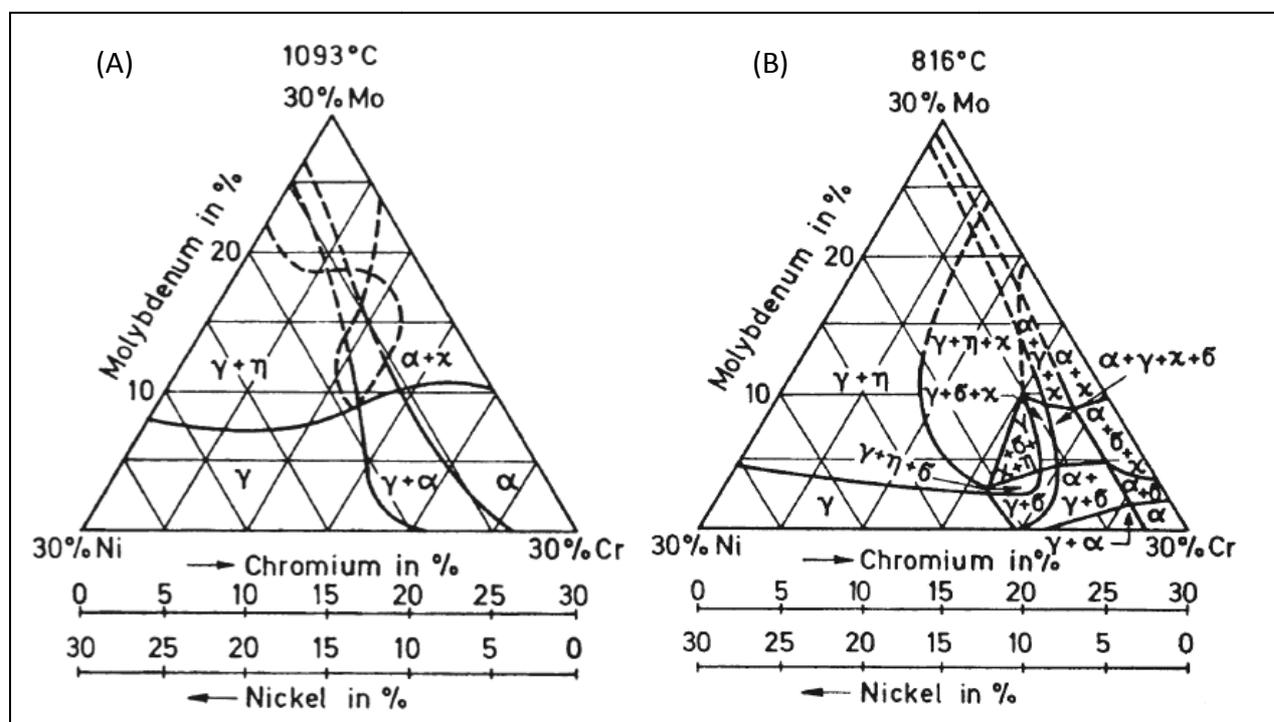
Figure I. 2:Diagramme d'équilibre binaire fer – chrome [4].

### I.2.2. Diagramme d'équilibre Fer–Chrome–Nickel (Molybdène)

Le diagramme ternaire fer – chrome – nickel (voir les figures I. 3 et I. 4) est le diagramme de base pour l'étude des aciers inoxydables austénitiques. Il met en évidence trois phases solides : gamma ( $\gamma$ ), alpha ( $\alpha$ ) et sigma ( $\sigma$ ). L'ajout du molybdène en faibles quantités provoque la formation de composés intermétalliques. Cependant, des composants non métalliques issues des éléments d'élaboration (carbone, phosphore, soufre) existent souvent à de faibles quantités. Leurs effets sont cependant très importants sur la stabilité et la solubilité des précipités qui les contiennent[5].



**Figure I. 3:** Vue tridimensionnelle du diagramme d'équilibre ternaire fer – chrome – nickel, d'après PADILHA A. F, RIOS. P. R, *Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels, ISIJ International*, Vol. 42 (2002), No. 4, pp. 327.



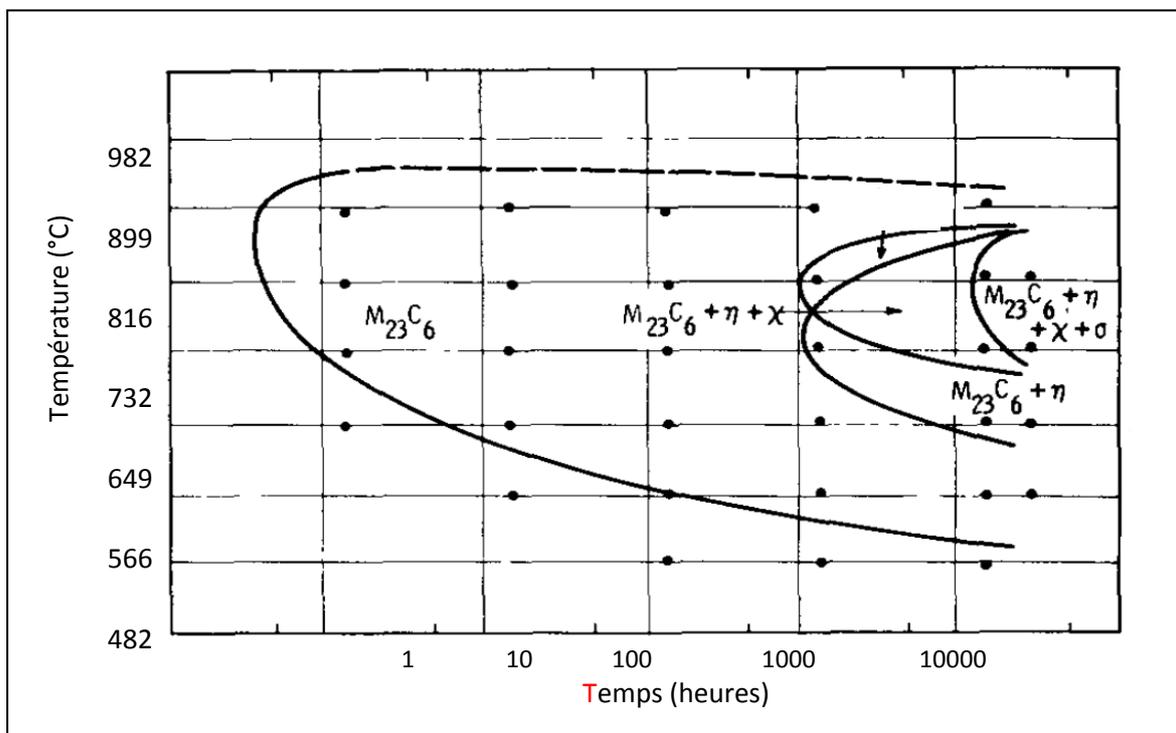
**Figure I. 4:** Coupes isothermes du système fer – chrome – nickel – molybdène avec %pds.Fe=70% aux températures (A) 1093°C et (B) 816°C, d'après *Metals Handbook, 8ème édition: Metallography, Structures and Phase Diagrams*, Vol. 8, ASM International, Materials Park, OH, (1973), pp.421.

### I.3. DIAGRAMME TEMPÉRATURE–TEMPS–PRÉCIPITATION

Les domaines de stabilité des différentes phases sont représentés par les courbes en C caractéristiques de chaque réaction de précipitation. Le diagramme T.T.T des aciers inoxydables austénitiques est de type T.T.P (Température–Temps–Précipitation), un exemple de ces diagrammes est illustré sur figure I. 5 (316L traité à 1250°C pendant 1,5 heure).

#### I.3.1. Précipitation de carbures

Comme la solubilité du carbone dans l'austénite diminue pendant le refroidissement et en présence d'une forte teneur en chrome, la précipitation inévitable de carbures provient dans la plupart des aciers inoxydables austénitiques, suivie par la formation de phases intermétalliques. La fraction volumique totale de ces précipités ne dépasse en général pas 10%. L'addition d'éléments stabilisateurs (titane, niobium ou vanadium) ainsi qu'en molybdène provoque toujours un appauvrissement en carbone de la matrice [6].



**Figure I. 5 :** Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 316L, d'après WEISS. B, STICKLER. R, *Metallurgical transactions* Vol. 3 (1972), pp.855.

- **Carbures type  $M_{23}C_6$**

Les carbures de type  $Cr_{23}C_6$  ont un réseau cristallin cubique faces centrées où le fer, le molybdène ou le nickel peuvent se substituer au chrome. Dans les aciers AISI 316, la formule la plus probable est  $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$ .

Ces carbures riches en chrome sont toujours les premiers carbures à précipiter dans les aciers inoxydables austénitiques entre 600 et 900°C comme l'indique le diagramme T.T.P de la figure I. 5. Les recuits à ces températures activent leur germination et favorise les sites de précipitation à l'intérieur des grains. La cinétique de précipitation est régie par la vitesse de diffusion du chrome qui est plus rapide aux joints généraux. De ce fait, les carbures  $M_{23}C_6$  précipitent préférentiellement dans les joints de grains, puis dans les joints de macle incohérents, les joints de macle cohérents et en fin dans les dislocations intragranulaires. Les précipités dans les joints sont en relations d'orientation avec le grain. Le paramètre de maille du carbure est autour de  $a = 1,063 \text{ nm}$  et celle de l'austénite  $0,358 \text{ nm}$  soit un rapport de 3 ; Il en résulte une interface semi-cohérente dont les relations d'orientation sont :  $\{111\}_{\text{précipité}} // \{111\}_{\text{austénite}}$ .

Il est important de noter que l'addition d'éléments stabilisateurs n'élimine pas les carbures  $M_{23}C_6$  précipités ; ces derniers se forment alors plus difficilement pendant le chauffage [5, 7] ; la précipitation des carbures  $Cr_{23}C_6$  est retardée par la réduction de la teneur en carbone dans la solution solide quand les conditions cinétiques et thermodynamiques de la formation des carbures TiC sont favorables en présence de titane (%at Ti = 1,2 %at C). D'autre part, une addition d'azote donne lieu à la précipitation des nitrures de titane (TiN) qui constituent des sites de germination intragranulaire des carbures de chrome

- **Carbures type MC**

Les carbures MC (M = Ti, Zr, Hf, Nb et Ta) sont très stables et tendent à précipiter au lieu des carbures  $M_{23}C_6$  à des températures élevées au-delà de 850°C. Ces carbures ont un réseau cristallin cubique à faces centrées et se répartissent selon deux distributions : (i) la distribution grossière dont la taille est de 1 à 10  $\mu\text{m}$  provenant des précipités primaires lors de la solidification, et (ii) la distribution fine, de taille 5 à 500 nm provenant des précipités secondaires. Dans les aciers stabilisés, une partie des carbures primaires peut être dissoute durant le recuit de mise en solution (ou de dissolution à des températures présent entre 1050° et 1150°C) puis ils reprécipitent en des précipités secondaires plus fins pendant le recuit de stabilisation. La précipitation des carbures MC est essentiellement intragranulaire au niveau des dislocations. On a pu constater que la transformation des carbures  $M_{23}C_6$  en MC peut avoir lieu après un long recuit à haute température[8, 9].

### ▪ Carbures type $M_6C$

Les carbures de types  $M_6C$  ( $M = Fe, Cr, Mo, W, Nb$  et  $V$ ), appelés *carbures  $\eta$*  sont souvent présents dans les aciers inoxydables austénitiques et contiennent au moins trois types d'atomes. Leur réseau cristallin est cubique faces centrées type diamant ( $a = 1,082$  nm) [8, 9].

### ▪ Carbures type $M_7C_3$

Les carbures  $M_7C_3$  ( $M=Cr, Fe$ ) ont une structure cristalline pseudo hexagonale et précipitent uniquement dans les aciers inoxydables austénitiques dont le rapport des teneurs (C/Cr) est élevé, par exemple pendant une carburation[9]. Entre 750 à 1000°C, les carbures  $M_7C_3$  se transforment progressivement en carbures  $M_{23}C_6$  plus stables dans cet intervalle de température.

## I.3.2. Précipitation de phases intermétalliques

La précipitation des phases intermétalliques dans la matrice est associée à des conséquences indésirables comme l'appauvrissement en éléments d'alliages et la diminution de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion. Le tableau I. 1 résume les caractéristiques cristallographiques et la composition chimique des principales phases intermétalliques pouvant être identifiées dans les aciers AISI 316 [6,9].

**Tableau I. 1** : Principales phases intermétalliques présentes dans l'acier AISI 316, d'après JANOVEC. J, ŠUŠTARŠIČ B., MEDVED. J, JENKO. M, *Materiali in Tehnologije* N°37 (2003) Vol. 6, pp. 307–312.

Phase, Réseau cristallin	Paramètre de maille (nm)	Fe (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo(%)	Si (%)
Phase $\sigma$ , tétraгонаle	$a = 0,883$ $c = 0,461$	49 – 52	32 – 34	4 – 7	8 – 11	1
	$a = 0,883$ $c = 0,460$	55	29	5	11	–
Phase $\eta$ , héxagonale	$a = 0,475$ $c = 0,779$	37	11	4	42	5 – 6
	$a = 0,473$ $c = 0,772$	38	11	6	45	–
Phase $\chi$ , Cubique base centrée	$a = 0,890$	51 – 53	23 – 24	4	18	1
	$a = 0,888$	52	21	5	22	–

#### I.4. CLASSES DE TRAITEMENTS THERMIQUES

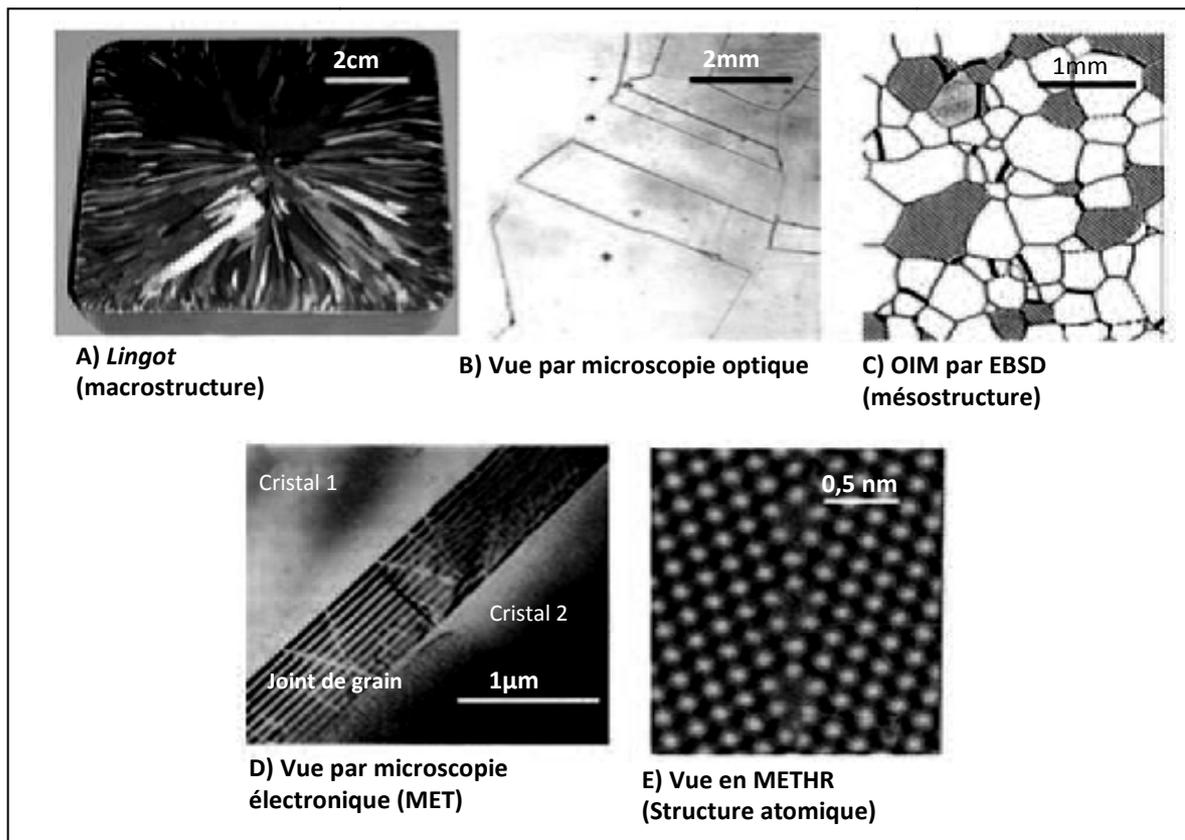
La structure d'un acier est triphasée à l'ambiante (austénite+ferrite+précipités). Pour dissoudre les précipités et obtenir une structure homogène, on opère un recuit de mise en solution entre 1000° et 1150°C. La température nécessaire à la mise en solution est choisie en fonction des phases à dissoudre et peut en cas d'apparition de phases hautement alliées se situer au dessus de 1150°C. Cependant un grossissement de grains affecte fort probablement la microstructure de l'acier au dessus de 1150°C.

Les aciers stabilisés subissent souvent un traitement thermique de précipitation après recuit de mise en solution dit « traitement de stabilisation » dans la fourchette de température 850°–925°C. Ce traitement est recommandé pour induire la précipitation des carbures MC en détriment des carbures  $M_{23}C_6$  et diminuer le risque de corrosion intergranulaire. Toutefois, un traitement de stabilisation entre 850° et 950°C se trouve efficace pour prévenir la sensibilisation d'un acier stabilisé au titane à 600°C après 100 heures d'exposition ; les précipités TiC formés lors de la stabilisation à 950°C ont tendance à empêcher la précipitation des carbures de chrome sans durcir l'acier[9,10].

## I.5. RÉSEAU DES JOINTS DE GRAINS

### I.5.1. Notions générales sur les grains et les joints de grains

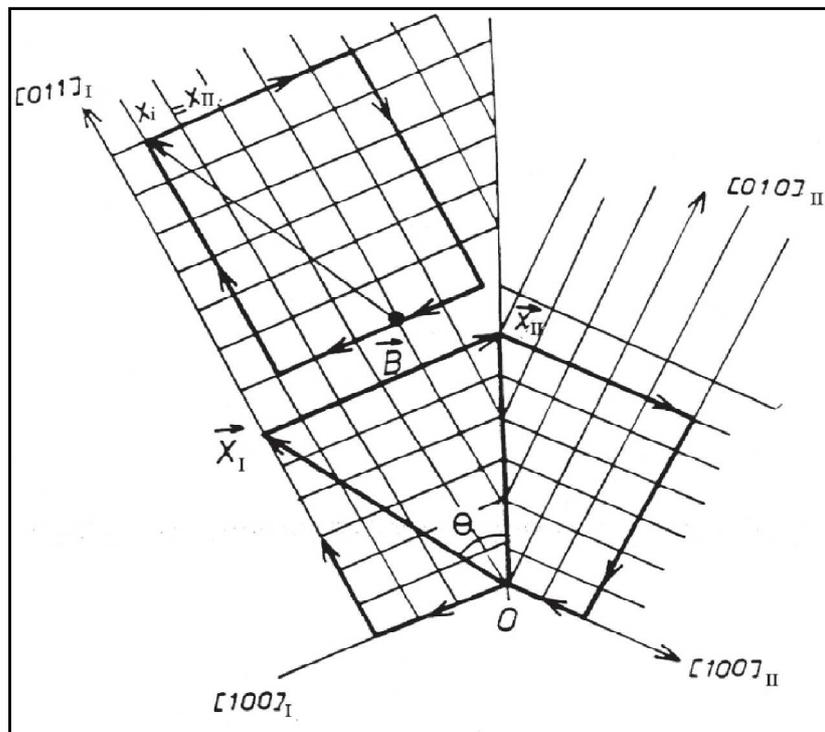
Un *grain* est un *monocrystal* tétraédrique défini par un réseau cristallin continu et une orientation unique. Les grains adjacents d'une même *phase* sont séparés par une interface immatérielle dite *joint de grains* (figure I. 6). Le changement d'orientation est brutal dans les alliages métalliques et s'étale sur quelques rangées atomiques (0,1 à 1 nm)[10, 11, 12]



**Figure I. 6** : Observations des joints de grains à diverses échelles [11].

De manière générale, les joints de grains sont à la fois des sources et des pièges pour les défauts ponctuels et les dislocations. Dans le joint, certains atomes sont déplacés de leur position normale dans le réseau ce qui augmente le taux de défauts en lacunes et en dislocations et accumule de l'énergie. Au cours d'une trempe, les lacunes excédentaires s'éliminent plus rapidement aux joints de grains. Les joints jouent également un rôle important dans la déformation plastique puisqu'ils peuvent induire des dislocations sous l'effet d'une contrainte et constituer des obstacles au mouvement des dislocations.

On définit un joint de grains par le *plan du joint* dans chaque grain, soient  $(h_1k_1l_1)$  et  $(h_2k_2l_2)$  et l'*angle de rotation*  $\theta$  autour de la normale à ce plan (figure I.7). Observé en microscopie optique ou en balayage, le plan du joint apparaît souvent courbe. Cet aspect résulte des nombreuses facettes qui le composent, visibles aux échelles plus fines (figure I.6-D). Il est donc souvent impossible de caractériser un plan de joint unique. On ne peut le faire que pour un plan moyen qui n'a aucun sens physique. En effet, c'est le plan du joint à l'échelle atomique qui détermine la structure fine et l'énergie d'un joint de grains. Lorsque le joint est asymétrique, c'est-à-dire  $\{h_1k_1l_1\} \neq \{h_2k_2l_2\}$ , son orientation est précisée par l'angle  $\theta$  entre son plan et celui du joint symétrique de même désorientation.

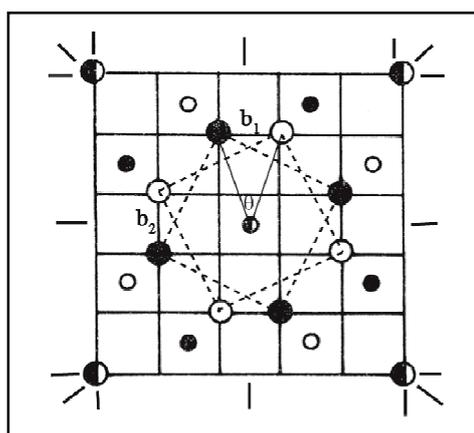


**Figure I. 7:** Circuit de Frank pour définir l'angle de désorientation d'un joint de grains associé à une déformation, d'après L. Priester, *PlastOx* (2009) pp.45–55.

### I.5.2. Notion de réseau de coïncidence

La notion de réseau de coïncidence remonte à la description des macles par Georges FRIEDEL en 1926 dans ces classiques « *Leçons de cristallographie* ». Dans l'étude du réseau de joints de grains et des macles, il est utile d'introduire le réseau de coïncidence CSL (*coincidence site lattice*). Les sites de coïncidence sont formés en considérant les nœuds et non les sites atomiques, communs aux réseaux des deux cristaux qui s'interpénètrent complètement. A priori, la densité de ce réseau sera élevée pour des axes simples et certaines désorientations dites « de coïncidence ». Dans le cas de la symétrie cubique, une relation de coïncidence tridimensionnelle exacte existe quelle que soit la rotation autour d'un axe d'indices rationnels[10, 11,13].

On appelle indice de coïncidence, noté « $\Sigma$ », *l'inverse du nombre de sites qui appartiennent au CSL* ou de manière équivalente, le rapport de volume des mailles du réseau CSL et du réseau de base. Avec deux réseaux carrés, on pourra construire un CSL simple  $\Sigma 5$  pour une rotation voisine de  $37^\circ$  (figure I. 8).  $\Sigma$  est un entier impair pour les matériaux cubiques et varie d'une manière discontinue avec  $\theta$  tandis qu'aucune relation biunivoque existe entre la valeur de  $\Sigma$  et l'énergie intergranulaire.



**Figure I. 8:** Maille de coïncidence d'un bicristal de structure cubique.

$\Sigma = 5$  ( $\theta = 36,9^\circ \langle 100 \rangle$ ), délimité par les nœuds bicolores (noir/blanc) ; d'après L. Priester, *PlastOx* (2009) pp.45–55.

### I.5.3. Classification d'un joint fondée sur son énergie

Pour un métallurgiste il est plus intéressant de chercher des critères d'estimation de l'énergie du joint qu'aux détails de leur structure atomique. Ces critères définissent des « orientations singulières » de faible énergie, ou des orientations dites « spéciales » si elles correspondent à un extremum d'une propriété particulière (ségrégation, mobilité, ...). Trois critères sont généralement avancés pour prédire les minima d'énergie des joints de grains [10,12]:

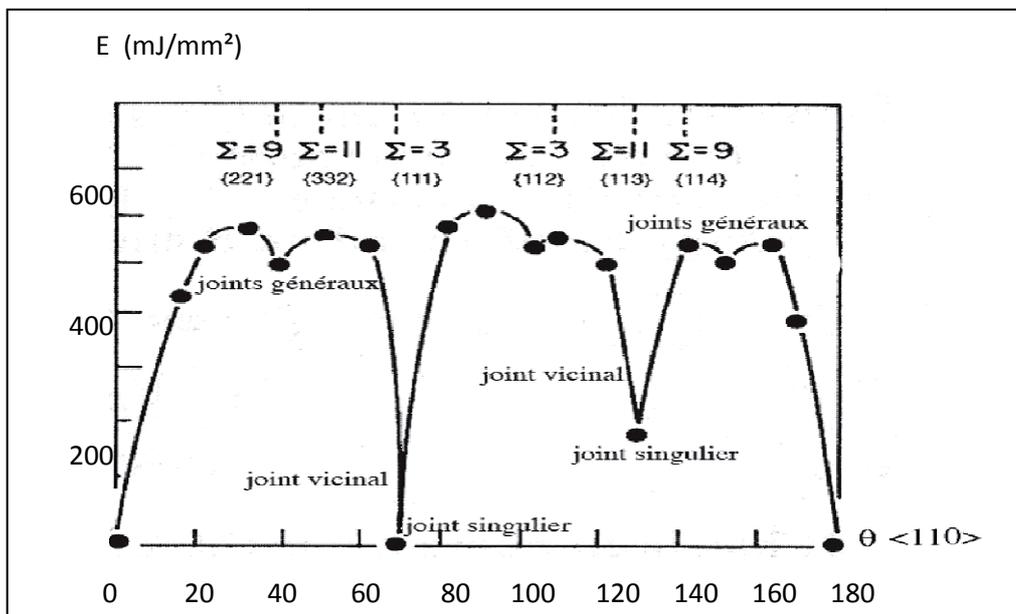
- (i) une forte densité volumique de sites de coïncidence  $\rho=1/\Sigma$  donc une faible valeur de  $\Sigma$  ;
- (ii) une valeur élevée de la distance interplanaire  $d_{hkl}$ ,  $\{h k l\}$  étant le plan du joint ;
- (iii) une forte densité planaire de sites de coïncidence ( $\Gamma$ ).

Pour un joint de faible désorientation ( $\theta \approx 10^\circ$  à  $15^\circ$ ), l'énergie est estimable par le *modèle de dislocations de Read et Shockley* (1952). D'après ce modèle, le champ de contraintes du joint est réduit à courte distance limitée à une bande d'épaisseur  $2d$  de part et d'autre du joint.

La *formule de Read et Shockley* estime l'énergie par unité d'aire avec  $(1/d)$  dislocations par unité de distance :

$$E(\theta) = E_0 \cdot \theta [ 1 - \ln(\theta) ] \dots \dots \dots \text{Équation I.1}$$

L'énergie du joint croît avec la désorientation (figure I.9). La formule prévoit un maximum pour des valeurs de  $\theta$  auxquelles elle n'est plus valable ce qui est vérifié par l'expérience.



**Figure I. 9 :** Evolution de l'énergie intergranulaire en fonction de la désorientation  $\theta <110>$ .

Les positions de coïncidence sont repérées sur l'axe horizontal du haut, d'après L. Priester, *PlastOx* (2009), pp. 45–55.

La classification des joints de grains selon leur énergie libre met en évidence trois types :

- Le *joint singulier* dont l'énergie est situé à un minimum sur une courbe  $E = f(\theta)$  ; ce sont les joints à faibles angles de désorientation ( $\Sigma = 1$ ) ;
- Le *joint vicinal* dont l'énergie est proche d'un minimum local sur une courbe  $E = f(\theta)$  ; ce sont les joints du réseau de coïncidence ( $1 < \Sigma \leq 29$ ) ;
- Le *joint général* dont l'énergie est à un, ou voisine d'un, maximum local par rapport à un ou plusieurs degré de liberté macroscopique ; ce sont les joints à forte désorientation ( $\Sigma > 29$ ).

Pour illustrer la classification des joints selon leur énergie, quelques joints singuliers, vicinaux et généraux sont marqués sur la figure I.9. Il convient de noter que les joints de grains convergent suivant des lignes appelés *jonctions triples* ou *points triples*. Ces jonctions forment un réseau tridimensionnel dont les nœuds sont communs à quatre grains. L'équilibre dans un plan perpendiculaire à la jonction peut s'écrire en termes de forces dérivant des tensions interfaciales (énergies des joints). D'où on écrit :

$$\frac{E_1}{\sin(\theta_1)} = \frac{E_2}{\sin(\theta_2)} = \frac{E_3}{\sin(\theta_3)} \dots \dots \dots \text{Équation I. 2}$$

$\theta_1$ ,  $\theta_2$ ,  $\theta_3$  sont les angles de désorientations des joints. Pour les joints généraux, l'équilibre conduit à trois angles égaux à  $120^\circ$ .

## I.6. MACLAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

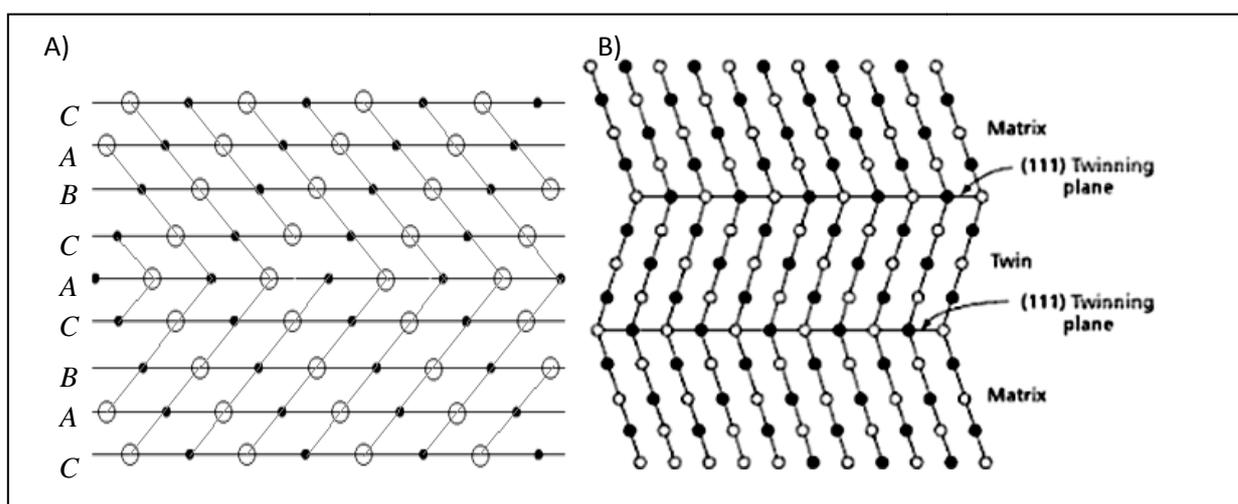
### I.6.1. Définition et caractérisation d'une macle

L'édifice cristallin peut être considéré comme un empilement régulier de plans suivant un *motif* répété infiniment. La structure compacte CFC est un empilement de plans  $\{111\}$ .

La **macle** (*twin*) est un défaut dans l'ordre d'empilement des plans successifs qui apparaît dans les structures compactes à faible énergie de défauts d'empilement. Dans la séquence de plans :  $ABCABC\underline{A}CBACBA$  représentée en partie sur la figure I.10-A, le plan souligné comprend un défaut puisque la séquence change de sens ; il s'agit d'un *plan de macle*. La macle est plane et orientée selon des directions bien précises du cristal correspondant à un plan dense qui est *le plan de macle*. Dans les réseaux cubiques à faces centrées, c'est la *famille de plans*  $\{111\}$ . Ce type de défaut plane introduit uniquement une réflexion dans un miroir d'où l'appellation de « plan miroir » [10, 12].

La géométrie du maclage est caractérisée par un plan de macle,  $\mathbf{K}_1((111))$  : *plan de maclage primaire*), et une direction de cisaillement ou direction de maclage,  $\boldsymbol{\eta}_1(\langle 112 \rangle)$  : *direction de maclage primaire*). Les *systèmes de maclage* (tableau I.2) ne sont pas quelconques ; il faut trouver 3 directions cristallographiques noncoplanaires qui conservent leur longueur et leurs angles mutuels au cours du basculement. Ces directions sont obligatoirement contenues dans les deux plans invariants. Le cisaillement doit être le plus faible possible.

La création d'une macle peut être définie comme une superposition de deux ou plusieurs *défauts d'empilement intrinsèques* parallèles. Ces derniers se forment par la dissociation d'une dislocation parfaite en deux dislocations partielles dite *de Shockley*. L'énergie de création de défaut d'empilement varie beaucoup d'un métal à un autre ; on l'affecte à l'énergie de fautes d'empilement explicitée dans le paragraphe I.6.2.



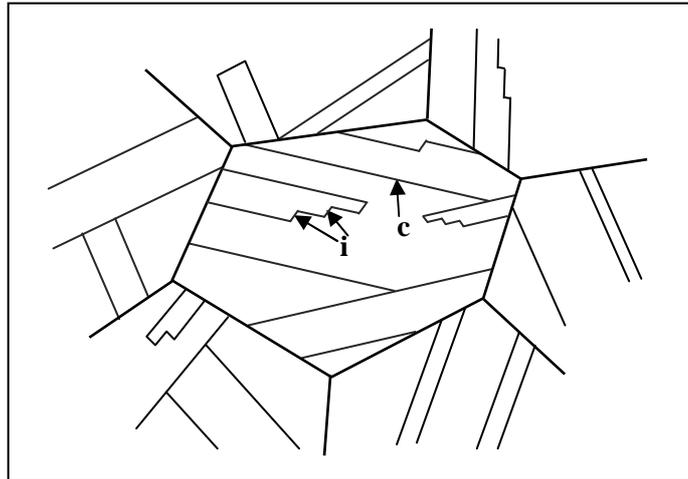
**Figure I. 10:** Schéma de la structure atomique au niveau d'une macle ;  
 (A) Séquence de plans d'une macle et (B) arrangement atomique dans les plans de macle dans un système cubique à faces centrées [12] ;  
 Les atomes en cercles noir et blanc représentent les atomes des différents plans.

**Tableau I. 2 :** les 12 systèmes de maclage ou « variantes » dans le cristal CFC.  
 d'après *Humphreys.F. J. J, Mat Sci. (2001) Vol 36, pp 3843.*

$\mathbf{K}_1$	(111)			$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$			$(\bar{1}\bar{1}1)$			$(11\bar{1})$		
$\boldsymbol{\eta}_1$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$	$[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	$[211]$	$[\bar{1}2\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[\bar{1}21]$	$[21\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[112]$	$[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{2}1]$

A l'échelle microscopique, les macles apparaissent sous forme de lamelles bordées par deux joints de macles suivant lesquels les réseaux sont *cohérents*. Les joints de macles sont des joints à *très faible énergie surfacique* par rapport aux restes des joints de grains. En surface, les macles se traduisent par un basculement très vite (quelques microsecondes) facilement observable au microscope optique (figure I. 11). La formation de chaque macle donne lieu à un décrochement sur la courbe de traction.

On distingue le maillage thermique lié à la recristallisation qui accompagne le phénomène de croissance *de l'ensemble des grains* pendant un traitement thermique. Par ailleurs, le maillage mécanique est la réponse à une déformation mécanique suffisante *du grain seul*. Le but dans les deux cas est le même à savoir acquérir la structure des joints la plus stable dans le nouvel état de contraintes, autrement dit la configuration qui minimise l'énergie interfaciale.



**Figure I.1 11:** Joints de macles à l'échelle du grain ; (c) joints cohérents et (i) incohérents.

### I.6.2. Energie de défaut d'empilement et cission critique de maillage

L'Energie  $\gamma_f$  de défaut d'empilement (*Stacking Fault Energy*) est un paramètre caractéristique du mode de déformation par maillage. Des relations empiriques permettent d'estimer cette énergie en fonction de la composition chimique (%massique) [2, 10, 11], on a :

$$\gamma_f (\text{mJ.m}^{-2}) = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \dots \text{Équation I.3}$$

On a constaté que le nickel accroît la valeur de l'énergie de défaut d'empilement tandis que le manganèse la diminue. L'énergie de défaut d'empilement de l'acier 316L est de l'ordre de  $41 \text{ mJ/cm}^2$ . Pour qu'une dislocation de Shockley génère une macle, il faut une contrainte

suffisante dite *cission critique de maclage* ( $\tau_{cr}^m$ ) pour vaincre l'énergie de défauts d'empilement ( $\gamma_f$ ) :

$$\tau_{cr}^m \cdot b[11\bar{2}] = \gamma_f \dots \dots \dots \text{Équation I. 4}$$

Le calcul dû à *Venable* sur les CFC aboutit à la formule :

$$\left( \frac{1-2m_s}{3\beta} + K \cdot m_s^2 \sigma_M^C \right) \cdot \sigma_M = \frac{\gamma_f}{b} \dots \dots \dots \text{Équation I. 5}$$

$m_s$  est le facteur de Schmid,  $\beta$  une constante unitaire,  $K = \frac{(1-\nu)L}{1,84 \mu b}$ ,  $L$  est la longueur de

l'empilement. Cette formule montre que la contrainte critique de maclage  $\sigma_M^C$  varie comme  $\sqrt{\gamma_f}$ . Le maclage est d'autant plus facile que l'énergie de défaut d'empilement est faible comme le suggère l'équation I.5, ce qui est bien vérifié pour beaucoup d'alliages. Exemples des métaux et alliages à faible énergie de fautes d'empilement : Ag, Au,  $Co_{(cfc)}$ , Cu pur, Cu-Zn, Cu-Al et les aciers inoxydables austénitiques (tableau I. 3).

**Tableau I. 3:** Energie de faute d'empilement pour quelques métaux, d'après *Humphreys.F. J. J*, Mat Sci. (2001) Vol 36, pp 3840.

Métal	Al	Cu	Ag	Ni	Zn	Mg	Mg	Zr	Acier AISI 304	Acier AISI 316L
$\gamma_f (mJ/m^2)$	166	78	22	128	140	140	125	240	21	41

### I.6.3. Genèse et croissance d'une macle

En comparaison avec les joints généraux, les joints de macles se caractérisent par :

- Une faible énergie ;
- Une faible tendance à la ségrégation ;
- Une faible susceptibilité à la fragilisation intergranulaire ;
- Une faible diffusivité ;
- Une faible mobilité ;
- Une faible capacité d'adsorption et d'émission de défauts ponctuels ;
- Une grande résistance à la rupture intergranulaire.

La genèse d'un joint de macle et sa croissance sont influencées par des paramètres intrinsèques au matériau ainsi que des paramètres opératoires liés à un champ de contraintes extérieur [13, 14] :

- La taille de grains ;
- La température et la durée du traitement thermique ;
- L'énergie de défauts d'empilement ;
- La texture cristallographique ;
- L'énergie et la mobilité des joints de grains ;
- La déformation résiduelle sous forme de dislocations ;
- La présence de seconde phase sous forme de particules dispersées.

L'estimation de la taille critique d'un germe de macle est établie à partir du modèle géométrique schématisé sur la figure I. 12. Trois nouvelles surfaces correspondant à : (1) *joint de macles cohérent* ; (2) *joint de macles incohérent* ; (3) *surface du joint de grain d'origine à grand angle de désorientation*. L'énergie totale ( $\Delta G_T$ ) de la transformation donnant naissance à ce germe de macle est donnée par l'expression I.6 :

$$\Delta G_T = \pi \cdot r (r \cdot h \cdot \Delta G + r\gamma_{mc} + r\gamma_{mi} + 2h\gamma_s - r\gamma_b) \dots\dots\dots \text{Équation I.6}$$

Les paramètres de l'équation sont :

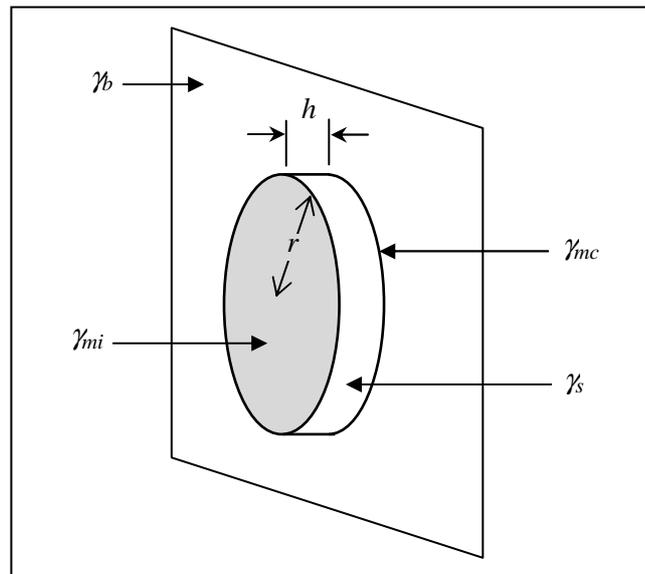
- $\Delta G_T$  : énergie libre par unité de volume, associée à la diffusion atomique à travers le joint de grains;
- $r$  et  $h$  : rayon et épaisseur de l'embryon de macle ;
- $\gamma_{mc}$  : énergie libre par unité d'aire, associée au joint de macle cohérent ;
- $\gamma_{mi}$  : énergie libre par unité d'aire, associée au joint de macle incohérent ;
- $\gamma_s$  : énergie libre par unité d'aire, associée à la surface cylindrique ;
- $\gamma_b$  : énergie libre par unité d'aire, associée au joint de grain d'origine.

La taille critique ( $r^*$ ) et l'énergie critique ( $\Delta G^*$ ) pour la germination d'une macle sont données par les expressions :

$$r^* = -h \cdot \gamma_s / (h\Delta G + \gamma_{mi} + \gamma_{mi} + \gamma_b) \dots\dots\dots \text{Équation I.7}$$

$$\Delta G^* = \pi \cdot h \cdot \gamma_s \cdot r^* \dots\dots\dots \text{Équation I.8}$$

Sachant que  $\Delta G = 10^6 \text{erg/cm}^3$  et  $h = 3 \cdot 10^{-8} \text{cm}$ , le produit  $[h\Delta G]$  est largement inférieur aux autres termes énergétiques.



**Figure I. 12** : Illustration d'un germe de macle formé sur un joint de grains ;  
D'après R. Viswanathan et C. L. Bauer, *Metallurgical Transactions* (1973), Vol. 4, pp.2647.

Pour qu'une macle germe et croisse, il faut que l'énergie totale dépensée pour la formation des joints de macles cohérents et incohérents soit vérifiée par les inégalités :

$$\gamma_{mc} + \gamma_{mi} < \gamma_b \dots\dots\dots \text{Inéquation I.9}$$

$$\Sigma S_{cb} \cdot \sigma_{cb} + \Sigma S_{nb} \cdot \sigma_{nb} < S_{gb} \cdot \sigma_{gb} \dots\dots\dots \text{Inéquation I.10}$$

$\Sigma S_{cb}$ ,  $\Sigma S_{nb}$ ,  $\Sigma S_{gb}$  sont les surfaces totales des joints de macles cohérents, incohérents et les joints de grains respectivement.  $\sigma_{cb}$ ,  $\sigma_{nb}$ ,  $\sigma_{gb}$  sont les énergies spécifiques des joints de macles cohérents, incohérents et les joints de grains respectivement par unité de surface. La formation et croissance des macles sont nécessairement accompagnées par le fait que la réduction de l'énergie intergranulaire des joints dépasse l'augmentation de l'énergie due à la formation des joints de macles incohérents, ce qui est explicité par la relation mathématique :

$$\Sigma S_{nb} \cdot \sigma_{nb} < S_{gb} \cdot \sigma_{gb} \dots\dots\dots \text{Équation I.11}$$

La stabilité et la fréquence de formation de macles thermiques est tributaire des propriétés du joint qui se dissocie en donnant naissance à la macle : (i) sa structure ; (ii) son énergie estimée à partir de sa désorientation «  $\theta$  » et (iii) sa mobilité, toutes considérées à la température à laquelle est porté le métal ainsi que son état de déformation. Cependant, la densité de macles n'est pas uniquement déterminée par la vitesse par laquelle les joints de grains évoluent (migration, fracturation, disparition).

**CONCLUSION DU CHAPITRE I**

L'acier inoxydable austénitique AISI 316L est un matériau de structure possédant d'excellentes propriétés mécaniques associée à sa bonne tenue à la corrosion grâce aux développements des éléments d'addition, en particulier les éléments fortement carburigènes présents en faibles quantités. De ce fait, l'acier AISI 316L trouve sa place dans plusieurs domaines industriels tels que l'industrie chimique, pétrochimique, agroalimentaire et en biomédical pour sa biocompatibilité. La structure de cet acier est intéressante du point de vu de la multitude des traitements possibles qui aboutissent à des états microstructuraux et des propriétés macroscopiques divergentes. L'étude du réseau de joints de grains et de macles peut être considérée comme la clé pour une meilleure compréhension des phénomènes métallurgiques en contrepartie d'une optimisation des propriétés mécaniques et électrochimiques de l'acier AISI 316L.

TRANSFORMATIONS MICROSTRUCTURALES  
APRES TRAITEMENTS  
MECANIQUE ET THERMOMECANIQUE

## II.1. PHÉNOMÉNOLOGIE DE LA DÉFORMATION PLASTIQUE A FROID

### II.1.1. Mécanismes de la plasticité à froid

La déformation résiduelle dite « déformation plastique » dépend de l'histoire thermomécanique du matériau et elle se produit à des contraintes supérieures à sa limite élastique. Les caractéristiques d'une déformation plastique d'un agrégat cristallin isotrope à une température donnée sont des conséquences du mouvement des dislocations (Cottrell 1953 ; Friedel 1965). La grande mobilité des dislocations à basse température ( $T < T_f / 3$ , où  $T_f$  est la température de fusion) est responsable de la *plasticité à froid*. Aux basses températures, l'agitation thermique des atomes est faible de sorte que les mécanismes athermiques, qui ne font pas intervenir celle-ci, sont en général prédominants. Les phénomènes de diffusion, de restauration et de recristallisation sont négligeables[15 , 16].

À haute température, le glissement dévié et la montée des dislocations accroissent encore leur mobilité, c'est la cause de la plus grande plasticité à chaud. Pendant le processus de déformation plastique, il y a dissipation d'énergie et une déformation permanente.

Au cours de l'écoulement plastique, les grains du polycristal sont en interaction mutuelle. Cela provient d'une forte déformation plastique anisotrope de chaque grain. Du point de vue arrangement cristallographique, les grains sont désorientés les uns par rapport aux autres : il en résulte une incompatibilité globale, de grain à grain, de la déformation plastique, responsable de contraintes internes se superposant aux contraintes appliquées. Ces contraintes internes affectent différemment chaque grain bien que leur somme vectorielle soit nulle. La plasticité étant une propriété principalement non linéaire, l'effet global des contraintes internes sur l'écoulement du polycristal le distingue entièrement de celui d'un monocristal. Dans le cas des alliages, c'est l'aptitude du cristal à dissoudre des impuretés en quantités plus ou moins grandes, ou au contraire à présenter des précipités (inclusions) cohérents ou incohérents, ou encore des domaines d'existence de solution solide ordonnée, qui détermine l'aptitude à déformer plastiquement un polycristal.

La majeure partie du travail de déformation est perdue sous forme de chaleur, l'énergie emmagasinée par le matériau ne représente qu'une faible proportion (entre 2 à 10%). Cette énergie, fortement liée à tous les changements des propriétés du métal déformé, dérive des défauts ponctuels et des dislocations générées durant la déformation. Malgré leur grande mobilité, les défauts ponctuels n'ont pas une contribution significative dans l'énergie de déformation emmagasinée. Dans le cas de la déformation à froid, l'origine de l'énergie emmagasinée est *l'accumulation des dislocations*.

### II.1.2. Evolutions structurales après déformation à froid

#### ▪ La densité de dislocations

Les dislocations sont organisées suivant un réseau tridimensionnel dit réseau de Frank. Si on considère au sein d'un cristal de volume  $V$  des dislocations rectilignes, parallèles et arrangées selon un réseau carré, la maille de réseau  $d_{\text{Frank}}$  (distance entre dislocations) est reliée à la densité de dislocations  $\rho$  par la relation :

$$d_{\text{Frank}} = 1/\sqrt{\rho} \dots\dots\dots \text{Équation II. 12}$$

Ainsi pour un métal recuit (qui contient une très faible densité de dislocations) nous avons :  $\rho \approx 10^{10} \text{ m}^{-2}$  soit  $d_{\text{Frank}} \approx 10 \text{ }\mu\text{m}$  ; alors que dans le même métal fortement écroui la densité de dislocations vaut  $\rho \approx 10^{14} \text{ m}^{-2}$  soit  $d_{\text{Frank}} \approx 0,1 \text{ }\mu\text{m}$ . Il est noté que la distance moyenne entre dislocations est nécessairement grande devant la distance interatomique. Il existe une borne supérieure à la densité de dislocations ( $\rho_{\text{Max}} \approx 10^{18} \text{ m}^{-2}$ )[16,17 , 18].

#### ▪ L'écrouissage

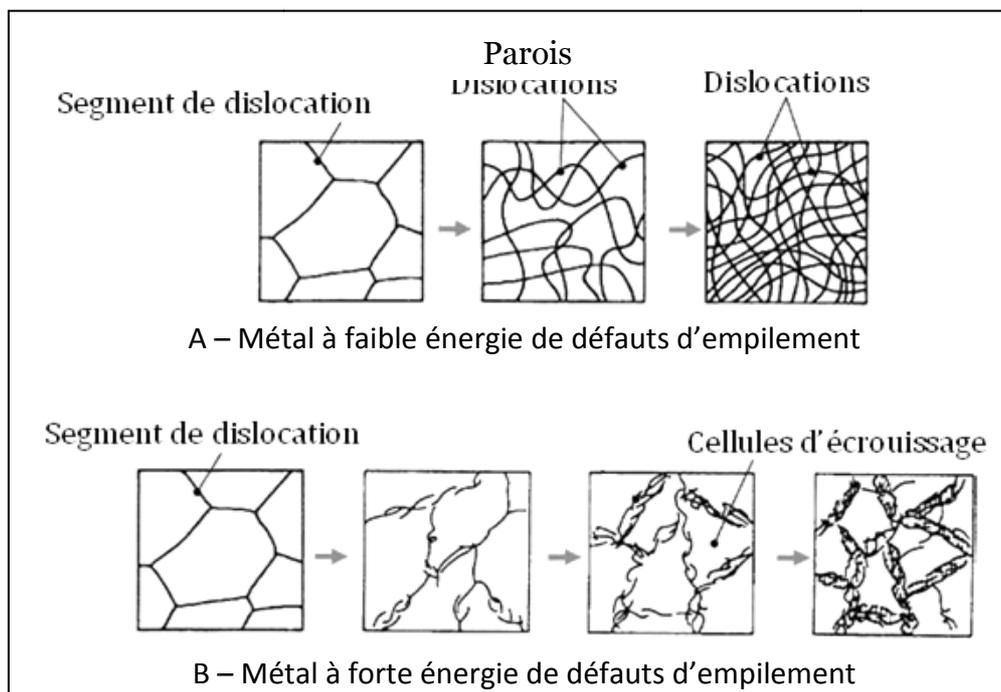
Quand la limite d'élasticité du matériau est franchie, le glissement simultané d'un grand nombre de dislocations aboutit au blocage d'une partie d'entre elles contre divers obstacles (autres dislocations, joints de grains, précipités). Cependant, d'autres phénomènes interviennent : *primo*, l'augmentation des contraintes appliquées permet l'activation de nouvelles sources de Frank et Read à partir de segments de longueur de plus en plus faible, ce qui a pour effet d'augmenter la densité des dislocations mobiles  $\rho_m$  ; et *secundo*, l'activité des sources provoque l'augmentation de la densité totale de dislocations  $\rho$ , qui peut atteindre  $10^{15}$  à  $10^{16} \text{ m}^{-2}$  ; les dislocations mobiles sont donc soumises à des interactions de plus en plus fortes, soit entre elles, soit avec les dislocations bloquées et il faut une contrainte de plus en plus élevée pour les faire glisser.

L'observation par microscopie électronique en transmission de la structure du métal écroui amène à distinguer deux cas en ce qui concerne la distribution des dislocations :

a) dans les métaux à faible énergie de défaut d'empilement (quelques  $10^{-2} \text{ J/m}^2$ , comme le cuivre, les laitons, les aciers austénitiques), les dislocations sont réparties de manière relativement homogène (figure II. 1 A) ;

b) dans les métaux à forte énergie de défaut d'empilement (quelques  $10^{-1} \text{ J/m}^2$ , comme l'aluminium, le fer  $\alpha$ , les aciers ferritiques), on observe au contraire la formation de *cellules d'écrouissage*: les dislocations se rassemblent aux parois délimitant les zones de cristal à peu près dépourvues de défauts (figure II.1 B). Lorsque la déformation augmente, les cellules

deviennent plus petites et tendent vers une taille limite au moment où leurs parois dites « parois de polygonisation » deviennent plus épaisses. Elles présentent entre elles de faibles désorientations cristallographiques (inférieures à  $1^\circ$ ) qui augmentent avec la déformation. Cette configuration cellulaire, que l'on obtient également par déformation à chaud, correspond à un minimum de l'énergie élastique stockée pour une densité de dislocations donnée. Toutefois, sa formation suppose une mobilité suffisante des dislocations. Dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement, la dissociation des dislocations en paires de dislocations partielles rend plus difficile leur mouvement ce qui explique l'absence de cellules d'écroutissage.



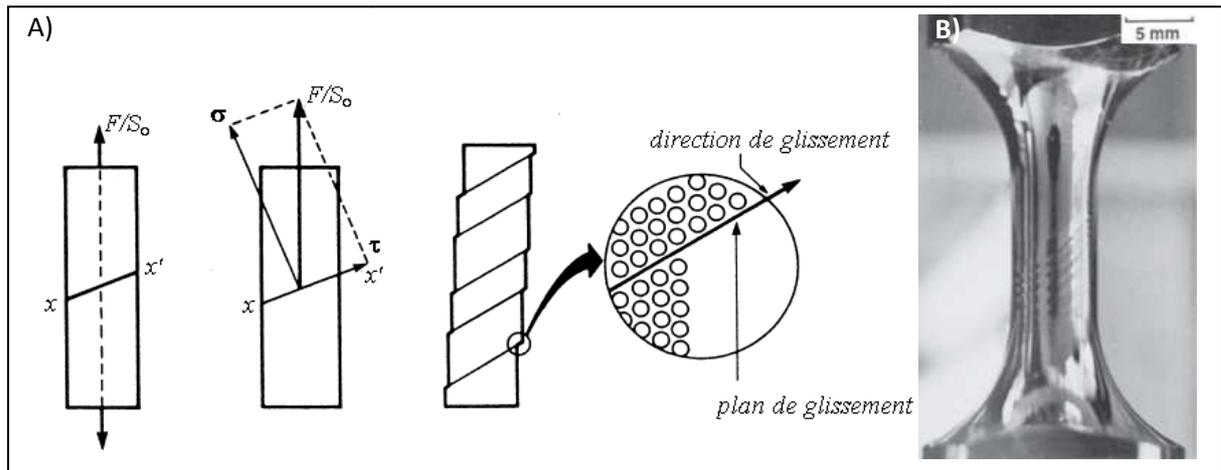
**Figure II. 1** : Représentation schématique des modifications du réseau des dislocations au cours d'une déformation à froid [17].

#### ▪ Le glissement et le maillage mécanique

Le laminage à la température ambiante de l'acier 316L provoque la rotation des cristaux dans la direction de laminage et un glissement préférentiel selon les plans  $\{111\}$  qui coïncident avec les variantes de maillage. Les joints de grains accumulent l'énergie de déformations sous forme de dislocations intergranulaires. Cependant, les dislocations intragranulaires se multiplient pendant le laminage et se réarrangent en parois afin d'acquiescer la structure la plus stable.

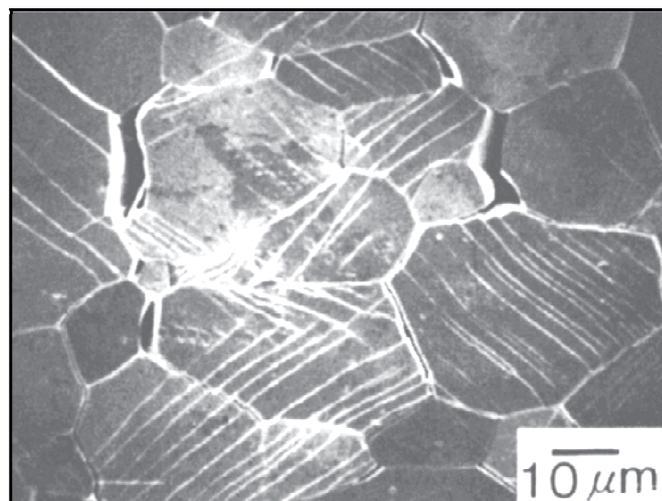
Au cours d'une déformation par glissement, le passage d'une dislocation dans le cristal ne laisse aucune trace (figure II.2). La géométrie du glissement impose un cisaillement qui a lieu dans une direction particulière « le vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  », et selon un plan déterminé « le plan

de glissement » ce qui définit un *système de glissement*. Comme les vecteurs de Burgers  $\mathbf{b}$  doivent être les plus courts possibles, leur direction correspond à des directions denses, et les plans de glissement des plans compacts. Ainsi dans les structures cubiques à faces centrées les systèmes de glissement sont du type  $\langle 110 \rangle \{111\}$  ce qui implique 12 systèmes possibles. Les systèmes de glissement peuvent s'activer diversement selon l'orientation cristalline, avec un blocage de grains à grains au niveau des joints de grains comme l'illustre la figure II.3.



**Figure II. 2:** Phénomène de glissement d'une structure déformée ;

A - Schématisation du mécanisme de glissement dans le cas du monocristal,  
 B - Activation successive des plans de glissement dans une éprouvette monocristalline en superalliage de nickel sollicitée en traction après 11 cycles, d'après G. Cailletaud : *Une introduction à la plasticité cristalline*, EDP Sciences *PlastOx* (2009) p.82.



**Figure II. 3:** Bandes de glissement (*Shear bands*) dans une éprouvette polycristalline en zircaloy, avec présence de dommage intergranulaire, d'après G. Cailletaud : *Une introduction à la plasticité cristalline*, EDP Sciences *PlastOx* (2009) p.82.

Dans certains cas, en particulier lorsqu'il existe peu de possibilités de glissement des dislocations, la déformation peut s'effectuer par *maclage*. Contrairement au glissement, le maclage est un mode de déformation qui s'accompagne d'une modification d'un volume cristallin qui bascule dans une nouvelle orientation ; le passage d'une dislocation dans un cristal provoque dans ce cas des perturbations dans l'empilement des plans. Il peut se décrire comme un cisaillement homogène inférieur à un vecteur du réseau, d'une partie du cristal située entre deux plans d'accommodation.

Au premier stade de la déformation d'un cristal d'acier 316L, les embryons de macles sont constitués de paires de défauts d'empilement et un joint partiel de Shockley (*Shockley partial bounding*) [14]. Après la germination hétérogène, la croissance d'une macle mécanique s'opère par l'extension des défauts sur les plans denses {111} et le chevauchement des défauts d'empilement ce qui a été confirmé par les travaux de *T.-H. Lee et al* [19] sur le maclage mécanique d'un acier 316LN déformé à froid et caractérisé par microscopie électronique (MEB, MET) combinée à l'imagerie EBSD. La condition sur la cission critique de maclage et de glissement :  $\tau_{cr}^m \leq \tau_{cr}^{BG}$  montre que la déformation intragranulaire se produit préférentiellement par maclage au premier stade d'érouissage ce qui est favorisé par une basse énergie de défaut d'empilement.

Dans les cristaux cubiques qui possèdent de nombreux systèmes de glissement pour répondre à une sollicitation mécanique, le maclage mécanique apparaît comme un mode de déformation complémentaire au glissement. La tendance de déformation par maclage est donc favorisée aux basses températures et aux taux élevés de déformation.

#### ▪ Autres modifications microstructurales

Dans certains cas, la déformation plastique s'accompagne d'une transformation de l'austénite métastable en martensite d'érouissage. On notera que les modifications de la texture cristalline, associées à la mise en forme à froid sont :

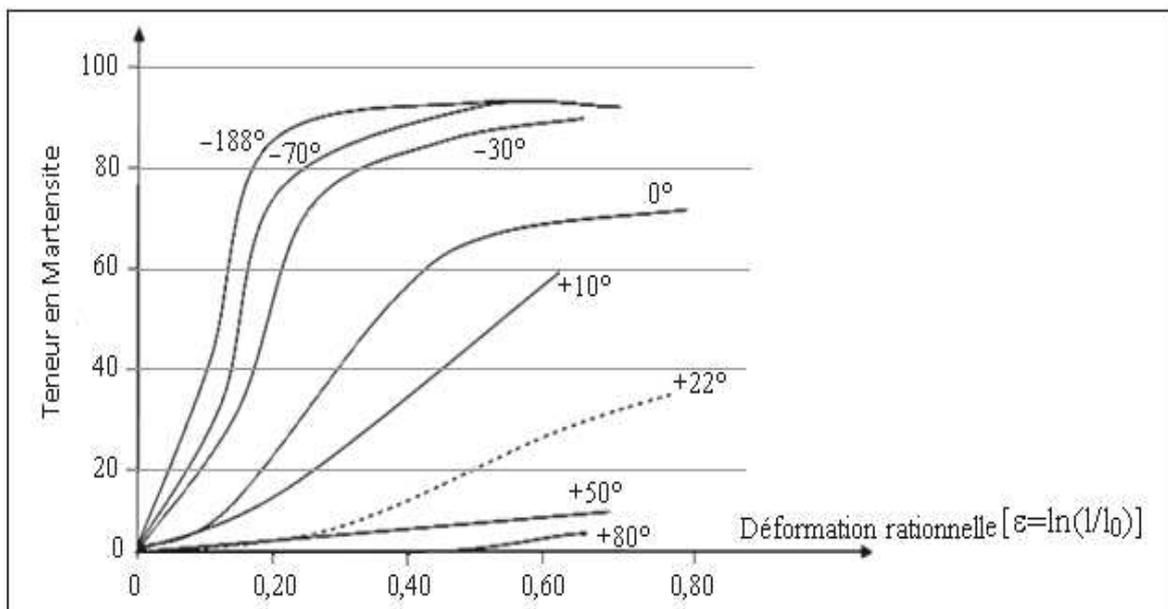
- (i) le changement de la forme des grains (texture morphologique) ;
- (ii) la modification de l'orientation cristalline (texture cristallographique).

