

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

Thème :

***Etude de la restauration et de la
recristallisation d'un acier inoxydable
austénitique (316L) déformé par laminage.***

Réalisé par :

Mr. Abdelhakim BOUABDALLAH

Proposé et dirigé par :

Mr. CHITROUB

Promotion: Juin 2011

Ecole Nationale Polytechnique, Hacén Badi, B.P.182, El-Harrach, 16200 Alger
Tel: 021.52.53.01-03, Fax: 021.52.29.73 www.enp.edu.dz.

الملخص

الدرفلة هي عملية مهمة جدا لتشكيل المعادن، وعند عمليات التشكيل على البارد مثل الدرفلة يتم تغيير بشكل كامل للبنية الداخلية للمادة أو تغييرات البنية الدقيقة والخصائص الميكانيكية والفيزيائية. لاستعادة هذه الخصائص عادة ما يتطلب تسخين المعدن، ويمكن في هذه المرحلة أن نرى حدوث ظاهرتين هما الانتعاش وإعادة التبلور. ترميم البنية وإعادة التبلور مهم من ناحيتين : لاستعادة الخصائص الفيزيائية والميكانيكية، ولكن أيضا لتحسين حجم الحبيبات.

ومن الشائع اليوم أن التشكيل، درجة حرارة التشكيل ودرجة الحرارة القابضة ، وحجم الحبوب الأولية هي العوامل الرئيسية التي تؤثر على حركية التبلور. حجم الحبيبات مهم كمقياس لمساحة حدود الحبيبات المتاحة، مع العلم أنها تعمل كموقع مساعد عند الإنبات.

الكلمات المفتاحية: الدرفلة، التشويه، الصلادة، البنية الدقيقة، الانتعاش، إعادة التبلور، حجم الحبيبات.

Résumé

Le laminage est un procédé très important de mise en forme des métaux, Lors de procédés de déformation à froid tels que le laminage, la structure interne du matériau, ou microstructure, se modifie et les propriétés mécaniques (ex : dureté), et physiques (ex : résistivité électrique) sont totalement changées. Pour restaurer ces propriétés il faut généralement chauffer le métal, à ce stade on peut constater deux phénomènes à se produire la restauration et la recristallisation. La restauration et la Recristallisation sont importantes à deux points de vue: pour restaurer les caractéristiques physique et mécaniques, mais aussi pour affiner la taille de grain.

Il est acquis aujourd'hui que la déformation, la température de déformation, la température de maintien, et la taille de grain initiale sont des facteurs premiers qui influent sur la cinétique de recristallisation. La taille de grain joue un rôle important en tant que mesure de la surface de joint de grain disponible, sachant qu'elle agit comme site privilégié au moment de la germination.

Mots clés : laminage, déformation, dureté, limite d'élasticité microstructure, restauration, recristallisation, taille des grains.

Abstract

Rolling is a very important process for shaping metals, when cold forming processes such as rolling, the internal structure of the material or microstructure changes and the mechanical and physical properties (hardness, electrical resistivity) are completely changed. To restore these properties we must generally heat the metal, at this stage can see two phenomena occur restoration and recrystallization. The recovery and recrystallization are important in two respects: to restore the physical and mechanical characteristics, but also to refine the grain size. It is common today that the deformation, the deformation temperature, holding temperature, and initial grain size are prime factors that influence the kinetics of recrystallization. The grain size is important as a measure of the surface of the grain boundary available, knowing that it acts as a preferred site at the time of nucleation.

Key words: rolling, deformation, hardness, mirostructure, recovery, recrystallization, grain size.

DEDICACES

Je dédie ce travail

A la plus cher personne au monde ma mère,

A mes frères Yazid, Mohamed, abdelnacer , mes sœurs,

A tous mes amis et surtout Mohamed, Samir, Yacine,

Abdellatif, Hamza Radhwane, Yazid, Mustapha et youcef.

*A tous mes collègues et surtout Biskri Mouhamed, Abdelhadi,
Rahim, Housam Zohir, mustapha , AHacen....*



Remerciement

Je remercie Dieu le Tout puissant de m'avoir donné patience, santé et volonté tout au long de mes études.

On tient à remercier d'abord notre promoteur M.CHITROUB d'avoir accepté de nous encadrer et de nous soutenir.

Nous remercions également tous les membres du jury d'avoir accepté de juger notre travail : Messieurs Dr.K.Abadli, Pr.F.Hellal et Dr.Kasser respectivement président de jury et examinateurs de ce travail. C'est vraiment un grand honneur pour nous. Merci

Nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont collaboré à la réalisation de ce travail.

Nous exprimons nos reconnaissances à tous les enseignants qui ont contribué de près ou de loin à notre formation.

Sommaire

Introduction générale	1
I.1. Diagrammes d'équilibre	2
I.1.1 Alliages binaires Fe-Cr	2
I.1.2 Alliage binaires Fe-Ni.....	3
I.1.3 Alliages ternaires Fe-Ni-Cr.....	4
I.1.4 Acier inoxydable à n constituants.....	4
I.2 Influence des éléments d'alliages.....	5
I.3 Les différents types d'aciers inoxydables	6
I.3 .1 Aciers inoxydables ferritiques	6
I.3 .2 Les aciers inoxydables martensitiques.....	7
I.3.3 Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation.....	7
I.3.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)	7
I.3.5 Les aciers inoxydables austénitiques	8
I.3.5.1 Principaux types des aciers inoxydables austénitiques :.....	8
I.3.5.2 La Transformation austénite →martensite.....	9
I.4 Domaines d'utilisation des aciers inoxydables :	10
II.1 Déformation élastique :.....	12
II.2 Déformation plastique.....	13
II.3 Maclage mécanique.....	15
II.4 Glissement.....	16
II.5 Dislocations.....	16
II.5.1 Observation	16
II.5.2 Dislocation coin.....	17
II.5.3 Dislocation vis.....	18
II.5.4 Dislocation mixte	18
II.6 Écrouissage	19
II.7 Le durcissement des métaux	19
II.7.1 Le durcissement par augmentation de la densité des dislocations ou par écrouissage	19
II.7.2 Le durcissement par perturbation du réseau cristallin avec des éléments étrangers	21
II.7.3. Le durcissement par affinement de la taille des grains	22
III.1. Restauration	23

III.1.1. Restauration de la résistivité électrique	23
III.1.2. Libération de l'énergie emmagasinée	23
III.1.3. Restauration des propriétés mécaniques	25
III.1.4. Restauration de la structure	26
III.2. Recristallisation	26
III.2.1. Cinétique de recristallisation.....	26
III.2.2.Mécanismes de la recristallisation	28
III.2.2.1. Recristallisation primaire (Germination et croissance).....	28
III.2.2.2. Recristallisation secondaire (croissance anormale).....	31
III.2.3. Les Lois de la recristallisation	33
IV. Caractérisation du matériau	35
IV. 1 Matériau et leur composition chimique.....	35
IV.2 Préparation des éprouvettes	35
IV.3 Structure référentielle	37
IV.4 Mode opératoire.....	38
IV.4.1 Laminage	38
IV.4.2 Mesure de la résistivité électrique	39
IV.4.3 Mesure de la microdureté	40
IV.4.4 Calcul de la taille moyenne de grains	41
IV.4.5 Calcul de la fraction recristallisée.....	46
V.1 Etude de la déformation.....	47
V.1.1 Evolution structurale	47
V.1.2 Evolution de la microdureté en fonction du taux de déformation.....	48
V.1.3 Evolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de déformation.....	48
V.2 Etude de la restauration.....	49
V.3 Etude de la recristallisation.....	51
V.3.1 Détermination de l'énergie d'activation pour la recristallisation.....	54
V3.2 L'effet de la température sur la recristallisation	55
V3.3 L'effet de l'écroutissage sur la recristallisation	57
V.3.4 L'effet de la recristallisation sur la taille finale des grains	59
Conclusion générale.....	61
Annexe.....	62

Liste des figures

Figure I.1. Diagramme Fe-Cr	3
Figure I.2. Diagramme Fe-Ni	3
Figure I.3. Influence du nickel sur la boucle γ du diagramme Fe-Cr	4
Figure I.4. Diagramme d'équilibre ternaire Fe - Cr - Ni	4
Figure I.5. Diagramme de Pryce et Andrews	5
Figure II.1 Représentation d'une déformation élastique par cisaillement	12
Figure II.2. Déformation élastique (b) et retour à l'état initial	13
Figure II.3. Déformation plastique et formation d'une marche	13
Figure II.4. Modification de la structure des grains d'un métal polycristallin résultant d'une déformation plastique : a) avant la déformation les grains sont equiaxes ; la déformation a provoqué un allongement des grains ; 170	14
Figure II.5. Représentation d'une déformation plastique	15
Figure II.6. Schémas de la déformation d'un cristal a) par maclage mécanique; b) par glissement	15
Figure II.7. Lignes de glissement à la surface d'une éprouvette de cuivre polycristallin. 173.	16
Figure II.8. Observation en microscopie à transmission de lignes de dislocation dans un acier inoxydable 316 L	17
Figure II.9. Représentation en perspective de la position des atomes au voisinage d'une dislocation coin	17
Figure II.10. a) dislocation-vis dans un réseau cristallin ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut	18
Figure II.11. a) Représentation schématique d'une dislocation non rectiligne tenant à la fois des trois types de dislocation ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut.	19
Figure II.12. Augmentation de la limite conventionnelle, (b) augmentation de la résistance à la traction, (d) diminution de l'allongement à la rupture en fonction du taux d'écroutissage. Dans le cas de l'acier 1040, du laiton et du cuivre	20
Figure II.13. Durcissement du fer par effet de solution solide	21
Figure II.14. Graphique illustrant le rapport entre la taille des grains et la limite conventionnelle d'élasticité d'un laiton 70 Cu-30 Zn. Il faut noter que le diamètre des grains augmente de droite à gauche et que l'augmentation n'est pas linéaire	22
Figure III.1. Évolution des paramètres :(1) résistivité électrique ; (2) la densité (3) et l'énergie dégagée ΔW lors de restauration et recristallisation d'un nickel déformé à 70% par compression	24
Figure III.2. Évolution de l'énergie dégagée lors de restauration et recristallisation du cuivre (Clarebrough et al 1955)	24
Figure III.3. Cinétique de restauration du fer	25
Figure III.4. Évolution des produits des alliages métalliques lors de la restauration et de la recristallisation	26
Figure III.5. Courbe de la fraction du matériau transformé par rapport au logarithme du temps, qui caractérise de nombreuses transformations à l'état solide	27

Figure III.6. Pourcentage de recristallisation du cuivre pur en fonction du temps pour différentes températures	28
Figure III.7. Micrographies montrant quelques tapes de la recristallisation et de la croissance des grains de laiton	29
Figure III.8. Incidence de la température du recuit sur la résistance à la traction et la ductilité d'un laiton. La taille des grains est indiquée en fonction de la température de recuit. La structure des grains durant la restauration, la recristallisation et les étapes de croissance des grains est représentée schématiquement	30
Figure III.9. Macles de recuit (c) interfaces cohérentes et (i) incohérentes	31
Figure III.10. Evolution des grains lors de la recristallisation secondaire (d) et (e) .	31
Figure III.11. Croissance anormale du grain.....	32
Figure III.12. Écrouissage critique diamètre des grains d en fonction du taux de déformation	33
Figure III.13. Écrouissage critique	34
Figure IV.1. schéma représentatif de l'attaque électrolytique réalisée.....	37
Figure IV.2. Figure IV.2. Structure de l'Dispositifs expérimentales qu'on a faites, on obtient les l'échantillon de référence:(a et a') x100 :(b et b') x 200.....	37
Figure IV.3. Une photo du laminoir électrique.....	38
Figure IV.4. Schéma représentatif du dispositif de mesure de la résistivité électrique (Four probe set-up).	39
Figure IV.5. Principe de la méthode des interceptes.	41
Figure IV.6. L'interface de Visilog et principaux fonctionnalités.	42
Figure IV.7. les étapes de traitement d'image faite par Photoshop.	44
Figure IV.8. Extraction des joints de grain d'après l'image (c).	45
Figure IV.9. Détection des grains par la méthode planimétrique.	45
Figure IV.10. Démonstration du calcul de la fraction recristallisée.	46
Figure V.1 Élargissement des grains dû à la déformation par laminage.	47
Figure V.2 Variation de la microdureté en fonction de taux de déformation.	48
Figure V.3 Évolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de déformation.	49
Figure V.4 Variation de la résistivité électrique de l'acier 316L en fonction du taux de déformation.	50
Figure V.5 Variation de la résistivité électrique en fonction des différents recuits avec un temps de maintien de 30minutes.	50
Figure V.6 Évolution de la recristallisation pour $\epsilon = 40\%$ à des températures 800, 850 et 900°C.	52
Figure V.7 Évolution de la recristallisation pour $\epsilon = 50\%$ à des températures 800, 850 et 900°C.	52
Figure V.8 Évolution de la recristallisation pour $\epsilon = 60\%$ à des températures 800, 850 et 900°C.	53
Figure V.9 Variation de la vitesse de recristallisation en fonction de la déformation et de la température.	54
Figure V.10 évolution de la recristallisation en fonction de température pour $\epsilon = 40\%$	55
Figure V.11 évolution de la recristallisation en fonction de température pour $\epsilon = 50\%$	56

Figure V.12 évolution de la recristallisation en fonction de température pour $\epsilon = 60\%$	56
Figure V.13 évolution de la recristallisation en fonction du taux de déformation pour $T= 800^{\circ}\text{C}$	57
Figure V.14 évolution de la recristallisation en fonction du taux de déformation pour $T= 850^{\circ}\text{C}$	57
Figure V.15 évolution de la recristallisation en fonction du taux de déformation pour $T= 900^{\circ}\text{C}$	58
Figure V.16 Structure avant recristallisation avec une taille moyenne des grains de $29 - 30\mu$	58
Figure V.17 Micrographie après recristallisation à 800°C pour $\epsilon = 40\%$ (a) X100, (b) X200.	59
Figure V.18 Micrographie après recristallisation à 900°C pour $\epsilon = 40\%$ (a) X100, (b) X200.	59
Figure V.19 Micrographie après recristallisation à 800°C pour $\epsilon = 60\%$ X100, (b) X200.....	59
Figure V.20 Micrographie après recristallisation à 900°C pour $\epsilon = 60\%$ X100, (b) X200.....	60

Liste des tableaux

Tableau III.1 : les données de la figure	29
Tableau IV.1 : composition chimique du métal de base.	35
Tableau IV.2 : Principaux réactifs utilisés en attaque métallographique pour l'acier 316L.....	36
Tableau IV.3 : Caractérisation des échantillons laminés.	40
Tableau IV.4 : Les valeurs de G_6 selon le rapport WS [gg].	42
Tableau IV.5 : Description des principales fonctions utilisées.	44
Tableau V.1 Les valeurs de la résistivité électrique avant et après les recuits.	49
Tableau V.2 Les fractions recristallisées en fonction du temps, de la température et du taux de déformation.	51
Tableau V.3 les valeurs de $t_{0.5}$ et de la Vitesse de recristallisation v	53
Tableau V.4 calcul de l'énergie d'activation moyenne pour la recristallisation.	55
Tableau V.5 La taille moyenne des grains après recristallisation primaire.	60

Introduction Générale

Dans le cadre de ce travail, nous essayons d'étudier l'acier inoxydable austénitique (316L) déformé par laminage à froid puis traité thermiquement à des températures variables.

Le laminage a pour but d'améliorer, par écrouissage, les caractéristiques mécaniques des produits plats. Lorsqu'un matériau a été écroui par déformation plastique, sa microstructure est perturbée et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écrouissage consomme de l'énergie, qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui. Elle est la force motrice pour les phénomènes qui se déroulent lors de la restauration et de la recristallisation. Dans la plupart des métaux cette énergie n'a aucun moyen de se manifester à température ambiante, parce que la mobilité des atomes est trop faible. Il suffit alors d'augmenter la température pour que l'énergie emmagasinée remplisse son rôle de force motrice pour la restauration et la recristallisation.

Notre étude pratique consiste en l'observation micrographique des structures issues du laminage et après différents recuits, ainsi que la mesure de quelques propriétés mécaniques et physiques, et ce, sur des échantillons prélevés sur l'acier laminé.

Le présent rapport se départage en 5 chapitres. Dans les premiers chapitres, est regroupé l'essentiel d'une recherche bibliographique. Dans les deux derniers chapitres est reportée la marche de l'étude expérimentale réalisée, les résultats des différentes observations et des différents essais effectués, ainsi que leurs interprétations éventuellement.



Chapitre I.
Les Aciers Inoxydables

La dénomination « aciers inoxydables » concerne un ensemble d'alliages ferreux résistant à un grand nombre de milieux corrosifs, dans des limites étendues de température [1].

L'élément absolument indispensable pour qu'un acier soit inoxydable est le chrome à teneur suffisante, variable selon le cas, mais toujours supérieur à 12% pour passiver la surface de la pièce par formation d'une couche de Cr_2O_3 , et une faible teneur en carbone ($\%C < 1,2 \%$) pour éviter la précipitation des carbures de chrome [1, 2].

L'emploi des aciers inoxydables doit être considéré sous deux aspects principaux [1] :

- La résistance à la corrosion dans le milieu de service.
- Les propriétés mécaniques exigées par la mise en œuvre et les conditions d'utilisation.

I.1. Diagrammes d'équilibre

Les aciers inoxydables sont essentiellement des alliages Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni et teneur en carbone variante de 0.02 à 1% selon les nuances.

I.1.1 Alliages binaires Fe-Cr

Sur l'axe des ordonnées du diagramme Fe-Cr (*Figure I.1*), on retrouve, bien entendu, les températures de transformation du fer :

- 910 °C pour la transformation $\text{Fe } \alpha \rightarrow \text{Fe } \gamma$,
- 1 390 °C pour la transformation $\text{Fe } \gamma \rightarrow \text{Fe } \delta$.

On notera que le domaine d'existence de l'austénite, ou boucle γ est d'autant plus faible quand la teneur en chrome est élevée. Par conséquent, le chrome favorise l'existence du fer α (cubique centré) ; il est dit *alphanagène*. En l'absence de carbone, au-delà de 11 % Cr environ, la phase γ disparaît complètement. Par contre, si l'on ajoute du carbone, cette boucle γ augmente [2].

On peut délimiter deux régions de teneur en chrome [1]:

- $\%Cr < 13$: Ces alliages ont la possibilité d'être austénitiques totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\text{Fe } \gamma \rightarrow \text{Fe } \alpha$ par refroidissement lent ou rapide.
- $\%Cr > 13$: Ces alliages, toujours « ferritiques », ne peuvent pas subir de durcissement par trempe martensitique. Pour des teneurs suffisantes en Cr, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire, phase sigma (σ), qui pour des refroidissements lents précipite dans la matrice ferritique ou aux joints des grains, entraînant une fragilisation importante de l'alliage.

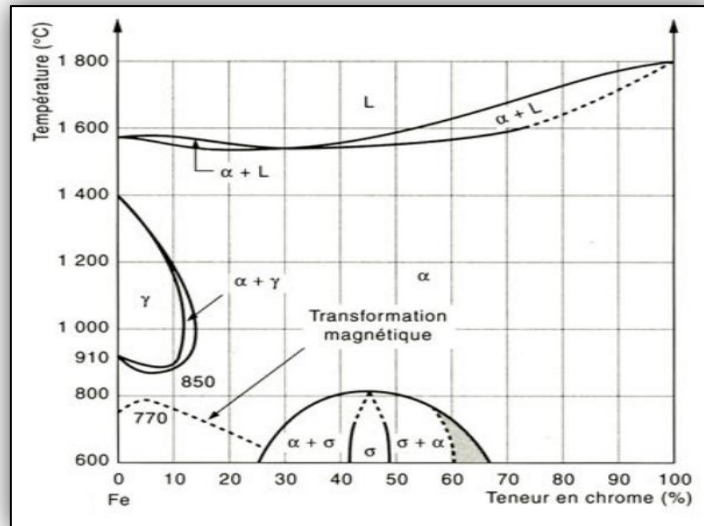


Figure I.1. Diagramme Fe-Cr [2].

I.1.2 Alliages binaires Fe-Ni

À l'inverse du précédent, le diagramme fer-nickel (*Figure I.2*) montre que le domaine d'existence de la phase γ augmente avec la teneur en nickel. Le nickel est donc un élément gammagène. Étant cubique à faces centrées, il favorise la phase austénitique pour des raisons d'isomorphisme. Par conséquent, l'addition de nickel conduit à augmenter la boucle γ des alliages fer-chrome (*Figure I.3*) [2].

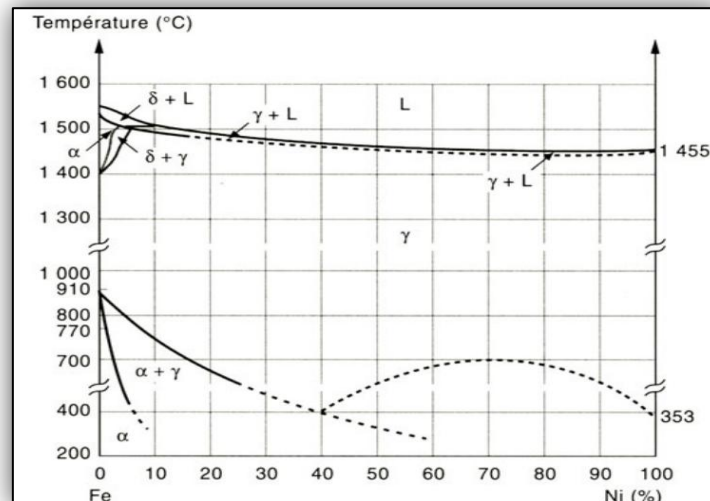


Figure I.2. Diagramme Fe-Ni [2].

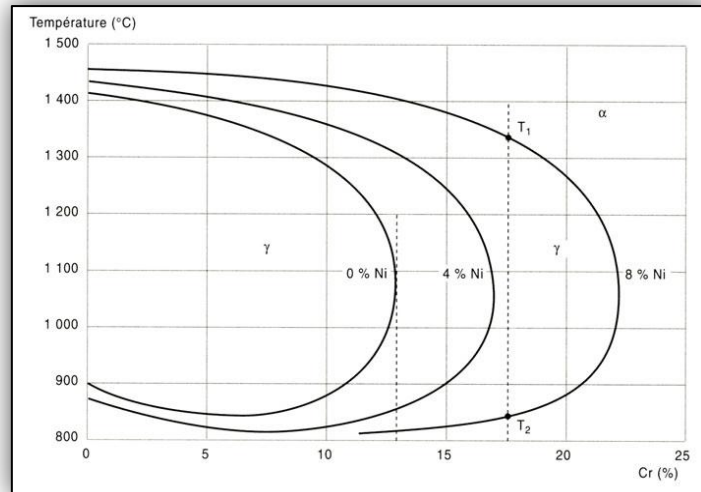


Figure I.3. Influence du nickel sur la boucle γ du diagramme Fe-Cr [2].

I.1.3 Alliages ternaires Fe-Ni-Cr

Le constituant d'équilibre des alliages Fe-Ni-Cr dépend des teneurs relatives en Ni (γ -gène) et en Cr (α -gène). En outre, des coupes isothermes ternaires (refroidissements lents) montre que la phase σ apparait pour des teneurs en Cr inférieure à celles du binaire Fe-Cr : Ni favorise l'apparition de σ (Figure I.4) [1].

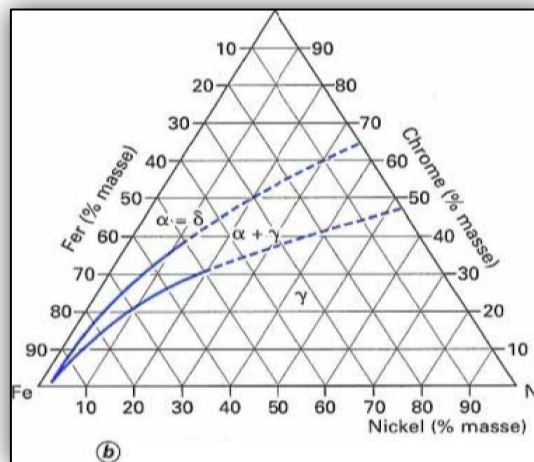


Figure I.4. Diagramme d'équilibre ternaire Fe - Cr - Ni [1].

I.1.4 Acier inoxydable à n constituants

Pour les aciers inoxydables, plus complexes que les binaires ou ternaires précédents, la constitution dépendra également des teneurs respectives en éléments alphagènes et gammagènes.

Un certain nombre de solutions approximatives ont été apportées au problème, basées sur les notions de nickel et de chrome équivalents. Le diagramme de

Schaeffler est valable pour les alliages bruts de solidification (cas des joints soudés), alors que le diagramme établi par Pryce et Andrews (**Figure I.5**) concerne l'état laminé [1].

Le diagramme de Pryce et Andrews apporte une simplification de représentation liée à la connaissance plus au moins précise des coefficients multiplicateurs traduisant les pouvoirs alphagène et gammagène des divers éléments, déterminés expérimentalement. Par exemple, dans le cas des aciers sans titane ni niobium [1]:

- Nickel équivalent $\rightarrow (Ni)_{\text{éq}} = (\%Ni) + 0.5 (\%Mn) + 21 (\%C) + 11.5 (\%N)$.
- Chrome équivalent $\rightarrow (Cr)_{\text{éq}} = (\%Cr) + (3\%Si) + (\%Mo)$.

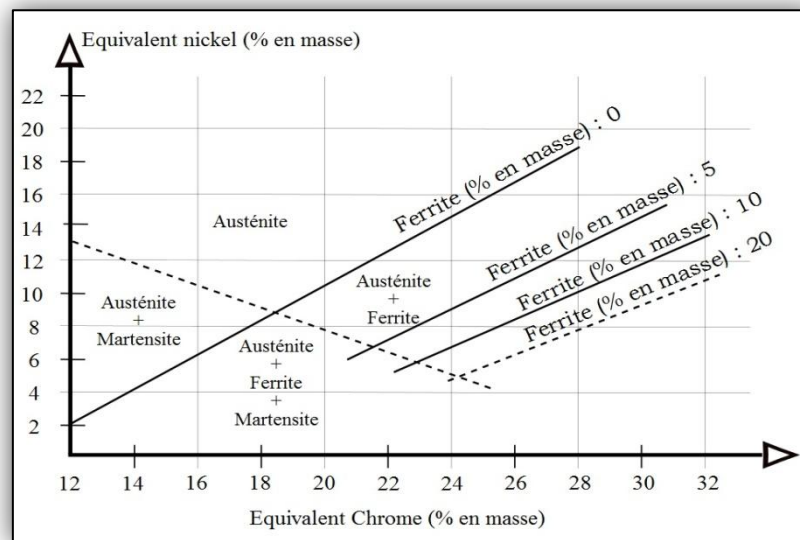


Figure I.5. Diagramme de Pryce et Andrews [1].

I.2 Influence des éléments d'alliages

- **Le carbone**, agit par son caractère nettement gammagène et entre ainsi en compétition avec le chrome, élément alphagène prépondérant. Il a également une action stabilisatrice sur l'austénite formée à haute température. Le carbone en présence d'un élément carburigène comme le chrome, peut former des carbures. Le cas le plus typique est la précipitation des carbures de composition $M_{23}C_6$ dans l'austénite 18-9, jouant un rôle particulière dans la corrosion intergranulaire [1].
- **Le chrome**, élément essentiel à tous les aciers inoxydables qui favorise leur résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et à l'oxydation à haute température. Il améliore aussi leur résistance mécanique. Cet élément est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable [2].
- **Le nickel**, élément gammagène qui stabilise l'austénite à toutes les températures, favorisant ainsi leur mise en œuvre par déformation plastique. Il

assure aux aciers inoxydables leur caractère amagnétique indispensable à un élément prothétique. Cet élément permet de réduire l'aptitude de l'austénite à la transformation martensitique lors d'un écrouissage, par exemple [2].

