

(043) DI  
1964

Centre National de la Recherche  
Scientifique  
Laboratoire d'Electrochimie  
et de Physique de l'Etat  
Centre de Recherches sur les  
Basses Températures  
COTINGOUR

# THESES PRESENTEES

A LA FACULTE DES SCIENCES  
DE L'UNIVERSITE DE GRENOBLE

pour obtenir le grade  
DE DOCTEUR-INGENIEUR

par  
DANIEL MUGNIER

Ingénieur ENSEG - Licencié ès-Sciences

## PREMIERE THESE

ETUDE DE LA TRANSFORMATION  
MARTENSITIQUE A TRES BASSES  
TEMPERATURES, LORS DE L'ECROUISSAGE  
ET FLUAGE, DES ACIERS 18-10  
AUSTENITQUES A BAS CARBONE

## DEUXIEME THESE

PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE

SOUTENUES LE 11 MAI 1964 DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

M. Le Doyen WEIL      Président

JURY      MM. F. BERTAUT  
                 A. LACAZE      Examineurs  
                 P. PAUTHENET

(043) DI  
1964  
2



To 173  
1964/DI

(043)DI  
1964  
2

**ETUDE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE  
A TRES BASSES TEMPERATURES, LORS DE  
ECROUISSAGE ET DU FLUAGE, DES ACIERS 18-10  
AUSTENITIQUES A BAS CARBONE**

Centre National de la Recherche  
Scientifique  
Laboratoire d'Électrostatique  
et de Physique du métal  
Centre de recherches sur les  
basses températures  
- BIBLIOTHÈQUE -

*Cette thèse qui a été effectuée dans les laboratoires dirigés par Monsieur le Doyen WEIL, à qui j'adresse mes sentiments de profonde reconnaissance pour ses conseils et les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer tout au long de ce travail, a été financée par la Société L'AIR LIQUIDE, que je suis heureux de pouvoir remercier ici.*

*Qu'il me soit permis également de remercier Messieurs LACAZE et COURTOT pour l'aide constante qu'ils m'ont apportée.*

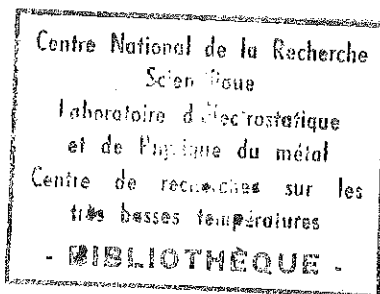
*Toute ma gratitude va aux nombreuses personnes qui m'ont aidé à mener à bien ce travail, en particulier à Monsieur GENESTE et à tout le personnel des laboratoires "d'Essais Mécaniques" et "Basses Températures".*

*Enfin j'exprimerai ma profonde gratitude à Messieurs BERTAUT et DURIF du laboratoire de Rayons X ainsi qu'à Monsieur PAUTHENET des laboratoires de Magnétisme qui ont bien voulu me permettre d'utiliser leurs appareils et m'ont aidé de leurs nombreux conseils.*

*Daniel MUGNIER*



# SOMMAIRE



<b>A - GENERALITES</b> .....	4
1 - Introduction .....	
2 - Généralités sur les aciers inoxydables aux températures subambiantes .....	5
3 - Résumé des résultats obtenus par J. MENARD .....	
4 - Objet de l'étude .....	7
5 - Moyens d'étude .....	
6 - Appareillage .....	
7 - Limites de l'étude .....	
<b>B - APPAREILLAGE</b> .....	8
1 - Appareil de fluage à basse température .....	
■ ensemble mécanique .....	
■ ensemble thermique .....	
2 - Appareillage de mesure de l'aimantation .....	31
3 - Appareillage d'amincissement électrolytique .....	38
<b>C - MESURES PRELIMINAIRES</b> .....	41
1 - Détermination de la forme des éprouvettes .....	
2 - Mesures de densité .....	45
3 - Influence de la vitesse de mise en charge .....	47
4 - Détermination de la charge de rupture .....	50
<b>D - ETUDE CRISTALLOGRAPHIQUE</b> .....	53
1 - Echantillons étudiés .....	
2 - Etude aux rayons X .....	54
3 - Microscopies électroniques .....	56
4 - Identification des différentes phases en présence .....	77
5 - Conclusion .....	
<b>E - MESURES ET RESULTATS</b> .....	83
1 - Courbes de mise en charge .....	
2 - Essais de fluage .....	85
3 - Quantité de martensite précipitée lors de l'écroissage et du fluage .....	
<b>F - CONCLUSION</b> .....	96



# GENERALITES

## 1 INTRODUCTION

Si les aciers inoxydables austéniques présentent, au-dessous de la température ambiante, des qualités qui les font préférer à d'autres matériaux, leur utilisation a mis en évidence un défaut majeur : ces aciers fluent de façon importante, même à des températures atteignant  $-250^{\circ}$  C. En outre, l'écroutissage à basse température s'accompagne d'une transformation progressive de la phase austénitique en martensite, qui a des répercussions sur les propriétés mécaniques et physiques.

Dans le but de rechercher les facteurs qui agissent sur cette transformation, une première étude a été entreprise par J. MENARD (1).

Cette étude, particulièrement complète, entre  $20^{\circ}$  K et  $300^{\circ}$  K, de la transformation martensitique, en traction et en fatigue, d'un acier inoxydable du type "18-10", si elle a permis de dégager un certain nombre de résultats fondamentaux, n'a pu cependant donner de renseignements sur la nature de la relation entre déformation plastique et précipitation martensitique.

Par ailleurs, aussi bien au cours des essais de traction, qu'au cours des essais de fatigue, le temps d'application de la contrainte maximale n'a jamais dépassé quelques minutes (20), même pour un nombre d'efforts répétés pouvant atteindre quelques millions. Or si les aciers inoxydables travaillent souvent en fatigue, ils ont également à supporter des efforts de longue durée.

C'est pourquoi, une étude de la transformation martensitique au cours du fluage s'est avérée nécessaire. C'est cette étude que nous avons entreprise, en tenant compte des résultats qu'avait obtenus J. MENARD.

## **GENERALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUX TEMPERATURES SUBAMBIANTES**

Notre étude faisant suite à la sienne, nous ne reviendrons pas sur un chapitre que J. MENARD a abondamment développé dans l'exposé de sa thèse. Nous nous bornerons à deux rappels.

### **a- les aciers inoxydables austénitiques**

Les aciers inoxydables austénitiques sont d'une façon générale ceux dont la teneur en chrome va de 12 à 30 % et celle en nickel de 7 à 25 %. Ils prennent au chauffage la structure austénitique cubique à faces centrées, et la gardent par trempe à température ambiante. Le type le plus répandu en est l'acier dit "18-8" (18 % de chrome, 8 % de nickel).

### **b-transformation martensitique**

Initialement, on a appelé "Martensite", le constituant obtenu par trempe depuis la température d'austénisation jusqu'au voisinage de la température ambiante, des aciers au carbone. La caractéristique d'une telle transformation est d'être athermique du point de vue cinétique, c'est-à-dire que son étendue ne dépend que de la température T, sans qu'interviennent la vitesse de refroidissement et le temps de maintien à la température T.

Actuellement, la notion de "transformation martensitique" a été généralisée à toute transformation, qu'elle se produise dans un acier au carbone, ou dans tout autre corps, et qui :

- met en jeu des déplacements d'atomes
- s'effectue sans diffusion
- donne une structure finale de même composition chimique que la structure initiale.

## **RESUME DES RESULTATS OBTENUS PAR J. Menard**

Cette étude avait porté sur un seul alliage, de façon à simplifier les données du problème, en laissant de côté les paramètres métallurgiques.

Tous les échantillons utilisés provenaient d'une même coulée d'un acier du type 304 L et avaient subi un traitement d'hyper trempe à l'eau depuis 1100° C en atmosphère inerte.

Les caractéristiques mécaniques mesurées avaient été la résistance à la traction, et la fatigue en traction.

Les mesures physiques avaient eu pour but de déterminer le pourcentage de phase martensitique précipitée. Trois méthodes avaient été envisagées :

- Une méthode de comptage sur micrographies optiques, que la forme en aiguilles de la phase martensitique avait rendue inextricable.
- Une méthode de mesure par le diagramme de rayons X. On peut en effet connaître la fraction martensitique d'un mélange de phases  $\gamma$  et  $\alpha$  en formant le rapport  $R = I_{\alpha} / I_{\gamma}$  des raies (111) de l'austénite, d'une part, et (110) de la martensite d'autre part.

Malheureusement, dans le cas de martensite précipitée par écrouissage, il y a toujours une orientation qui fait que selon le plan sur lequel on fait la mesure, on peut trouver des quantités de martensite variant du simple au double.

- Une méthode de mesure magnétique qui était la seule à donner des résultats quantitatifs valables. La martensite étant ferromagnétique et l'austénite paramagnétique, l'aimantation à saturation du mélange, déduction faite de la partie paramagnétique, est en effet proportionnelle à la quantité de martensite.

$$M \% = \frac{\sigma}{\sigma_0} \times 100$$

$\sigma_0$  étant l'aimantation à saturation lorsque toute l'austénite est transformée.

$$\sigma_0 = 149 \text{ u.e.m./g} \quad (1)$$

Les températures d'essais étaient 273° K dans la glace fondante, 203° K et 143° K dans la chambre froide Amsler, 77° K dans l'azote liquide, et enfin 20° K dans l'hydrogène liquide.

Ces mesures avaient permis de tracer les courbes effort-déformation plastique, les courbes de Woehler, ainsi que les courbes donnant la quantité de martensite précipitée en fonction de la déformation plastique et du taux de contrainte, pour les différentes températures d'essai.

Elles avaient en outre permis de montrer que la transformation martensitique dans un acier inoxydable du type 18-10 ne se fait pas de façon continuellement croissante par refroidissement en-dessous de la température ambiante, mais, présente un maximum vers 77° K, qu'il y ait refroidissement seul ou refroidissement puis écrouissage. Enfin ces mesures avaient montré que la répétition de contraintes de traction ne change ni la nature, ni la quantité de martensite précipitée après la première contrainte.

## **4 | OBJET DE L'ETUDE**

Nous avons étudié d'une façon générale le comportement d'un acier inoxydable 18-10 pendant le fluage, et plus particulièrement, l'évolution de la transformation martensitique par mesures magnétiques. Nous avons également été amenés à reprendre l'étude de la transformation en traction, à l'aide de nouveaux moyens d'étude.

## **5 | MOYENS D'ETUDE**

Afin de déterminer les pourcentages de phase martensitique précipitée, nous avons repris la méthode de mesures magnétiques, qui s'était révélée très sûre.

Nous avons également repris l'étude aux rayons X, mais uniquement du point de vue des structures cristallines. Enfin, l'acquisition par le Laboratoire, d'un microscope électronique, nous a permis de mettre en oeuvre une nouvelle méthode d'étude, par examen en transmission de lames minces prélevées dans les éprouvettes.

## **6 | APPAREILLAGE**

Ce travail nous a conduit à réaliser un certain nombre d'appareillages, et en particulier :

- Un appareil permettant, d'une part, d'étudier le fluage en conservant une contrainte efficace constante sur l'éprouvette, d'autre part, de maintenir l'éprouvette froide dans un bain réfrigérant.
- Un appareillage permettant de mesurer l'aimantation de l'éprouvette pendant toute la mise en charge et le fluage, sans la détruire ni la réchauffer.
- Un appareil d'amincissement électrolytique, permettant la préparation de lames minces pour étude au microscope électronique.