## II.2. TRANSFORMATION MARTENSITIQUE PARTIELLE DE L'AUSTÉNITE MÉTASTABLE

Après hypertrempe, les aciers inoxydables austénitiques présentent une structure austénitique métastable à la température ambiante. Quand on leur applique une déformation suffisante ou un abaissement de température, l'austénite métastable se transforme partiellement en martensite  $\alpha'$ . La température  $M_d$  ( $M_d > M_s$ ) a été définie comme la température au-dessus du laquelle aucune transformation ne se produit quelle que soit la déformation [2, 20].

### II.2.1. Evolution de la teneur des phases martensitiques de déformation

La quantité de martensite formée est tributaire de : (i) la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, (ii) la déformation (son mode, son taux et sa vitesse) et (iii) la température. La proportion des différentes phases (austénite  $\gamma$ , martensite  $\epsilon$  et martensite  $\alpha'$ ) dans l'acier inoxydable austénitique est fonction de l'histoire thermomécanique antérieure et de la déformation plastique (figure II.4). L'étude de l'évolution des phases  $\alpha'$  et  $\epsilon$  durant un essai de traction monotone sur l'acier 304 a dévoilé que la phase  $\epsilon$  apparaît dès le début de déformation et atteint un maximum à 5% de déformation. En revanche, la formation de la phase  $\alpha'$  détectée ne commence qu'à partir de 20% de déformation plastique et elle continue jusqu'à la rupture. De même, sous l'effet d'une déformation multiaxiale tel qu'en laminage, la martensite  $\alpha'$  apparaît plutôt à environ 15 % de déformation.



**Figure II.4 :** Tracé qualitatif de la formation à différentes températures de martensite dans un acier austénitique 304 en fonction de la déformation rationnelle [2].

### II.2.2. Transformations de l'austénite métastable dans les aciers inoxydables austénitiques

La transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  peut se produire d'une façon directe ou indirecte. Dans le cas de la transformation directe, la transformation est accompagnée d'une augmentation de volume qui crée de fortes contraintes locales de compression, stabilisant l'austénite non transformée. En revanche, la transformation martensitique indirecte  $\gamma \rightarrow \alpha'$  passe par la forme intermédiaire  $\varepsilon$  de structure cristallographique hexagonale. Cette transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  est accompagnée d'une réduction du volume. Aux premiers stades de plasticité, la déformation se concentre dans des bandes de glissement en raison de la faible énergie de défauts d'empilement des aciers inoxydables austénitiques. La martensite  $\varepsilon$  apparaît dans les bandes de glissement. Ultérieurement, la transformation  $\varepsilon \rightarrow \alpha'$  dans les bandes de glissement peut s'effectuer sans création de nouvelles dislocations. Conjointement, la martensite  $\alpha'$  peut se former directement à l'intersection de deux bandes de glissement produites par l'écroutissage (figure II.5).

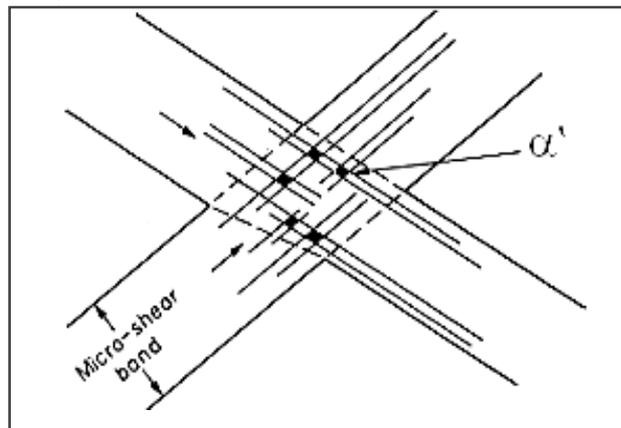


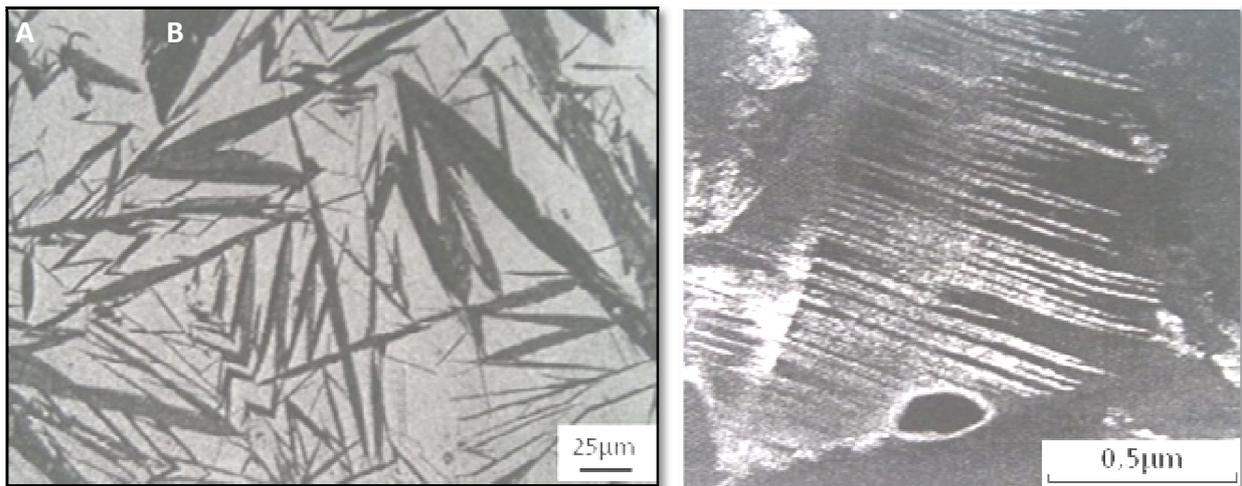
Figure II. 5 : Morphologies de la martensite de déformation [9] ;

### II.2.3. Morphologies de la martensite

La martensite  $\alpha'$  possède deux morphologies principales : sous forme de plaquettes et en lattes. La *martensite en plaquettes* appelée aussi la martensite lenticulaire a un aspect aplatie quasi bidimensionnel (figure II.6-A). Ce type de morphologie est probablement dû à l'accommodation des contraintes développées lors de la transformation de phase ou lors de la déformation plastique.

La vitesse de formation des plaquettes est considérable (de l'ordre de  $10^5$  cm/s). Chaque plaquette a une microstructure constituée de lattes de micromacles parallèles (observées par un microscope électronique en figure II.6-B). La croissance des plaquettes se développe dans le grain d'austénite suivant des directions définies, parallèles aux plans d'accolement et limitées par les joints de grains.

La *martensite en lattes*, appelée aussi la martensite massive ( $\epsilon$ ), est caractérisée par la présence de paquets formés d'aiguilles grossièrement parallèles d'une épaisseur avoisinant  $0,2\mu\text{m}$  et leur croissance s'arrêtent aux joints de grains de l'austénite. Ces lattes contiennent une forte densité de dislocations. Le plan d'accolement est le plan (111) de l'austénite. La morphologie de la martensite  $\epsilon$  est différente de celle de la martensite lenticulaire des alliages Fe-C. Sa formation est en relation directe avec la formation de défauts d'empilement au sein du réseau cubique à faces centrées de l'austénite.

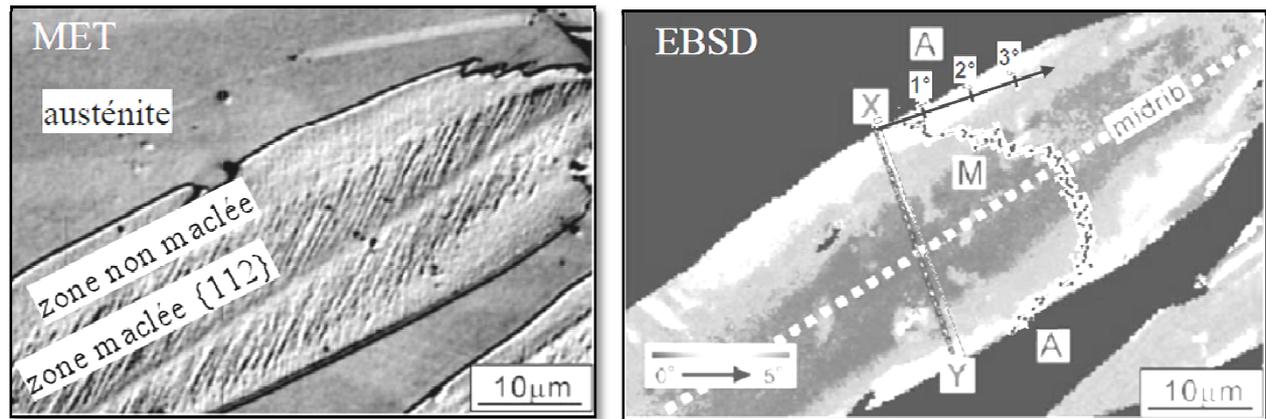


**Figure II. 6 :** Morphologie de la martensite en plaquette ; d'après [9].

A – Image obtenue par la déformation plastique de l'acier Fe-25Ni-0,66C

B – Des lignes de micromacles observées au MEB d'un acier 100Cr6 trempé.

La figure II.7 représente l'observation au microscope électronique en transmission (MET) d'une plaque fine de martensite formée sur un empilement parallèle de micromacles d'un acier austénitique Fe-32,85at%Ni. L'image EBSD en niveaux de gris montre une modification graduelle de la relation d'orientation et du mode d'accommodation.



**Figure II. 7** : Morphologie de la martensite en plaquettes d'un acier austénitique, d'après A. Shibata, S. Morito, T. Furuhashi, T. Maki : *Scr. Mater* (2005) Vol 53, p. 599.

### II.3. Restauration et recristallisation statique

#### II.3.1. Restauration de la microstructure

La restauration est le stade du processus thermique qui précède celui de l'apparition de nouveaux grains à faible densité de dislocations. Cette étape de restauration permet de récupérer totalement ou partiellement les propriétés mécaniques initiales du métal, elle est discutée essentiellement en termes de changement de structures de dislocations. L'évolution progressive de la microstructure comprend une diminution de la densité de dislocations et leur réarrangement en configuration de basse énergie, notamment la formation de parois. Cette contribution est d'autant plus importante que la montée des dislocations est facile c'est-à-dire l'énergie de défauts d'empilement est forte. Dans ce cas, l'énergie libérée au cours de la restauration est supérieure à celle de la recristallisation. Si l'énergie de défauts d'empilement est faible, la restauration est retardée et la recristallisation domine le processus dès que la température est assez élevée[21, 22].

#### II.3.2. Recristallisation statique

La *recristallisation statique* est importante à deux points de vue : pour restaurer les caractéristiques mécaniques ainsi que pour affiner la taille de grains. Il est acquis aujourd'hui que la déformation, la vitesse de déformation, la température de déformation, la température de recuit, et la taille de grain initiale sont les premiers facteurs qui influent sur la cinétique de recristallisation. La taille de grains joue un rôle important en tant que mesure de la surface de joint de grains disponible, sachant qu'elle agit comme site privilégié au moment de la germination.

Considérons une structure écrouie à froid portée à haute température. Dans une première phase, il apparaît de nouveaux grains qui finissent par remplacer l'ensemble des anciens grains écrouis. C'est la phase dite de « **recristallisation primaire** », elle conduit à une structure à grains fins de taille homogène et très pauvres en dislocations. L'énergie motrice de cette transformation est l'énergie d'écrouissage. Le développement des nouveaux grains affectent des contours plus ou moins réguliers qui traduisent une *anisotropie* de leur vitesse de croissance ou plus précisément de la mobilité de l'interface *crystal écrouis/cystal recristallisé*.

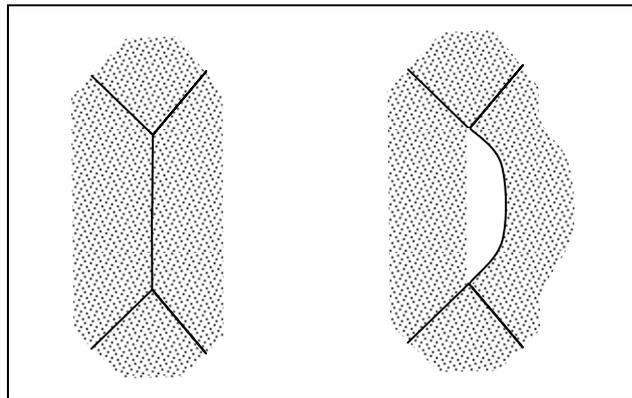
La recristallisation étant terminée, elle est suivie d'une croissance normale des grains sous l'action d'une énergie motrice beaucoup plus faible : l'énergie interfaciale des grains recristallisés. La température de recristallisation est la température la plus basse à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation soit observable dans un temps raisonnable. Elle est d'autant plus basse que le métal est pur [10].

La cinétique de recristallisation est expliquée en termes de dislocations : les dislocations ayant tendance à s'empiler sur les joints de grains, il se crée naturellement un gradient de densité de dislocations décroissant du bord vers le centre des grains. Le front recristallisant étant directement liée à cette densité, au fur et à mesure que le front s'éloigne du joint de grain originel, la vitesse de migration diminue entraînant un ralentissement de la cinétique. La cinétique de recristallisation appréhende deux stades [10, 21] :

**1<sup>er</sup> stade** : *La germination* qui consiste en une restauration activée thermiquement. Au cours de ce stade, il y a amorçage de la recristallisation par formation de quelques petits cristallites assez parfaits qui vont croître au dépend de leurs voisins présentant une désorientation favorable. Plusieurs mécanismes peuvent être considérés :

- *Croissance et coalescence des cellules* : Les parois des sous-grains d'écrouissages s'affinent et se déplacent en absorbant des dislocations, ce qui accroît progressivement leur désorientation jusqu'à une désorientation critique. Ceci est facilité par les hétérogénéités locales telles que les gradients d'orientations. Ces deux mécanismes peuvent jouer concurremment ou additivement. Les macles peuvent favoriser des désorientations critiques et engendrer des grains avec de nouvelles désorientations ;

- *Migration induite* : A la suite d'un faible écrouissage (inférieur à 20%), on observe des migrations de certaines portions de joints de grains qui laissent dans leur sillage une partie du cristal « parfaite » (figure II.8). L'énergie interfaciale requise pour le développement du joint est inférieure à l'énergie d'écrouissage de la partie balayée par le joint. Ce mécanisme engendre une composante de grains recristallisés sans changement d'orientation.



**Figure II. 8** : Schéma de la migration induite d'un joint de grain.  
Les points symbolisent les dislocations.

**2<sup>ème</sup> stade** : *La croissance* des cristallites qui ont acquis la désorientation critique car seules les interfaces cristallites/matrices possédant la désorientation critique acquièrent la mobilité suffisante. Ceci s'effectue par annihilation des dislocations de la matrice voisine sous l'effet de l'énergie élastique libérée.

De nombreux alliages tels que les alliages inoxydables austénitiques contiennent une seconde phase sous forme de particules dispersées dans la matrice. Ces précipités peuvent affecter le processus de recristallisation de trois façons :

- Elles peuvent engendrer un écrouissage local et par conséquent accroître l'énergie motrice pour la recristallisation ;
- Les particules assez grosses sont des sites préférentiels de germination;
- Les particules assez rapprochées peuvent épingler efficacement les joints de grains (freinage de Zener).

### II.3.3. Phénomènes thermiques liés à la recristallisation

#### ▪ La mobilité des joints de grains

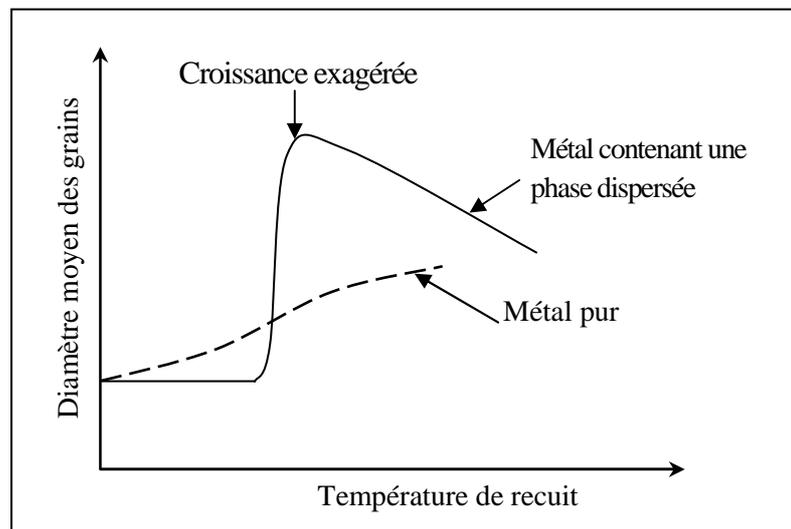
Quand un joint est dans une position instable ou métastable (ce dernier état est souvent celui des joints dans un matériau cristallin), des forces capillaires tangentiels et normales s'exercent sur chaque région du plan du joint. La mobilité d'un joint de grains peut être étudiée expérimentalement grâce à des configurations simples qui permettent de déterminer la force qui s'exerce sur le joint observé. On écrit la *vitesse de migration* ( $v$ ) d'un joint sous la forme :

$$v = M \times F \dots\dots\dots \text{Équation II.13}$$

L'équilibre de ces deux forces détermine la valeur d'un *rayon critique* : à une énergie d'écroutissage de  $10 \text{ J/cm}^3$ , soit  $10 \text{ MJ/m}^3$  ( $10^{-3} \text{ e.V}$  par atome) correspond une force de  $10 \text{ MPa}$  ; avec  $\gamma \approx 1 \text{ J/m}^2$ , on évalue un rayon critique de  $0,2 \text{ }\mu\text{m}$ .

La mobilité d'un joint de grain dépend des facteurs suivants :

- (i) *La température* : il s'agit d'un processus thermoactivé par lequel les atomes migrent pour annihiler les dislocations :
- (ii) *La désorientation du grain par rapport à la matrice* : les joints généraux présentent une grande mobilité tandis que les lignes de macles sont pratiquement immobiles.



**Figure II. 9** : Variation de la taille de grains avec la température au cours de la recristallisation primaire et secondaire [10].

**CONCLUSION DU CHAPITRE II**

En procédant par une déformation plastique à froid, la structure de l'acier inoxydable austénitique peut être partiellement transformée en phases martensites. Cette transformation par cisaillement des plans cristallographiques donne naissance à une succession de lamelles très fines, composés de défauts d'empilements semblables à des macles. Après écrouissage, des éléments de la microstructure tels que les joints de grains absorbent une partie de l'énergie de déformation et la libèrent au cours d'un revenu ultérieur. Pour des raisons énergétiques liées essentiellement à l'énergie de défauts d'empilement, il y a une compétition entre les phénomènes de restauration et de recristallisation de la structure déformée.

# EXPERIENCES ET RESULTATS

Au cours de cette seconde partie, on va explorer les propriétés chimiques et microstructurales de l'acier inoxydable austénitique AISI 316L sujet de notre étude. Le protocole expérimental des traitements ainsi que les techniques d'investigation par analyse d'images seront détaillés. La multitude des résultats obtenus sera discutés avec des éventuelles corrélations en tenant compte des travaux antérieurs.

MATERIAU  
ET  
TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### III.1. CARACTÉRISATIONS DU MATÉRIAU DE DÉPART

#### III.1.1. Composition chimique

Pour effectuer cette étude, nous avons utilisé une nuance d'acier inoxydable austénitique adoptée en implantologie et en agroalimentaire : 316L selon la classification américaine (*American Iron and Steel Institute*). Le matériau de départ est sous forme de tôle mince de 1 mm d'épaisseur. Sa composition chimique, déterminée à l'E.R.M.A de Dar El Beida est présentée dans le tableau III.1, ce qui confirme qu'il s'agit d'une nuance inoxydable austénitique de grade 316L.

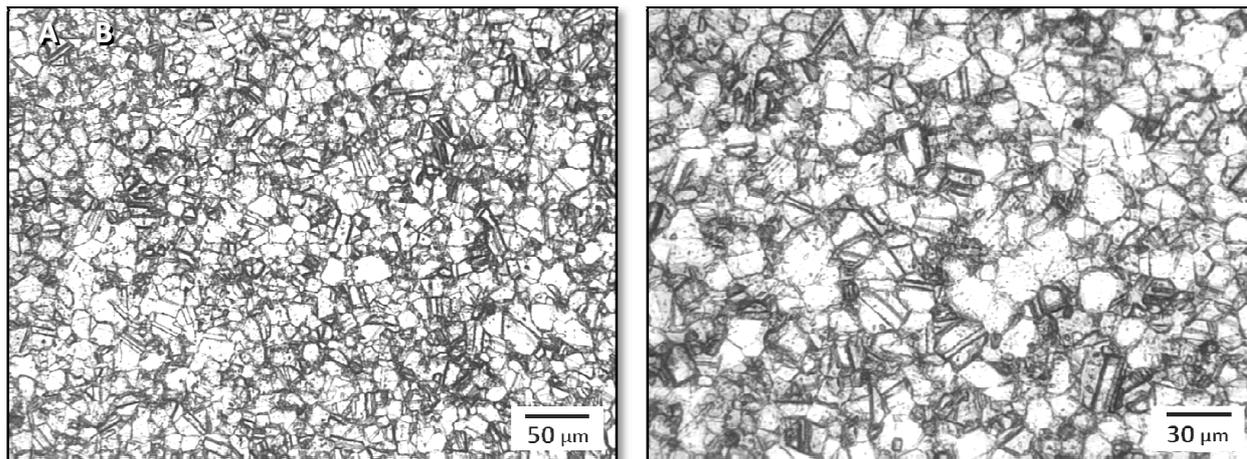
**Tableau III.1:**Composition chimique de l'acier AISI 316L de notre étude, en % massique.

C	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Cu	Co
< 0,038	64,460	17,556	11,889	2,482	0,486	1,490	0,240	0,148

W	Ti	P	V	Nb	As	S	Sn	Al	Pb
0,052	0,0028	0,043	0,041	0,011	0,011	0,017	0,009	0,008	0,0025

#### III.1.2. Microstructure de l'AISI 316L brut

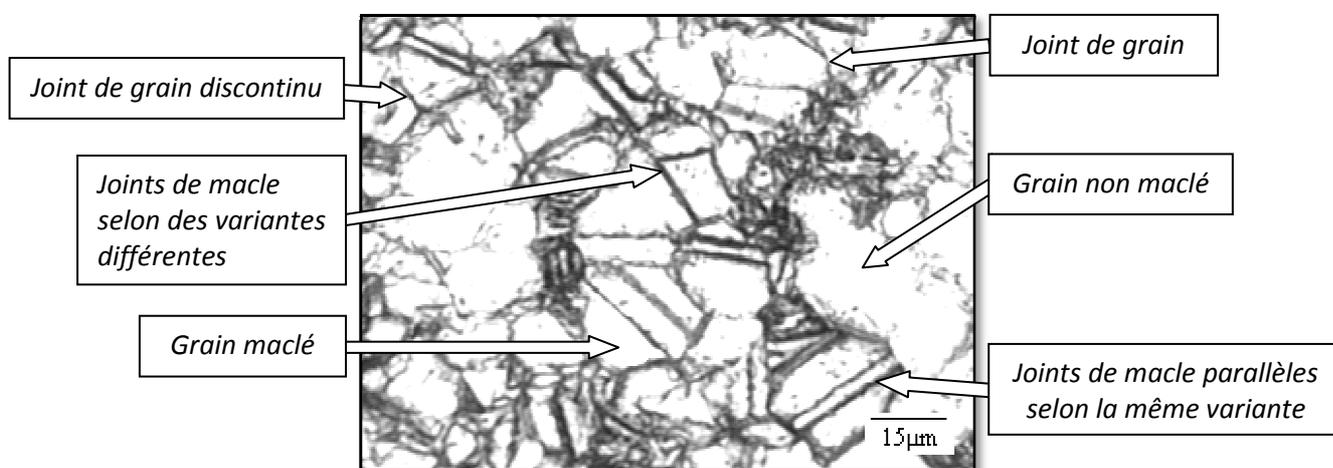
Il est utile d'exposer l'historique thermomécanique de notre matériau de départ. La tôle d'acier 316L brut a été laminée à chaud jusqu'à 1mm d'épaisseur suivant un processus thermomécanique (consolidation et déformation progressive à une température supérieure à 0,5 fois le point de fusion et à vitesse de déformation précise). Au cours du processus d'élaboration, les premiers cristallites apparaissent aux joints et envahissent progressivement le grain déformé, par étapes successives. Plusieurs phénomènes se déroulent d'une manière couplée : germination de nouveaux cristaux, grossissement des grains recristallisés, écrouissage des nouveaux grains, consolidation et restauration dynamique des zones non encore recristallisées [22]. Une *recristallisation dynamique* ou de *polygonisation* a lieu ce qui aboutit à une structure à grains fins en l'absence d'une texture de laminage. Le calcul de la taille moyenne des grains par le logiciel « *Digital micrograph* » donne la valeur de 8,14  $\mu\text{m}$ . La microstructure de la figure III.1 montre l'acier inoxydable 316L dans son état brut attaqué chimiquement (réactif chimique du tableau III.3).



**Figure III. 1** : Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L brut observée au microscope optique aux grossissements 400 et 650.

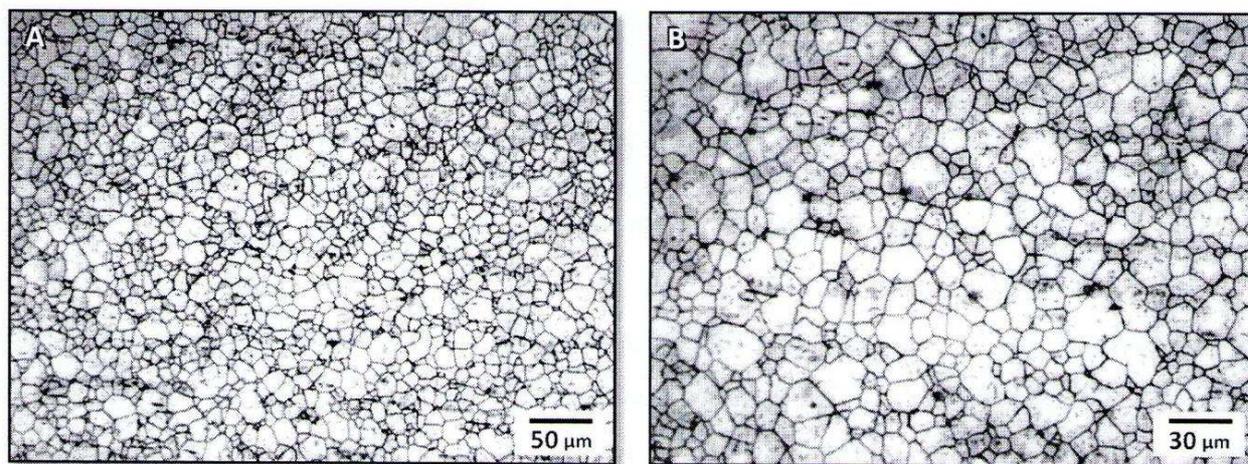
Une structure monophasée et maclée est considérée. Les joints de grains austénitiques prennent une nuance plus foncée de gris due à une probable présence de précipités. De nombreux agglomérés de précipités sombres sont répandus sur l'étendue de la surface du plan poli et attaqué ; ils peuvent correspondre à des sulfures ou à d'autres inclusions non métalliques.

Globalement, les macles ne présentent pas d'orientation géométrique préférentielle sur l'ensemble des micrographies. Certains grains semblent exempts de macles comme l'illustre la figure III.2, ce qui peut être attribué au processus d'élaboration par recristallisation qui donne des grains sans défauts cristallins. L'attaque chimique a été prolongée afin de révéler le maximum de joints spéciaux (macles, joints spéciaux) bien que certains joints restent mal attaqués. On remarque que l'existence de joints de grains discontinus au niveau de la ligne de macles et que celle-ci naissent à partir du joint vers l'intérieur du grain.



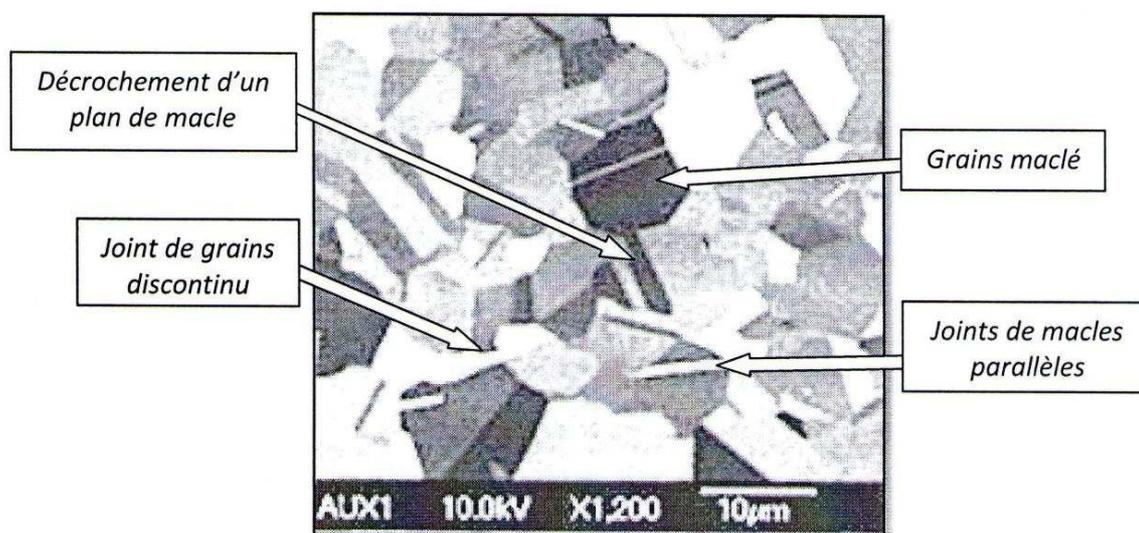
**Figure III. 2** : Eléments de la structure maclée de l'acier 316L brut au microscope optique.

Afin de ressortir le réseau de joints de grains, on réalise une attaque électrolytique dans l'acide nitrique aqueux. Le résultat est une structure exempte de macles ce qui permet d'apprécier la grosseur et la morphologie des grains de la structure de départ. Un examen visuel qualitatif permet de constater que la structure brute de l'acier 316L présente une variation de tailles de grains et la présence de joints de grains discontinus.



**Figure III. 3 :** Réseau des joints de grains de l'acier inoxydable austénitique 316L brut au microscope optique aux grossissements 400 et 650 ( $D_{\text{moy}} [316L \text{ brut}] = 8,14 \mu\text{m}$ ).

La photographie III.4 résulte de l'examen de l'acier 316L brut au microscope électronique à balayage (MEB) muni d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés (EBSD). On arrive à distinguer plusieurs joints de macles parallèles, dans une structure austénitique polygonale et fine.



**Figure III. 4 :** Microstructure de l'acier 316L brut observée par MEB/EBSD.

Les macles sont des lamelles tranchant le grain maclé. Sur le plan des micrographies, elles apparaissent sous forme de lignes qui peuvent traverser tout le grain où les joints cohérents coïncident avec le plan de macle. Les joints de macles ne sont pas tous parallèles et leur géométrie est influencée par plusieurs facteurs liés à la composition chimique locale et aux variantes de maclage dans le grain lui-même. Les décrochements sur les faces d'une macle ainsi que les extrémités de macles sont des interfaces incohérentes dans le réseau cristallographique du grain.

## III.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Afin de mieux appréhender l'effet des traitements thermiques, mécaniques et thermomécaniques sur le réseau de macles, on a effectué des traitements thermiques à des températures variant entre 700°C et 925°C ainsi que des déformations par laminage à froid à partir d'une tôle mince d'acier inoxydable austénitique AISI 316L. La préparation des échantillons et l'étude métallographique ont eu lieu au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique (E.N.P – El Harrach, Alger).

L'analyse de la microstructure maclée a été faite à différentes échelles par microscopie optique quantitative. La caractérisation aux rayons X, réalisée au Centre de Recherche et Développement (CRD, Boumerdés) et les mesures de microdureté locale envisagent de suivre les effets chimique et mécanique des précipitations de secondes phases après traitement thermique.

Le choix des traitements n'est pas arbitraire : plusieurs études sur l'acier AISI 316L ont procédé par des traitements mécaniques et/ou thermiques aux températures choisies [23, 24, 25].

### III.2.1. Traitements thermiques et laminage à froid

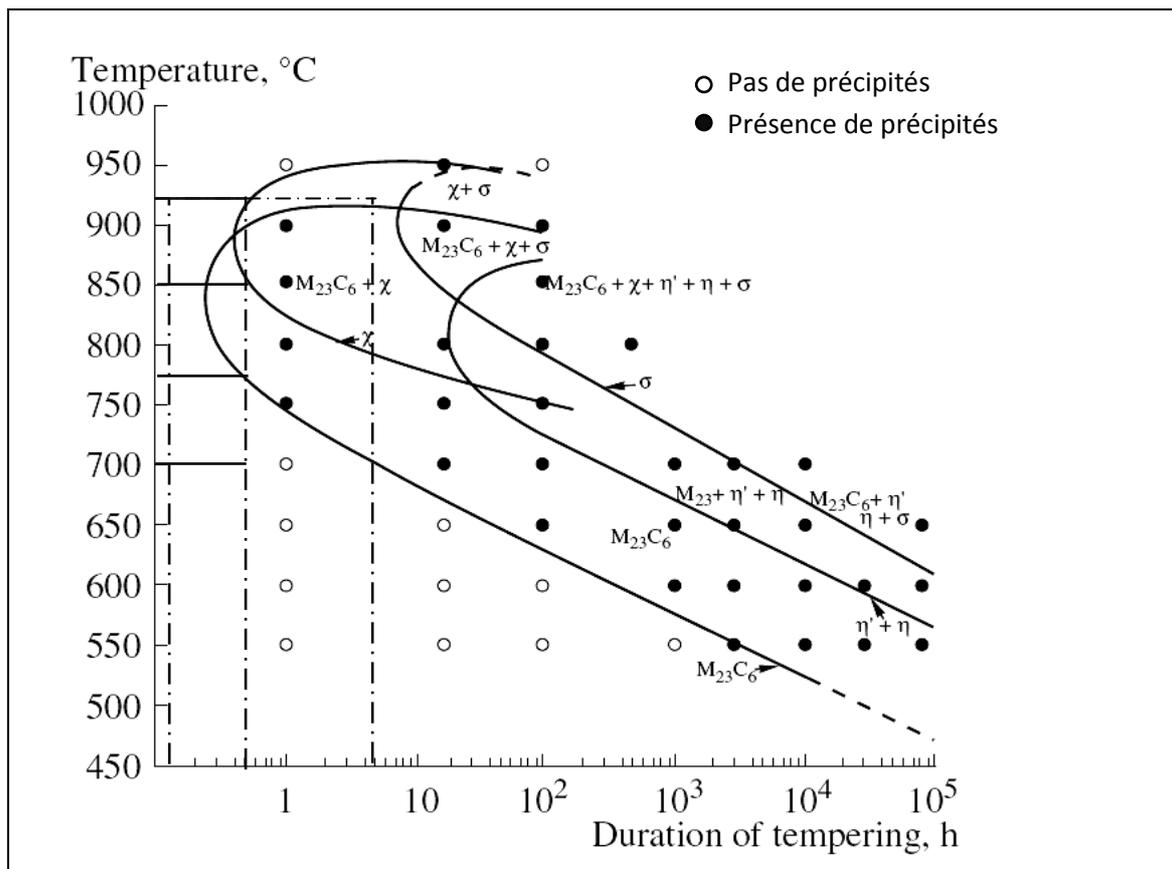
L'étude est subdivisée en trois étapes selon les traitements effectués :

- *Etude des structures maclées après traitements thermiques ;*
- *Etude des structures maclées après déformation mécanique à froid par laminage ;*
- *Etude des structures maclées après déformation par laminage à froid et traitement thermique.*

Chaque échantillon traité thermiquement subit *deux cycles thermiques* : une *dissolution* et un *recuit isotherme*. Le recuit préliminaire d'homogénéisation assure une parfaite dissolution de tous les précipités et inclusions préexistant dans le métal brut. Il commence par un chauffage dans un four à chambre par résistance électrique jusqu'à 1100°C suivi d'un maintien isotherme pendant 30 minutes. L'échantillon sera par la suite sorti du four et refroidi à l'air calme au bout de quelques minutes jusqu'à la température ambiante.

a) Etude de structures maclées après traitements thermiques

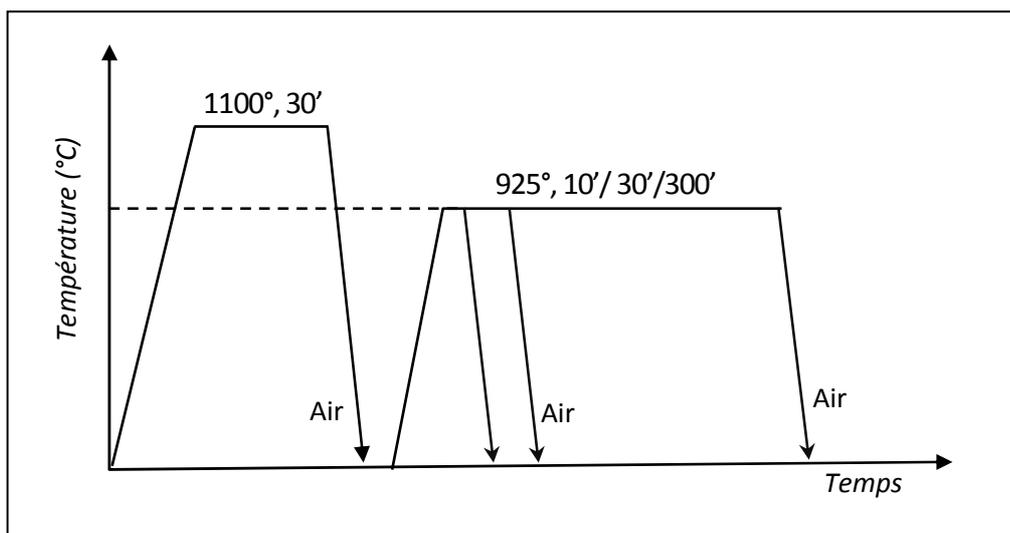
Le choix des températures de traitements thermiques repose sur le diagramme TTT de la figure III.5. En effet, la thermodynamique nous permet de prévoir les transformations de phases éventuelles après chaque processus thermique. Le but est de contrôler la microstructure de l'acier 316L via des recuits (i) à des températures variant entre 700°C et 925°C, par intervalles de 75°C et (ii) à 925°C durant 10, 30 et 300 minutes respectivement.



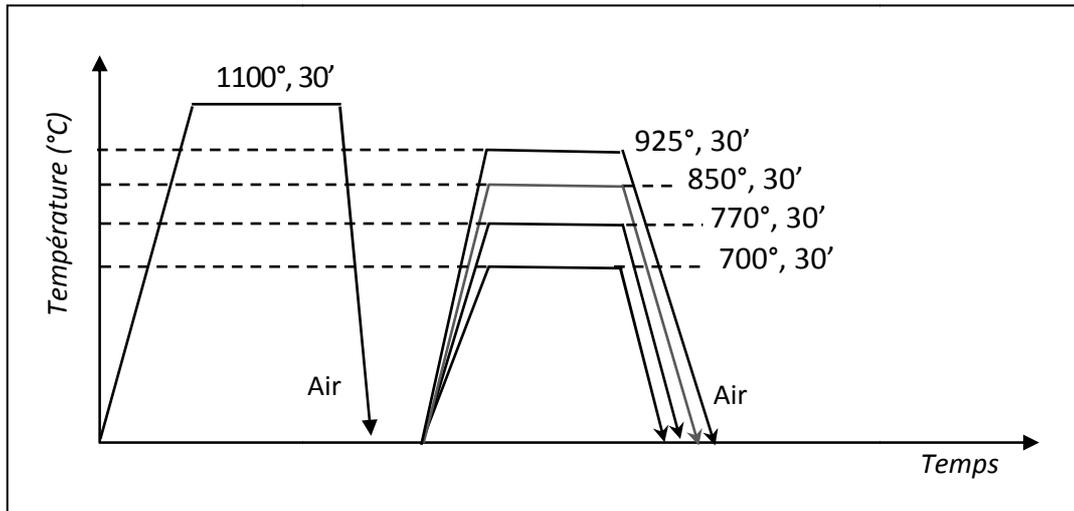
**Figure III. 2 :** Principaux traitements thermiques pour l'acier inoxydable austénitique 316L avant et après déformation à la température ambiante, d'après A. Kriaa, N. Hamdi, H. Sidhom, *Protection of Metals (2008) Vol. 44, No. 5, p. 509.*

- Le recuit à 925°C est choisi dans la zone critique de formation de carbures MC. Les carbures MC sont des particules très fines difficiles à détecter et par conséquent, ne figurent pas sur les diagrammes TTP de la figure III.5. Pour constater l'effet du recuit de stabilisation à 925°C, nous avons réalisé des maintiens à durées croissantes : 10', 30' et 300'. Les études de l'impact de ces carbures sur le comportement mécanique et électrochimique de l'acier 316L [23,24] pourra être relié avec les résultats relatifs aux macles ;
- Le recuit à 850°C pendant 30 minutes aboutit à la formation des premiers germes de carbures  $M_{23}C_6$  et MC à une température inférieure à 925°C. Cependant, d'autres types de carbures précipitent durant le refroidissement à partir de la température du traitement ;
- Le recuit à 770°C par un maintien isotherme de 30 minutes est destiné à obtenir les premiers germes de carbures intergranulaires  $M_{23}C_6$ . Ce type de carbures précipite après chaque cycle thermique (chauffage et refroidissement) au-dessous de 850°C ;
- Le recuit à 700°C pendant 30 minutes n'aboutit pas à une transformation de phase notable (figure III. 5). Les conséquences de ce traitement sur la microstructure seront principalement le mouvement des joints sous activation purement thermique.

Les différents traitements thermiques (sans laminage préalable) sont résumés sous forme des schémas suivants.



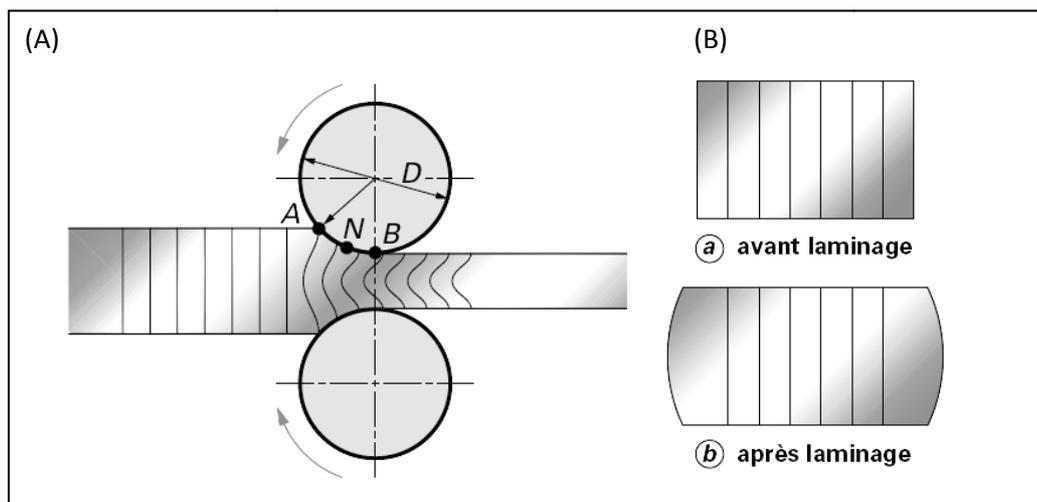
**Figure III.3 :** Cycles thermiques à 925°C à des durées variables.



**Figure III. 4 :** Cycles thermiques à températures variables : 925°, 850°, 770°, 700°C pendant 30'.

b) Etude de structures maclées après laminage à froid et traitement thermique

La déformation plastique à froid du 316L est réalisée par un laminage manuel et lubrifié, à la température ambiante. La plaque d'acier 316L *diss* de dimensions 140mmX10mmX1mm est entraînée entre deux cylindres animés d'un mouvement de rotation autour d'un axe fixe ce qui réduit son épaisseur et change sa section (figure III.8).



**Figure III. 5 :** Déformation pendant le laminage à froid ;

A - déformation longitudinale

B - déformation transversale.

Le tableau III.2 présente les dimensions finales des plaques d'échantillons après chaque réduction d'épaisseur ; cette dernière est estimée par le *taux de déformation rationnel* ( $\epsilon$ ) calculé par la loi :

$$\epsilon = \ln ( h_i / h_f ) \quad \text{Équation III.14}$$

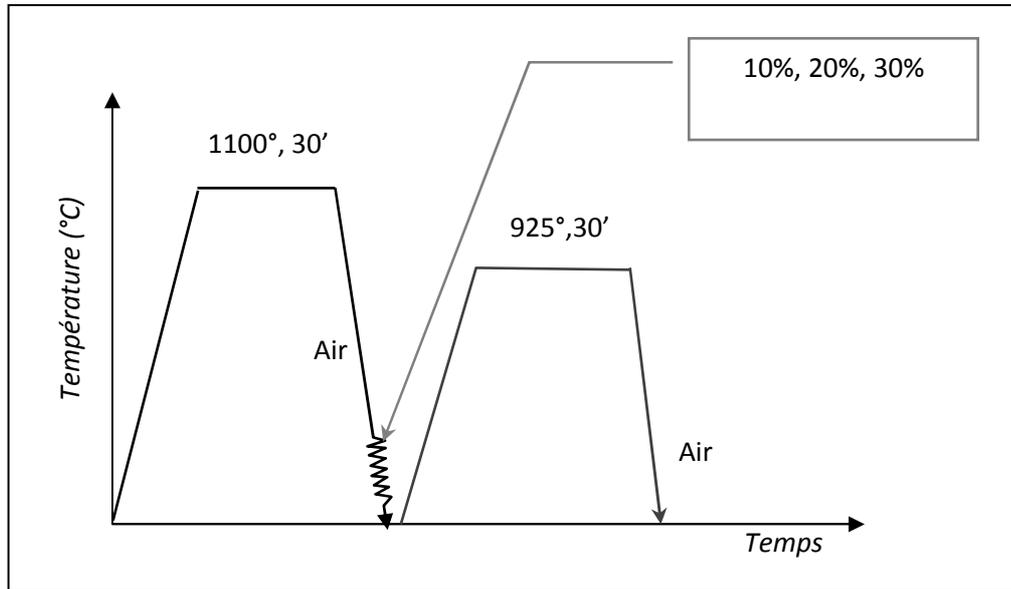
$h_i$  est l'épaisseur initiale de la plaque laminée et  $h_f$  son épaisseur finale.

**Tableau III. 1:** Résultats après laminage à froid.

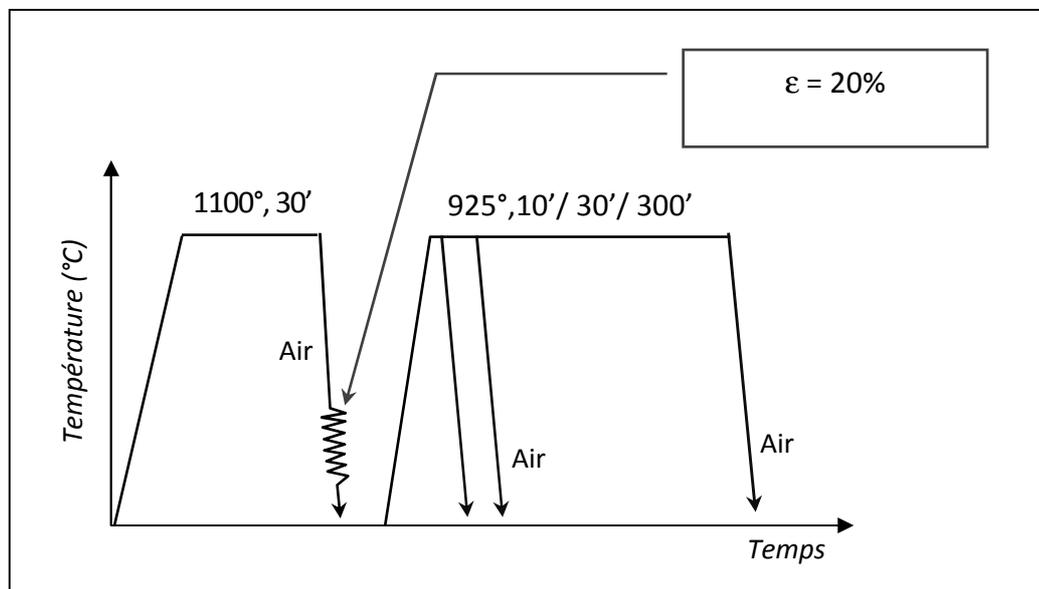
	<i>Largeur b (mm)</i>	<i>Épaisseur h (mm)</i>	<i>Réduction <math>\Delta h</math> (mm)</i>	<i>Taux de laminage (<math>\epsilon</math>)</i>
2 passes	10,00	0,90	0,10	10%
3 passes	10,10	0,80	0,20	20%
5 passes	10,30	0,76	0,25	30%

Dans notre étude, les déformations rationnelles choisies sont faibles : 10%, 20% et 30%. Ces valeurs assurent à la fois (i) une répartition moins hétérogène des déformations permanentes [26] car moins la déformation est hétérogène, moins les contraintes résiduelles seront importantes, (ii) une restauration rapide de la microstructure et (iii) la recristallisation primaire complète au-delà de 20%. Les échauffements existent aussi en laminage à froid, bien que ce dernier soit défini par l'absence de préchauffage du produit. On atteint couramment 100°C au train à froid mais ces températures n'ont guère d'influence que sur la lubrification. Les schémas suivants résument les deux types de cycles thermomécaniques effectués.

Les cycles thermomécaniques accomplis, illustrés sur les figures III.9 et III.10 comprennent *primo* le laminage à froid de l'acier prétraité 316L (1100°, 30min) à un faible taux de déformation ne dépassant pas 30%, *secundo* le maintien à une température de recristallisation 925° et *tertio* un refroidissement à partir de 925°C jusqu'à l'ambiante à l'air libre.



**Figure III. 9 :** Chemin thermomécanique n°1 : déformation plastique à froid par laminage à différents taux :  $\epsilon_1=10\%$ ,  $\epsilon_2=20\%$ ,  $\epsilon_3=30\%$  suivi d'un recuit durant 30 minutes à  $925^\circ\text{C}$ .



**Figure III. 10 :** Chemin thermomécanique n°2 : déformation plastique à froid par laminage à un taux fixe  $\epsilon = 20\%$  suivi d'un traitement thermique à  $925^\circ\text{C}$  à des durées variables.

### III.2.2. Etude métallographique

#### a) Dimensionnement des échantillons

La tôle d'acier 316L est initialement découpée en plaques de  $140\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1\text{mm}$  par une guillotine mécanique avec des effets de bord réduits. Ce premier format facilitera ultérieurement le laminage. Les échantillons sont par la suite découpés par une microscie automatique sous aspersion d'eau froide en des carrés de dimension  $10\text{mm} \times 10\text{mm}$ . De la sorte, chaque échantillon métallographique dispose d'une surface polie de  $1\text{ cm}^2$ .

#### b) Préparation de la surface

L'examen métallographique nécessite un polissage mécanique soigneux au papier émeri jusqu'au grade 1200 suivi d'un polissage de finition à la suspension d'alumine de  $3\mu\text{m}$  puis  $1\mu\text{m}$ . Une polisseuse automatique est employée, tournant à une vitesse d'environ 350 tours par minute sous aspersion d'eau pour limiter l'échauffement du métal et éliminer les microcopeaux. L'abrasion sur chaque disque dure jusqu'à 5 minutes. Les échantillons ainsi polis passent à l'appareil de nettoyage aux ultrasons durant 15 minutes puis sont lavés à l'acétone et séchés.

Après le polissage mécanique, la surface du métal se trouve à l'état miroir. Cependant, il se forme une couche hétérogène, aux grains écrouis et lissés, résultat des contraintes mécanique et des impuretés dans le métal ; sa composition chimique est caractérisée par un enrichissement en composés oxydés [28]. Cette couche dispose d'une épaisseur très faible (de l'ordre de  $0,1\mu\text{m}$ ) et ne donne guère de couleurs d'interférence sous l'oculaire du microscope optique. Elle peut être retirée par polissage électrolytique ou chimique.

Le tableau III.3 résume les réactifs utilisés pour révéler les éléments de la microstructure du 316L brut ou traité selon le besoin de l'étude. Avant de la mettre sous l'oculaire du microscope optique, la surface attaquée est rincée à l'acétone puis à l'eau distillée et séchée à l'air.

#### c) Acquisition des images

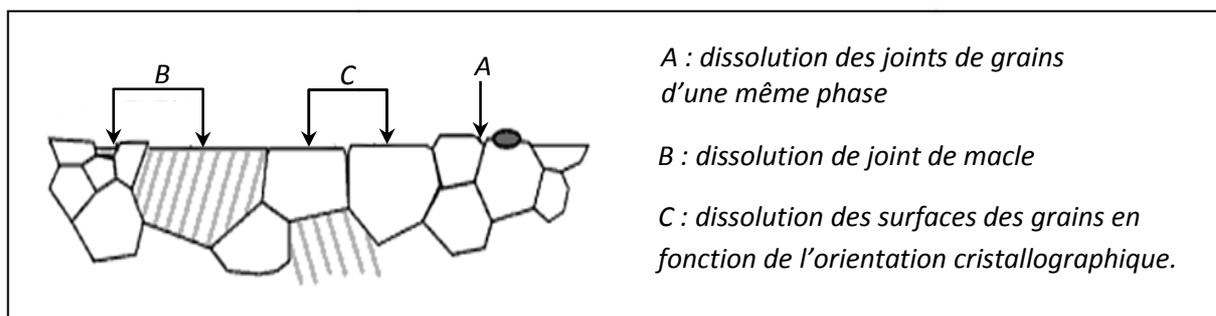
Le microscope optique utilisé est un microscope épiscopique de marque ZEISS 47 30 12 – 9902 est équipé d'une caméra CCD et relié à un système informatique (carte Meteor) pour l'acquisition des micrographies sous format d'images numériques (TIFF).

**Tableau III.3 :** Détails des réactifs utilisés dans l'étude microstructurale, d'après [29].

Réactif	Composition	Paramètres
<i>Attaque chimique</i>	HCl : 40ml HNO <sub>3</sub> : 30ml eau distillée : 40ml	<i>Durée</i> : 30 secondes à 20°C.
<i>Attaque électrolytique</i>	HNO <sub>3</sub> : 60ml eau distillée : 40ml	<i>Tension</i> : 1 Volt <i>Cathode</i> : acier 316L (2cm <sup>2</sup> ) <i>Durée</i> : 3 à 5 minutes à 20°C.
<i>Polissage électrolytique</i>	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : 63ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : 15ml	<i>Courant</i> : $i = 0,05 \text{ A/cm}^2$ <i>Cathode</i> : acier 316L (2cm <sup>2</sup> ) <i>Durée</i> : 1 minute à 60°C.
<i>Polissage chimique</i>	acide oxalique (100g/l) : 28ml eau distillée : 80ml eau oxygénée à 30% : 4ml	<i>Température</i> : 35°C <i>Durée</i> : 15 minutes.

#### d) Origine et signification des contrastes

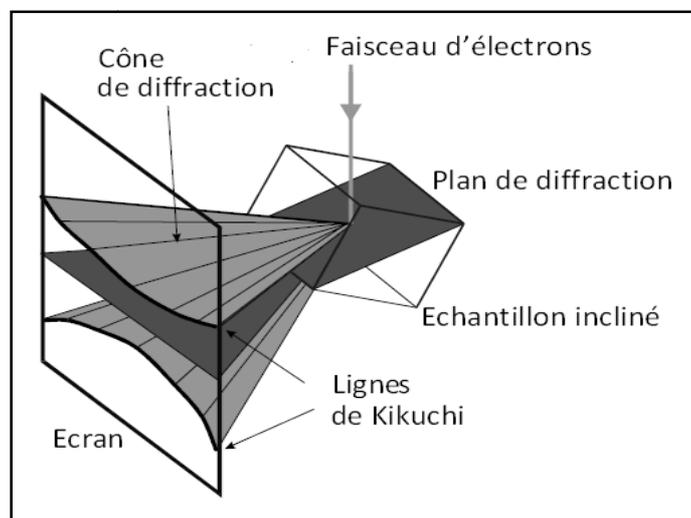
En microscopie optique, l'œil observe des contrastes d'intensité lumineuse sur une image agrandie et plane. Ces contrastes sont significatifs de la microstructure si leur origine est liée aux propriétés intrinsèques des éléments microstructuraux de manière directe (sans attaque) ou indirecte (après une attaque sélective appropriée). En *épiscopie*, on utilise la réflexion de la lumière sur les surfaces métalliques opaques et réfléchissantes. Le réactif crée un microrelief de quelques dixièmes de microns, caractéristique des phases constitutives et leurs interfaces (figure III.11). Il en résulte par réflexion sous incidence normale un contraste d'ombrage et d'inclinaison.

**Figure III. 11 :** Création d'un microrelief par effet d'attaque [30].

### III.2.3. Analyse MEB / EBSD

L'analyse EBSD (*Electron Back Scattering Diffraction*) est une méthode d'analyse diffractométrique locale s'appuyant sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés (figure III.12). Cette technique possède la particularité d'offrir une analyse beaucoup plus localisée (une fraction de  $\mu\text{m}$ ) comparée à l'analyse aux rayons X.

Les microstructures et les textures locales ont été caractérisées à l'aide de la technique EBSD avec le système « *Channel – HKL Technology* » couplé à un microscope électronique à balayage *JEOL 6500F*. Grâce à la technique EBSD, nous pouvons réaliser l'acquisition et l'indexation des diagrammes de Kikuchi, pour la détermination de l'orientation locale. En mode « cartographie d'orientations », le faisceau d'électrons se déplace suivant une grille prédéfinie sur la plage à analyser [31, 22].



**Figure III. 12 :** Principe de formation d'un diagramme EBSD [31] ;  
Le détecteur EBSD est constitué d'un écran fluorescent et d'une caméra.

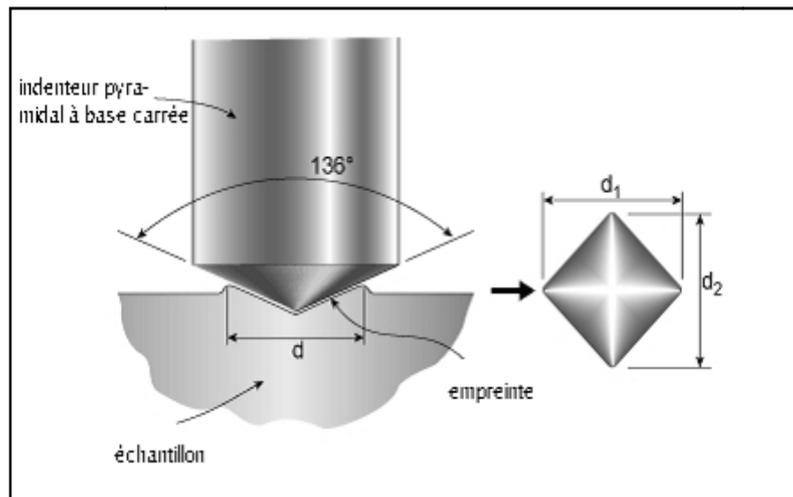
### III.2.4. Caractérisation aux rayons X

En vue d'une caractérisation semi-quantitative par diffractométrie des rayons X (DRX), trois échantillons traités thermiquement, massifs et polis ont été analysés au Laboratoire de caractérisation aux rayons X (DLAB) du Centre de Recherche et Développement (CRD). L'équipement utilisé comprend un *Diffractomètre X'Pert PRO* à tube radiogène céramique à anticathode de cuivre d'une puissance du générateur à RX égale à 45 kV et 40 mA, sachant que la longueur d'onde Cu-K $\alpha$  : 1,5418 Å. Les échantillons montés sur des porte échantillons circulaires, sont soumis à un faisceau des rayons X pour être diffractés par les plans réticulaires des phases cristallines, en condition de Bragg :  $n \lambda = 2 d \sin\theta$ , où  $\lambda$  est la longueur d'onde en angströms,  $d$  est la distance réticulaire en angströms et  $\theta$  est l'angle de diffraction ou de réflexion en degrés.

Les diffractogrammes issues de l'analyse par radiocristallographie sont stockés et traités via le logiciel d'acquisition de données analytique : *DataCollector* de *PANalytical* et le logiciel pour traitement des données: *HighScore Plus* de *PANalytical*. Les positions et les intensités de pics observés sont comparés aux fichiers de référence PDF-ICDD (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) pour l'estimation semi quantitative des phases présentes, associée à l'utilisation de RIR (Reference Intensity Ratio) inclus dans le logiciel *HighScore*.

### III.2.5. Essai mécanique de microdureté [33]

L'essai mécanique de microdureté est particulièrement avantageux dans notre étude eu égard à la localisation de la mesure de dureté au niveau de l'élément microstructural (la surface de l'échantillon étant préalablement polie et attaquée). L'essai est effectué au Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC, Chéraga) ; l'appareil utilisé est un microduromètre *MICROMET 3* muni d'un pénétrateur en diamant de type Vickers et d'un microscope optique aux grossissements 100 et 400. Le diamant laisse une empreinte carrée et l'on mesure la longueur de la moyenne des deux diagonales (figure III.13). La microdureté Vickers (HV) est convertie par l'appareil à partir de la mesure des deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$ .