- **Le manganèse**, bien qu'il soit gammagène tient un rôle alphasagène au-delà de 7% renforçant ainsi leur résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides [2].
- **L'azote**, élément gammagène aussi qui, en présence de faibles teneurs en carbone, augmente la limite d'élasticité sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire [2].
- **Le silicium**, élément alphasagène qui diminue la résistance à la fissuration lors du soudage [2].
- **Le soufre**, à des teneurs avoisinant 0,2%, améliore considérablement l'usinabilité au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres [2].
- **Le molybdène**, souvent ajouté à des teneurs comprises entre 2 et 5%, améliore la résistance à la corrosion dans différents milieux corrosifs sauf dans les milieux nitriques bouillants [2].

I.3 Les différents types d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont plus couramment classés selon leurs compositions et selon aussi leurs structures ou constitution métallurgique. Ce type de classification a permis de mettre en évidence cinq grandes familles d'aciers inoxydables [1] :

- Les aciers inoxydables ferritiques (structure cubique centrée) ;
- Les aciers inoxydables martensitiques (structure quadratique) ;
- Les aciers inoxydables austénitiques (structure cubique à faces centrées) ;
- Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation ;
- Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).

I.3.1 Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par le fait que leurs structures restent ferritique dans tout l'intervalle de température (*Figure I.4*), c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$, ils sont magnétiques; insensibles à la trempe; sensibles au grossissement des grains à chaud. [2, 3]

Aujourd'hui, pratiquement la teneur en Cr dans les aciers ferritiques est comprise entre 13 et 30% et le carbone est inférieur à 0.10%, Ils ne contiennent pas de nickel. On préfère additionner ceux qui stabilisent la Ferrite comme par exemple le Mo pour améliorer la résistance à la corrosion. Pour des résistances à la corrosion élevées les aciers inoxydables ferritiques sont élaborés avec des teneurs en C et N extrêmement basses [4].

I.3.2 Les aciers inoxydables martensitiques

Ils sont représentés par les nuances à 13% Cr ayant une teneur en carbone suffisante (> 0.08) pour pouvoir entièrement austénitiques. Les aciers inoxydables martensitiques ont un comportement comparable à celui des aciers de traitements thermiques classiques. Leurs trempabilités sont excellentes : la vitesse de refroidissement critique martensitique correspond à un refroidissement à l'air [1].

Ils sont magnétiques; sensibles à la trempe et au revenu comme les aciers pour traitement thermique; fragiles au-dessous de 400°C ; mise en œuvre difficile [3].

Les propriétés d'emploi des aciers martensitiques au chrome, qui se différencient de tous les autres groupes d'aciers inoxydables par leurs hautes duretés et leurs valeurs de résistance mécanique élevées, dépendent fortement de l'état structural obtenu après traitement thermique et varient dans une large mesure [4].

I.3.3 Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Ces aciers contiennent des éléments tels que Cu, Al, Mo, Nb. Ce type d'alliage met en œuvre pour l'amélioration des propriétés de résistance par précipitation d'une seconde phase. Cette seconde phase est constituée par une fine précipitation de composés intermétalliques. Le traitement thermique consiste en une hypertrempe conduisant à une solution solide saturée, suivie d'un revenu au cours duquel aura lieu la précipitation du composé intermétallique [1].

Hautes performances mécaniques mais traitement thermique plus délicat et évolution possible lors d'une utilisation à chaud [3].

I.3.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Dans la structure à la température ambiante est mixte ; c'est-à-dire, elle est constituée par un mélange des grains de ferrite et des grains d'austénite.

Pour obtenir les aciers austénitiques, nous avons refroidi une composition du domaine austénitique à $1\ 100^{\circ}\text{C}$. Supposons que l'on fasse la même opération à partir du domaine biphasé α - γ pour des compositions du même ordre. La phase γ reste métastable pour les mêmes raisons, la phase α est inchangée. On obtient donc une structure mixte ($\alpha + \gamma$) métastable identique à celle à l'équilibre aux hautes températures. La proportion de phase peut donc être directement déterminée par le diagramme de Pryce et Andrew (*Figure I.5*). Les nuances austéno-ferritiques développées industriellement sont équilibrées pour contenir entre 40 et 60 % de ferrite [2].

I.3.5 Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques ont deux caractéristiques métallurgiques principales : Ils contiennent suffisamment de chrome pour conférer le caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gammagènes, comme le nickel, pour leur conférer leurs structures (cubique à faces centrées). Il s'agit des solutions solides obtenues par hypertrempe depuis une température de l'ordre de 1100°C [5].

Ils se caractérisent par leurs hautes résistances à la corrosion chimique, à l'ambiante qu'aux températures élevées. Ils sont les alliages de base pour l'élaboration d'un grand nombre d'aciers réfractaires et d'aciers inoxydables [7].

Ils ne peuvent pas être durcis par trempe à température ordinaire. Quelle que soit la vitesse de refroidissement, l'austénite ne se transforme pas en martensite. Par déformation à froid certains aciers inoxydables austénitiques moins stables subissent une transformation martensitique partielle [7].

I.3.5.1 Principaux types des aciers inoxydables austénitiques :

La classification générale suivante des aciers inoxydables austénitiques peut être proposée [7] :

- Les nuances de base du type 18-10 contiennent 0,02 à 0,15% de carbone, plus ou moins sujettes à la sensibilisation à la corrosion intergranulaire selon leur teneur en carbone ; Les nuances dites stabilisées vis-à-vis de la sensibilité à la corrosion intergranulaire par des additions de titane ou de niobium ;
- Les nuances à basse teneur en nickel pour favoriser le durcissement par écrouissage ;
- Les nuances à haute teneur en nickel pour accroître l'aptitude à l'emboutissage profond ;
- Les nuances à résistance mécanique accrue par addition de l'azote ;
- Les nuances où le manganèse est substitué en partie au nickel ;
- Les nuances à résistance à la corrosion générale sont améliorées par l'addition de molybdène et par fois de cuivre ;
- Les nuances plus résistantes à l'oxydation à chaud grâce à une addition de N, Mo, W, V, Ti, Nb et B ;
- Les nuances pour les électrodes de soudage ;
- Les nuances à usinabilité sont améliorées par addition de soufre, de sélénium et de cuivre

Les nuances de base (304) ont été modifiées vers les nuances à basse teneur de carbone (304L) ou des nuances stabilisées (321) essentiellement pour l'amélioration de la tenue à la corrosion. Une même évolution s'est produite pour les nuances au molybdène : (316) a donné naissance aux nuances (316L). Ces dernières constituent un ensemble courant d'acier inoxydable austénitique [1].

1.3.5.2 La Transformation austénite → martensite

On distingue deux températures de transformation martensitique de l'austénite instable :

- La première, M_s , correspond à l'apparition de martensite d'origine thermique ;
- La seconde ; M_d , caractérise la possibilité de la formation de martensite sous l'effet d'une déformation plastique.

A) Transformation martensitique par refroidissement à basse température :

Par refroidissement rapide depuis 1050 et 1100°C, la transformation de l'austénite (structure FCC) en martensite α' (structure CC) débute à partir de la température M_s , cette transformation se manifeste α' par l'apparition brutale de la martensite formée selon un mécanisme de cisaillement qui implique l'existence des relations spécifiques d'orientation entre α' et γ [8].

En effet :

- $(111)_A // (110)_M$
- $[110]_A // [111]_M$

Tous les éléments en solution solide dans l'austénite abaissent la température M_s
En effet [8]:

$$M_s = 502 - 810 (C\%) - 1230 (\%N) - 13 (\%Mn) - 30 (\%Ni) - 12 (\%Cr) - 54 (\%Cu) - 6 (\%Mo)$$

B) Transformation martensitique par écrouissage :

Sous l'effet de la déformation à froid, l'austénite peut se transformer en martensite au dessus de la température M_s .

La température M_d ($M_d > M_s$) a été définie comme la température au dessus de laquelle aucune transformation ne se produise quelle que soit la déformation.

La fraction du martensite formée est en fonction de plusieurs paramètres: composition chimique, mode et taux et vitesse de déformation, et naturellement la température.

L'effet des éléments d'alliage (pourcentage massique) est mis en évidence par la formule suivante [7] :

$$M_{d30} (^\circ C) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9.2 (\%S) - 8.1 (\%Mn) - 13.7 (\%Cr) - 20(\%Ni) - 18.5 (\%Mo)$$

Où : M_{d30} est la température à laquelle 50% de martensite est formée sous l'effet d'une déformation vraie de 30%.

Des études cristallographiques ont montré l'existence de martensite ϵ , de structure hexagonale compacte, à côté de la martensite α' cubique centrée.

Cette martensite est amagnétique et difficile à détecter en microscope optique.

La martensite ϵ est formée dans les aciers inoxydables austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement. La martensite ϵ est obtenue par :

- Trempe à -196°C
- Trempe ou écrouissage à température ordinaire

L'énergie de défaut d'empilement est respectivement inférieure à $30\div 43 \text{ mJ.m}^2$ [7].

I.4 Domaines d'utilisation des aciers inoxydables :

Les aciers inoxydables sont choisis pour leurs excellentes résistances à la corrosion, mais aussi pour leurs caractéristiques mécaniques (résistance mécanique, ductilité, ténacité). Leurs grandes facilités de mise en œuvre et d'assemblage ne sont pas de moindre importance, et grâce à l'emboutissage profond, en particulier, des nuances austénitiques, des formes extrêmement complexes peuvent être réalisées.

Dans le domaine de bâtiment ils sont principalement utilisés dans trois secteurs de construction [4] :

- Pour l'architecture extérieure (la réalisation des façades de revêtement et de gouttière, des portes, des portails, des balustrades, d'allège, etc.);
- Pour la décoration et les agencements intérieurs (la réalisation d'habillage de parois et de plafonds, et surtout d'ascenseurs d'escaliers roulants, de tambours d'entrée, des guichets, et d'un grand nombre d'autre installation d'équipement)
- Pour les moyens de fixation (les nombreux systèmes d'ancrage et de liaison au moyen desquels on peut assembler les petits et les grands éléments de construction aux divers matériaux comme le biton, la pierre, les métaux, le bois et avec la structure de l'édifice).

L'industrie chimique se consacre essentiellement à la fabrication des substances organiques et non organiques et à celle des produits spéciaux. Ces produits sont fabriqués selon différents techniques qui nécessitent l'usage des nombreuses machines et appareillages parmi lesquels on peut citer (les désintégrateurs, les mélangeurs, les filtres, les centrifugeuses, les condenseurs; les cuves de réacteurs, les colonnes de distillation, de rectification, d'extraction ; les échangeurs de chaleur et les systèmes de refroidissement ; les tubes, les robinets, les pompes, les dispositifs de mesure et de réglage). Pour la construction de telles installations , on fait usage de matériaux qui doivent avoir les nécessaires propriétés mécaniques et physiques afin de pouvoir supporter sans défaillance les conditions de travail auxquelles ils sont soumis, notamment les hautes et les basses températures. Les matériaux métalliques

sont presque toujours choisis pour remplir ces conditions mais ils sont attaqués par beaucoup de substances et produits, l'industrie chimique est demeurée une des plus importantes utilisations d'aciers inoxydables [4].

Cependant, deux autres importants domaines d'utilisation des aciers inoxydables se distinguent : l'alimentaire, et le médical. En effet, ces aciers n'altèrent pas les propriétés organoleptiques des aliments et sont faciles à nettoyer, à désinfecter et à stériliser. L'acier austénitique 316L est spécialement utilisé en chirurgie endovasculaire, il constitue le principal alliage métallique offrant aux stents (dispositif métallique permanent souvent à rétablir le passage du flux sanguin dans une artère) le meilleur compromis entre les propriétés mécaniques et structuraux [6].



Chapitre II.

Notion de déformation et durcissement des métaux

On va essayer dans ce chapitre à décrire les deux types de déformation, élastique et plastique, qui peut subir un matériau. La déformation plastique est permanente et la résistance d'un matériau à cette déformation varie en fonction de sa résistance mécanique et de sa dureté. A l'échelle microscopique, la déformation plastique correspond au déplacement d'un grand nombre d'atomes qui résulte de l'application d'une contrainte. Lors d'une telle déformation, les liaisons interatomiques se rompent et se reconstituent. Dans les solides cristallins, la déformation plastique entraîne très souvent un déplacement des dislocations, c'est-à-dire des défauts cristallins linéaires

II.1 Déformation élastique :

Si l'on applique une faible contrainte à un cristal, une légère déformation a lieu entre les plans atomiques denses : c'est un glissement ou cisaillement. Une image simplifiée, la **Figure II.1**, illustre ce mécanisme. Tous les atomes d'un plan sont très légèrement déplacés vis-à-vis des plans voisins.

La déformation totale qui en résulte est représentée par le déplacement « e ». Évidemment ce mouvement perturbe l'équilibre des forces qui s'était établi suite à la formation du cristal et augmente son niveau d'énergie interne.

Si l'on supprime la contrainte, tous les atomes vont donc reprendre leurs positions d'équilibre dans le réseau : on est revenu exactement à la situation initiale et l'on dit de la déformation qu'elle était *élastique*. Dans la réalité, cette déformation est extrêmement faible, au maximum de l'ordre du millième de la dimension du cristal pour un acier doux et d'environ cinq millièmes pour les métaux les plus rigides [9].

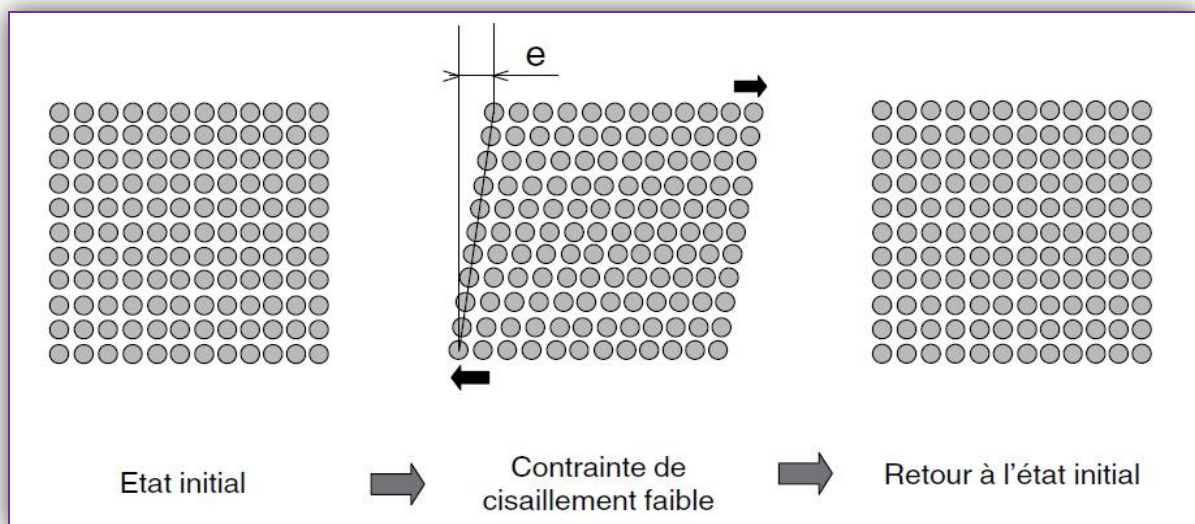


Figure II.1 Représentation d'une déformation élastique par cisaillement [9].

Un modèle très simple, dû à Baqué, permet de mieux comprendre ce qui se passe. Supposons, **Figure II.2(a)**, une surface semblable à une tôle ondulée sur laquelle sont placées des billes en fer ; on applique un champ magnétique qui déplace toutes les billes vers la droite : elles montent sur les « collines » (b). Si on supprime le champ, elles vont retomber (c) dans leurs « vallées » en oscillant d'ailleurs de droite à gauche avant de s'arrêter ; c'est exactement ce qui se passe quand on relâche un ressort tendu (il a une vibration amortie). Ce modèle simple donne donc une explication satisfaisante du comportement élastique, en parfait accord avec l'hypothèse des sphères reliées par des ressorts virtuels que nous avons adoptée au début.

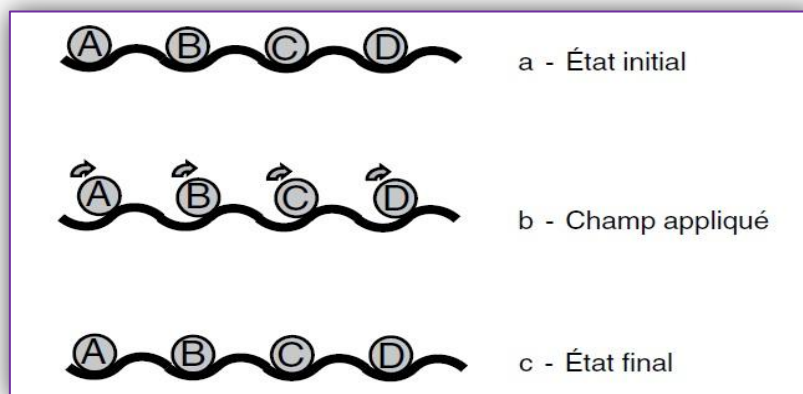


Figure II.2. Déformation élastique (b) et retour à l'état initial [9].

II.2 Déformation plastique

Poursuivons le raisonnement précédent, en examinant la **Figure II.3**. On voit que lorsque les billes dépassent, sous l'action d'un champ suffisamment puissant, le sommet des « collines », elles vont, toutes ensemble, retomber dans la vallée suivante et non dans celle où elles se trouvaient : leurs déplacement vaut dans ce cas une distance atomique « m » (différente de a_0 si la direction considérée n'est pas une direction de densité maximale). Pour les métaux, c'est le début de la déformation *plastique*.

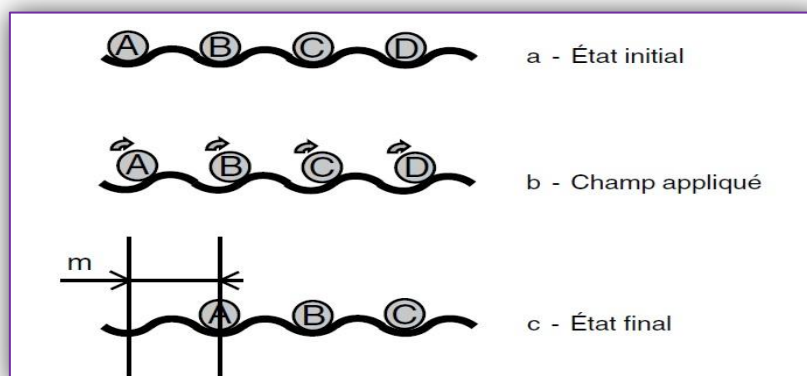


Figure II.3. Déformation plastique et formation d'une marche [9].

Cette déformation est irréversible, permanente. Le début de la déformation plastique a donc lieu quand des glissements commencent à apparaître dans les cristaux (les grains) qui forment un métal. Comme ces grains ont des orientations aléatoires, il en est de même des plans atomiques ; certains grains seront donc « favorablement » orientés vis-à-vis de la contrainte imposée tandis que d'autres ne le seront pas. Au fur et à mesure que la contrainte appliquée croît, le nombre des grains entrent dans le domaine plastique augmentent et la déformation plastique s'accroît et se généralise.

La **Figure II.4** offre un aperçu de la distorsion que subissent des grains à la suite d'une déformation plastique brute. Avant la déformation, les grains étaient équiaxes, c'est-à-dire qu'ils avaient approximativement la même dimension dans toutes les directions. La déformation a amené les grains à s'allonger dans la direction de l'étirement de l'éprouvette [12].

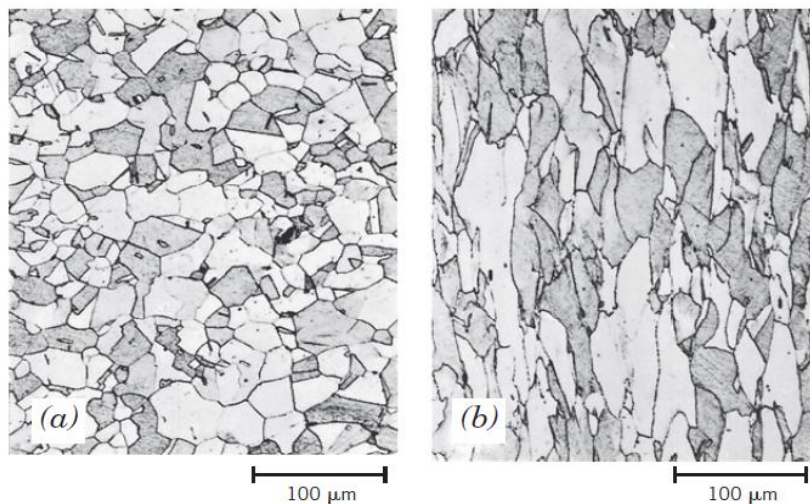


Figure II.4. Modification de la structure des grains d'un métal polycristallin résultant d'une déformation plastique : a) avant la déformation les grains sont équiaxes ; b) la déformation a provoqué un allongement des grains ; $\times 170$ [12].

Si l'on continue l'illustration des phénomènes par une représentation identique à celle de la **Figure II.2**, on obtient la **Figure II.5** dans laquelle on peut voir, au centre, la formation des marches dues aux glissements. Ce schéma montre bien qu'une déformation purement plastique ne peut pas se produire sans la persistance simultanée de la déformation élastique qui l'a précédée. Il faudrait pour cela que le matériau ait une limite d'élasticité nulle, ce qui est plus rare dans le domaine des aciers.

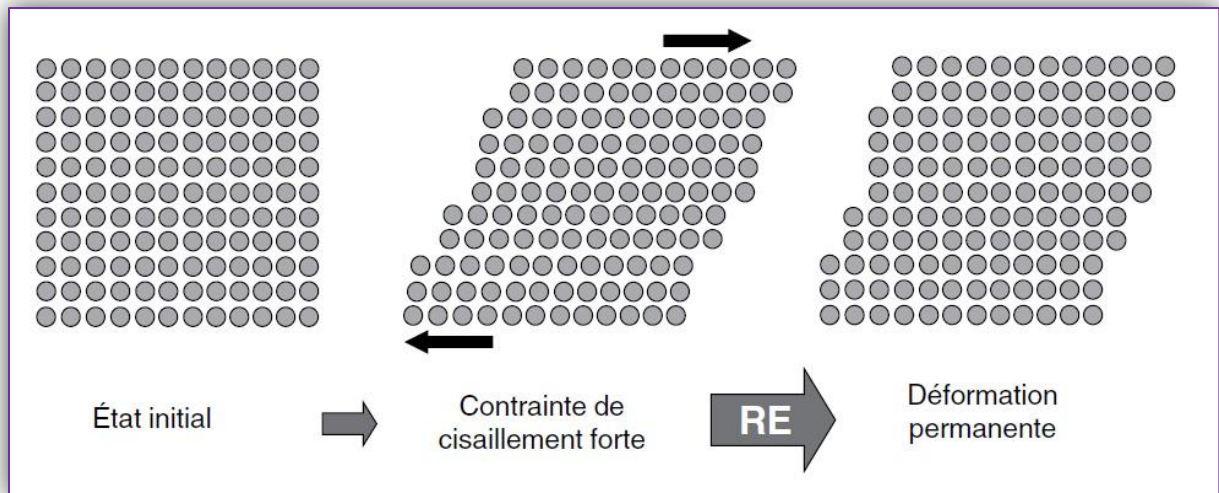


Figure II.5. Représentation d'une déformation plastique [9].

II.3 Maillage mécanique

Le cristal accommode les efforts qu'il supporte par combinaison de maillage (*Figure II.6.a*). Ce mécanisme n'est possible que dans les cristaux où ils existent des plans de maile et ils sont moins courants que les mécanismes liés aux déplacements des dislocations [3].

Ce type de déformation est quasiment instantané. Les phases austénitiques des aciers inoxydables se déforment essentiellement suivant ce mécanisme. Bien que le maillage intervient essentiellement dans les systèmes cubiques à faces centrées, il peut aussi se produire dans les systèmes cubiques centrés lorsque la vitesse de déformation est très grande. Les atomes proches des dislocations n'ont pas, dans ce cas, le temps de diffuser pour permettre le mouvement de celles-ci et le maillage devient alors la meilleure possibilité pour accommoder très rapidement les déformations imposées [9].

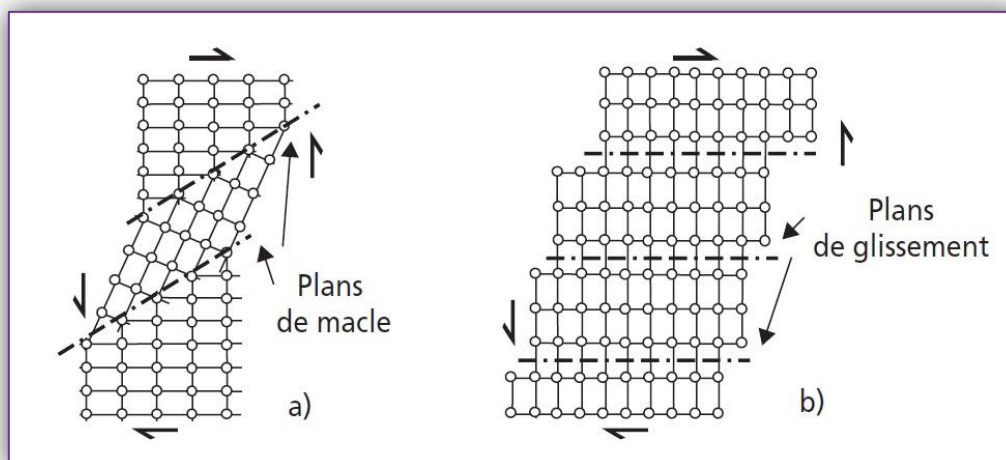


Figure II.6. Schémas de la déformation d'un cristal :
a) par maillage mécanique; b) par glissement [3].

II.4 Glissement

Les feuillettes constituées par les plans denses du cristal glissent les uns par rapport aux autres dans les directions atomiques de forte densité contenues dans ces plans, par paquets qui se décalent d'un nombre entier de distances interatomiques (*Figure II.6.b*) [3].

Physiquement, lorsqu'on déforme plastiquement un polycristal métallique, on constate au microscope optique que la surface du métal est couverte de bandes, appelées bandes de glissement. Un examen plus détaillé, montre qu'elles sont constituées des lignes plus fines et plus rapprochées (*Figure II.7*) [2].

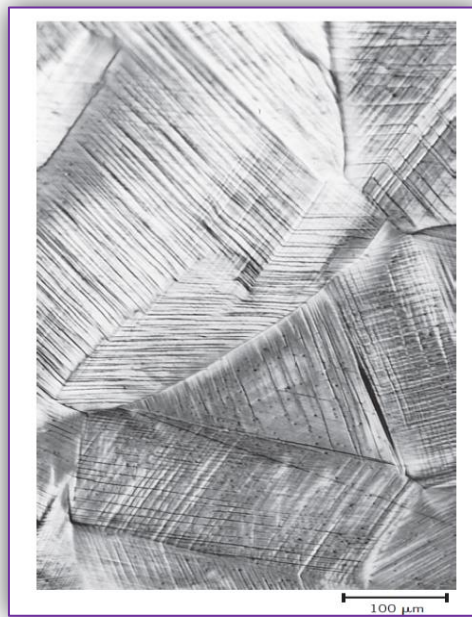


Figure II.7. Lignes de glissement à la surface d'une éprouvette de cuivre polycristallin. $\times 173$ [10]

II.5 Dislocations

Une dislocation est un défaut à une dimension, ou défaut linéaire, au voisinage duquel certains atomes sont mal alignés. Il existe trois types de dislocation : la dislocation-coin, la dislocation-vis et la dislocation mixte.

II.5.1 Observation

On observe ainsi très bien en microscopie à transmission les zones distordues d'un réseau cristallin (*Figure II.8*), qui apparaissent comme des lignes noires. Il n'est pas rare d'observer des lignes de dislocation qui traversent tout le grain [11].