## **7 | LIMITES DE L'ETUDE**

Dans le souci de simplifier les paramètres, nous avons limité notre étude au seul 304 L\* que J. MENARD avait utilisé.

De plus, nous nous sommes borné à deux températures d'essai, dans la zone immédiatement inférieure à celle de transformation martensitique maximum : 77° K et 20° K. Seules, quelques mesures ont été réalisées à 300° K pour comparaison.

\* NS 225 des Aciéries Electriques d'Ugine.

# B

## APPAREILLAGE

### 1

## APPAREIL DE FLUAGE A BASSE TEMPERATURE

Cet appareil est constitué en fait de deux ensembles distincts :

- un ensemble mécanique destiné à contraindre l'éprouvette
- un ensemble thermique chargé de maintenir l'éprouvette à température constante pendant toute la durée des essais.

### ■ ensemble mécanique

ANDRADE (2), le premier, a mis en évidence, il y a déjà de nombreuses années, la nécessité de maintenir une contrainte efficace rigoureusement constante sur l'éprouvette, pendant les essais de fluage : en effet, sans cette précaution, pendant que l'éprouvette s'allonge, sa section diminue, et la contrainte efficace  $r = F/S$  ( $F$  : force appliquée,  $S$  : section réelle) augmente, ce qui a pour effet de provoquer un allongement supplémentaire.

Malgré cela, la pratique des essais de fluage s'est développée, non pas en maintenant la contrainte efficace constante, mais la charge  $S = F/S_0$ ,  $S_0$  étant la section initiale de l'éprouvette. En effet, ce que demande l'Ingénieur, c'est de savoir combien de temps tiendra une pièce de section initiale  $S_0$  soumise à une force  $F$ . Aussi, aucun appareil permettant de travailler à contrainte efficace constante, n'existant dans le commerce, nous avons dû en construire un.

Dans notre cas particulier, un tel appareil était d'autant plus nécessaire, que nous voulions étudier la précipitation martensitique pendant le fluage, et que nous savions que celle-ci augmente avec la contrainte (20). Nous verrons plus loin que le fluage peut atteindre, par exemple, à 77° K et sous une contrainte de 160 kg/mm<sup>2</sup>, la valeur de 1,5 % au bout de 48 h. Si la charge avait été maintenue constante, la section ayant diminué, la contrainte aurait augmentée de 1,5 %, soit de 2,5 kg/mm<sup>2</sup>.

Une telle augmentation de contrainte aurait produit une augmentation d'allongement de 0,25 %, soit une erreur sur l'allongement de fluage de 16 %.

## a-principe

Toutes les solutions proposées (2) (3) (4) (5) (6) pour maintenir la contrainte constante reposent sur une même idée : au cours du fluage, la densité, donc le volume de l'éprouvette reste constant.

On a donc :

$$\ell \cdot S = V = \ell_0 S_0$$

$$\text{or } \tau = F/S$$

$$\text{d'où } \tau = F \cdot \ell / V$$

Si on veut  $\tau = \text{Cte}$ , il suffit d'asservir  $F$  à la longueur de l'éprouvette, de

façon à ce que :  $F = \frac{\tau \cdot V}{\ell} = k/\ell$ .

La méthode la plus simple pour y parvenir est celle proposée par ANDRADE (3) et dont le principe est le suivant : (Figure 1)

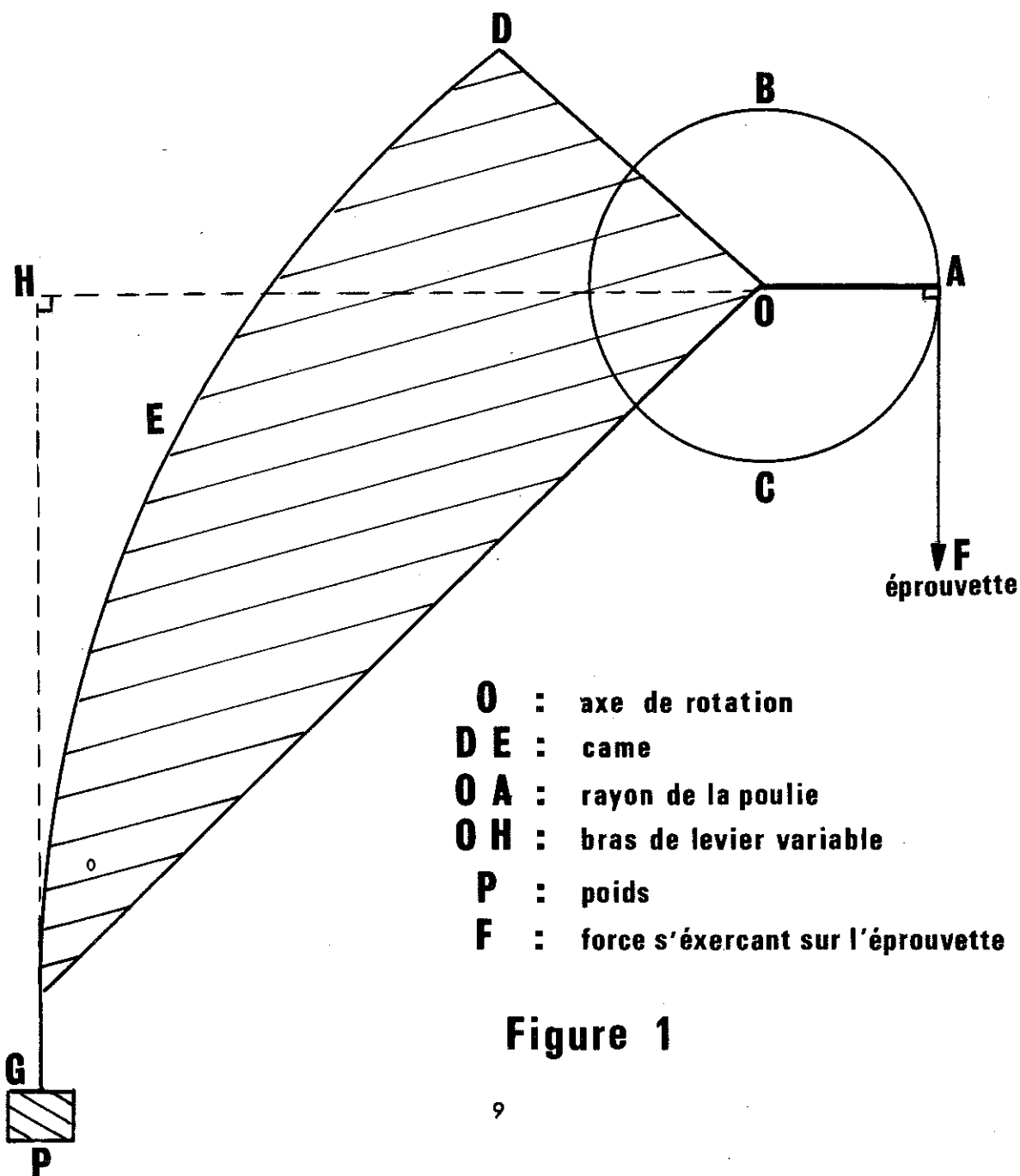


Figure 1

ABC et DEG sont deux secteurs (solidaires l'un de l'autre) dont l'un ABC est un élément de cercle et l'autre DEG une came telle que lorsque l'éprouvette s'allonge et que l'ensemble tourne autour de son axe O, le bras de levier OH diminue de façon à ce que  $OH/OA = \ell/\ell_0$ .

La condition est bien remplie, puisque  $F/p = OH/OA$ , et que  $p = \text{Cte}$ .

C'est cette solution que nous avons adoptée, mais les conditions particulières qui nous étaient imposées, nous ont conduit à réaliser un appareil qui diffère très notablement de celui d'ANDRADE.

## b-equation de la came

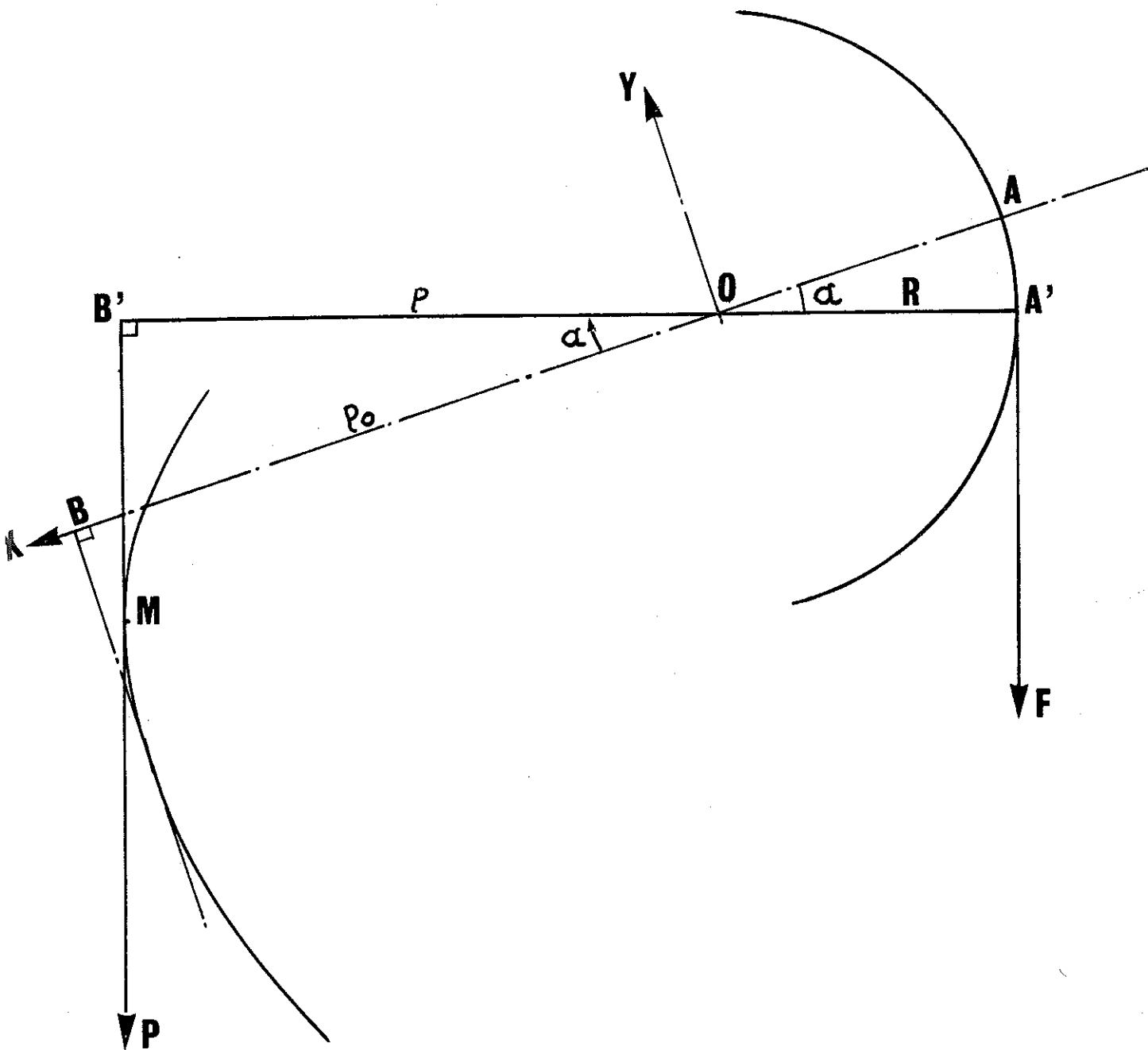
Afin de pouvoir créer plus commodément des efforts importants, nous avons prévu des bras de levier différents, qui amplifient la force P.