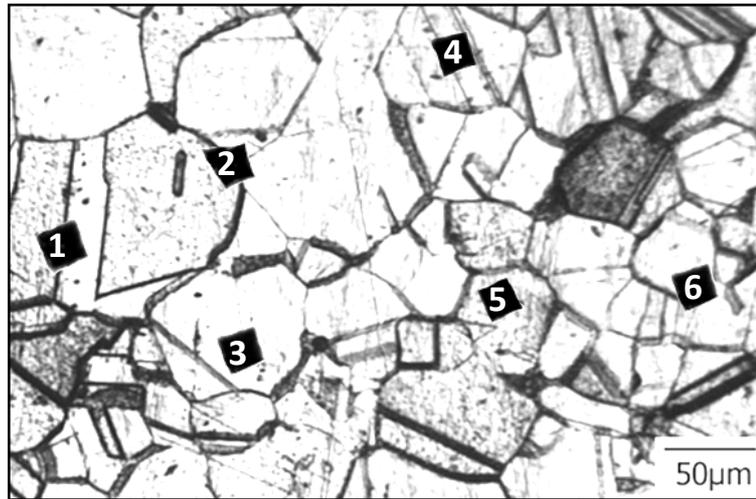
**Figure III. 13 :**Exécution et mesure de la microdureté Vickers [33].

La taille de l’empreinte est tributaire de la charge appliquée. Le choix des conditions opératoires de la caractérisation mécanique par microdureté (présentées sous forme de tableau III.4) est tributaire des résultats de l’analyse de la taille des grains après chaque type de traitements.

**Tableau III.4 :** Conditions de l’essai de microdureté (HV) selon l’échantillon.

<i>Echantillon(s)</i>	<i>Charge pondérale (g)</i>	<i>Durée (secondes)</i>	<i>Nombre total de pénétrations</i>
316L brut 316L brut laminé à 20%	25	5	6
316L traités thermiquement sans déformation	50	5	9
316L diss + 10%	100	5	9
316L diss + 20%			12
316L diss + 30 %			12
316L diss + 20% + [925°, 30’] 316L diss + 20% + [925°, 300’]	50	5	9
316L diss + 20% + [925°, 10’]	100	5	9
	25	5	6

Les valeurs de microdureté obtenues selon l'élément de microstructure (joint de grains, joint de macle, bande de glissement, grain écroui) ont été évaluées à partir d'une filiation d'empreintes. La figure III. 14 illustre des empreintes sur un échantillon traité thermiquement. Grâce à l'attaque chimique, on arrive à distinguer les éléments microstructuraux à savoir les joints de macles, les joints de grains et la surface polie du grain hormis la macle.



**Figure III. 14 :** Empreintes du microduromètre exécutées sur l'échantillon 316L *diss* + [850°,30'] ;  
1 et 4 – sur une macle ; 2 et 6 – sur un joint de grain ; 3 et 5 – dans un grain.

### III.3. TECHNIQUES DE TRAITEMENT ET ANALYSE DE L'IMAGE [30, 34]

#### III.3.1. Introduction au traitement et analyse de l'image

L'analyse de l'image a pour but d'extraire de l'information à partir de photographies numériques d'une manière quantitative et automatique. C'est une technique pluridisciplinaire, possédant un champ d'applications très varié, allant de la robotique à l'astronomie, la géographie, les sciences de la terre et de la vie et bien entendu la science des matériaux.

L'intérêt de l'analyse de l'image en microscopie quantitative est de faire le lien entre la microstructure et les propriétés macroscopiques grâce aux progrès de l'informatique. Ceci requiert deux étapes fondamentales : *primo* l'extraction des objets de l'étude et *secundo* le choix des paramètres de mesure. Un analyseur d'images est ensuite nécessaire pour transformer l'image en format « digital » indispensable pour les compilations selon les besoins de l'opérateur. Ce traitement de l'image permettra de travailler sur des images plus « utiles » par l'accès à de nouvelles descriptions morphologiques dans un seul but : transformer l'image

initiale en d'autres images plus exploitables. Les analyseurs d'images accèdent aux mesures de base par des comptages du nombre de pixels (*picture elements*) qui appartiennent à la phase analysée.

### III.3.2. Méthodes de traitement numérique des images

#### a) L'amélioration

L'amélioration regroupe toutes les opérations sur une image ayant pour but d'avoir une meilleure qualité visuelle. L'œil humain étant essentiellement sensible aux contrastes forts, les méthodes de traitement d'image tentent le plus souvent d'augmenter le contraste pour accroître la séparabilité des régions qui composent l'image. Parmi ces méthodes on cite :

- *Les méthodes ponctuelles* : Elles traitent les pixels de l'image de façon indépendante de leur voisinage. La seule information prise en compte est la valeur du niveau de gris du pixel quelque soit sa position dans l'image. Ces méthodes sont basées sur la modification de l'histogramme typique des niveaux de gris <sup>(1)</sup> de l'image (figure III.15) ;

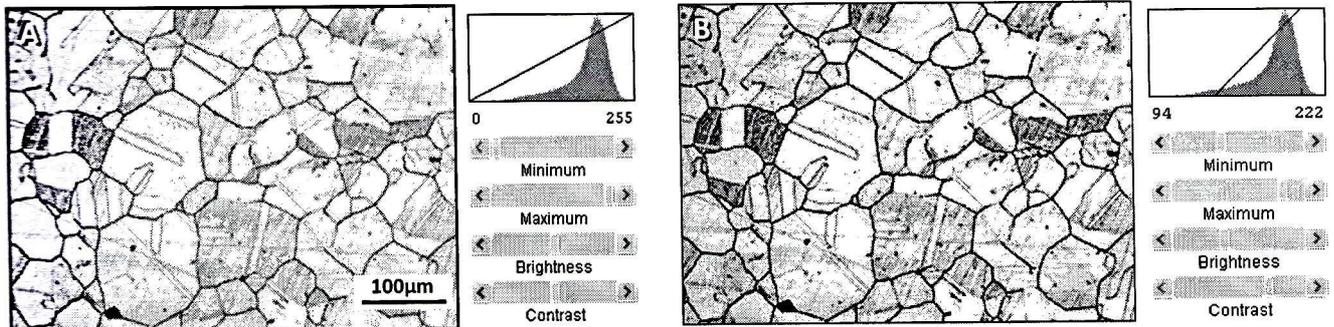


Image d'origine et son histogramme

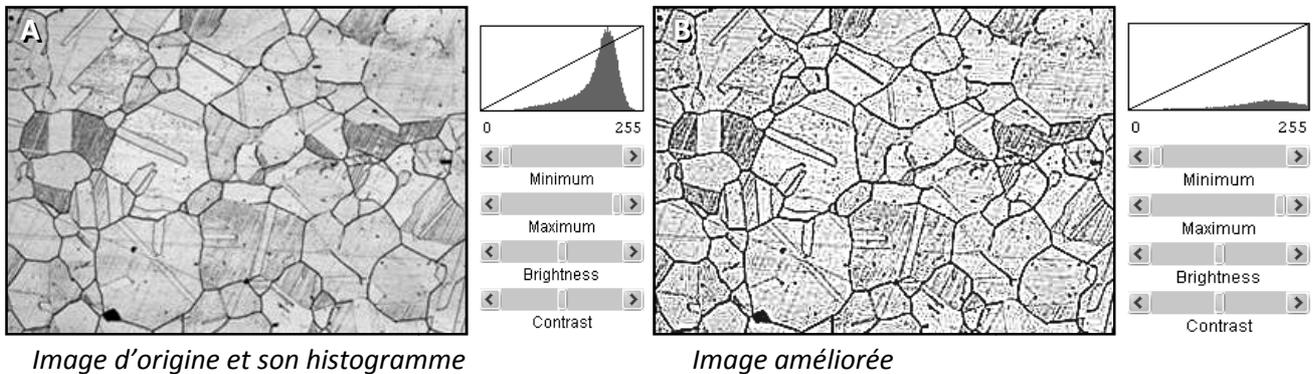
Image améliorée par modification du contraste

**Figure III. 15** : Amélioration d'une image en niveau de gris par la méthode ponctuelle de translation d'histogramme en utilisant le logiciel *ImageJ*.

- *Les méthodes locales* : Ces méthodes utilisent l'information liée au voisinage du pixel pour le modifier. Elles sont basées sur le *filtrage par masques* comme l'illustre la figure III.16 ; le

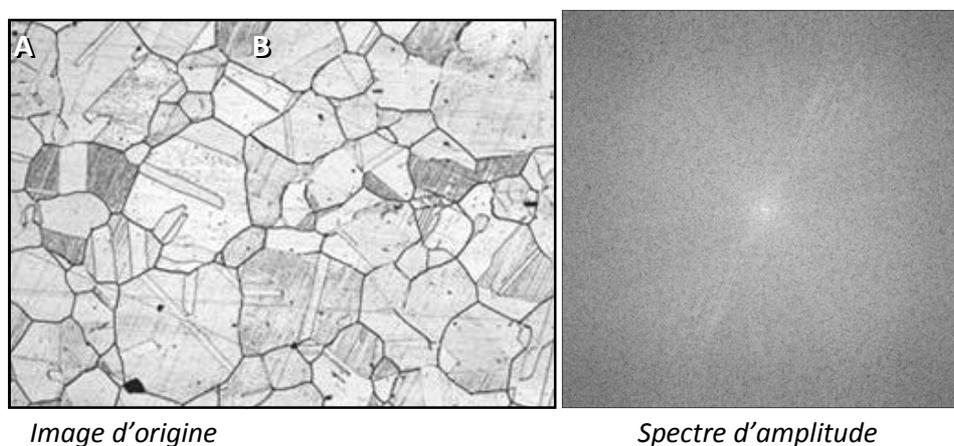
1 – Le graphe de l'évolution de la fréquence des niveaux de gris en fonction du niveau de gris est appelé histogramme de l'image. Il présente trois zones : une zone située à gauche du graphe correspond à un nombre de pixels très sombres, une deuxième zone située au centre du graphe représente un grand nombre de pixels gris moyen, et une troisième zone située du côté des niveaux de gris très clairs.

logiciel de traitement d'images utilisé étant *Artweaver 2.0*. Les filtres accentueurs augmentent les contrastes locaux, c'est-à-dire augmentent l'importance des hautes fréquences dans l'image puisque ces contrastes sont issus de variations importante de niveaux de gris sur de faibles distances spatiales.



**Figure III. 16** : Amélioration locale par un filtre *passe-haut*.

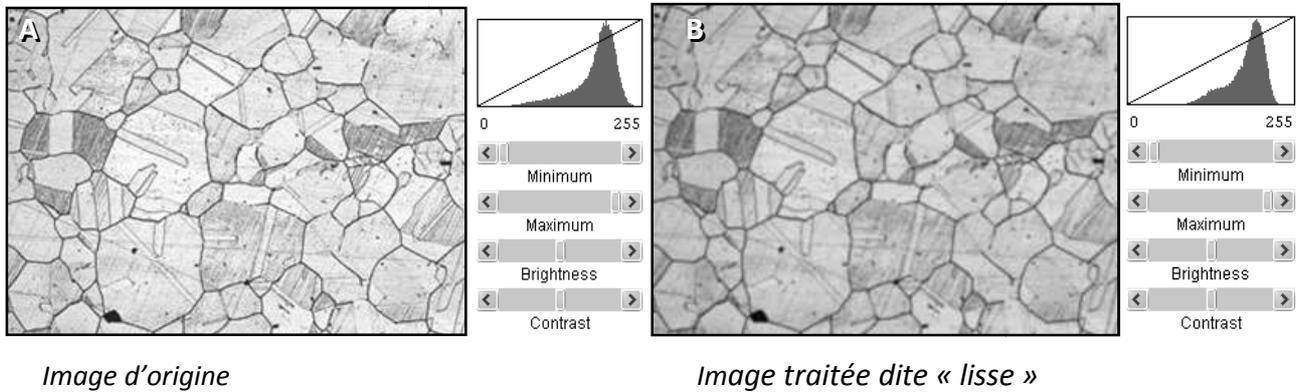
- *Les méthodes globales* : Elles utilisent généralement des modèles mathématique tels que la transformée de Fourier. Ces méthodes permettent d'obtenir une nouvelle représentation de l'image, dans un nouvelle espace dans lequel l'opération d'amélioration proprement dite est réalisée Le spectre calculé représente les différentes fréquences spatiale contenu dans l'image (figure III.17) ; L'information n'est cependant pas directement exploitable visuellement. On constate d'ailleurs sur le spectre de la figure III.17.B une croix qui traduit la présence de formes orientées selon les orthogonales à des directions particulières : c'est la géométrie polygonale des grains austénitiques.



**Figure III. 17** : Exemple de spectre d'une image, calculé par la transformée de Fourier.

L'amélioration globale utilise des filtres sur la représentation fréquentielle. Un exemple des ces filtres est représenté sur la figure III.18 : le *filtre gaussien* qui réalise une atténuation

progressive des fréquences. La transformation inverse de Fourier permet de retrouver l'image améliorée dans l'espace d'origine.



**Figure III. 18 :** Filtrage gaussien.

#### a) La restauration

L'objectif capital de la restauration d'images est l'atténuation, voire la suppression des dégradations que subit une image. Ces dégradations ou « bruits » sont liées à la chaîne d'acquisition c'est-à-dire la transmission du microscope au système informatique ainsi qu'au moment de création et d'enregistrement de l'image. Le principe est simple : modéliser la dégradation et appliquer la dégradation inverse.

Des biais peuvent être introduits si l'éclairage n'est pas homogène. La figure III. 19 présente l'utilisation de la restauration d'une image présentant un mauvais éclairage par le logiciel *Artweaver 2.0* ; L'image d'origine correspond au réseau des joints de grains de l'échantillon 316 L *diss.*

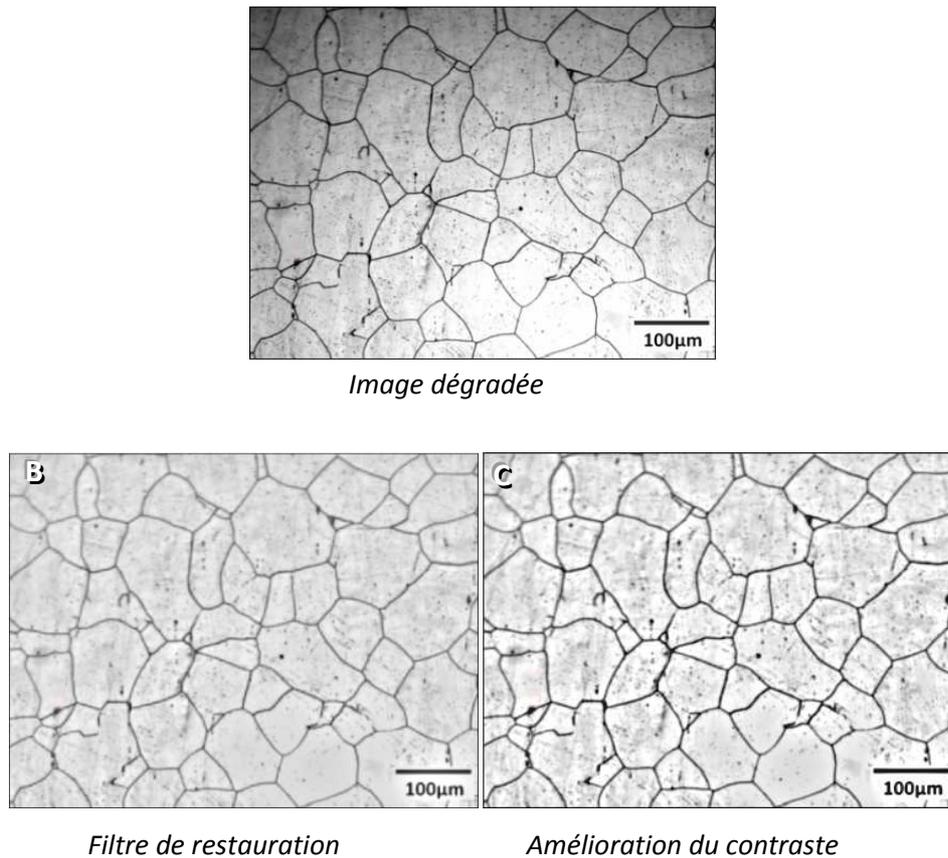
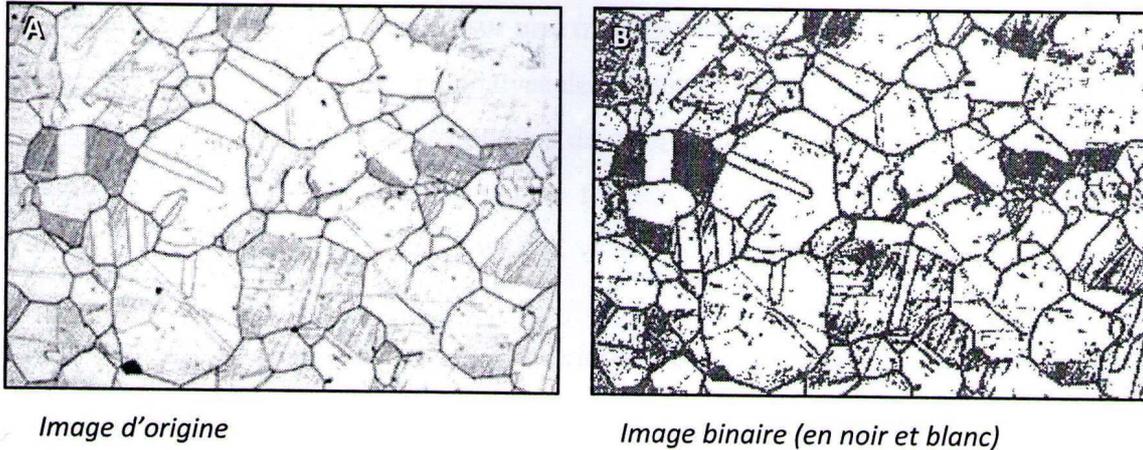


Figure III. 19 : Restauration d'une dérive lumineuse.

### b) Le seuillage

Le traitement de l'image fait appel au seuillage (*Threshold*) qui va tenter d'associer à chaque pixel *un label* en s'appuyant sur l'information portée (niveau de gris ou couleur) et sa distribution spatiale sur le support image. L'image sera segmentée en classes de niveaux de gris en se basant uniquement sur l'histogramme. Le seuillage en " $n$ " classes consiste à déterminer ( $n-1$ ) seuils tels que chaque classe soit associée à un intervalle de niveau de gris distinct. Le cas le plus simple est celui des *images binaires* à deux classes comme l'illustre la figure III. 20. Un bon seuillage doit faciliter l'interprétation en simplifiant l'image sans pour autant en avoir trop réduit le contenu. L'histogramme d'une image numérique peut être approximé à une fonction de  $n$  densités de probabilités chacune associée à une classe de l'image. La recherche du seuil maximal se ramène à la minimisation des erreurs au sens statistique.



**Figure III.20 :** Exemple de traitement d'une micrographie par seuillage.

La détection de frontières et d'éléments particuliers par un compilateur automatique nécessite un algorithme comprenant : (i) un seuillage local, (ii) une analyse des configurations locales et (iii) un chaînage des masques de contours. Une frontière est idéalement le passage d'un pixel de valeur 1 à un pixel de valeur 0 dans une image binaire. Dans le cas d'une image à niveaux de gris, on peut se ramener à un seuillage binaire local puis on analyse les configurations locales binaires. Dans l'exemple de la figure III.21, le voisinage en connexité-8<sup>(2)</sup> peut donner deux interprétations différentes selon le seuil choisi.

105	105	125
105	125	115
125	115	120

Voisinage 3X3

0	0	1
0	1	1
1	1	1

Seuil = 107

0	0	1
0	1	0
1	0	1

Seuil = 119

**Figure III. 21 :** Niveaux de gris d'un voisinage 3X3 et deux interprétations possibles du même voisinage pour deux seuils 107 et 119.

2 – La connexité : Un élément  $P$  est dit «  $n$ -connexe » à un élément voisin si l'élément  $P$  fait partie des  $n$ -voisins du second élément. " $n$ " détermine le nombre de voisins considérés par le maillage utilisé. Dans le cas du maillage carré, on distingue deux types de voisinages : les 4 voisins « 4-connexe » suivant les arêtes communes et les 8 voisins « 8-connexe » suivant les sommets communs.

### III.3.3. Paramètres mesurables sur une microstructure

En ce qui concerne la mesure en analyse de l'image, toute mesure sur une image binaire ne peut utiliser que trois informations essentielles de chaque point de mesure : sa valeur (0 ou 1) et ses deux coordonnées cartésiennes ( $x, y$ ). Une mesure consiste donc à repérer les points qui remplissent un certain critère (valeur, position, valeur du voisinage) puis à les dénombrer et/ou combiner leurs caractéristiques.

Pour l'analyse des microstructures numériques issues d'observation microscopique, nous avons utilisé le logiciel *Aphelion ADCIS 3.0*. La procédure écrite sous *Visual Basic* est expliquée en annexe 1 accompagnée de *l'organigramme des opérateurs itératifs*. Les mesures sont subdivisées en deux catégories : les *mesures globales* (tableau III.5) et les *mesures individuelles* sur objet (tableau III.6). Dans le calcul de la taille et la morphologie des grains, les *objets* détectés sont les grains et les *régions* sont les joints.

**Tableau III. 5 :** Paramètres de mesures globales.

Paramètre global	Fonction
Surface (en pixel carré)	Nombre total de pixels détectés.
Intercept horizontal	Nombre de lignes horizontales interceptant le bord d'un objet.
Intercept vertical	Nombre de lignes verticales interceptant des pixels d'un objet.
Périmètre (en pixels)	Longueur totale de la frontière de l'objet détecté.
Nombre	Nombre d'objet par champ reconnu par le software.

**Tableau III. 6 :** Paramètres de mesures individuelles.

Paramètre individuel	Fonction
Surface (en pixel carré)	Nombre totale de pixels dans l'objet détecté.
Hauteur (en pixel)	Différence entre la plus grande et la plus petite coordonnée $y$ . Un pixel élémentaire a une hauteur égale à 1.
Largeur (en pixel)	Différence entre la plus grande et la plus petite coordonnée $x$ . Un pixel élémentaire a une largeur égale à 1.

log10 (hauteur/largeur)	Logarithme décimal de la hauteur rapportée à la largeur de l'objet détecté.
Intercept_0, 45, 90, 135	Nombres d'intercepts au bord des chacun des quatre angles (0° : horizontal, 45° : diagonale /, 90° : vertical, 135° : diagonale \).
Périmètre (en pixel)	Comptage du nombre des occurrences d'un pixel 4-connexe dans une région, par rapport à un pixel n'appartenant pas à la région. Un pixel élémentaire a un périmètre égal à 1.
Périmètre de Crofton	Comptage normalisé du nombre des occurrences des lignes à 0°, 45°, 90° et 135° dans une région.
Elongation (%)	Paramètre de forme égale à la différence entre les longueurs des axes majeur et mineur d'une ellipse parfaite divisée par la somme des deux longueurs. Cette mesure est nulle pour un cercle et proche de 1 pour une ellipse longue et aplatie.
Circularité (%)	Paramètre de forme égale à $(4 \pi \times \text{Surface}) / (\text{Périmètre\_CROFTON}^2)$ . Les grains composé de 1 et 2 pixels ont une circularité égale à 1.
Compacité (%)	Paramètre de forme égale à 1 pour un rectangle.

### III.3.4. Sources d'erreur de mesures

- L'échantillonnage est essentiel pour toute analyse quantitative, quelle soit numérique ou manuelle. Les surfaces observées, considérées représentatives de la structure réelle, ne sont jamais homogènes et peuvent entraîner des biais statistiques. C'est les cas du calcul de taille moyenne de grains des échantillons traités thermiquement : le risque d'erreurs statistiques dues au grossissement anormal des grains est réduit en multipliant le nombre de surfaces analysées dix fois et en choisissant les plages de mesure les plus homogènes.
- Le fait de travailler sur des images numériques sur une trame discrétisée (maillage carré) entraîne pour certains paramètres des erreurs particulièrement pour les objets petits.
- Dans le cas où on utilise des transformations de voisinage, le contour de l'image peut introduire une erreur de calcul de surface ou de géométrie. Nous avons adopté plusieurs itérations (une dizaine) suivies d'un calcul de moyenne afin d'atténuer ce biais.

- La préparation métallographique de l'échantillon et la qualité de l'image agissent considérablement sur les mesures. Les techniques de traitement d'images détaillées au paragraphe III.3.2 nous ont permis d'obtenir un contraste suffisant entre les régions. Mais avant cela, le réactif d'attaque doit être adapté à une analyse quantitative automatique dans le but d'avoir une attaque bien homogène et sélective aux joints. Toutefois, la sélection du seuillage adéquat demeure problématique.

### III.4. ANALYSE D'UNE MICROSTRUCTURE MACLÉE

#### III.4.1. Choix du paramètre microstructural

Différentes mesures sont susceptibles d'être effectuées sur une microstructure contrastée (proportion, taille, dispersion et forme). L'étude de la structure des macles implique des calculs sur le réseau des macles mais aussi sur le réseau des joints de grains. Après l'identification, le choix de la caractéristique à décrire et du paramètre à mesurer est très important pour avoir des résultats crédibles et comparables.

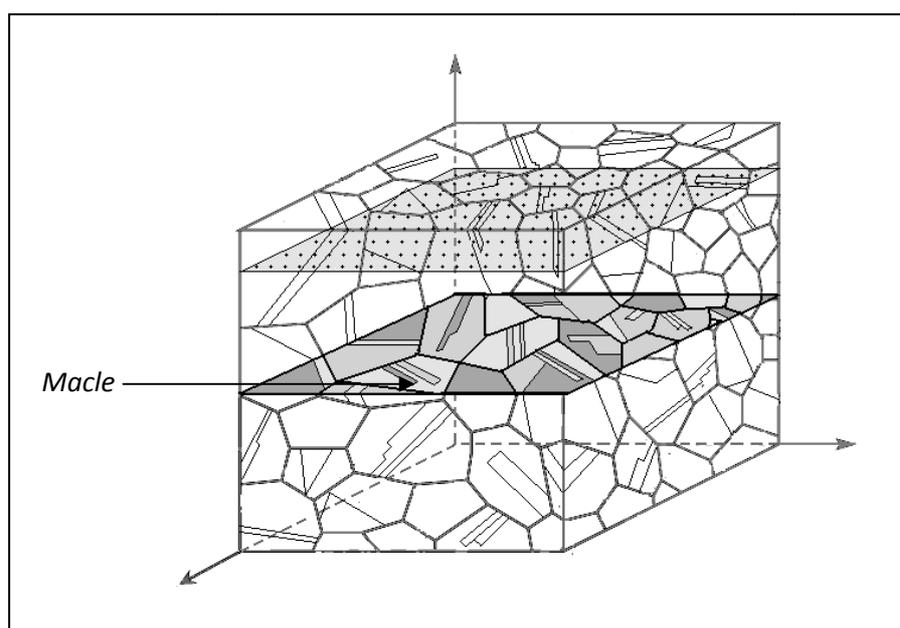
Un paramètre microstructural doit être *pertinent*, c'est-à-dire corrélé aux paramètres expérimentaux (température de traitement, taux de laminage et palier de stabilisation) ou aux propriétés du matériau telles que la taille et la morphologie des grains et la présence de précipités dispersés dans la matrice. Un paramètre microstructural doit également être *sensible*, permettant de discriminer les microstructures macleées autant traités thermiquement, laminées ou recristallisées ; ainsi que *robuste* (variant peu avec les conditions d'observations).

#### III.4.2. Lois d'analyse quantitative

La microscopie a le désavantage de se limiter à la surface apparente du matériau (analyse surfacique dans l'espace  $R^2$ ). D'une part, l'information n'est disponible que le long des lignes d'analyse (analyse linéaire dans l'espace  $R^1$ ) voire seulement en des points (analyse ponctuelle dans  $R^0$ ). D'autre part, on est généralement obligé de réaliser ces mesures sur des petites parties extraites du matériau : les échantillons. Ces mesures dites « locales » sont ensuite moyennées et le résultat est considéré comme une estimation de la valeur réelle du paramètre dans l'ensemble du matériau. La validité de cette estimation est élucidée par les statistiques mathématiques. Les différents espaces de visualisations sont illustrés sur la figure III.22.

Moyennant la métallographie par microscopie optique ; les images contrastées issues de l'observation d'un spécimen permettent une quantification de la microstructure macleée. La méthode utilisée consiste en une attaque du plan de coupe suivie d'une mesure semi-

automatique. Dans le but d'avoir des résultats comparables et crédibles, la mise en évidence des joints (joints de grains et macles) par attaque chimique ou électrolytique doit être la plus uniforme possible et surtout reproduite exactement pour tous les échantillons afin d'avoir la même épaisseur des joints et le même relief. Cependant, le comptage des joints de macles ne peuvent être déterminés que manuellement du fait que seul l'opérateur peut décider la nature du joint, s'il s'agit d'un joint de grains général ou d'un joint de macles.



**Figure III.22 :** Illustrations des différents modes d'observations et d'analyse d'un volume d'échantillon de grains maclés de l'acier inoxydable austénitique 316L.

En microscopie quantitative, des relations mathématiques démontrées admettent le passage entre les différents espaces d'analyse (remonter à des paramètres définis sur  $R^2$  à partir de mesures effectuées sur  $R^1$  ou  $R^0$ ). Dans le cas d'un ensemble de lignes les macles ou de joint de grains contrastées sur un plan de coupe donné, on utilise les relations suivantes :

$$L_A(X) = \pi/2 N_L(X) \dots\dots\dots \text{Équation III.15}$$

$$S_V(X) = 2 N_L(X) \dots\dots\dots \text{Équation III.16}$$

- $N_L(X)$  : le nombre d'intersections des traces de joints, sur le plan poli par unité de longueur de segment test ;
- $S_V(X)$  : l'aire d'interface d'une ligne de macles par unité de volume dans la structure, exprimée en  $mm^2/mm^3$ .

La moyenne arithmétique de chaque paramètre doit porter sur des orientations (de lignes ou de surface) ayant une répartition *équiprobable*. En pratique, les interceptes  $N_L(X)$  sont dénombrés par un comptage sur un ensemble de segments tests horizontaux et parallèles superposés sur la micrographie. Si à l'état laminé, les grains présentent une texture de laminage, un second comptage suivant la verticale est nécessaire. L'estimation sera d'autant *meilleure* que le nombre de lignes de mesure est *élevé* (trente lignes de comptage par échantillon). Le choix de la maille de la grille est de l'ordre de la taille du plus grand grain ; cette avance est importante à cause du grossissement de grains anormal survenu dans notre matériau.

Afin d'estimer la densité surfacique des macles, on a recours à la méthode des interceptes linéaires [35] ce qui permet de déterminer les grandeurs suivantes :

- Taille équivalente de grains, en  $\mu m$  :  $D^{eq} = L / G$  *Équation III.4*

- Fraction de macles, en % :  $\rho_m = D \cdot N_L / L$  *Équation III.5*

$L$  est la longueur totale du segment test ;  $G$  le nombre total des joints de grains interceptés et  $N_L$  le nombre des joints de macles qui coïncident avec la ligne de comptage.

Un modèle atomistique a été proposé pour estimer la formation des macles (Gleiter 1969) à partir de la taille moyenne de grains dans un métal pur CFC traité thermiquement (métal pur). Pour l'établir, il a été suggéré que les macles cohérentes se forment par migration des joints de grains sous des conditions énergétiques favorables. La densité ou fraction de macles ( $\rho$ ) est proportionnelle au nombre de joint de macles intercepté ( $N$ ) par une ligne de comptage de longueur unitaire. Elle dépend de la taille de grains [35] selon la relation suivante :

$$\rho = N / D \quad \text{Équation III.6}$$

Sachant que la croissance de la macle est la conséquence d'une cinétique de migration d'une interface sous l'action d'une force d'entraînement ( $F$ ), la taille du grain croît de ( $D$ ) à ( $D+\Delta D$ ) et la densité de macle ( $N$ ) augmente d'un incrément ( $\Delta N$ ) tel que :

$$\Delta N \propto \Delta D \times F \quad \text{Équation III.7}$$

Pour un joint de grains ayant une mobilité moyenne :  $F \propto \gamma_g / D$ , l'équation III. 8 devient :

$$\Delta N = k \cdot \gamma_g \cdot \frac{\Delta D}{D} \quad \text{Équation III.8}$$

En intégrant (III. 9) aux conditions limites [ $N = 0, D = D_0$ ], on obtient pour  $D = D_0$  :

$$N = k \cdot \gamma_g \log\left(\frac{D}{D_0}\right) \quad \text{Équation III.9}$$

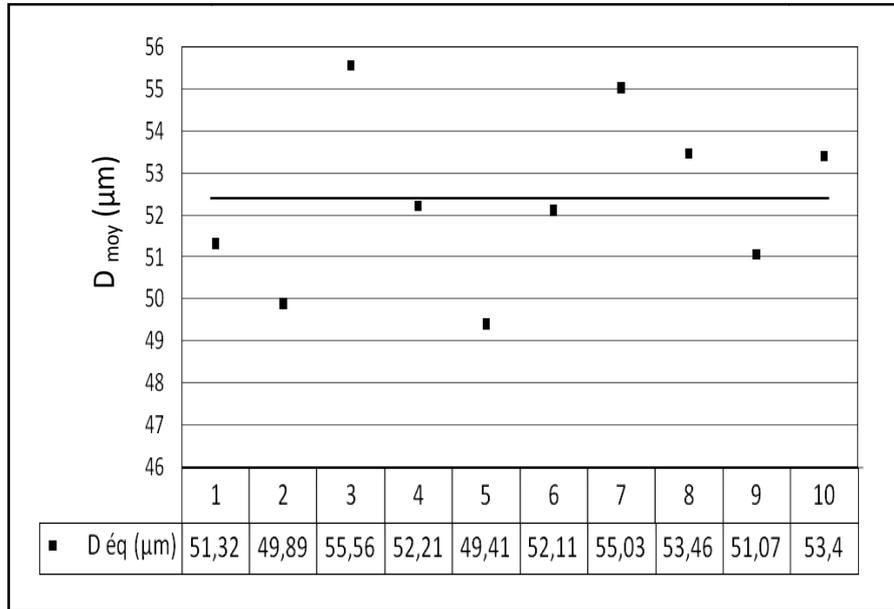
$$\rho = \frac{1}{D} k \cdot \gamma_g \log\left(\frac{D}{D_0}\right) \quad \text{Équation III.10}$$

L'équation III. 11 établit une relation entre la fraction de macles ( $\rho$ ) et la taille de grains ( $D$ ) qui dépend elle-même du processus thermique (température et durée).

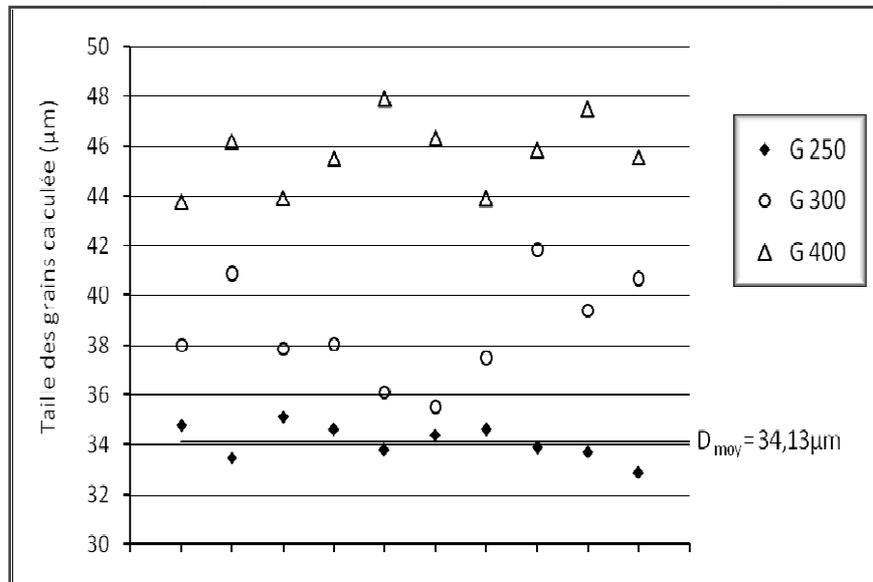
### III.4.3. Corrélation avec les paramètres du grain

Le calcul automatique des intersections de la grille de comptage avec les joints de grains permet de délimiter chaque grain et compter directement sa surface et son périmètre en termes de pixels. Le calcul du diamètre moyen par méthode numérique utilise le modèle sphérique ; on remonte au diamètre à partir de la surface de coupe de chaque grain par une relation mathématique simple puis on détermine la moyenne sur tous les grains inclus dans la plage de mesure. La table des résultats nous a donné la possibilité de dresser l'histogramme de *distribution moyenne de tailles de grains* défini sur une dizaine de mesures par échantillon. Les points expérimentaux sont regroupés en classes. La largeur de chaque classe doit prendre une valeur bien déterminée ; au-dessous de cette valeur, l'allure de la courbe de distribution granulométrique perd sa forme de fonction de distribution normale.

A titre de comparaison, nous avons tenté une méthode manuelle de calcul de taille de grains par les interceptes linéaires (équation III. 5). Le calcul manuel est effectué sur 10 images au grossissement G250 de l'échantillon 316L *diss* + [925°,30']. Le nuage de points est schématisé sur la figure III. 23. Les résultats du calcul manuel sont comparés aux résultats de l'analyse automatique sous le logiciel *Aphelion ADCIS 3,0* (figure III. 24).



**Figure III. 23:** Résultats du calcul manuel de la taille de grains de l'échantillon 316L diss + [925°, 30'] par l'interception linéaire ( $D_{moy}^{éq} = 52,35 \mu m$ ).



**Figure III.24 :** Nuages de points expérimentaux du  $D_{moy}$  calculé de l'échantillon 316L diss + [925°,30'] par l'analyse automatique des images.

Les résultats de l'analyse découlent de 10 mesures automatiques au chacun des grossissements : G250, G300 et G400 du même échantillon 316L *diss* + [925°, 30°], ce qui permet non seulement d'avoir des résultats analogues au calcul manuel au même grossissement (G250) mais aussi de voir l'effet du grossissement d'une micrographie numérique sur le calcul automatique. On en déduit une différence importante (+18,22 $\mu\text{m}$ ) comparé au calcul manuel.

Le tableau III. 7 nous a permis de constater une surestimation dans la taille de grains en élevant l'agrandissement du microscope au-delà de G250. En faisant augmenter le grossissement de l'image, le nombre de grains dénombrés diminue ce entraînant des valeurs divergentes. Dans notre étude, nous avons choisi le grossissement G250 qui accorde une vue globale des structures traitées thermiquement.

**Tableau III. 2** : Différence dans le calcul de  $D_{\text{moy}}$  dû au choix du grossissement.

	G250	G300	G400
Nombre moyen de grains	129	101	73
$D_{\text{moy}}$	34,13 $\mu\text{m}$	38,59 $\mu\text{m}$	45,64 $\mu\text{m}$

L'étude du réseau des joints de grains de l'ensemble des structures traitées de l'acier inoxydable 316L est complétée par des données sur la morphologie des grains (tableau III.6) à travers la circularité de chaque grain, son élongation et le logarithme décimal du rapport de sa longueur par sa largeur. L'utilité de telles informations dans l'étude de la structure des macles après traitements thermique, mécanique ou thermomécanique réside dans le fait qu'une macle bordée par ses joints dépend entièrement du grain qui la contient. Les paramètres de forme des grains sont établis à partir du comptage surfacique global du nombre de pixels par grain et par interfaces (joints du grain) dans l'image numérique.

L'analyse morphologique des grains est accessible à partir des fonctions mathématiques internes du software *Aphelion*. Les résultats sont présentés sous forme de *table de mesure*, exportée vers *Microsoft Excel 2007*. Cette table présente la valeur numérique de chaque paramètre pour chaque objet identifié à un grain dans l'image.

### III.5. NOTATIONS DES DIFFERENTS TRAITEMENTS ET PARAMÈTRES

Dans un souci de simplifier la présentation de l'étude, le tableau III.8 résume les notations utilisées pour chaque type de traitements et le paramètre étudié.

**Tableau III. 8** : Résumé des traitements thermiques et thermomécaniques et leur notation.

Notation	Traitements	Paramètre expérimental
316L <i>diss</i>	Recuit de dissolution à 1100° durant 30 min.	<i>Aucun</i>
Echantillons traités thermiquement		
316L <i>diss</i> + [700°,30'] 316L <i>diss</i> + [770°,30'] 316L <i>diss</i> + [850°,30'] 316L <i>diss</i> + [ 925°,30']	Recuit de dissolution à 1100° suivi d'un recuit pendant 30 min à 700°, 770°, 850° et 925° respectivement.	<i>Température variable</i>
316L <i>diss</i> + [925°,10'] 316L <i>diss</i> + [ 925°,30'] 316L <i>diss</i> + [925°,300']	Traitement de dissolution suivi d'un recuit à 925°C pour des durées de 10, 30 et 300 min respectivement.	<i>Durée variable</i>
Echantillons laminé à froid		
316L brut + 20% 316L <i>diss</i> + 10% 316L <i>diss</i> + 20% 316L <i>diss</i> + 30%	Recuit de dissolution à 1100° durant 30 min et refroidissement à l'air, puis une déformation plastique à froid par laminage à 10%, 20% et 30% respectivement.	<i>Déformation variable</i>
Echantillons laminé puis traités thermiquement		
316L <i>diss</i> + 10% + [925°,30'] 316L <i>diss</i> + 20% + [925°,30'] 316L <i>diss</i> + 30% + [925°,30']	Recuit de dissolution à 1100° durant 30 min et refroidissement à l'air, puis une déformation plastique à froid par laminage suivi d'un recuit à 925° pendant 30 min.	<i>Déformation variable</i>
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,10'] 316L <i>diss</i> + 20% + [925°,30'] 316L <i>diss</i> + 20% + [925°,300']	Recuit de dissolution à 1100° durant 30 min et refroidissement à l'air, puis un laminage à froid à 20% suivi d'un recuit à 925°.	<i>Durée variable</i>

**RESULTATS  
ET  
INTERPRETATIONS**

## IV.1. RÉSULTATS DE L'OBSERVATION MÉTALLOGRAPHIQUE

### IV.1.1. Echantillons traités thermiquement

La figure IV. 1 illustre l'état métallographique de l'acier inoxydable austénitique AISI316L après le recuit de dissolution à 1100°, aux grossissements G250 et G400. La discussion sera portée sur l'arrangement général et la densité surfacique des joints de macles qui apparaissent par l'attaque chimique en milieu très acide. Grâce aux techniques de traitement de l'image par amélioration du contraste, les micrographies en niveaux de gris obtenues sont nettes et illustrent bien le contour des grains et les macles.

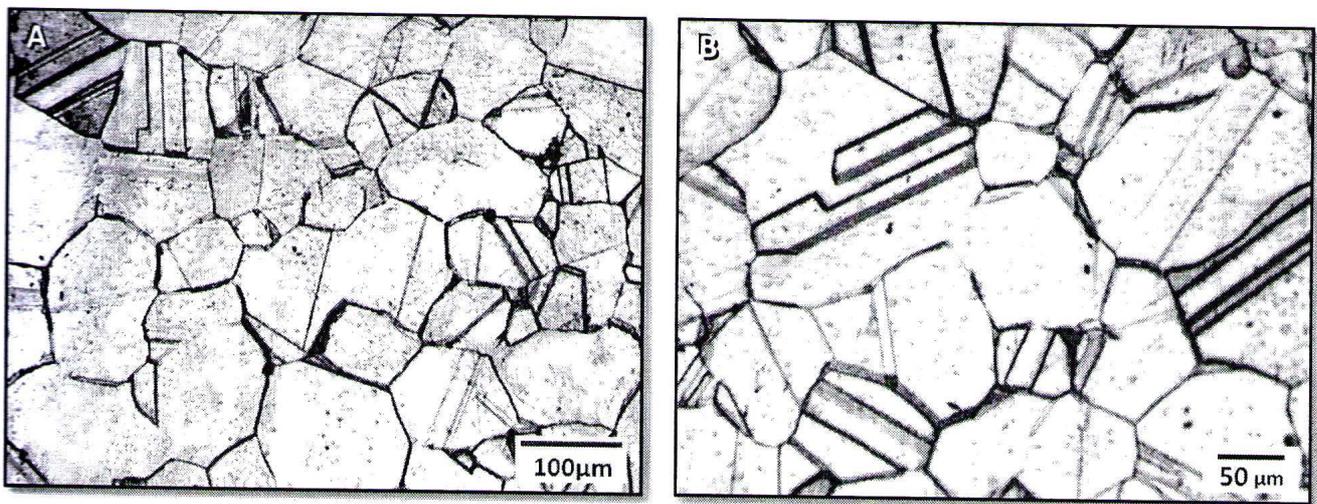


Figure IV. 1 : Microstructure du 316L *diss.*

Après le recuit à la température d'austénitisation pendant 30 minutes, on observe une structure maclée où plusieurs joints de macles traversent un seul grain. Néanmoins, certains grains paraissent non maclés.

L'acier 316L brut contient des carbures peu solubles ou inclusions dues à la très faible quantité de phosphore et de soufre présentes aux joints de grains sous forme de composés intermétalliques [36]. Le chauffage à 1100° assure la mise en solution de ces précipités au prix d'un grossissement notable des grains. Ce traitement implique également la suppression d'une partie de l'énergie de déformation issue du travail thermomécanique de l'élaboration de la tôle d'acier.

Les figures suivantes représentent l'état des échantillons d'acier 316L observé au microscope optique après des maintiens isothermes de 30 minutes aux températures : 700°, 770° et 850° respectivement. L'attaque chimique a permis de mettre en évidence la microstructure maclée.

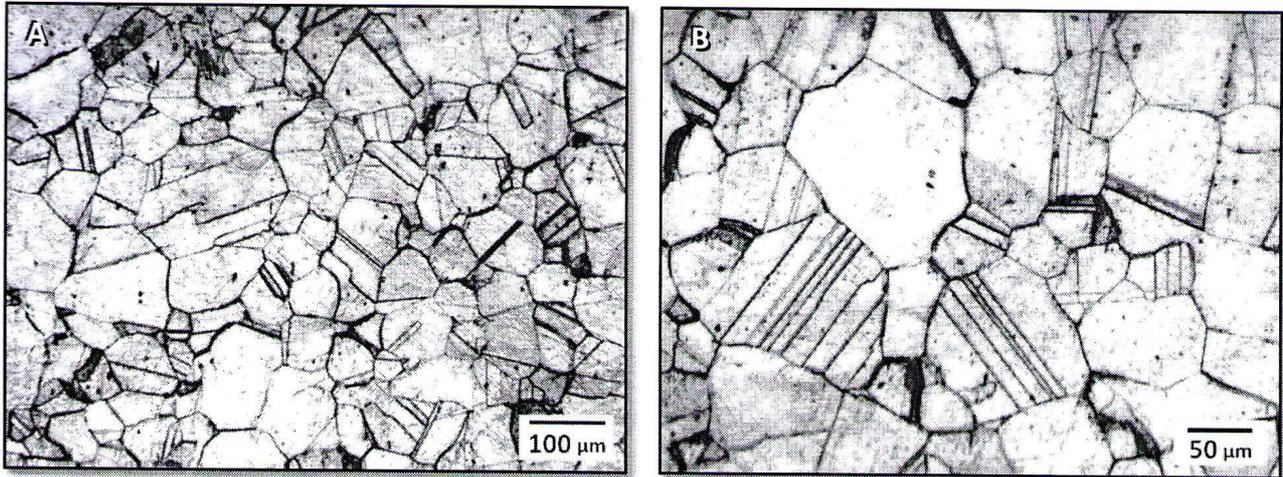


Figure IV. 2 : Microstructure du 316L *diss* + [700°, 30'].

La microstructure du 316L *diss* + [700°, 30'] est caractérisée par des cristallites plus ou moins réguliers, traversés par une panoplie de lignes correspondant à des joints de macles dont la majorité sont rectilignes et parallèles et dont l'épaisseur est généralement faible. Les macles traversent tout le grain et il y a de rares discontinuités le long des lignes de macles. On prévoit la formation de carbures intergranulaires dans ces conditions de traitement ce qui rend certains joints très réactifs à la solution chimique de l'attaque.

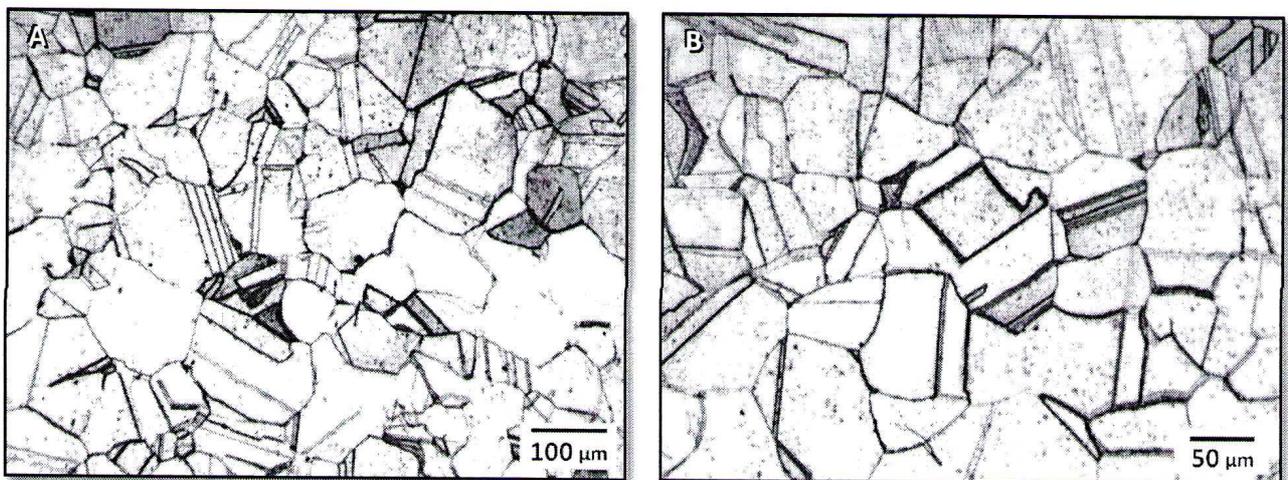
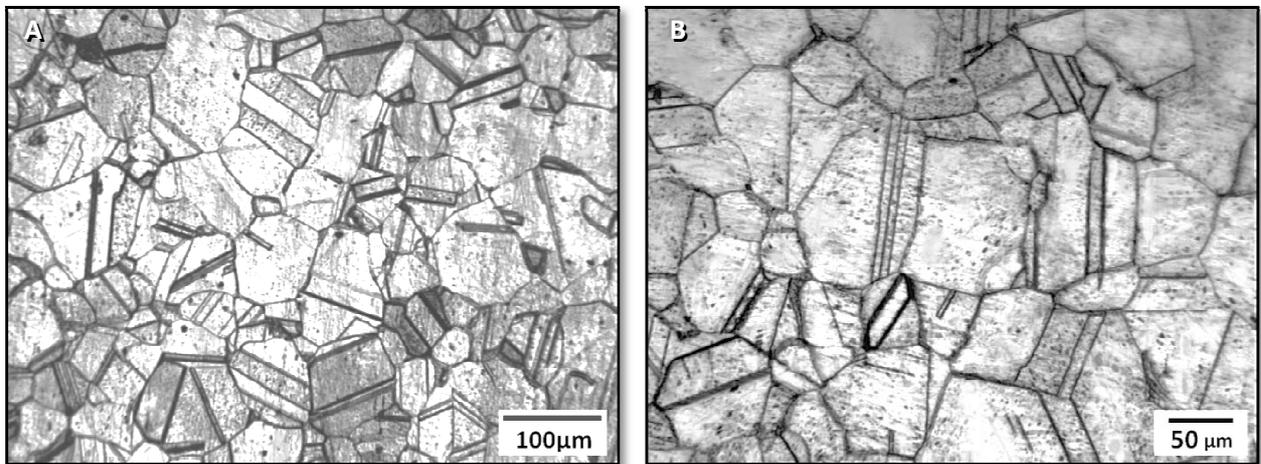


Figure IV. 3 : Microstructure du 316L *diss* + [770°, 30'].

Sur le plan poli et attaqué du 316L *diss* + [770°,30'], on remarque de nombreuses macles avec plus des décrochements qui leur donne une géométrie asymétrique. Quelques formes géométriques polyédriques de macles sont repérées sur les micrographies, signes de mouvement et de chevauchement entre les joints de macles. Ce phénomène peut être le résultat du mouvement thermiquement activé des joints de macles incohérents. Le diagramme TTP de l'acier 316L prévoit le début de la précipitation de carbures riches en chrome après le recuit à 770° pendant 30 minutes [5]. Ces particules formées aux niveaux des joints de grains généraux peuvent également coïncider avec des joints de macles incohérents. L'aspect de quelques macles plus épaissies favorise cette hypothèse.



**Figure IV. 6** : Microstructure du 316L *diss* + [850°, 30'].

L'aspect général de la microstructure du 316L *diss* + [850°, 30'] est analogue à l'état obtenu par le traitement [770°,30']. L'épaisseur des joints n'est pas uniforme ; les joints premiers à être attaqués sont les joints sites de précipitation. Les grains apparaissent davantage maclés que ceux des échantillons précédents du fait que l'élévation de la température implique un phénomène de maclage thermique lié à l'élévation de la température et à la grosseur du grain, également affectée par le processus thermique.

A cause de la limitation de la technique d'observation, un nombre de joints de macles composés de plusieurs défauts d'empilement parallèles et confinés apparaissent comme un seul joint épais.

Les figures IV.5, IV.6 et IV.7 représentent l'état microstructural des échantillons d'acier 316L après des maintiens isothermes à 925° à des durées de 10, 30 et 300 minutes respectivement.

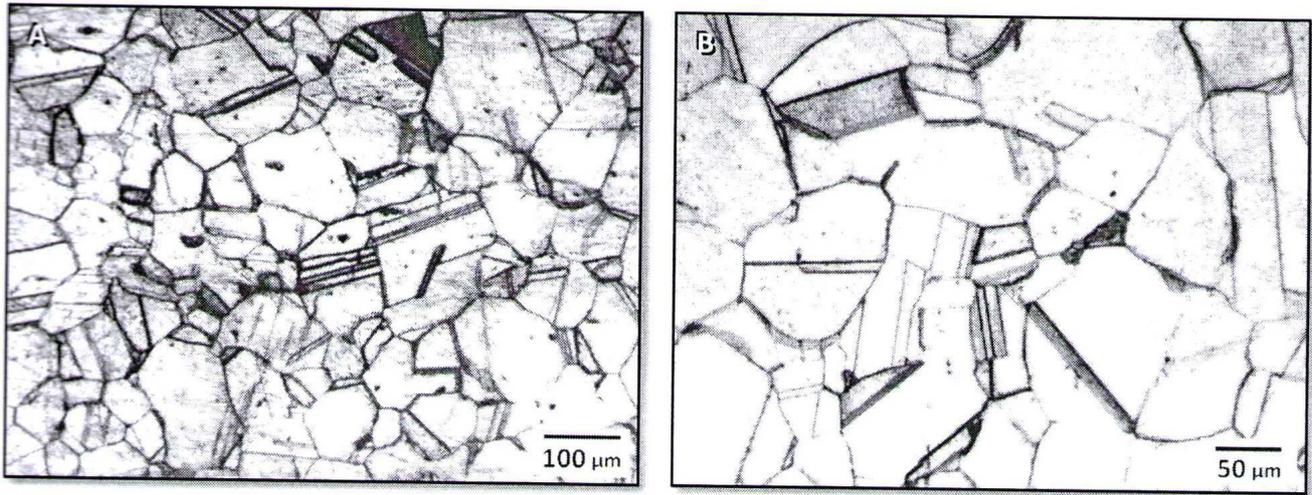


Figure IV. 5 Microstructure du 316L *diss* + [925°, 10'].

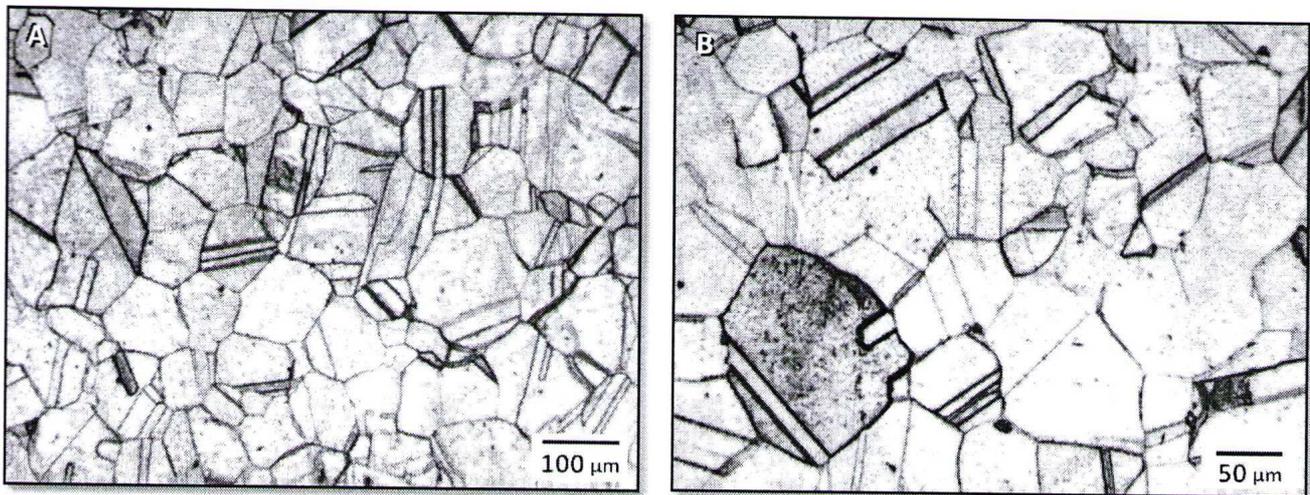


Figure IV. 6 Microstructure du 316L *diss* + [925°, 30'].

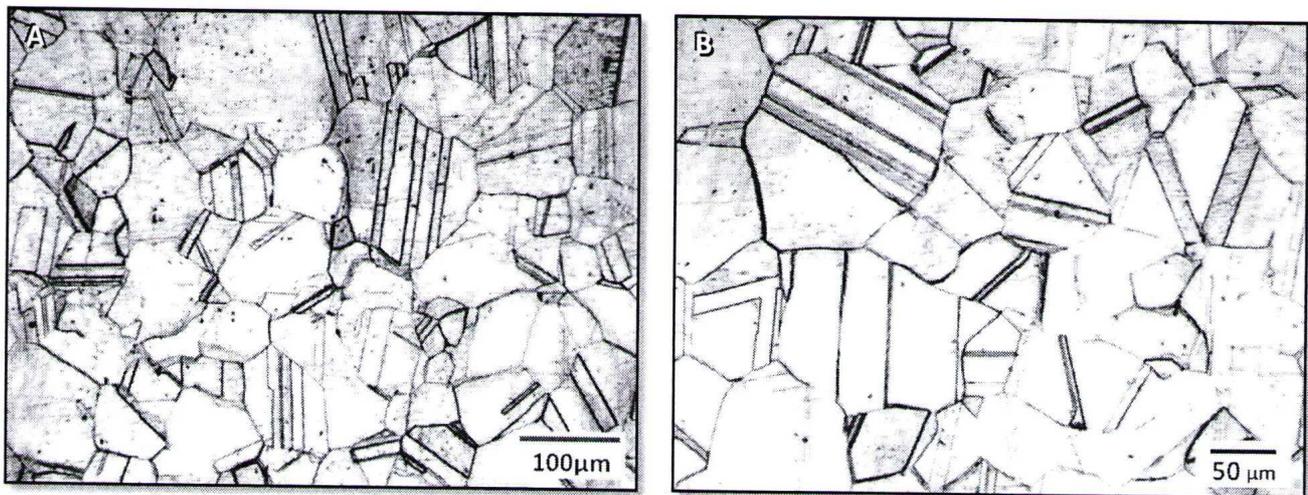


Figure IV. 7 Microstructure du 316L *diss* + [925°, 300']

Le traitement [925°, 10'] produit un réarrangement de la microstructure à haute température ; la thermodynamique ne prévoit pas de précipitation par ce traitement. Au-delà de 30 minutes, le recuit à 925° est dit de « stabilisation » car il engendre la formation de précipités de carbures intragranulaires. Concernant les macles, des lignes de macles semblent plus fréquentes en prolongeant la durée du traitement. La croissance des joints de macles, de géométrie uniforme à travers le volume du cristal ne semblent pas être gênée par les carbures. Ceci peut être dû à la taille des germes de carbures, formés seulement après 30 minutes de recuit.

Dans le cas de l'échantillon 316L *diss* + [925°, 300'], la propagation des plans de macles dans la plupart des grains s'opère sans décrochements, malgré la croissance des carbures par le traitement [925°, 300']. La précipitation de phases intermétalliques à base de molybdène n'est pas prononcée dans ces conditions de traitement au point d'arrêter la progression d'un plan de macles.

Hormis le cycle thermique voulu, d'autres phases minoritaires peuvent se former au cours du refroidissement à partir de la température de recuit jusqu'à l'ambiante. La précipitation des carbures ou de sulfures est minime eu égard à la courte durée de refroidissement (10 minutes) à partir de 925°C et à la faible quantité de carbone et de soufre dans le matériau de départ. Cette précipitation est inévitable et se limitent à quelques joints de grains.

L'analyse préliminaire des résultats de l'observation au microscope optique des échantillons traités thermiquement met en valeur le recuit d'homogénéisation à 1100°C de la tôle d'acier 316L brut dans l'obtention d'une structure quasi austénitique après le refroidissement à l'air et la commodité de l'examen des joints des macles et des joints de grains.

Les recuits entre 700° et 925° produisent tous des carbures aux niveaux des joints de grains, sur quelques joints de macles et, à un degré moindre dans le volume des grains. Ceci implique un épaissement des joints au moment de l'attaque chimique révélatrice. Les macles de recuit sont présentes dans toutes les microstructures. L'analyse qualitative du réseau des macles permet de suivre l'influence de l'élévation de la température et de la durée du maintien isotherme à 925° sur le phénomène de maclage des échantillons d'acier inoxydable austénitique AISI 316L.

#### IV.1.2. Echantillons laminés à froid

Les figures IV. 8, IV. 9 et IV. 10 illustrent l'état métallographique des échantillons d'acier 316L après le laminage à l'ambiante, les taux de déformations rationnelles sont 10%, 20% et 30%. L'examen des structures après attaque chimique nous a permis de différencier les situations parvenues. La flèche horizontale indique la direction de laminage.