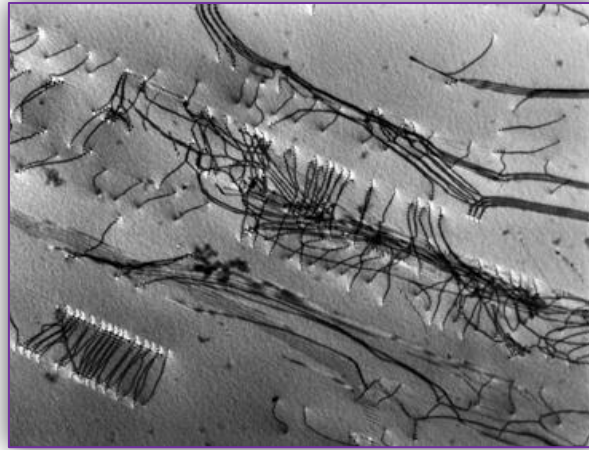


Figure II.8. Observation en microscopie à transmission de lignes de dislocation dans un acier inoxydable 316 L [11].

II.5.2 Dislocation coin

C'est un défaut centré autour d'une ligne le long de laquelle se termine un demi-plan atomique supplémentaire à l'intérieur d'un cristal. Dans la région entourant cette ligne, appelée ligne de dislocation, la structure du réseau cristallin est déformé. Dans la **Figure II.9**, la ligne de dislocation est perpendiculaire au plan de la page. Les atomes situés au-dessus se trouvent serrés les uns contre les autres ; autrement dit, cette portion du réseau est en compression ; par contre sous la ligne de dislocation, le réseau est en tension. Cela se traduit par une légère courbure des plans atomiques verticaux au voisinage de demi-plan supplémentaire. L'importance de cette déformation. Le symbole \perp indique la position où se trouve la ligne de dislocation associée à la dislocation-coin [12].

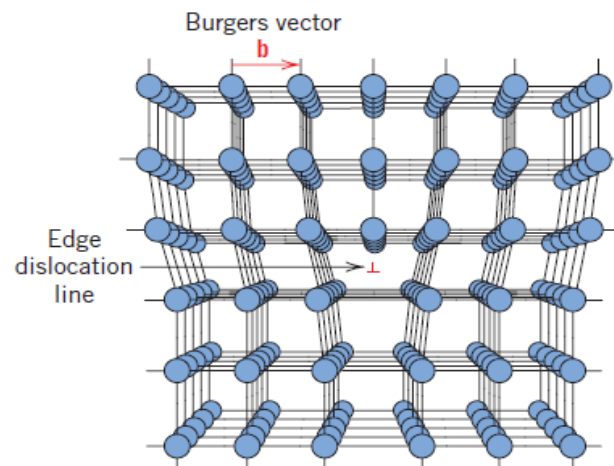


Figure II.9. Représentation en perspective de la position des atomes au voisinage d'une dislocation coin [10].

II.5.3 Dislocation vis

C'est un défaut linéaire résultant d'un cisaillement du réseau. Dans la *Figure II.10*, qui illustre une telle dislocation, la partie supérieure des faces antérieures du cristal a subi un déplacement vers la droite par rapport à la partie inférieure. La déformation résultante est linéaire, et la ligne de dislocation qui y est associée correspond à la ligne AB de la *Figure II.10.b*

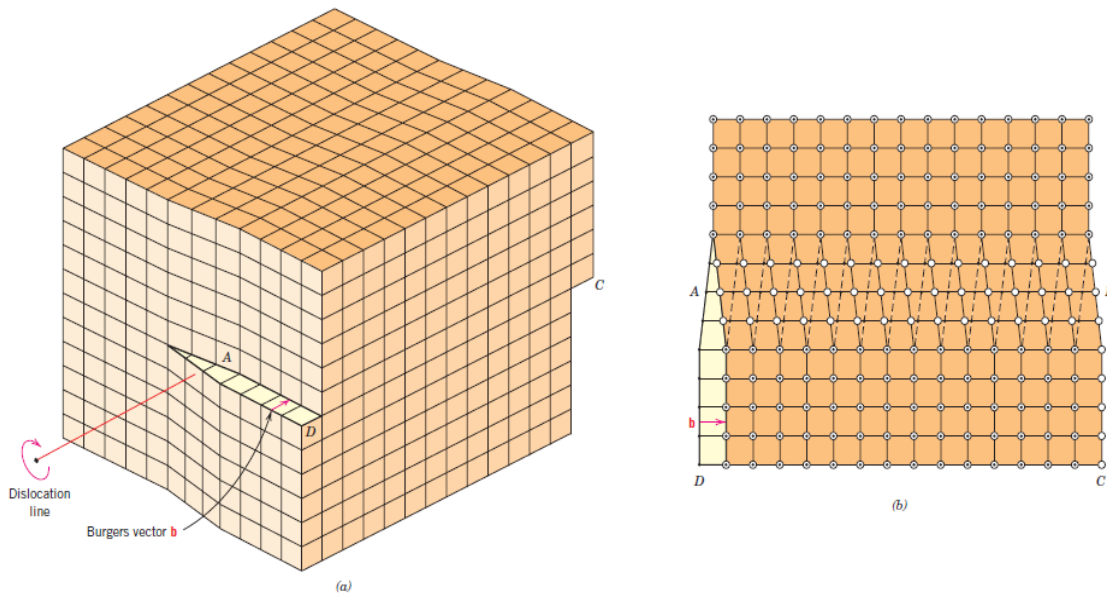


Figure II.10. a) dislocation-vis dans un réseau cristallin ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut [10].

II.5.4 Dislocation mixte

La plus part des dislocations ne sont ni parfaitement du type vis, ni parfaitement du type coin ; elles combinent les caractéristiques des deux types, et on les appelle dislocations mixtes, les trois types de dislocations sont représentés schématiquement dans la *Figure II.11*.

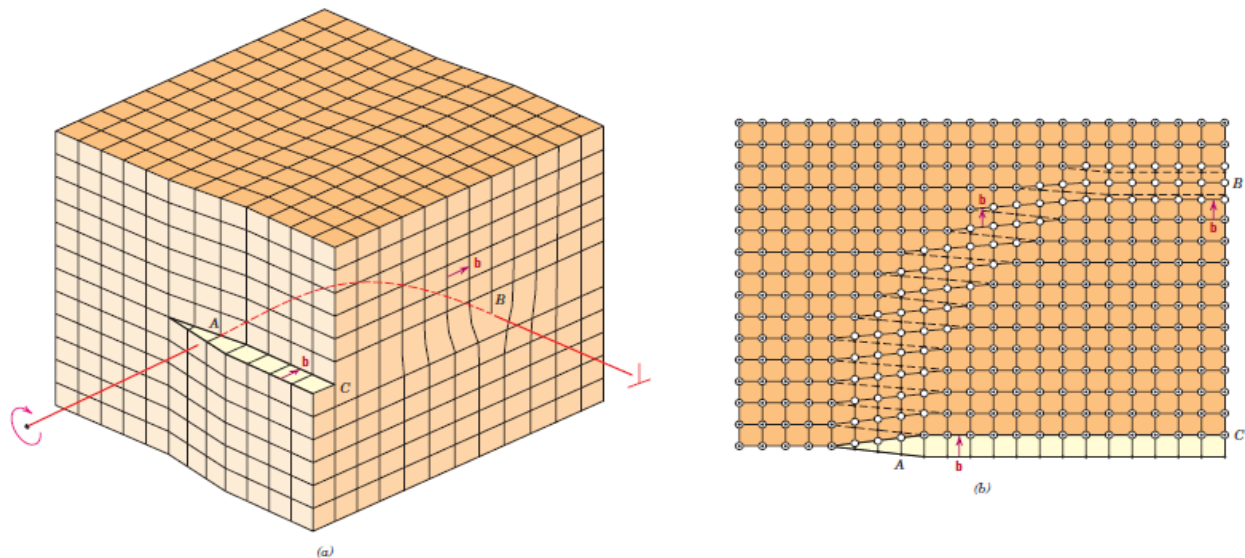


Figure II.11. a) Représentation schématique d'une dislocation non rectiligne tenant à la fois des trois types de dislocation ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut [10].

II.6 Écrouissage

Ce terme désigne le durcissement associé à la déformation plastique d'un matériau cristallin dans lequel les dislocations se déplacent par glissement. C'est une conséquence de la densification du réseau cristallin, grâce à l'activation des sources des dislocations nouvelles et à la formation des jonctions supplémentaires [3].

Cette déformation plastique du métal introduit dans le réseau des défauts supplémentaires, principalement des dislocations, des lacunes et éventuellement macles. Le matériau ainsi écroui est donc caractérisé par une densité très élevée de dislocations, pouvant atteindre des valeurs de 10^8 à 10^{12} cm/cm³ et jusqu'à 0,05 % de lacunes. Cet état correspond, d'une part, à des caractéristiques de traction, limite d'élasticité ou résistance élevée ou très élevée ; il s'agit d'un durcissement par interaction des dislocations. D'autre part, l'augmentation du taux des lacunes entraîne une plus grande résistivité électrique [2].

II.7 Le durcissement des métaux

II.7.1 Le durcissement par augmentation de la densité des dislocations ou par écrouissage

Le durcissement par écrouissage est le procédé par lequel un métal ductile devient plus dur et plus résistant lors de sa déformation plastique. On utilise parfois l'expression déformation à froid pour désigner l'écrouissage par ce que la température au laquelle la déformation a lieu est « froide » par rapport à la température de fusion absolue du métal. Le durcissement par écrouissage dans la plupart des métaux s'effectue à la température ambiante [12].

Les *Figures II.12a et II.12b* montrent que la limite conventionnelle d'élasticité et la résistance à la traction de l'acier, du laiton, et du cuivre augmentent avec l'écrouissage. Toutefois, cette augmentation s'obtient au détriment de la ductilité du métal, comme le relève la *Figure II.12c*.

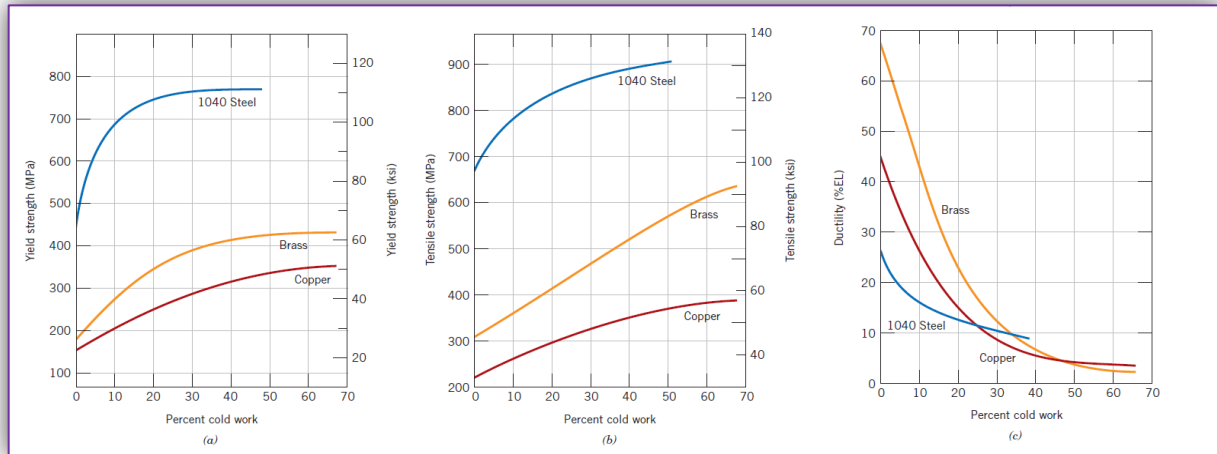


Figure II.12. (a) Augmentation de la limite conventionnelle, (b) augmentation de la résistance à la traction, (d) diminution de l'allongement à la rupture en fonction du taux d'écrouissage. Dans le cas de l'acier 1040, du laiton et du cuivre [10].

Il peut être très efficace mais on doit noter qu'il « consomme » de la plasticité et que, par voie de conséquence, les caractéristiques de la ductilité du métal (allongement à rupture, striction, énergie de rupture en flexion par choc...) seront diminuées. Il sera donc utilisable surtout pour les métaux possèdent une grande plasticité initiale c'est-à-dire les métaux à structure cubique à faces centrées [13].

Le *Tableau II.1* donne des exemples des performances mécaniques des métaux écrouis. Il faut noter ici que ce mode de durcissement perd ses effets quand on réchauffe le métal (par restauration et recristallisation; il n'est donc utilisable que pour des emplois à température peu élevée après des opérations de mise en œuvre ne provoquant pas d'échauffement sensible [13].

Tableau II.1. Exemples de durcissement obtenu par écrouissage [13].

État (*)	R_m N/mm ²	R_e N/mm ²	A %
Acier inox (X6CrNiMo17-11)			
adouci	540	210	60
écroui 50 %	1 070	980	8
écroui 75 %	1 360	1 270	3
écroui 90 %	1 550	1 470	~ 2

(*) Taux d'écrouissage = $100 \times (S_0 - S)/S_0$.

II.7.2 Le durcissement par perturbation du réseau cristallin avec des éléments étrangers

La mise en place, en solution solide, d'atomes étrangers dans le réseau du métal de base provoque ce que l'on appelle le durcissement par effet de solution solide qui peut être obtenu :

- avec des atomes en solution solide de substitution (un atome de l'élément d'alliage remplace un atome du métal de base dans le réseau cristallin de celui-ci). Les possibilités d'un tel durcissement sont réduites par le fait que la mise en solution solide de substitution des atomes étrangers ne peut se faire que si les rayons atomiques du métal de base et de l'élément d'alliage sont pas trop différents (lois de HUMEROTHERY) ce qui limite la perturbation du réseau cristallin;
- avec des atomes en solution solide d'insertion; ces atomes vont pouvoir se rassembler autour des dislocations, dans la zone de perturbation du réseau et constituer des « nuages » (dites de Cottrell) très efficaces pour freiner les dislocations en rendant plus difficile le début de leurs mouvement.

L'effet des éléments en solution solide d'insertion sera, de ce fait, plus important que celui des éléments en solution solide de substitution.

La *Figure II.13* donne un exemple du durcissement que l'on peut ainsi provoquer.

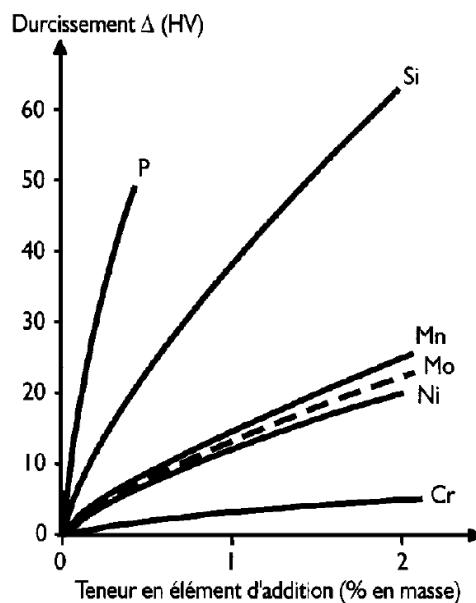


Figure II.13. Durcissement du fer par effet de solution solide [13].

II.7.3. Le durcissement par affinement de la taille des grains

Au cours de leurs déplacements, dans les plans de glissement à l'intérieur d'un même grain, les dislocations vont arriver dans la zone des joints de grain et l'on va alors constater que [13] :

- les joints des grains peuvent constituer un piège; la dislocation disparaît dans la zone perturbée et la déformation plastique est interrompue;
- les joints des grains peuvent stopper la première dislocation qui se présente ; Les suivantes ne peuvent pas poursuivre leurs mouvements viendront s'empiler derrière elles et le glissement sera interrompu.

Les déplacements des dislocations seront d'autant plus gênés et, de ce fait, le durcissement obtenu sera d'autant plus important que les dislocations rencontrent un plus grand nombre de joints des grains. Or dans une masse donnée de métal, l'importance des joints des grains croît quand le nombre des grains augmentent c'est-à-dire quand le volume occupé par chaque grain diminue. Pour développer ce mode de durcissement on doit diminuer la taille moyenne des grains et donc fabriquer des métaux à des grains fins [13].

Le durcissement par effet de la taille des grains est généralement traduit par une relation simple (Loi de Hall-Petch) qui lie la limite d'élasticité R_e au diamètre moyen d_m des grains et qui s'écrit [12] :

$$R_e = \sigma_0 + K_y \cdot d^{-1/2}$$

σ_0 et K_y sont des constantes pour un matériau donné.

La **Figure II.14** illustre le rapport entre la limite conventionnelle d'élasticité et la taille des grains du laiton.

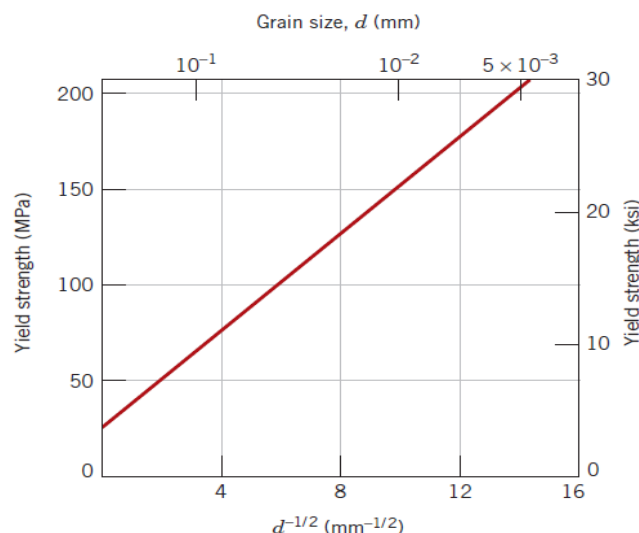



Figure II.14. Graphique illustrant le rapport entre la taille des grains et la limite conventionnelle d'élasticité d'un laiton 70 Cu-30 Zn. Il faut noter que le diamètre des grains augmente de droite à gauche et que l'augmentation n'est pas linéaire [10].



Chapitre III.
Restauration et recristallisation

On sera concerné dans ce chapitre essentiellement par les mécanismes dans lequel, les métaux et alliages, peuvent réparer l'endommagement de la structure provoquée par la déformation mécanique, à propos des changements des propriétés physiques et mécaniques. Ces mécanismes de réparation sont thermiquement activés, par conséquent les matériaux déformés doivent être chauffés.

III.1. Restauration

Un échauffement jusqu'aux températures relativement peu élevées ($< (0.2\div 0.3) \times T_f$) au dessous de la température de recristallisation le mécanisme de restauration déclenche, au cours du stade de ce mécanisme, il n'y a pas création des nouveaux grains, mais seulement réduction du nombre des défauts atomiques (lacunes, dislocations) et réarrangement de ceux-ci en nouvelles configurations plus stable sans modification apparente de la structure. Sous l'effet de la température, les dislocations sont plus mobiles. Elles s'éloignent les unes des autres, se redressent pour former des configurations plus stables. En général, elles s'organisent en réseaux formant des cellules polygonales. C'est ce que l'on appelle le phénomène de polygonisation. Ces modifications ne sont détectables qu'avec microscopie électronique à transmission ou indirectement (mesure de la résistivité électrique, mesure de la dureté) [1, 14, 15].

III.1.1. Restauration de la résistivité électrique

L'érouissage introduit des défauts ponctuels et des dislocations ; Parallèlement, au cours du phénomène de restauration, on observe une diminution de la résistivité électrique (*Figure III.4*) qui est presque entièrement restaurée. L'évolution des propriétés mécaniques peut être suivie par mesure de dureté ou de façon plus précise, par mesure de la limite d'élasticité. Cette évolution dépend plus directement des défauts linéaires, c'est-à-dire des dislocations. [2].

En gros, quand la température s'élève, on observe la diminution de la résistivité en plusieurs stades attribuables à la migration et à l'élimination des lacunes, et pour le stade des plus hautes températures, à la réduction de la densité des dislocations au cours de la recristallisation [14].

III.1.2. Libération de l'énergie emmagasinée

Les expériences calorimétriques apportent des précieuses informations sur la restauration. Ces expériences sont assez délicates à réaliser du fait des très faibles quantités d'énergie mises en jeu ; des calorimètres différentielles à haute sensibilité en condition isotherme ou isochrone.

On observe en général, sur tout, un large domaine de température une libération d'énergie à un taux à peu près indépendant de la température. A ce fond, se superposent des pics, qui correspondent à des quantités d'énergie plus importantes libérées dans des domaines de température étroits (voir *Figure III.1*).

Le pic de libération d'énergie à la température la plus élevée correspond évidemment à la recristallisation. Un pic à plus basse température peut correspondre à l'élimination des lacunes, si celles-ci sont relativement peu mobiles voir **Figure III.1**.

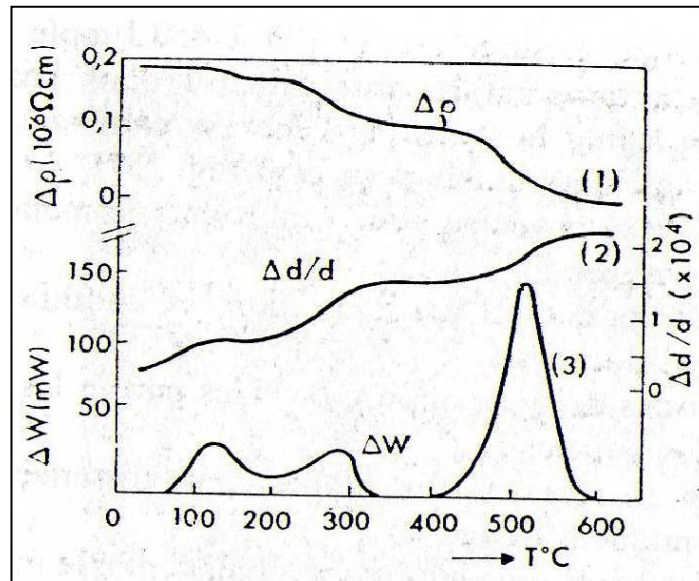


Figure III.1. Évolution des paramètres : (1) résistivité électrique ; (2) la densité (3) et l'énergie dégagée ΔW lors de restauration et recristallisation d'un nickel déformé à 70% par compression [14].

Le fond continu de la courbe correspond dans l'ensemble à la restauration de la structure, par suite de la diminution de la densité des dislocations et de leurs réarrangements en configurations plus stables. Cette contribution est d'autant plus importante que la montée des dislocations est facile, c'est-à-dire que l'énergie des défauts d'empilement γ_s , est forte. Au contraire la majeure partie de la chaleur dégagée est concentrée dans le pic de recristallisation (**Figure III.2**), cas du cuivre. Nous voyons là un exemple de la «compétition» entre restauration et recristallisation, qui est ici essentiellement liée à la valeur de l'énergie de défaut d'empilement [14].

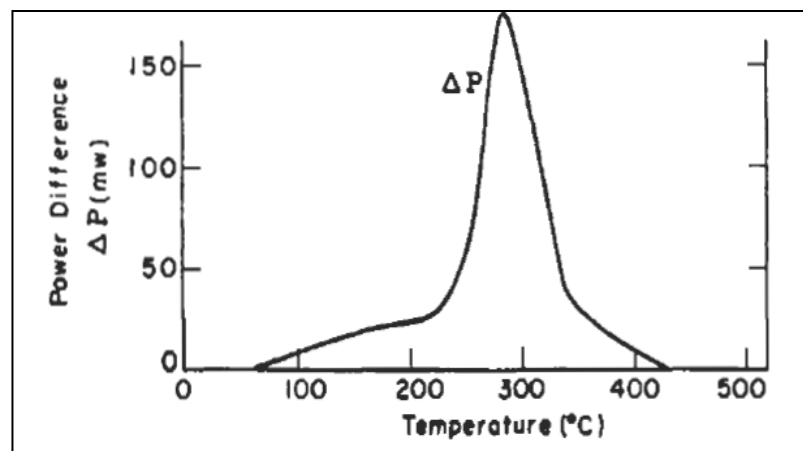


Figure III.2. Évolution de l'énergie dégagée lors de restauration et recristallisation du cuivre (Clarebrough et al 1955) [16].

III.1.3. Restauration des propriétés mécaniques

Celle-ci est très souvent mesure de la dureté. Malheureusement cette caractéristique est assez complexe et il vaut mieux étudier séparément l'évolution de la limite d'élasticité et du taux d'écroutissage. Les propriétés mécaniques sont peu sensibles aux défauts ponctuels car seuls les amas des lacunes provoquent un durcissement ; aussi leur évolution dépend-elle essentiellement du comportement des dislocations. Autrement dit, la restauration des propriétés mécaniques ne se produise habituellement qu'à des températures relativement élevées. Ainsi, en général, l'évolution des propriétés mécaniques n'est pas très importante au cours de la restauration [14].

Là encore, il faut distinguer essentiellement deux catégories des métaux [14] :

- Les métaux à faible ou moyenne énergie de défaut γ_s : les dislocations ne montent pas facilement, les propriétés mécaniques n'évoluent qu'au cours de la recristallisation. C'est le cas des nombreux alliages, des métaux tels que le cuivre et même le nickel ;
- Les métaux à forte γ_s , où un réarrangement important des dislocations est relativement facile : une restauration notable des propriétés mécaniques se produisent avant la recristallisation.

La cinétique de la restauration est très caractéristique, et bien différente de celle de la recristallisation, la vitesse de restauration est une fonction croissante de la température de recuit, mais fonction continûment décroissante du temps de recuit (*Figure III.3*), sans présenter de période d'incubation.

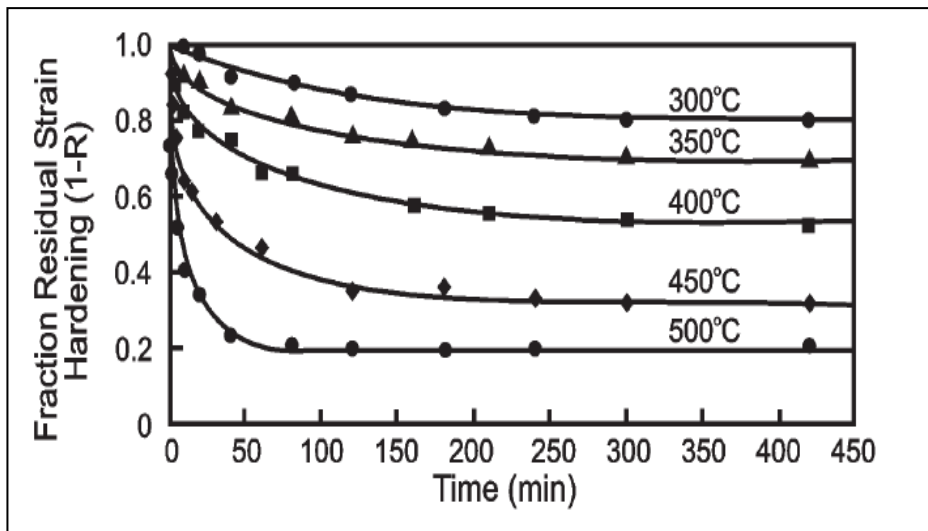


Figure III.3. Cinétique de restauration du fer [17].

III.1.4. Restauration de la structure

La variation de la structure au cours de la restauration peut être suivie par microscopie optique, par microscopie électronique de lames minces et par diffraction des rayons X. Cette variation de la structure n'est observée que dans un certain nombre des métaux où se produise une restauration des propriétés mécaniques avant la recristallisation c'est-à-dire dans les métaux à forte énergie de défaut d'empilement.

III.2. Recristallisation

La recristallisation est caractérisée par le développement des nouveaux grains au dépend d'une matrice se trouve dans un état structural moins parfait. Les conditions de chauffage et de maintien en température sont déterminées en fonction de la composition de l'alliage et du taux d'écroutissage. Les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation tout en diminuant la mobilité des nouveaux joints des grains.

Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de R_m et R_e et d'une augmentation de l'allongement $A\%$ comme le montre la **Figure III.4**. La recristallisation est précédée par la formation des nouveaux grains par germination et croissance dans un métal écroui.