Posons : (Figure 2)

$$OA = OA' = R \quad OB = \rho_0 \quad OB' = \rho$$

Lorsque l'axe AB est horizontal, la longueur de l'éprouvette est  $\ell_0$ .  $\alpha$  est l'angle dont a tourné le fléau lorsque l'allongement est  $\Delta\ell$ .





**Figure 2**

Pour avoir  $F = k/l$ , il suffit, puisque  $p = \text{Cte}$ , que l'on ait :

$$p = k'/l$$

ou encore

$$\frac{p}{p_0} = \frac{l_0}{l_0 + \Delta l} = \frac{1}{1 + \frac{\Delta l}{l_0}}$$

Mais  $\Delta l = \widehat{AA'} = \alpha R$

d'où 
$$\frac{p}{p_0} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha R}{l_0}}$$

Pour déterminer l'équation de la came, prenons OX suivant OB, et OY comme sur la figure 2.

La came est l'enveloppe de la droite B'M lorsque  $\alpha$  varie.  
B'M a pour équation normale par rapport aux axes XOY :

$$x \cos \alpha + y \sin \alpha - p = 0$$

avec

$$p = \frac{p_0}{1 + \alpha \frac{R}{l_0}}$$

Soit : 
$$x \cos \alpha + y \sin \alpha - \frac{p_0}{1 + \alpha \frac{R}{l_0}} = 0$$

Cherchons son enveloppe :

$$\left\{ \begin{array}{l} x \cos \alpha + y \sin \alpha - \frac{p_0}{1 + \alpha \frac{R}{l_0}} = 0 \\ -x \sin \alpha + y \cos \alpha + \frac{p_0 \frac{R}{l_0}}{(1 + \alpha \frac{R}{l_0})^2} = 0 \end{array} \right.$$

D'où on tire :

$$\boxed{\begin{array}{l} x = \frac{p_0 \cos \alpha}{1 + \alpha \frac{R}{l_0}} + \frac{p_0 \frac{R}{l_0} \sin \alpha}{(1 + \alpha \frac{R}{l_0})^2} \\ y = \frac{p_0 \sin \alpha}{1 + \alpha \frac{R}{l_0}} - \frac{p_0 \frac{R}{l_0} \cos \alpha}{(1 + \alpha \frac{R}{l_0})^2} \end{array}}$$

## c-determination pratique de la came et du fleau

Étant donné les caractéristiques du NS 22 S étudié, nous avons prévu une contrainte maximale de  $300 \text{ kg/mm}^2$ , ainsi qu'un allongement maximum de 40 %.

Afin que les forces à exercer ne soient pas trop importantes, nous nous sommes fixé une section d'éprouvette de  $1 \text{ mm}^2$ . En prenant une épaisseur de  $2/10$  de mm, et une largeur de 5 mm, nous avons pu également préparer des lames minces par polissage électrolytique, pour l'examen en microscopie électronique, sans usinage préalable. Un rapport  $\rho_o/R = 5$  nous a alors conduit à utiliser des poids d'un maximum de 60 kg, ce qui est acceptable.

Pour ne pas être obligés d'utiliser des tiges de traction très longues qui auraient introduit des allongements parasites importants, nous avons limité l'angle de rotation de l'appareil à la valeur de  $45^\circ$  correspondant à la déformation maximale de 40 %.

Nous avons donc ainsi deux conditions supplémentaires :

$$\rho_o/R = 5 \text{ et } \Delta\ell/\ell_o = 0,4 \text{ pour } \alpha = \pi/4$$

ou encore puisque  $\Delta\ell = \alpha R$  :

$$\rho_o/R = 5 \text{ et } \pi R/4\ell_o = 0,4$$

En portant ces valeurs dans les équations (I), on peut calculer, point par point, avec autant de précision que l'on désire, le profil à réaliser.

Mais l'usinage d'un tel profil n'est pas simple, et nous l'avons remplacé par un arc de cercle, ce qui a permis de le réaliser au tour.

On a déterminé cet arc de cercle de la manière suivante :

La came étant l'enveloppe des droites B'M lorsque  $\alpha$  varie, nous avons pris le cercle tangent aux trois droites B'M correspondantes aux valeurs particulières :  $\alpha = 0, \pi/8, \pi/4$ .

Nous avons calculé directement les coordonnées du centre et le rayon. Les trois tangentes ont pour équations :

$$(1) \quad x \cos \frac{\pi}{4} + y \sin \frac{\pi}{4} - \frac{\rho_o}{1,4} = 0$$

$$(2) \quad x \cos \frac{\pi}{8} + y \sin \frac{\pi}{8} - \frac{\rho_o}{1,2} = 0$$

$$(3) \quad x - \rho_o = 0$$

La bissectrice de (1) et (3) a pour équation :

$$x \sin \frac{\pi}{8} - y \cos \frac{\pi}{8} - \frac{\rho_0}{7 \sin \frac{\pi}{8}} = 0$$

Celle de (2) et (3) :

$$x \sin \frac{\pi}{16} - y \cos \frac{\pi}{16} - \frac{\rho_0}{12 \sin \frac{\pi}{16}} = 0$$

Ces deux droites se coupent au point de coordonnées :

$$y_0 = -\rho_0 \left[ \frac{\cotg \frac{\pi}{8}}{7} + \frac{\cotg \frac{\pi}{16}}{42} \right]$$

$$x_0 = -\rho_0 \left[ \frac{1}{84 \sin^2 \frac{\pi}{16}} - \frac{1}{6} \right]$$

Le rayon est :  $R = \rho_0 - X_0$

En prenant une valeur arbitraire  $\rho_0 = 100$  mm, on a alors les valeurs suivantes :

Rayon de la poulie :  $R_p = 50,83$  mm

Cercle remplaçant le profil théorique :

$$x_0 = -37,21 \text{ mm}$$

$$y_0 = -118,31 \text{ mm}$$

$$R_c = 291,76 \text{ mm}$$

## d-erreur commise en remplaçant le profil théorique par un arc de cercle

Le remplacement de la came théorique par un arc de cercle introduit inévitablement une erreur dans le fonctionnement de l'appareil. Il fallait donc s'assurer que l'erreur qui en résulte est négligeable. Pour faire cette vérification, il faut tout d'abord remarquer, qu'au cours d'un essai de fluage, le fonctionnement de l'appareil comprend deux parties bien distinctes : lorsque l'on soumet l'éprouvette à une contrainte  $\tau$ , elle s'allonge d'une quantité  $\Delta \ell_1$ , ce qui fait tourner la came d'un angle  $\alpha_1$  correspondant. Ces deux valeurs  $\Delta \ell_1$  et  $\alpha_1$  ne dépendent que de  $\tau$  et peuvent prendre lorsque  $\tau$  varie, toutes les valeurs comprises entre celles correspondant à la déformation nulle, et celles correspondant à la déformation de rupture. Ensuite seule-

ment commence le fluage. La came tourne alors d'un angle  $\Delta\alpha_1$  croissant avec le temps, et c'est uniquement pendant cette période que l'on désire conserver  $\tau = Cte$ . Si l'on tient compte des valeurs numériques, on voit que  $\alpha_1$  peut varier entre 0 et  $45^\circ$ , alors que  $\Delta\alpha_1$  ne dépasse jamais  $2^\circ$ . Pour que  $\tau = Cte$  pendant le fluage, il suffit donc de s'assurer que lorsque  $\tau$  varie, on a toujours :

$$\left(\frac{d\rho}{d\alpha}\right)_{\text{réel}} \# \left(\frac{d\rho}{d\alpha}\right)_{\text{théorique}}$$

Cependant, si l'on veut pouvoir calculer la valeur de  $\tau$ , comme nous le verrons plus loin, avec une précision de 1 %, il faut en outre vérifier que le  $\rho$  réel ne diffère pas de plus de 1 % du  $\rho$  théorique, pour une même valeur de  $\alpha$ . Nous nous sommes assurés de cette dernière condition en traçant sur un même graphique à l'échelle 1, le profil théorique et le cercle qui le remplace. Nous avons pu ainsi déterminer que dans tous les cas, la précision obtenue sur  $\rho$  était, toujours, meilleure que 0,5 %. Étant donné les imprécisions du tracé graphique, il n'est pas possible d'avancer avec certitude un chiffre plus faible, mais celui-ci nous suffisant amplement, nous n'avons pas cherché à faire un calcul plus précis. Les positions respectives du cercle et du profil théorique sont données schématiquement sur la figure 3.

Pour vérifier la première condition, il faut calculer les expressions des deux valeurs de  $\left(\frac{d\rho}{d\alpha}\right)$

On a vu que :

$$\rho_{\text{théorique}} = \frac{\rho_0}{1 + \alpha R} \cdot l_0$$

Donc :

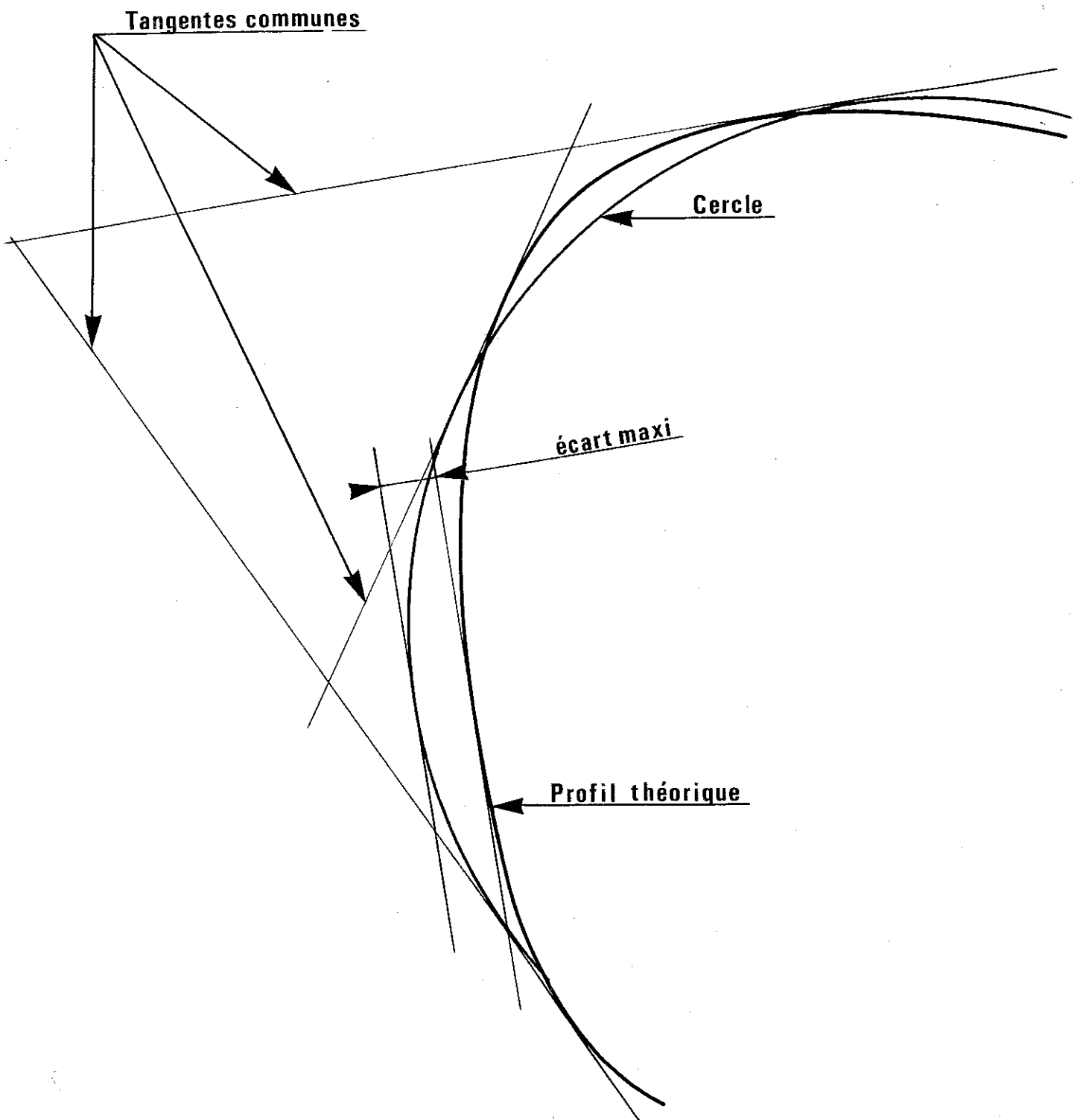
$$\left(\frac{d\rho}{d\alpha}\right)_{\text{théorique}} = - \frac{\rho_0 \cdot R}{\left(\frac{1 + \alpha R}{l_0}\right)^2} = - \frac{R}{\rho_0 \cdot l_0} \cdot \rho^2$$