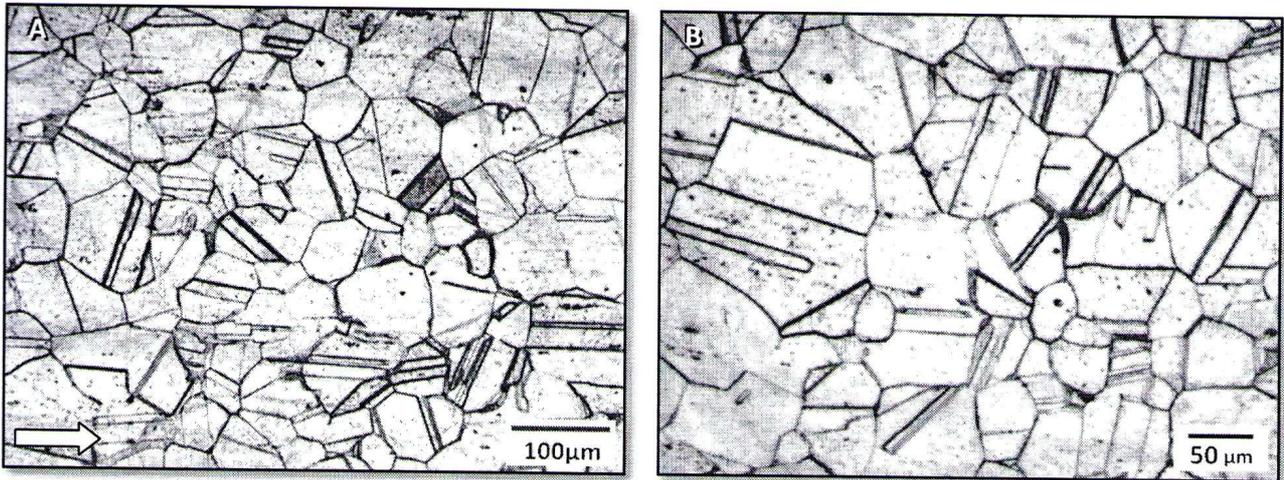


Figure IV. 8 : Microstructure du 316L *diss* + 10% ; la flèche indique la direction de laminage.

La déformation à 10% n'a pas abouti à un écouissage significatif des cristaux. Comparé au 316L dissolu non déformé, le 316L *diss* + 10% semble conserver sa structure isotrope. Aucun glissement n'est repéré sur le plan poli ce qui laisse à supposer que le maclage mécanique comme mode de déformation prédominant. Les macles apparaissent clairement sur les images du 316L *diss* laminé à 10% sous forme de nombreuses lignes parallèles et multipliées. Plusieurs macles sont alignées suivant la direction de laminage.

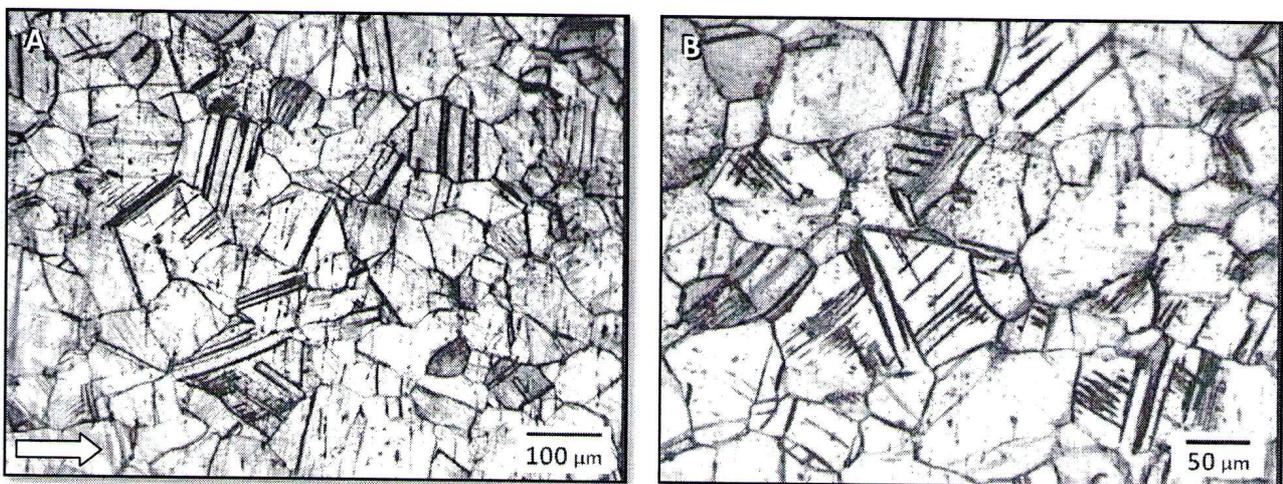
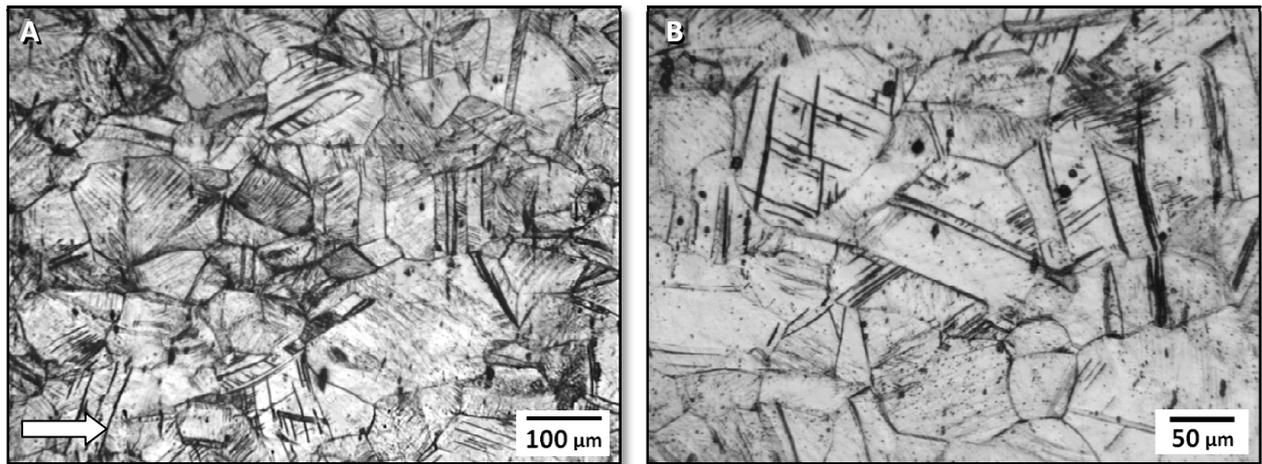


Figure IV. 9 : Microstructure du 316L *diss* + 20%.



**Figure IV. 10** :Microstructure du 316L *diss* + 30%.

Quand la déformation rationnelle dépasse 10%, la microstructure devient chargée d'autres éléments tels que les bandes de glissement (BD) visibles à l'échelle du microscope optique. Les BD possèdent une à deux orientations par grains et ne débordent pas le contour du cristal déformé. Le volume maclé dans le grain est affecté par le glissement mécanique. A 20% et 30% d'écroutissage, on observe l'apparition d'une morphologie de défauts linéaires très fines et confinées. Ces défauts résultent d'un cisaillement des plans cristallographiques suivant une ou deux directions par grain.

Une observation complémentaire du 316L brut laminé à 20% permet d'examiner la microstructure maclée sans traitement de dissolution. La discussion des résultats sera portée sur l'influence de la finesse de taille de grains et le processus de déformation plastique à froid à 20%. La figure IV. 11 montre une absence d'allongement significatif de grains et des bandes de glissement. Le réseau de joints semble absorber l'énergie de déformation de sorte que le métal conserve sa structure initiale à ce faible taux de laminage.

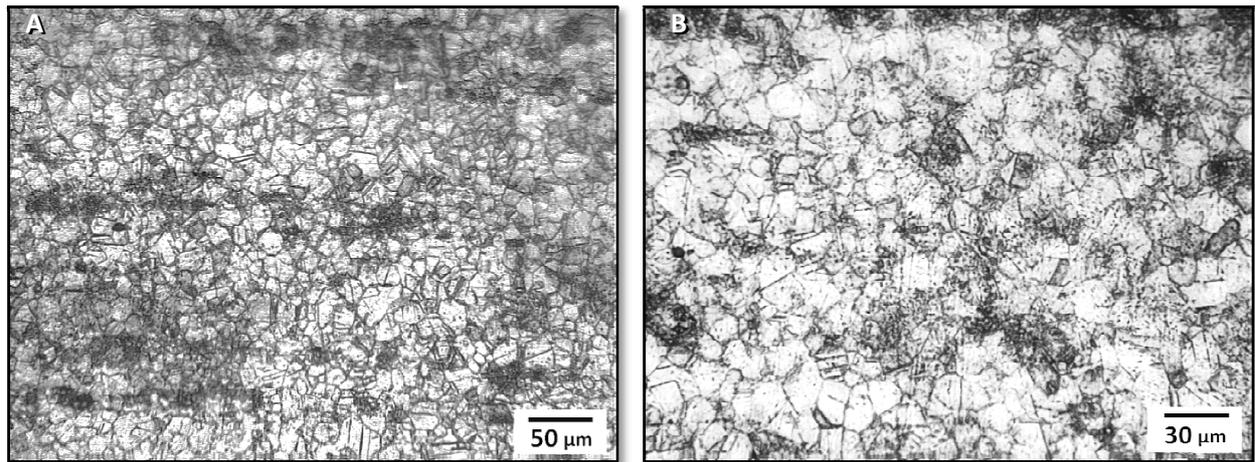


Figure IV. 11 : 316L brut laminé à 20%.

#### IV.1.3. Echantillons laminés puis traités thermiquement

Les images suivantes illustrent l'état microstructural des échantillons homogénéisés, refroidis à l'air, laminés à froid à 10%, 20% et 30%, traités thermiquement à 925° pendant 30 minutes puis refroidis à l'air.

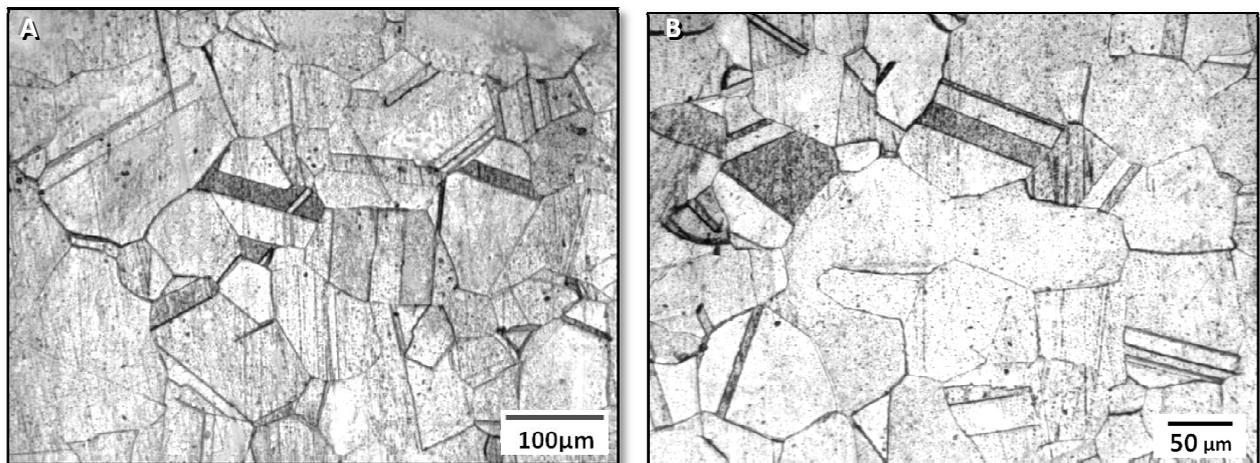
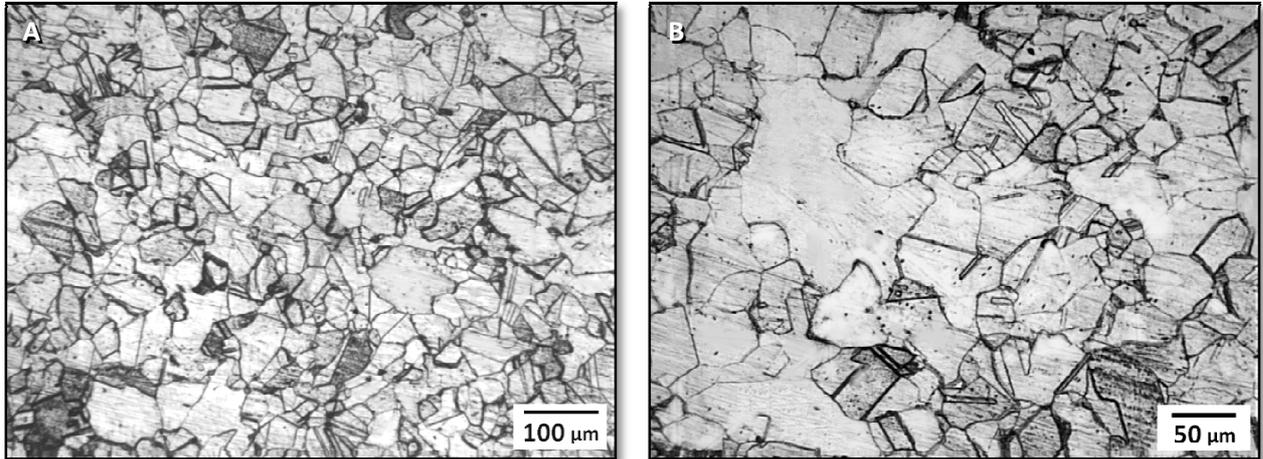


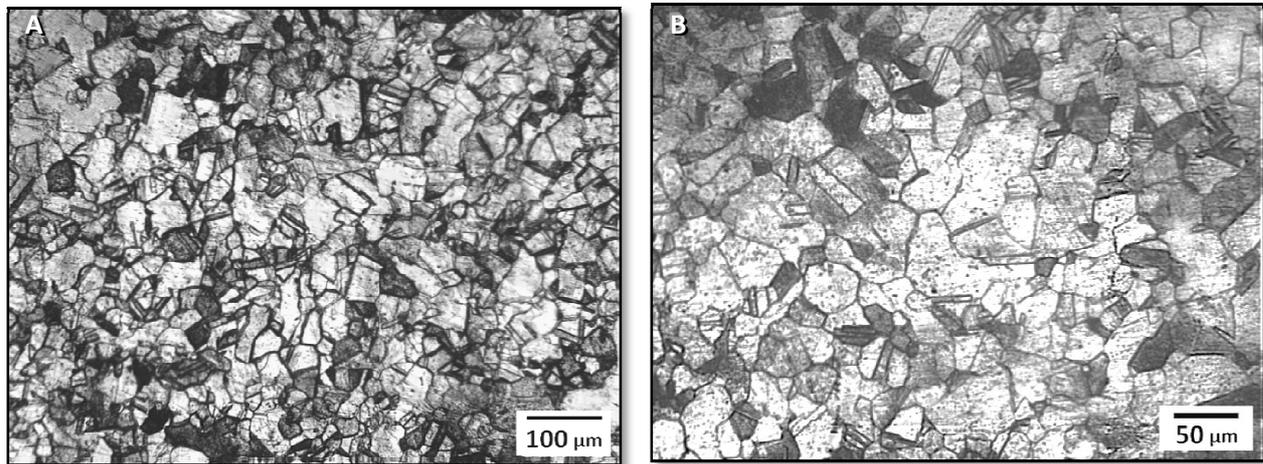
Figure IV. 12 : Microstructure du 316L *diss* + 10% + [925°, 30'].

Après 30 minutes de recuit à 925°, la microstructure déformée à 10% se trouve restaurée. La restauration de la microstructure est un phénomène qui précède la recristallisation des grains austénitiques où l'activation thermique permet de libérer l'énergie emmagasinée durant le laminage à froid par le réarrangement des dislocations et le mouvement des joints. Sur le plan poli, on observe quelques grains abondamment grossis où presque aucune macule n'apparaît.

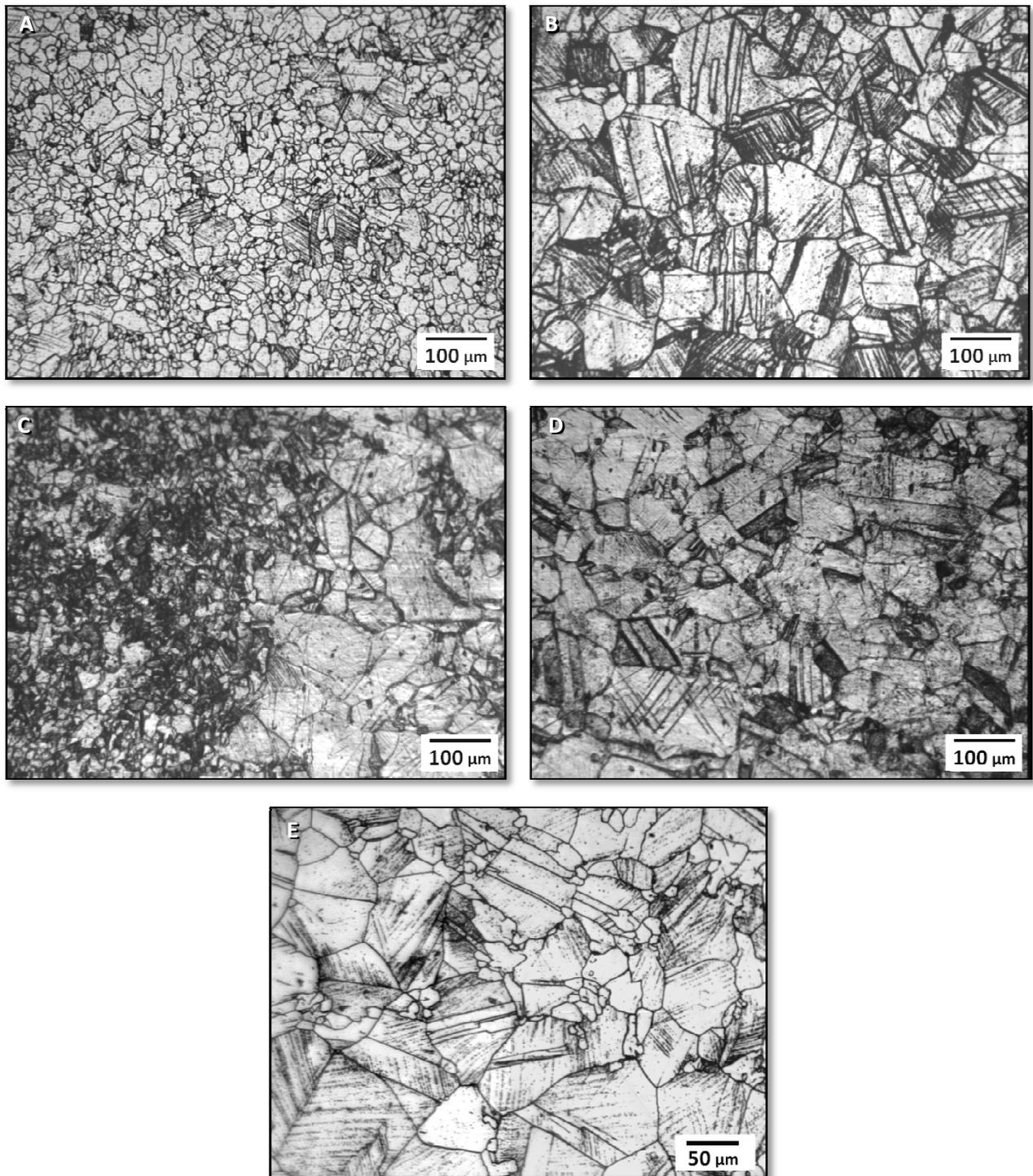
Les figures IV. 13 jusqu'à IV. 16 dévoilent l'état microstructural des échantillons dissous, refroidis à l'air et laminés à froid (20% te 30%) puis recuit à 925° et refroidis à l'air.



**Figure IV. 13** : Microstructure du 316L *diss* + 20% + [925°, 30'].



**Figure IV. 14** : Microstructure du 316L *diss* + 30% + [925°, 30'].



**Figure IV. 15 :** Microstructure du 316L *diss* + 20% + [925°, 10'].  
- A et C : fraction recristallisée à petits grains,  
- B, D et E : régions partiellement recristallisées à gros grains.

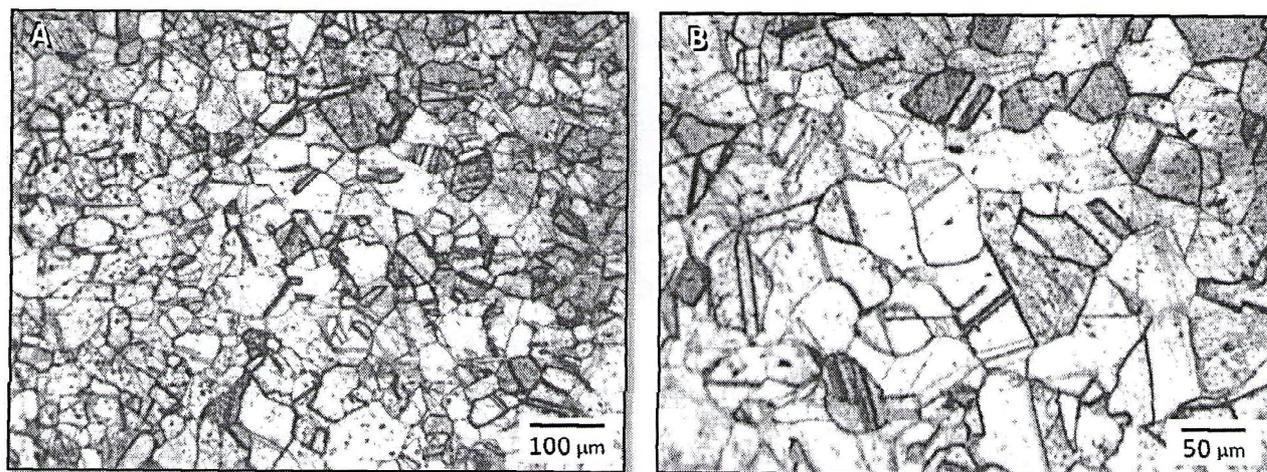


Figure IV. 16 : Microstructure du 316L *diss* + 20% + [925°, 300'].

Deux mécanismes d'adoucissement ont eu lieu dans le cas du recuit [925°, 30'] effectué sur l'acier inoxydable 316L prétraité, après déformation à froid de 20% et 30% : la restauration et la recristallisation. La structure recristallisée après 30% de déformation est plus fine et la forme polygonale des cristaux est visible contrairement à l'état du 316L *diss* + 20% + [925°, 30']. On attribue les états structuraux finals à l'effet de la quantité d'énergie de déformation (proportionnelle au taux de déformation) dans la cinétique de germination et de croissance de nouveaux grains.

L'observation des échantillons 316L *diss* + 20% traités thermiquement à 925° respectivement pendant 10 minutes et 30 minutes et 5 heures permet de suivre les conséquences du recuit à 925° qui sont essentiellement la recristallisation et la précipitation de carbures MC. Plusieurs petits grains nouvellement formés sont repérés après 10 minutes de recuit. Les grains croissent afin d'aboutir à une structure austénitique énergétiquement stable.

Les structures recristallisées présentent plusieurs joints de macles. Les joints de macles sont particulièrement distincts sur les micrographies par leur taille et leur forme rectiligne. Le contour des grains est distinct mais parfois fragmenté. La morphologie des grains est difficile à examiner par attaque chimique d'où l'intérêt d'une attaque sélective soignée pour une meilleure analyse automatique des paramètres du grain.

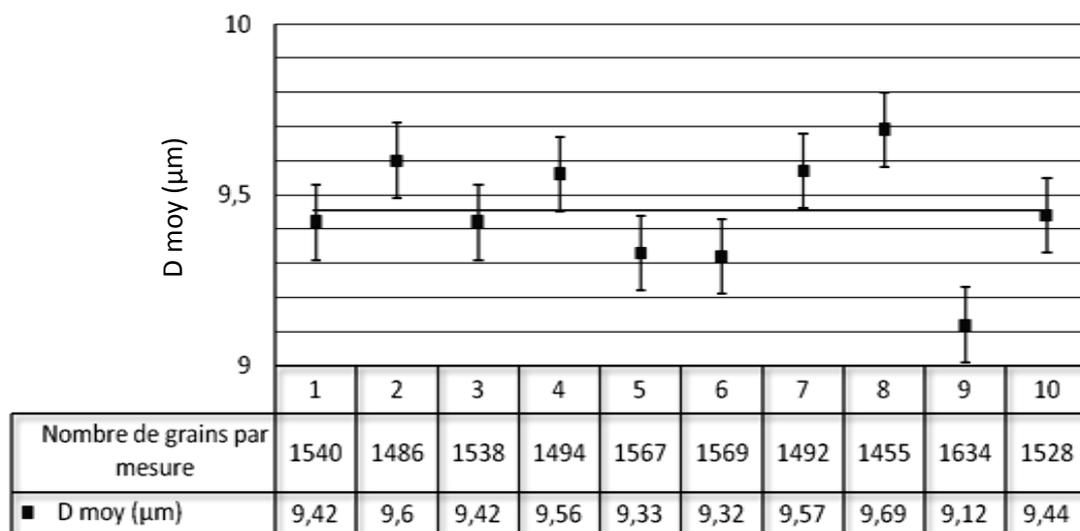
## IV.2. RÉSULTATS DE L'ANALYSE DE LA TAILLE DE GRAINS

L'analyse automatique de la taille de grains comprend le calcul du diamètre moyen des grains et la distribution moyenne des grosseurs de grains. Le logiciel d'analyse d'image utilisé (*Aphelion*) donne les valeurs du diamètre  $D$  calculé pour chaque grain.

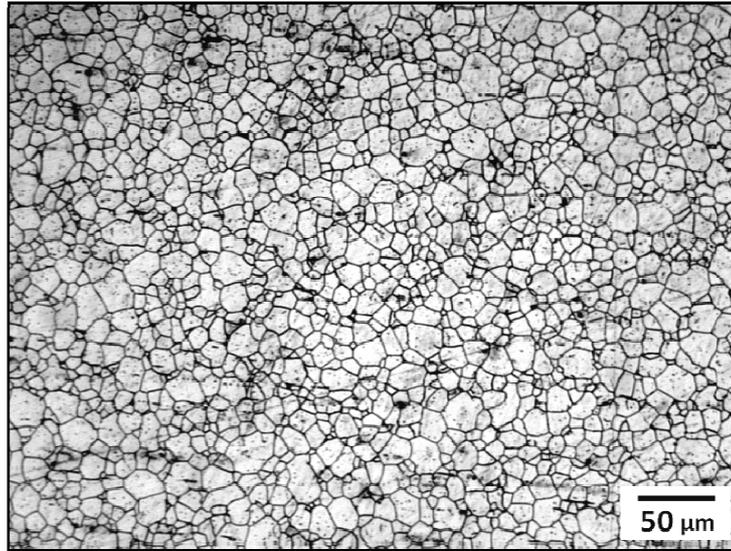
Un modèle théorique de distribution de la population des grains est établi. Les valeurs de  $D$  calculés sont ordonnées en plusieurs classes selon un *pas* approprié. Un pas de  $4\mu\text{m}$  est adéquat pour les structures fines telles que le 316L brut de départ, le 316L brut déformé et les microstructures recristallisées. En revanche, le pas de  $10\mu\text{m}$  est le plus approprié afin d'illustrer la distribution de tailles de grains des structures traités thermiquement ayant subi un grossissement de grains remarquable. Les histogrammes seront précédés par une illustration du réseau des joints de grains pour chaque échantillon. La valeur de  $D_{\text{moy}}$  est estimée à partir d'une dizaine de mesures différentes.

### IV.2.1. Echantillon brut non traité

La figure IV.17 comprend les valeurs de  $D_{\text{moy}}$  calculées et moyennées. Les images utilisées sont au grossissement 400 (micrographie IV. 18) ce qui accorde un champ d'analyse de 1530 grains en moyenne ( $Var = 4,54$ ). Le nuage de points s'approche de la moyenne  $9,45\mu\text{m}$  (ligne horizontale).

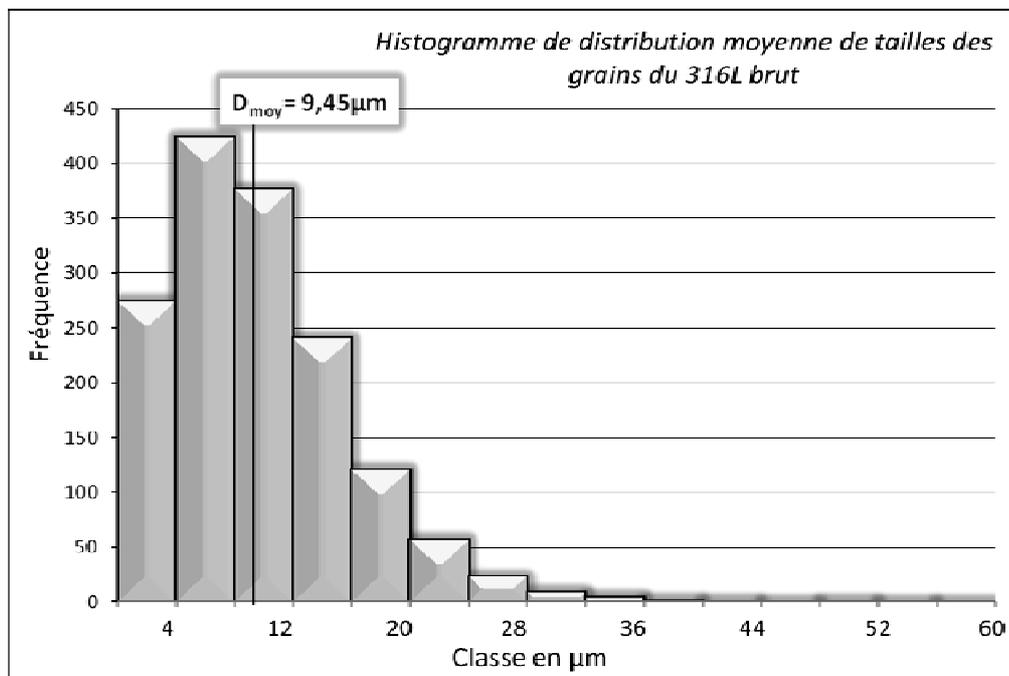


**Figure IV. 17 :** Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L brut non traité ( $D_{\text{moy}} (316\text{L brut}) = 9,45 \pm 0,11 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV. 18** : Observation de la structure des joints de grains du 316L brut.

Le tracé de la distribution moyenne de  $D$  est présenté sous forme d'histogramme (figure IV.19). Les valeurs (annexe 3) représentent la moyenne de 10 calculs de fréquences de classes. L'histogramme confirme d'une part la structure fine et normalisée des grains de la tôle d'acier inoxydable 316L brut à l'état de livraison et d'autre part la variation de la grosseur de grains sous forme de *fonction de distribution selon une loi statistique normale*.

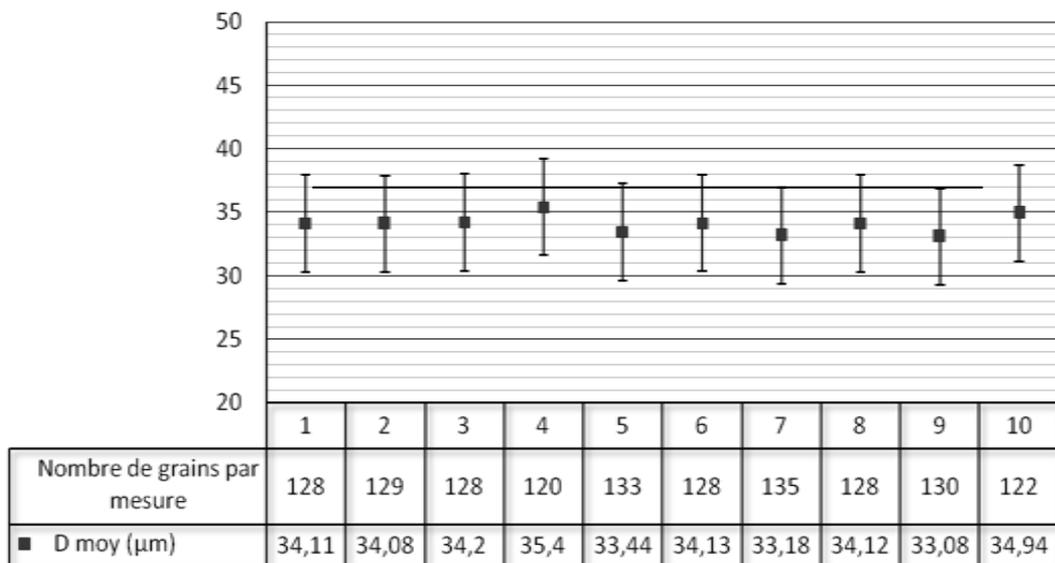


**Figure IV. 19** : Représentation de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L brut sous forme d'histogramme.

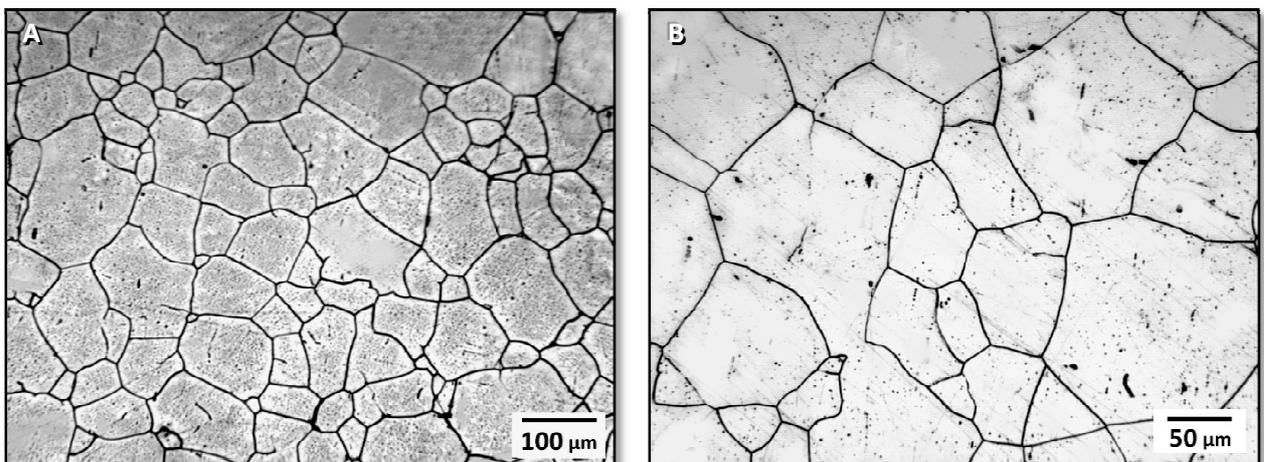
### IV.2.2. Echantillons traités thermiquement

#### ▪ Echantillon : 316L diss

La figure IV.20 illustre les valeurs de  $D_{\text{moy}}$  calculées et moyennées. L'agrandissement adéquat pour cet état microstructural est 250 (micrographie IV.21) qui accorde un champ d'analyse de 128 grains en moyenne ( $Var = 308,65$ ). Le nuage de points s'approche de la moyenne 34,07  $\mu\text{m}$  repérée par une ligne horizontale sur le graphe. Comparée à la structure de départ, une augmentation importante (environs 4 fois) de la taille de grains est constatée.



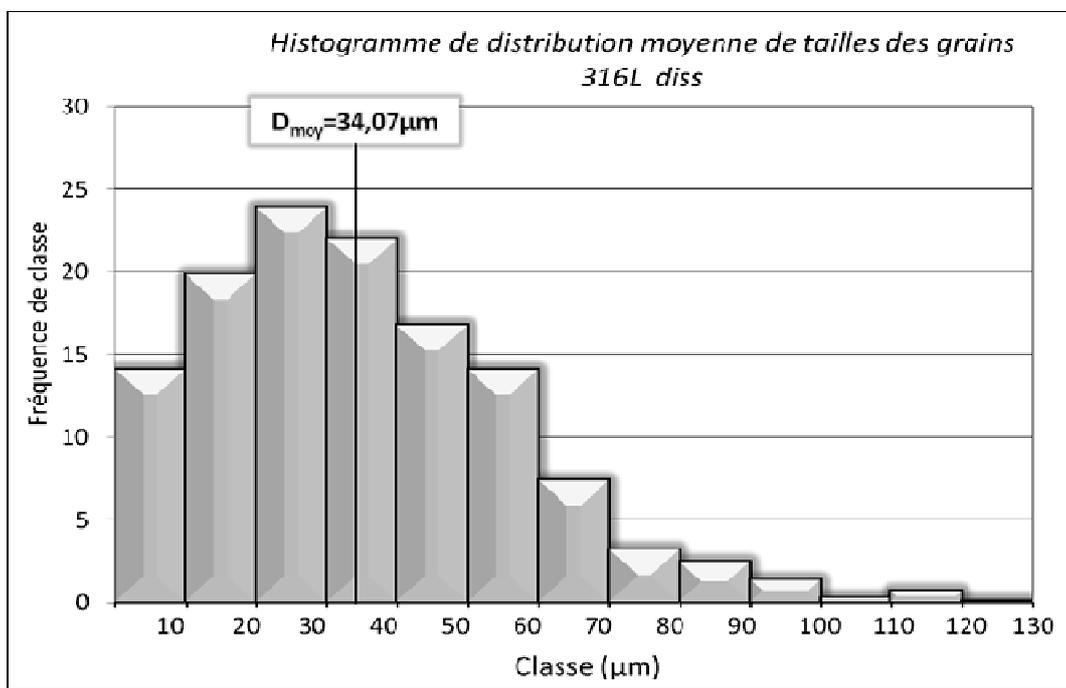
**Figure IV.20:** Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L diss ( $D_{\text{moy}} = 34,07 \pm 3,87 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV. 21 :** Observation des joints de grains du 316L diss (G250 et G400).

L'observation microstructurale de l'état homogénéisé à 1100°C (figures IV.21) montre le grossissement exagéré de certains grains qui semblent fragmentés à cause d'une probable dissolution de joints à haute température. On remarque aussi plusieurs joints de grains brisés et fragmentés isolés sur le plan de coupe du grain.

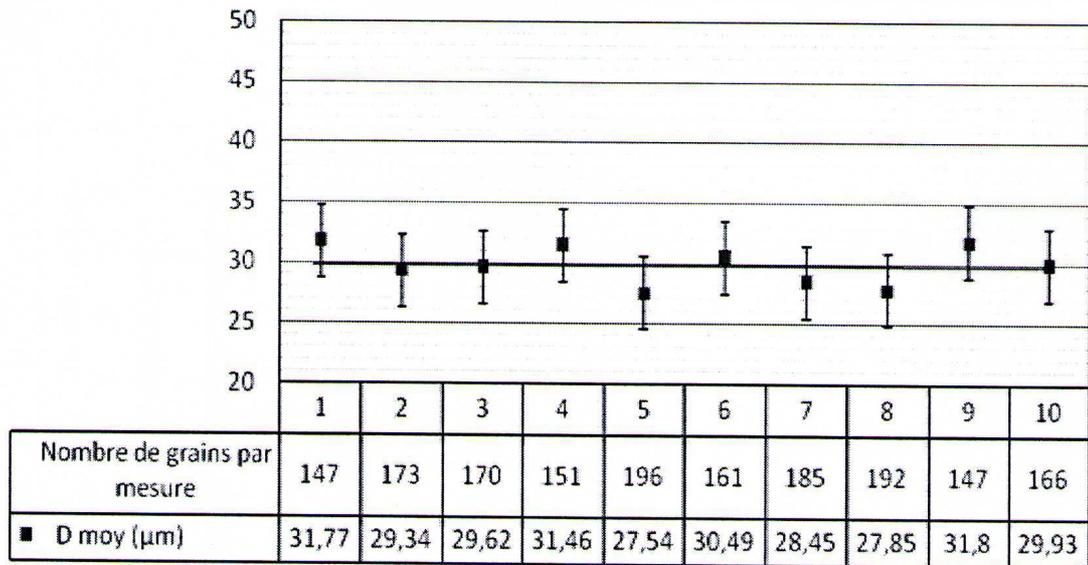
La variation de la grosseur de grains  $D$  est décelée par la distribution moyenne de  $D$  sous forme d'histogramme (figure IV.22). Comparé à l'état brut, on note un élargissement de la fonction de distribution moyenne et une chute du maxima due au traitement à 1100° et le refroidissement rapide (à l'air) à partir de cette température élevée.



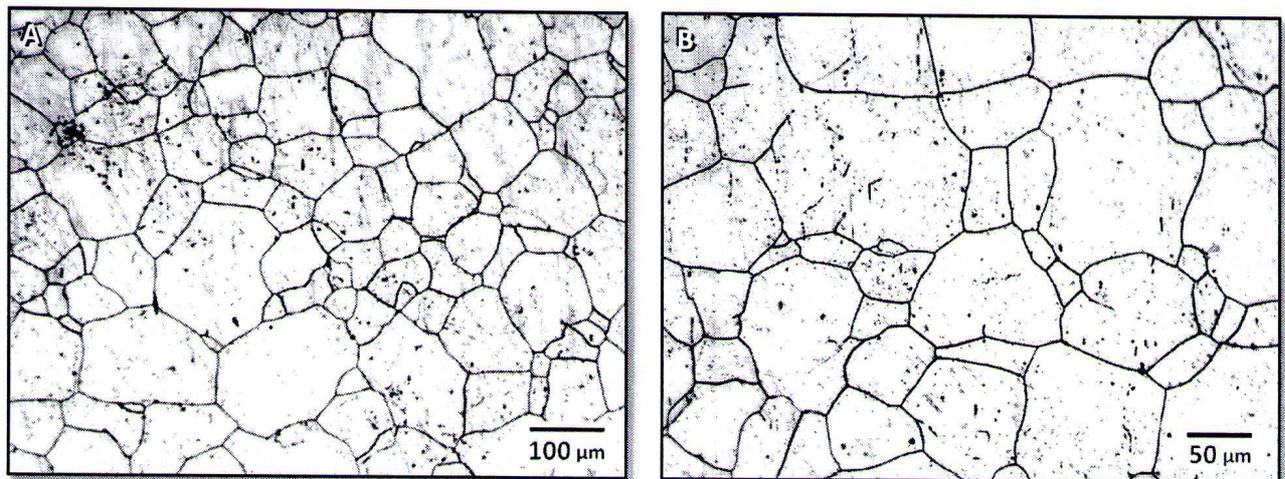
**Figure IV. 22 :** Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L *diss.*

- *Echantillon : 316L diss + [700°, 30']*

Après 10 minutes de maintien isotherme à 700°, la microstructure admet une taille de grains moyenne de 29,83  $\mu\text{m}$ . La figure IV. 23 représente la moyenne de  $D_{\text{moy}}$  sur une dizaine de mesures différentes au grossissement 250 et un champ moyen d'analyse contenant 168 grains par mesure ( $Var = 374,06$ ). Certaines valeurs divergent de la moyenne du fait que la microstructure admet un grossissement exagéré de certains grains.



**Figure IV. 23 :** Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L *diss* + [700°, 30'] ( $D_{\text{moy}} = 29,83 \pm 3,00 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV. 24 :** Observation des grains du 316L *diss* + [700°, 30'].

La figure IV.24 montre une morphologie de grains irrégulière. Certains gros grains sont affectés par des fragments de joints brisés et bordés par plusieurs grains de petite taille. Le suivi des variations de  $D$ , représentées sous forme d'histogramme de distribution moyenne sur une dizaine de mesures différentes (figure IV. 25) illustre cette évolution dans la grosseur des grains de l'échantillon 316L *diss* + [700°, 30']. On note un élargissement de l'histogramme entre l'état brut et l'état traité thermiquement ainsi qu'une chute du maxima de la fonction.

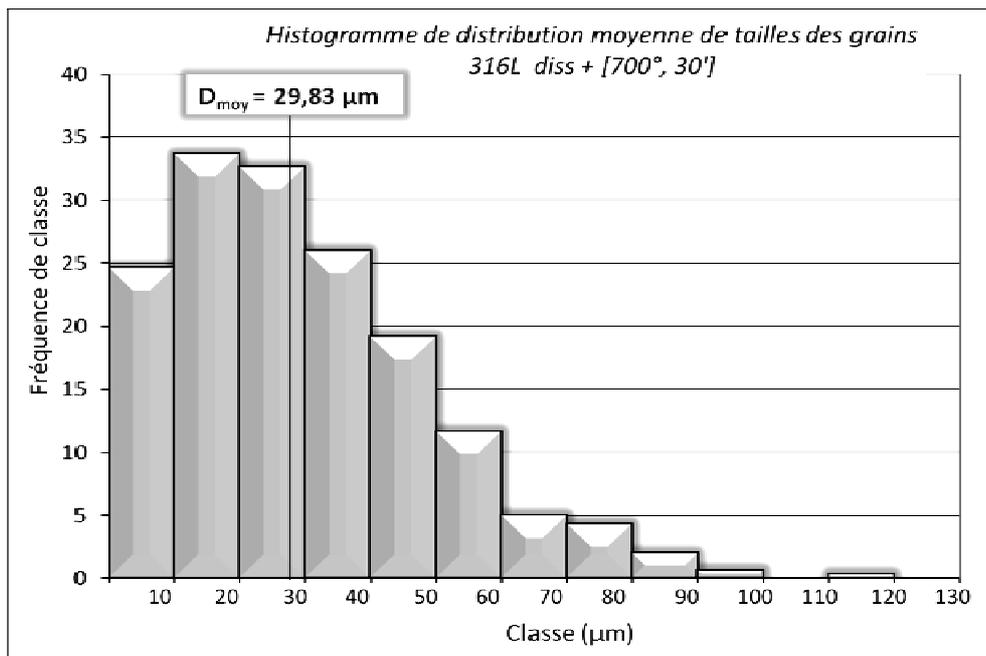


Figure IV. 25 : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L diss + [700°, 30'].

- Echantillon : 316L diss + [770°, 30']

La figure IV.26 illustre les valeurs de  $D_{moy}$  calculées et moyennées sur un champ moyen d'analyse contenant 133 grains par mesure ( $Var = 337,82$ ). Le nuage de points s'approche de 33,61  $\mu m$  qui est la taille moyenne de grains du 316L diss + [770°, 30']. La taille de grains moyenne demeure proche à celle après homogénéisation à 1100°.

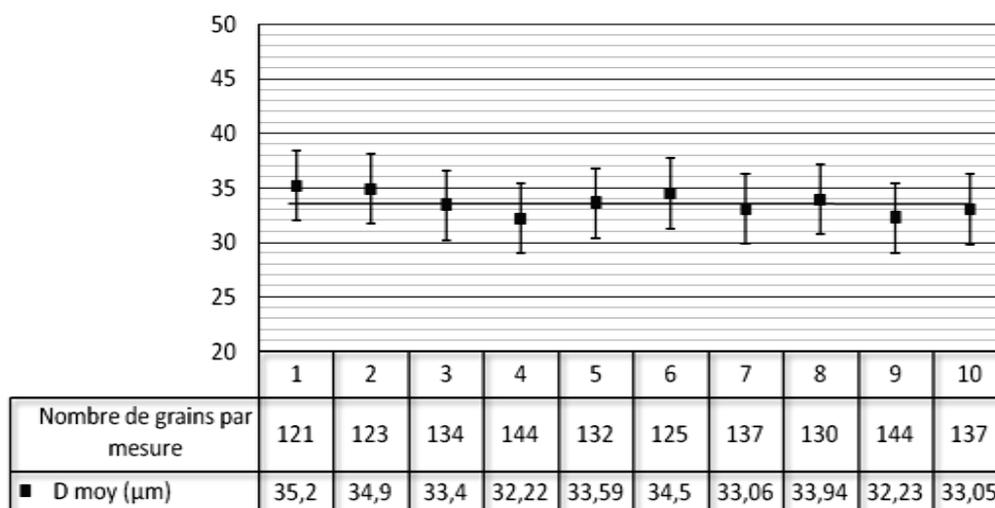
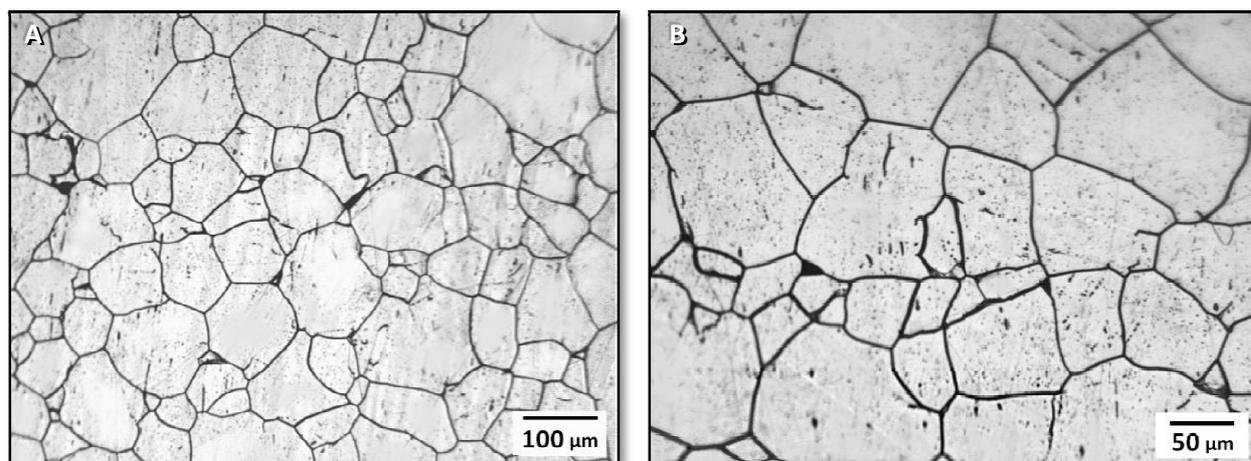
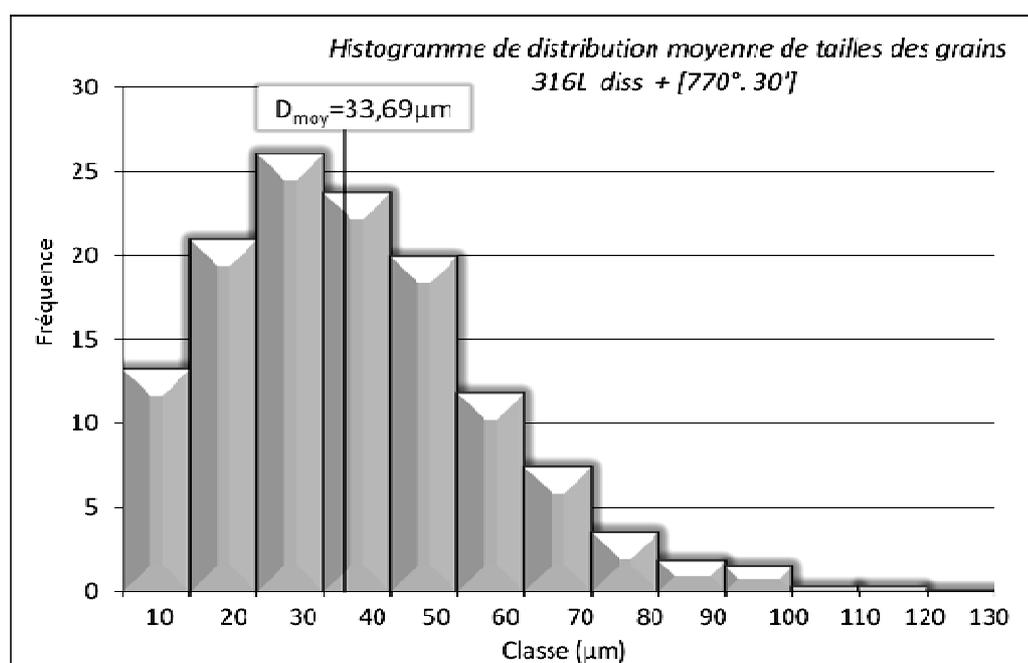


Figure IV.26 : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L diss + [770°, 30'] ( $D_{moy} = 33,61 \pm 3,20 \mu m$ ).



**Figure IV. 27** : Observation des grains du 316L *diss* + [770°, 30'].

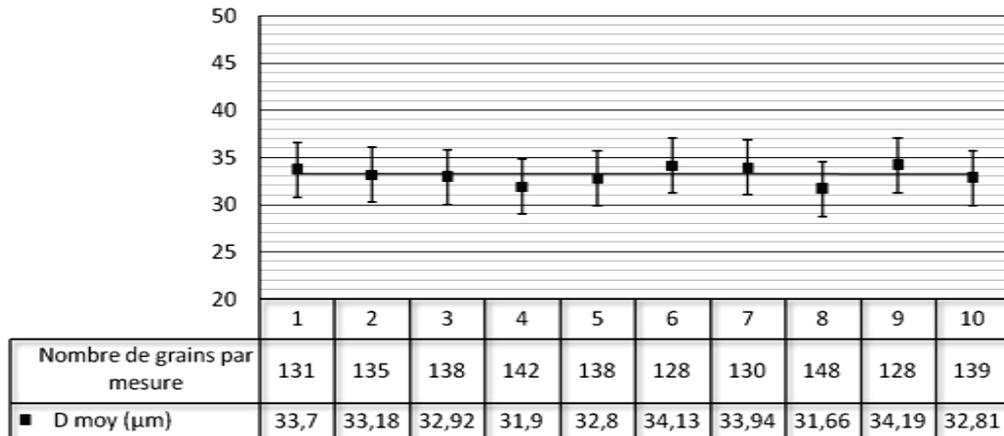
Sur les micrographies de la figure IV.27, certains joints de grains épais de géométrie asymétriques ont subi une attaque plus prononcée. A ces phénomènes thermiques s'ajoute la formation des premiers germes de carbures après 30 minutes de maintien à 770° [5]. Ceci peut être interprété par la formation de micropile locale au niveau du joint entre le précipité de carbure et la périphérie du joint appauvrie en cet élément (zone déchromée). La distribution moyenne des tailles de grains est donnée sous forme d'histogramme de figure IV.28.



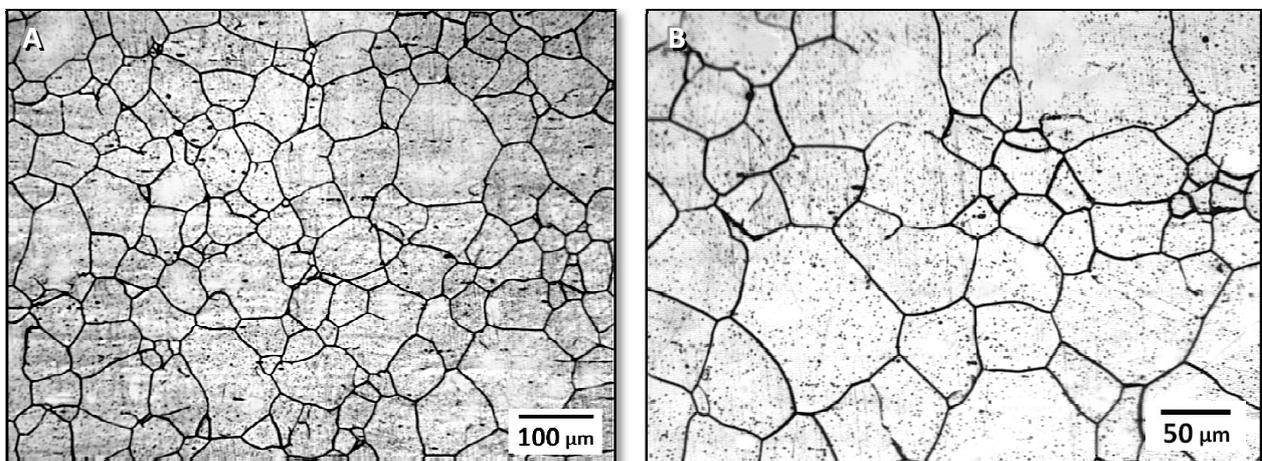
**Figure IV. 28** : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L *diss* + [770°, 30'].

- *Echantillon : 316L diss + [850°, 30']*

La figure IV.29 représente les résultats du calcul de  $D_{\text{moy}}$  moyennés sur un champ d'analyse contenant 136 grains par mesure. Le nuage de points s'approche de 33,12  $\mu\text{m}$  qui est la taille moyenne des grains du 316L *diss + [850°, 30']* avec une variance égale à 346,52.

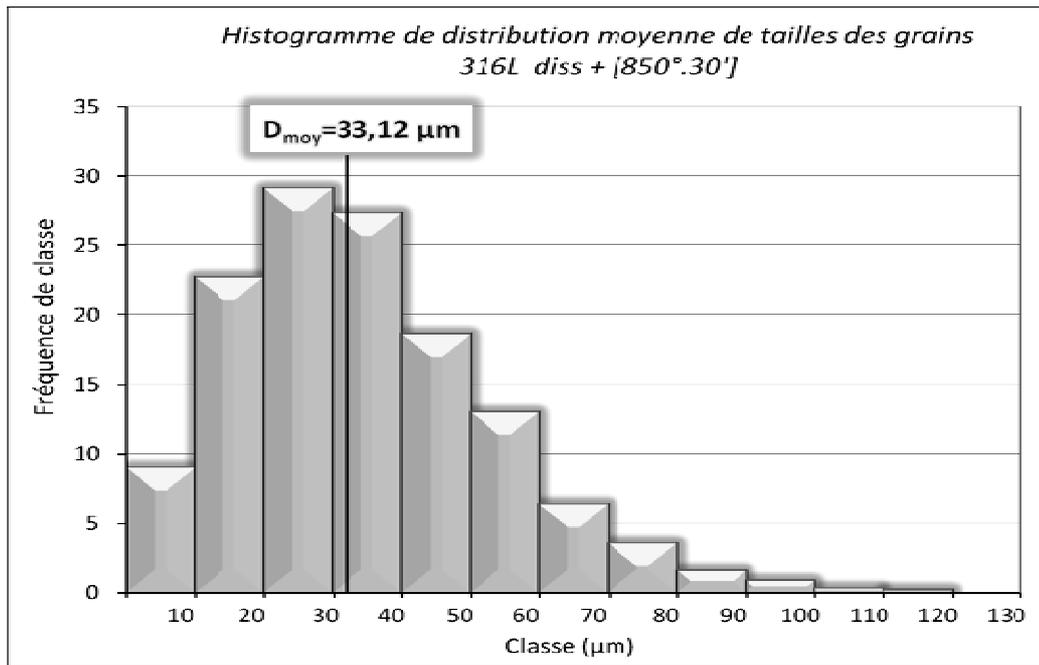


**Figure IV.29:** Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L *diss + [850°, 30']* ( $D_{\text{moy}} = 33,12 \pm 2,90 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV.30 :** Observation des grains du 316L *diss + [850°, 30']* (G250 et G400).

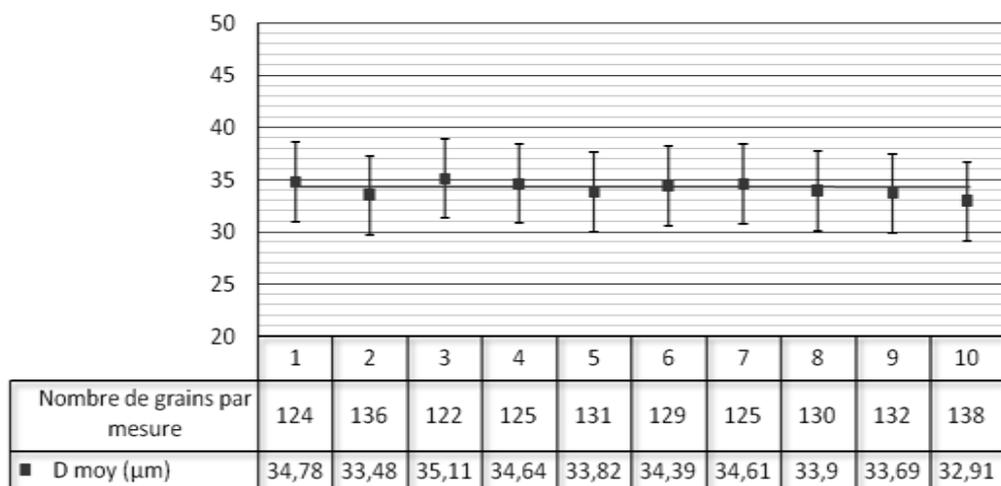
Après le traitement à 850° pendant 30 minutes, la microstructure du 316L présente les mêmes aspects comparés aux traitements à 770°. A ces phénomènes thermiques s'ajoute la formation de particules de carbures mixtes. Ceci peut ralentir la mobilité des joints de grains et expliquer la valeur moyenne de la taille de grains restée autour des 33 $\mu\text{m}$ . La distribution moyenne des tailles de grains est donnée sous forme d'historgramme (figure IV.31).



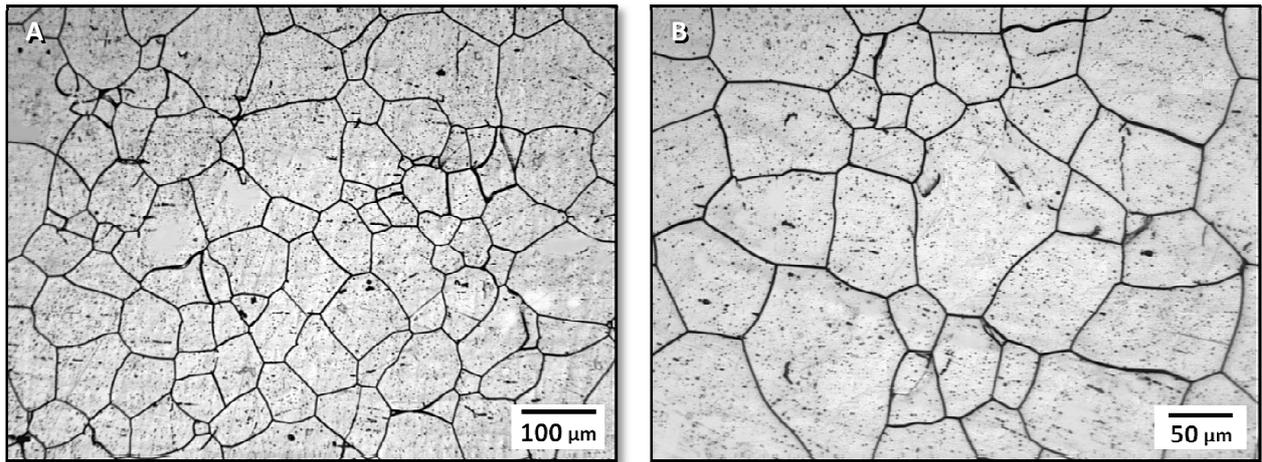
**Figure IV. 31** : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains de l'échantillon 316L diss + [850°,30'].