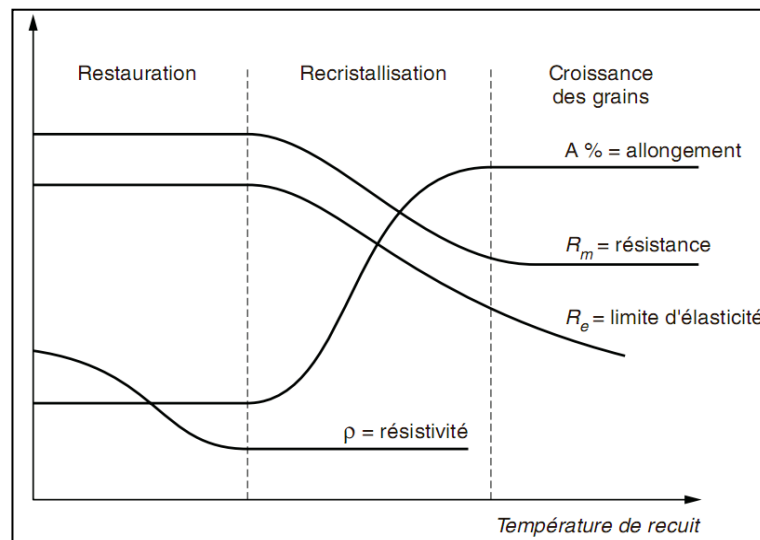


Figure III.4. Évolution des produits des alliages métalliques lors de la restauration et de la recristallisation [2].

III.2.1. Cinétique de recristallisation

Pour étudier la vitesse de recristallisation d'un métal écroui à une température donnée, on mesure la fraction recristallisée à chaque instant. Ces mesures sont obtenues par une étude métallographique statistique et on obtient une courbe sigmoïde marquée d'une période d'incubation (**Figure III.5**). Le temps d'incubation correspond à un période où la fraction recristallisée n'est pas décelable et durant laquelle il y a formation des germes. Quand la recristallisation est très avancée, certains grains entrent en contact et la vitesse de recristallisation ralentit. [15]

Dans le cas des transformations à l'état solide dont le comportement cinétique est illustré à la **Figure III.5**, la fraction de la transformation V est en fonction de temps t selon l'équation d'Avrami suivante :

$$V = 1 - e^{-(Bt^n)} \quad [14]$$

Où $n \sim 1$ à 4 ; B constante dépend de la température.

Par convention, la vitesse d'une transformation, v , est égale à l'inverse du temps nécessaire pour que la transformation atteigne son point de mi-parcours, $t_{0.5}$, soit :

$$v = 1/t_{0.5} \quad [12]$$

Le variable $t_{0.5}$ est également indiquée à la **Figure III.5**

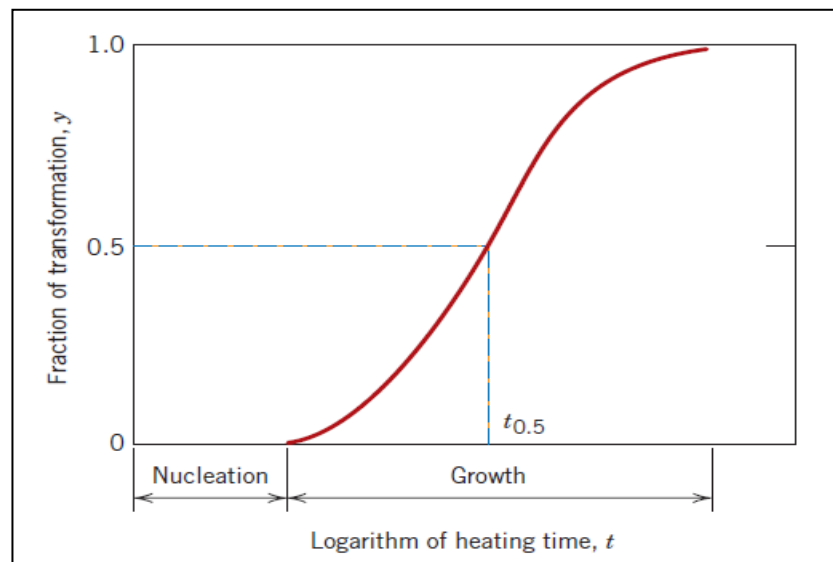


Figure III.5. Courbe de la fraction du matériau transformé par rapport au logarithme du temps, qui caractérise de nombreuses transformations à l'état solide [10].

On sait qu'il est possible de contrôler la température à laquelle est effectué un traitement thermique. La valeur exacte de cette température a une incidence très marquée sur la cinétique et, par conséquent, sur la vitesse d'une transformation. C'est précisément ce que révèlent les courbes en S de la **Figure III.6**, qui représente la recristallisation du cuivre en fonction de \log de t , à différentes températures [12].

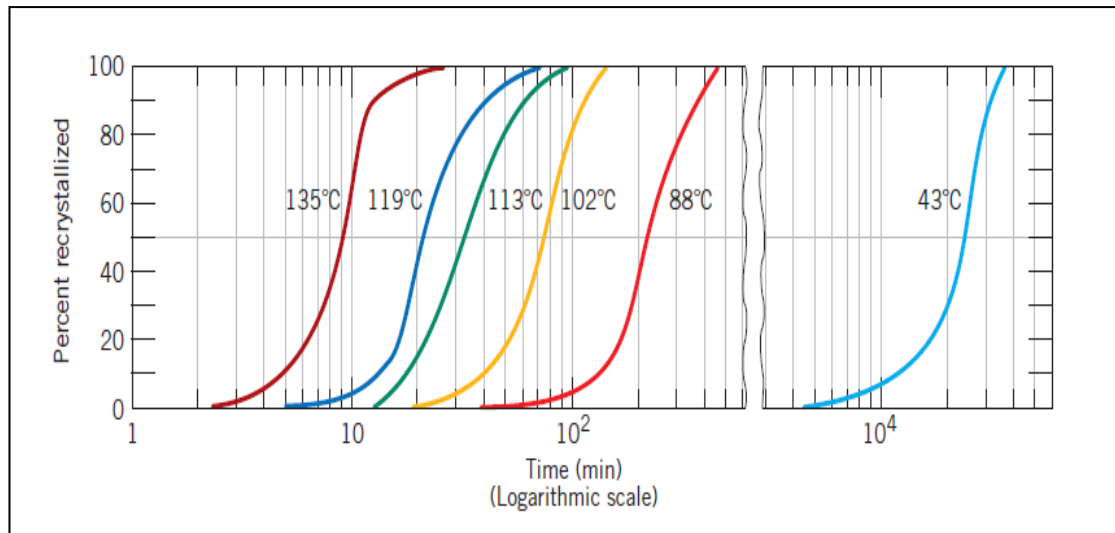


Figure III.6. Pourcentage de recristallisation du cuivre pur en fonction du temps pour différentes températures [10].

Pour la plupart des réactions et selon les écarts des températures précis, la vitesse augmente avec la température conformément à l'équation suivante [12]:

$$v = A \cdot e^{-Q/RT}$$

- Où R = constante des gaz parfaits ;
- T = température absolue ;
- A = constante indépendante de la température ;
- Q = énergie d'activation pour la réaction en question.

On dit parfois des processus dont la vitesse est ainsi liée à la température, qu'ils sont activés thermiquement [12].

III.2.2. Mécanismes de la recristallisation

On décompose habituellement la recristallisation en deux stades :

- Germination et croissance
- Coalescence

III.2.2.1. Recristallisation primaire (Germination et croissance)

La recristallisation primaire résulte de la formation et de la croissance des germes en des nouveaux cristaux aux dépens d'une matrice qui dans un état structural moins parfait. Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice où ils sont nés ; ils croissent progressivement aux dépens des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres, à ce stade, la recristallisation primaire proprement dite est achevée et on entre dans le stade appelé croissance des grains (**Figure III.7**) [18].

La croissance de nouveaux grains est conditionnée par l'énergie de distorsion emmagasinée, c'est-à-dire pour diminuer l'énergie interraciale totale, il peut y avoir un grossissement du grain de recristallisation primaire par migration des joints des grains, les gros grains absorbent en général les petits [18].

Tableau1. Les données de la Figure III.7

a)	structure de grains après écrouissage (33%);
b)	Étape initiale de la recristallisation après un chauffage durant 3 secondes à 580 °C;
c)	Remplacement partielle de grains écrouis par des grains recristallisés (4 seconde à 580 °C);
d)	recristallisation complète (8 seconde à 580 °C) ;
e)	croissance des grains après 15 minutes à 580 °C ;
f)	croissance des grains après 10 minutes à 700 °C.

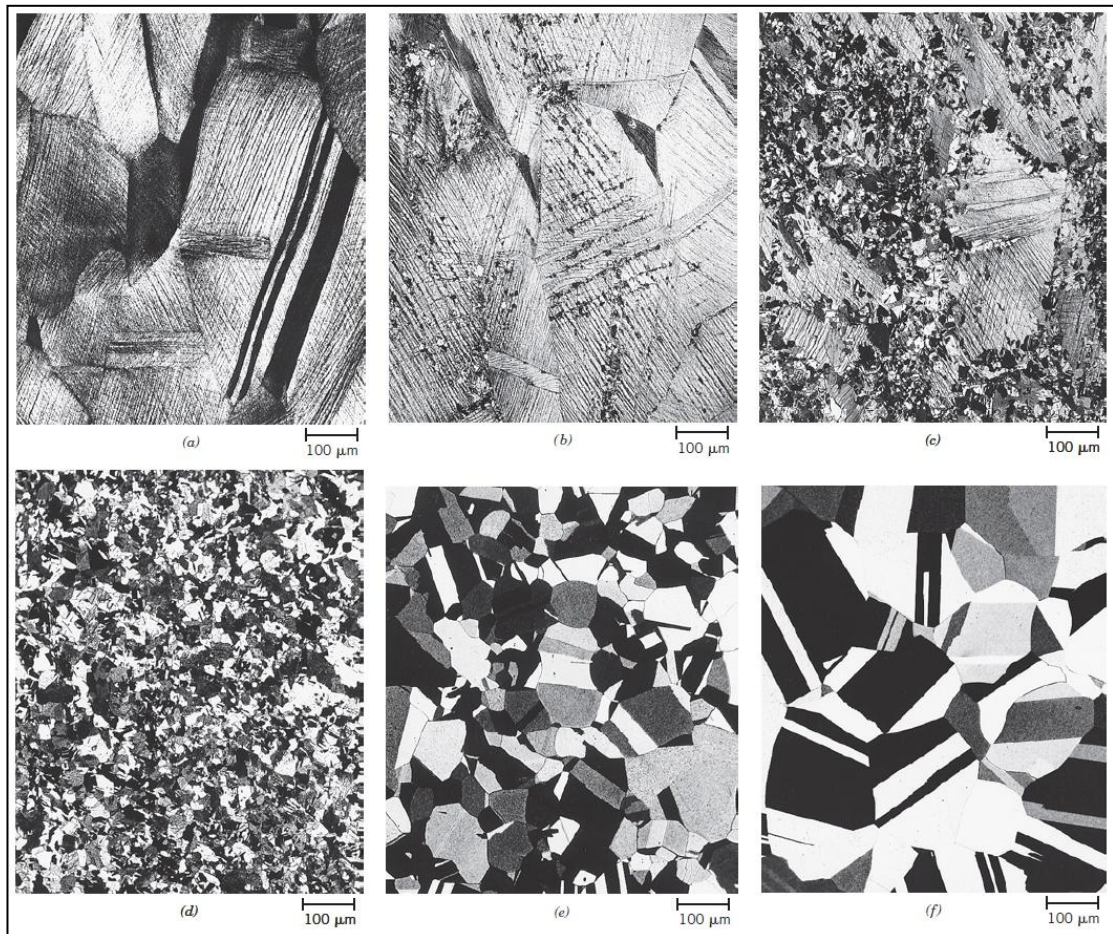


Figure III.7. Micrographies montrant quelques étapes de la recristallisation et de la croissance des grains de laiton [10].

Par ailleurs, la **Figure III.8**, qui contient un graphique représente la résistance à la traction et la ductilité (à la température ambiante) d'un laiton en fonction de la température de recuit dans le cas d'un traitement thermique d'une durée d'une heure, montre bien le rôle que joue la température. Elle donne un aperçu de la structure des grains à différentes étapes du processus [12].

La force motrice de recristallisation primaire n'existe plus, cependant le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme des joints des grains, la force motrice est alors l'énergie interrassiale des joints [18].

La croissance des grains se fait dans la direction où la désorientation est plus faible.

Pour qu'un germe consume la structure qui l'entoure, il doit avoir une dimension suffisante et une certaine différence d'orientation par rapport au voisinage.

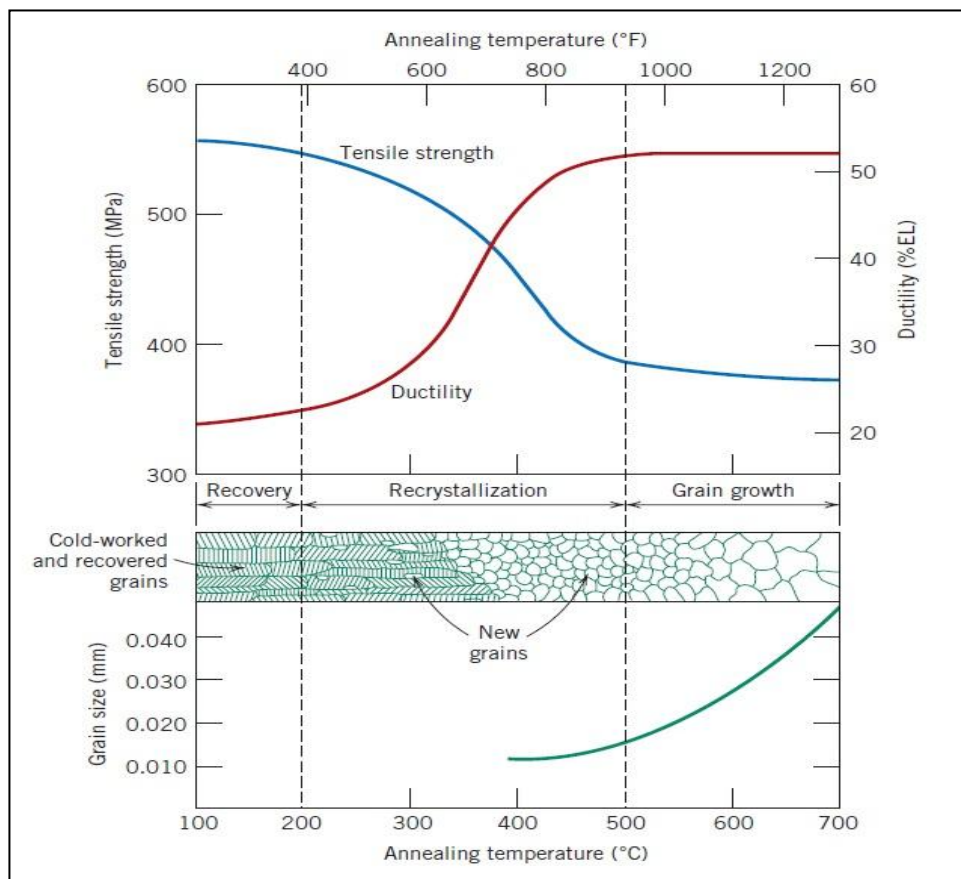


Figure III.8. Incidence de la température du recuit sur la résistance à la traction et la ductilité d'un laiton. La taille des grains est indiquée en fonction de la température de recuit. La structure des grains durant la restauration, la recristallisation et les étapes de croissance des grains est représentée schématiquement [10].

Dans les métaux CFC de faible énergie des défauts d'empilement (cuivre et ses alliages, aciers inoxydables austénitiques), il apparaît des nombreuses macles, dites macles de recuit. Sur une coupe métallurgique, elles apparaissent sous la forme de lamelles, qui peuvent traverser tout le grain (*Figure III.9*) et elles sont limitées par des joints cohérents qui coïncident avec le plan des macles. Leur origine s'explique par la faible mobilité des joints des macles [18].

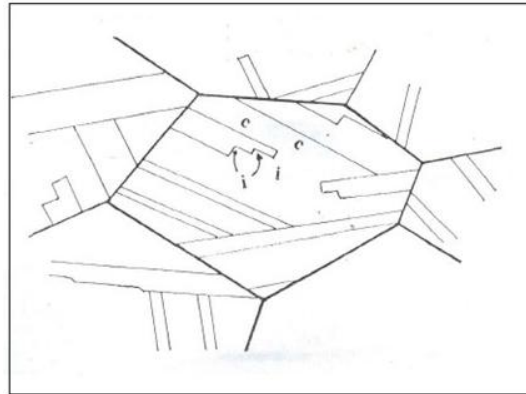


Figure III.9. Macles de recuit (c) interfaces cohérentes et (i) incohérentes [18].

III.2.2.2. Recristallisation secondaire (croissance anormale)

Lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cette dernière est suivie d'un remaniement de la structure, au cours duquel, certains grains grossissent aux dépens d'autres, qui disparaissent (*Figure III.10*) simplement certains grains de petite taille, issus de la recristallisation primaire sont caractérisés par une certaine orientation cristallographique, se mettent soudainement à croître, d'où le nom souvent utilisé de recristallisation secondaire [6].

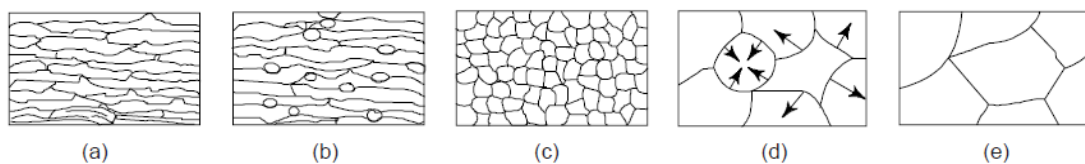


Figure III.10. Evolution des grains lors de la recristallisation secondaire (d) et (e) [19].

Le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme des joints des grains, et la force motrice est alors l'énergie interraciale des joints.

Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée des deux familles des grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, alors les joints des grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (*Figure III.11*) [7]. Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est en fonction de plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées, conduisent à la modification

de la cinétique de grossissement du grain. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène [18].

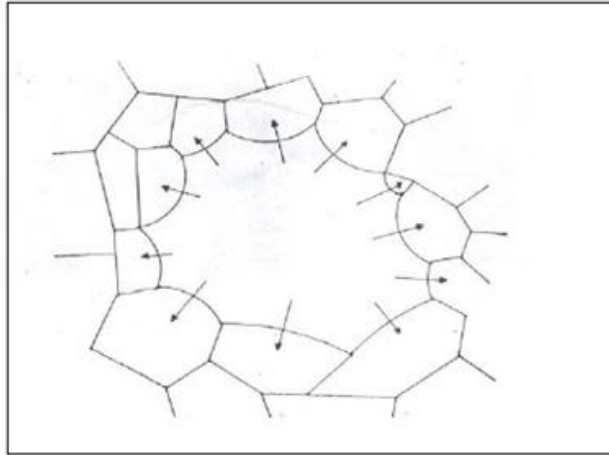


Figure III.11. Croissance anormale du grain [18].

La température du recuit est le facteur le plus important pour un métal, dans des conditions d'écroutissage déterminés, le grain grossit d'autant plus vite que la température est élevée. Le taux d'écroutissage intervient indirectement, en affinant d'abord le grain de recristallisation de manière qu'après grossissement dans des conditions déterminées (température et temps de recuit déterminé), le grain est encore d'autant plus fin que l'écroutissage est plus fort en affinant d'abord le grain de recristallisation de manière qu'après grossissement dans des conditions déterminées (température et temps de recuit déterminé), le grain est encore d'autant plus fin que l'écroutissage est plus fort. La majeure partie du grossissement du grain s'effectue assez rapidement (durant les premières minutes), et le phénomène n'évolue ensuite que très lentement. Les longues durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros.

La taille des grains obtenus après recuit de recristallisation, qui ne peut se produire qu'à partir d'un certain taux critique de déformation (**Figure III.12**), influe beaucoup sur les propriétés des alliages, car une structure à grains fins est plus résiliente qu'une structure à gros grains, qui n'est pas favorable pour des sollicitations mécaniques. Le choix de la température de recristallisation est en fonction du taux d'écroutissage et de la durée de recuit.

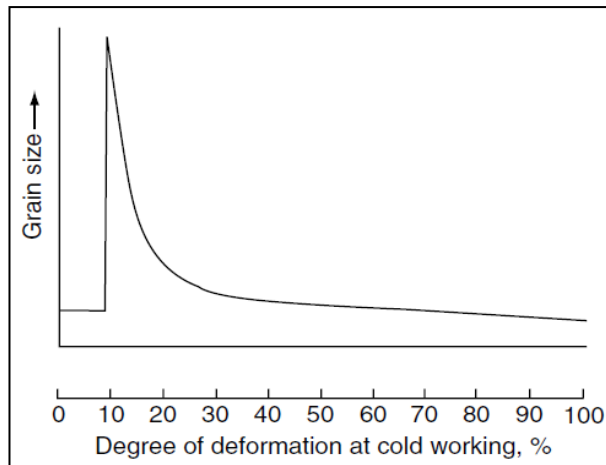


Figure III.12. Écrouissage critique diamètre des grains d en fonction du taux de déformation [20].

Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale. Une morphologie de croissance anormale pour certains grains est néfaste pour un matériau destiné à la mise en forme car elle peut conduire à sa fragilisation. Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'écrouissage. Cependant pour des taux d'écrouissage faibles, il a été observé une germination avec distorsion des joints des grains et pour des taux d'écrouissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux, agissent comme lieu de germination [18].

III.2.3. Les Lois de la recristallisation

Divers informations expérimentales concernant la recristallisation primaire, durant plus de 70 années de recherches, peuvent être résumées par les 6 lois suivantes (BURKE et TURNBULL [1952]) [16] :

1. Une déformation minimale critique est nécessaire pour initier la recristallisation primaire (*Figure III.13*).
2. Plus la déformation initiale est faible plus la température nécessaire pour initier la recristallisation est importante.
3. Plus la durée du recuit est importante plus la température nécessaire pour initier la recristallisation est basse.
4. La taille finale du grain après recristallisation est plus petite, plus le taux de déformation est fort et plus la température du recuit est basse.
5. Plus la taille des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
6. Le taux de déformation requis pour obtenir un durcissement par écrouissage augmente avec la température du recuit, par implication, pour

obtenir un taux de déformation important un travail à haute température est nécessaire qui entraîne des gros grains recristallisés et une température de recristallisation élevée. A ces deux lois autres peuvent être ajoutées :

7. Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens des grains déformés d'orientation voisine. (TIEDEMA et al [1949])
8. La vitesse de recristallisation est lente si la température du recuit diminue ; (GOTTSTEIN et al [1989]).

Une neuvième loi, n'est pas strictement concernée par la recristallisation primaire c'est :

9. Le maintien continu, après que la recristallisation primaire est terminée, provoque un grossissement des grains.

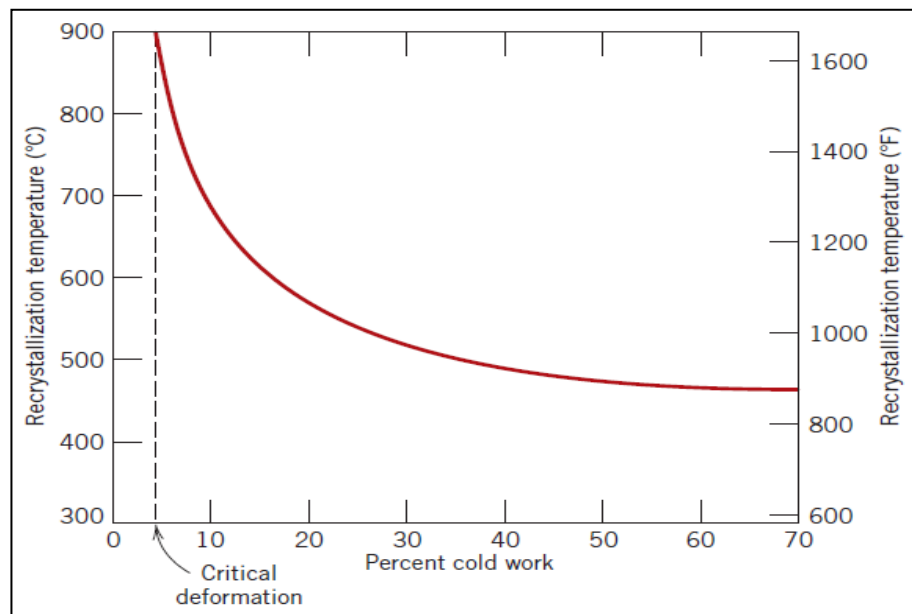


Figure III.13. Écrouissage critique [10].



Chapitre IV.
Dispositifs expérimentale

IV. Caractérisation du matériau

IV.1 Matériau et leur composition chimique

Le matériau étudié dans ce travail est un acier inoxydable austénitique de type 316L, sous forme de tôle d'épaisseur de 4mm et de taille moyenne de grains entre $29\div 31\mu\text{m}$.

L'analyse de composition chimique par :

- fluorescence aux rayons X pour les éléments lourds ;
- Spectrométrie d'analyse en infra-rouge pour le Carbone et le soufre.

Donne les résultats suivants :

Tableau IV.1 : composition chimique du métal de base.

Eléments	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	N	C	P	S
Teneur	16,48	10,22	2,01	1,93	0,46	0,053	0,024	0,031	0,001

IV.2 Préparation des éprouvettes

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes :

- le prélèvement de l'échantillon,
- l'enrobage,
- le polissage,
- l'attaque révélatrice de la microstructure.

Il est tout d'abord nécessaire de souligner l'importance du prélèvement de l'échantillon. En effet, une étude microstructurale n'a de valeur que dans la mesure où l'échantillon représente bien l'ensemble d'où il provient, tant par sa composition chimique que par ses caractéristiques physiques. De plus, il faut considérer deux problèmes liés à ce prélèvement:

- l'emplacement, permettant de montrer au mieux la microstructure du matériau que l'on désire étudier ;
- Le mode de prélèvement, évitant toute modification de la microstructure (par ex. recuit dû à une surchauffe du matériau durant la découpe de l'échantillon).

Par la suite, on effectue un enrobage au moyen de résine ou d'un polymère renforcé, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage.

Le polissage proprement dit a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau

(couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...). Il s'effectue généralement en deux étapes. La première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (typiquement de 150 à 15 μ m). La seconde, appelée polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant une pâte de diamant ou on utilisant l'alumine dont les particules ont un diamètre de 1 à 10 μ m. Pour ces deux stades, l'utilisation d'un lubrifiant est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. Le rinçage de l'échantillon, voir son passage dans un bain à ultrasons, est requis à chaque changement de papier ou de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faible granulométrie.

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, la sous-structure, les précipités, les inclusions, etc. Les méthodes d'attaque peuvent être classées en deux principales catégories:

- l'attaque chimique, provoquant une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains.
- l'attaque électrolytique où une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. Il est également possible d'imposer un potentiel à l'échantillon de façon à attaquer une seule phase du matériau.

Le tableau suivant donne un aperçu de quelques réactifs principaux permettant une attaque Chimique et électrolytique révélatrice de la microstructure de la nuance 316L.

Tableau IV.2: Principaux réactifs utilisés en attaque métallographique pour l'acier 316L.

Réactifs	Composition chimique	Caractéristiques et Révélations
Eau régale	HCl (40%) + HNO ₃ (30%) + H ₂ O (30%)	<ul style="list-style-type: none"> • Chimique • 30 à 45 secondes • Révèle les joints de grains + macles
Acide nitrique	HNO ₃ (10-60%) + H ₂ O	<ul style="list-style-type: none"> • Electrolytique de 1.1 à 1.5 V • 45 à 75 secondes • Révèle juste les joints de grains

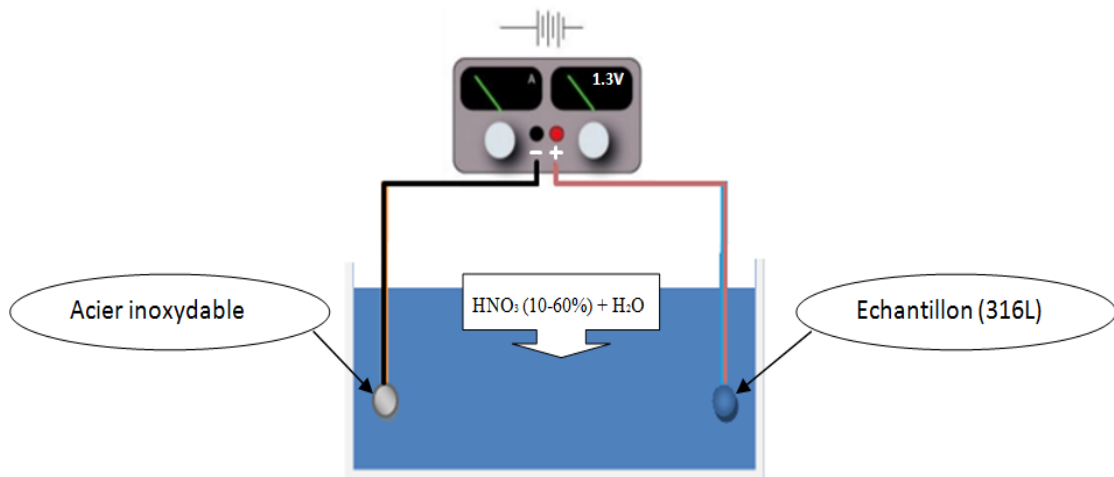


Figure IV.1. schéma représentatif de l'attaque électrolytique réalisée.