Par ailleurs, le cercle ayant pour rayon  $(\rho_0 - x_0)$  et les coordonnées de son centre étant  $x_0$  et  $y_0$ , la condition pour qu'une droite d'équation :

$$x \cos \alpha + y \sin \alpha - \rho = 0$$

soit tangente à ce cercle, est que :

$$x_0 \cos \alpha + y_0 \sin \alpha - \rho = -(\rho_0 - x_0)$$



**Figure 3** Positions schématiques respectives du cercle et du profil théorique

c'est-à-dire que :

$$\rho \text{ réel} = x_0 \cos \alpha + y_0 \sin \alpha + \rho_0 - x_0$$

On a alors :

$$\left( \frac{d\rho}{d\alpha} \right)_{\text{réel}} = -x_0 \sin \alpha + y_0 \cos \alpha$$

Les deux fonctions  $\left( \frac{d\rho}{d\alpha} \right)_{\text{théorique}}$  et  $\left( \frac{d\rho}{d\alpha} \right)_{\text{réel}}$  sont monotones

croissantes sur l'intervalle  $0 < \alpha < \frac{\pi}{4}$

On peut tracer leurs lois de variations sur un même graphique, et l'on voit, (figure 4), que dans le cas le plus défavorable :

$$\left( \frac{d\rho}{d\alpha} \right)_{\text{réel}} = 0,865 \left( \frac{d\rho}{d\alpha} \right)_{\text{théorique}}$$

Ceci signifie que la variation de la force F appliquée sur l'éprouvette, pendant le fluage, ne sera que les 86,5 % de ce qu'elle devrait être pour que la contrainte reste constante. C'est-à-dire encore, qu'il subsistera une augmentation de contrainte égale à  $(100 - 86,5) = 13,5$  % de celle que l'on aurait si la force F restait constante. En reprenant les chiffres donnés plus haut, nous avons vu que dans ce cas l'augmentation de contrainte serait de

2,5 kg/mm<sup>2</sup>. Ici, elle ne sera donc plus que de  $\frac{13,5}{100} \times 2,5 = 0,34$  kg/mm<sup>2</sup>,

l'augmentation d'allongement qui en résulte étant de 0,034 %. Ceci nous donne alors une précision sur l'allongement de fluage de 2 % au lieu des 16 % calculés précédemment (§ B I 1). On voit donc que le remplacement du profil théorique par un arc de cercle est parfaitement acceptable.

## e - construction de l'ensemble came fléau

La came ainsi déterminée n'est pas symétrique autour de son axe de rotation et ne peut donc être utilisée telle quelle. En effet, il faut que son centre de gravité soit sur l'axe de rotation, afin que son propre poids ne modifie pas la contrainte s'exerçant sur l'éprouvette. Pour y parvenir, on aurait pu utiliser des masses d'équilibrage, mais nous avons préféré réaliser la came en une seule pièce, directement équilibrée de par sa forme géométrique.

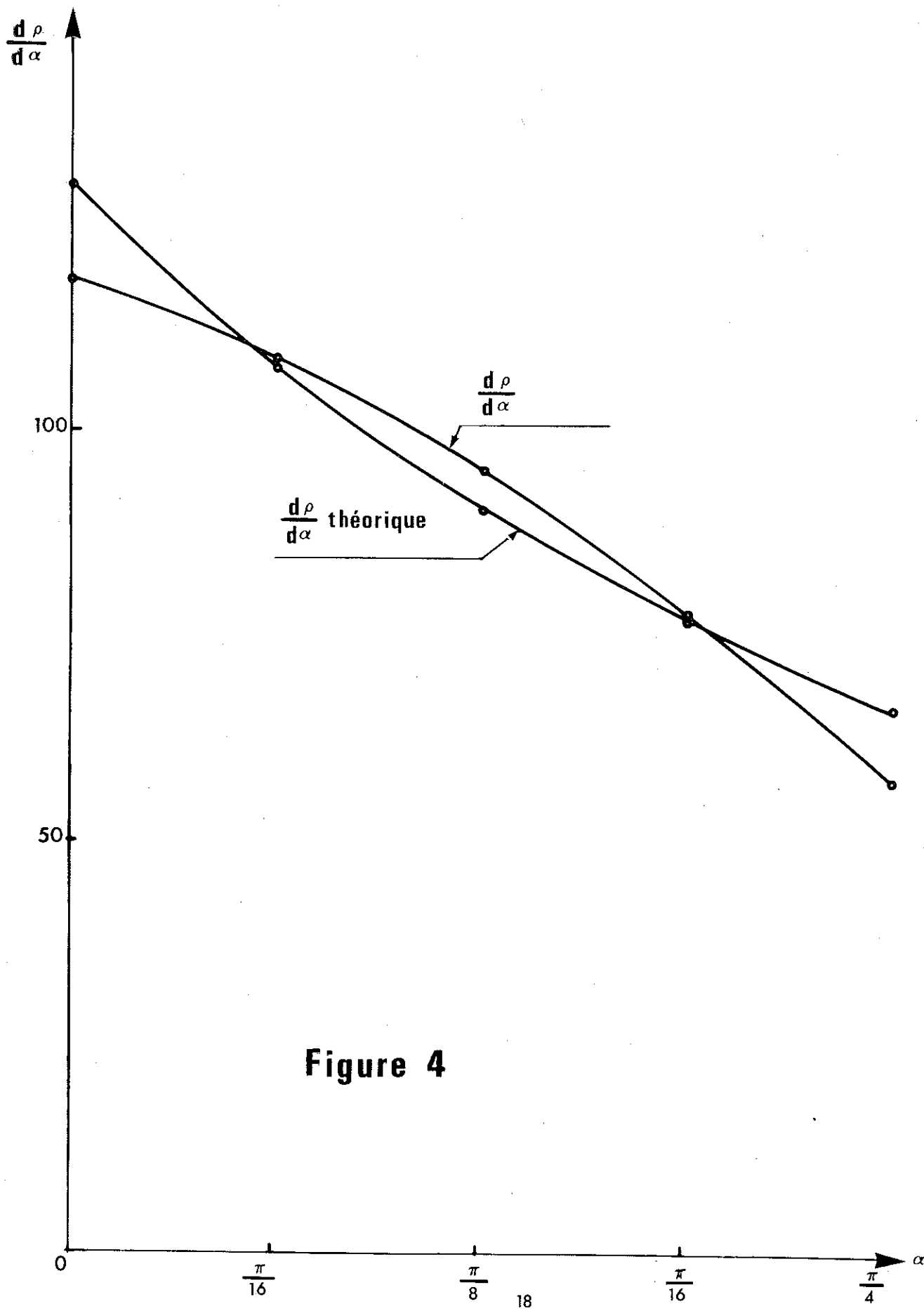


Figure 4



Le profil de la came est, en fait, une poulie excentrique. Nous pouvons raisonner sur la projection sur un plan parallèle à sa section droite.

Si on découpe le cercle symétriquement par rapport à la droite qui joint son centre au centre de rotation, on s'assure que le centre de gravité sera situé sur cette droite, c'est-à-dire sur la droite Oy de la figure 5.

AB étant l'arc utile de came, on peut déterminer OH = h, tel que la surface ABCC'B'A' ait son centre de gravité en G, centre de rotation.

En effet, on connaît :  $\beta$  puisque  $\text{tg } \beta = y_o/x_o$

$$\text{et } \gamma = \beta - \frac{\pi}{4}$$

On connaît également :  $y_G = OG = \frac{y_o}{\sin \beta}$

Posons OH' = h' CC' = c' S = aire du secteur CPC'

AA' = c S' = aire du secteur APA'

Pour que le centre de gravité soit en G, il faut :

$$y_G = \frac{c'^3 - c^3}{12(S - S')}$$

ou encore :  $12 S y_G - c'^3 = 12 S' y_G - c^3$

puisque :  $S = R^2 \left( \delta - \frac{1}{2} \sin 2\delta \right)$   $S' = R^2 \left( \gamma - \frac{1}{2} \sin 2\gamma \right)$

$$c = 2 R \sin \gamma \quad c' = 2 R \sin \delta$$

On a :

$$3 \left( \delta - \frac{1}{2} \sin 2\delta \right) y_G - 2 R \sin^3 \delta = 3 \left( \gamma - \frac{1}{2} \sin 2\gamma \right) y_G - 2 R \sin^3 \gamma$$

On sait calculer le deuxième membre où tous les termes sont connus.