▪ *Echantillon : 316L diss + [925°, 30']*

La figure IV.32 illustre les valeurs de  $D_{moy}$  calculées et moyennées sur un champ d'analyse contenant 129 grains par mesure ( $Var = 483,15$ ). Le calcul de la taille moyenne de grains et l'observation par microscopie optique (figure IV.33) révèle un grossissement des grains important, similaire à toutes les structures traitées thermiquement.

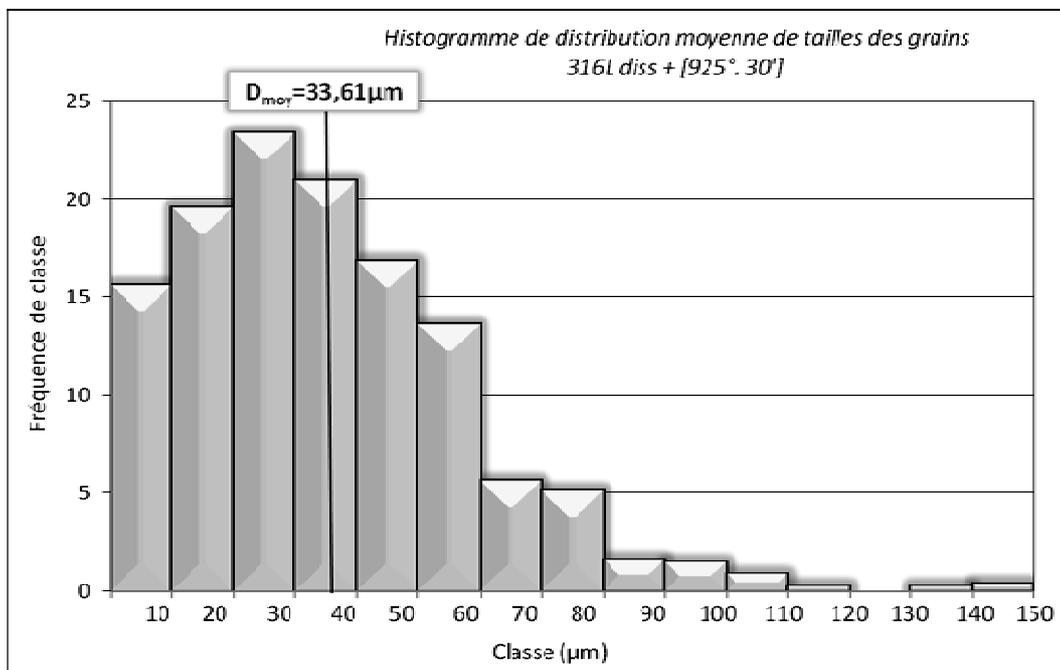


**Figure IV.32** : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains de l'échantillon 316L diss + [925°, 30'] ( $D_{moy} = 33,61 \pm 3,60$  µm).



**Figure IV. 33** : Observation des joints de grains du 316L *diss* + [925°, 30'].

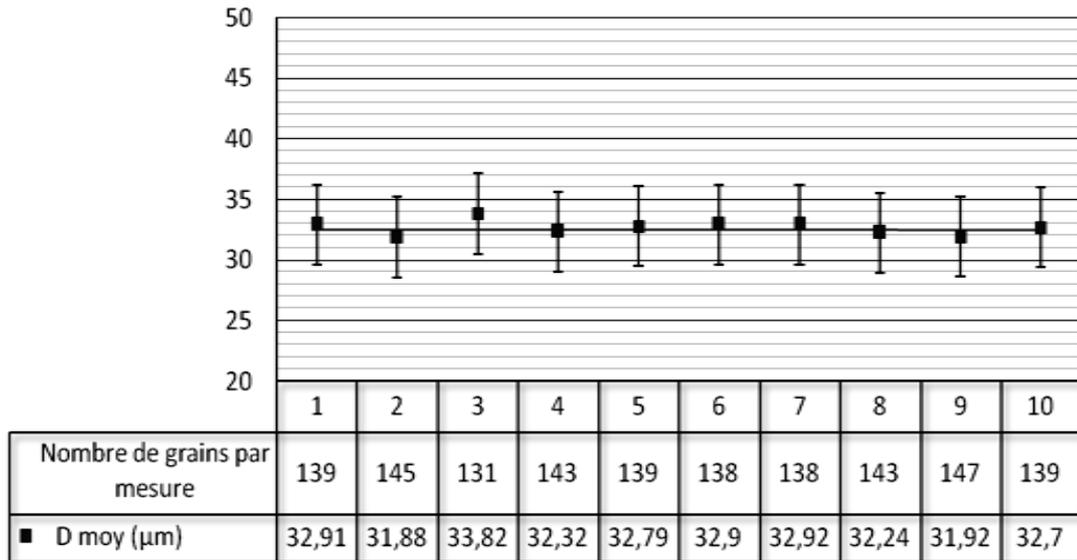
Après le traitement à 925° pendant 30 minutes, la microstructure de l'acier 316L présente des grains plus réguliers et à des grosseurs graduelles. Cet aspect est mis en évidence par la distribution moyenne de la taille des grains (figure IV. 34). La germination de précipités de carbures fins prévue à cette température semble affecter la mobilité des joints de grains ; la moyenne de la taille de grains est restée autour des 34μm malgré le recuit à 925° qui est une température élevée (l'échantillon est rouge à la sortie du four).



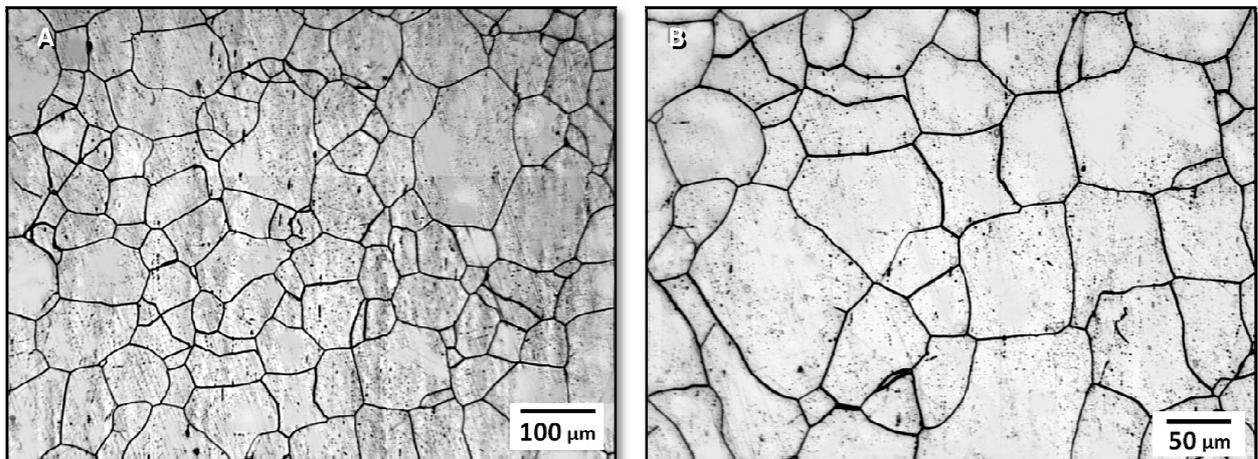
**Figure IV. 34** : Tracé de la distribution moyenne de la taille des grains du 316L *diss* + [925°,30'].

- *Echantillon : 316L diss + [925°, 10']*

Après 10 minutes de maintien isotherme à 925°C, la microstructure admet une taille de grains moyenne équivalente à celle après homogénéisation à 1100°C. Le calcul est fait sur 140 grains par plage de mesure au grossissement 400 (figure IV. 35) ce qui implique une variance de 442,72.

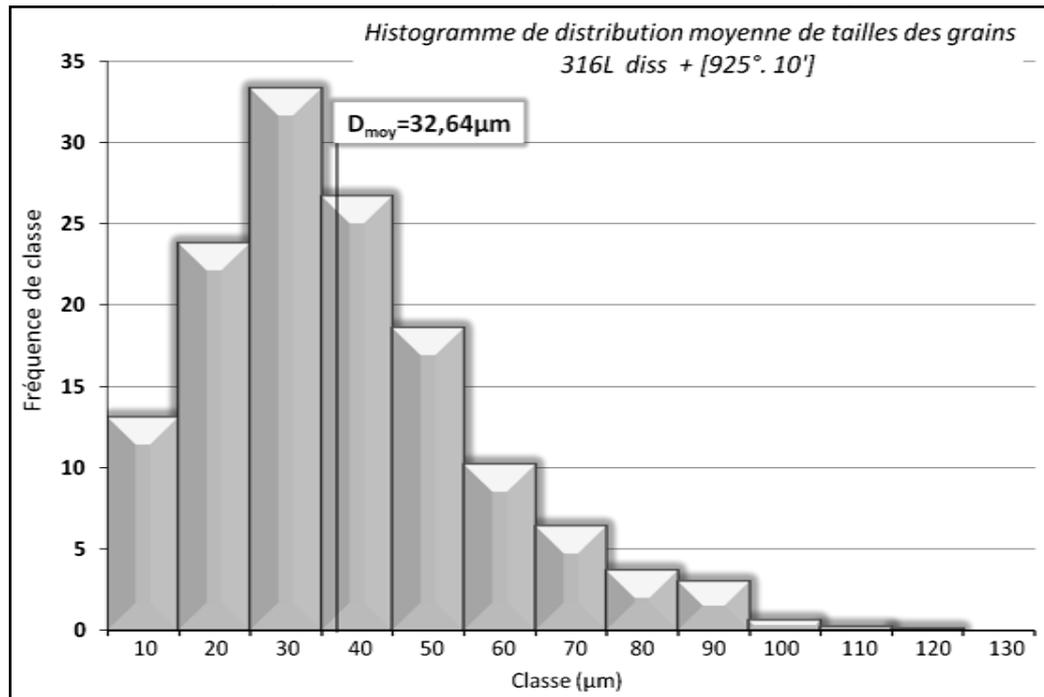


**Figure IV. 35:** Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L *diss + [925°, 10']* ( $D_{\text{moy}} = 32,64 \pm 3,30 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV. 36 :** Observation des joints de grains du 316L *diss + [925°, 10']*.

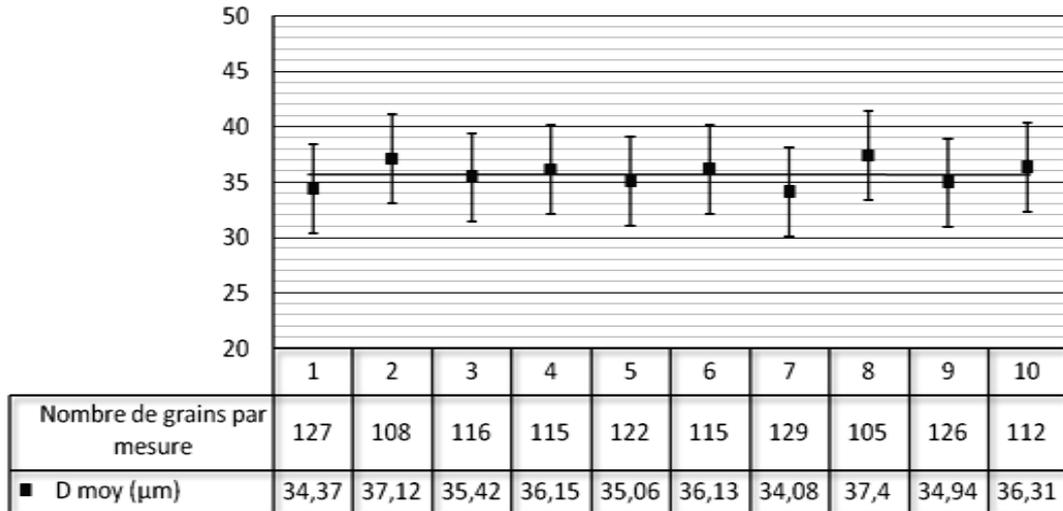
La microstructure de l'acier 316L homogénéisée puis recuite à 925° pendant 10 minutes présente une distribution de taille de grains représentée par l'histogramme IV.37. Comparé à l'état avant l'enfournement, le tracé de la distribution moyenne de la taille des grains présente une élévation du pic maxima dû au grossissement des cristaux. L'effet d'un tel traitement est essentiellement l'activation de la mobilité des joints à haute température et la diffusion atomique des éléments chimiques en solution solide dans l'austénite.



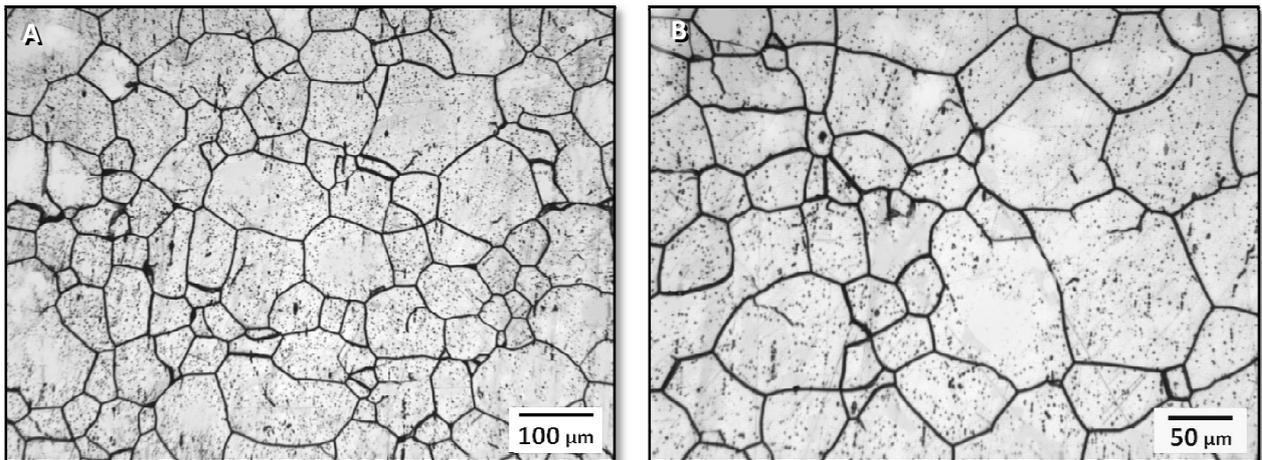
**Figure IV. 37** : Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L *diss* + [925°, 10'].

- *Echantillon : 316L diss + [925°, 300']*

Le calcul de taille moyenne de grains est fait sur 10 mesures et 117 grains par mesure avec une variance de 442,72 (figure IV.38 et IV.39). La taille de grains moyenne est autour de 35,7µm après 5 heures de maintien à haute températures (925°C). La croissance de précipités fins de carbures MC prévue dans ces conditions de traitement tend à réduire la cinétique des joints de grains de sorte que l'augmentation de la taille de grains entre 30 et 300 minutes de recuit est minime.



**Figure IV. 38** : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains du 316L *diss* + [925°, 300'] ( $D_{\text{moy}} = 35,70 \pm 3,80 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV. 39** : Observation des joints de grains du 316L *diss* + [925°, 300'].

L'analyse de l'état microstructural après 5 heures de maintien isotherme à 925° montre l'accomplissement du grossissement et de la polygonisation des grains. Cependant, les joints de grains brisés continuent à apparaître sur les micrographies ce qui indique une probable présence de joints différents des joints généraux, tels que les joints de macles et les joints de coïncidence. La distribution moyenne de la taille des grains (histogramme IV.40) est de plus en plus étalée.

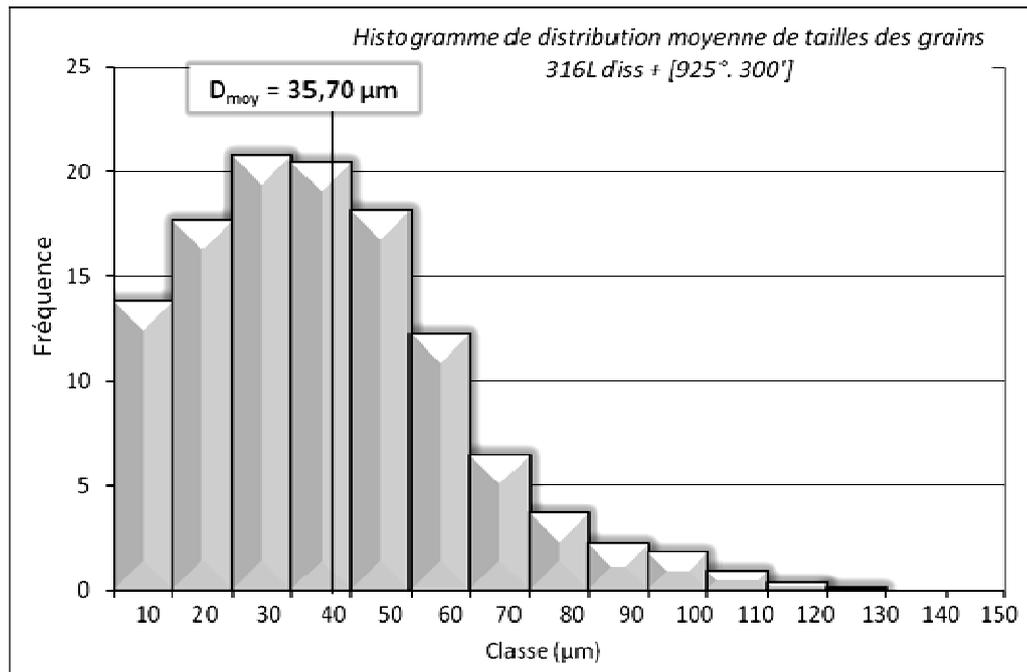


Figure IV. 40 : Distribution moyenne des tailles de grains du 316L diss + [925°, 300'].

#### IV.2.3. Echantillons laminés

- Echantillon : 316L brut + 20%

La figure IV.41 représente l'observation au microscope optique des grains du 316L brut laminé à froid à un taux de déformation rationnelle égale à 20%, la direction de laminage étant horizontale. La contrainte purement mécanique sans recuit de recristallisation n'affecte que la forme et l'orientation cristallographique et la morphologie des grains. La taille de grains moyenne est similaire à celle du 316L brut de départ (10,12 $\mu m$ ).

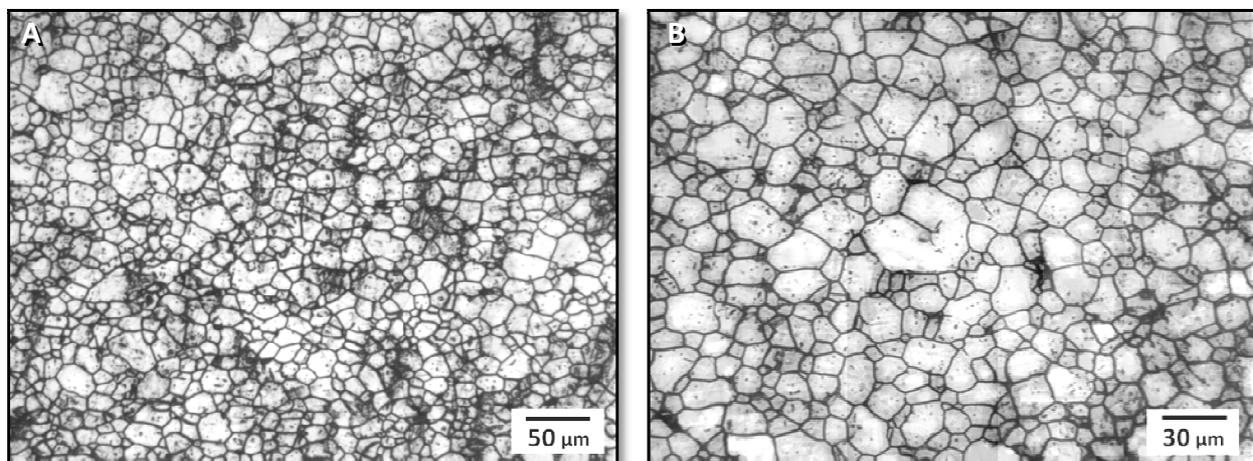
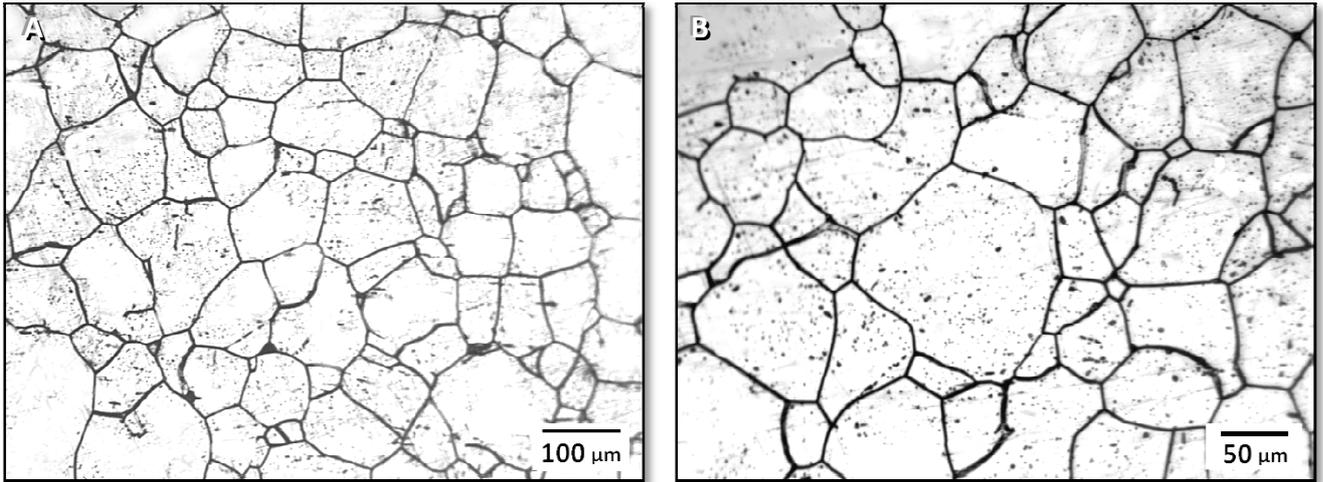


Figure IV. 41 : Observation des joints de grains du 316L brut + 20%.

- *Echantillon : 316L diss + 10%*

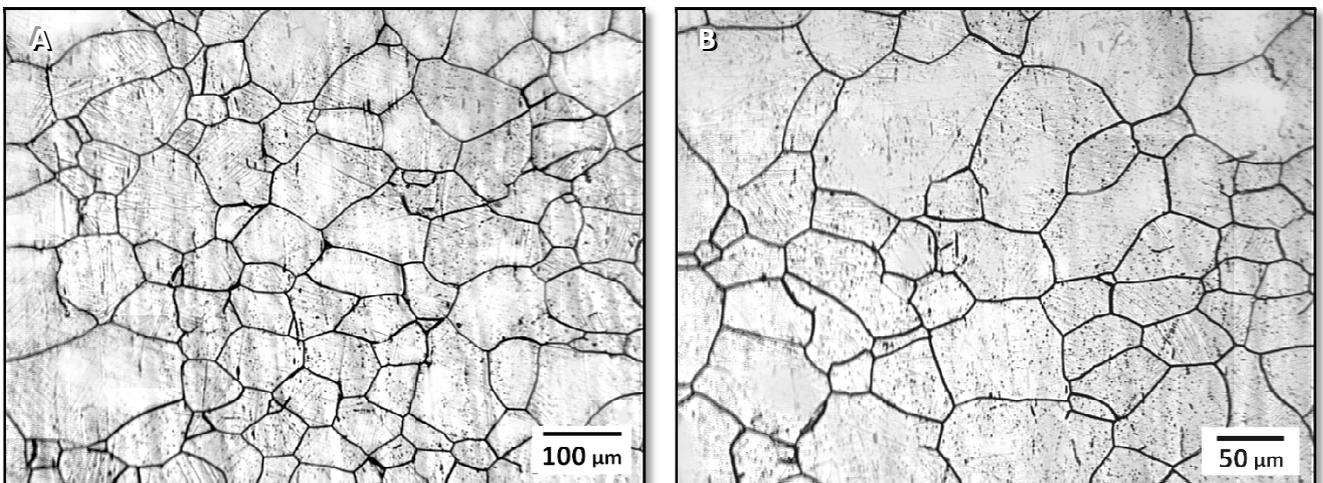
A partir des images du réseau des joints de grains (figure IV.42), l'échantillon laminé après homogénéisation à 10% ne présente pas de texture de laminage discernable sachant que la direction de laminage étant horizontale. La taille de grains des échantillons prétraités thermiquement par homogénéisation [1100°,30'] et laminés est similaire à celle avant laminage (34,07 $\mu\text{m}$ ).



**Figure IV.42** : Observation des joints de grains du 316L laminé à 10% à l'état homogénéisé.

- *Echantillon : 316L diss + 20%*

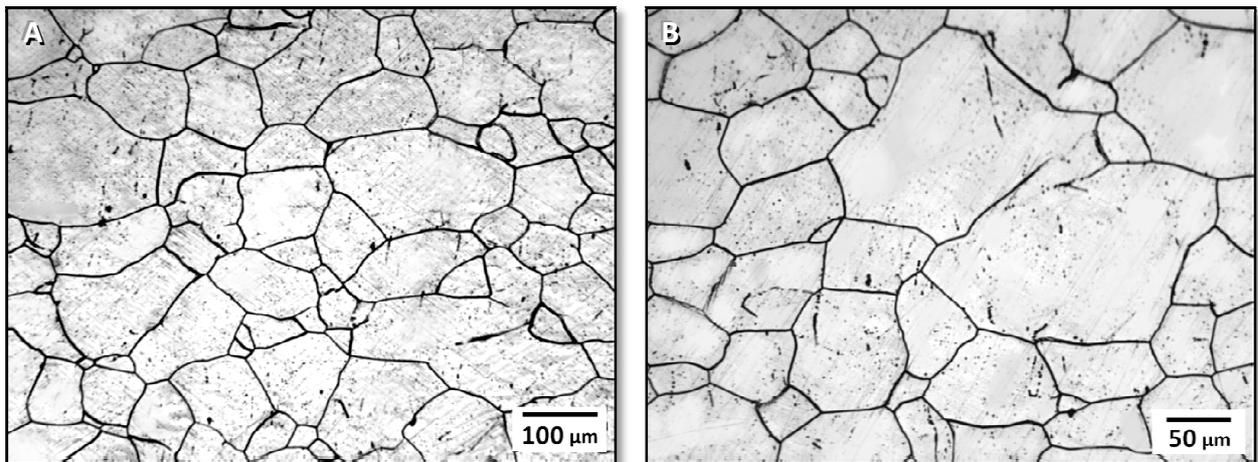
L'échantillon laminé après homogénéisation à 20% présente une faible texture de laminage (figure IV.43). La taille de grains est considérée comme inchangée (34,07  $\mu\text{m}$ ).



**Figure IV.43** : Observation des joints de grains du 316L laminé à 20% à l'état homogénéisé.

- *Echantillon : 316L diss + 30%*

A partir des micrographies du réseau des joints de grains (figure IV.44), l'échantillon homogénéisé et laminé à 30% présente un faible allongement des grains, la direction du laminage étant horizontale. On note que les gros grains sont les plus allongés comparativement aux petits grains. Les paramètres morphologiques des grains, calculés par analyse automatique des micrographies des structures laminées sont donnés en paragraphe IV. 3.

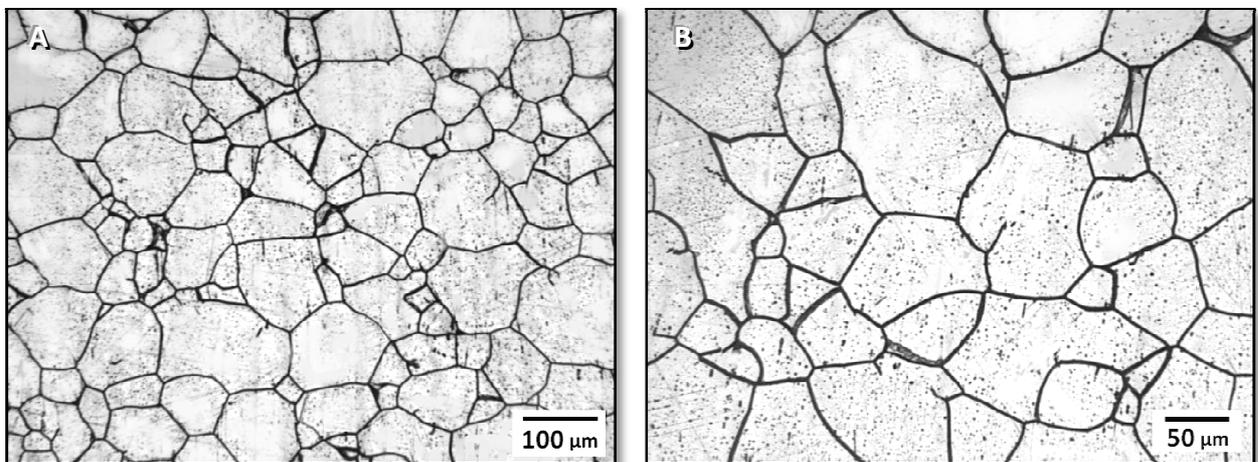


**Figure IV. 44** : Observation des joints de grains du 316L laminé à 30% à l'état homogénéisé.

#### IV.2.4. Echantillons laminés puis traités thermiquement

- *Echantillon : 316L diss + 10% + [925°, 30']*

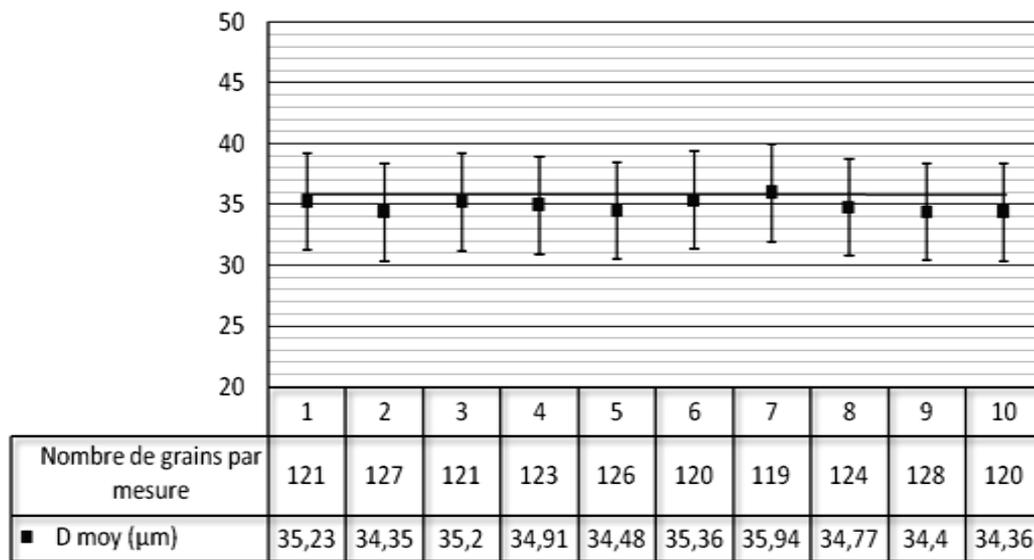
La microstructure après laminage à l'état homogénéisé à 10% puis recuite à 925° durant 30 minutes est montrée sur la figure IV.45. La direction de laminage est selon l'horizontale.



**Figure IV.45** : Observation des joints de grains du 316L *diss + 10% + [925°, 30']*.

L'observation de la microstructure montre des grains grossis ayant la morphologie de l'état traité thermiquement. L'allongement des grains est très faible. La figure IV.46 illustre les valeurs de  $D_{\text{moy}}$  calculées sur une dizaine de mesures différentes (123 grains par mesure au grossissement 250,  $Var = 368,16$ ). Le nuage de points s'approche de la moyenne 34,90  $\mu\text{m}$ .

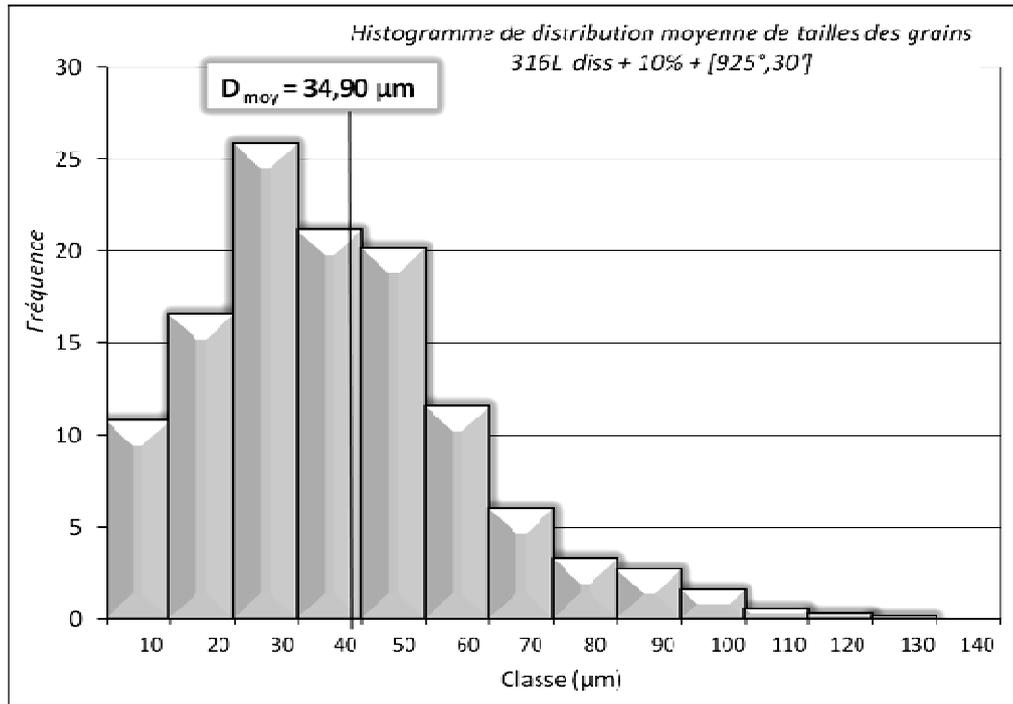
La variation de  $D$  est décelée par la distribution moyenne sous forme d'histogramme (figure IV.47).



**Figure IV. 46** : Résultats du calcul de la taille moyenne de grains par analyse d'images du 316L *diss* + 10 % + [925°, 30'] ( $D_{\text{moy}} = 34,90 \pm 3,40 \mu\text{m}$ ).

Les précipités de carbures formé à 925°C réduisent la mobilité des joints et bloque le grossissement des grains. Aucune texture de laminage n'existe après le recuit de 30 minutes à 925°.

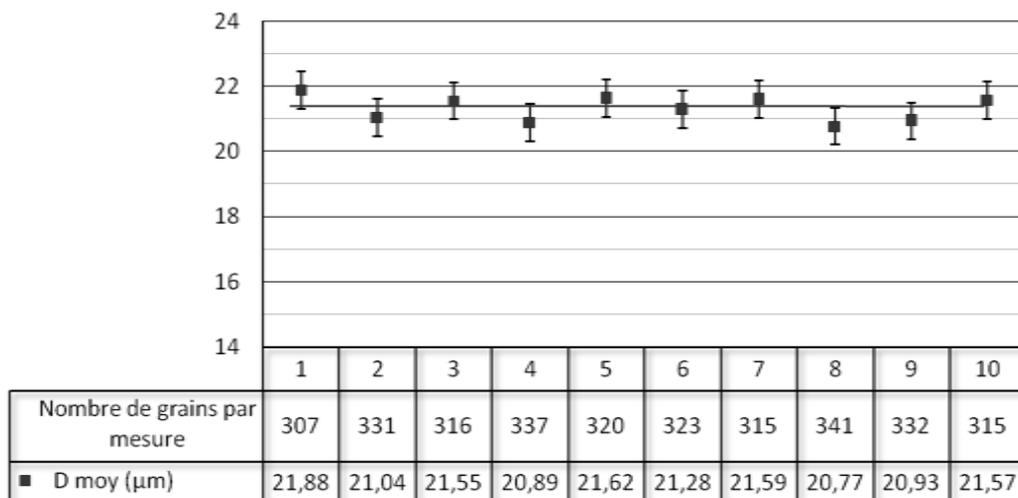
La taille moyenne de grains légèrement accrue et l'aspect de la microstructure confirment la restauration de la microstructure après un écrouissage faible (10% de déformation rationnelle) en l'absence d'une structure fine de recristallisation.



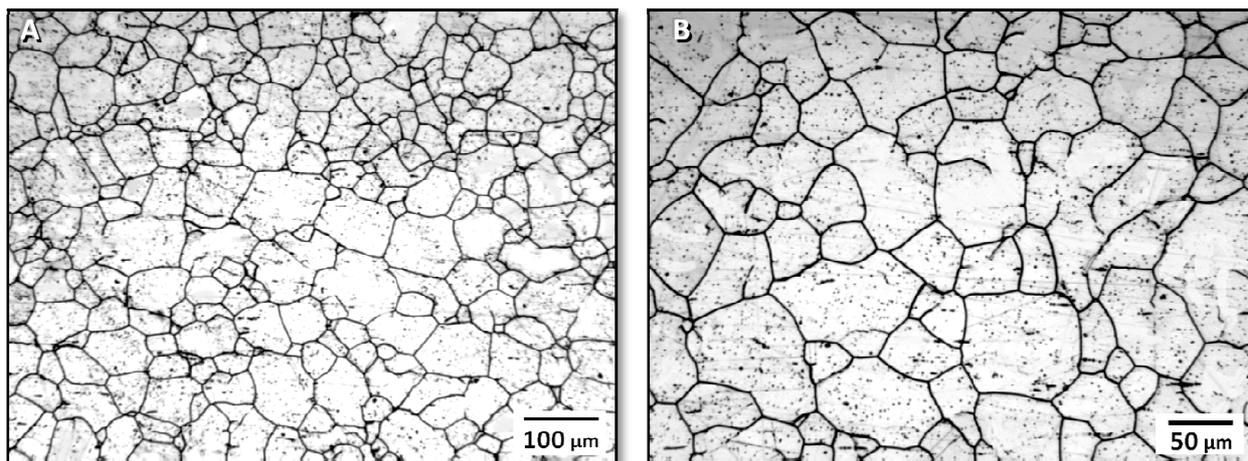
**Figure IV. 47 :** Représentation de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L diss + 10% + [925°, 30'].

- *Echantillon : 316L diss + 20% + [925°, 30']*

La figure IV.48 illustre les valeurs de  $D_{\text{moy}}$  calculées sur une dizaine de mesures différentes (324 grains par mesure). Le nuage de points s'approche de la moyenne 21,31  $\mu\text{m}$  ( $\text{Var} = 66,40$ ). L'état microstructural après laminage à l'état homogénéisé à 20% puis recuit à 925°C durant 30 minutes est montré par les joints de grains par attaque sélective (figure IV.49).

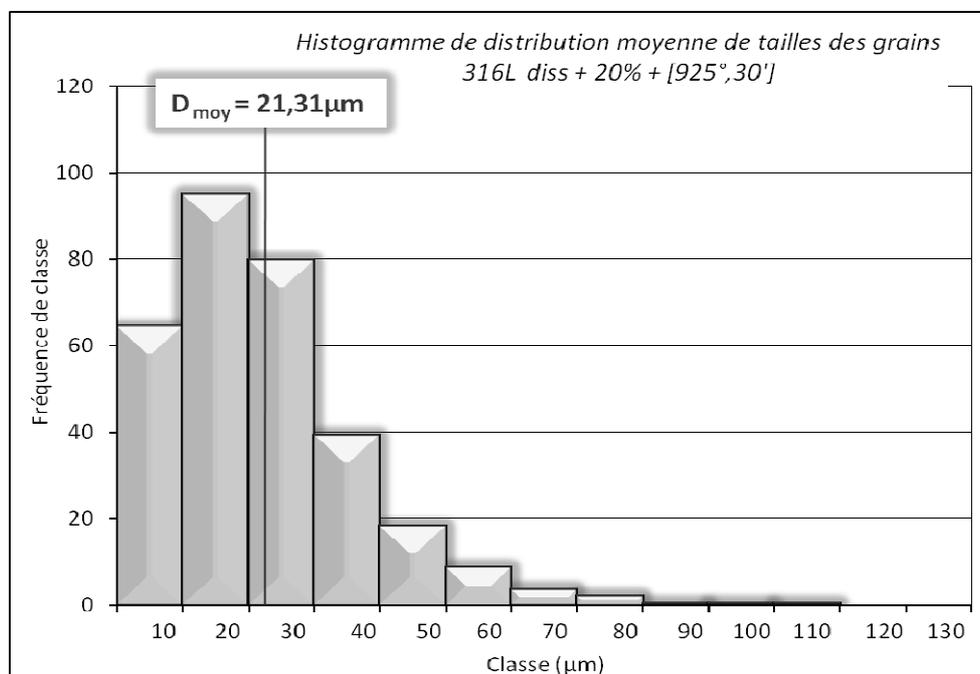


**Figure IV. 48 :** Résultats de l'analyse d'images du calcul de la taille moyenne de grains du 316L diss + 20 % + [925°, 30'] ( $D_{\text{moy}} = 21,31 \pm 0,95 \mu\text{m}$ ).



**Figure IV. 49** : Observation des joints de grains du 316L *diss* + 20% + [925°, 30'].

L'observation microstructural montre des grains grossis bordés par des joints de grains fragmentés sur le plan poli. La direction de laminage étant horizontale au plan des images, on note l'absence de texture de laminage. La variation de la taille de grains  $D$  est indiquée par l'histogramme de la figure IV.50.

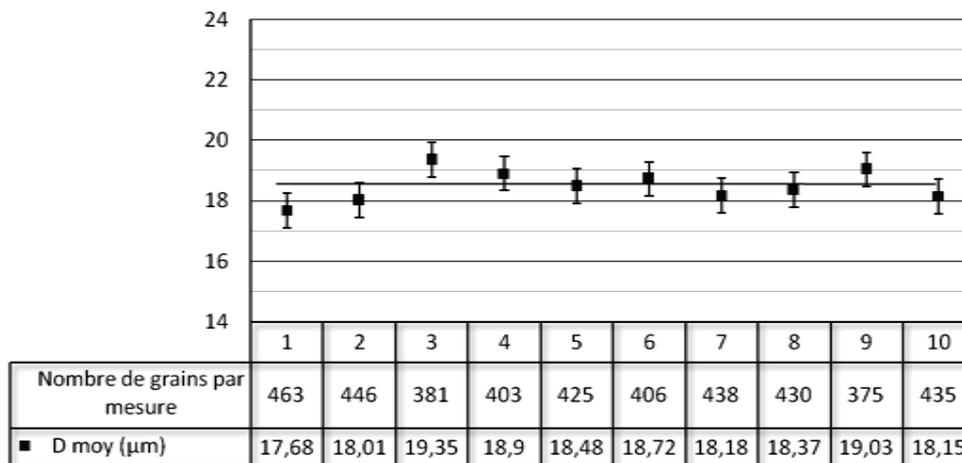


**Figure IV. 50** : Représentation de la distribution moyenne des tailles de grains du 316L *diss* + 20% + [925°, 30'].

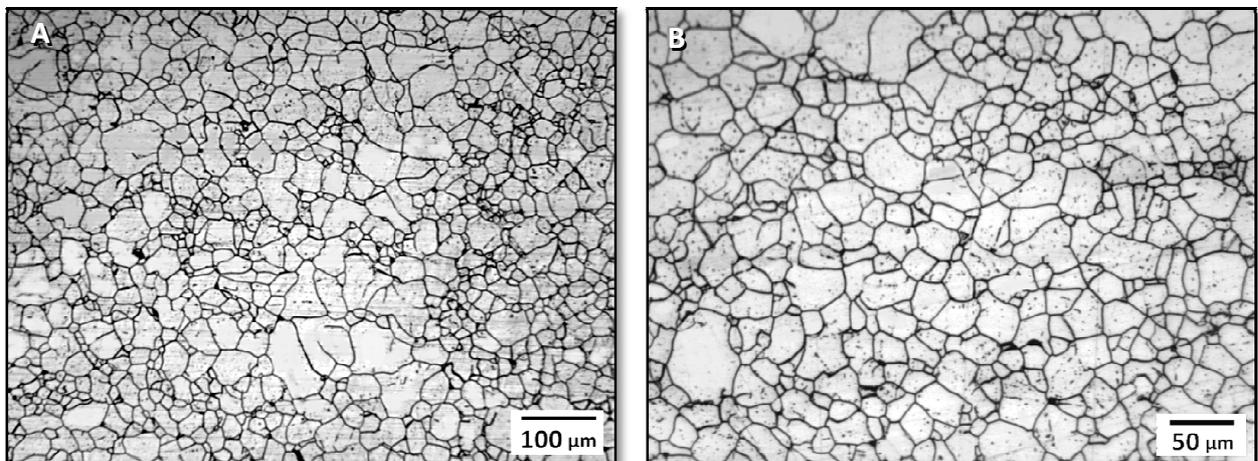
Le taux de 20% de réduction semble entraîner une énergie de déformation suffisante pour recristalliser toute la microstructure à 925°C avant 30 minutes de maintien (voir l'étude sur l'échantillon 316L *diss* + 20% + [925°,10']). En prolongeant le revenu après le début de la germination de nouveaux grains fins, ces derniers grossissent jusqu'à une taille moyenne d'environ 21µm en présence de particules de carbures intragranulaires.

▪ *Echantillon : 316L diss + 30% + [925°, 30']*

La figure IV. 51 illustre les valeurs de  $D_{\text{moy}}$  calculées sur une dizaine de mesures différentes (420 grains par mesure). Le nuage de points s'approche de la moyenne 18,49 µm ( $Var = 36,58$ ). L'état microstructural après laminage à 30% puis recuit à 925°C durant 30 minutes est montré sur la figure IV.52.

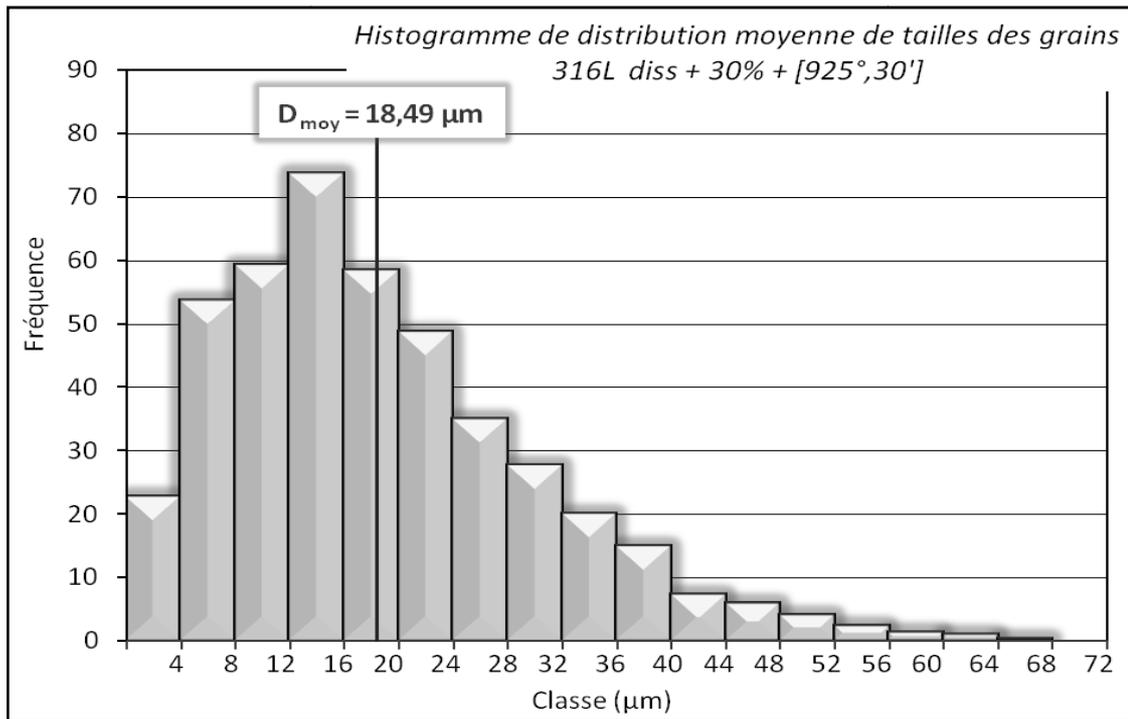


**Figure IV. 51** : Résultats de l'analyse d'images pour calculer la taille moyenne de grains du 316L *diss* + 30 % + [925°, 30'] ( $D_{\text{moy}} = 18,49 \pm 0,53$  µm).



**Figure IV. 52** : Observation des joints de grains du 316L *diss* + 30% + [925°, 30'].

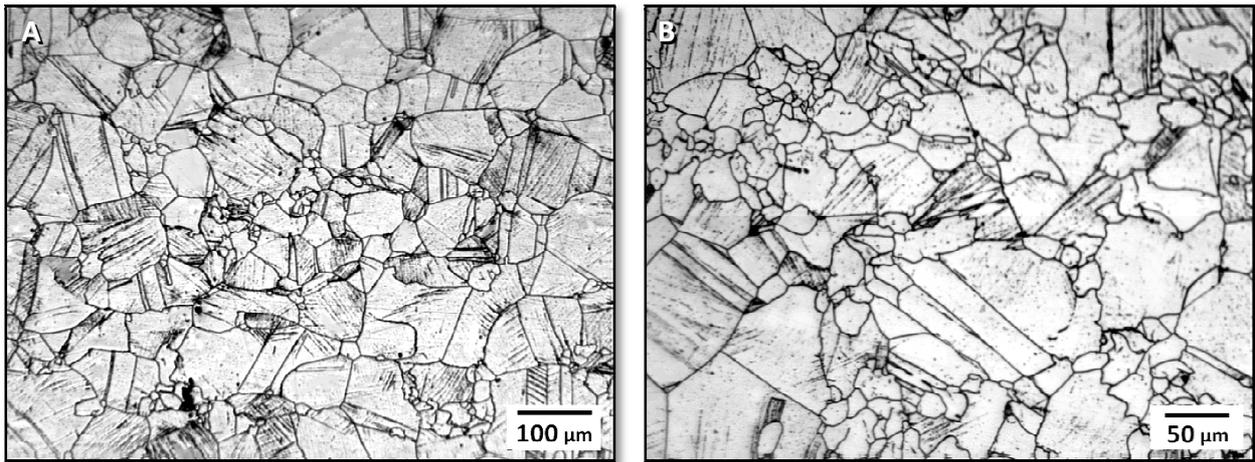
La structure grossière et écrouie est remplacée par une structure fine et recristallisée. Le taux de 30% de laminage entraîne une énergie suffisante pour déclencher un processus de recristallisation par germination et croissance de nouveaux grains avant 30 minutes de maintien à 925°C. L'activation thermique entraîne une taille de grains moyenne jusqu'à 18,49µm. La variation D est décelé par la distribution moyenne sous forme d'histogramme (figure IV.53).



**Figure IV. 53 :** Tracé de la distribution moyenne des tailles de grains de l'échantillon 316L diss + 30% + [925°, 30'].

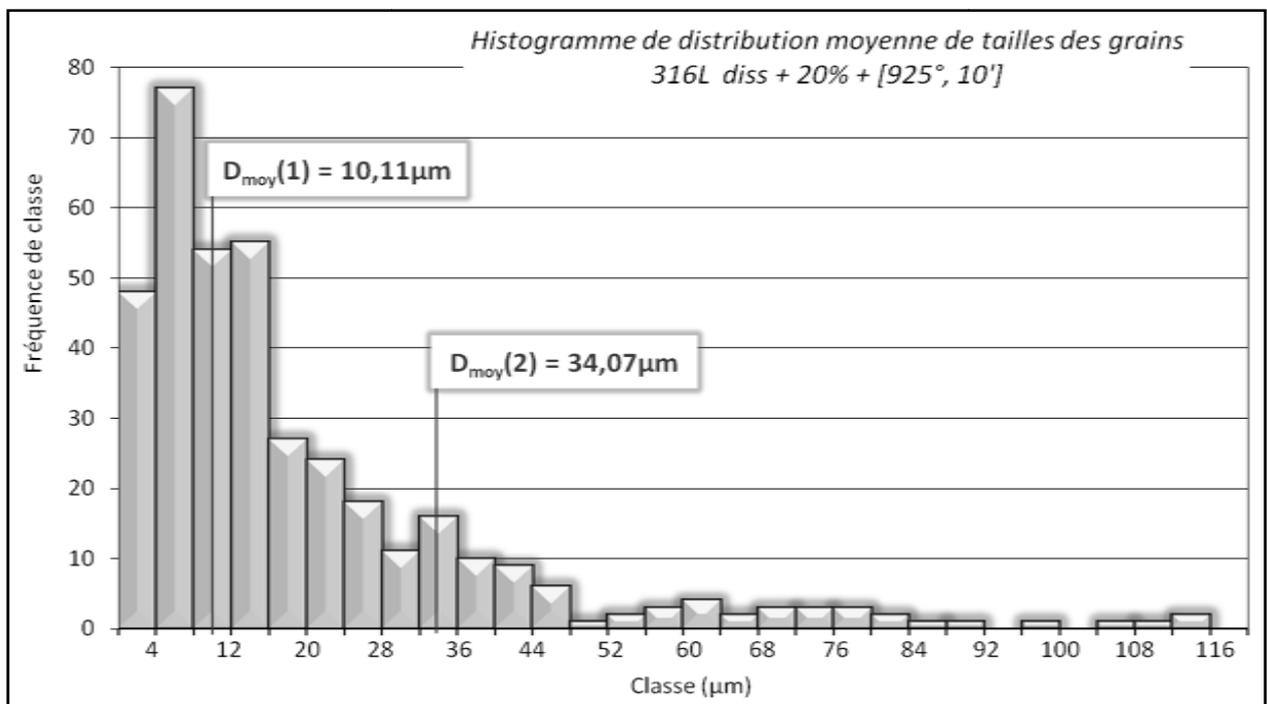
- *Echantillon : 316L diss + 20% + [925°, 10']*

L'état microstructural après laminage à l'état homogénéisé à 20% puis recuit à 925° durant 10 minutes est montré par le réseau des joints de grains (figure IV.54). Sur les micrographies apparaissent une partie du plan poli où les grains recristallisés sont petits et réguliers et dont la taille ne dépasse pas 10µm. Par ailleurs, la partie partiellement recristallisée est constituée de gros grains de taille avoisinant 34µm entourés de colonies dispersées de petits grains nouvellement créés.



**Figure IV. 54** : Observation des joints de grains du 316L *diss* + 20% + [925°, 10'].

Dans l'estimation de la taille moyenne de grains, on distingue le  $D_{\text{moy}}(1)$  de la région totalement recristallisée et le  $D_{\text{moy}}(2)$  de la région de la microstructure partiellement recristallisée (figure IV.55). Le calcul numérique donne les valeurs :  $D_{\text{moy}}(1) = 10,11 \pm 0,40 \mu\text{m}$  et  $D_{\text{moy}}(2) = 34,07 \pm 1,50 \mu\text{m}$ . La taille moyenne des grains de l'échantillon 316L *diss* + 20% + [925°, 10'] est estimée à  $19,53 \mu\text{m}$ .

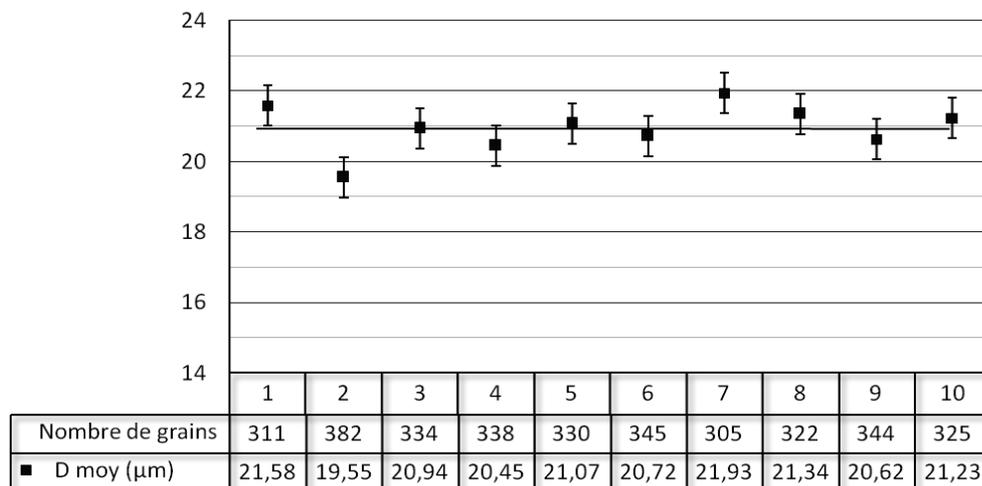


**Figure IV. 55** : Distribution moyenne des tailles de grains du 316L *diss* + 20% + [925°, 10'].

La fonction moyenne de distribution de tailles de grains est la superposition d'au moins deux lois statistiques normales (deux bosses définies par  $D_{\text{moy}}(1)$  et  $D_{\text{moy}}(2)$ ). L'allure de la fonction est fortement modifiée par le processus de recristallisation déclenché au cours des dix premières dix minutes de recuit à  $925^\circ$  ainsi que le reste de l'énergie stockée par le matériau découlant de 20% de déformation.

- *Echantillon : 316L diss + 20% + [925°, 300']*

La figure IV.56 illustre les valeurs de  $D_{\text{moy}}$  calculées (334 grains par mesure). Le nuage de points s'approche de la moyenne  $20,94 \mu\text{m}$  ( $Var = 69,75$ ). L'état microstructural après laminage à 20% puis recuit à  $925^\circ$  durant 300 minutes est montré par le réseau des joints de grains observé au microscope optique.



**Figure IV. 56** : Résultats de l'analyse d'images pour calculer la taille moyenne de grains du 316L *diss* + 20 % + [925°, 300'] ( $D_{\text{moy}} = 20,94 \pm 0,85 \mu\text{m}$ ).

L'observation microscopique (figure IV.57) montre des grains grossiers et fragmentés en croissance et une multitude de joints de grains discontinus. Après 5 heures de revenu à  $925^\circ\text{C}$ , la microstructure devient de plus en plus uniforme ; les grains semblent avoir des grosseurs voisines à cause de l'effet thermodynamique (mobilité des joints, germination et croissance de carbures et phases intermétalliques). L'estimation de  $D_{\text{moy}}$  donne une valeur proche de celle trouvée pour l'échantillon 316L *diss* + 20% + [925°, 30'] ce qui peut être attribué à l'effet des précipités dans la diminution de la mobilité des joints. La distribution moyenne de taille de grains est illustrée par l'histogramme de la figure IV.58.

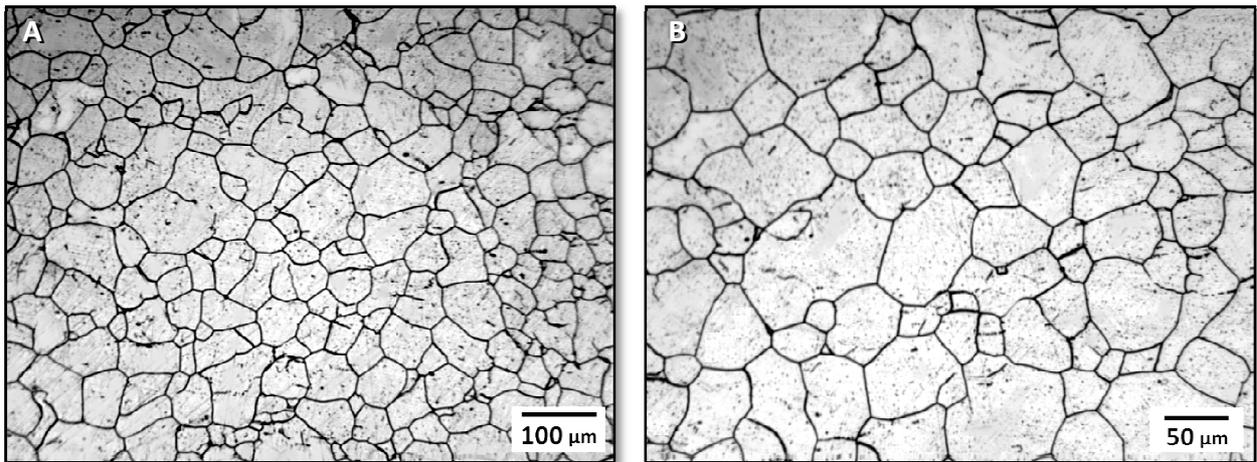


Figure IV. 57 : Observation des joints de grains du 316L diss + 20% + [925°, 300'].

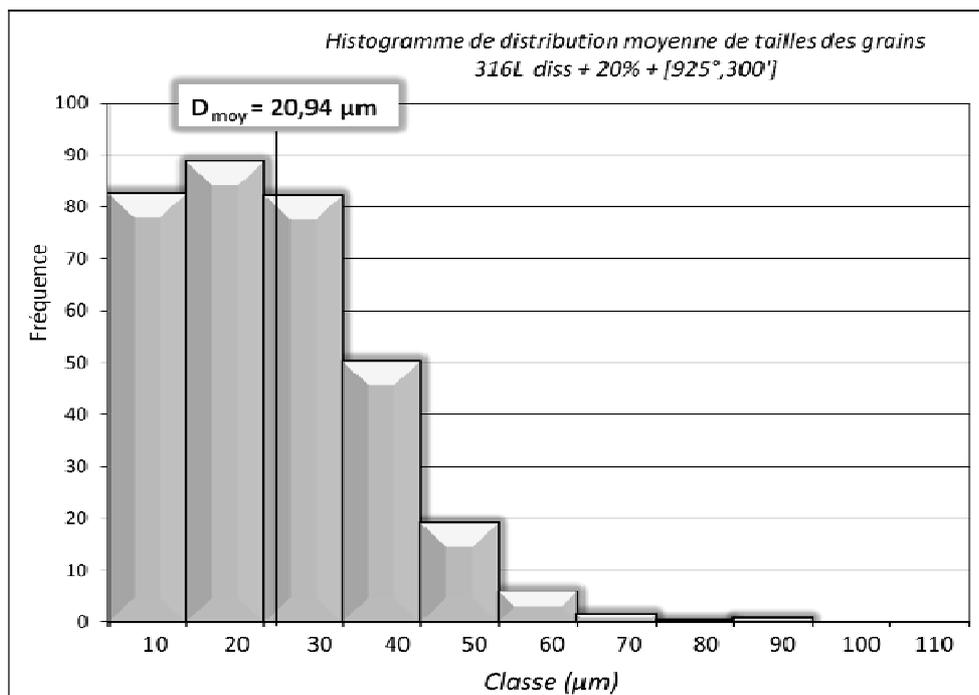


Figure IV. 58 : Représentation de la distribution moyenne de la taille des grains du 316L diss + 20% + [925°, 300'].