IV.3 Structure référentielle

Après les attaques chimique et électrolytique qu'on a faites, on obtient les structures représentées dans la *Figure IV.2*.

Les figures (a) et (b) sont obtenues par une attaque électrolytique et les figures (a') et (b') sont obtenues par une attaque chimique.

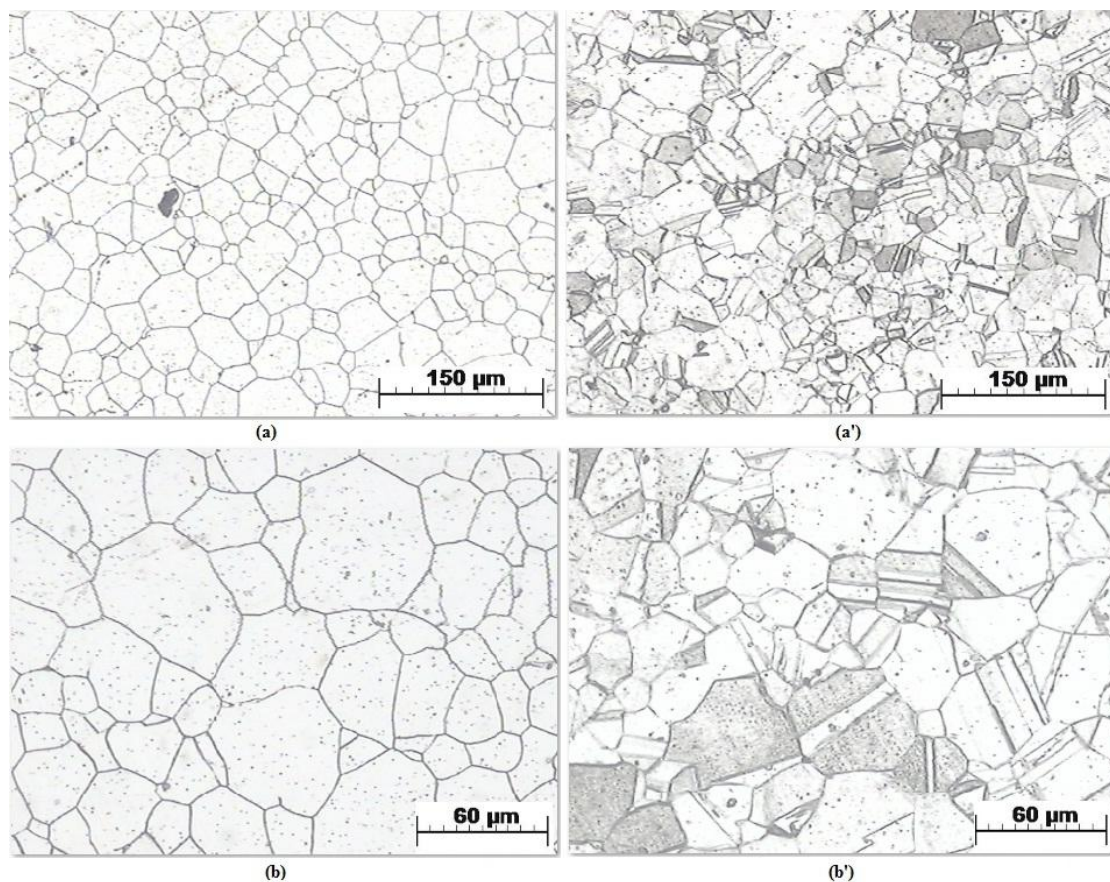


Figure IV.2. Structure de l'échantillon de référence: (a et a') x100 ; (b et b') x 200.

Comme le montre la *Figure IV.2*, la structure de cet acier est complètement austénitique car ne présente pas d'îlots de ferrite résiduelle. La forme générale est de type cellulaire avec des macles caractéristiques de la structure c.f.c de l'austénite.

La mesure de la taille moyenne des grains de cette structure donne une valeur comprise entre 29 et 31 μm .

IV.4 Mode opératoire

IV.4.1 Laminage

Le laminage est un procédé de fabrication par déformation plastique. Cette déformation est obtenue par compression continue au passage d'un métal entre deux cylindres tournant dans des sens opposés appelés laminoir.

Un laminoir est une installation industrielle ayant pour but la réduction d'épaisseur d'un matériau (généralement du métal).

On a utilisé pendant la manipulation un laminoir électrique dont la description montrée par la (*Figure IV.3*).

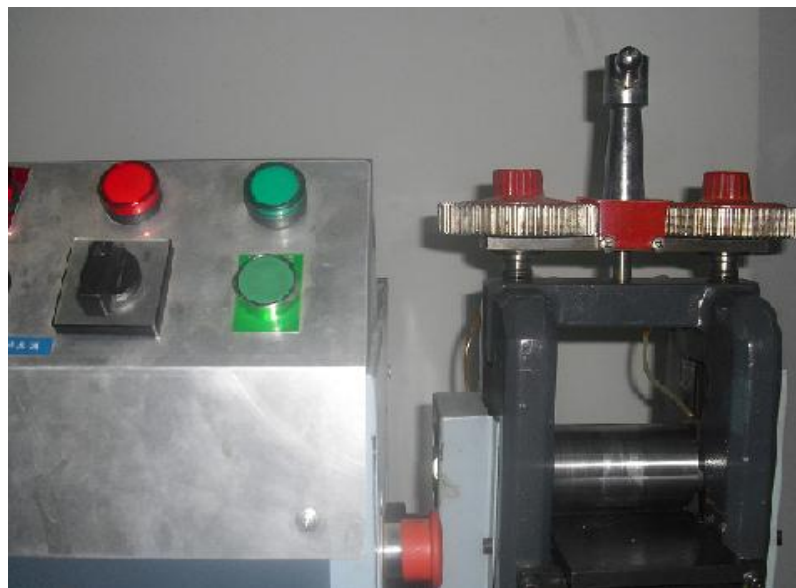


Figure IV.3. Une photo du laminoir électrique.

L'échantillon initial a une épaisseur de 4 mm ainsi que l'écart entre chaque passe est constant et égale 0.4 mm. Les différentes informations concernant les échantillons laminés sont motionnés sur le tableau ci-joint.

Tableau IV.3 : Caractérisation des échantillons laminés.

Echantillon	Nombre de passes	Epaisseur (mm)	Taux de déformation
1	1	3.6	10%
2	2	3.2	20%
3	3	2.8	30%
4	4	2.4	40%
5	5	2	50%
6	6	1.6	60%

IV.4.2 Mesure de la résistivité électrique

Les mesures de la résistivité électrique ont été effectuées à l'UHTSB au niveau laboratoire physique des solides par un dispositif dont le schéma descriptif montré sur la *Figure IV.4*.

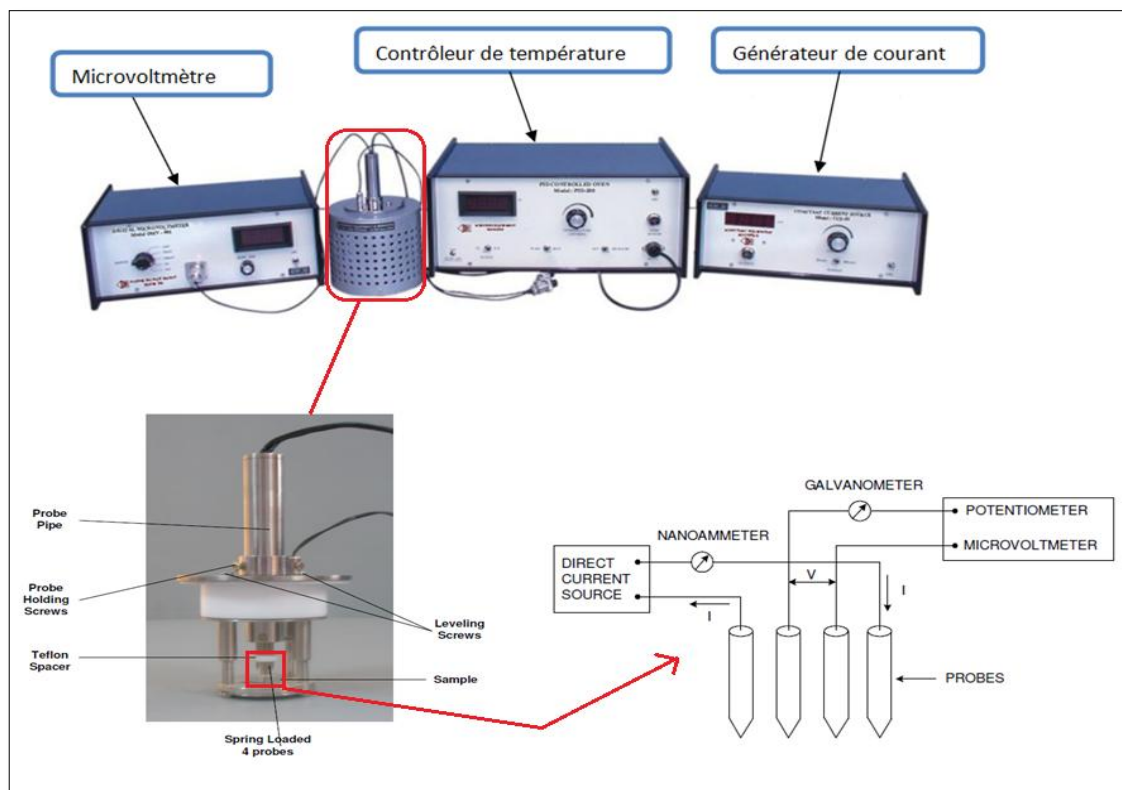


Figure IV.4. Schéma représentatif du dispositif de mesure de la résistivité électrique (Four probe set-up).

Préalablement il faut préparer la surface de l'échantillon, un bon état de surface permet d'obtenir des bons résultats, une fois les échantillons sont préparés ils sont mis au-dessous des 4 probes ensuite on les fixe bien. On génère le courant et on mesure la tension.

La mesure de la résistivité électrique ρ_0 se fait à l'aide de la relation suivante :

$$\rho_0 = \frac{V}{I} \times 2\pi S$$

- V la tension en V ;
- I l'intensité de courant en A ;
- S la distance entre les probes (dans ce cas il est constant) en mm .

Un coefficient de correction appelé G_6 est introduit pour calculer la résistivité électrique ρ comme suit :

$$\rho = \rho_0 / G_6$$

G_6 varie en fonction de l'épaisseur, ces valeurs sont déterminées d'après un tableau selon la valeur du rapport W/S .

Tel que ; W : l'épaisseur de l'échantillon.

Tableau IV.4 : Les valeurs de G_6 selon le rapport W/S .

L'échantillon	W/S	G_6
1 Non déformé	2	0.933
2 ($\varepsilon_1 = 20\%$)	1,6	0,87
3 ($\varepsilon_2 = 40\%$)	1,2	0,7655
4 ($\varepsilon_2 = 60\%$)	0,8	0,5

IV.4.3 Mesure de la microdureté

Les essais de dureté consistent à enfoncer un pénétrateur dans le métal. La charge est constante et on mesure la dimension de l'empreinte qui est d'autant plus grande que le métal est mou. La dureté H s'exprime par le rapport de la force sur la surface de l'empreinte.

$$H = F/S$$

L'essai de dureté Vickers consiste à imprimer dans la pièce à essayer un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle de sommet 136° sous une charge F et à mesurer la diagonale d de l'empreinte laissée sur la surface après l'enlèvement de la charge.

On mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de l'empreinte considérée comme une pyramide droite et on lit cette information à la charge appliquée par la formule qui relie la charge et le diamètre moyen de la diagonale de l'empreinte :

$$HV = \frac{2P \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} \Rightarrow HV = 1854.4 \frac{P}{d^2}$$

IV.4.4 Calcul de la taille moyenne de grains

Deux méthodes d'analyse d'image sont couramment employées pour calculer la taille des grains : la méthode des interceptes et la méthode planimétrique.

La méthode planimétrique repose sur l'individualisation des grains afin d'en calculer les aires. Celles-ci permettent ensuite de calculer la distribution de la taille des grains via leurs diamètres équivalents. Cependant, le processus d'individualisation est difficile, car d'une part les grains présentent rarement des contours complètement fermés et car d'autre part les attaques chimiques mènent à des révélations partielles et instables.

Mais la méthode des interceptes analyse l'ensemble de la population plutôt que les grains individuellement, ce qui permet de pouvoir traiter une image dont plusieurs grains sont jointifs ou mal révélés. De plus, la méthode s'applique directement à l'image originale, ce qui limite les traitements appliqués et par conséquent améliore la qualité du résultat final. En résumé, le principe est de calculer le nombre et la longueur de segments interceptés dans les objets étudiés le long de lignes d'observations lancées dans plusieurs directions (*Figure IV.5*).

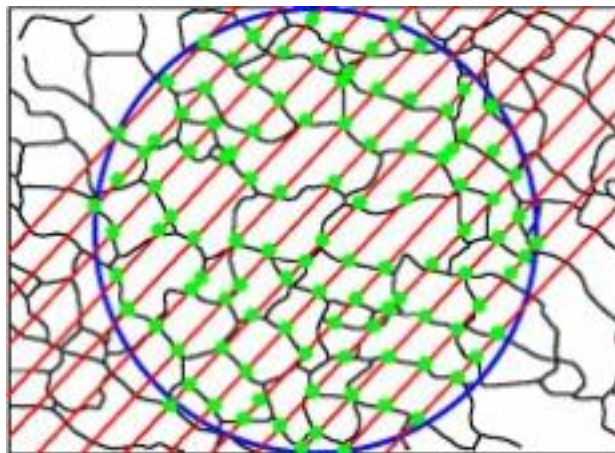


Figure IV.5. Principe de la méthode des interceptes.

➤ Le logiciel utilisé

Le traitement d'images désigne une discipline de l'informatique et des mathématiques appliquées qui étudie les images numériques et leurs transformations, dans le but d'améliorer leur qualité ou d'en extraire de l'information.

Il s'agit d'un sous-ensemble du traitement du signal dédié aux images, tout en opérant dans le domaine numérique (par opposition aux techniques analogiques de traitement du signal, comme la photographie ou la télévision traditionnelles).

Dans le contexte de la vision artificielle, le traitement d'images se place après les étapes d'acquisition et de numérisation, assurant les transformations d'images et la partie

de calcul permettant d'aller vers une interprétation des images traitées. Cette phase d'interprétation est d'ailleurs de plus en plus intégrée dans le traitement d'images, en faisant appel notamment à l'intelligence artificielle pour manipuler des connaissances, principalement sur les informations dont on dispose à propos de ce que représentent les images traitées (connaissance du domaine).

La compréhension du traitement d'images commence par la compréhension de ce qu'est une image. Le mode et les conditions d'acquisition et de numérisation des images traitées conditionnent largement les opérations qu'il faudra réaliser pour extraire de l'information.

Bien qu'il n'y ait pas de substitut à la formation et l'expérience, Visilog.6 a été conçu à la fois pour rendre les choses plus faciles pour les débutants et pour gagner du temps de développement pour les plus expérimentés en matière d'imagerie numérique. Bien que Visilog.6 est un programme sophistiqué utilisant des modèles complexes de visualiser, traiter et analyser des images, l'interface utilisateur se compose de facilité à suivre les menus et les boîtes de dialogue comme le montre la *Figure IV.6.* et ces commentaires dans le *Tableau IV.5.*

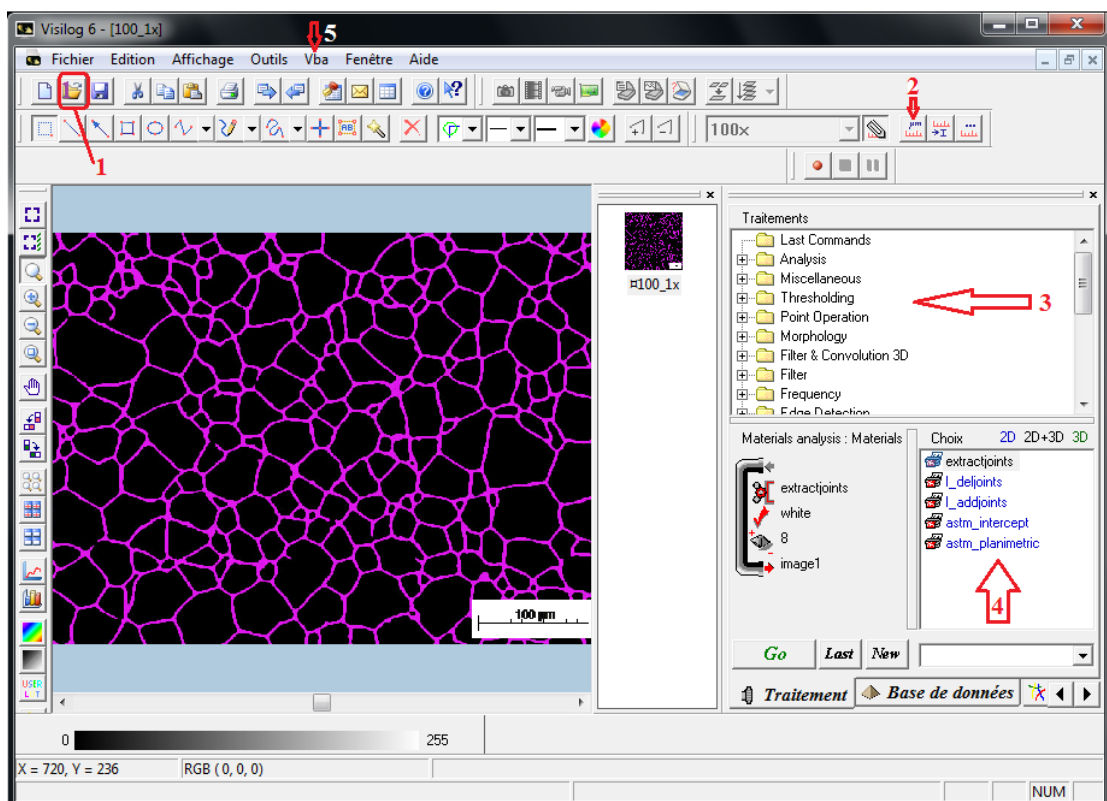


Figure IV.6. L'interface de Visilog et principales fonctionnalités.

Tableau IV.5 : Description des principales fonctions utilisées.

numéro	description
1	Ouverture de l'image
2	calibration
3	Les fonctions intégrées
4	Extraction des joints de grains et calcul de la taille moyenne de grains
5	Editeur VBA de programmation

Pour le calcul de la taille moyenne de grains Visilog offre presque 7 programmes selon la norme ASTM (American society for testing and material) et chaque programmes requis une image de type donné.

A l'aide de ce programme vous pouvez faire vos calculs facilement, car les étapes jusqu'à l'extraction des joints de grains seront faites automatiquement, il ne vous reste que de choisir la méthode de calcul, soit par la méthode des interceptes, soit par la méthode planimétrique.

Il faut mieux traiter l'image avant de l'introduire dans le logiciel, pour faciliter l'extraction des joints de grains comme le montre la figure ff après des traitements faites par Photoshop (un logiciel de traitement d'image).

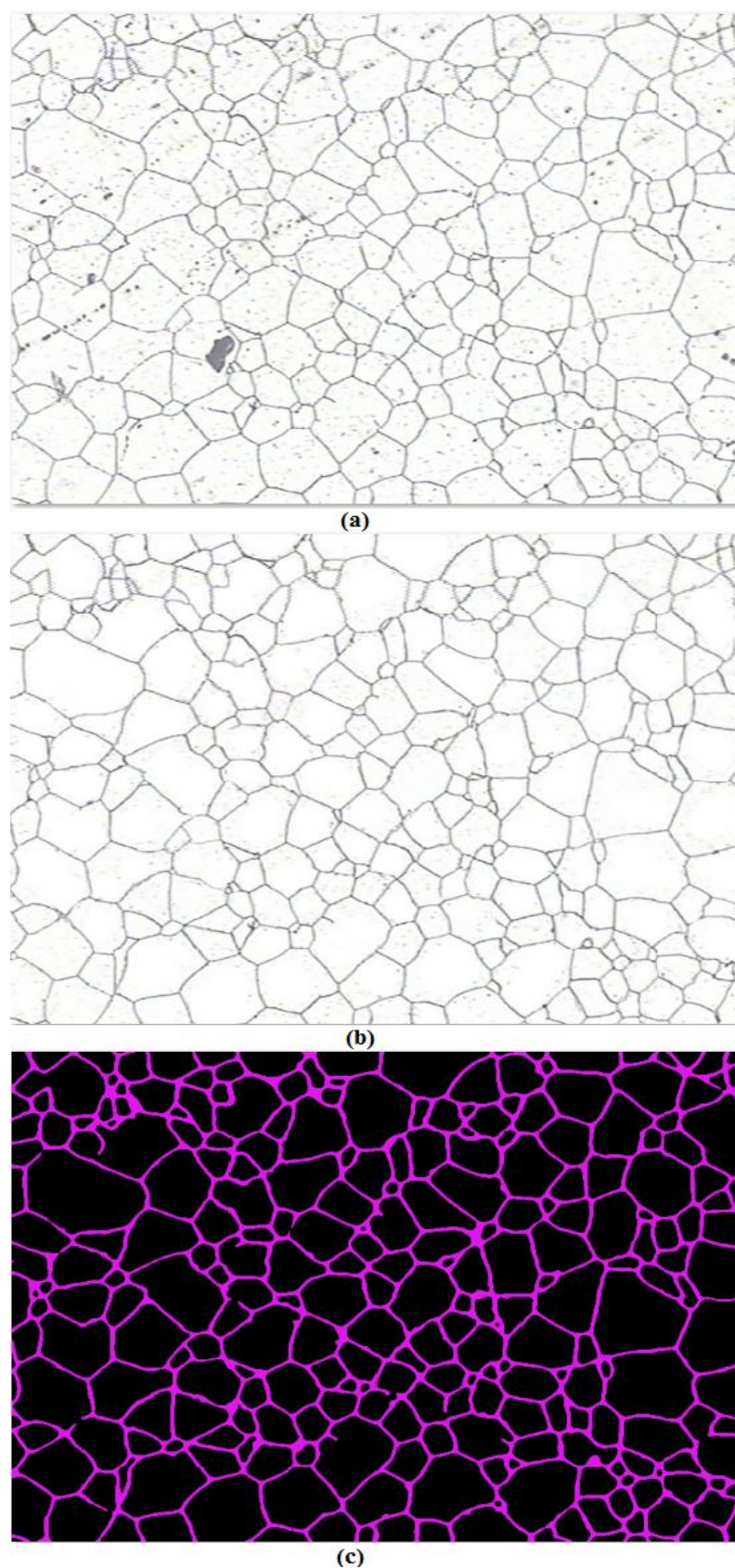


Figure IV.7.les étapes de traitement d'image faite par Photoshop.

Une fois les images sont traitées ils sont introduites dans le logiciel, ensuite on lance la commande d'extraction des joints de grains, on aura la figure suivante :

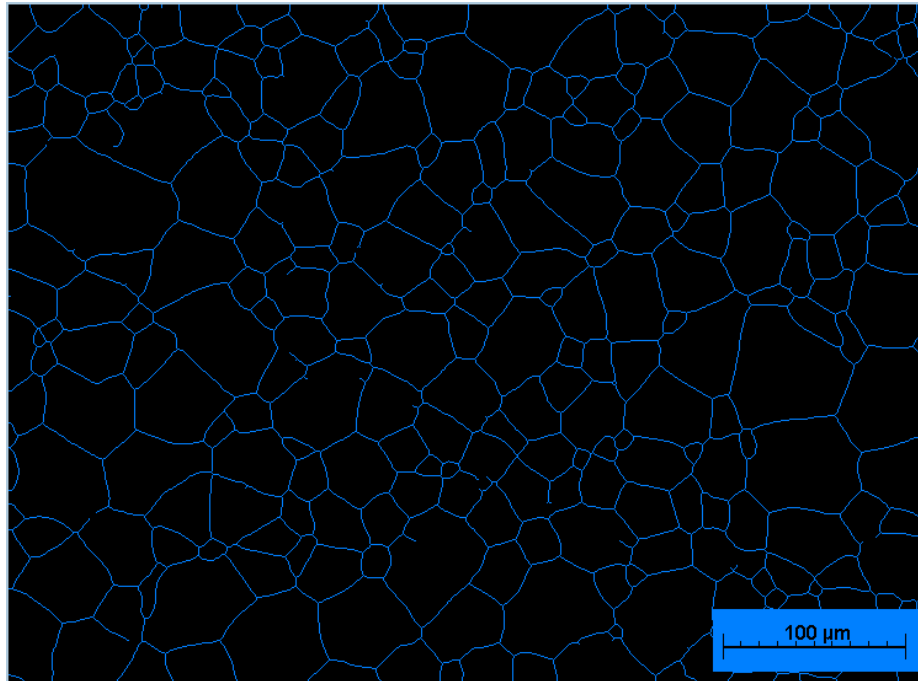


Figure IV.8. Extraction des joints de grain d'après l'image (c).

Une fois les joint de grains sont extraits, il ne reste que de choisir la méthode de calcul, planimétrique ou des interceptes. la méthode planimétrique nous donne (la Figure IV.9)

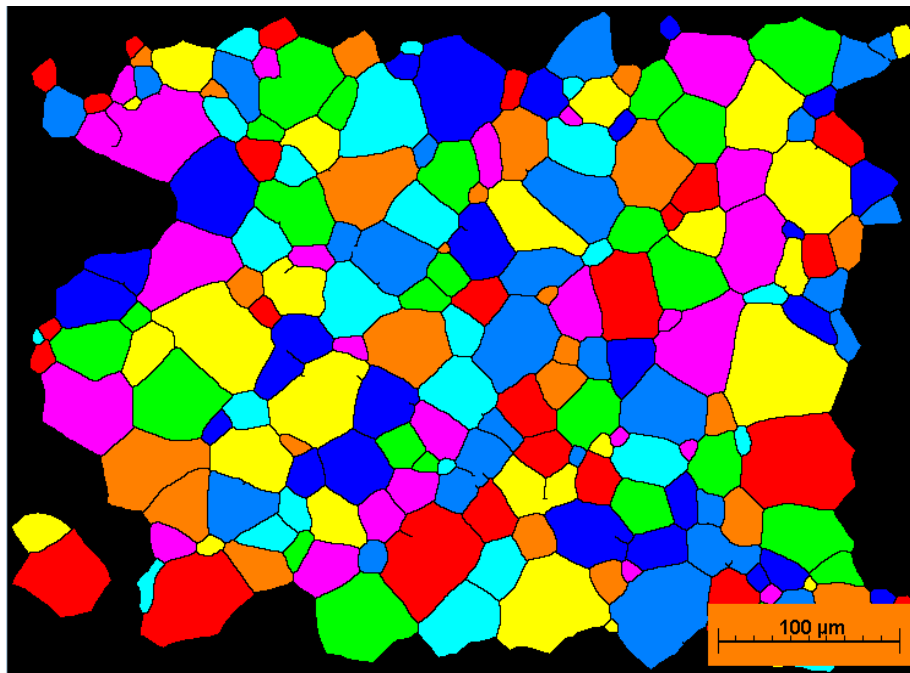


Figure IV.9. Détection des grains par la méthode planimétrique.