Soit A sa valeur. On trouve :  $A = -31,386$

Par ailleurs, on a  $\delta \neq \frac{\pi}{2}$

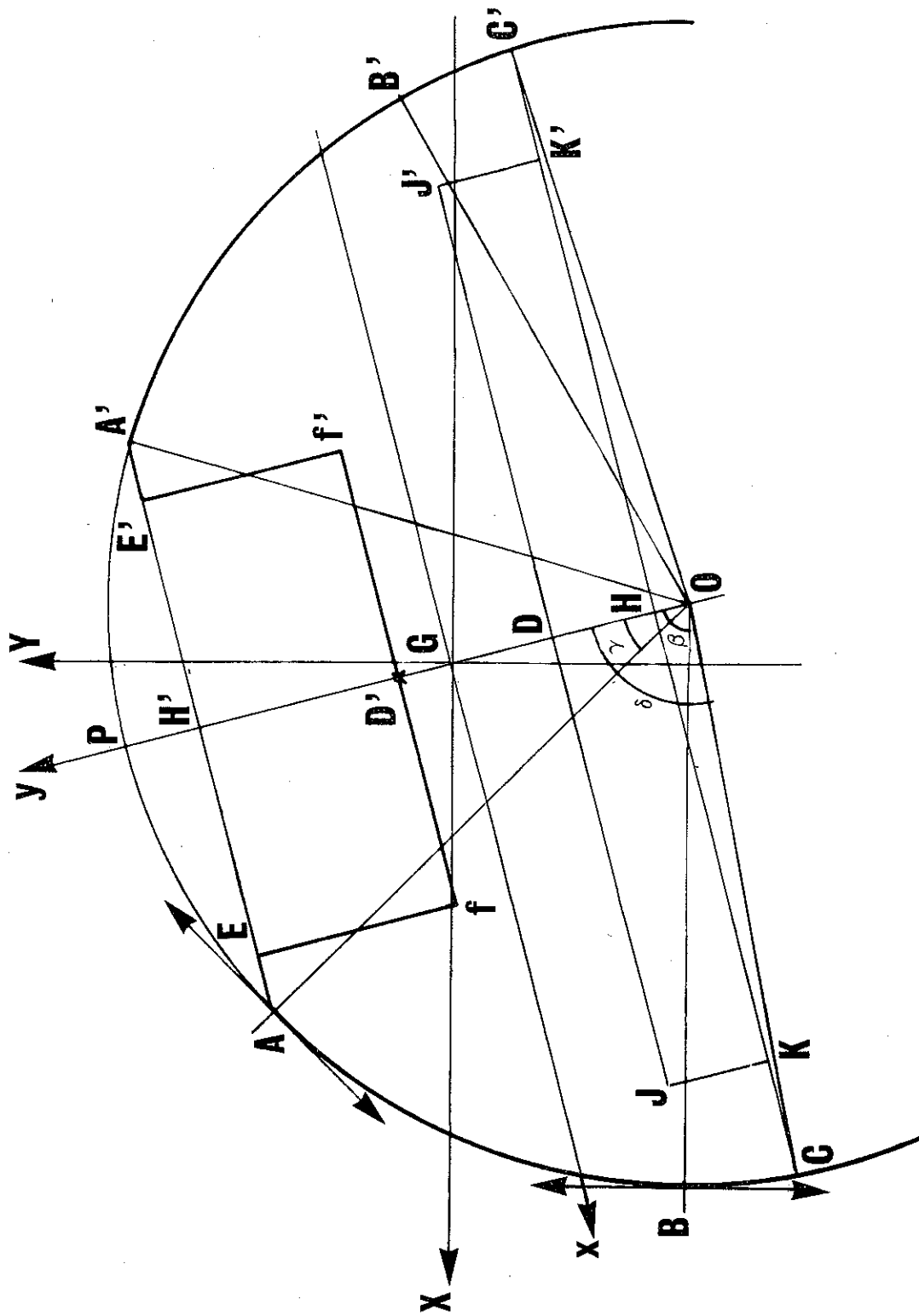


Figure 5

On peut poser  $\delta = \frac{\pi}{2} - \mu$  avec  $\mu \neq 0$

Il vient :  $3 \left( \frac{\pi}{2} - \mu - \frac{1}{2} \sin 2\mu \right) \gamma_G - 2 R \cos^3 \mu = A$

On peut alors faire une approximation :

$$3 \gamma_G \left( \frac{\pi}{2} - 2\mu \right) - 2 R = A$$

d'où on tire une valeur approchée  $\mu_1$  à laquelle correspond  $\delta_1$ . En utilisant alors la méthode de Newton qui donne une valeur plus approchée :

$$\delta_2 = \delta_1 - \frac{F(\delta_1)}{F'(\delta_1)}$$

On trouve tous calculs faits :

$$\delta_2 = 1,5249 \text{ radians}$$

En portant cette valeur dans le premier membre de l'équation à résoudre, on trouve  $-31,36$  au lieu de la valeur  $A = -31,386$ , ce qui représente une erreur de 0,1 %. La précision est largement suffisante.

On trouve alors  $h = 13,39 \text{ mm}$

Par ailleurs :  $h' = 258,69 \text{ mm}$

Afin d'alléger la came, nous avons entaillé les deux rectangles  $EE' F'F$  et  $JJ' K'K$ . Pour ne pas modifier la position du centre de gravité, il suffit que le centre de gravité de l'ensemble de ces deux rectangles soit confondu avec  $G$ . Le moyen le plus simple pour y parvenir consiste à prendre des rectangles de surfaces égales et dont les centres de gravité sont symétriques par rapport à  $G$ .

Un calcul de R.d.M. classique, et que nous ne reprendrons donc pas, nous a imposé  $GD' = 30 \text{ mm}$ . Ce qui nous a donné  $OD = 69,98 \text{ mm}$ . Enfin, la valeur arbitraire  $EE' = 220 \text{ mm}$  nous a donné  $JJ' = 406,9 \text{ mm}$  par la condition d'égalité des deux surfaces.

## f-axe de rotation

Nous avons réalisé l'axe de rotation au moyen d'un roulement à billes, monté selon les règles de l'ajustage dans nos conditions d'emploi, et d'un arbre fixe.

Il faut s'assurer que cet arbre, lorsqu'il sera chargé au maximum, ne prendra pas une flèche trop grande, qui introduirait une erreur dans le fonctionnement de la came.

La charge maximum à supporter sera, au voisinage de la rupture :  
 les poids : 60 kg  
 la réaction d'éprouvette : 300 kg  
 la came complète : env. 3 kg

Soit, un effort ne dépassant jamais 400 kg.

En prenant une longueur d'arbre  $l = 80$  mm on a le moment fléchissant :

$$M_f = \frac{400}{2} \times 40 = 8.000$$

L'équation d'équarissage :

$$l/v > M_f / R_e \text{ donne } l/v > 400$$

$$\text{ou encore, puisque } l/v = \pi R^3 / 4 \quad R > 8 \text{ mm}$$

Nous avons donc pris pour diamètre de l'arbre  $\theta = 16$  mm

La flèche est  $f_{\max} = Ql^3 / 48 EI$ , soit ici :  $f_{\max} = 0,066$  mm

Ceci est négligeable, lorsque au voisinage de la rupture, la déformation de l'éprouvette est de 40 %, c'est-à-dire de 40 mm.

## g-poulie transmettant l'effort à l'éprouvette

Afin que la came et la poulie ne travaillent pas en porte à faux, cette dernière est en fait constituée de deux parties placées symétriquement de chaque côté de la came. Leur centrage par rapport à la came a été assuré par 2 ajustages circulaires emboîtés, et leur serrage, par trois boulons placés au sommet d'un triangle équilatéral, de façon à ne pas détruire l'équilibrage.

## h-transmission des efforts. Bandes de traction

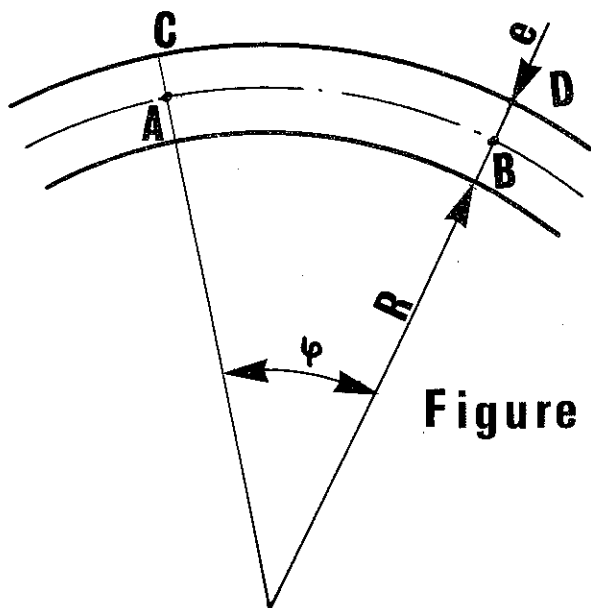


Figure 6

Pour transmettre les efforts de façon précise, nous avons utilisé des bandes de traction en feillard, s'enroulant sur la tranche rectifiée de la came et des poulies. Soit  $e$  l'épaisseur de la bande de traction.

La ligne neutre AB ne subit pas de déformation du fait de la courbure. Elle en subit une, du fait de la traction sur l'éprouvette.

Soit  $x$  l'allongement de  $\widehat{A_0B_0} = l$  sous l'effet de la traction.

Il vient :  $\widehat{AB} = l + xl$

Sous l'effet de la courbure, on a :

$$\widehat{CD} = \widehat{AB} + y \widehat{AB} = (1 + xl) + (1 + xl)y$$

$$\widehat{CD} = l + l(x + y) + lxy$$

$$\widehat{CD} = l + l(x + y), \text{ car le terme } lxy \text{ est négligeable.}$$

Il faut que  $(x + y)$  soit inférieur à la déformation élastique maximum.

$$\text{On a } y = \frac{\widehat{CD} - \widehat{AB}}{\widehat{AB}} = \frac{\varphi(R + e) - \varphi(R + \frac{e}{2})}{\varphi(R + \frac{e}{2})} = \frac{\frac{e}{2}}{R + \frac{e}{2}} \sim \frac{e}{2R}$$

Par ailleurs :  $x + y \leq a_e$  avec  $a_e = R_e/E$

A cette condition, il faut en ajouter une autre : en effet, la réaction de la bande de traction, due à sa courbure, doit être négligeable.

Le moment fléchissant nécessaire pour donner à la lame la courbure  $R$  est

$$M_f = EI/R \quad \text{avec } I = de^3/12$$

La réaction de la lame est alors :  $\omega = M_f/R$

En utilisant la relation :  $x = F/de$  de  $E$

la première condition s'écrit :

$$de \geq F.2R/(2RR_e - eE)$$

la deuxième condition est que

$$\omega = E e^2 (de)/12 R^2 \text{ doit être minimale.}$$

Ceci sera réalisé lorsque les quantités  $E$ ,  $e$  et  $(de)$  seront minimales, et  $R$  maximum.