### IV.3. RÉSULTATS DE L'ANALYSE DE LA MORPHOLOGIE DES GRAINS

#### IV.3.1. Echantillons brut non laminé et brut laminé à 20%

L'étude morphologique des grains de l'acier inoxydable austénitique 316L (figure IV.59) est donnée sous forme de courbe : paramètre de forme – indice de grains. La moyenne statistique de chaque paramètre est indiquée par une ligne horizontale sur la courbe. Rappelons que :

- La *circularité* est un paramètre de forme égale à  $(4 \pi \times \text{Surface}) / (\text{Périmètre de Crofton}^2)$ . Les grains composé de 1 et 2 pixels ont une circularité égale à 1 (le périmètre de Crofton est estimé par un comptage normalisé du nombre des occurrences des lignes à 0°, 45°, 90° et 135° dans un grain).
- L'*élongation* est un paramètre de forme égal à la différence entre les longueurs des axes majeur et mineur d'une ellipse parfaite divisée par la somme des deux longueurs. Cette mesure est nulle pour un cercle et proche de 1 pour une ellipse longue et aplatie.

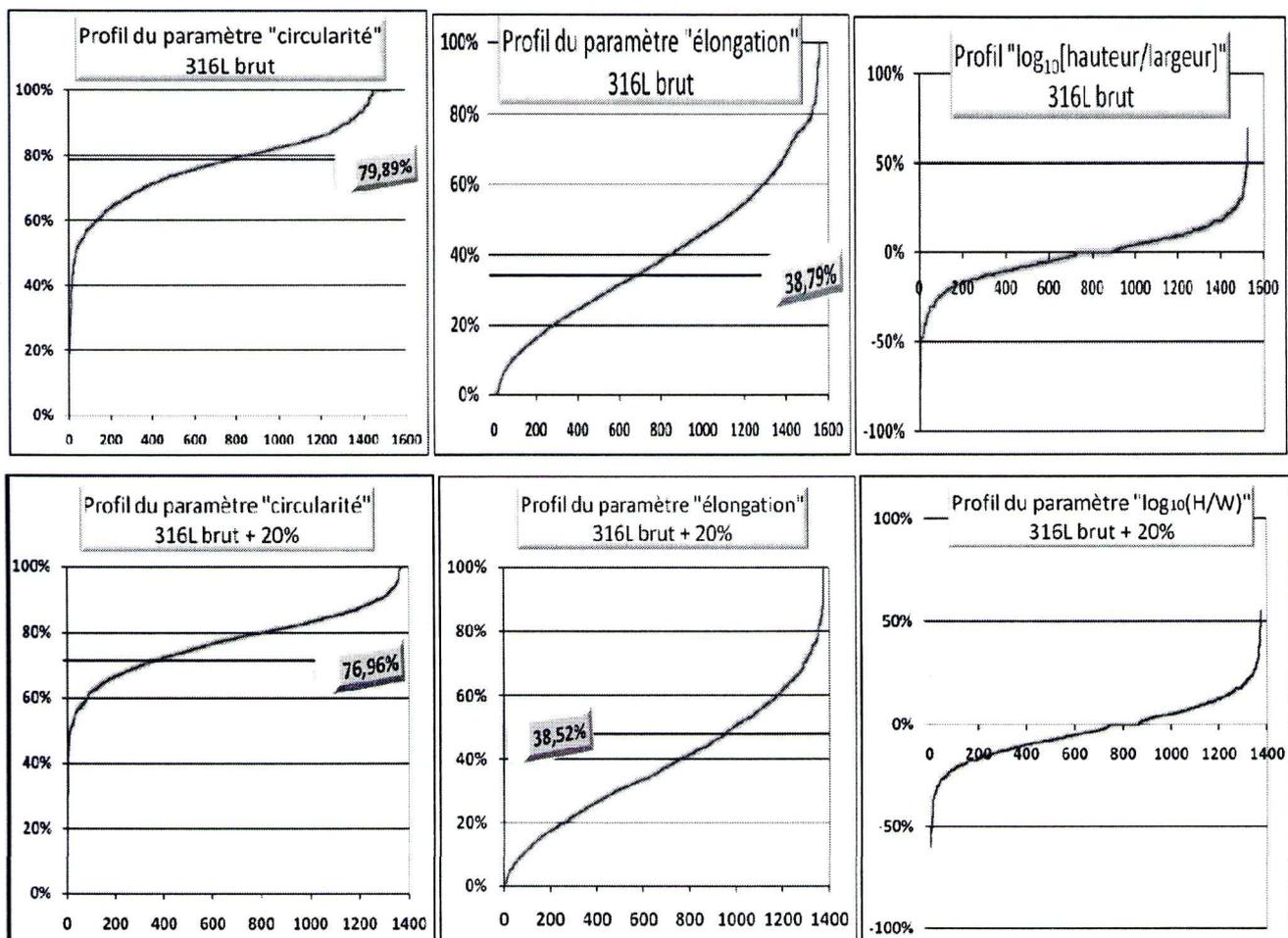


Figure IV. 59 : Variations des paramètres de formes des grains de l'acier 316L à l'état brut avant et après laminage à 20%.

Les courbes prennent une allure sigmoïdale, très prononcée pour le profil de la circularité et du  $\log_{10}$  (hauteur/largeur). On note une ressemblance entre les courbes morphologiques des grains bruts avant et après laminage. L'écrouissage à l'état brut affecte très légèrement la forme des grains.

### IV.3.2. Echantillons traités thermiquement

Les figures suivantes représentent les profils morphologiques des grains à l'état homogénéisé à 1100° puis aux états traités thermiquement sans déformation préalable.

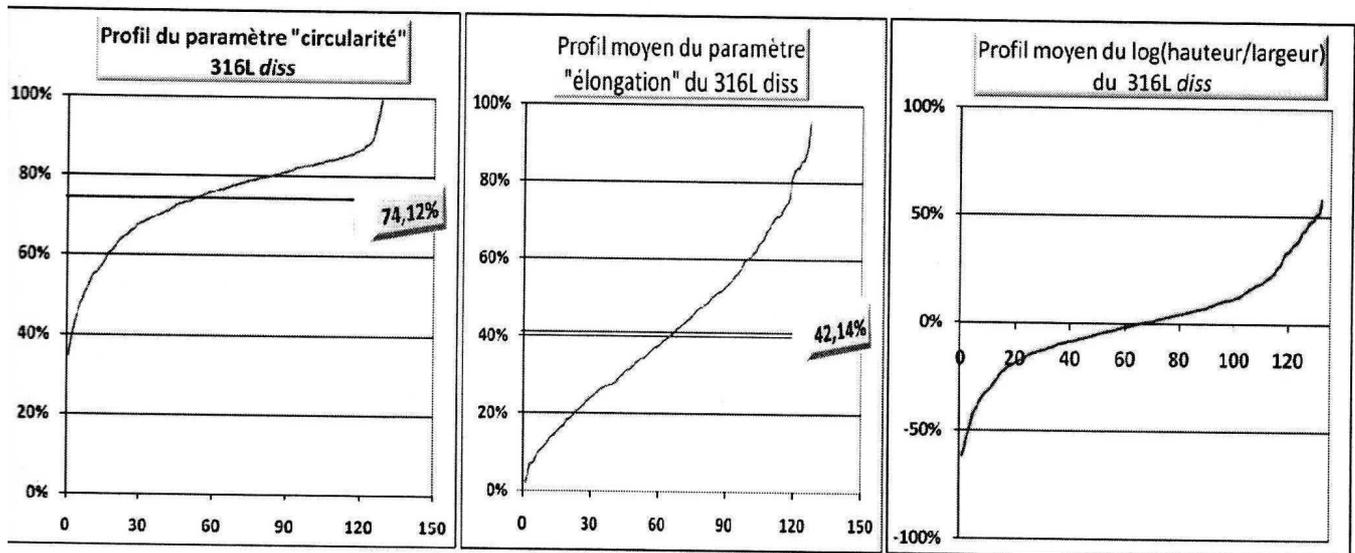


Figure IV. 60 : Variations des paramètres de forme de grains de l'acier 316L diss.

Comparé à l'état brut, les profils morphologiques des grains homogénéisés à 1100° pendant 30 minutes ont la même allure. Les valeurs moyennes de la circularité et de l'élongation montent une légère différence essentiellement due à l'effet de bord des images numériques. Les grains qui encadrent l'image apparaissent partiellement et entraînent par la suite une erreur dans le calcul numérique. Le grossissement de grains dû au chauffage entraîne la diminution de la résolution de l'observation microscopique (nombre de grains par un champ d'observation fixe) et par la suite, une augmentation du biais lié à l'encadrement de l'image.

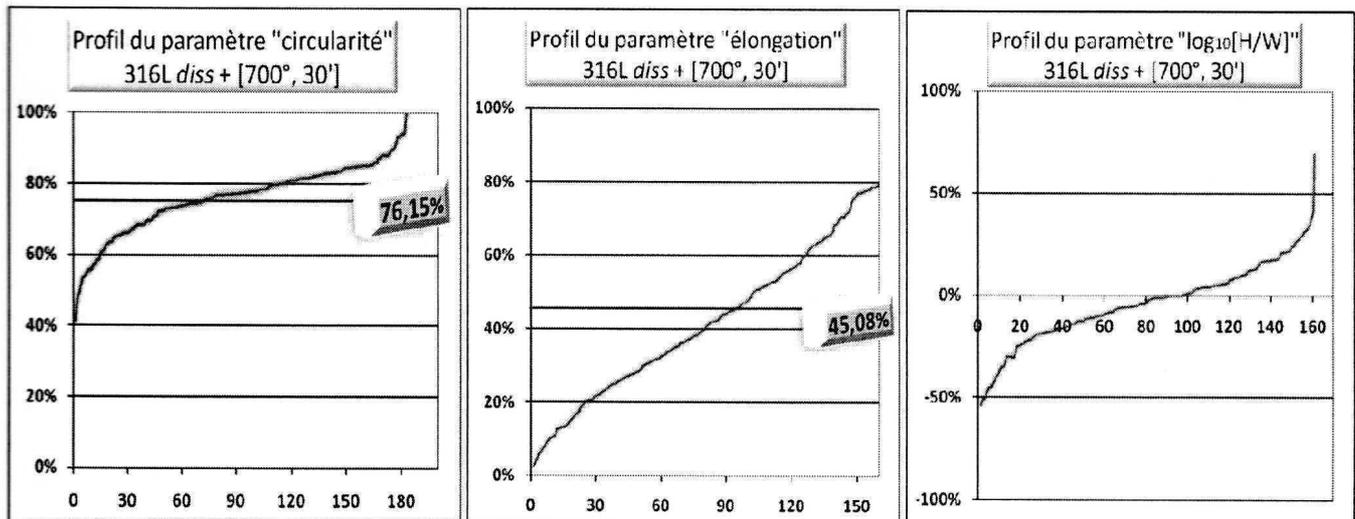


Figure IV. 61 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + [700°,30'].

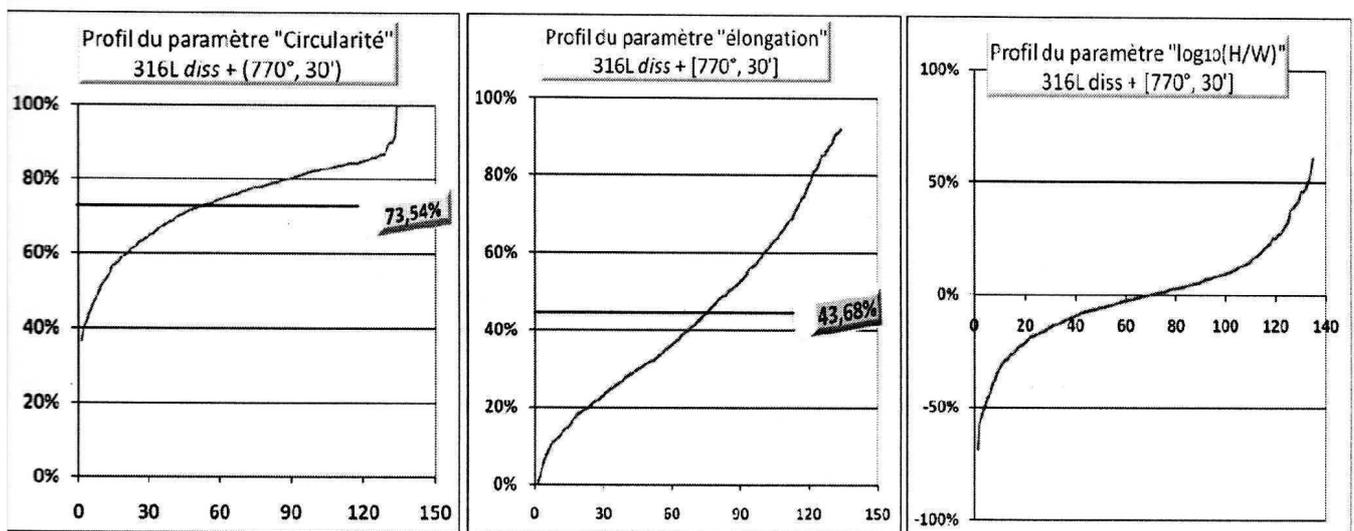


Figure IV. 62: Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + [770°,30'].

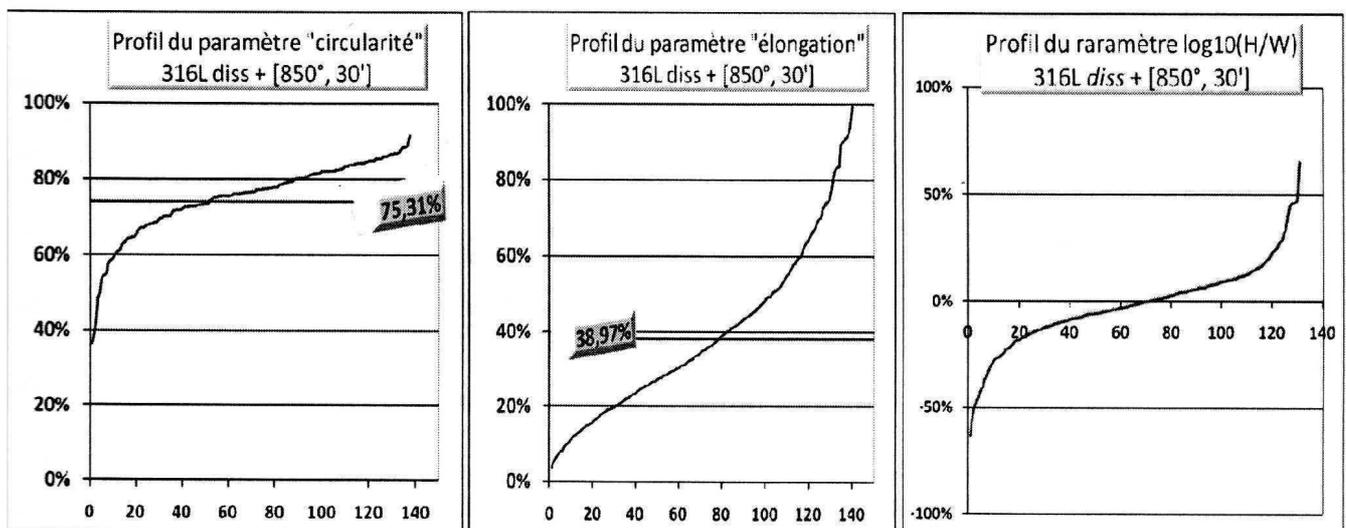


Figure IV. 63 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + [850°,30'].

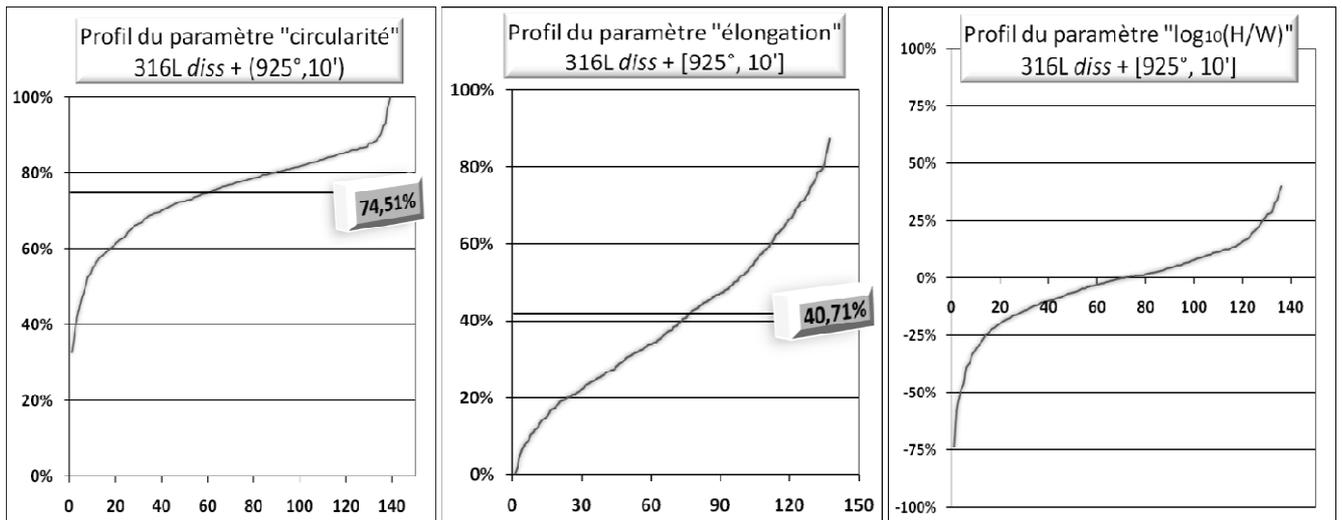


Figure IV. 64: Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + [925°, 10°].

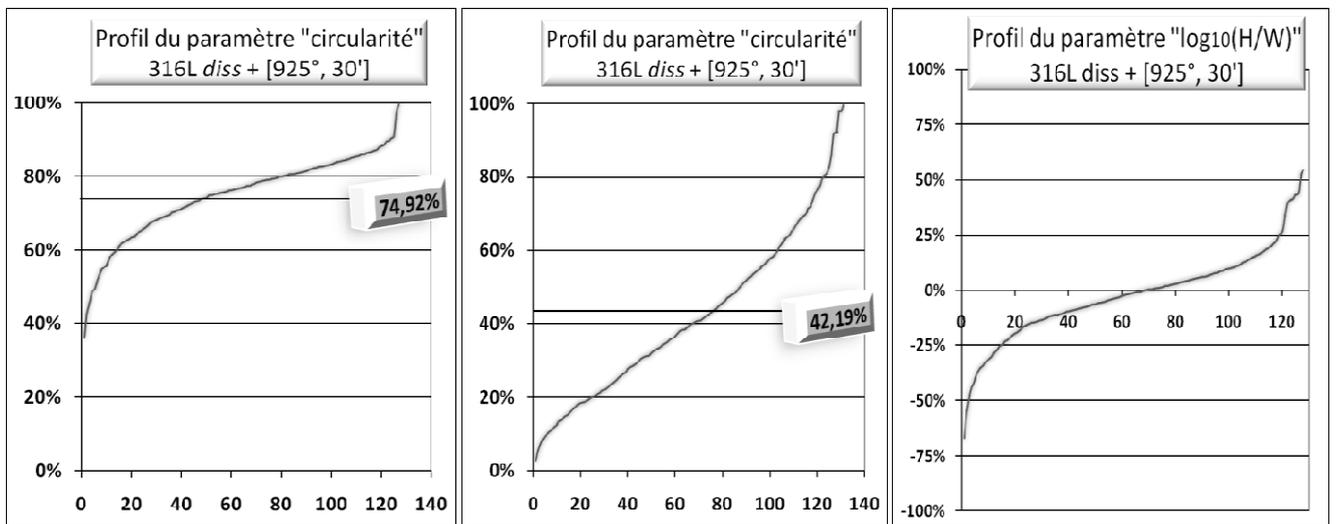


Figure IV. 65 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + [925°, 30°].

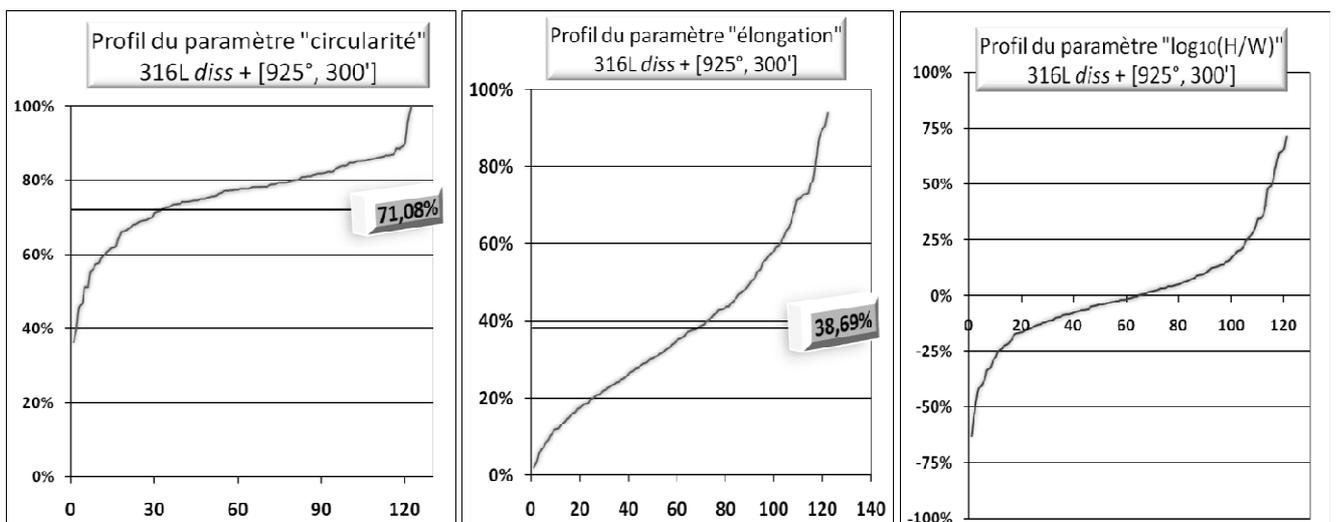


Figure IV. 66 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + [925°, 300°].

On remarque que la morphologie des grains est faiblement affectée par l'effet thermique des traitements. La plupart des courbes ne sont pas parfaitement lisse à cause des grains limitrophes qui apparaissent en partie sur l'image ce qui introduit un biais dans le calcul.

Le profil moyen de circularité et celui du  $\log_{10}$ (hauteur/largeur du grain) sont analogues. Cependant, l'élongation moyenne varie en augmentant la température du recuit et en prolongeant la durée du maintien isotherme à 925°C ; l'allure de la courbe est plus incurvée.

### IV.3.3. Echantillons laminés

Les figures suivantes représentent les profils moyens des trois paramètres morphologiques de la microstructure de l'acier 316L homogénéisé à 1100°C puis laminé à froid à des taux croissant : 10%, 20% et 30% respectivement.

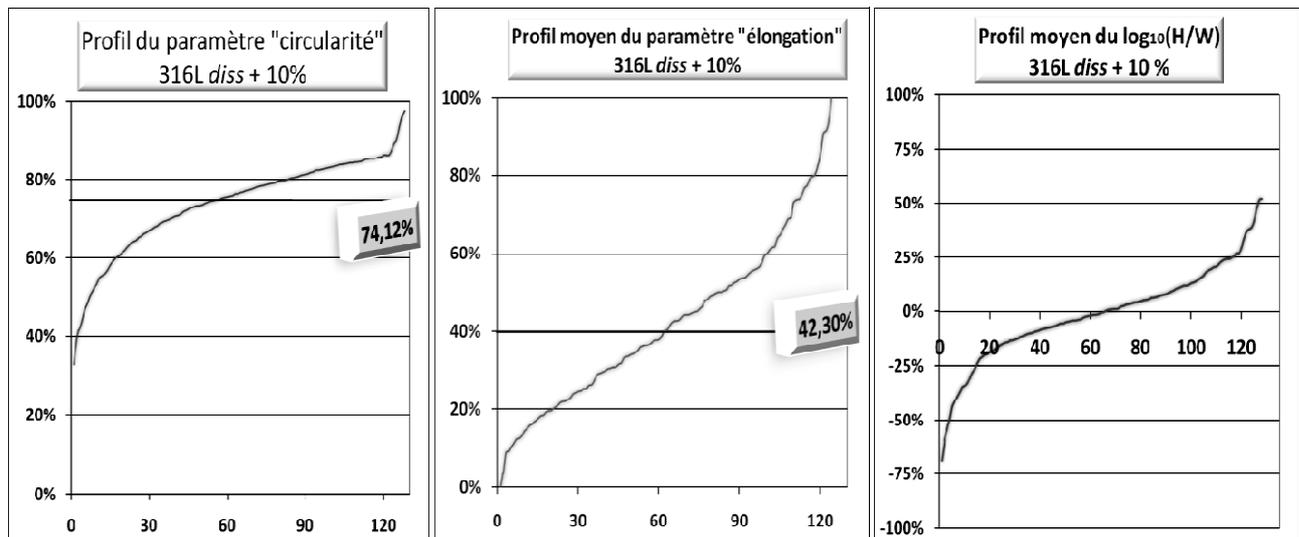


Figure IV. 67 : Variations des paramètres de formes des grains du 316L *diss* + 10%.

Pour l'échantillon laminé à 10%, les courbes confirment l'hypothèse avancée dans les paragraphes précédents relative à l'absence de texture de laminage à ce faible taux de déformation.

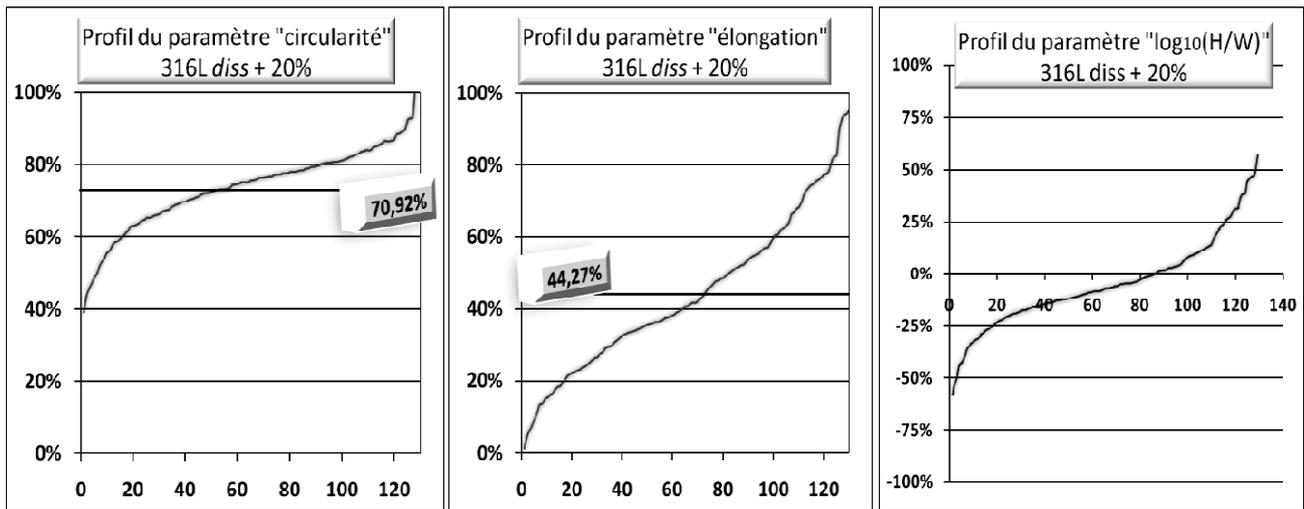


Figure IV. 68 : Variations des paramètres de formes des grains du 316L *diss + 20%*.

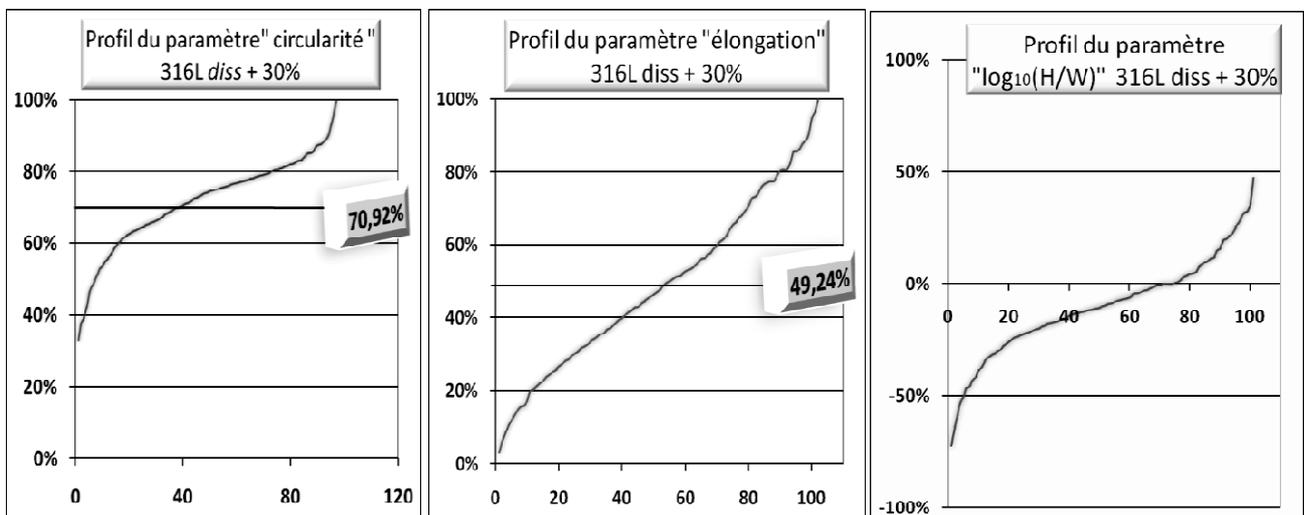


Figure IV. 69 : Variations des paramètres de formes des grains du 316L *diss + 30%*.

Après des déformations faibles, la morphologie des grains est légèrement modifiée. L'allongement des grains dans la direction de laminage commence à se manifester à partir de 30% de déformation.

#### IV.3.4. Echantillons laminés puis traités thermiquement

Les figures suivantes représentent les courbes moyennes des trois paramètres morphologiques de la microstructure de l'acier 316L homogénéisé à 1100° puis laminé à froid à 10%, 20% et 30% respectivement puis traité thermiquement à 925° pendant 30 minutes et refroidis à l'air.

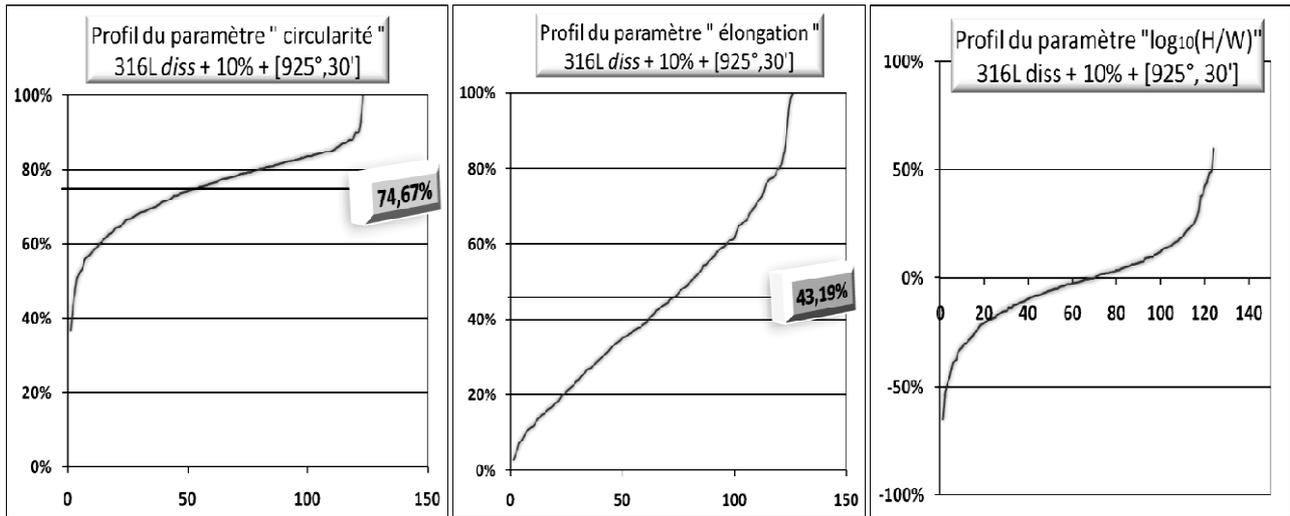


Figure IV. 70 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + 10% + [925°, 30']

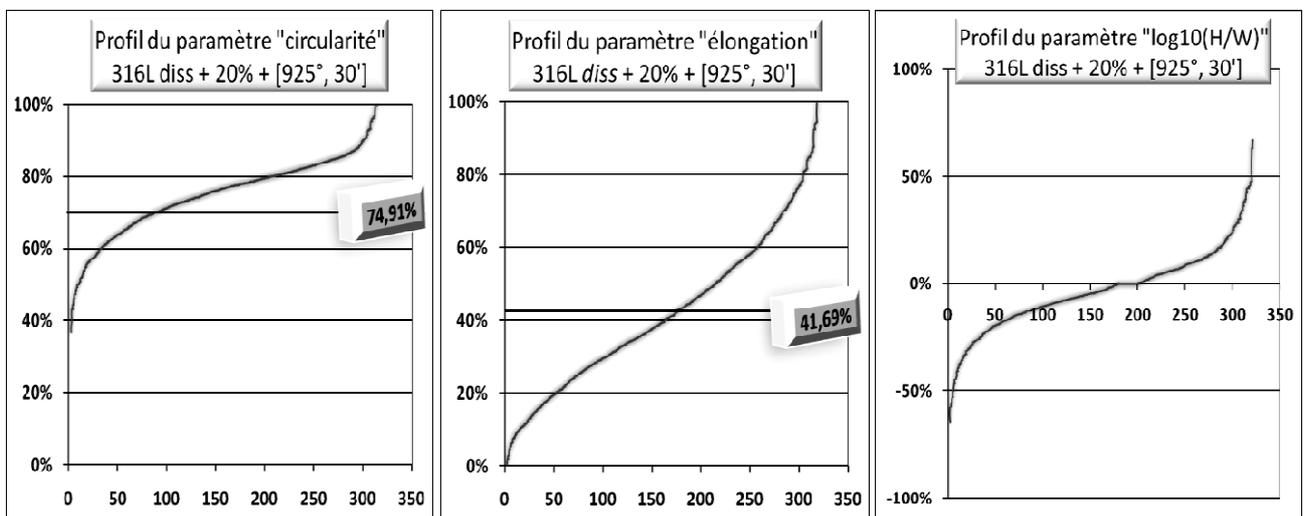


Figure IV. 71 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + 20% + [925°, 30']

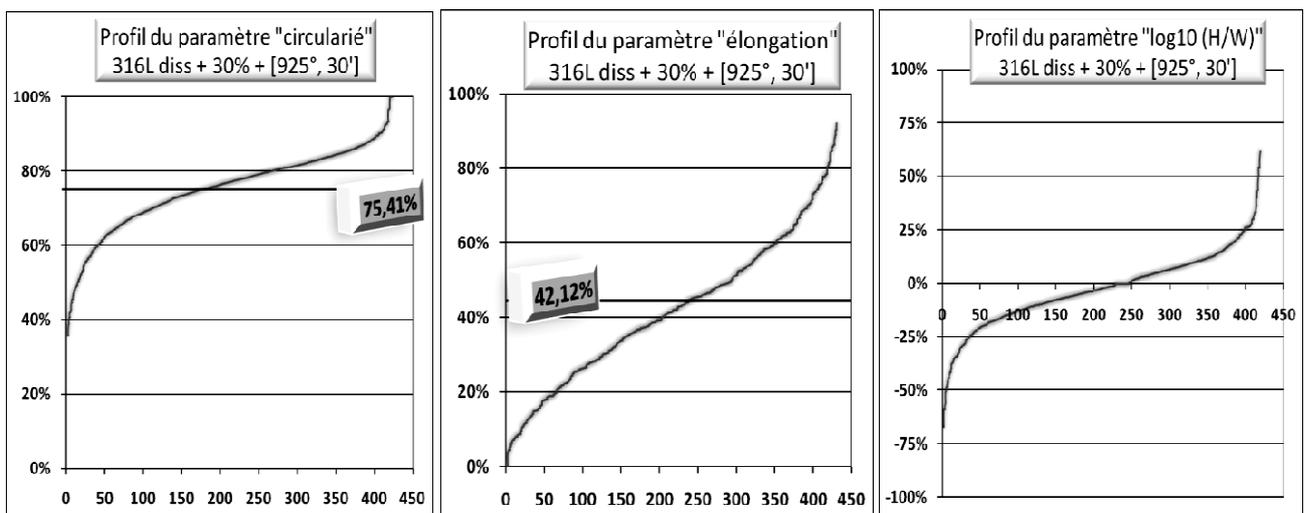


Figure IV. 72 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L diss + 30% + [925°, 30']

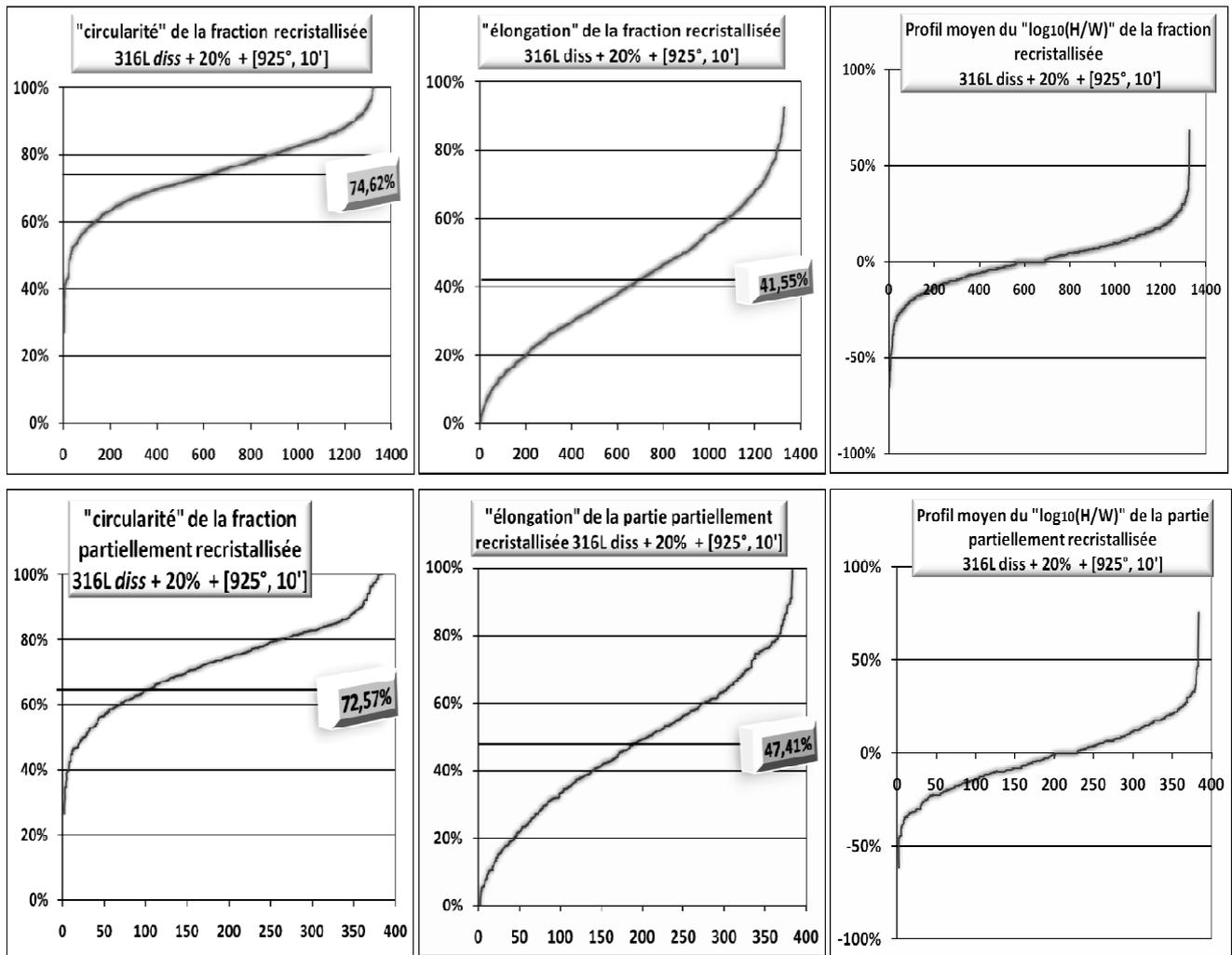


Figure IV. 73: Variations des paramètres de forme de grains du 316L *diss* + 20% + [925°, 10'].

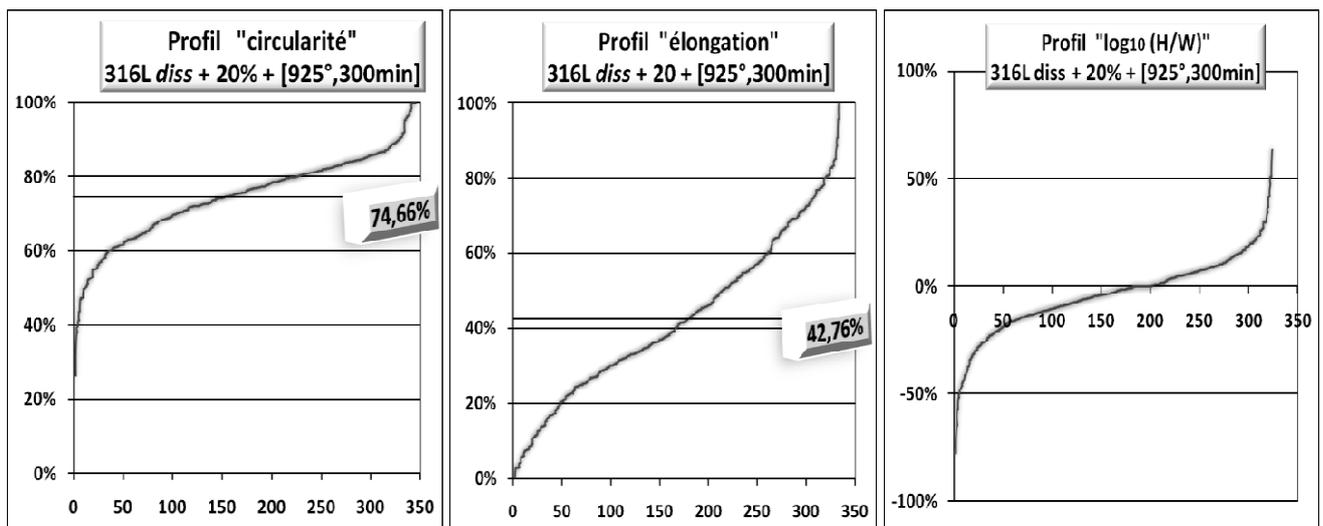


Figure IV. 74 : Variations des paramètres de forme de grains du 316L *diss* + 20% + [925°, 300'].

Globalement, les courbes présentent une similitude dans la forme et les valeurs moyennes. Les grains très petits (inférieurs à 8  $\mu\text{m}$ ) induisent une limite dans l'acquisition et la qualité de la micrographie sachant que le système d'acquisition des images numérique utilise un maillage à pixels carrés (Résolution : 2,953 pixels par mm).

#### IV.4. RÉSULTATS DU CALCUL SUR LES MACLES

Les résultats des calculs seront exposés sous forme de tableaux IV. 1 jusqu'à IV. 4 selon le paramètre variable pour chaque échantillon. On rappelle les grandeurs étudiées :

- $\overline{\rho_m}$  : Fraction moyenne de macles ;
- $\overline{L_A^m}$  : Longueur moyenne de lignes de macles par unité de surface du plan poli ;
- $\overline{L_A^g}$  : Longueur moyenne de joints de grains par unité de surface du plan poli.

##### IV.4.1. Echantillon brut non traité

Le tableau IV. 1 suivant comprend les résultats de la quantification des macles à l'état 316L brut sans traitement préalable.

**Tableau IV.1:** Résultats du calcul sur le 316L brut non traité.

Echantillon	$\overline{\rho_m}$ (%)	$\overline{L_A^m}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	$\overline{L_A^g}$ (mm/mm <sup>2</sup> )
316L brut	36,21 $\pm$ 0,42 Var = 9,73	60,18 $\pm$ 3,71 Var = 86,14	118,02 $\pm$ 3,20 Var = 64,16

##### IV.4.2. Echantillons traités thermiquement

Le tableau IV. 2 suivant comprend les résultats de la quantification des macles à l'état 316L après différents traitements thermiques.

**Tableau IV.2** : Résultats du calcul sur les échantillons traités thermiquement.

Echantillon	$\overline{\rho_m}$ (%)	$\overline{L_A^m}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	$\overline{L_A^g}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	Paramètre
316L <i>diss</i>	34,78 ± 0,10 Var = 0,67	14,04 ± 0,72 Var = 0,89	21,96 ± 0,73 Var = 5,94	–
316L <i>diss</i> + [700°,30']	18,38 ± 0,08 Var = 0,38	9,35 ± 0,67 Var = 3,34	23,83 ± 0,95 Var = 6,78	Température de recuit (T)
316L <i>diss</i> + [770°,30']	23,98 ± 0,11 Var = 0,85	11,21 ± 1,01 Var = 7,51	21,61 ± 0,50 Var = 1,91	
316L <i>diss</i> + [850°,30']	28,01 ± 0,11 Var = 0,79	13,29 ± 0,94 Var = 6,48	22,65 ± 0,85 Var = 5,42	
316L <i>diss</i> + [925°,30']	31,05 ± 0,06 Var = 0,22	14,06 ± 0,51 Var = 1,99	21,17 ± 0,69 Var = 3,62	
316L <i>diss</i> + [925°,10']	25,34 ± 0,08 Var = 0,42	12,19 ± 0,71 Var = 3,76	22,26 ± 0,48 Var = 1,74	Durée ( $\Delta t^{925^\circ}$ )
316L <i>diss</i> + [925°,300']	39,55 ± 0,14 Var = 1,27	19,73 ± 1,22 Var = 11,21	20,89 ± 0,65 Var = 3,18	

#### IV.4.3. Echantillons laminés

Le tableau IV.3 présente les valeurs calculées sur le réseau des macles suite au laminage à l'état brut et dissous. Dans le but de déceler un lien entre le glissement et le maclage lors du laminage à l'ambiante, on rajoute le calcul de la fraction moyenne des bandes de glissement ( $\overline{\rho_{BG}}$ ).

**Tableau IV.3** : Résultats du calcul sur les échantillons laminés à froid.

Echantillon	$\overline{\rho_m}$ (%)	$\overline{L_A^m}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	Paramètre
316L <i>brut</i> + 20%	45,46 ± 0,30 Var = 5,13	75,57 ± 2,70 Var = 45,47	Déformation 20% à l'état brut
316L <i>diss</i> + 10%	40,82 ± 0,25 Var = 1,00	18,82 ± 2,17 Var = 8,85	Déformation ( $\epsilon$ ) à l'état traité

316L <i>diss</i> + 20%	39,24 ± 0,26 Var = 1,12	18,09 ± 2,30 Var = 9,92	
316L <i>diss</i> + 30%	33,62 ± 0,16 Var = 0,82	13,36 ± 1,39 Var = 7,28	
Echantillon	$\overline{\rho_{BG}}$ (%)	$\overline{L_A^g}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	Paramètre
316L <i>brut</i> + 20%	–	112,86 ± 3,20 Var = 64,16	<i>Déformation 20% à l'état brut</i>
316L <i>diss</i> + 10%	–	22,06 ± 1,56 Var = 4,57	<i>Déformation (<math>\epsilon</math>) à l'état traité</i>
316L <i>diss</i> + 20%	28,31 ± 0,44 Var = 3,18	21,45 ± 1,76 Var = 5,79	
316L <i>diss</i> + 30%	33,80 ± 0,48 Var = 3,90	18,51 ± 1,94 Var = 14,06	

#### IV.4.4. Echantillons laminés puis traités thermiquement

Le tableau IV.4 présente la quantification de la structure maclée des échantillons faiblement déformés puis traités à 925°C.

**Tableau IV. 4:** Résultats du calcul sur les échantillons laminés puis traités 30 minutes à 925°.

Echantillon	$\overline{\rho_m}$ (%)	$\overline{L_A^m}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	$\overline{L_A^g}$ (mm/mm <sup>2</sup> )	Paramètre
316L <i>diss</i> + 10% + [925°,30']	42,49 ± 0,15 Var = 1,42	19,12 ± 1,29 Var = 12,53	19,73 ± 0,62 Var = 2,92	<i>Taux de déformation (<math>\epsilon</math>) à l'état traité</i>
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,30']	40,43 ± 0,28 Var = 5,13	29,80 ± 1,63 Var = 19,88	34,20 ± 0,64 Var = 3,03	
316L <i>diss</i> + 30% + [925°,30']	49,67 ± 0,40 Var = 10,38	42,33 ± 3,50 Var = 91,87	64,35 ± 2,04 Var = 31,35	

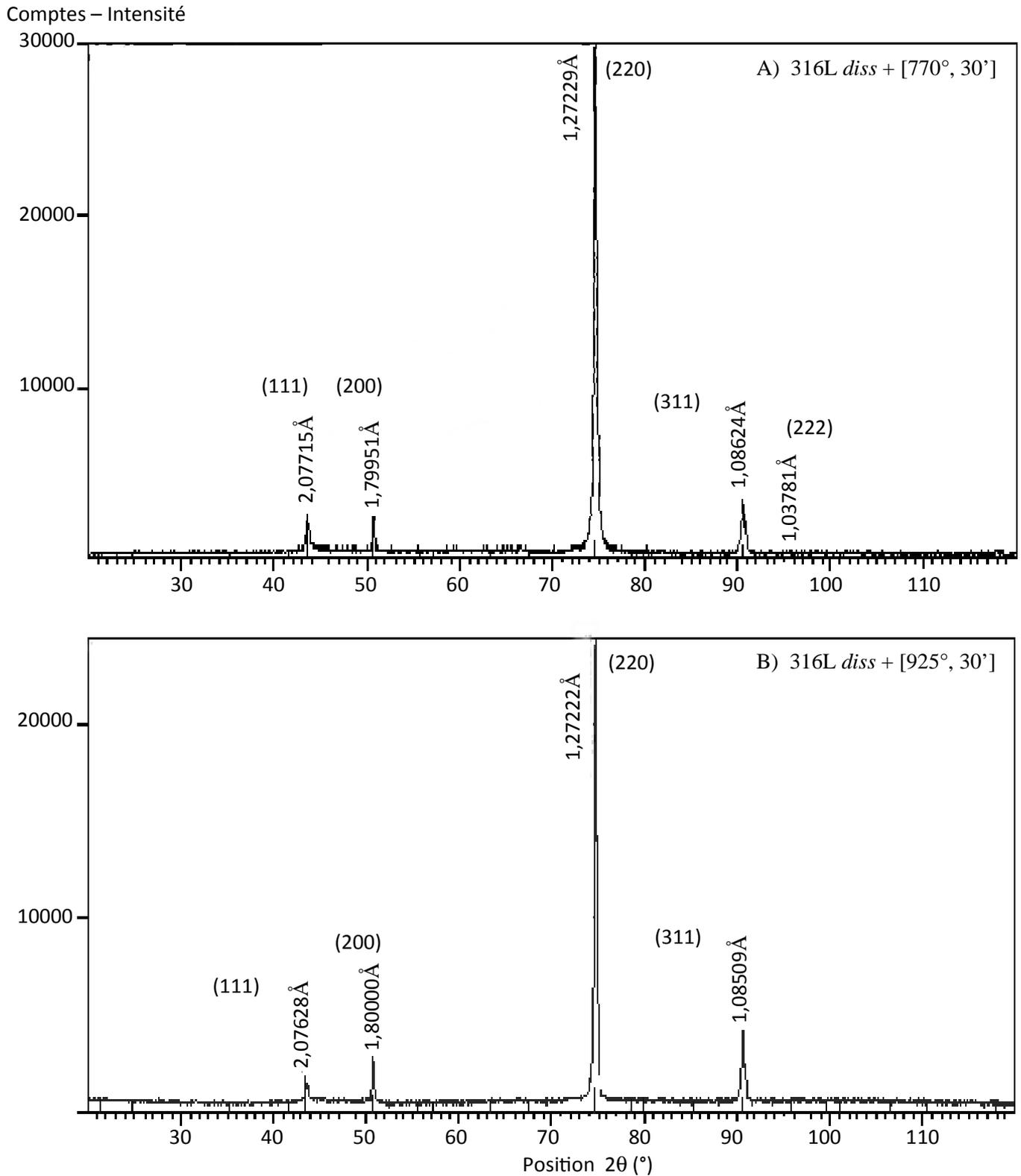
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,10']	0,23 ± 0,77 Var = 9,95	0,57 ± 6,85 Var = 88,10	85,15 ± 5,54 Var = 57,64	<i>Durée (<math>\Delta t^{925^\circ}</math>) après 20% de déformation.</i>
	35,44 ± 0,18 Var = 2,15	16,34 ± 1,59 Var = 18,99	22,66 ± 1,67 Var = 20,88	
316L <i>diss</i> +20% + [925°,300']	34,46 ± 0,21 Var = 2,85	25,85 ± 1,84 Var = 25,26	31,62 ± 3,76 Var = 105,78	

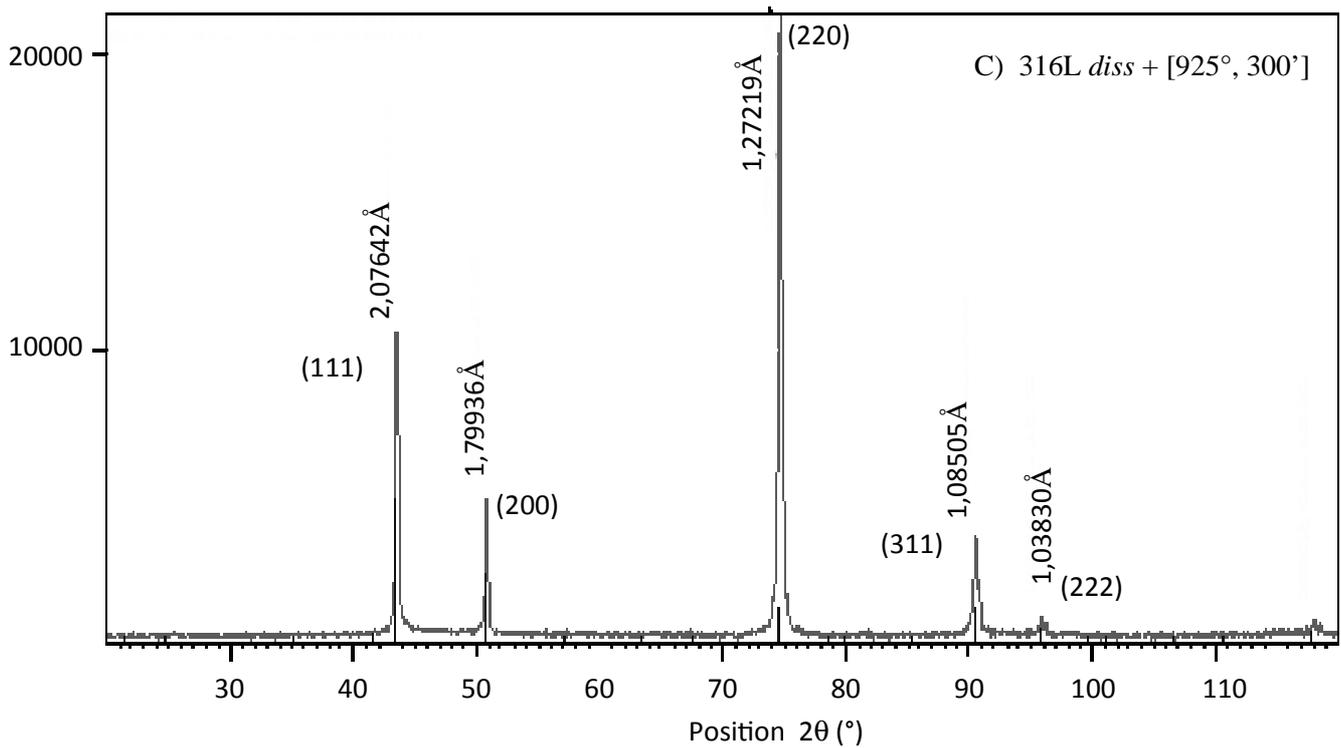
La méthode de l'interception linéaire est avantageuse dans la quantification des joints de macles et le comptage donne des valeurs statistiquement acceptables.

Les résultats présentent une évolution de la fraction des macles et de la longueur moyenne des joints (grains et macle) sous l'effet de contraintes thermiques, mécaniques ou thermomécaniques. Les variations de la longueur des joints de grains sont reliées au grossissement de grains. Dans les structures fines, les joints de grains occupent une surface du plan importante que celle dans les structures à gros grains. Par conséquent, le calcul de la longueur moyenne des joints de grains donne des valeurs élevées aux structures fines (brutes et recristallisées) contrairement aux états structuraux à gros grains. La corrélation entre les résultats calculés avec les conditions opératoire donnera une meilleure appréciation de l'effet de chaque paramètre expérimental.

## IV.5. RESULTATS DE LA CARACTÉRISATION AUX RAYONS X

L'analyse par diffraction des rayons X des échantillons d'acier 316L étudiés, a engendré les diffractogrammes ci-dessous.





**Figure IV.75:** Diffractogrammes RX de trois échantillons traité thermiquement à 770°C à 30 minutes et 925°C à 30 et 300 minutes respectivement.

L'analyse globale par diffractométrie des rayons X porte sur l'ensemble de la surface de chaque échantillon valant  $1\text{cm}^2$ . Plusieurs fiches de référence *PDF-ICDD* (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) correspondent à des pics de réflexions parvenus dues à un isomorphisme des phases cristallines rencontrées. Le pic le plus intense à l'angle  $2\theta$  égale à  $74,55^\circ$  est dû à l'austénite. Des combinaisons fer-chrome-carbone de faible intensité ont été identifiées aux angles :  $43,49^\circ$ ,  $50,66^\circ$ ,  $74,55^\circ$  et  $90,51^\circ$  dans les trois échantillons. Les raies représentées à  $43,49^\circ$  et  $50,66^\circ$  pourraient correspondre à une précipitation de carbures. Plusieurs petits pics existent mais ne sont pas significatifs du fait de leur faible intensité.

## IV.6. RÉSULTATS DE L'ESSAI DE MICRODURETÉ HV

Les tableaux suivants présentent les valeurs de microdureté locale à l'état considéré après chaque cycle thermique et/ou mécanique. La variation de la charge de l'essai n'a guère d'effet sur la valeur de microdureté [37] ; le tracé de la courbe de microdureté du 316L en fonction de la charge appliquée est une droite parallèle à l'axe des charges en grammes.

**Tableau IV. 5** : Résultats de la microdureté pour chaque élément de la microstructure après traitements thermiques des échantillons 316L.

Echantillon	Microdureté HV par élément de microstructure			
316L brut	<i>grain</i>	117	274	144
	<i>joint de grain</i>	180	205	206
316L <i>diss</i> + [700°,30']	<i>grain</i>	120	123	146
	<i>joint de grain</i>	155	163	
	<i>joint de macle</i>	154	150	
316L <i>diss</i> + [770°,30']	<i>grain</i>	140	138	148
	<i>joint de grain</i>	171	194	178
	<i>joint de macle</i>	173	170	138
316L <i>diss</i> + [850°,30']	<i>grain</i>	139	115	138
	<i>joint de grain</i>	228	210	220
	<i>joint de macle</i>	165	140	138
316L <i>diss</i> + [925°,30'] d'Waprès [23]	<i>grain</i>	147	151	
	<i>joint de grain</i>	232	230	
	<i>joint de macle</i>	172	169	
316L <i>diss</i> + [925°,10']	<i>grain</i>	137	134	125
	<i>joint de grain</i>	141	147	140
	<i>joint de macle</i>	153	151	161
316L <i>diss</i> + [925°,300']	<i>grain</i>	126	155	163
	<i>joint de grain</i>	149	174	176
	<i>joint de macle</i>	162	168	160

**Tableau IV. 6** : Résultats de la microdureté par chaque élément de microstructure de l'acier inoxydable 316L après des cycles mécaniques et thermomécaniques.