L'inconvénient de cette méthode est qu'un joint de grain incomplet ne sera pas tenu en compte, par conséquent les deux grains adjacents seront comptés comme un seul grain.

IV.4.5 Calcul de la fraction recristallisée

Le calcul de la fraction recristallisée se fait par la fonction S (mesure de la surface) montrée par une flèche rouge sur la **Figure IV.10**. Il suffit de cliquer sur la fonction S ensuite entourer le contour désiré, la valeur de la surface sera affiché au-dessous de la fenêtre de dialogue comme le montre la **Figure IV.10**.

Les valeurs des surfaces obtenues seront additionnées puis divisées sur la surface totale de l'image suivant le rapport :

$$\text{la fraction recristallisée } V = \frac{\text{la surface recristallisée}}{\text{la surface totale de l'image}}$$

Remarque : il faut étalonner l'image à chaque fois que l'on introduit avant de faire les calculs.

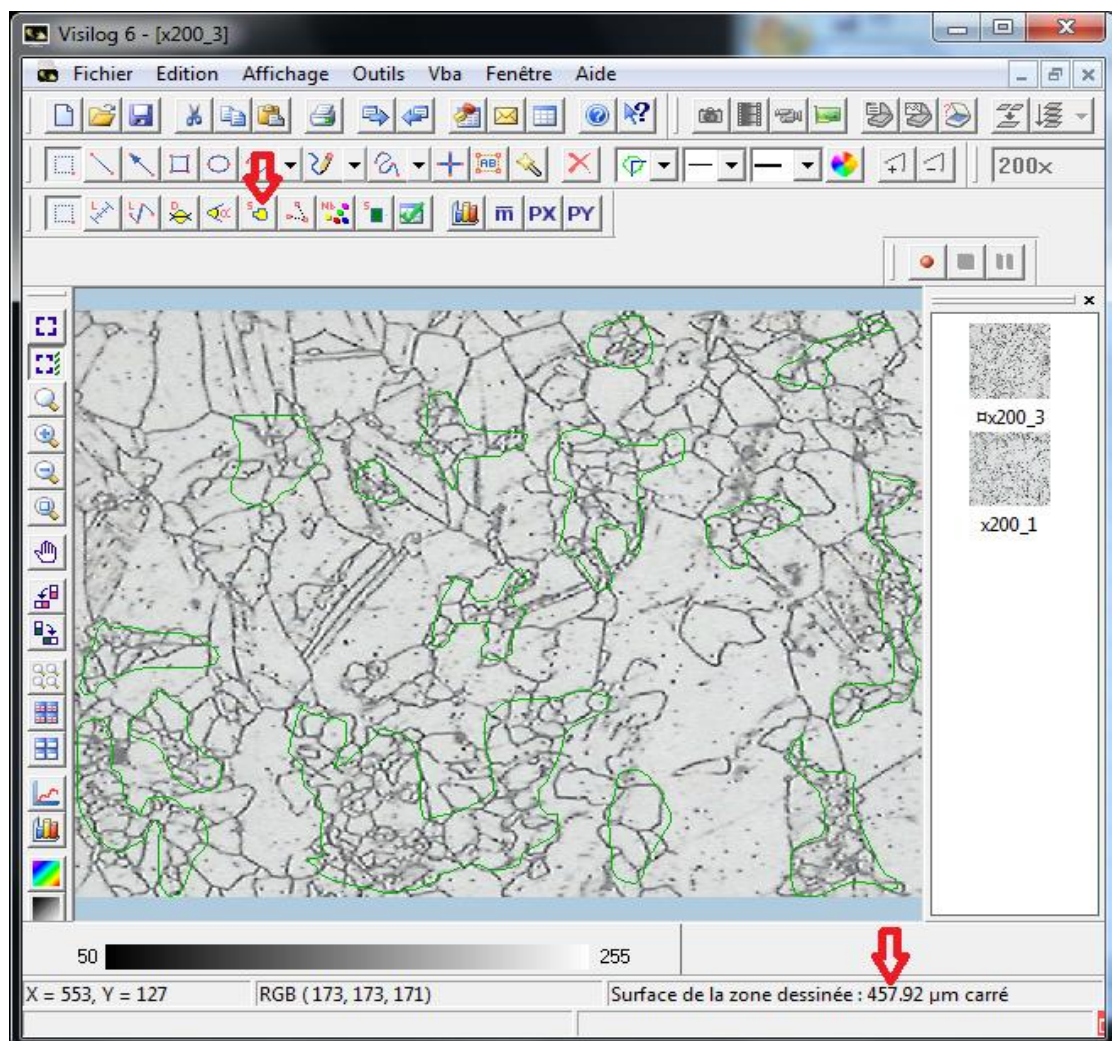


Figure IV.10. Démonstration du calcul de la fraction recristallisée.



Chapitre V.
Résultats et interprétation

V.1 Etude de la déformation

V.1.1 Evolution structurale

Après les différentes passes de laminage des échantillons on obtient les micrographies montrées sur la *Figure V.1*.

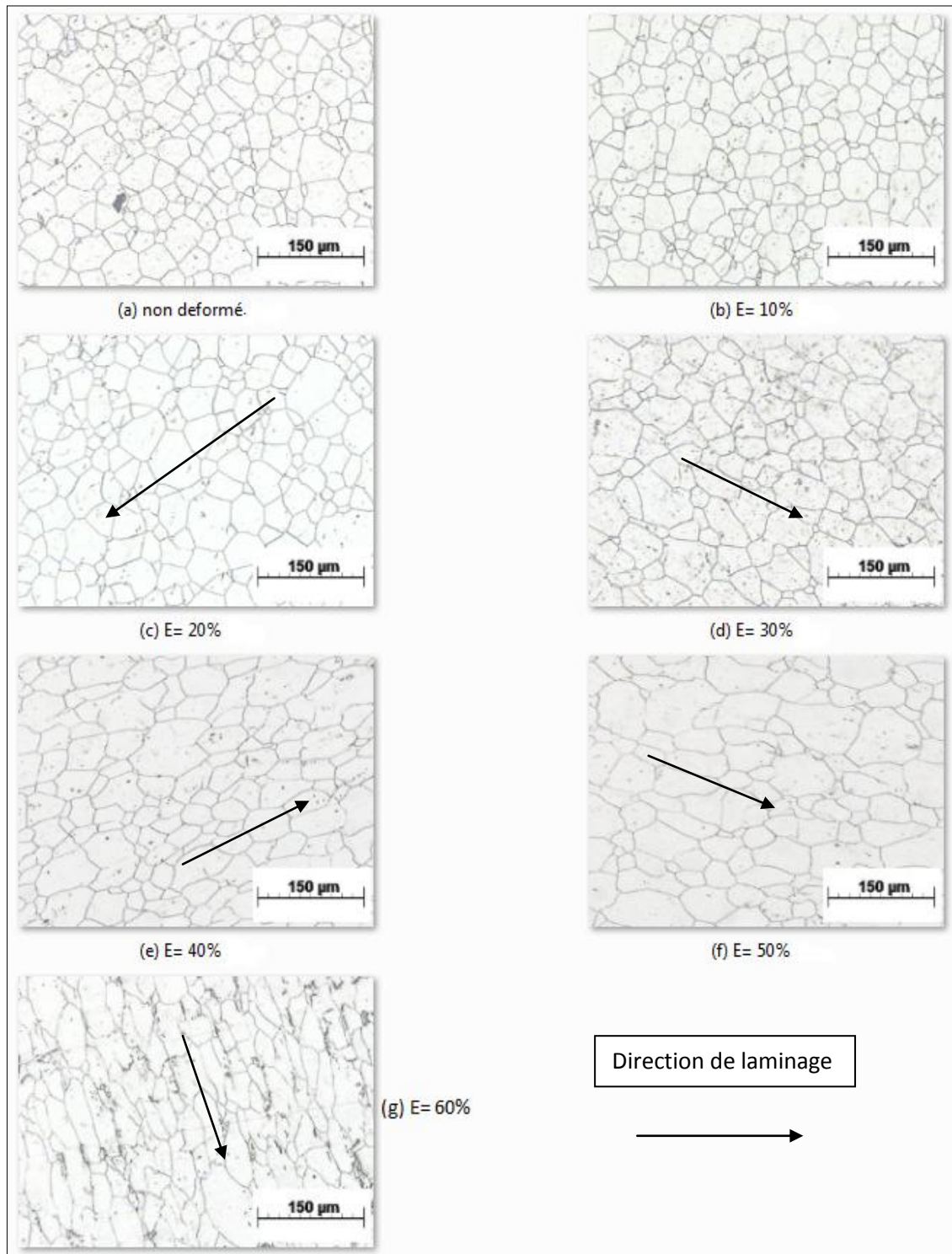


Figure V.1 Élargissement des grains dû à la déformation par laminage.

D'après la *Figure V.1* On voit bien que les grains s'allongent de plus à chaque fois qu'on augmente le taux de déformation ainsi que les grains s'agrandissent.

V.1.2 Evolution de la microdureté en fonction du taux de déformation

La mesure de la microdureté des échantillons en fonction du taux de déformation donne l'évolution suivante :

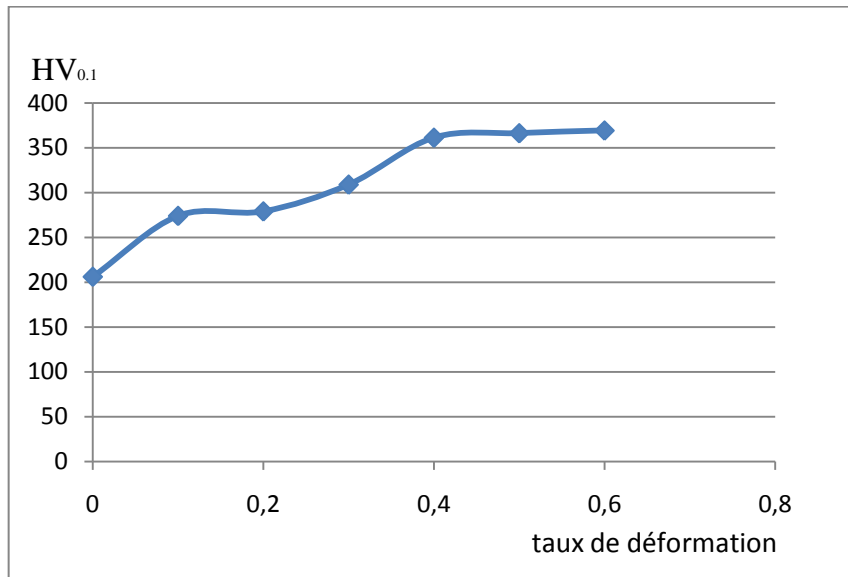


Figure V.2 Variation de la microdureté en fonction de taux de déformation.

Dans la *Figure V.2* on remarque que pour un taux de déformation inférieur à 0,4 %, la microdureté augmente au fur et à mesure que la déformation augmente, ceci s'explique par les effets qui la produisent, tel que une structure déformée est caractérisée par une haute énergie en défaut d'empilement c'est-à-dire des défauts ponctuels (lacunes) et linéaire (dislocation), autrement dit La déformation augmente la densité de dislocation et par conséquent la dureté.

A partir de $\epsilon=0.4\%$ on remarque que la microdureté se stabilise donc la densité de dislocation a atteint une valeur où le matériau ne peut plus se déformer pour une charge de 100g.

V.1.3 Evolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de déformation

Le calcul de la taille moyenne des grains après chaque taux de déformation nous permet de tracer le graphe montré dans la *Figure V.3*.

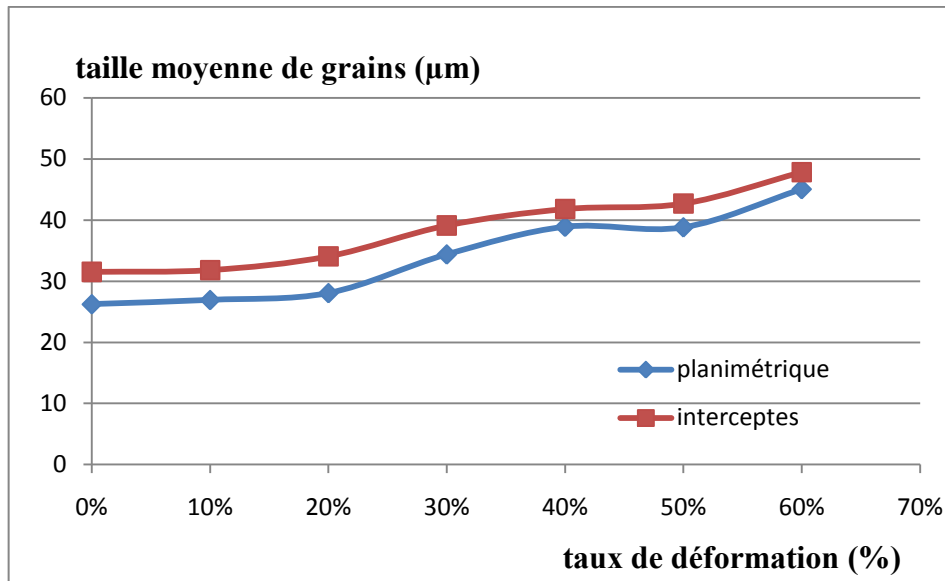


Figure V.3 Évolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de déformation.

La **Figure V.3** montre que la taille moyenne des grains augmente avec le taux de déformation.

Cette variation est due au fait que les grains s’allongent lors de la déformation par laminage.

V.2 Etude de la restauration

On peut étudier la restauration soit, directement par quantification des dislocations en utilisant la microscopie électronique à balayage ou indirectement par la mesure de la résistivité électrique. Pour la première on n’a pas les moyens pour la réaliser. Donc on a utilisé la deuxième méthode, pour cela on a fait des différentes mesures dont les résultats sont mentionnés sur le tableau suivant.

Tableau V.1 Les valeurs de la résistivité électrique avant et après les recuits.

$\rho(\Omega \cdot m)$	ρ	$\rho (400^{\circ}C- 30mn)$	$\rho (500^{\circ}C- 30mn)$	$\rho (600^{\circ}C- 30mn)$
ε				
20%	0.694×10^{-6}	0.691×10^{-6}	0.651×10^{-6}	0.532×10^{-6}
40%	1.11×10^{-6}	0.794×10^{-6}	0.753×10^{-6}	0.732×10^{-6}
60%	1.690×10^{-6}	1.689×10^{-6}	1.633×10^{-6}	1.627×10^{-6}

Pour l’échantillon non déformé $\rho = 0.8885 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$.

L’ensemble de ces résultats sont tracés dans les deux graphes : **Figure V.4** et **Figure V.5**.

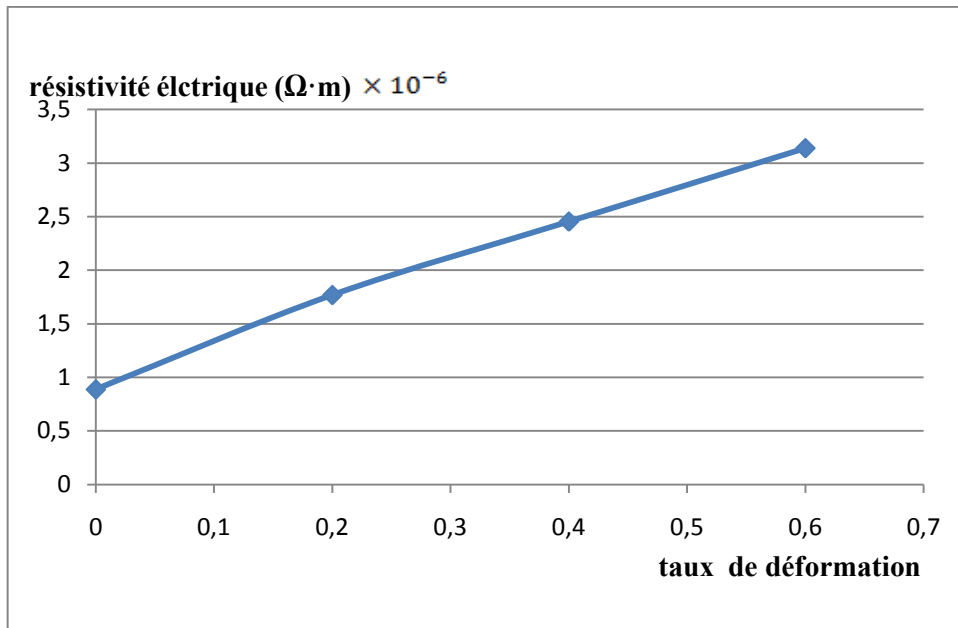


Figure V.4 Variation de la résistivité électrique de l'acier 316L en fonction du taux de déformation.

La représentation de la variation de la résistivité électrique de l'acier inoxydable austénitique 316L en fonction du taux de déformation (**Figure V.4**), montre clairement l'augmentation de la résistivité électrique avec le taux de déformation. Cette augmentation est due au fait que la déformation plastique augmente les défauts ponctuels et linéaires. Ces défauts gênent la mobilité des électrons ce qui diminue la conductivité électrique ou en d'autres termes augmente la résistivité électrique.

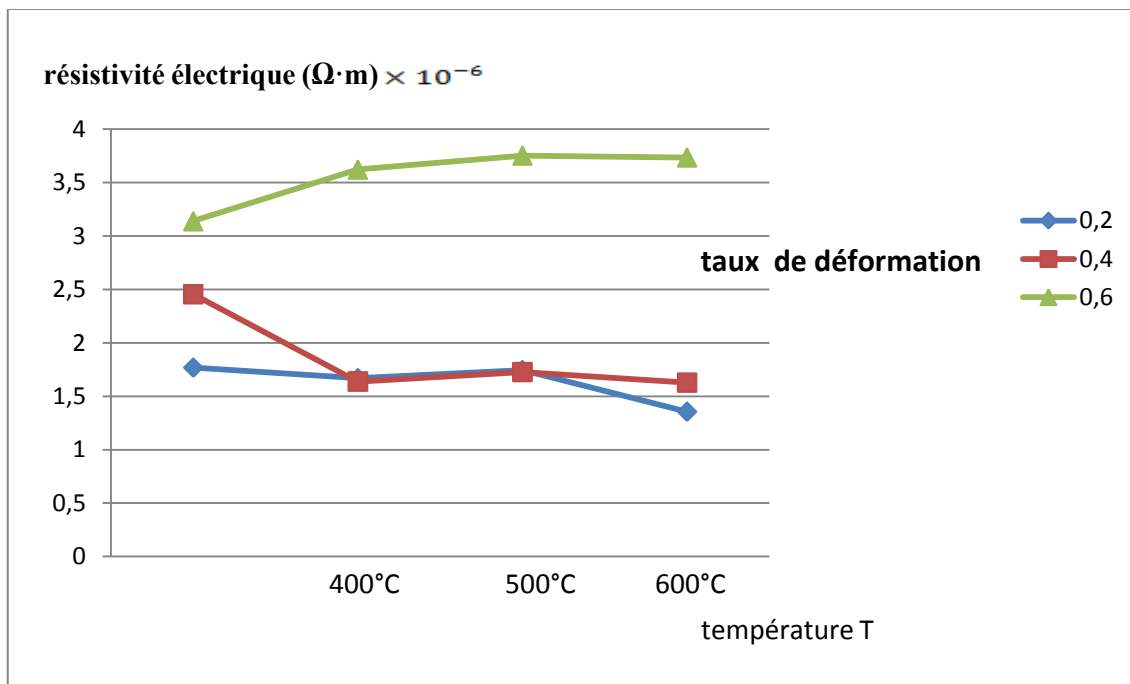


Figure V.5 Variation de la résistivité électrique en fonction des différents recuits avec un temps de maintien de 30 minutes.

La variation de la résistivité électrique de l'acier inoxydable austénitique 316L en fonction de la température de recuit (*Figure V.5*), montre clairement que cette propriété est restaurée dans l'acier inoxydable austénitique. Cette restauration est plus nette pour un taux de déformation inférieure à 0,6 et un temps de maintien de 30 minutes et on constate que pour un taux de déformation de 0,6 la résistivité électrique augmente avec la température, donc. On peut dire que le stade de la recristallisation primaire est atteint dans notre acier pour un taux de déformation égale à 0,6, une température de recuit égale à 400°C et un temps de maintien de 30 minutes.

V.3 Etude de la recristallisation

Après l'analyse métallographique des structures obtenues à des temps bien déterminés, on a calculé les fractions recristallisées motionnées dans le *Tableau V.2*.

Tableau V.2 Les fractions recristallisées en fonction du temps, de la température et du taux de déformation.

Taux de déformation	température	Fraction recristallisé			
40%	800°C	20 minutes	1 heure	3h	
		0.0536	0.1921	0.7868	
	850°C	10 minutes	20 minutes	30 minutes	
		0.0745	0.4260	0.9377	
	900°C	1m 45s	2m 15s	3 minutes	
		0.3825	0.5225	0.8115	
50%	800°C	30 mn	50 mn	1h 30m	
		0.0882	0.4294	0.8636	
	850°C	3 minutes	5 minutes		
		0.3011	0.8077		
	900°C	1 m	1m 30	2m	2m 40s
		0.03625	0.4633	0.7562	0.9706
60%	800°C	10 minutes	20 minutes	30 minutes	
		0.1035	0.2306	0.7596	
	850°C	3mn	5 minutes		
		0.3556	0.9393		
	900°C	60 s	1m 15s	1m 30	
		0.2719	0.6422	0.8051	

On exploitant les résultats du *Tableau V.2* on peut tracer les courbes illustrées dans les *Figure V.6, 7* et *8*.

On voit bien que ces courbes suivent presque la même forme et qu'ils sont semblables aux courbes théoriques tracées par l'équation d'Avrami.

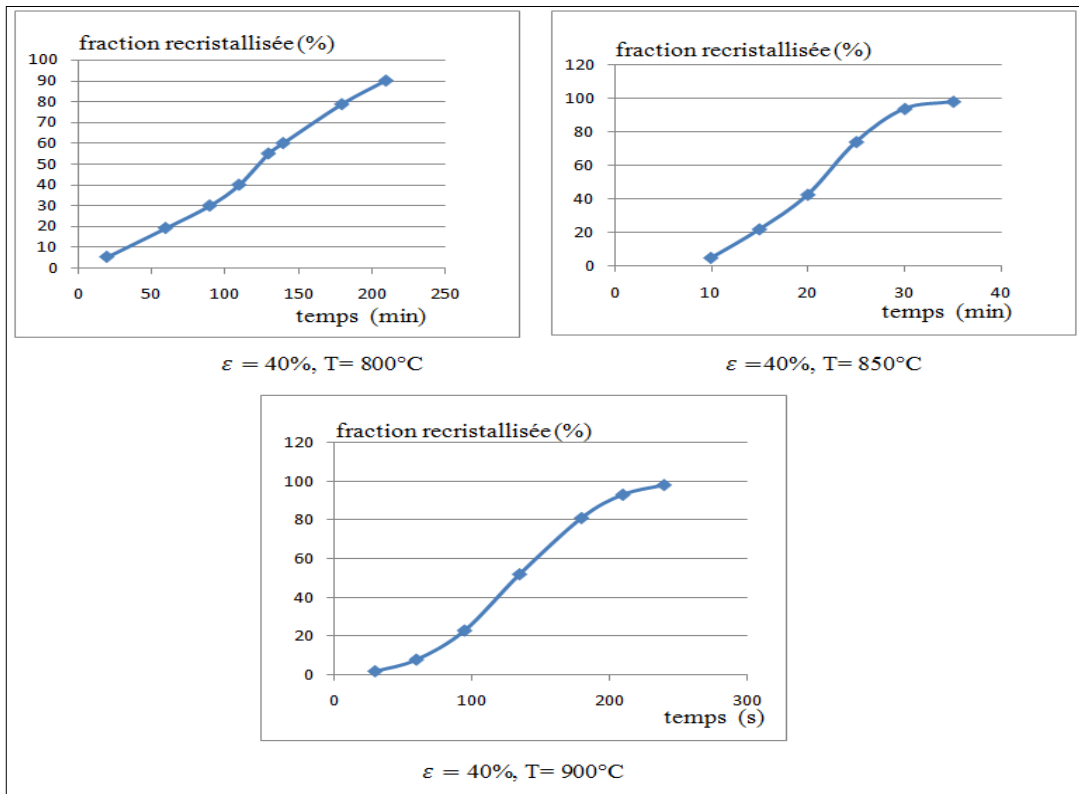


Figure V.6 Évolution de la recrystallisation pour $\epsilon = 40\%$ à des températures 800, 850 et 900°C.

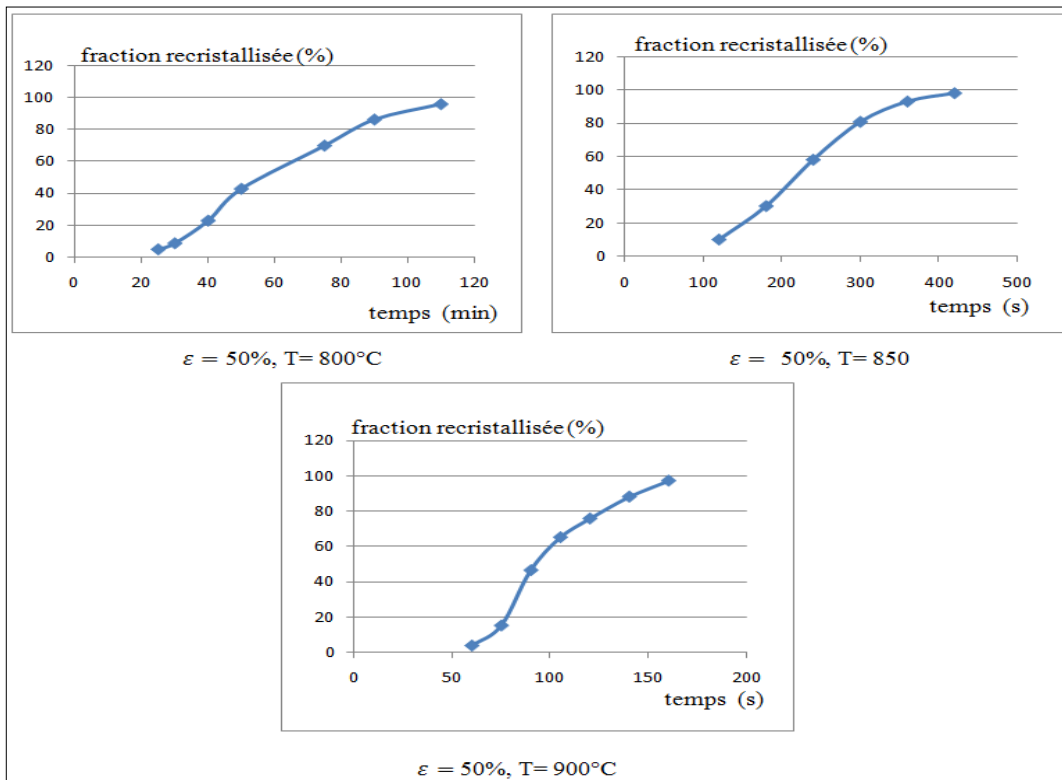


Figure V.7 Évolution de la recrystallisation pour $\epsilon = 50\%$ aux températures 800, 850 et 900°C.