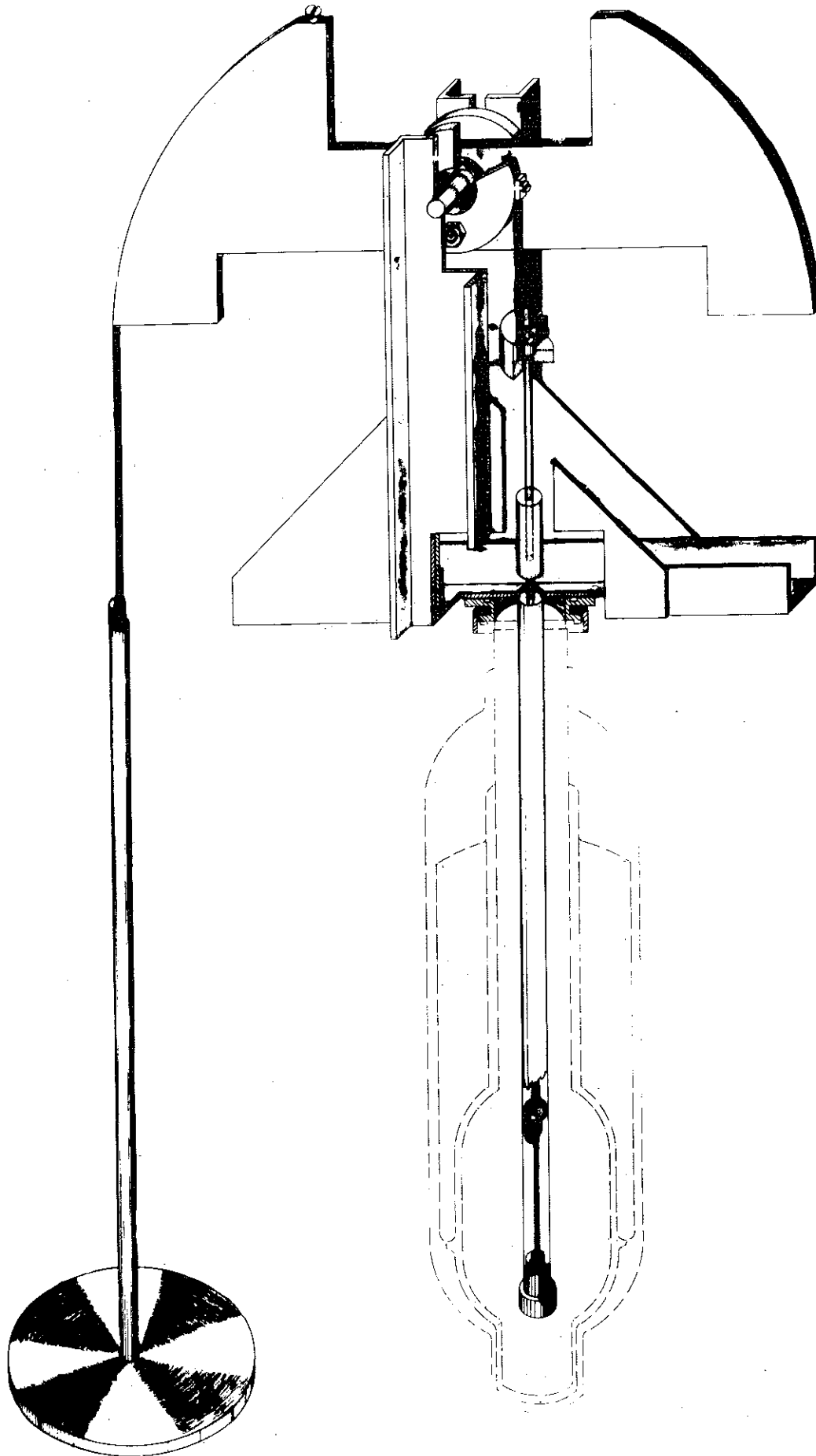
Les deux conditions  $E$  et  $e$  minimum nous ont conduit à utiliser du bronze phosphoreux dit "écroui-ressort", pour lequel :

$$R_e = 100 \text{ kg/mm}^2$$

$$E = 12.000 \text{ kg/mm}^2$$

$$\text{d'où : } a_e = 0,8 \%$$









## k-mesure des contraintes et des allongements

La mesure de l'angle de rotation de la poulie permet, connaissant le rayon de celle-ci, d'avoir simplement l'allongement de l'éprouvette, par la formule :

$$\Delta \ell = \alpha R_p$$

Par ailleurs, puisqu'on connaît la loi  $\rho(\alpha)$ , on peut aisément connaître la force  $F$  qui s'exerce sur l'éprouvette, si l'on connaît de plus le poids  $P$  agissant sur la came :

$$F = \frac{P \cdot \rho(\alpha)}{R_p}$$

Enfin, si  $S_0$  et  $\ell_0$  sont les dimensions initiales de l'éprouvette, on a lorsque l'allongement est  $\Delta \ell$  :

$$S = \frac{S_0 \ell_0}{\ell_0 + \Delta \ell}$$

D'où on tire la contrainte :  $\tau = F/S$

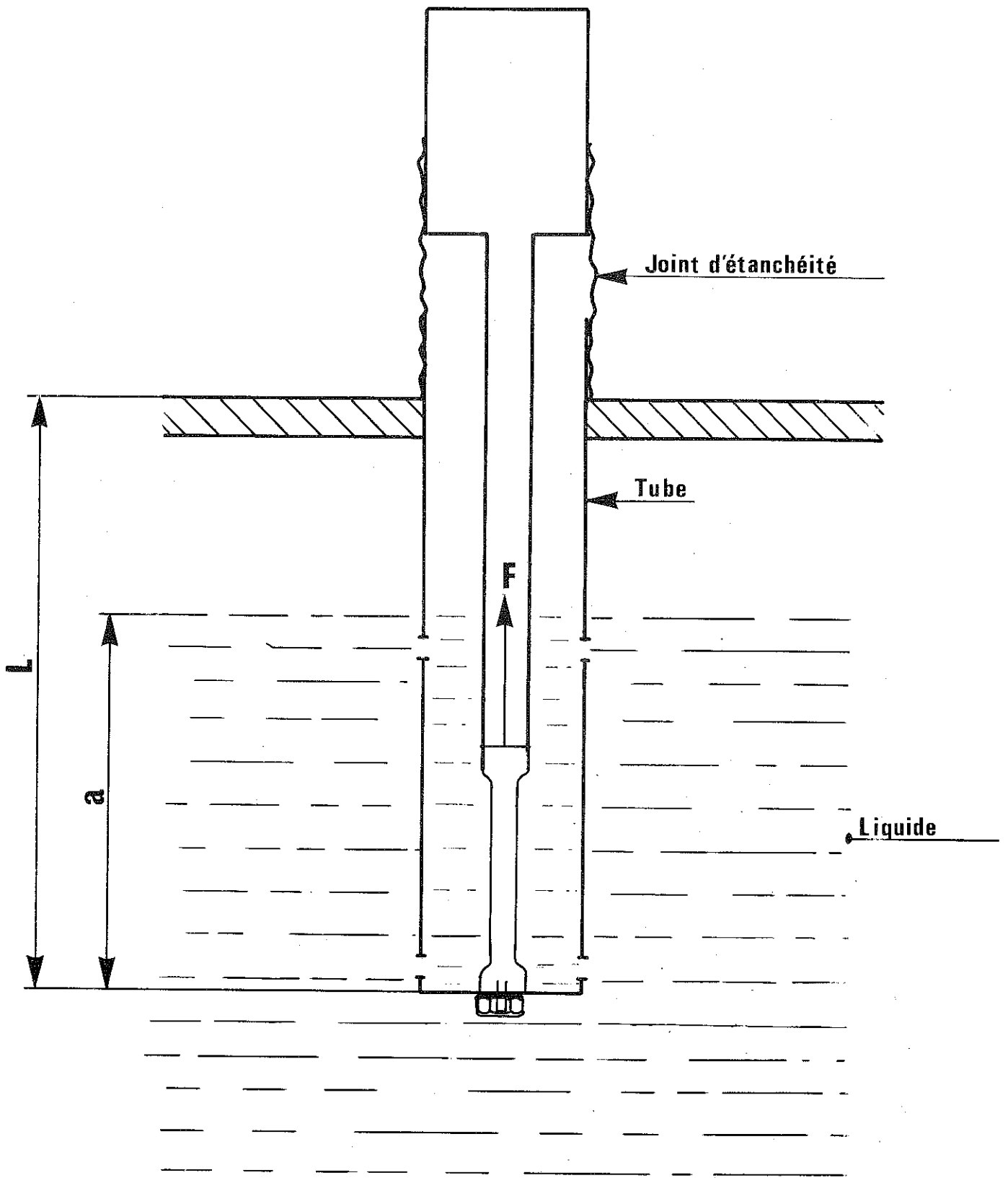
## ■ ensemble thermique

Cette partie de l'appareillage a deux fonctions essentielles : d'une part, fixer une extrémité de l'éprouvette dans le liquide réfrigérant, d'autre part, maintenir suffisamment constant, pendant toute la durée des essais, le niveau du liquide, afin que ses variations n'entraînent pas de variations dans les contractions des différentes parties de l'appareil.

## a-système de fixation de l'éprouvette

Le principe du système adopté est représenté figure 8 : un tube, au bout duquel est accrochée l'éprouvette, est solidaire d'une bride supportant le cryostat de stockage du liquide cryogénique, et se trouve ainsi plongé dans ce dernier. Une tige pénétrant à l'intérieur du tube, et traversant la bride permet d'exercer les efforts mécaniques sur l'éprouvette. L'étanchéité, nécessaire pour éviter la condensation d'eau dans le liquide, ou d'oxygène liquide dans le cas d'expériences faites avec de l'hydrogène liquide, est assurée à la traversée de la tige de traction, par un joint souple en caoutchouc.

Le tube supportant l'effort doit répondre à deux conditions opposées : être suffisamment gros et court pour résister aux efforts mécaniques, qui sont ici du flambage, et être suffisamment long et fin pour ne pas créer d'apports de chaleur trop importants dans le bain.



**Figure 8**

Nous avons donc cherché, étant donné un effort mécanique déterminé, quelles étaient les dimensions optimales à donner au tube pour que les pertes calorifiques soient les plus faibles possible.

La formule de Rankine, appliquée au cas d'un tube encastré à une extrémité, donne la force  $F$  à laquelle il peut résister sans flamber, en fonction de sa longueur  $L$ , de son diamètre moyen  $D$ , de son épaisseur  $e$  et de la résistance élastique maximum  $R$ , à la traction, du métal.

$$(1) \quad F = \frac{\pi R D e}{1 + 0,00256 \frac{L^2}{D^2}}$$

Par ailleurs, si  $a$  est la longueur de tube immergée dans le liquide réfrigérant, les pertes sont de la forme :

$$W = \mu \frac{D \cdot e}{L - a}$$

$\mu$  étant une constante qui dépend de l'écart de température, et du métal utilisé.

On peut écrire que, pour un tube résistant à un effort mécanique  $F$ , les pertes seront :

$$W = \frac{\mu F}{\pi R} \times \frac{1 + 0,00256 L^2/D^2}{L - a}$$

Pour un diamètre de tube  $D$  donné, les pertes seront minimales lorsque  $L$  sera tel que  $\frac{dw}{dL} = 0$ .

Soit tous calculs faits :

$$(2) \quad D^2 = L (L - 2 a) \times 0,00256$$

Sous réserve que la condition (2) soit satisfaite, on aura alors :

$$(3) \quad W = \frac{2 \mu F}{\pi R} \cdot \frac{1}{L - 2 a}$$

Tous les paramètres sont alors déterminés : en effet, l'équation (3) nous fixe un  $L$  aussi grand que possible. La condition (2) détermine alors  $D$ , tandis que (1) donne  $e$ .

Cependant, on ne peut prendre  $L$  arbitrairement aussi grand que l'on veut : en effet, une valeur de  $L$  très grande, quoiqu'avantageuse du point de vue pertes calorifiques, conduirait à un  $D$  très grand, et à un  $e$  très faible, ce qui donnerait un tube excessivement fragile.

Nous nous sommes donc fixé au départ une longueur  $L = 60$  cm qui correspondait à une cote d'encombrement acceptable, sous réserve que les pertes calorifiques soient suffisamment faibles.

En prenant 15 cm de longueur de tube immergée dans le liquide, l'équation (2) donne la valeur :

$$D = 2,14 \text{ cm}$$

On peut alors calculer  $e$  par la formule :

$$e = \frac{F}{\pi R D} \left( 1 + 0,00256 \frac{L^2}{D^2} \right)$$

Si l'on tient compte que l'éprouvette supportera au maximum  $300 \text{ kg/mm}^2$  pour une section qui aura diminué de 40 % cela fait une force effective maximum à supporter par le tube de : 180 kg.