Echantillon	Microdureté HV par élément de microstructure			
316L brut + 20%	<i>grain</i>	214	268	266
	<i>joint de grain</i>	281	304	285
316L <i>diss</i> + 10%	<i>grain</i>	162	161	155
	<i>joint de grain</i>	190	178	172
	<i>joint de macle</i>	177	193	180
316L <i>diss</i> + 20%	<i>grain</i>	241	255	251
	<i>joint de grain</i>	278	263	283
	<i>joint de macle</i>	257	206	210
	<i>BG</i>	247	184	183
316L <i>diss</i> + 30%	<i>grain</i>	369	330	355
	<i>joint de grain</i>	388	361	390
	<i>joint de macle</i>	277	301	297
	<i>BG</i>	284	310	280
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,30']	<i>grain</i>	176	129	159
	<i>joint de grain</i>	185	213	223
	<i>joint de macle</i>	151	209	219
316L <i>diss</i> + 20% + [925°,300']	<i>grain</i>	166	171	136
	<i>joint de grain</i>	150	193	154
	<i>joint de macle</i>	192	196	155

Les joints de grains constituent la région la plus dure de la microstructure à cause de leur concentration élevée en défauts. Certains joints de macles présentent une dureté voisine aux joints généraux ( $\approx$  HV 170) tandis que d'autres sont doux ( $\approx$  HV 140). Bien que la distinction entre joints de macles cohérents et incohérents par microscopie optique n'est pas rigoureuse car seule l'analyse de la texture cristallographique le permet, l'essai de microdureté peut établir dans notre étude un critère d'origine « mécanique » de indiquer la *cohérence* d'un joint de macle.

## IV.7. DISCUSSIONS SUR LA TAILLE ET LA MORPHOLOGIE DES GRAINS

### IV.7.1. Discussion sur l'effet des traitements thermiques

Le suivi de la taille de grains à l'état brut et les états recuits (figure IV.76) nous a permis de mettre en évidence un grossissement de grains important de 4 fois relativement à l'état de départ. La marge d'erreur maximale de calcul du  $D_{\text{moy}}$  vaut  $3,5\mu\text{m}$  pour les structures traitées thermiquement, ce qui est lié à la compilation et à la limite de la technique d'observation.

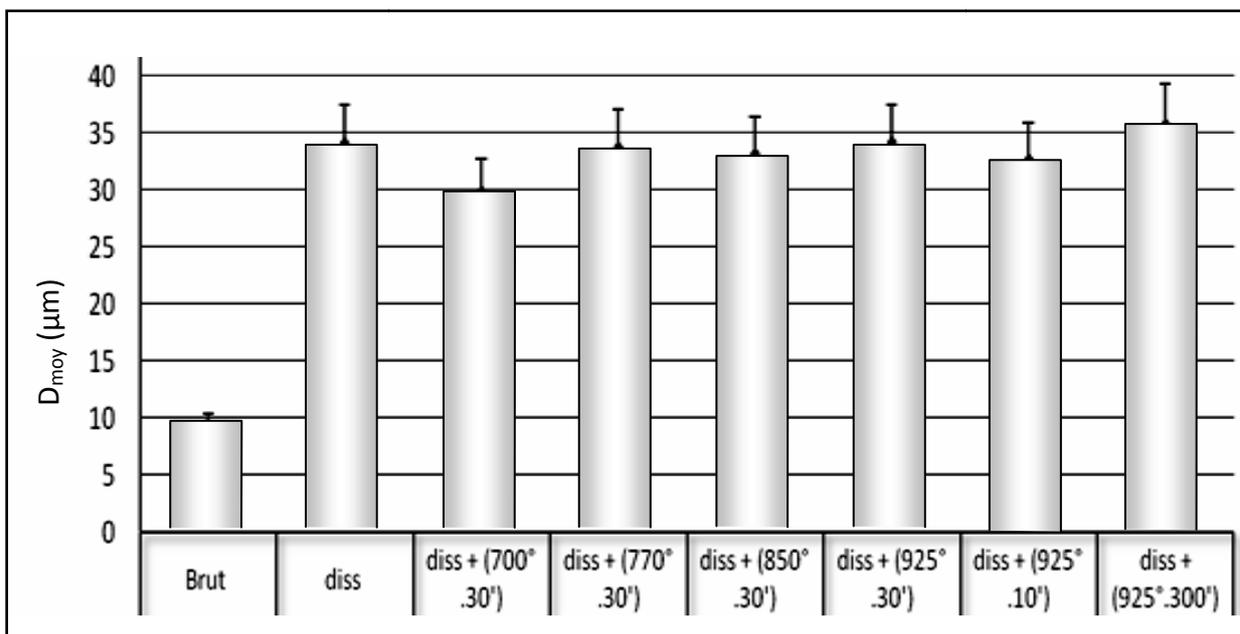
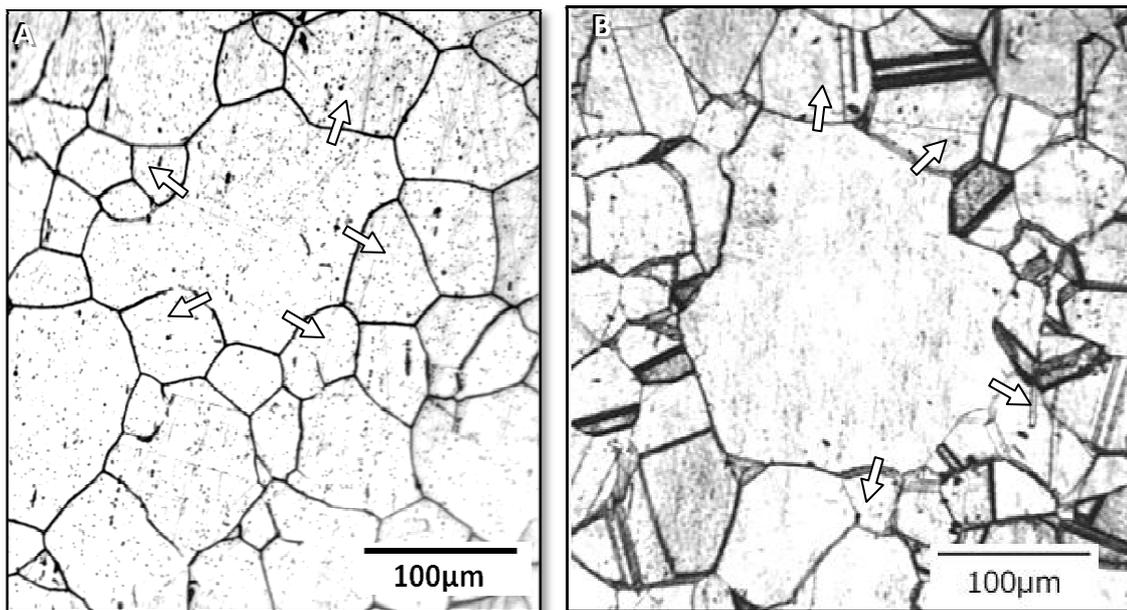


Figure IV.76 : Histogramme de la taille moyenne des grains après traitements thermiques.

Après traitement thermique, les échantillons métallographiques présentent tous un état de grossissement de grains, important dans certaines plages d'observation. Le mouvement différentiel d'un certain nombre de joints est attribué à une quantité d'énergie de déformation stockée au niveau de ces joints et libérée au cours du déplacement. Nous pouvons affirmer que le recuit de mise en solution [1100°,30'] implique la suppression partielle du travail thermomécanique demeuré après l'élaboration de la tôle d'acier 316L brut. Les grains austénitiques possèdent une morphologie polygonale. Le calcul des paramètres morphologiques moyens donne des valeurs de circularité variant entre 73% et 75% et l'élongation variant entre 41% et 42%. L'élévation de la température du recuit conduit à une baisse de 2% des paramètres de formes à cause du mouvement des joints.

Hormis la croissance normale des grains, un phénomène de croissance anormale des grains a été noté pour tous les échantillons traités thermiquement. Certains grains, comme illustrés sur la figure IV.77, se mettent soudainement à croître de sorte que les joints de grains migrent vers le centre de courbure des grains (indiqué par des flèches).



**Figure IV. 77** : Certains grains grossis dans les échantillons traités thermiquement;  
A – 316L diss + [925°, 30'] ; B – 316L diss + [850°, 30'].

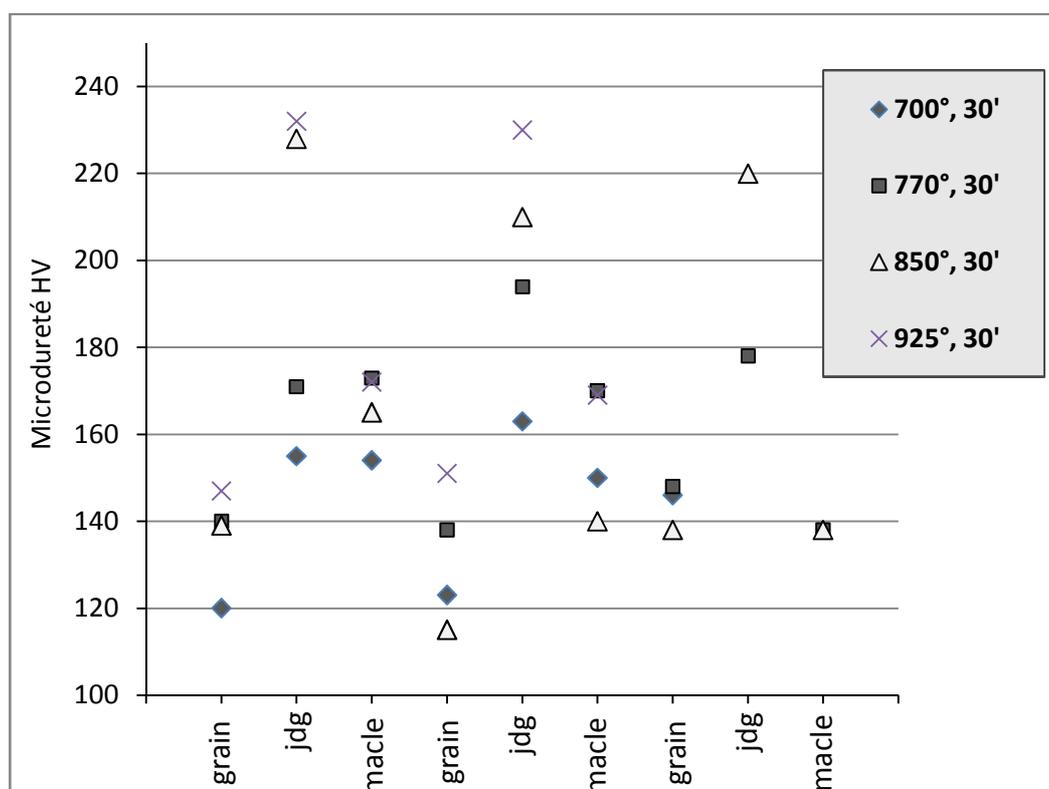
Comme ce phénomène peut la liée à la faible quantité d'énergie de déformation, issue de l'élaboration du 316L brut et restant après l'homogénéisation [1100°,30']. Les observations microscopiques montrent des grains grossis exempts de macles. Ceci peut s'expliqué par une *migration induite* des joints de grains aux faibles écrouissages qui accompagne la recristallisation secondaire de certains cristaux contenant une déformation résiduelle.

La présence d'éléments en solution dans l'austénite modifie la mobilité des joints par un écart tel que la vitesse de migration s'exprime par la relation IV. 3 :

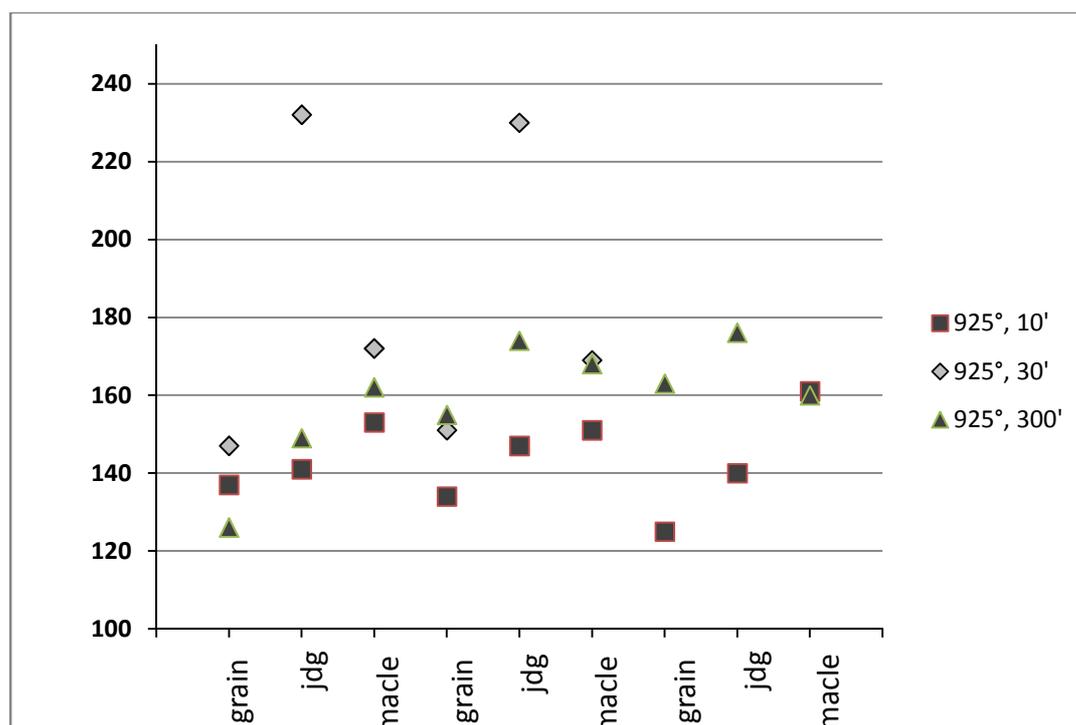
$$v' = M \cdot F - M \cdot f \cdot \Gamma \dots \dots \dots \text{Équation IV.17}$$

$f$  désigne la force d'interaction « particule – joint » et  $\Gamma$  la concentration d'impuretés par unité d'aire de joint. Pour de faible valeur de  $F$  ou de forte concentration en soluté, la vitesse  $v$  est ralentie. Le terme  $(M \cdot F)$  égale à  $v$  la vitesse dans le cas d'un métal pur. Pour des taux d'impuretés plus importants.

La formule chimique des carbures sont complexes :  $(Cr, Mo)_{23}C_6$ ,  $(Cr, Fe)_7C_3$ ,  $(Nb, V, Ti)C$ ,  $(Fe, Cr, Mo, W, Nb, V)_6C$ , prouvées par caractérisation au microscope électronique couplée à une microanalyse aux rayons X [7, 8]. Les carbures stabilisants de type MC ( $M = V, W, Nb, Ti$ ) précipitent lors du recuit à  $925^\circ C$  à partir de 30 minutes [24]. Malgré leur très faible quantité, ils provoquent un durcissement local important des joints, élucidé par les résultats des filiations de microdureté HV (figures IV.78 et IV.79). En prolongeant le recuit, un léger appauvrissement des grains austénitiques en éléments d'alliages est parvenu ce qui entraîne un faible adoucissement des grains.



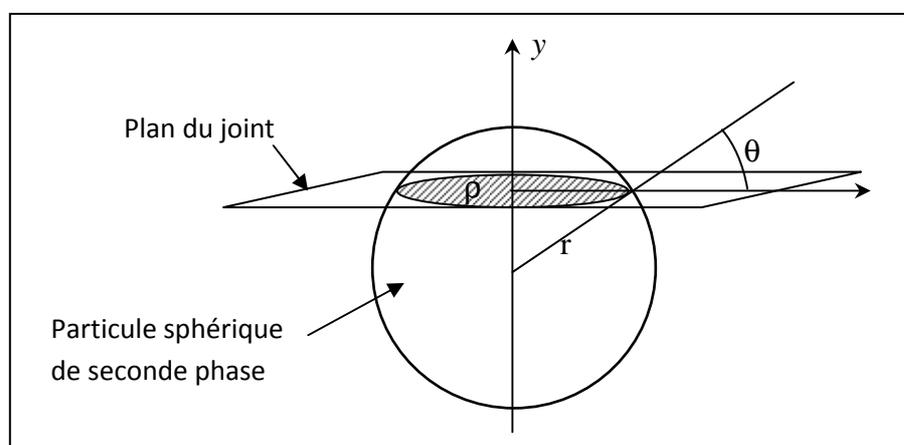
**Figure IV. 78** : Variations de la microdureté HV des échantillons traités entre  $700^\circ$  et  $925^\circ C$ .



**Figure IV. 79** : Variations de la microdureté HV des échantillons traités à 925°C.

Après divers traitements thermiques entre 700° et 925°C, les tailles moyennes de grains n'ont pas évolué à cause d'un phénomène d'épinglage d'un certain nombre de joints par des particules de carbures. Un modèle établi par C. Zener (1948) décrit ce phénomène en considérant un joint d'énergie ( $\gamma$ ) par unité d'aire qui franchit une particule sphéroïdale de rayon ( $r$ ) comme le schématise la figure IV. 80.

Si l'énergie interfaciale particule/grain ne varie pas sensiblement, la force exercée nécessaire pour mouvoir un joint est  $d\Delta E / rd\theta = \pi r \gamma \sin 2\theta$  ; sa valeur maximal vaut :  $F = \pi r \gamma$ .

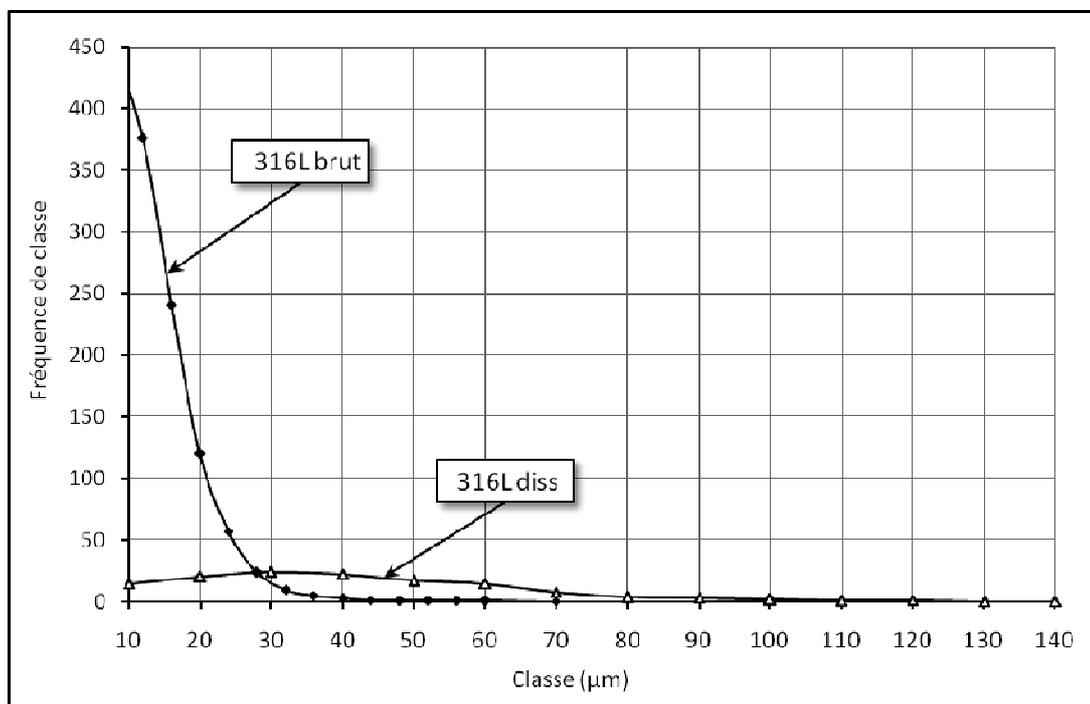


**Figure IV.80** : Effet d'un blocage par une inclusion sur la migration d'un joint.

Soit  $N$  le nombre de particule de même taille par unité d'aire, leur fraction volumique ( $f_v$ ) vaut :  $f_v = (4/3) N\pi r^3$ . Les particules coupées par le joint doivent de trouver à une distance inférieure ou égale à ( $r$ ). La *force de freinage* par unité d'aire est donnée par :  $F = 3 f_v \gamma / 2r$ . Ainsi, la force de freinage peut être comparée aux forces motrices du mouvement des joints qui découlent de la formule de Gibbs :  $2\gamma/R$ .

L'observation microscopique montre des grains irréguliers avec la présence de gros grains affectés par des fragments de joints brisés et bornés par plusieurs grains de petite taille. Par le biais de la superposition des fonctions de distribution moyenne de tailles de grains, nous sommes arrivés à discuter les conséquences des traitements thermiques sur l'évolution des tailles de grains de l'acier 316L.

L'effet du recuit d'homogénéisation sur la distribution de tailles de grains brutes et après dissolution à  $1100^\circ\text{C}$  est illustré sur la figure IV.81. On note un élargissement de la fonction de distribution moyenne et une chute brutale du maxima due au refroidissement rapide (à l'air) après l'enfournement.



**Figure IV. 81:** Courbes de distributions moyennes de tailles de grains à l'état brut et dissolu.

Le comptage des grains sur la plage d'analyse de la structure brute donne des fréquences très élevées pour les petits grains ( $< 10\mu\text{m}$ ) et des fréquences nulles au-delà de  $70\mu\text{m}$ . En revanche, le comptage sur les structures grossières thermiquement donne des fréquences faibles pour les grains petits et élevées pour les gros grains jusqu'à  $130\mu\text{m}$ .

Les figures IV.82 et IV.83 illustrent l'influence de la température et la durée de recuit respectivement sur la distribution de taille de grains. Les recuits à hautes températures  $1100^\circ$  et  $925^\circ$  impliquent des courbes aplaties et étalées vers les classes élevées tandis qu'une température inférieure à  $850^\circ$  implique une courbe mince. La population prédominante de grains est inclinée vers les classes de petite taille ce qui est attribué à un blocage de la taille de certains grains par les précipités. Au dessous de  $770^\circ$  qui est une température de *sensibilisation* pour un acier inoxydable austénitique, les carbures intergranulaires  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  prennent une partie importante du joint et l'effet d'épinglage de Zener est plus prononcé. Les conséquences du prolongement de l'enfournement à  $925^\circ$  jusqu'à 5 heures sont principalement l'étalement de la courbe de distribution de  $D_{\text{moy}}$  vers les grandes tailles ainsi que l'abaissement de la fréquence de la dimension prédominante. Le rôle des carbures MC réside dans le blocage de la taille moyenne des grains autour des  $35\mu\text{m}$ .

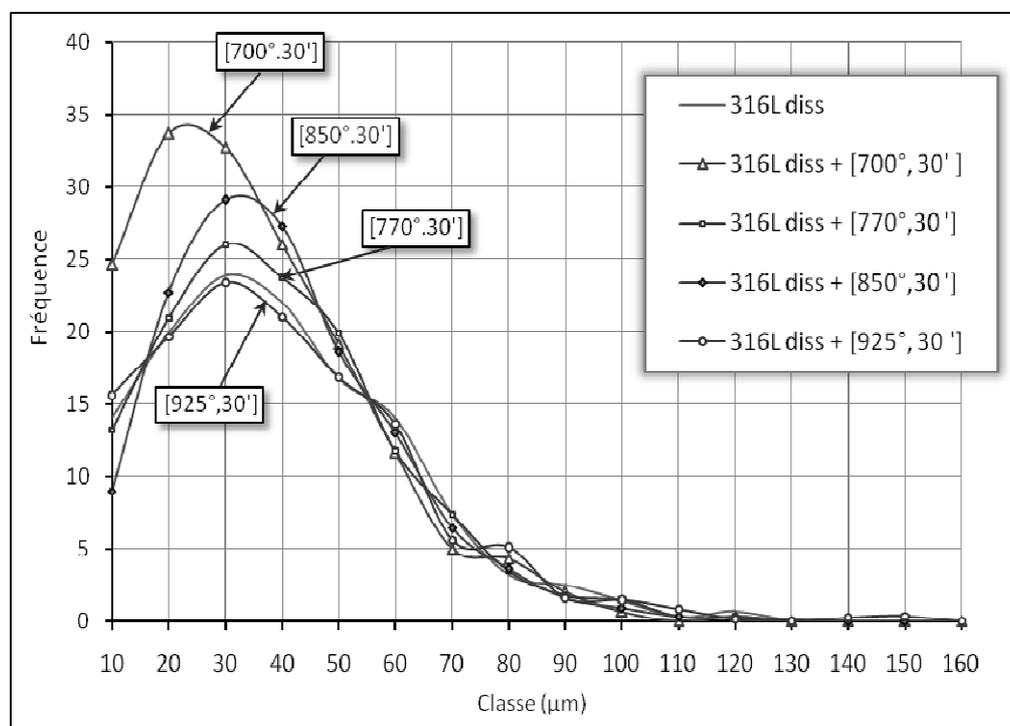


Figure IV. 82 : Effet de la température du recuit sur la distribution de la taille des grains.

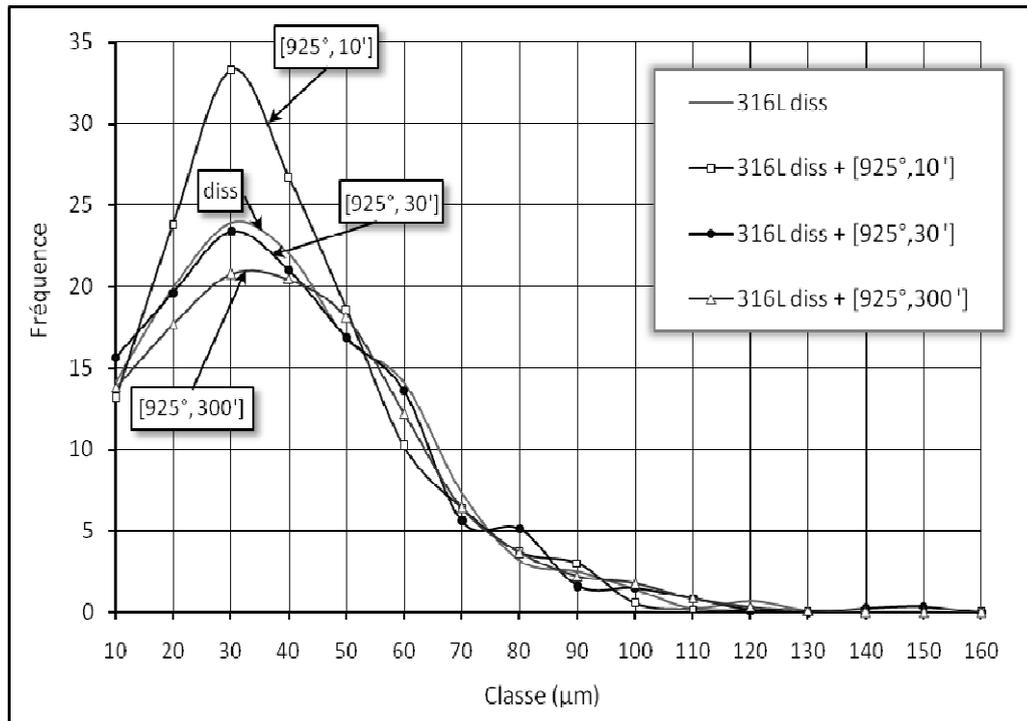
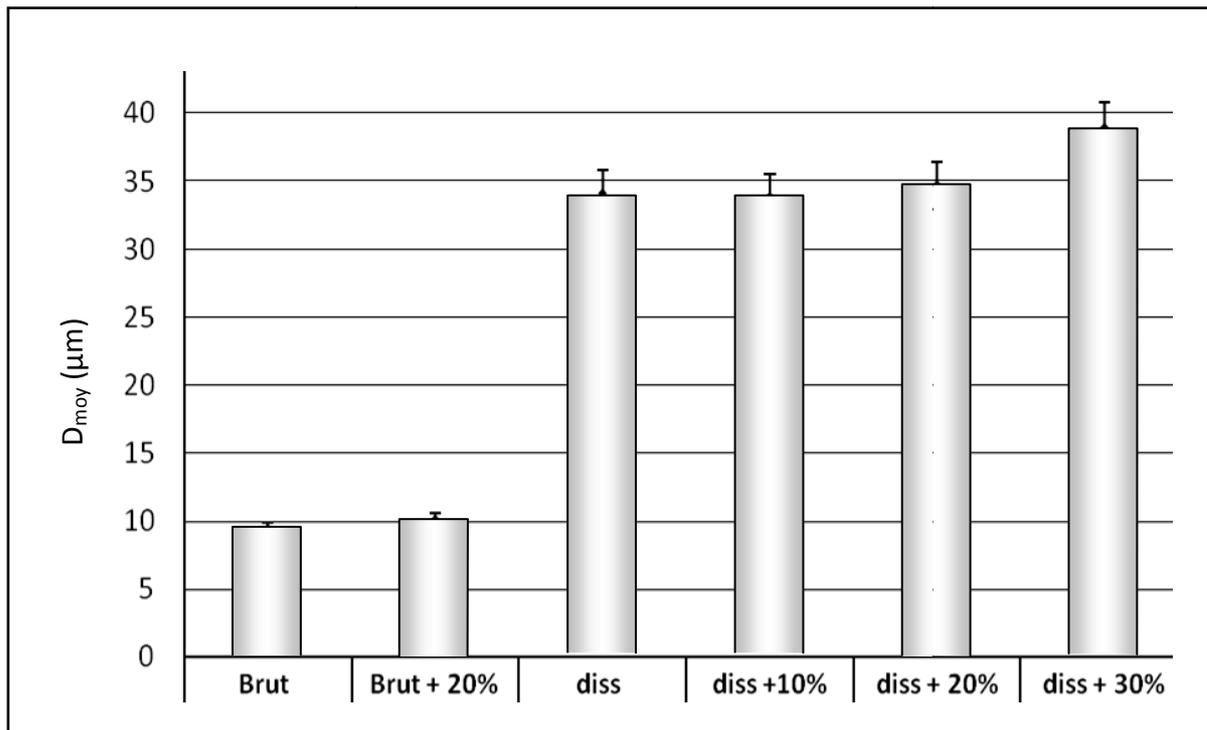


Figure IV. 83: Effet de la durée ( $\Delta t^{925^\circ}$ ) sur la distribution de la taille des grains.

#### IV.7.2. Discussion sur l'effet de la déformation mécanique par laminage

L'acier inoxydable austénitique 316L présente une relative facilité de mise en œuvre ainsi qu'une bonne aptitude à la déformation. Le calcul des paramètres morphologiques moyens nous a permis d'étudier la texture cristalline après le laminage à froid à l'état brut (fine,  $D_{\text{moy}} \approx 10\mu\text{m}$ ) et à l'état homogénéisé (grossi,  $D_{\text{moy}} \approx 37\mu\text{m}$ ). La texture de laminage est insignifiante au dessous de 30% et commence à se manifester par un allongement des grains dans la direction de laminage et disparaît par le traitement à  $925^\circ$ . Les variations du  $D_{\text{moy}}$  (figure IV. 84) montrent une légère augmentation du  $D_{\text{moy}}$  calculé à l'état écrouis à 30% due à un faible allongement parvenu dans certaines plages d'observation.



**Figure IV. 84 :** Histogramme de la taille moyenne des grains après laminage.

A partir de 20% de déformation, apparaît sur le plan poli une texture de déformation très visible au microscope optique à l'état homogénéisé et inaperçue à l'état brut déformé. Les figures IV.85 et IV.86 suivantes illustrent les éléments microstructuraux du 316L déformés à froid et révélés par attaque chimique (X650).

En raison des incompatibilités cinématiques entre grains entraînés par les deux cylindres du laminoir, certains grains apparaissent tranchés par des marches ou bandes de glissement. Celles-ci témoignent une déformation irréversible du matériau par glissement le long de plans dans la maille cristalline (micrographies IV.85). En continuant la déformation, d'autres bandes se forment par déclenchement de glissements le long des plans cristallographiques  $\{111\}$  de l'austénite. Chaque bande observée à la surface est en fait la résultante du mouvement d'un grand nombre de dislocations dans un même plan cristallin. Deux directions de BG apparaissent clairement et entrent en intersection dans les grains écrouis (figure IV.86). A 30%, le glissement intragranulaire est plus prononcé et commence à apparaître dans la tranche maclée des grains.

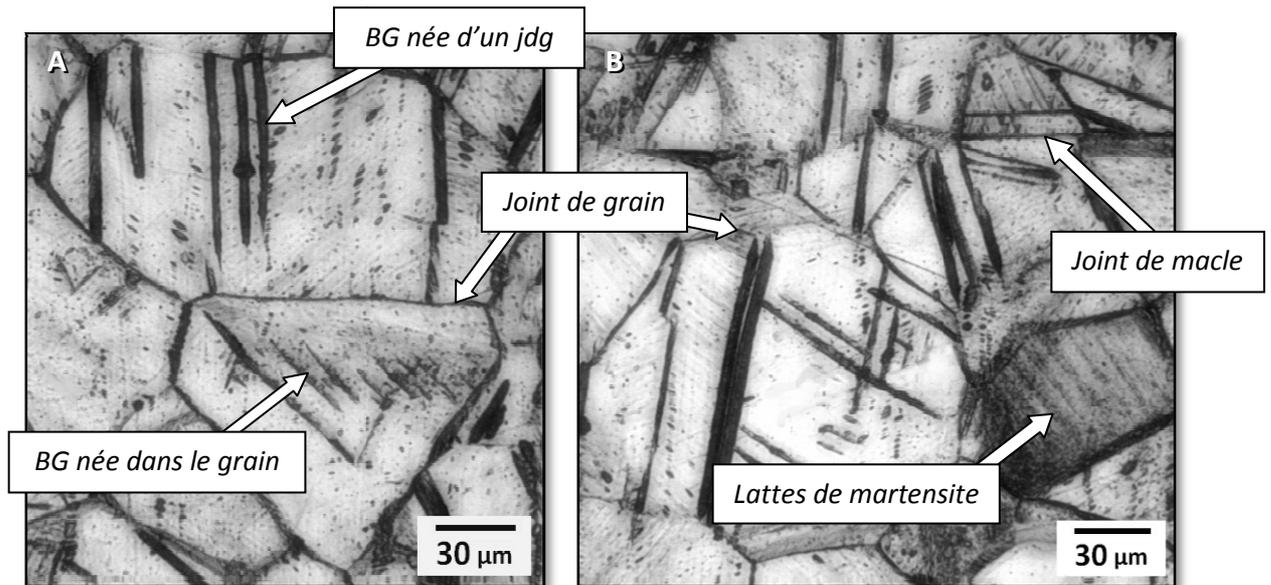


Figure IV. 85 :Eléments de la microstructure du 316L *diss* + 20%.

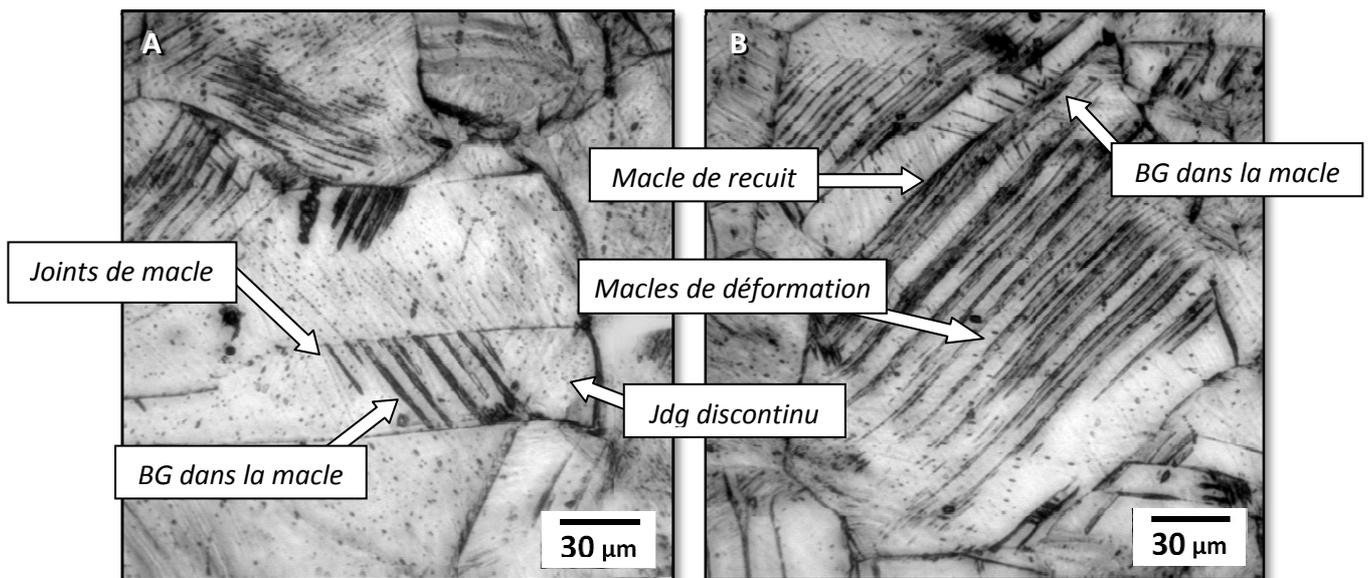


Figure IV. 86 : Eléments de la microstructure du 316L *diss* + 30%.

Les éléments de la microstructure reçoivent et stockent de l'énergie de déformation sous forme de défauts ce qui cause un durcissement important (figure IV.87 et IV.88). Les macles de recuits, préexistant dans le métal, subissent une partie de la déformation ; elles durcissent et changent de forme (joints courbes au lieu des joints rectilignes observées avant l'écroutissage).

La transformation partielle de l'austénite métastable du 316L déformé à la température ambiante génère des phases martensitiques qui, de par leur grande dureté contribue au durcissement des échantillons écrouis.

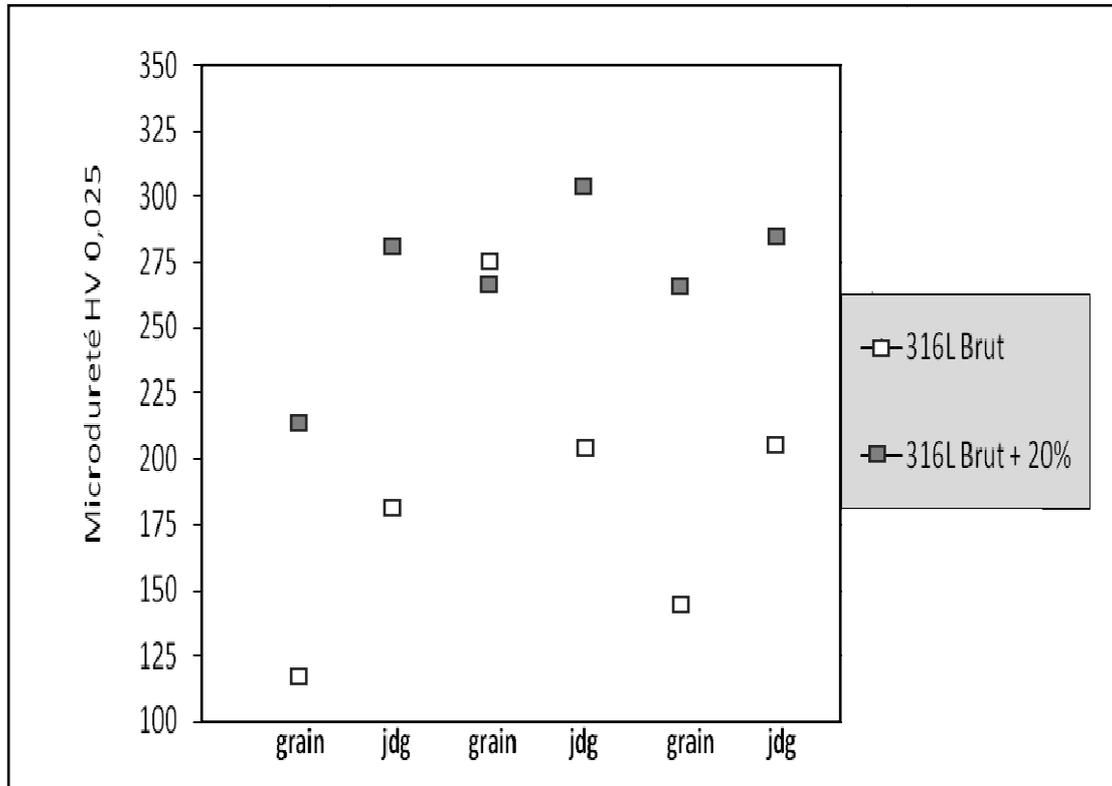


Figure IV. 87 : Variations de la microdureté des échantillons bruts avant et après laminage à 20%.

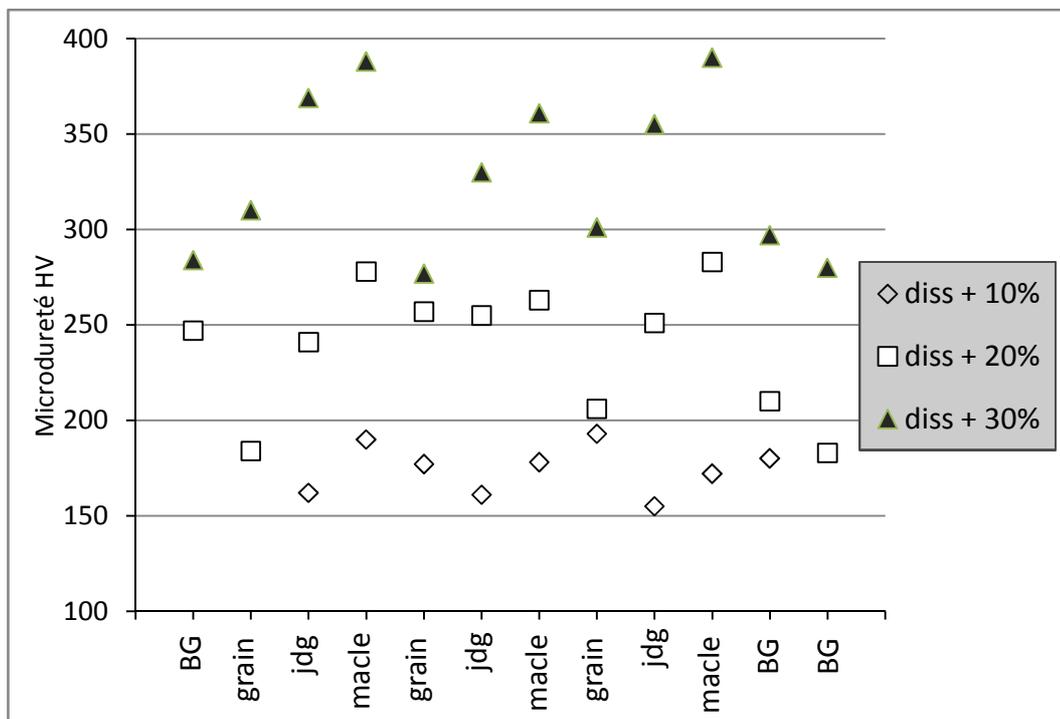
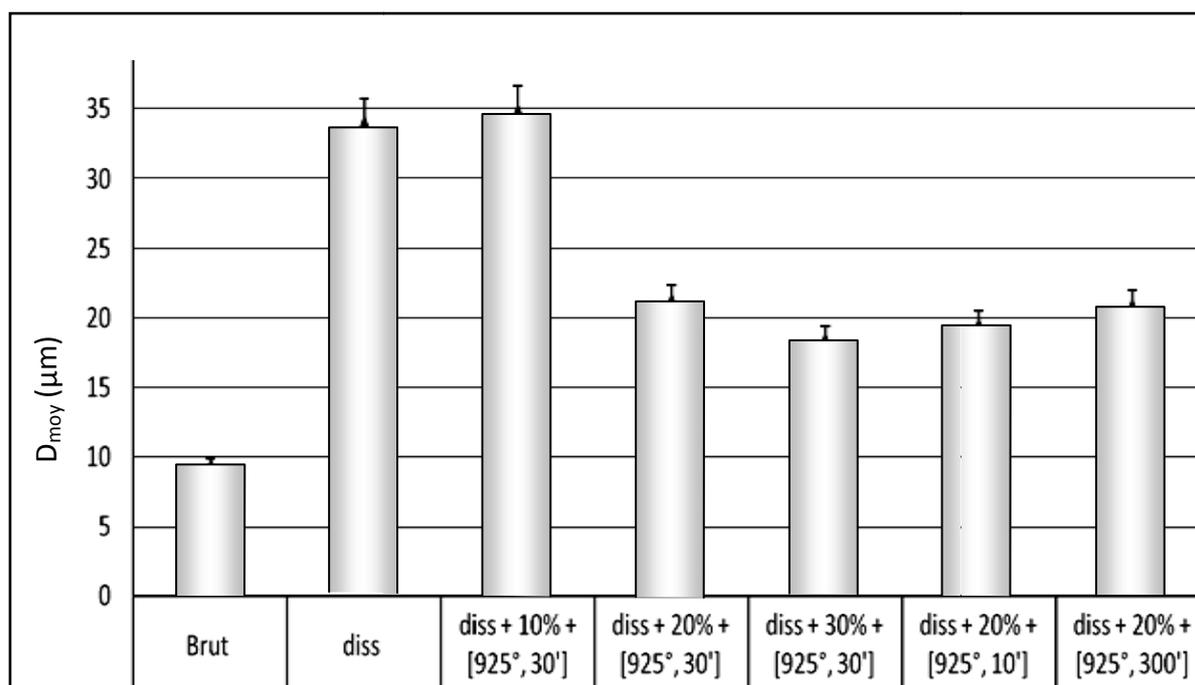


Figure IV. 88 : Variations de la microdureté des échantillons laminés à l'état dissous.

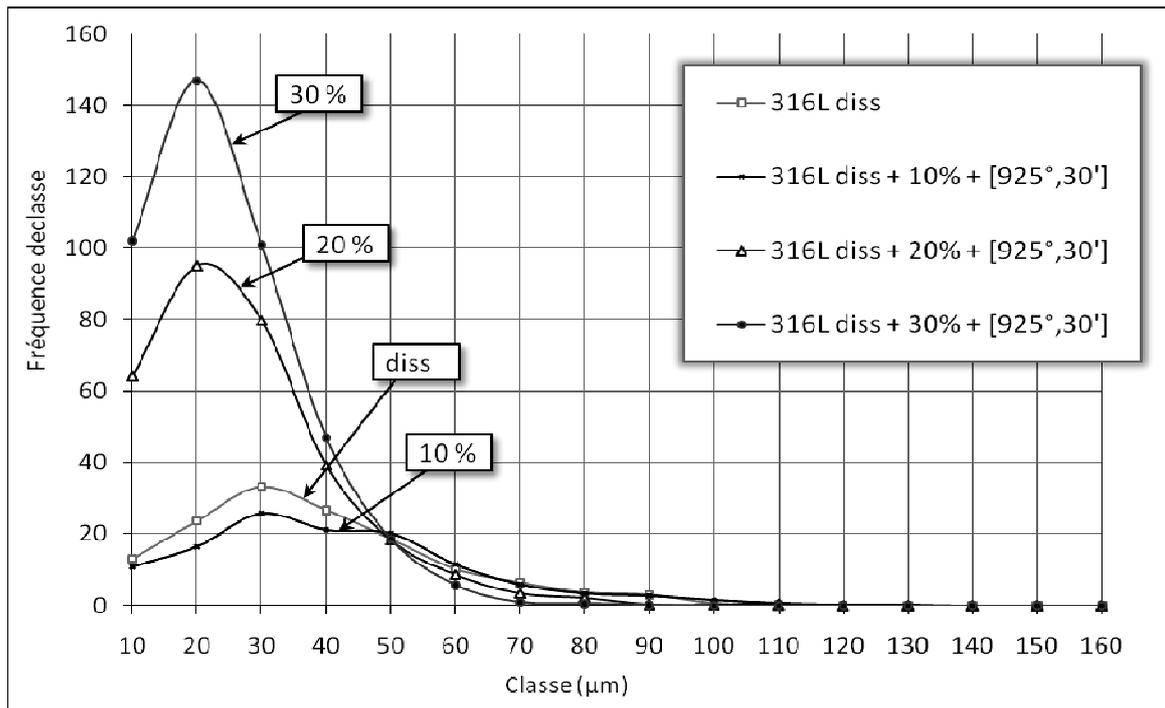
### IV.7.3. Discussion sur l'effet des traitements thermomécaniques

On a choisi des traitements thermiques à 925°C qui dépasse la température de recristallisation du 316L ; les phénomènes thermomécaniques seront par conséquent accélérés. La restauration de la microstructure est un phénomène qui précède la recristallisation des grains austénitiques. Il devient perceptible à 10% de déformation où la taille de grains est restée proche à celle avant le laminage (figure IV. 89). L'activation thermique permet de libérer l'énergie emmagasinée par réarrangement et annihilation des dislocations.

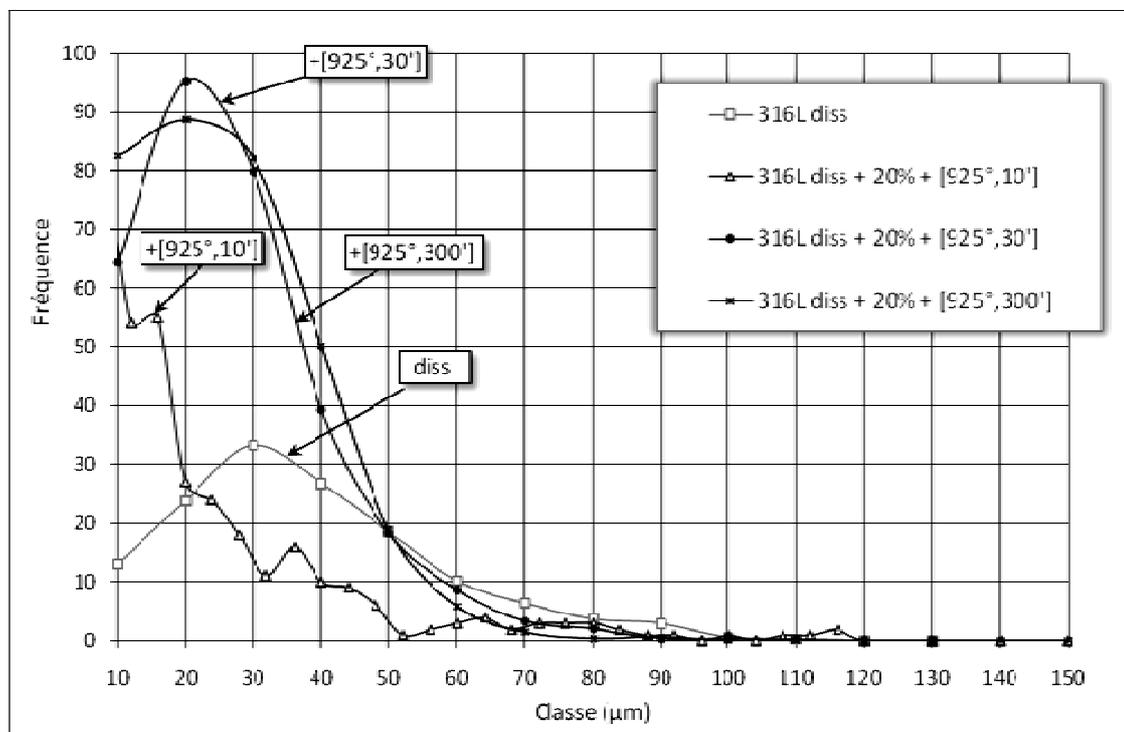


**Figure IV. 89** : Variations de la taille moyenne des grains après laminage et recuit à 925°C.

Les variations du  $D_{\text{moy}}$  montrent une diminution de la taille moyenne des grains déformés à 20% et 30% puis traité à 925°C ; la déformation 30% implique une structure recristallisée plus fine, sachant que l'énergie emmagasinée origine de la force motrice de recristallisation est proportionnelle au taux d'écroutissage. Comme la vitesse de germination est plus affectée par la déformation que la vitesse de croissance, les déformations élevées fournissent une probabilité de germination par unité de volume élevée avec donc des tailles de grains de plus en plus petites. Cette évolution des grosseurs de grains est vérifiée à partir de la superposition des courbes de distributions de  $D_{\text{moy}}$  (voir la figure IV.90).



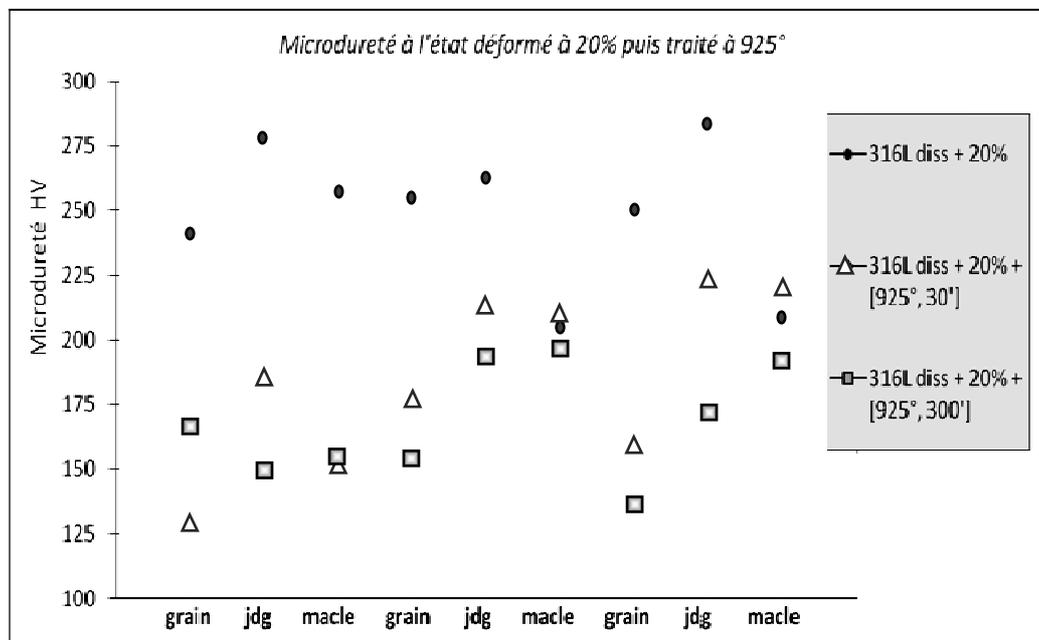
**Figure IV. 90 :** Effet du taux de déformation sur la distribution des tailles de grains recristallisés à  $[925^\circ, 30']$ .



**Figure IV. 91 :** Effet de la durée ( $\Delta t^{925^\circ}$ ) du recuit de recristallisation sur la distribution des tailles de grains.

Dans un deuxième temps, on a maintenu le taux de déformation à 20% et on a fait varier la durée du recuit à 925°. L'initiation de la recristallisation est repérée après 10 minutes ; 20% de déformation est suffisante pour produire des germes de recristallisation stables et pour fournir la force motrice nécessaire à leur croissance en prolongeant le traitement à 30 minutes puis à 5 heures. A partir des distributions de grosseurs de grains (figure IV.91), on constate que le processus de recristallisation primaire est établi et la microstructure possède une distribution de grains normale après 30 minutes de traitement à 925°.

En stade finale de recristallisation primaire, la croissance homogène des grains recristallisés, dite aussi *croissance normale* ou *continue*. La force motrice de cette croissance est l'énergie de déformation emmagasinée dans le matériau. La libération de l'énergie de cette énergie de déformation par le recuit à 925°C provoque un adoucissement de la microstructure, décelé par les courbes de la figure IV. 92. A ce stade, la structure des grains est réarrangée ; les joints aux points triples acquièrent la configuration à 120° ce qui provoque leur courbure. Dans ce cas, la minimisation de l'énergie interfaciale s'opère par le mouvement des points triples ce qui implique la disparition des grains ayant moins de six côtés en faveur des grains en croissance ayant plus de six côtés. Les grains en phase de disparition ont des joints discontinus.



**Figure IV. 92 :** Variation de la microdureté des échantillons laminés à 20% puis traités à 925°C.

L'étude de la texture des grains pour chaque état microstructural nous a permis de comprendre les mécanismes de restauration et de recristallisation de notre matériau à l'état faiblement écroui ( $\epsilon \leq 30\%$ ). Les cycles thermiques prolongés à  $925^\circ$  impliquent la présence de carbures formés préférentiellement sur les joints généraux ce qui les durcit. Les carbures MC germent à 30 minutes de maintien à  $925^\circ\text{C}$ . Ces particules très fines dispersées dans la matrice, peuvent affecter le processus de recristallisation de deux façons : elles peuvent engendrer un écrouissage local et par conséquent accroître l'énergie motrice pour la recristallisation ; les particules assez grosses sont des sites de germination préférentielle. Nos résultats expérimentaux sur les variations morphologiques du 316L faiblement déformés nous permettent de confirmer l'effet de ces carbures dans le retardement de la recristallisation secondaire du 316L en augmentant le nombre de sites de germinations primaires. Le blocage de la taille moyenne de grains entre 30 minutes et 5 heures de traitement est attribué au phénomène de freinage de Zener par les particules de carbures qui peuvent épingler efficacement les joints en mouvement.

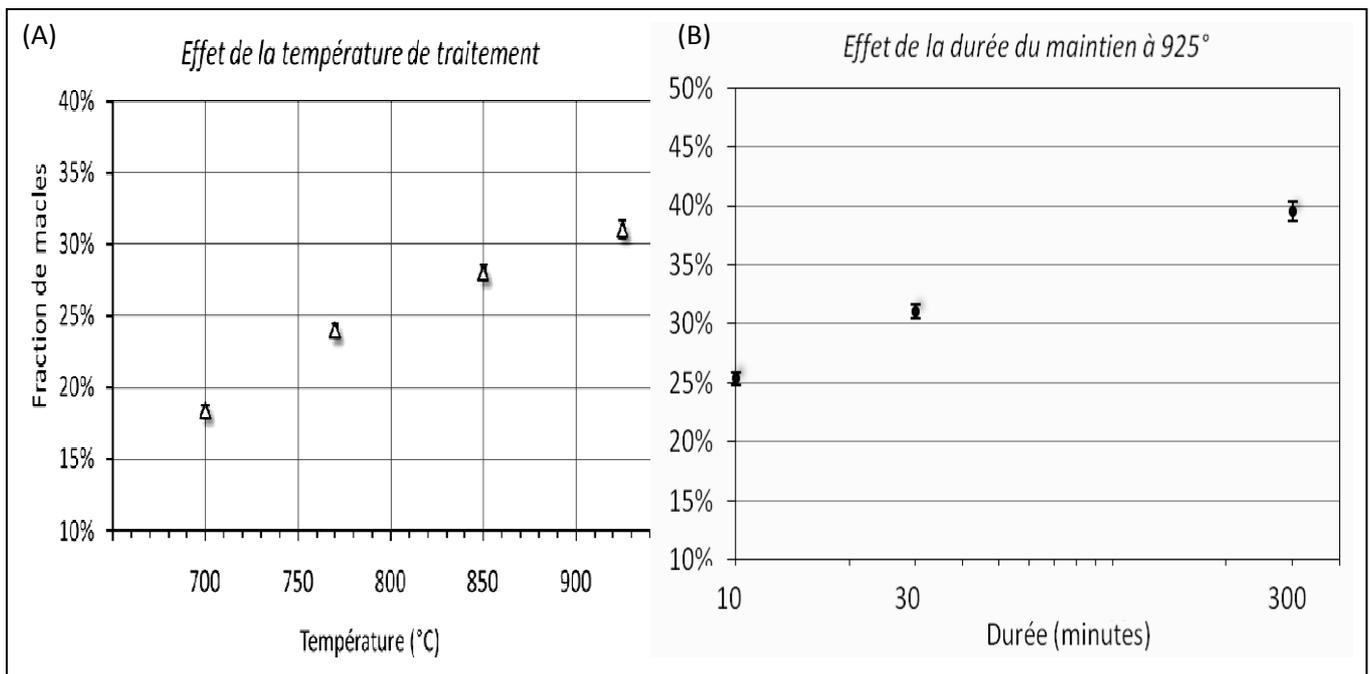
La morphologie des grains est similaire malgré la différence dans la résolution des images (nombre de grains par plage d'observation). Ceci s'explique par les mêmes phénomènes thermiquement activés à  $925^\circ$  tels que la diffusion des éléments chimiques dans la matrice et à travers les joints de grains et la restauration et la recristallisation des structures préalablement écrouies. L'allure sigmoïde des courbes représentatives des paramètres morphologiques est conforme au modèle de Johnson-Mehl-Avrami [38]. La partition de la microstructure est caractérisée par deux paramètres tributaires du processus thermique : la cinétique de germination (considéré comme variable) et la cinétique de croissance (considérée comme constante).

## IV.8. DISCUSSIONS SUR LA GENÈSE ET CROISSANCE DES MACLES

### IV.8.1. Discussion sur les effets purement thermiques

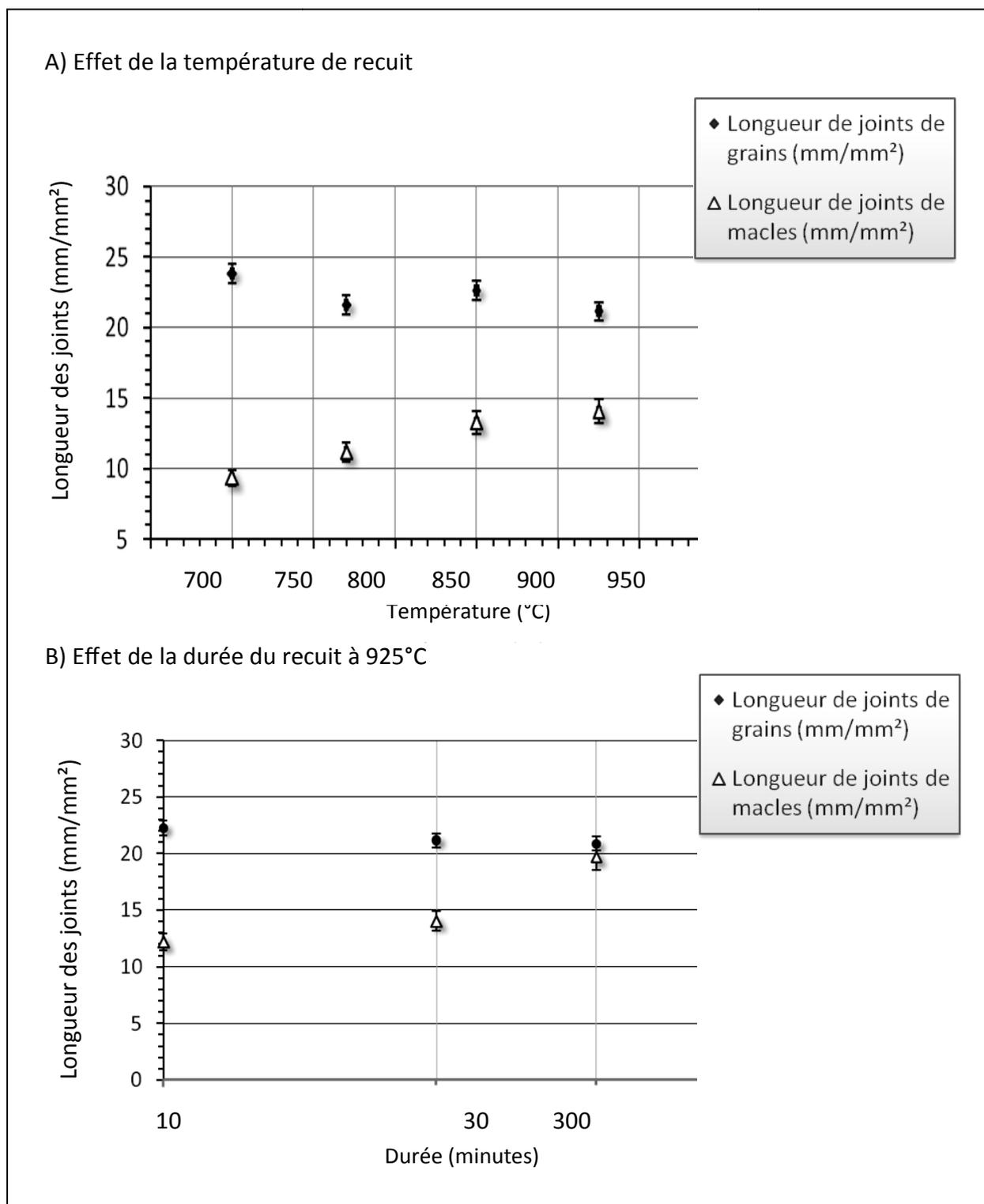
- *Corrélations avec les différents paramètres*

La figure IV.93 illustre la variation du maillage thermique en fonction des conditions de la sollicitation thermique. Les macles de recuits sont davantage générées en augmentant la température et en prolongeant la durée du recuit.