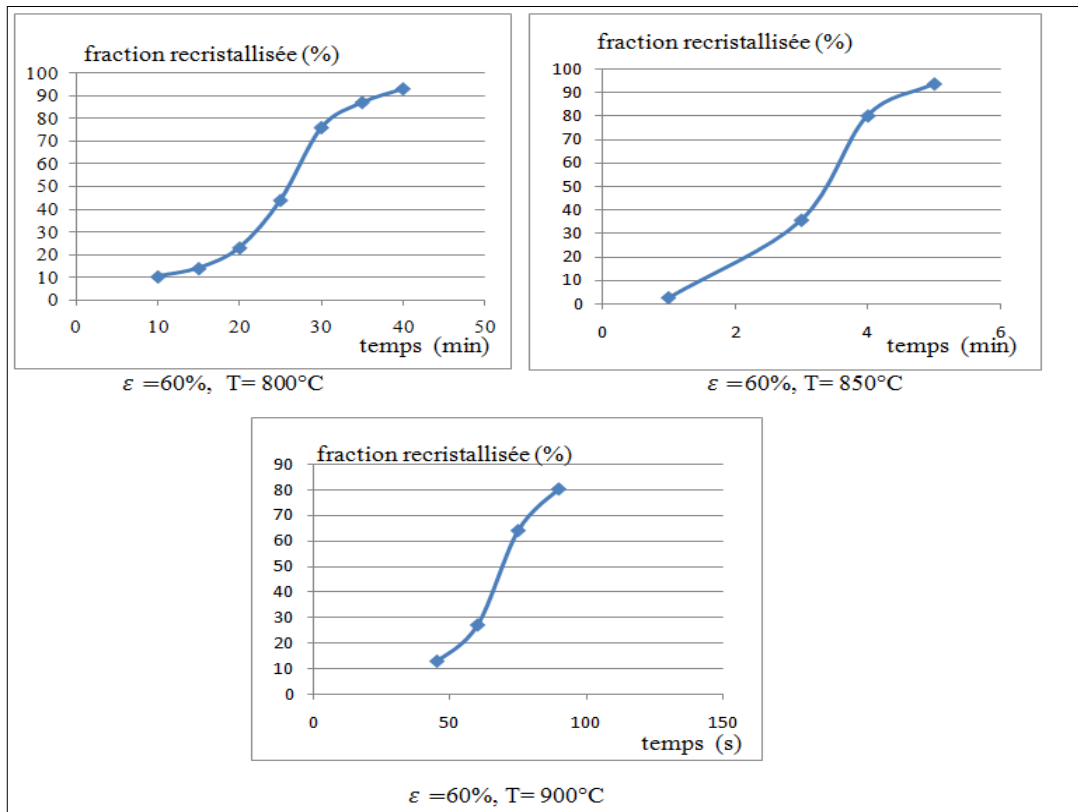


Figure V.8 Évolution de la recristallisation pour $\epsilon = 60\%$ aux températures 800, 850 et 900°C .

A partir de ces courbes on peut déterminer la valeur de $t_{0.5}$ qui correspond à 50% de fraction recristallisée. Donc on peut calculer ensuite la vitesse de recristallisation définie par $v = 1/t_{0.5}$. L'ensemble de ces résultats sont mentionnées sur le **Tableau V.3**.

Tableau V.3 les valeurs de $t_{0.5}$ et de le Vitesse de recristallisation v .

Taux de déformation	Température	$t_{0.5}$ (s)	Vitesse de recristallisation $v \times 10^{-4}$
40%	800°C	7380	1.355
	850°C	1260	7.9365
	900°C	130	76.9231
50%	800°C	3420	2.924
	850°C	230	43.4783
	900°C	92	108.6957
60%	800°C	1560	6.4103
	850°C	205	48.7805
	900°C	70	142.8571

D'après les résultats obtenus dans le tableau ci dessus on a tracé la vitesse de recristallisation en fonction de la déformation à chaque température (**Figure V.9**).

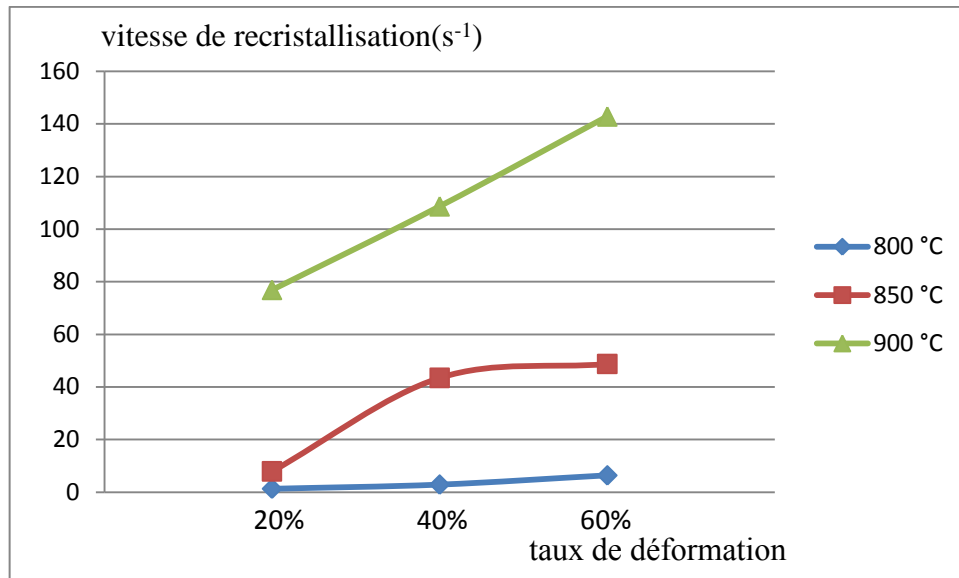


Figure V.9 Variation de la vitesse de recristallisation en fonction de la déformation et de la température.

D'après la (**Figure V.9**) on constate que la vitesse de recristallisation augmente en fonction du taux de déformation et de la température.

L'augmentation de la vitesse de la recristallisation en fonction de la température est due au fait que le mécanisme de la recristallisation est un mécanisme diffusional gouverné par germination et croissance. Comme ces mécanismes sont thermiquement activés donc la vitesse de recristallisation augmente au fur et à mesure que la température augmente.

Par contre L'augmentation du taux de déformation conduit à une structure fortement écrouite, donc l'énergie emmagasinée augmente et par conséquent les sites de germination qui peuvent se créer deviennent plus importants alors, le temps nécessaire pour la recristallisation d'un volume de Cristal donné devient plus court, enfin la vitesse de recristallisation augmente avec le taux de déformation.

V.3.1 Détermination de l'énergie d'activation pour la recristallisation

Une fois les valeurs de $t_{0.5}$ sont déterminées l'énergie d'activation pour la recristallisation peut être calculée on utilisant l'équation de Whittaker :

$$\ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right) = \frac{Q_{rec}}{R} \times \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)$$

Avec :

$t_2 > t_1$ Et $T_1 < T_2$; t : en secondes et T : en kelvin.

Q_{rec} : Énergie d'activation pour la recristallisation en J/mol

R (constante des gaz parfaits) = 8,314 J/ mol·K.

Tableau V.4 calcul de l'énergie d'activation moyenne pour la recristallisation.

t_1 (s)	t_2 (s)	T_1 (°C)	T_2 (°C)	Q_{rec} (J/mol)
7380	1260	800	850	-354195,757
1260	130	850	900	-497534,457
3420	230	800	850	-540876,312
230	92	850	900	-200713,107
1560	205	800	850	-406647,835
205	70	850	900	-235372,01
7380	130	800	900	-422674,13
3420	92	800	900	-378367,354
1560	70	800	900	-324822,831

$Q_{rec\ moy} = -373467,088$

Donc l'énergie d'activation nécessaire pour la recristallisation de l'acier inoxydable 316L est égale à 373.467 KJ/mol.

V3.2 L'effet de la température sur la recristallisation

Après avoir tracé les courbes de la recristallisation illustrée dans les figures V.5, V.6 et V.7. On superpose les courbes d'une même déformation et on utilisant l'échelle logarithmique on aboutit aux courbes montrées dans les figures (*Figure V.10, 11 et 12*)

Les trois figures : (*Figure V.10, 11 et 12*) montrent clairement que plus la température est importante plus la courbe de recristallisation se déplace vers la gauche, c'est-à-dire que la recristallisation se fait rapidement.

Puisque la cinétique de recristallisation est une fonction de la température, autrement dit, thermiquement activée. Donc l'élévation de la température accélère la cinétique de la recristallisation, d'une autre façon augmente la vitesse de recristallisation.

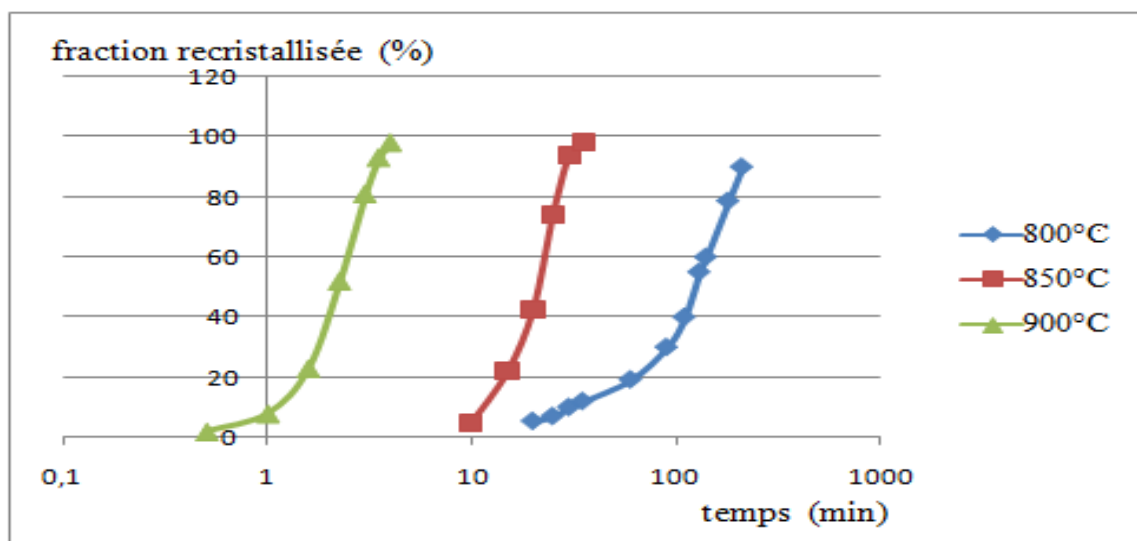


Figure V.10 évolution de la recristallisation en fonction de température pour $\varepsilon = 40\%$

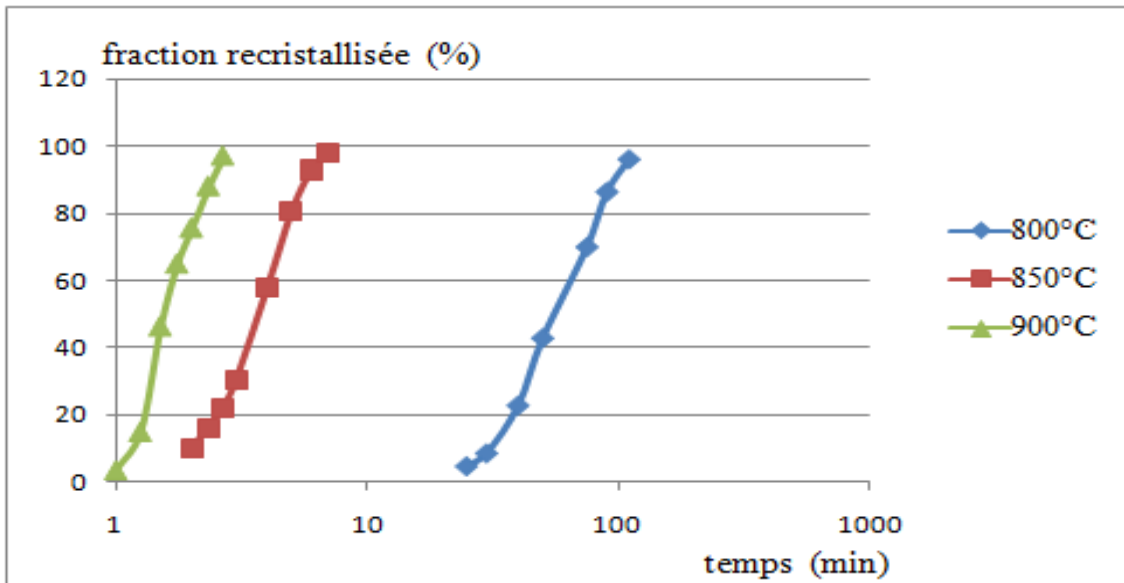


Figure V.11 évolution de la recrystallisation en fonction de température pour $\epsilon = 50\%$

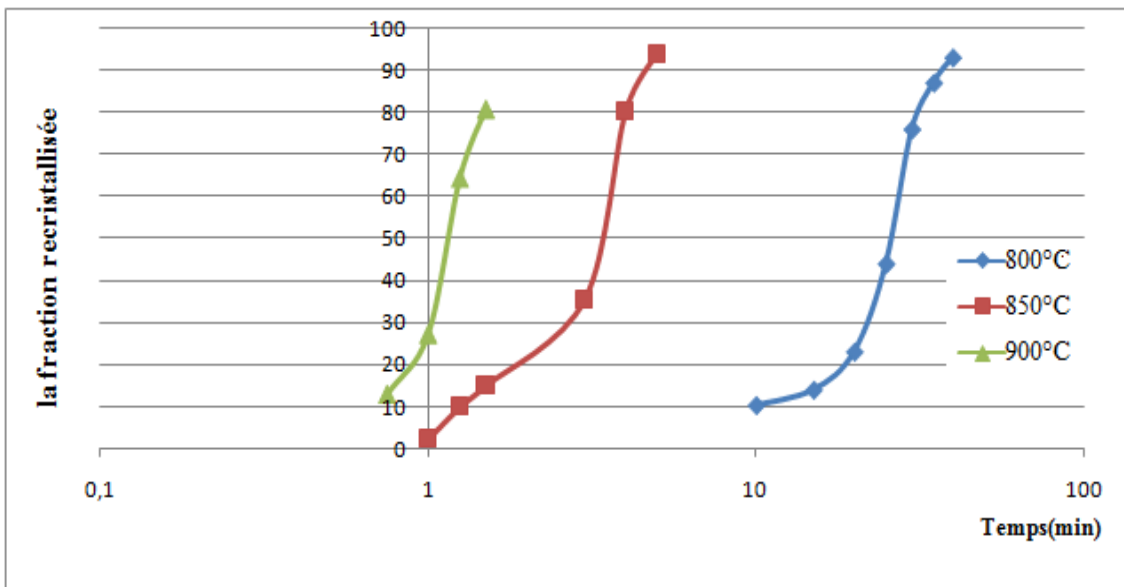


Figure V.12 évolution de la recrystallisation en fonction de température pour $\epsilon = 60\%$

V3.3 L'effet de l'écroutissage sur la recrystallisation

Après avoir tracé les courbes de la recrystallisation illustrée dans les figures V.5, V.6 et V.7. On superpose les courbes d'une même température et on utilisant l'échelle logarithmique on aboutit aux courbes montrées dans les figures (*Figure V.13, 14 et 15*)

Les trois figures : (*Figure V.13, 14 et 15*) montrent clairement que plus le taux de la déformation est importante plus la courbe de recrystallisation se déplace vers la gauche, c'est-à-dire que la recrystallisation se fait rapidement.

L'écroutissage influe directement sur l'énergie emmagasinée et plus l'écroutissage est fort plus cette énergie est importante. L'énergie influe sur la germination et particulièrement sur le nombre de germes créé, plus cette énergie est

importante le nombre de germes créé est grand. On constate donc que la recristallisation se fait rapidement, pas en terme de la vitesse, mais en terme de la quantité des germes créés.

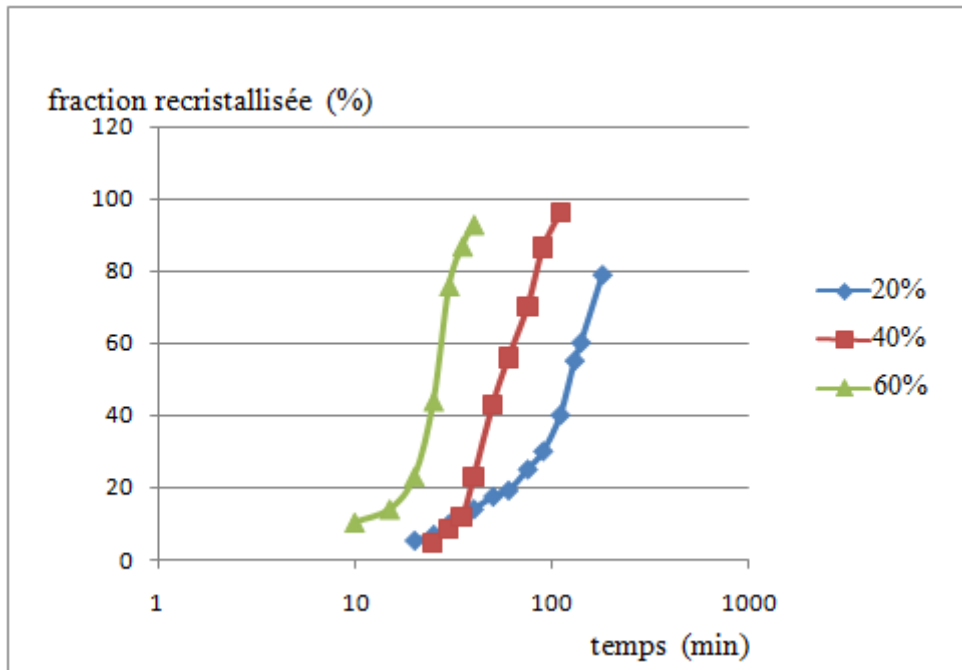


Figure V.13 évolution de la recristallisation en fonction du tau de déformation pour $T = 800^{\circ}\text{C}$.

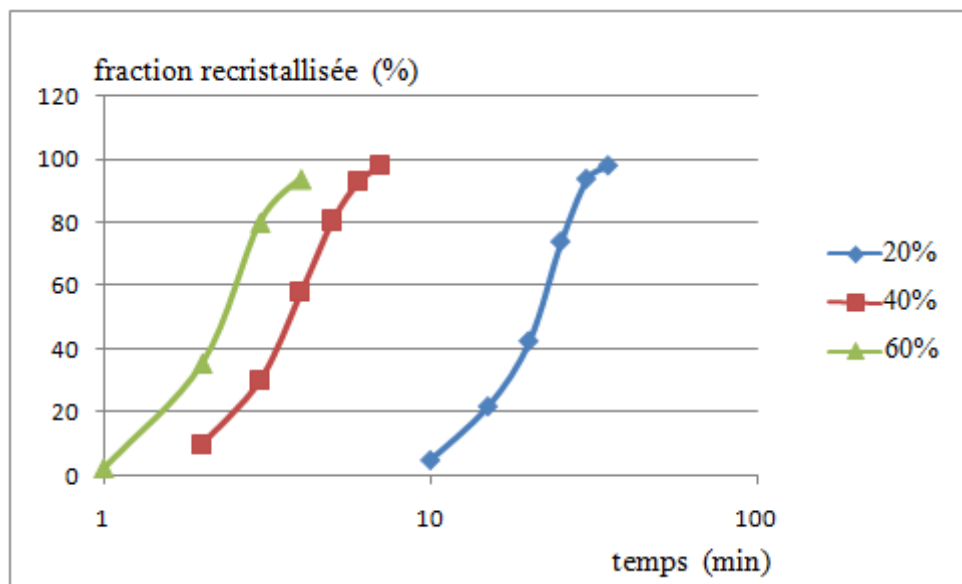


Figure V.14 évolution de la recristallisation en fonction du tau de déformation pour $T = 850^{\circ}\text{C}$.

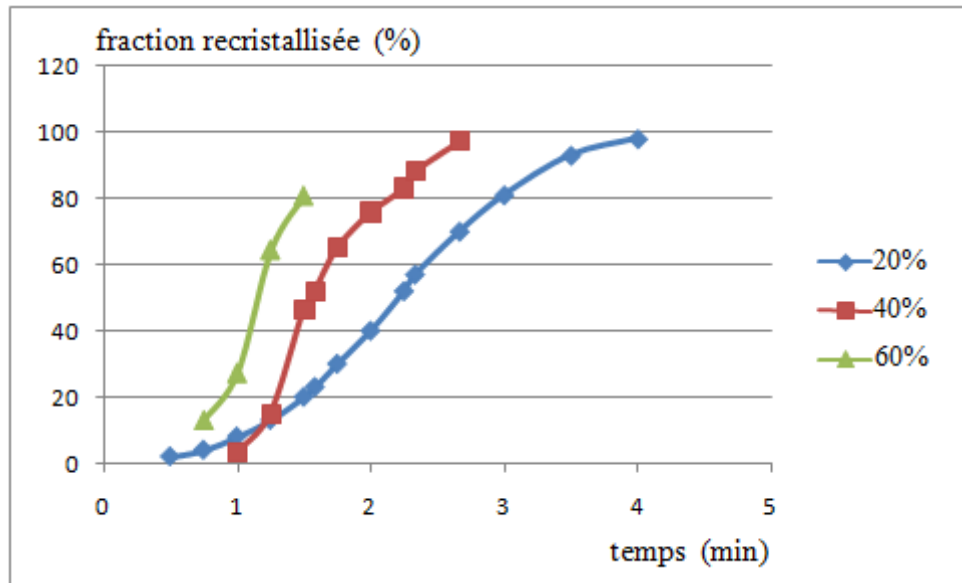


Figure V.15 évolution de la recristallisation en fonction du tau de déformation pour $T=900^{\circ}\text{C}$

V.3.4 L'effet de la recristallisation sur la taille finale des grains

L'observation métallographique des échantillons avant et après laminage aux différentes températures et à des temps qu'on estime qu'ils correspondent à la fin de recristallisation primaire, donne les micrographies suivantes.

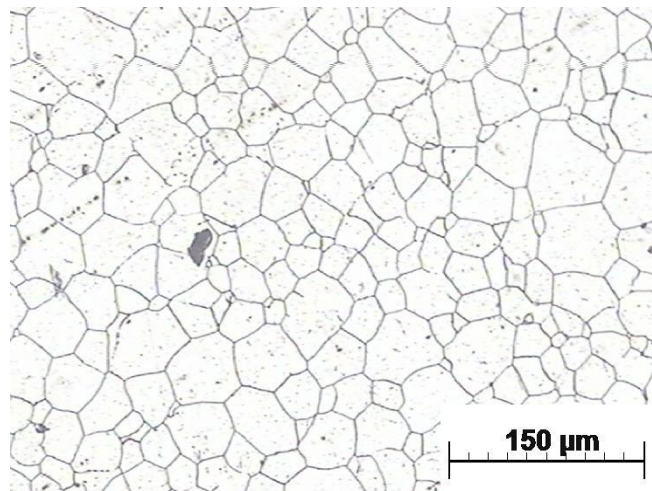


Figure V.16 Structure avant recristallisation avec une taille moyenne des grains de $29 \div 30 \mu\text{m}$

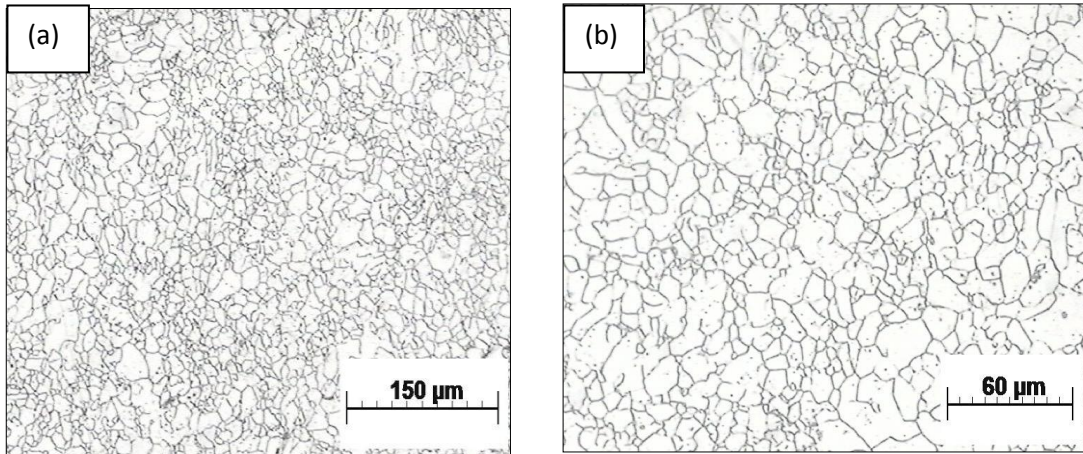


Figure V.17 Micrographies après recristallisation à 850°C pour $\varepsilon = 40\%$
(a) X100, (b) X200.

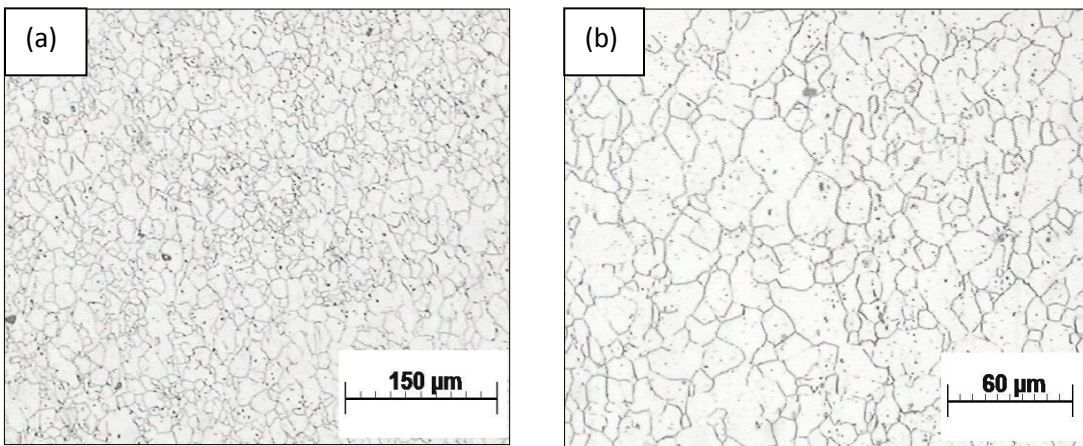


Figure V.18 Micrographies après recristallisation à 900°C pour $\varepsilon = 40\%$
(a) X100, (b) X200.

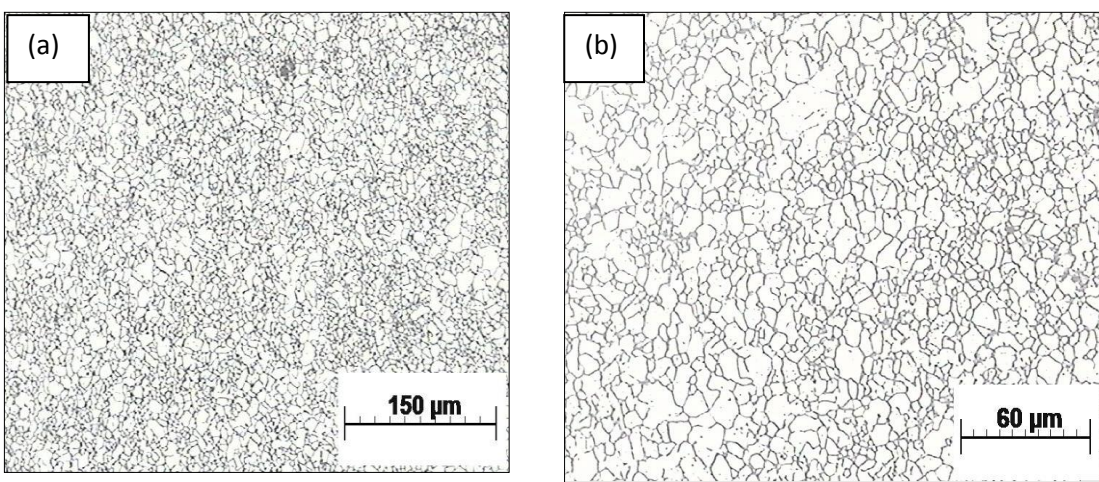


Figure V.19 Micrographies après recristallisation à 850°C pour $\varepsilon = 60\%$
X100, (b) X200.