On trouve alors en prenant  $R = 1000 \text{ kg/cm}^2$  :

$$e = 0,0805 \text{ cm}$$

En adoptant un tube standard en acier inoxydable, ayant les dimensions les plus voisines, ceci nous a conduit aux valeurs :

$$D = 2,1 \text{ cm} \quad e = 0,1 \text{ cm} \quad L = 60 \text{ cm}$$

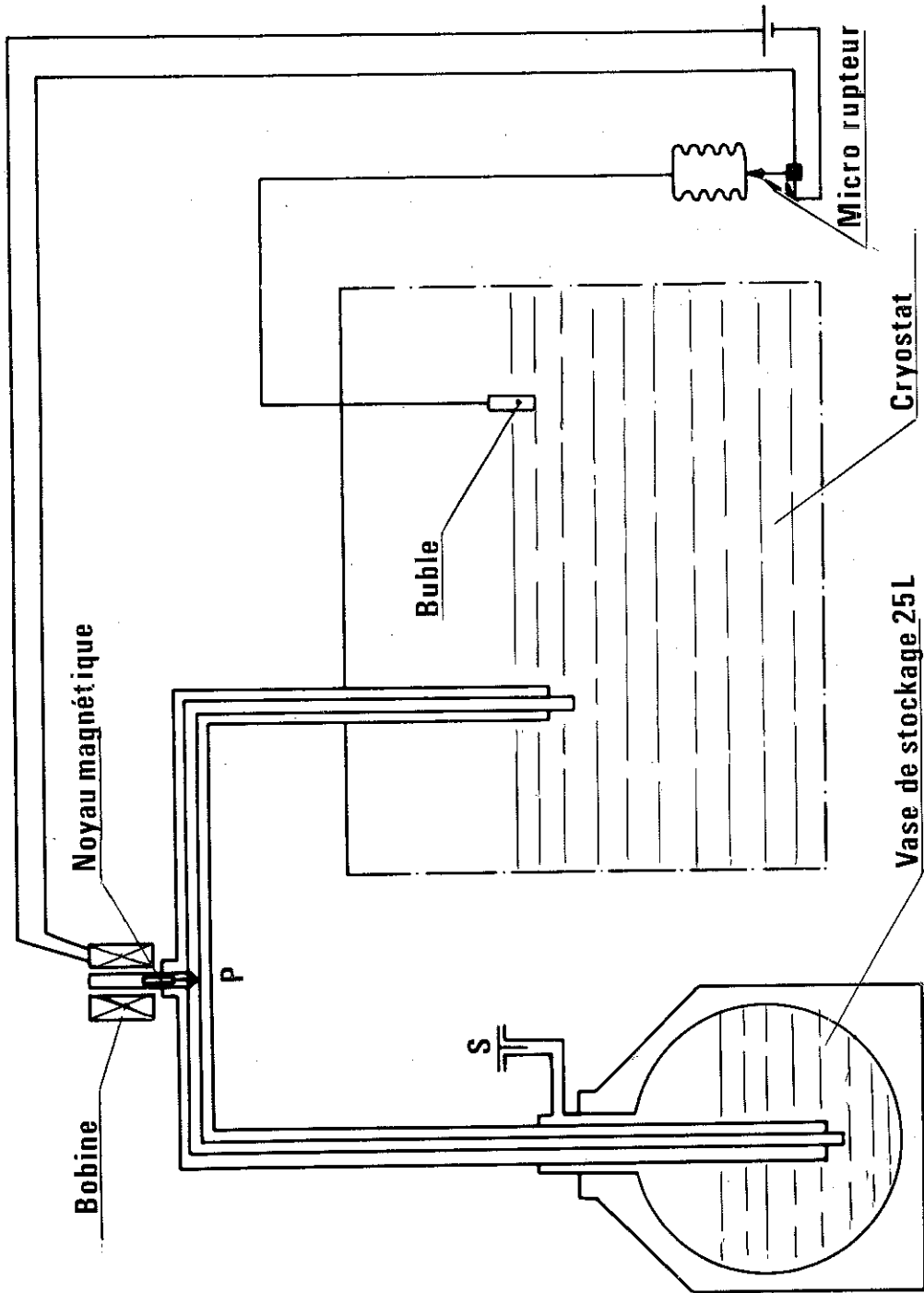
Afin d'estimer les pertes, nous avons négligé l'influence des vapeurs qui, provenant de la vaporisation du liquide, refroidissent le tube et diminuent l'énergie totale apportée dans le bain cryogénique. Les pertes réelles seront donc plus faibles que celles que nous allons calculer.

On sait (7) qu'une tige d'acier inoxydable de  $1 \text{ mm}^2$  de section transmet  $3 \cdot 10^{-2}$  Watts lorsque ses extrémités sont à  $20^\circ \text{ K}$  et  $300^\circ \text{ K}$ .

Ce qui nous donne ici :

$$W = 0,441 \text{ Watts}$$

Soit une perte journalière de 1,24 litres d'hydrogène liquide. Il faut également considérer la tige transmettant l'effort à l'éprouvette, qui introduit des pertes supplémentaires. Un diamètre de 5 mm lui permettra de résister en traction à une force de 200 kg, sans subir de déformation plastique (on admet ici  $R_e = 10 \text{ kg/mm}^2$ ). La déformation élastique relative sera alors de  $5 \cdot 10^{-4}$ . Soit pour une longueur de 500 mm une déformation totale de 0,25 mm. Le tube étant calculé pour résister au flambage, sa déformation totale sera inférieure à celle de la tige. Ceci nous assure d'une déformation totale de l'ensemble tige-tube, inférieure à 0,5 mm, que nous pourrons d'ailleurs mesurer exactement pendant les expériences, et dont nous tiendrons compte pour déterminer l'allongement exact des éprouvettes. Par ailleurs, la variation de force pendant le fluage ne dépassant pas quelques %, la variation correspondante de cette déformation élastique sera négligeable et ne modifiera pas de façon appréciable la contrainte exercée sur l'éprouvette.



**Figure 9** Schema de principe de l'alimentation automatique

La tige réalisée en acier inoxydable, introduira une perte supplémentaire de 0,37 litres, d'hydrogène liquide par jour.

Au total, on peut estimer ainsi que les pertes en hydrogène liquide seront inférieures à 1,6 litres par jour.

Ceci étant parfaitement acceptable, nous avons utilisé le tube et la tige définis plus haut.

## **b-système de régulation de niveau**

La détection du niveau de liquide se fait par un bulbe, rempli à 1,5 atm. de gaz de même nature que le liquide réfrigérant utilisé, et relié, par un capillaire à un soufflet extensible qui commande un micro-rupteur suivant un dispositif classique indiqué figure 9.

Lorsque le bulbe n'est pas froid, le soufflet gonflé par la pression ferme le circuit de la bobine, qui, en attirant le noyau magnétique, ouvre le pointeau P du syphon d'alimentation. Sous l'effet d'une légère surpression de 10 g/cm<sup>2</sup> qui est assurée dans le vase de stockage par la soupape S, il y a alors transfert de liquide du vase de stockage vers le cryostat.

Lorsque le liquide arrive au niveau du bulbe, le gaz se liquéfie dans ce dernier. La chute de pression qui en résulte dégonfle le soufflet, et provoque l'ouverture du micro-rupteur. L'alimentation en liquide du cryostat cesse alors.

## **c-performances obtenues**

Nous avons pu vérifier, en utilisant un cryostat en verre, que la variation de niveau n'excédait pas 1 cm.

Par ailleurs, quand le montage était utilisé uniquement pour des essais mécaniques, nous avons pu maintenir le niveau en hydrogène liquide pendant 8 jours à partir d'un seul vase de stockage de 25 l. Pour parvenir à ce résultat, il a été nécessaire d'utiliser du parahydrogène liquide, ce qui élimine les pertes dues à la transformation ortho para

Pour les expériences comportant des mesures magnétiques, c'est-à-dire des apports de chaleur importants par les amenées de courant, la durée a été réduite à 3 jours.

# 2

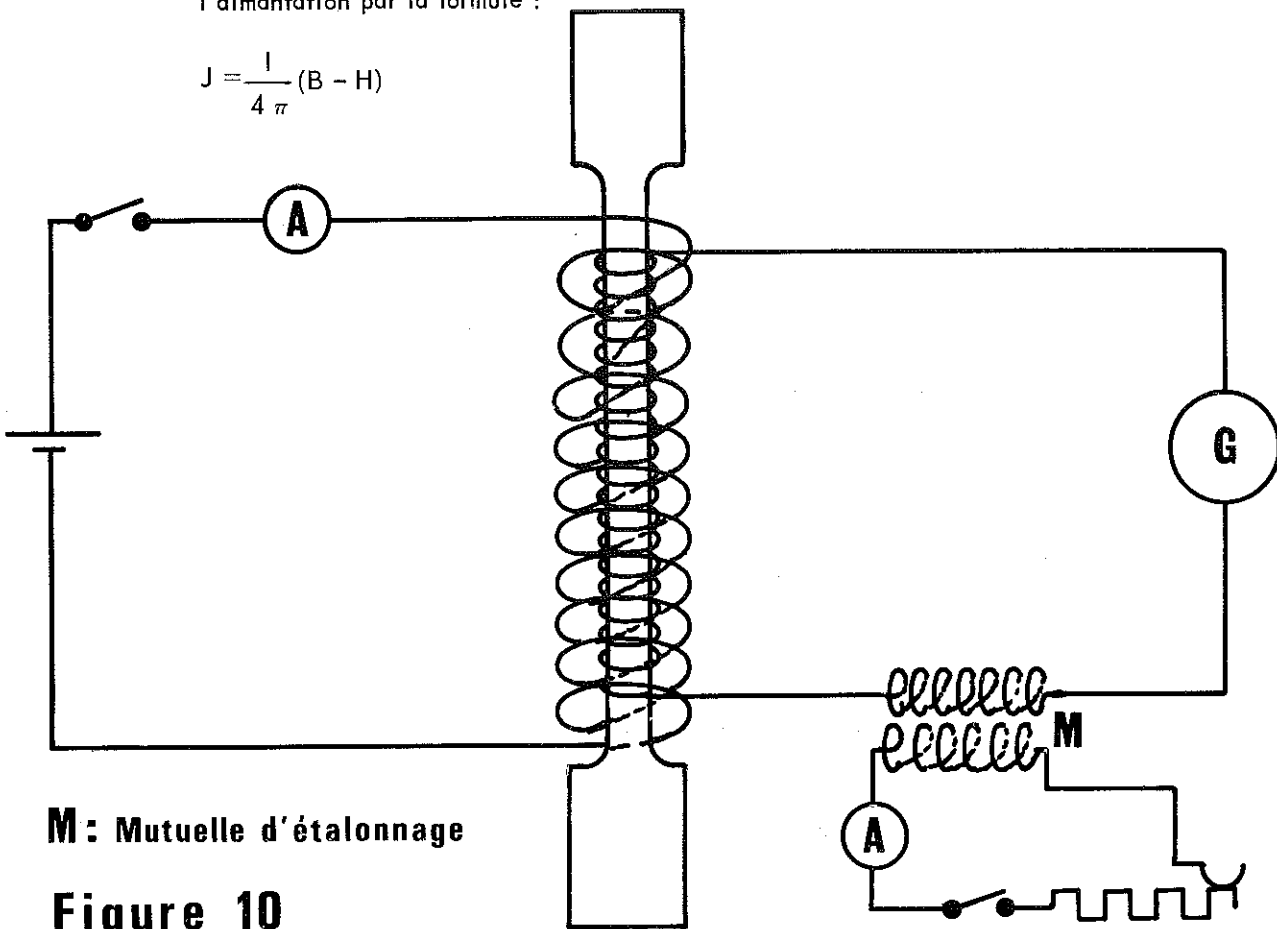
## APPAREILLAGE DE MESURE DE L'AIMANTATION

Afin de pouvoir mesurer, de façon continue, pendant la mise en charge, puis pendant le fluage, la quantité de martensite précipitée, nous avons dû adapter, à l'appareil décrit plus haut, un système de mesure d'aimantation. Ceci nous a permis, en outre, d'éviter le réchauffage de l'éprouvette avant la mesure magnétique et les transformations éventuelles qui pouvaient en résulter, tout en éliminant la dispersion expérimentale due à l'emploi de petits échantillons prélevés dans des éprouvettes différentes.