**Figure IV. 93** : Variations de la fraction moyenne des macles avec (A) la température et (B) le temps de recuit.

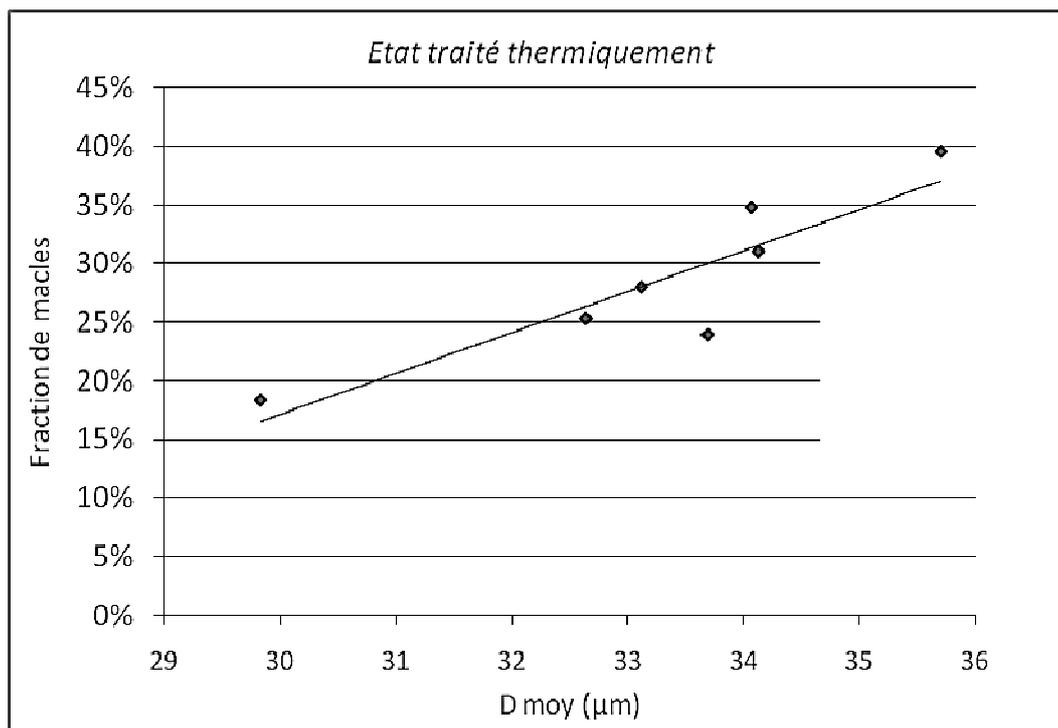
La figure IV.94 illustre une augmentation de la longueur des joints de macles lors de processus purement thermiques. Contrairement aux macles, l'évolution de la longueur moyenne des joints de grains est presque constante, ce qui est accordé à l'épinglage de certains joints de grains par les particules de secondes phases. En condition de traitement à 925°C,  $\overline{L}_A^g$  tend à diminuer ; le prolongement du recuit provoque un léger grossissement de grains accompagné par une génération de macles thermiques.



**Figure IV. 94 :** Variations de la longueur moyenne des joints de grains et celle des macles avec (A) la température et (B) le temps de recuit.

- *Corrélation avec la taille moyenne de grains*

La figure IV. 95 illustre les variations de la fraction surfacique des macles avec la taille moyenne des grains à l'état traité thermiquement. La sollicitation purement thermique implique une augmentation de la densité des macles suivant une courbe de tendance linéaire ayant un coefficient de détermination ( $R^2$ ) égale à 80,3%.



**Figure IV. 95:** Corrélation entre la fraction moyenne de macles et la taille moyenne de grains à l'état traité thermiquement.

La fraction de macles ( $\rho$ ) est proportionnelle au nombre de joints de macles interceptés ( $N$ ) par la ligne de comptage. Elle apparait comme fonction de la taille moyenne de grains au-delà d'une taille critique ( $D_0$ ) de début de maclage, on a l'équation III.11 :

$$\rho = \frac{1}{D} k \cdot \gamma_s \log\left(\frac{D}{D_0}\right)$$

La méthode du calcul découle d'un modèle atomistique de formation des macles issue des analyses de Gleiter [35] qui simule l'influence de la température selon la relation thermodynamique :

$$\rho(T) = \exp \left( \frac{-Q/kT + \Delta G/kT}{\frac{\pi \varepsilon^2 h^2}{Q \cdot \sigma} - 1} \right) \dots \dots \dots \text{Équation IV.18}$$

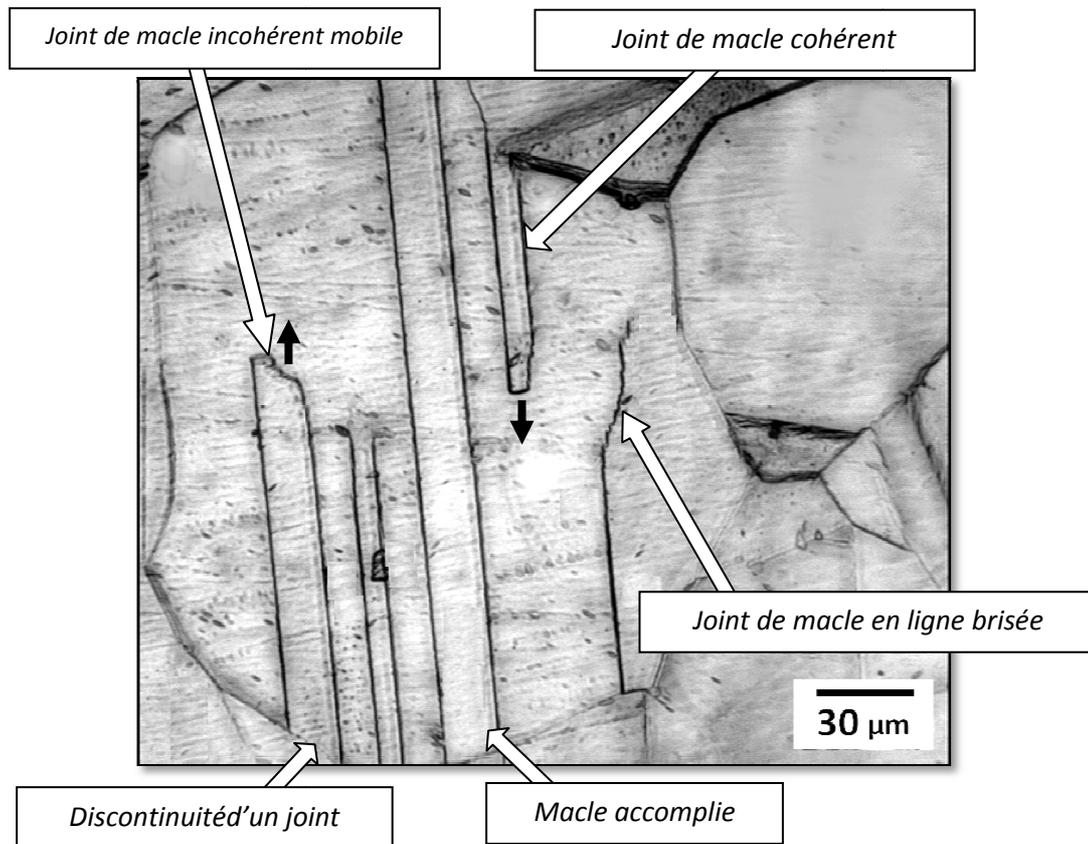
$Q$  est l'enthalpie d'activation du mouvement du joint de grain,  $\Delta G$  est l'énergie de déformation stockée dans le grain en croissance,  $T$  est la température absolue,  $k$  est la constante de Boltzmann,  $h$  est la distance interplanaire  $d_{\{111\}}$ ,  $\varepsilon$  est l'énergie surfacique d'un germe du nouveau plan (111) et  $\sigma$  est l'énergie d'un joint de macle cohérent.

La combinaison des relations (III.11) et (IV.2) nous permettent d'interpréter l'effet de la taille de grains et la température sur la fraction de macles ; ( $\rho$ ) augmente si ( $D$ ) augmente à ( $T$ ) fixe et ( $\rho$ ) augmente si ( $T$ ) augmente à ( $D$ ) fixe. Le modèle correspond aux résultats de notre étude de la portée d'un traitement thermique sur le maclage de l'acier 316L.

- *Germination et croissance des macles thermiques*

Sous l'effet de l'activation thermique, le joint de grains adjacents se met à bouger. La germination des macles thermique dans un réseau c.f.c s'opère par une augmentation des *défauts ponctuels* dans le grain grossi ce qui initialise un *défaut d'empilement* sur la famille des plans {111}. Le germe d'une macle est ainsi crée par un *saut atomique erroné* à travers le joint de grain. Si ce germe croit à une taille critique, une nouvelle tranche du cristal se forme dans le sens de croissance de la macle. *Une portion du joint d'origine se trouve dissoute et remplacée* par un joint de macle cohérent immobile (*m.c*) suivant le plan (111) du grain en croissance et un joint de macle incohérent mobile (*m.i*).

De ce fait, les discontinuités au niveau de la périphérie des grains, repérées sur la figure IV.96 accompagnent toujours la germination des macles de recuit. La croissance est accomplie par l'avancement du joint frontal et le joint cohérent demeure rectiligne sachant que les joints de macles frontaux ont une mobilité équivalente à celle des joints de grains généraux à *grand angle de désorientation* (ceci constitue une condition supplémentaire de genèse et croissance, ajoutée aux conditions *crystallographique* et *énergétique*). Cependant, les précipités de carbures formés dans les grains aux conditions thermodynamiques favorables, constituent un obstacle au plan d'accommodation et implique une croissance de macle en marches.



**Figure IV. 96** : Macles de recuit formée durant la migration du joint de grain à 925°C (X650) ;  
Echantillon 316L diss + [925°, 300'].  
Les flèches indiquent la direction de croissance de la macle.

Les énergies interfaciales des joints sont connues pour être influencées par :

- (i) la désorientation ( $\theta$ ) ;
- (ii) la présence d'impuretés ou éléments d'alliages ;
- (iii) la température.

L'étude théorique de la germination et la croissance des macles peut être biaisée par d'autres facteurs ; De ce fait, la microscopie quantitative représente le meilleur moyen pour l'étude des macles.

- *Effet d'une précipitation de seconde phase sur la genèse des macles*

L'analyse chimique de notre matériau révèle une composition assez variée. La précipitation de seconde phase telle que les carbures et les sulfures lors des cycles thermiques ou thermomécaniques est infime à cause de la très faible quantité d'éléments tels que le carbone (<0,038%), le phosphore (0,043%), le soufre (0,017%), le manganèse (1,490%). Les cycles thermiques de notre étude et la présence d'éléments fortement carburières dans notre matériau (%W=0,052, %Ti=0,0028, %V=0,041) implique une précipitation de carbures de différentes stoechiométries :  $M_{23}C_6$ ,  $M_3C$ , MC. Quoique cette précipitation reste minime, elle joue un rôle primordial sur la genèse et croissance des macles de recuit par la modification de la diffusion thermique et la mobilité du joint. La précipités de phases intermétalliques telles que la phase sigma  $Fe_2Mo_6$ , la phase Laves  $(Fe, Ni)_x(Cr, Mo)_y$ , et la phase Chi  $(Fe, Ni)_{36}Cr_{12}Mo_6$  aux niveaux des joints de grains et macles incohérents est vérifiée par analyse aux rayons X après 5 heures de recuit à 925°C.

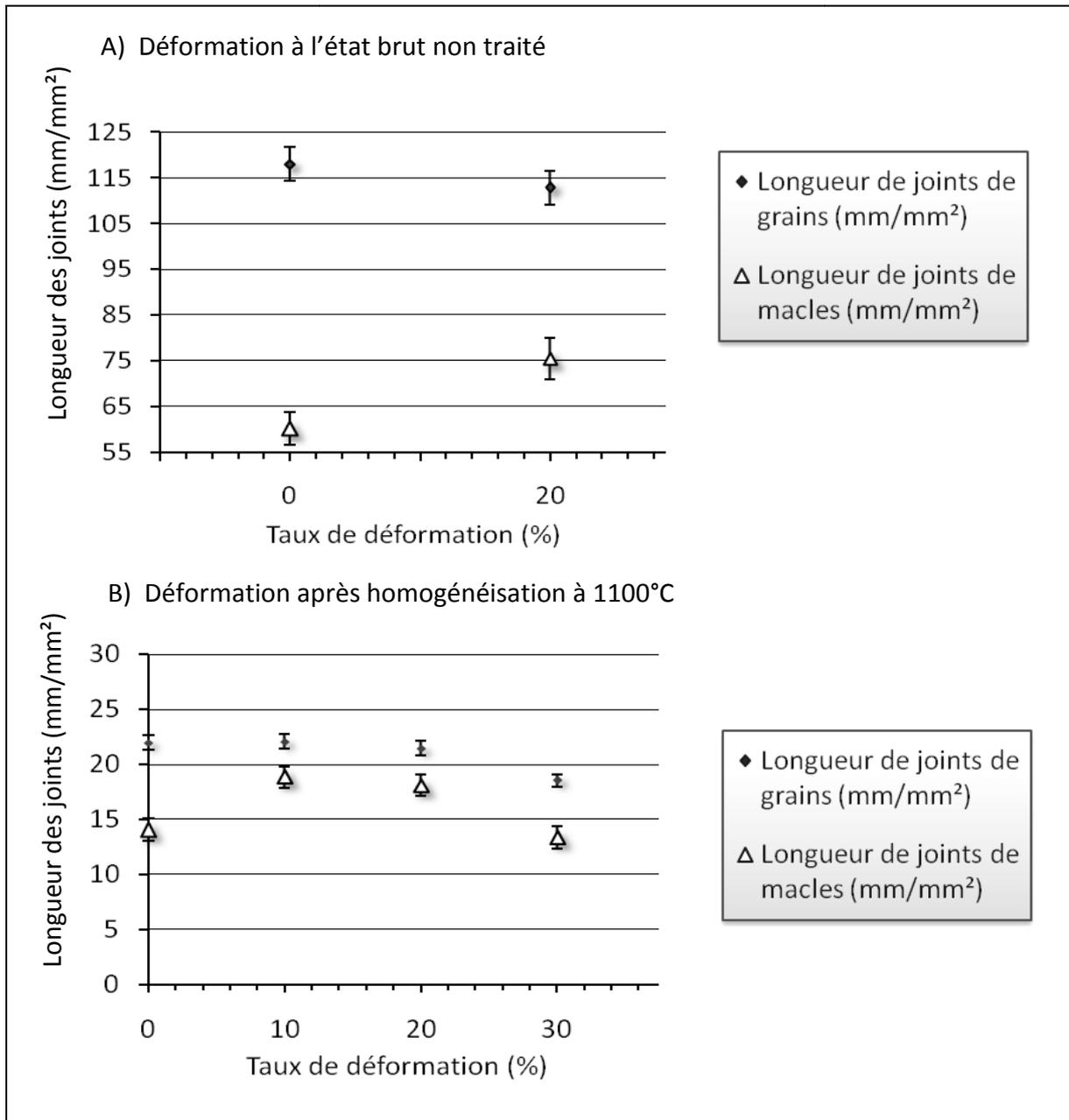
Les conséquences de telles précipitations sur le réseau des macles se résument dans :

- i) un durcissement local des joints de macles à caractère incohérent ;
- ii) une réduction de la mobilité des joints de grains ce qui freine par la suite la germination de nouvelles macles ;
- iii) une difficulté de croissance rectiligne des joints de macles immobiles et croissance en marche des joints de macles frontaux.

#### IV.8.2. Discussion sur les effets mécaniques et thermomécaniques

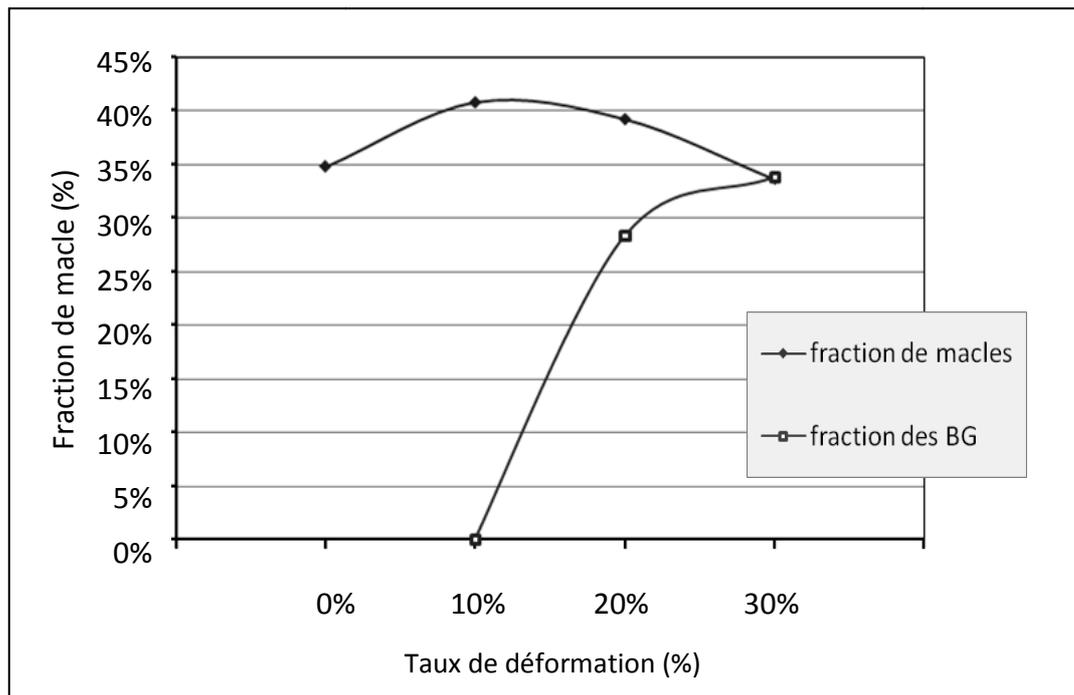
- *Corrélation entre les paramètres*

La figure IV.97 illustre l'évolution de la longueur moyenne des joints lors d'un processus mécanique par laminage. A l'état non traité, les grains sont petits et les joints de grains occupent une grande surface du plan poli suivant une géométrie très incurvée. L'écroutissage à 20% provoque le cisaillement de certains plans par maclage d'où une légère augmentation de la longueur de joints de macles. A l'état dissout, les variations de  $\overline{L_A^g}$  et  $\overline{L_A^m}$  sont analogues : le réseau des joints de macles subissent la déformation de la même façon que les jdg.



**Figure IV. 97:** Variations de la longueur moyenne des joints de grains ( $\overline{L_A^g}$ ) et celle des macles ( $\overline{L_A^m}$ ) en fonction du taux de déformation.

La figure IV.98 illustre une diminution de la fréquence de macles de recuits. Alors que l'écroutissage favorise la génération de BG, les lignes de macles préexistantes subissent la déformation et deviennent courbes d'où la difficulté de la différencier des jdg.



**Figure IV. 98** : Variation du maclage et des BG avec le taux de déformation.

▪ *Morphologie des macles*

Le laminage à la température ambiante de l'acier 316L provoque la rotation des cristaux dans la direction de laminage et un glissement préférentiel selon les plans {111} qui coïncident avec les variantes de maclage. Les joints de grains accumulent l'énergie de déformations sous forme de dislocations intergranulaires. Cependant, les dislocations intragranulaires se multiplient pendant le laminage et se réarrangent en parois afin d'acquérir la structure la plus stable.

L'observation au microscope optique (figures IV.85 et IV.86 du paragraphe précédent) nous permettent de différencier deux morphologies de macles après le laminage à froid :

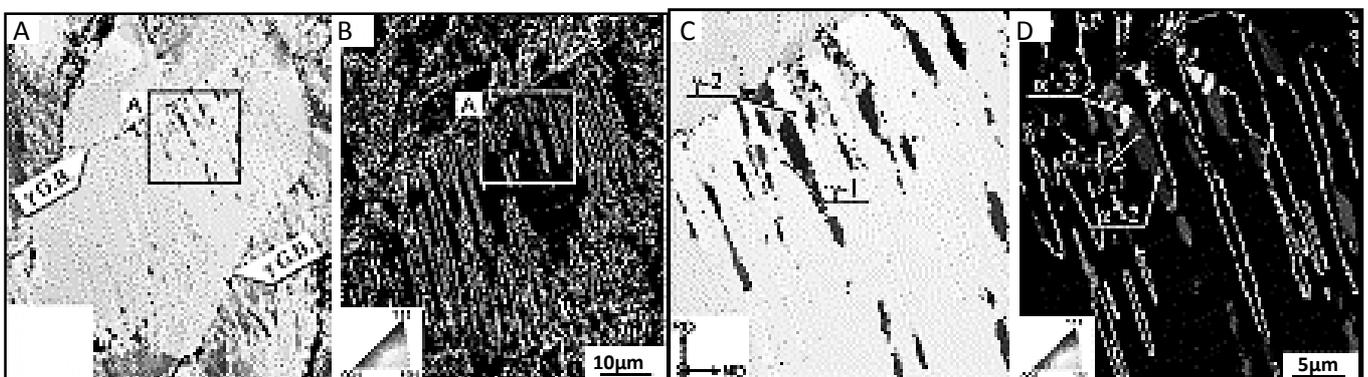
- 1) Des macles thermiques à l'échelle du grain. Il s'agit de joints de macles préexistant dans le métal (macles de recuit) ;
- 2) Des macles mécaniques (ou micromacles) composées d'un amas de lamelles très fines unidirectionnelles. Cette morphologie est due à la faible épaisseur des macles inférieure à  $1\mu\text{m}$ .

Dans notre étude, l'analyse quantitative sur les échantillons écrouis ne concerne que les joints de macles visibles à l'échelle du grain. La figure IV. 98 illustre une augmentation du maillage entre l'état homogénéisé et l'état déformé à 10% puis une diminution progressive de la fraction des macles en faveur des BG. En augmentant le taux de laminage au-delà de 10%, la microstructure évolue par le développement de nombreuses macles mécaniques dans le reste des grains non déformé ce qui ralentit la génération des bandes de glissement [39]. Les macles mécaniques ont une épaisseur très fine et ne sont pas concerné par le comptage.

▪ *Interaction Macles –Martensite de déformation*

La discussion de l'effet purement mécanique comprend l'influence de la transformation de l'austénite métastable pendant le processus de déformation. Les résultats de microdureté HV nous ont permis de mettre en évidence un durcissement local au niveau des amas de lamelles très fines. Ceci est attribué à une transformation partielle de l'austénite métastable en martensite de déformation ce qui constitue un facteur supplémentaire agissant sur le maillage pendant l'érouissage au-delà de 20%. L'image EBSD d'une portion (A) du grain déformé et maillé (illustré sur la figure IV. 99) montre la génération de lattes de martensite le long des joints de micromacles entre la matrice austénitique et la tranche austénitique maillée ; les lignes blanches sont les joints de macles  $\{111\}_\gamma$ .

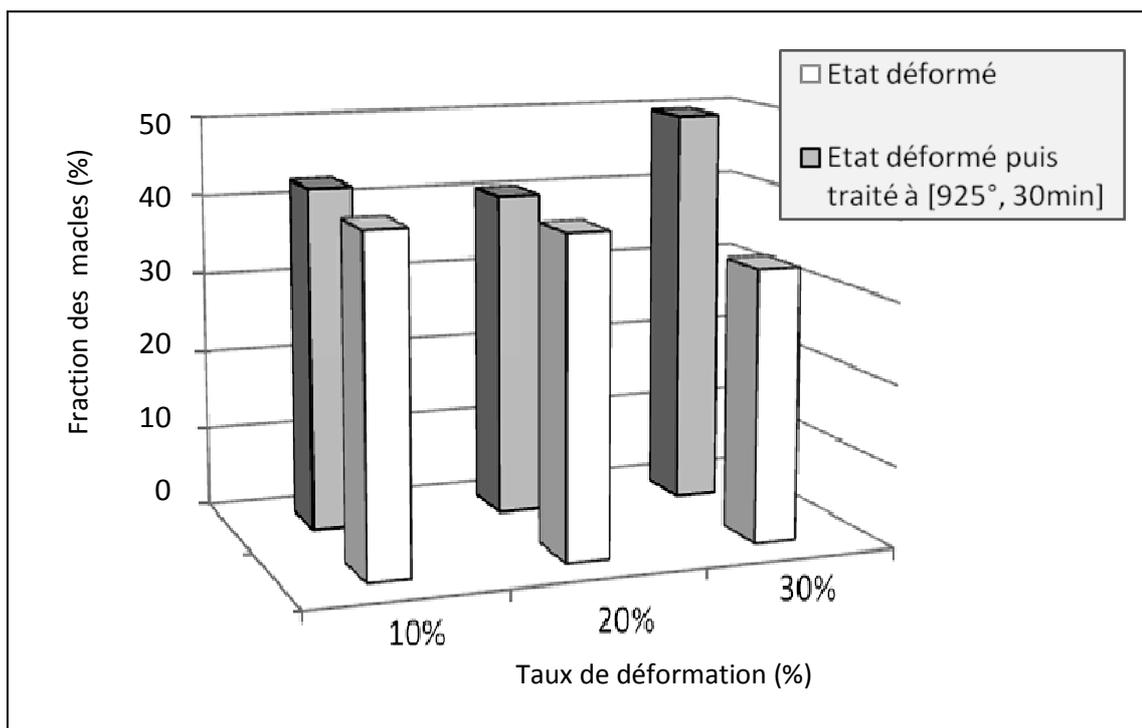
Aux faibles taux de déformation, la taille de la phase martensitique ( $\alpha'$ ) est très faible. D'après l'étude de P.M. de O. Silva et al (2011) [40] sur une tôle d'acier 316L d'une épaisseur de 1,9mm, laminée à froid au taux de déformation  $\epsilon = 31\%$ , le diamètre moyen des particules  $\alpha'$  valait 0,17 nm.



**Figure IV.99** : Images sur l'orientation cristallographique (EBSD) d'un échantillon d'acier 316L laminé à froid 52%, d'après N. Nakada, H. Ito, Y. Matsuoka, T. Tsuchiyama, S. Takaki, *Acta Materialia* Vol. 58, Issue 3, (2010) p.899.

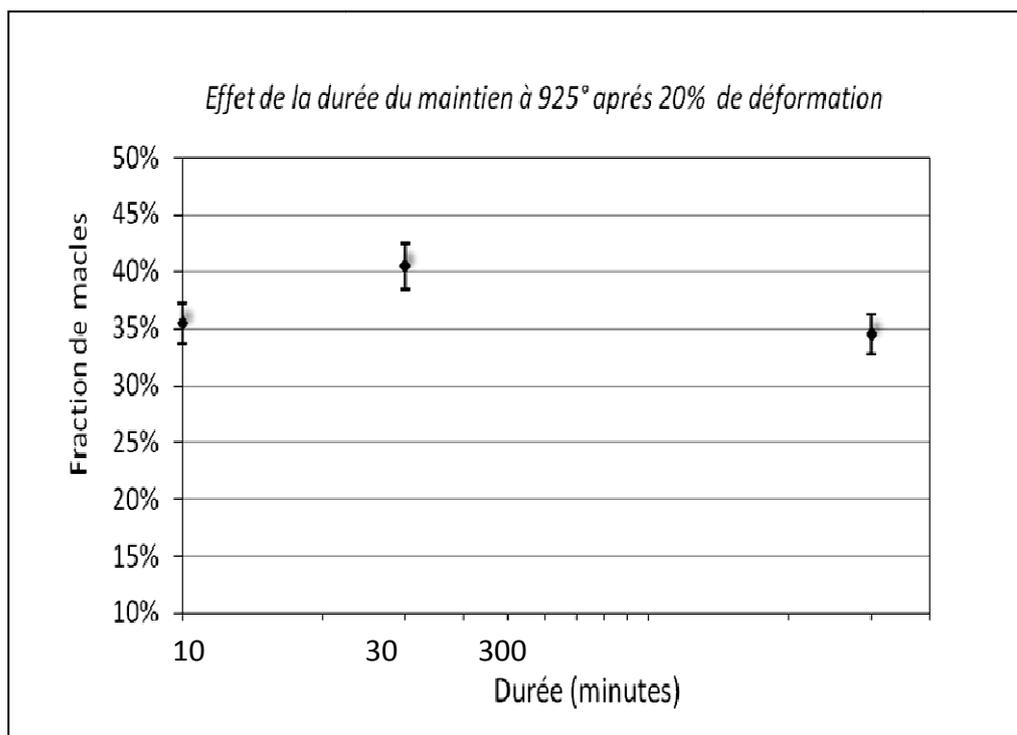
- *Genèse de macles lors de la recristallisation*

L'histogramme de la figure IV.100 montre un accroissement de la densité surfacique des macles après recristallisation à 925°C comparé à l'état écroui. L'évolution de la densité des macles sous l'effet thermomécanique n'est pas monotone (figure IV. 101); ceci étant dû à la complexité de la microstructure et l'intervention d'autres phénomènes thermiques liés à la restauration et la recristallisation. Ceci complique l'interprétation de l'évolution de la structure des macles.

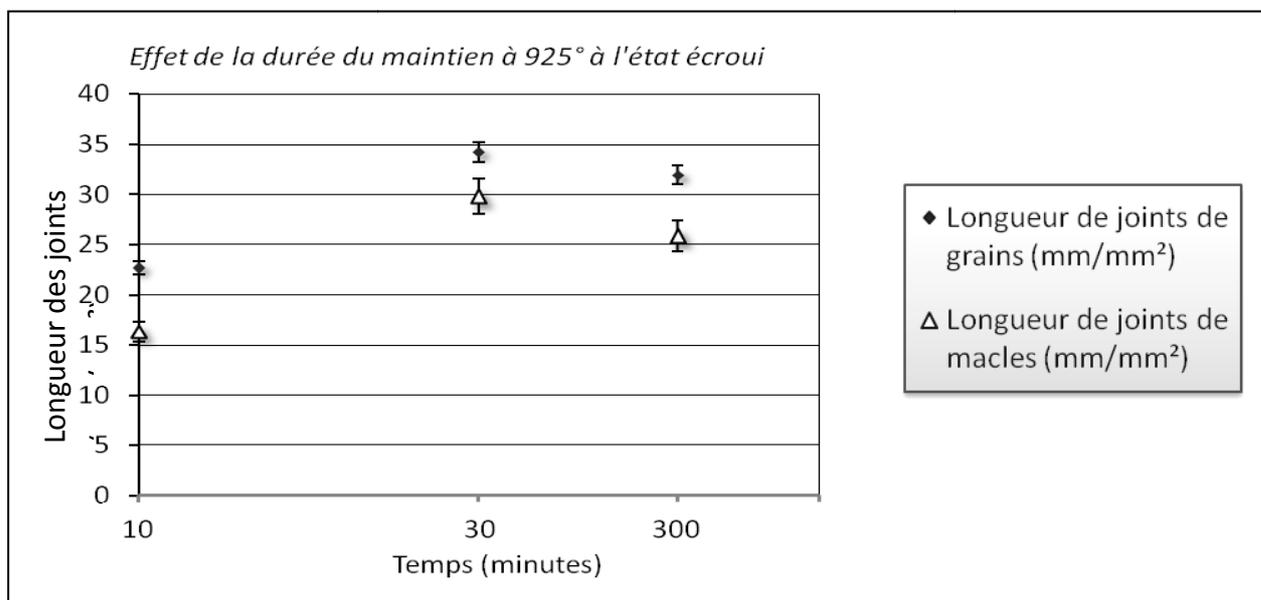


**Figure IV. 100** : Variations de la fraction de macles avant et après le traitement à 925° durant 30' en fonction du taux de déformation.

Les résultats de l'étude de la longueur moyenne des joints de grains ( $\overline{L_A^g}$ ) et celle des macles ( $\overline{L_A^m}$ ) sous l'effet de la durée du traitement à 925° après 20% de déformation (figure IV.102) montre un amorçage important du maclage après 10 minutes d'enfournement. En prolongeant le traitement jusqu'à 5 heures, les longueurs moyennes calculées marquent une augmentation au bout des première 30 minutes de traitement. En prolongeant jusqu'à 5 heures, une légère baisse est notée suivant une cinétique lente, analogue à celle des résultats de la fraction de macles.



**Figure IV. 101 :** Variation de la fraction moyenne des macles en fonction de la durée du traitement à 925° après 20% de déformation en coordonnées semilogarithmiques.



**Figure IV. 102 :** Variations de la longueur moyenne des joints de grains et celle des macles en fonction de la durée du traitement à 925° après 20% de déformation ; Représentés en coordonnées semilogarithmiques.

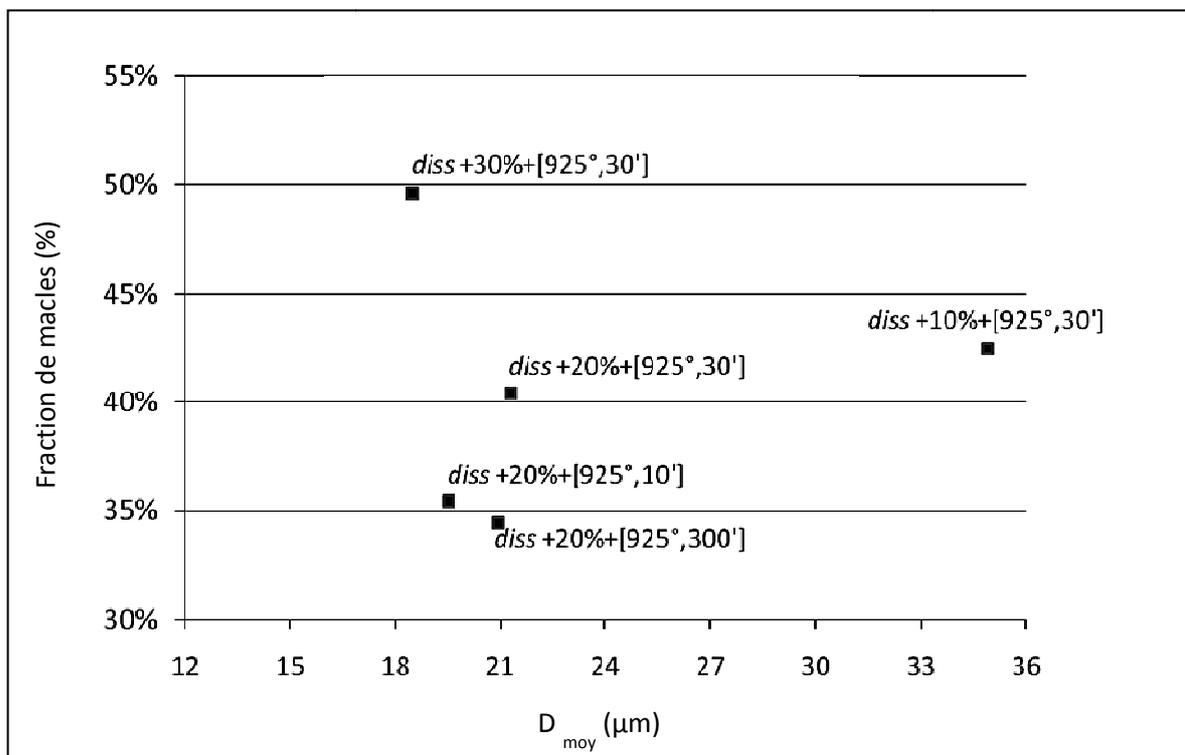
En continuant le traitement jusqu'à 5 heures, les macles deviennent moins fréquentes. L'explication de ce phénomène réside dans l'effet combiné de :

- i) La germination de nouveaux grains par recristallisation ;
- ii) La présence de précipités de carbures et de phases intermétalliques.

La réduction du maillage après recristallisation à 925°C au-delà de 30 minutes est attribuée à la difficulté de formation de nouvelles macles de recuit à partir de joints de grains généraux. Comme la germination des macles n'est pas prévue durant la migration d'un joint à faible désorientation (joints de coïncidence, joints spéciaux), ces derniers formés par recristallisation statique ne sont pas susceptibles de générer des embryons de macles.

▪ *Corrélation avec la taille moyenne de grains*

L'effet de la recristallisation sur les macles est mis par le suivi de la taille de grains. La figure IV. 103 illustre les variations de la fraction moyenne de macles avec la taille moyenne de grains après traitements thermomécaniques. On remarque que la dépendance des macles à la grosseur des grains est prononcée comparée à l'état traité thermiquement.

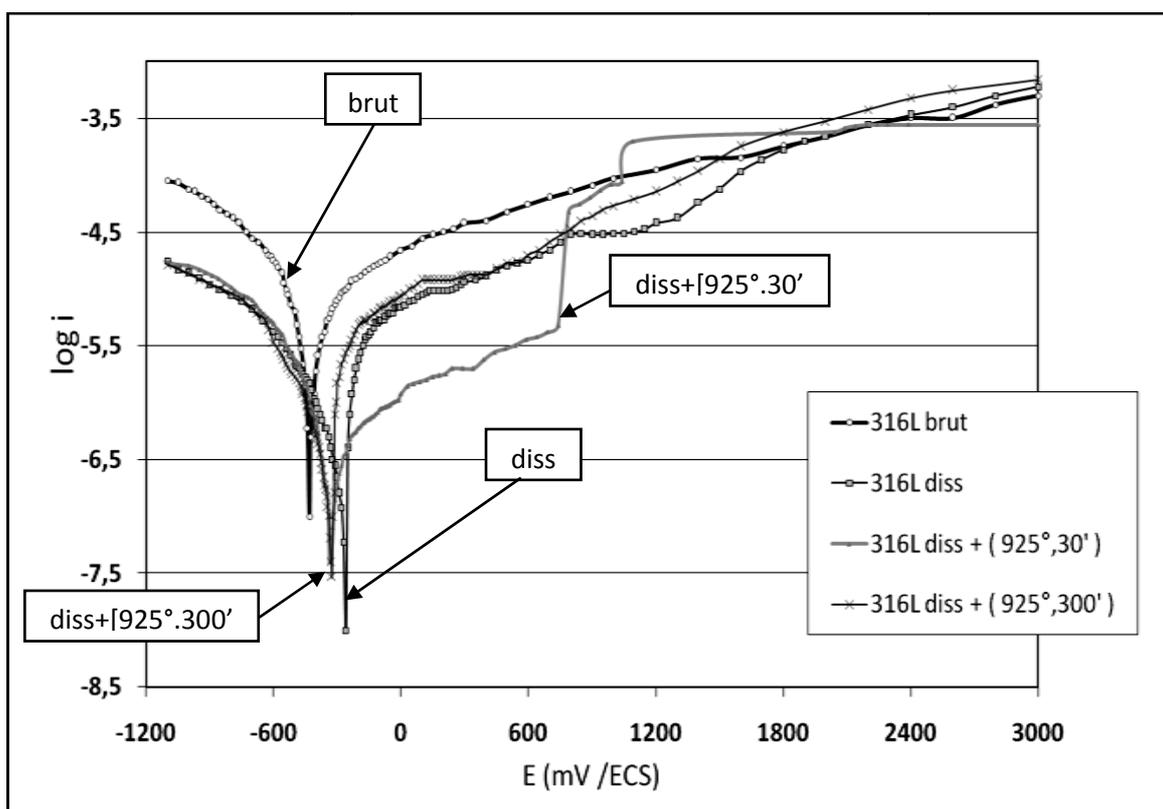


**Figure IV. 103** : Corrélation entre la fraction moyenne de macles et la taille moyenne de grains à l'état recristallisé.

#### IV.9. RELATION ENTRE LE MACLAGE ET LE COMPORTEMENT ÉLECTROCHIMIQUE DE L'ACIER AISI 316L

La cohérence cristallographique au niveau des joints de macles leur confie une faible énergie ce qui implique : (i) une faible tendance à la ségrégation, (ii) une faible diffusivité d'éléments chimiques et (iii) une faible capacité d'adsorption et d'émission de défauts ponctuels. Ces propriétés microscopiques particulières se manifestent à l'échelle macroscopique dans les propriétés à l'interface avec un milieu corrosif.

Afin d'établir une interrelation entre le phénomène de maclage et la résistance de corrosion de l'acier AISI316L, nous avons comparé les résultats de fractions surfacique de macles issues de la présente étude avec les résultats du comportement électrochimique dans une solution  $\text{FeCl}_3$  ( $10^{-8}$  M, température des essais  $37^\circ\text{C}$ ) issues du travail [24]. L'étude électrochimique a permis de tracer les courbes de polarisation de la figure IV.104. Les échantillons traités thermiquement ont subi la procédure expérimentale du chapitre III.

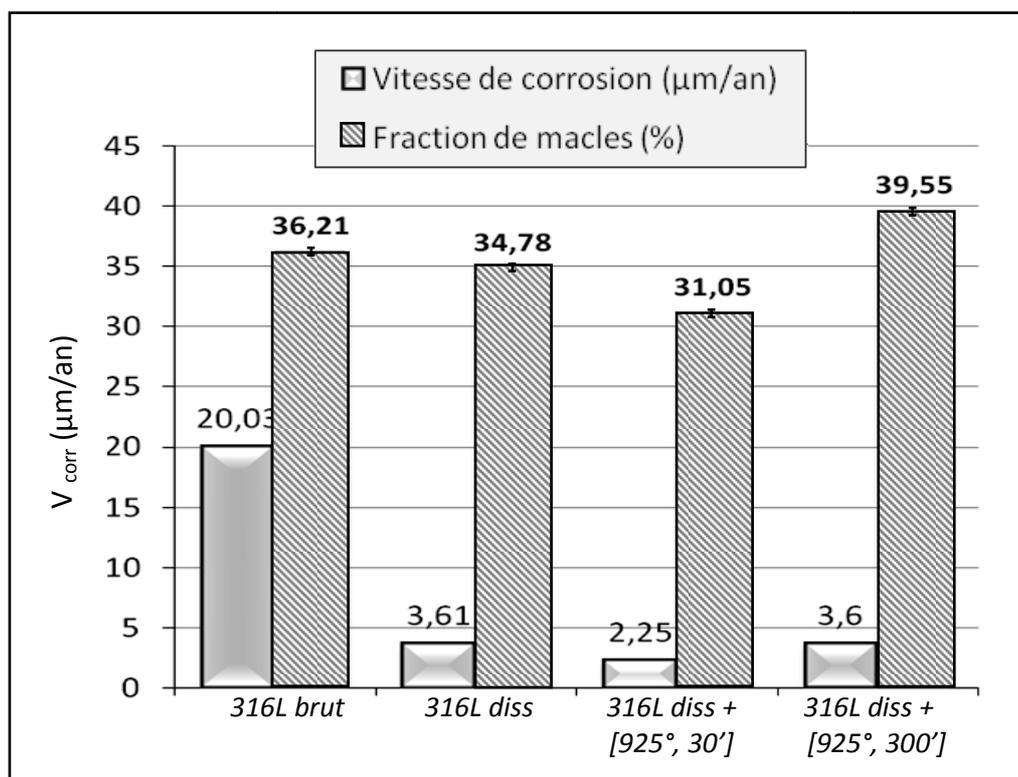


**Figure IV. 104** : Courbes potentiostatiques résultant des essais de polarisation d'échantillons 316L brut et traités thermiquement dans  $\text{FeCl}_3$  (pH 5,6), d'après HACHEMI H, PFE, ENP (2009) [24].

Les résultats montrent une réduction significative de la vitesse de corrosion à l'état recuit à 925°C, de plus de 5 fois comparée à l'état brut de départ. Cette évolution est à mettre sur le compte de l'effet de la microstructure (taille de grains, présence de carbures stabilisants de type MC, précipités de phases intermétalliques).

Suite au calcul des paramètres électrochimiques, nous avons constaté une augmentation du potentiel de corrosion appelé « anoblissement ». La diminution de la densité de courant de corrosion et par conséquent de la vitesse de corrosion des échantillons traités à 925°C implique une meilleure résistance à la corrosion généralisée en solution chlorurée faiblement acide.

La corrélation entre la fraction de macles et la vitesse de corrosion (figure IV. 105) montre une amélioration de la tenue à la corrosion avec l'augmentation de la densité surfacique des macles. L'optimisation du comportement anticorrosion de l'acier 316L par traitement thermique est désormais possible. Le recuit de stabilisation à 925°C permet la formation de carbures MC en très faibles quantités jouent bien leur rôle de phases stabilisantes au sens électrochimique et la génération de joints spéciaux telles que les joints de macles accompagnés de discontinuités des joints de grains ce qui limite le risque d'attaques intergranulaires.



**Figure IV. 105** : Histogramme de l'évolution de la fraction de macles et de la vitesse de corrosion d'échantillons 316L brut et traités thermiquement.

CONCLUSION  
ET  
PERSPECTIVES

Le matériau de l'étude est l'acier inoxydable austénitique AISI316L. Hormis la forte teneur en chrome et nickel, il possède une très faible teneur en carbone et en éléments Nb, Ti et V. Des traitements thermiques à des températures variant de 700°C à 925°C, précédés par un traitement de dissolution à 1100°C, ont été menés sur les différents échantillons d'acier inoxydable austénitique AISI 316L prélevés à partir d'une plaque laminée.

Les conclusions provenant de l'analyse du réseau des joints de grains et de la texture cristalline sont les suivantes :

- L'étude métallographique a permis de mettre en évidence les joints de grains et les macles dans échantillons d'acier AISI 316L, après différents cycles de traitements ;
- Le traitement préliminaire d'homogénéisation à 1100° durant 30 minutes a entraîné un grossissement important des grains, allant jusqu'à 4 fois leur taille à l'état brut, ainsi qu'un changement significatif dans la distribution de taille de grains (chute du maxima et élargissement important) ;
- Mis à part la croissance normale des grains, un phénomène de croissance anormale des grains survient après sollicitation thermique et thermomécanique. Comme ce phénomène est une conséquence directe de la recristallisation secondaire, il est interprété par la migration induite des joints de certains grains contenant une déformation résiduelle ;
- Jusqu'à 30 minutes de recuit, une formation de secondes phases, essentiellement des carbures prend lieu : (i) des carbures  $M_{23}C_6$  riches en chrome au-dessous de 850°C, (ii) des carbures MC riches en éléments stabilisants et des phases intermétalliques au-delà de 30 minutes de recuit à 925°C ;
- L'étude statistique des résultats issus du calcul sous le logiciel *Aphelion* a entraîné une erreur systématique d'environ 10% sur le calcul de  $D_{moy}$  à l'état traité, essentiellement lorsque la population de grains à mesurer ne dépasse pas les 140 grains, par plage de mesure. Cette erreur diminue dans le cas des structures à cristaux fins (brutes ou recristallisées). Afin d'atténuer le biais du calcul numérique ou manuel, il serait envisageable d'augmenter la taille de la population de l'échantillonnage c'est-à-dire le nombre de grains par mesure, en réduisant le grossissement des micrographies ;

L'étude nous a permis de comprendre les mécanismes de restauration et de recristallisation de notre matériau à des états écrouis ( $\epsilon \leq 30\%$ ) via des cycles thermomécaniques prolongés, à 925°C. Les particules très fines de carbure MC, dispersées dans la matrice, peuvent affecter le processus de recristallisation, par création de sites favorables à la germination, dûs à l'écrouissage local associé.

L'écrouissage à l'état brut ou traité à un taux ne dépassant pas 30% a provoqué une : **145** texture de laminage. A partir de 20% de déformation, apparaissent, à l'état dissous traité, des bandes de déformation nettement visibles au microscope optique. Elles sont plus rares à l'état brut déformé. Ceci signifie que la déformation à l'intérieur du grain est non homogène.

L'analyse de la structure des joints de macles a permis de mettre en évidence deux morphologies de macles selon le type de contrainte :

- 1) *Macles de recuit*, occupant une part importante du grain. Elles sont générées à partir des joints de grains mobiles après un recuit ou une recristallisation avancée à 925° ;
- 2) *Macles de déformation*, se présentant sous forme d'amas de lamelles très fines et unidirectionnelles. Ces macles, ainsi que les bandes de glissement, sont d'autant présentes que le grain est de plus en plus écroui.

La genèse des macles est gouvernée par la température et l'état de contrainte du matériau. L'élévation de la température et le prolongement du recuit favorisent la génération de nouvelles macles à partir des joints de grains mobiles. La déformation plastique à froid de l'austénite métastable provoque une génération d'amas de macles en grand nombre. Il serait très utile d'affiner l'étude de cette transformation par microscopie électronique à transmission, en corrélation avec les paramètres de texture cristalline.

L'effet de la taille de grains sur les macles a été confirmé. La présente étude nous permis de corréler l'augmentation de la densité de macles avec le grossissement de grains.

Pour qu'une macle continue à exister le long du traitement, qu'il soit thermique ou thermomécanique, trois conditions sont à vérifier à savoir : (i) l'orientation *cristallographique*, (ii) la condition *énergétique de germination* et (iii) la *mobilité du joint de macle frontal* qui doit être équivalente à celle du joint de grains d'origine. Dans le cas de notre acier, la présence de carbures et de particules de phases intermétalliques riches en Mo aux niveaux des joints de grains et macles incohérents réduit la mobilité de ces derniers et limite par la suite la croissance des macles.

Nous avons pu établir une relation directe entre le comportement électrochimique de notre acier, après traitement thermique, et les paramètres du maclage. Il serait envisageable de continuer l'étude électrochimique pour les états microstructuraux déformés et recristallisés.

En conclusion, nous pouvons dire que le phénomène de maclage accompagne l'histoire de l'acier AISI316L depuis son élaboration jusqu'à sa mise en service. Bien que la précipitation de seconde phase reste minime, elle joue un rôle non négligeable sur la genèse et croissance des macles ainsi que sur la tenue à la corrosion. En complément à cette étude, nous proposons d'approfondir l'étude sur ces carbures ainsi que sur les phases intermétalliques formés après des recuits à 925°C par des microanalyses X.

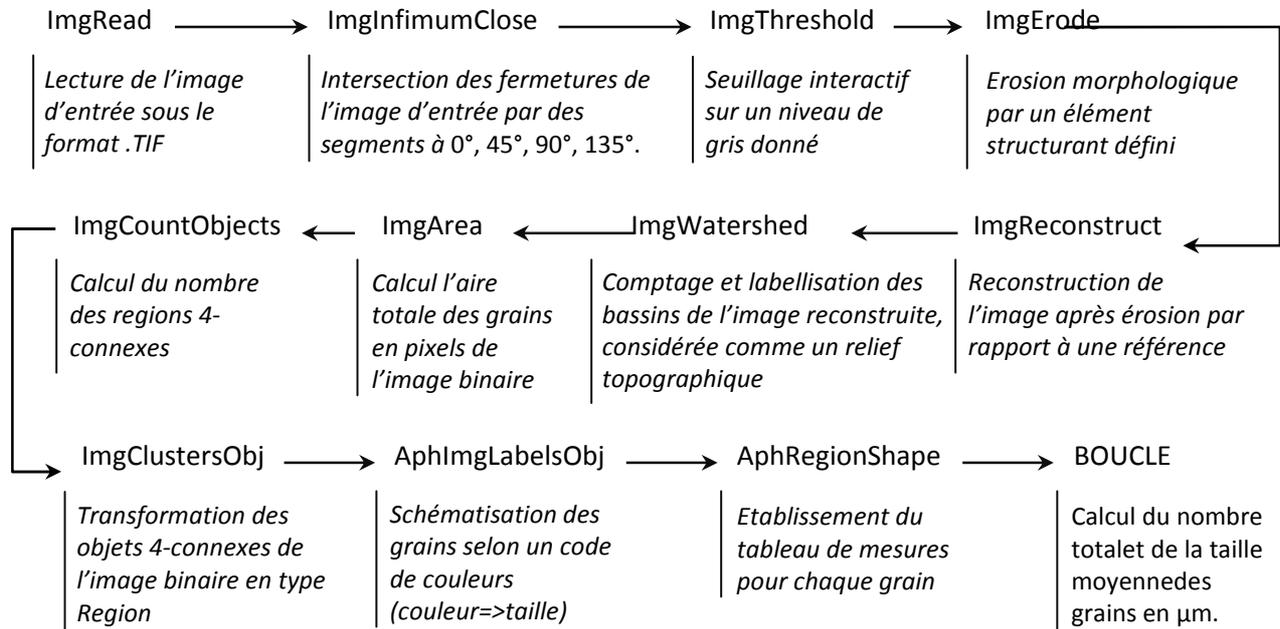
Références  
bibliographiques

1. CORNET A, LAKA F, METALLURGIE MECANIQUE : Du microscopique au macroscopique, Editions Ellipses (2006)
2. LACOMBE P, BAROUX B, BERANGER G, Les aciers inoxydables, Editions de Physique (1990)
3. CUNAT P. J, Aciers inoxydables : critères de choix et structure, Techniques de L'Ingénieur, M4540 (2001)
4. COLOMBIÉ M, Matériaux Industriels - Matériaux Métalliques, Collection Industrie et Technologie, DUNOD (2000)
5. PADILHA A F, RIOS P. R, Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels, ISIJ International, Vol. 42 (2002), No. 4, pp. 325–337
6. WEISS B, STICKLER R, Phase Instabilities During High Temperature Exposure of 316 Austenitic Stainless Steel, Metallurgical transactions Vol. 3 (1972), pp.851-866
7. JONES R, RANDLE V, OWEN G, Carbide precipitation and grain boundary plane selection in over aged type 316 austenitic stainless steel, Materials Science and Engineering A, N°496 (2008) pp. 256–261
8. JANOVEC J, ŠUŠTARŠIČ B, MEDVED J, JENKO M, Phases in austenitic stainless steels, Materiali in tehnologije 37 (2003) Vol. 6, pp. 307-312.
9. DURAND-CHARRE M, La microstructure des aciers et des fontes, S.I.R.P.E (2003)
10. PHYLIBERT J, VIGNES A, BRECHET Y, COMBRADE P, Métallurgie : Du Minerais Au Matériau, MASSON (1998)
11. PRIESTER L, Les joints de grains : de la théorie à l'ingénierie, EDP Sciences (2006)
12. ABBASCHIAN R, ABBASCHIAN L, REED-HILL R-E, Physical Metallurgy Principles Cengage Learning (2008)
13. VISWANATHAN R, BAUER C. L, Formation of Annealing Twins, Faceting, and Grain Boundary Pinning in Copper Bicrystals, Metallurgical Transactions, Vol 4 (1973), pp. 2645–2650.
14. KIREEVA I. V, CHUMLYAKOV Yu. I, Effect of Nitrogen and Stacking-Fault Energy on Twinning in [111] Single Crystals of Austenitic Stainless Steels, Fizika Metallov i Metallovedenie, Vol. 108, No. 3 (2009) pp. 313–324
15. SAADA G, L'état métallique Déformation plastique, Techniques de L'Ingénieur, M45 (2001)
16. VIGUIER B, Plasticité Rappels de base et aspects microscopiques, *PlastOx* (2009) pp. 1–21
17. MONTHEILLET F, Métallurgie en mise en forme à froid, Techniques de L'Ingénieur, M3030 (2005)
18. FRANÇOIS D, PINEAU A, ZAOUIC A, Comportement mécanique des matériaux Elasticité et plasticité, HERMES, Paris (1995)
19. LEE T-H, OH. C-S, KIM S-J, TAKAKI S, Deformation twinning in high-nitrogen austenitic stainless steel, Acta Materialia, Vol. 55 (2007) pp. 3649–3662
20. NAKADA N, ITO H, MATSUOKA Y, TSUCHIYAMAT, TAKAKI S, Deformation-induced martensitic transformation behavior in cold-rolled and cold-drawn type 316 stainless steels, Acta Materialia, Vol. 58 (2010) pp.895-903
21. MURRY G, Transformations dans les aciers, Techniques de L'Ingénieur M1155 (1995)

22. SCHMITT J.H, FABREGUE P, THOMAS B.J, Recristallisation Dynamique dans les aciers, *IRSID*, IV Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Vol. 5 (1995) pp.153–163.
23. ROUIBAH L, Mémoire de Magistère « Corrélation entre les comportements électrochimique et mécanique d'un acier inoxydable austénitique et sa microstructure initiale », Ecole National Polytechnique d'Alger, Département Métallurgie (2008).
24. HACHEMI H, Projet de Fin d'Etude « Etude de l'effet du milieu et de la microstructure sur le comportement électrochimique de l'acier inoxydable austénitique AISI316L » Ecole National Polytechnique d'Alger, Département Métallurgie (2009).
25. MONTMITONNET P, Laminage Analyse thermomécanique et applications, Techniques de L'Ingénieur, M3066 (2000).
26. TEGG ICHE B, Projet de Fin d'Etude « Contribution à l'étude du phénomène de la restauration et recristallisation dans l'acier inoxydable austénitique 316L », Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, Département Métallurgie (2010).
27. TSUKAHARA H, CHAZE A.-M., LEVAILLANT. C, HOLLARD. S, Recristallisation Statique et Croissance de Grain d'un Acier Austénitique Inoxydable, *JOURNAL DE PHYSIQUE IV*, Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Vol. 5 (avril 1995)
28. BÉRANGER G, MAZILLE. H, Approche scientifique des surfaces. Caractérisation et propriétés, Techniques de L'Ingénieur, M1425 (2002).
29. DILLINGER L, Automatic Polishers, Suggested Procedures for Grinding & Polishing Various Alloys, LECO Corporation (2001).
30. DEGALLAIX S, ILSCHNER. B, Traité des Matériaux Volume 2 Caractérisation expérimentale des matériaux I, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (1999)
31. POUCHOU J-L, L'Analyse EBSD Principes et Applications, GN-MEBA (2004)
32. PRIOR et al, The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM, *American Mineralogist*, Vol. 84 (1999) pp. 1741–1759
33. BARRALIS J, MAEDER G, Précis de Métallurgie, AFNOR / NATHAN (2005).
34. BRES S, Traitements et analyse des images numériques, Hermes Science Publication (2003)
35. PANDE C.S, IMAM M.A, RATH B, Study of Annealing Twins in FCC Metals and Alloys, *Metallurgical Transactions*, Vol 21A (1990) pp. 2891–2896
36. BRIANT C.L, ANDRESEN P. L, Grain Boundary Segregation in Austenitic Stainless Steels and Its Effect on Intergranular Corrosion and Stress Corrosion Cracking, *Metallurgical Transactions*, Vol 19A (1988) pp. 495–504
37. KHELFAOUI Y, Thèse de Doctorat d'Etat « Etude des propriétés de surface, en relation avec la microstructure, d'un film mince de titane obtenu par PVD (pulvérisation cathodique) sur l'acier inoxydable 316L », Ecole National Polytechnique d'Alger (2007).
38. COSTER M, CHERMANT J-L, Précis d'analyse d'images, Presse du CNRS (1989).
39. HACHEMI. H, Evolution of AISI316L microstructure with heat treatment and intermediate cold rolling, International Conference on Materials Science and its Applications, ICMSA 2012, Taif, Saoudia Arabic (13-15 fevrier 2012).
40. P.M. de O. Silva et al, Cold deformation effect on the microstructures and mechanical properties of AISI 301LN and 316L stainless steels, *Materials and Design*, Vol 32 (2011) pp. 605–614.

# Annexe :

## Organiogramme du calcul morphologique des grains sous Aphelion



## Macro (Visuel Basic) exécutée sous Aphelion

```

' DEBUT
Sub main
' Déclaration des variables '
Dim Result() as Double
AphImgFreeAll
AphObjFreeAll
img0= AphImgNew
img1= AphImgNew
img2= AphImgNew
img3= AphImgNew
img4= AphImgNew
img5= AphImgNew
img6= AphImgNew
img7= AphImgNew
' Lecture de l'image input '
AphImgRead img0
AphImgInfimumClose img0, img1, 9 , 44
AphImgThreshold img1, img2, AphThreshold
(0,135)
AphImgErode img2, img5, AphNamedSElement
("Square", 3)
AphImgReconstruct img2, img5, img6,
AphNamedNgbGraph ("2D 8-connected")
AphImgWatershed img6, img7,
AphNamedNgbGraph("2D 8-connected")
AphImgArea img7, Result
aire= Result (0)
Result (0)
AphImgCountObjects img7, Result
AphImgLabelsObj
AphImgClustersObj img7, AphObjNew("img7"),
AphNamedNgbGraph("2D 8-connected")
AphImgLabelsObj img7, AphObjNew("Cells")
AphRegionShape AphObj("CELLS"), "REGION"
nombre = Result(0)
Dmoy = 2*sqr(aire*0.167^2/nombre*Pi)
MsgBox "Le nombre total de grains =" &
Format(nombre,"Fixed") & "grains."
MsgBox "La taille moyenne des grains =" &
Format(Dmoy,"Fixed") & " µm"
'MsgBox "aire =" & Format(aire, "Fixed")
'D = aire / nombre
'MsgBox "D =" & Format(D, "Fixed")
response% = Dialog(ABox)
If ABox.OptionGroup1 = 0 Then
AphImgFreeAll
End if
End
  
```