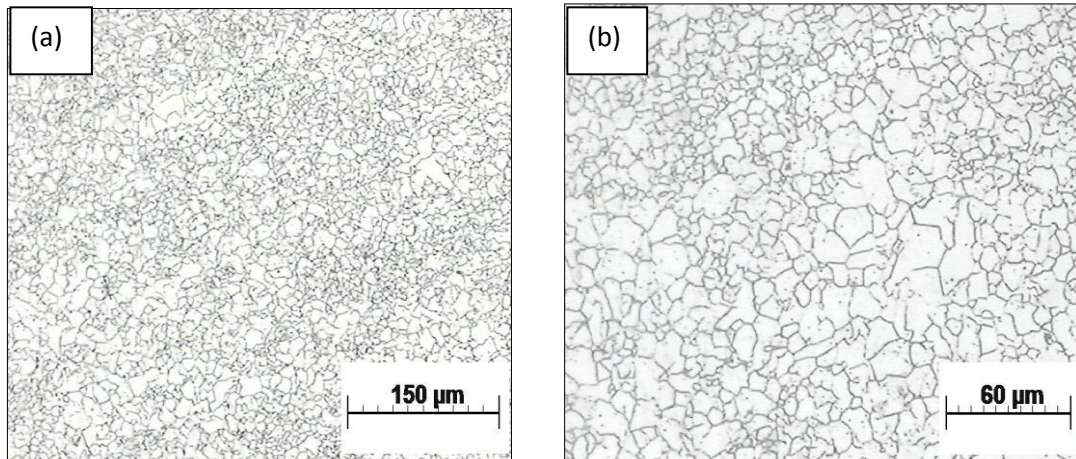


Figure V.20 Micrographies après recristallisation à 900°C pour $\varepsilon = 60\%$
(a) X100, (b) X200.

Le calcul de la taille moyenne des grains après recristallisation primaire des micrographies ci-dessus donne les valeurs suivantes :

Tableau V.5 La taille moyenne des grains après recristallisation primaire.

Taux de déformation	Température (°C)	Taille moyenne de grains (μm)
40%	850	9,6108
	900	11,36
60%	850	3,5198
	900	7,037

D'après les chiffres mentionnés sur le tableau ci dessus on peut dire que la taille moyenne obtenue après recristallisation est une fonction du taux de déformation et de la température. Cette taille moyenne est d'autant plus petite, plus le taux de déformation est important et plus la température est basse.

L'effet de l'écroutissage est caractérisé par l'augmentation des nombres de germes créé lors de la recristallisation, donc le nombre de grains formé par unité de volume sera important par conséquent on aura des petits grains.

La température influe sur le mécanisme de recristallisation, la vitesse de recristallisation est lente plus la température est basse. Donc les germes ne croissent pas rapidement par conséquent les grains. Donc on aura des petits grains.

Conclusion Générale

L'ensemble des résultats obtenus dans ce travail sur le déroulement de la restauration et de la recristallisation de l'acier inoxydable austénitique 316L ainsi que sur les facteurs qui peuvent influencer leurs cinétiques, nous permet de dire que :

- La déformation par laminage à froid conduit à des changements structuraux importants qui influent sur les propriétés mécanique et physique par augmentation de la dureté et la résistivité électrique.

- La restauration :

On ne peut avoir que de la restauration pour une température inférieure à 600°C et un taux de déformation strictement inférieur à 60%.

La restauration permet principalement de récupérer la conductivité électrique.

- La recristallisation :

La recristallisation est une fonction de la température et du taux de déformation.

La recristallisation est lente si la température du recuit est basse et vice-versa.

La taille des grains obtenue après recristallisation est d'autant plus fine que la température est élevée et le taux d'écroutissage est fort.

L'énergie d'activation pour la recristallisation est égale à 373,467 KJ/mol.

En raison du fait que la restauration et la recristallisation sont très sensibles à la température et au taux de déformation, nous proposons en complément de ce travail de :

- Réaliser des déformations homogènes le long du laminage pour avoir un taux de déformation homogène.
- De suivre la cinétique de la recristallisation avec plus de précision pour avoir une bonne courbe de recristallisation.
- D'utiliser des techniques de mesure plus précises pour avoir des bons résultats.

Annexes

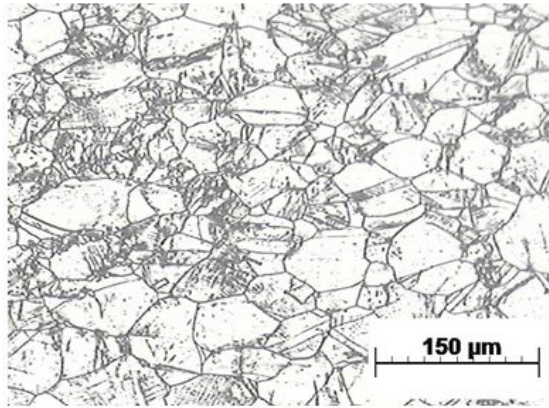


Figure.1. 40%, 20min, 800°C, x100

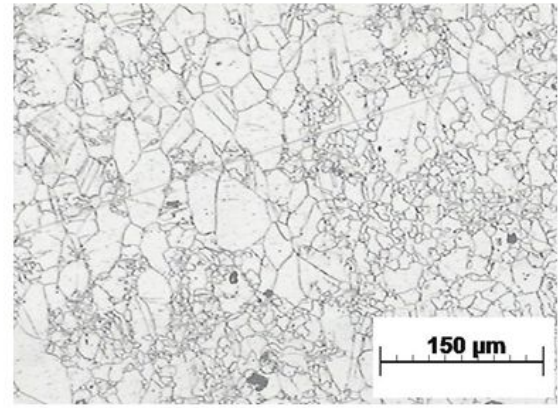


Figure.3. 40%, 1h, 800°C, x100

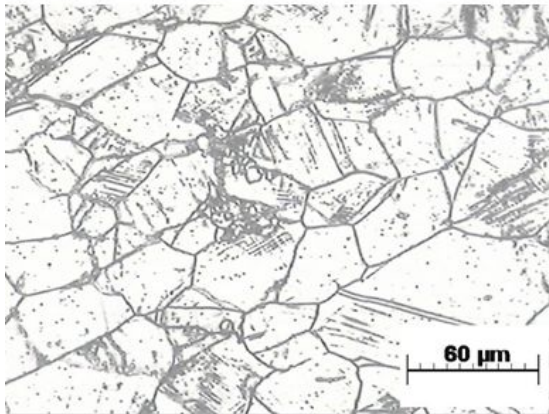


Figure.2. 40%, 20min, 800°C, x200

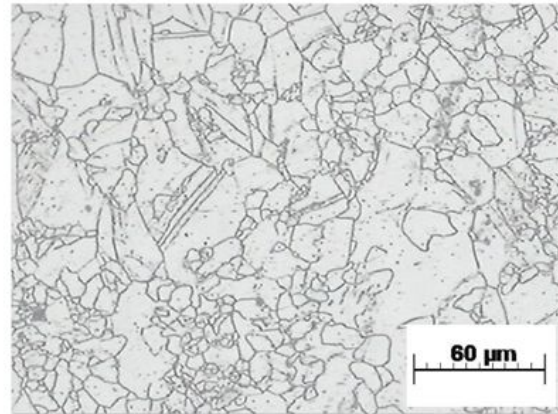


Figure.4. 40%, 1h, 800°C, x200

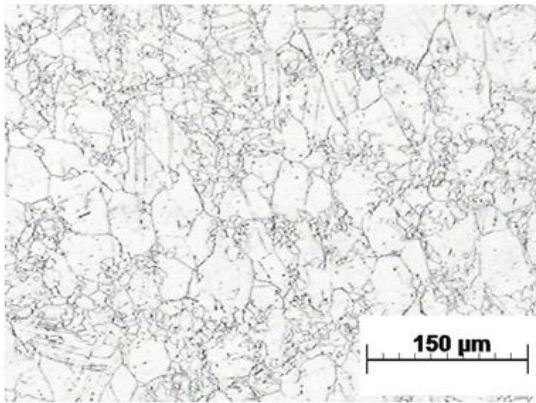


Figure.5. 40%, 20 min, 850°C, x 100

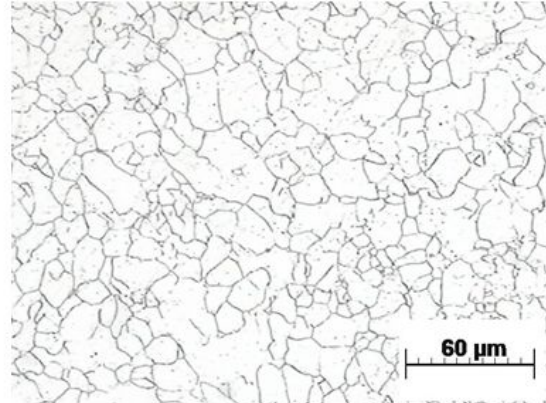


Figure.7. 40%, 40 min, 850°C, x 200

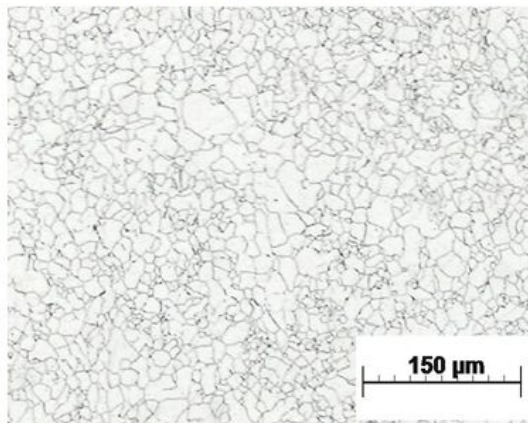


Figure.6. 40%, 40 min, 850°C, x 100

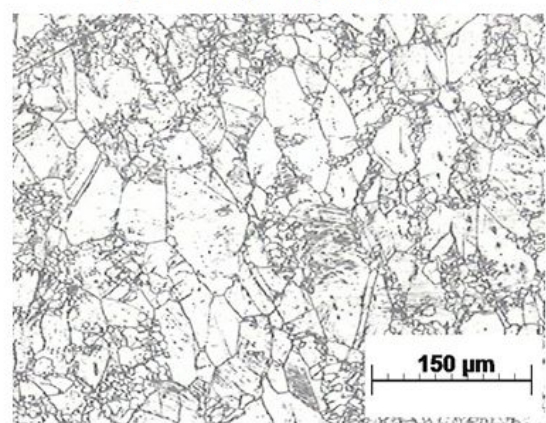


Figure.8. 40%, 1min 45s, 900°C, x100

Annexes

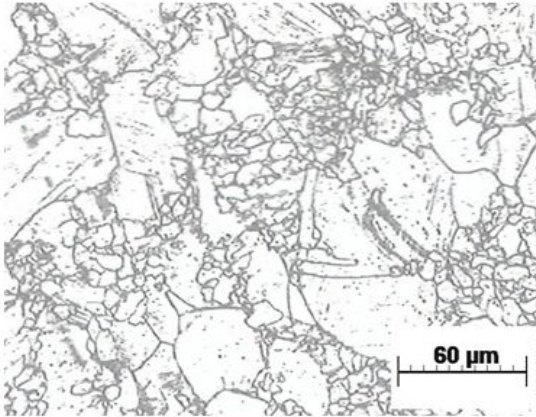


Figure.9. 40%, 1min 45s, 900°C, x200

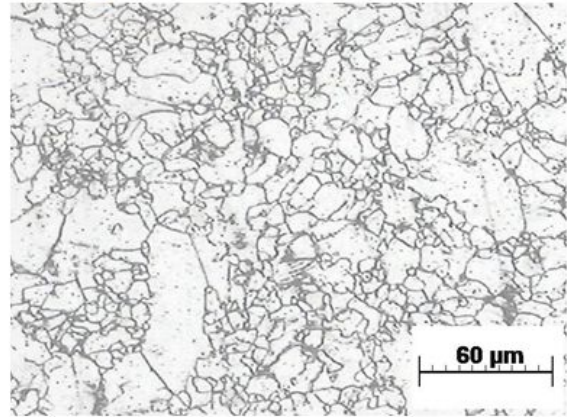


Figure.11. 40%, 2min 15 s, 900°C, x200

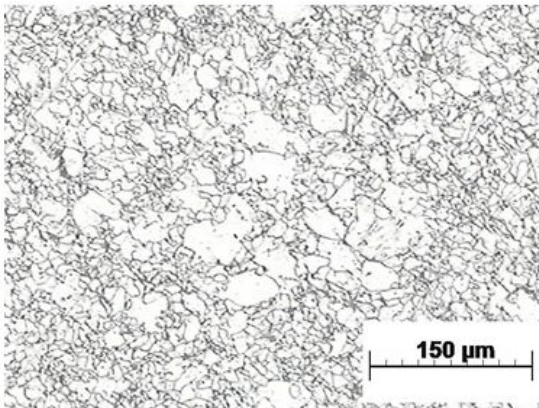


Figure.10.40%, 2m 15s, 900°C, x100

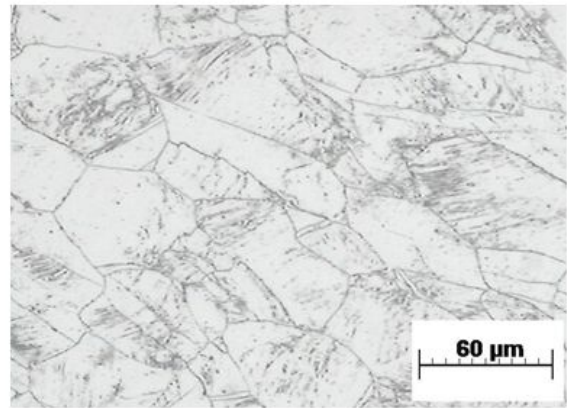


Figure.12. 50%, 30 min, 800°C, x200

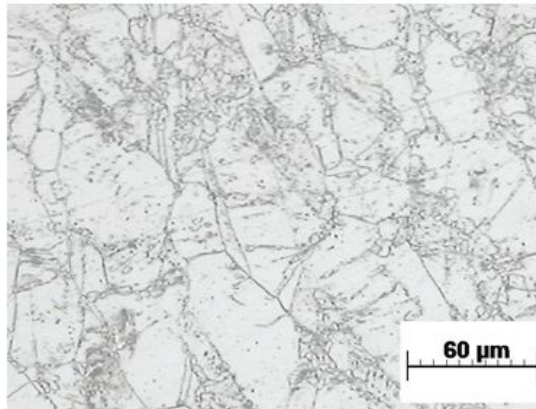


Figure.13.50%, 50 min, 800°C, x200

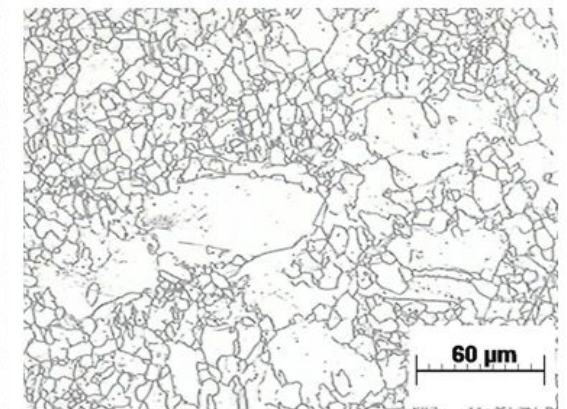


Figure.15. 50%, 5min, 850°C, x200

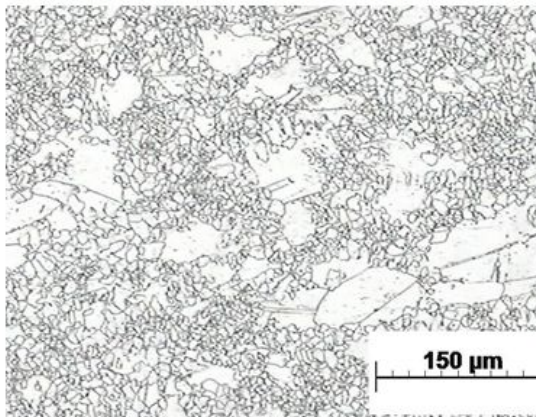


Figure.14. 50%, 5min, 850°C, x100

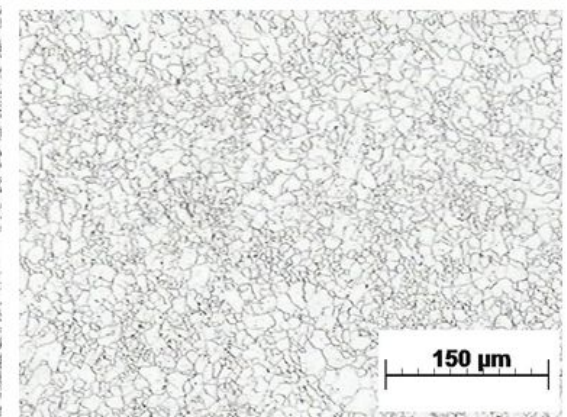


Figure.16. 50%, 15min, 850°C, x100

Annexes

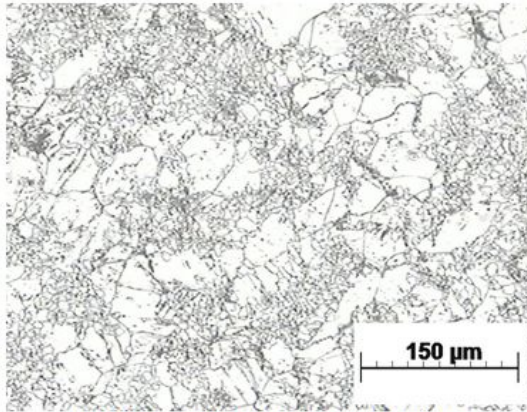


Figure.17. 50%, 1 min 30 s, 900°C, x100

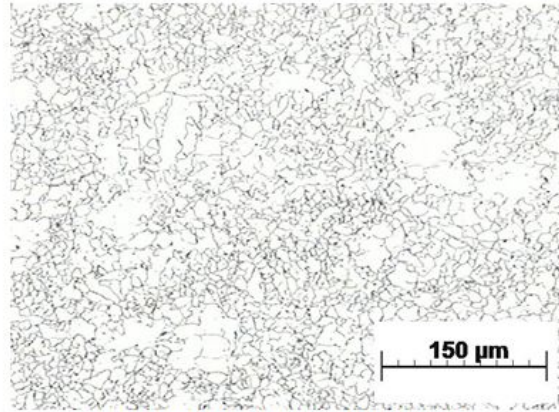


Figure.19. 50%, 2 min 40 s, 900°C, x100

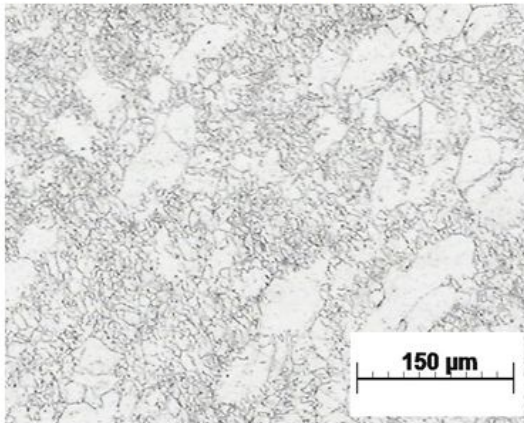


Figure.18. 50%, 2 min, 900°C, x100

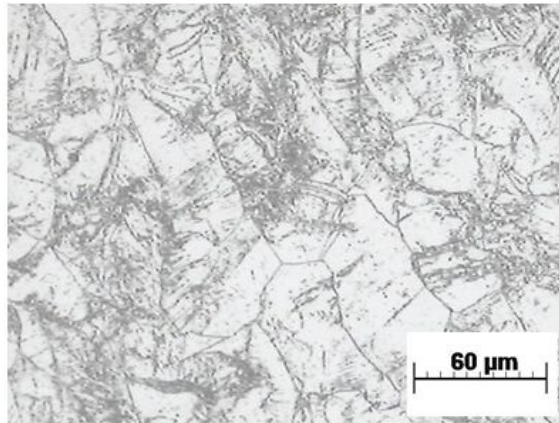


Figure.20. 60%, 20 min, 800°C, x200

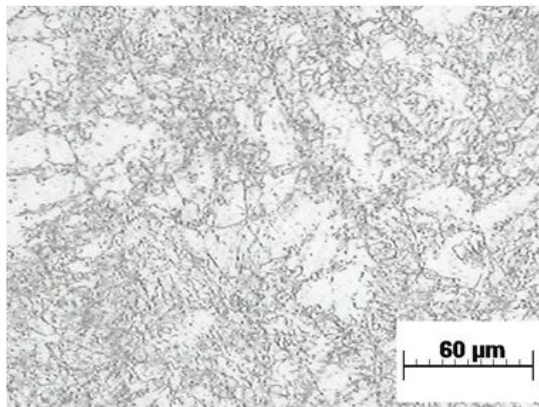


Figure.21. 60%, 40 min, 800°C, x200

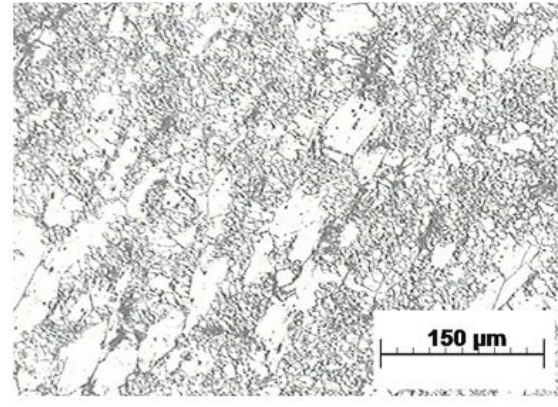


Figure.23. 60%, 1min 15s, 900°C, x100

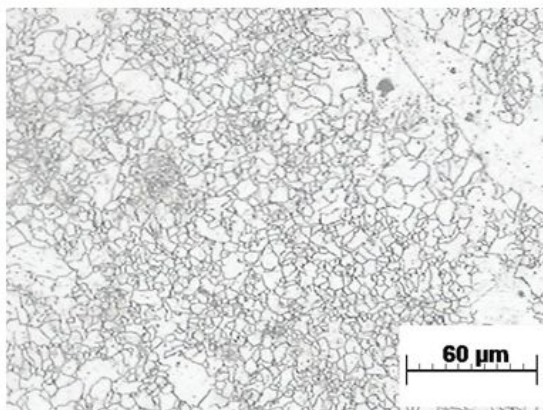


Figure.22. 60%, 5 min, 850°C, x200

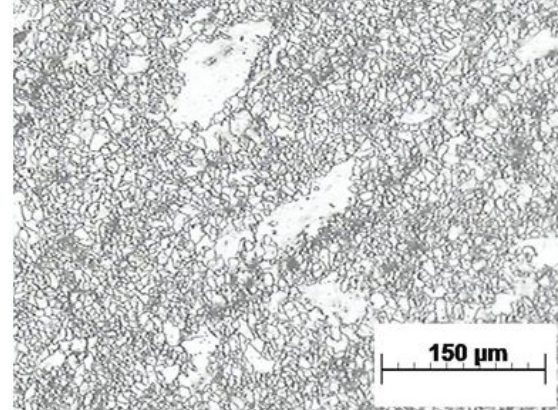


Figure.24. 60%, 1min 45s, 900°C, x100

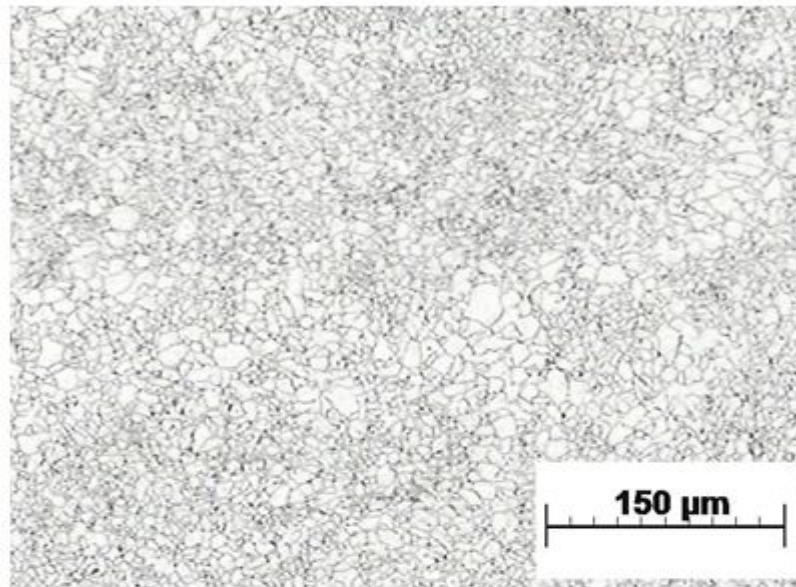


Figure.25. 60%, 10 min, 850°C, x100

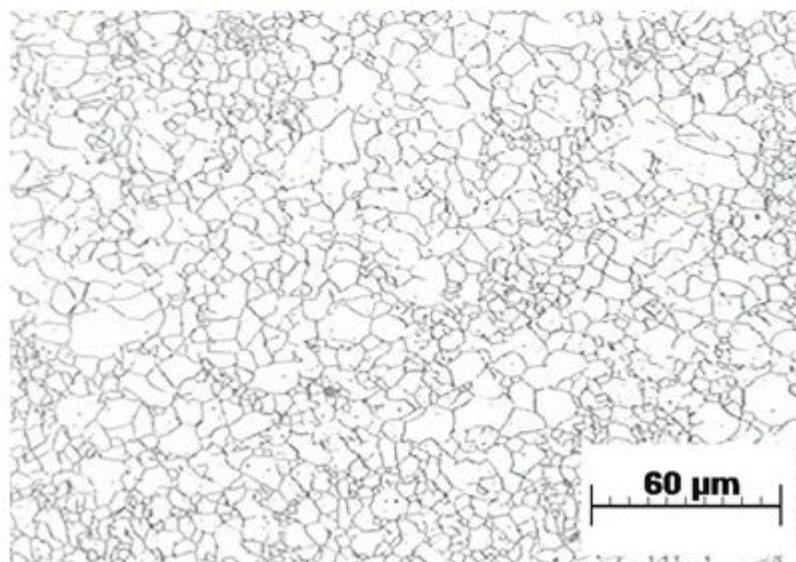


Figure.26. 60%, 10 min, 850°C, x200

Référence Bibliographie

- [1] **J. Barralis, G. Mader.** Précis de Métallurgie, élaboration, structures- propriétés et normalisation.
- [2] **Michel Colombie et coll** , «matériaux métalliques», 2e édition, 2008
- [3] **Michel Dupeux** .« aide mémoire sciences des matériaux », édition Dunod, 2005
- [4] **Guy. DAVID.** Les aciers inoxydables. Techniques et documentations Lavoisier, Les éditions de physique, 1990.
- [5] **Quentin AUZOUX**, thèse doctoral, «Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - influence de l'écroissage sur l'endommagement intergranulaire », l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux", 2004
- [6] **P.-J.CUNAT**, Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M 4540, 2003
- [7] **LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G**, Les aciers inoxydables, Les éditions de Physique, 1990
- [8] Technique de l'ingénieur : M4451 Les aciers inoxydables : résistance à la corrosion
- [9] **Alain Col**, «L'emboutissage des aciers », édition Dunod, 2010
- [10] **William D. Callister, Jr.**«Matériaux Science and Engineering», 2007.
- [11] Université pierre et Marie Curie, «Licence de Mécanique et de Technologie Année L3 », Sylvie Pommier, 2005-2006
- [12] **William D. Callister, Jr**, «science et génie des matériaux » ,5ème édition, 2001.
- [13] **Guy Murry**, « Aide mémoire en métallurgie»,2e édition Dunod, 2010
- [14]]. **J.BENARD, A.MICHEL, J.PHILBERT, et TALBOT**: « Métallurgie générale », édition Masson, 2ème édition, 1984.
- [15] **Nourredine BOUAOUADJA** « matériaux : tome 1 matériaux métallique », office de publication universitaire.
- [16] **Robert W Cahn and Peter Haasen** , «physical metallurgy vol.3» 4^{ème} édition , 1996
- [17] **F.J. Humphreys**, Recrystallization and related annealing phenomena, 2004.
- [18] **Said Bensaada** « phénomènes de recristallisation de précipitation et de dissolution discontinue dans les alliages Ni-1.4 at.% In », thèse de doctorat, université El_Hadj lakhdar, BATNA
- [19] **Ansari Road**, Daryaganj material science ,2004 india NEW AGE INTERNATIONAL (P) LIMITED, PUBLISHERS4835/24, , New Delhi – 110002.
- [20] George E. Totten «steel heat treatment metallurgy and technologies», 2007