### a-principe de la mesure

Ne pouvant envisager d'obtenir directement l'intensité d'aimantation  $J$  par extraction de l'échantillon ou à l'aide de bobines parfaitement compensées, méthodes qu'il était impossible de mettre en oeuvre sur notre appareil, nous avons dû nous contenter de mesurer l'induction  $B$ , et avoir ainsi, en principe, l'aimantation par la formule :

$$J = \frac{1}{4\pi} (B - H)$$



Nous avons employé une méthode de mesure de B, voisine de la méthode classique d'Ewing.

La figure 10 donne le principe du montage réalisé.

Une bobine de mesure, reliée à un galvanomètre balistique est enroulée autour de l'éprouvette. Une deuxième bobine, servant à produire le champ magnétique est superposée à la précédente.

Lorsque l'on fait passer le courant de 0 à I dans l'enroulement primaire, le champ passe de 0 à H et l'induction de  $B_0$  à B. Il en résulte dans l'enroulement secondaire une variation de flux que l'on mesure au galvanomètre balistique.

Soit S la section de la bobine de mesure, n son nombre de spires et s la section de l'éprouvette.

$$\text{On a } \Phi = n (H S + 4 \pi J s)$$

J étant l'aimantation de l'éprouvette

$$\text{et } \Delta \Phi = \Phi - \Phi_0 = \left[ (H S + 4 \pi J s) - 4 \pi J_0 s \right] n$$

$$\text{soit } \Delta \Phi = n H S + 4 \pi n s (J - J_0)$$

Pour connaître la valeur de  $\Delta \Phi$ , on étalonne le circuit de mesure en faisant passer de 0, à I' le courant dans le primaire d'une mutuelle inductance étalonnée M, dont le secondaire est en série dans le circuit galvanométrique. Soit  $\theta_0$  la déviation du galvanomètre qui en résulte. On a alors, pour une déviation  $\theta$  :

$$\Delta \Phi = 10^8 M. I' (\theta / \theta_0) = n H S + 4 \pi n s (J - J_0)$$

dans le système d'unités pratiques

Par ailleurs, H est proportionnel au courant I dans le bobinage de champ.

On peut donc écrire :  $H = K_1 \cdot I$

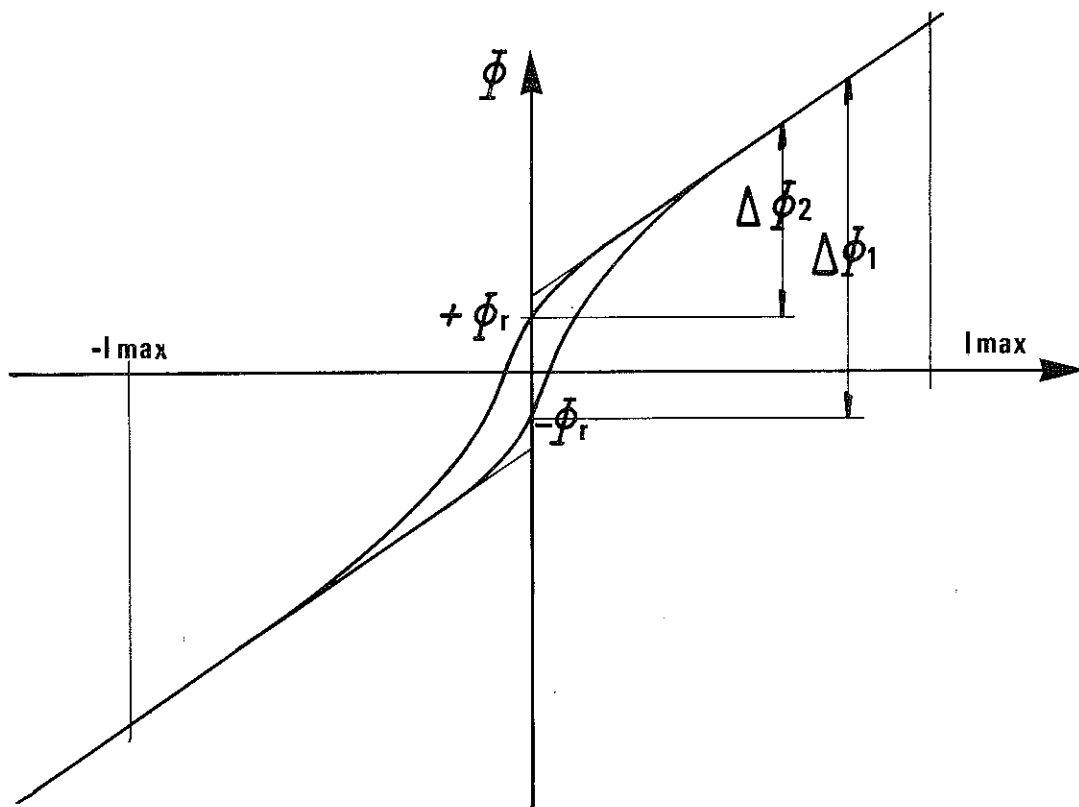
En posant  $10^8 M. I' / \theta_0 = K_G$

$$\text{On a : } \Delta \Phi = K_G \theta = n S K_1 I + 4 \pi n s (J - J_0) = K I + 4 \pi n s (J - J_0)$$

Notons que dans ce calcul, nous n'avons pas tenu compte du terme paramagnétique dû à l'austénite des éprouvettes. Nous verrons plus loin, en tenant compte des valeurs numériques obtenues que ce terme est négligeable.

La courbe  $\Phi (I)$  est représentée figure 11.





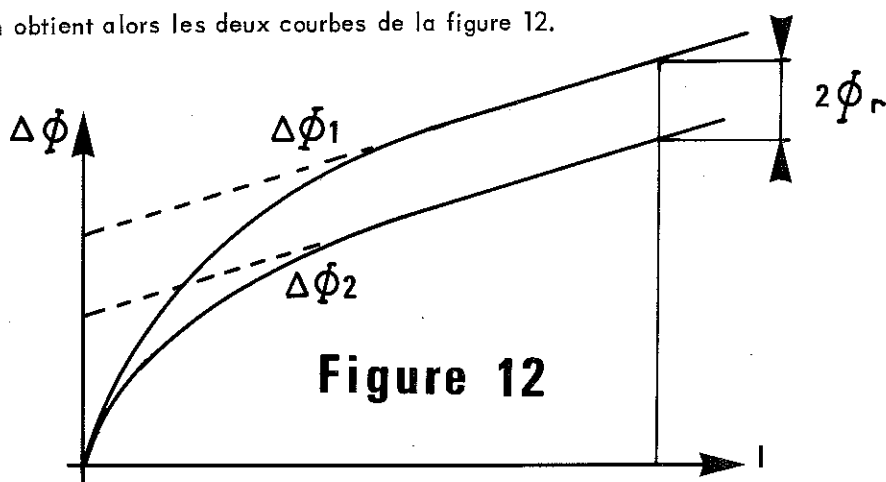
**Figure 11**

Afin de savoir à quoi correspondent les  $\Delta \Phi$  mesurés, il faut partir d'un état magnétique bien déterminé en champ nul.

Si on part de  $-\Phi_R$ , on peut déterminer point par point la quantité  $\Delta \Phi_1$ . Il suffit, avant chaque mesure de prendre la précaution de faire passer le courant  $-I_{\max}$  puis de le couper, de façon à toujours être, avant la mesure, dans le même état de rémanente inverse maximum.

En partant de  $+\Phi_R$ , on détermine point par point la quantité  $\Delta \Phi_2$ . Pour cela, il suffit après avoir saturé en  $I_{\max}$ , puis coupé le courant, de ne plus jamais l'inverser.

On obtient alors les deux courbes de la figure 12.



**Figure 12**

Pour  $I$  suffisamment grand, on a directement  $\Phi_R$  par la quantité :

$$2 \Phi_R = \Delta \Phi_1 - \Delta \Phi_2$$

On a alors  $\Phi(I)$  par les quantités :

$$\Phi_1(I) = \Delta \Phi_1 - \Phi_R$$

et :

$$\Phi_2(I) = \Delta \Phi_2 + \Phi_R$$

Mais, 
$$\Phi(I) = K I + 4 \pi n s J(I)$$

Or, on sait que pour  $I$  suffisamment grand, c'est-à-dire  $H$  suffisamment grand, on a  $J(I) = \text{Cte}$ .

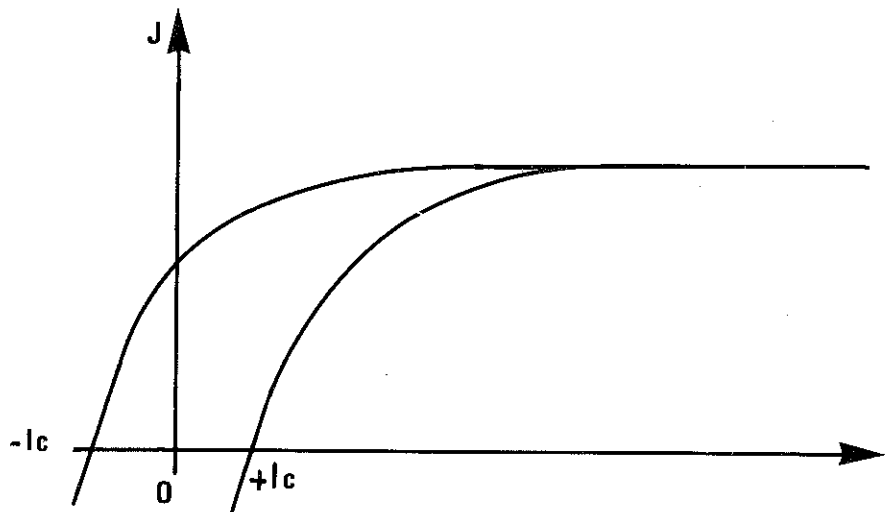
Alors : 
$$\Phi(I) = K I + \text{Cte}$$
.

Ceci permet de déterminer le terme  $K$ .

Ce terme, ne dépendant pas de l'éprouvette, mais des bobinages, on peut le déterminer une fois pour toutes lorsque l'échantillon est encore vierge d'écroissage et contient seulement 1 à 2 % de martensite. Alors le terme  $J$  est saturé pour des champs très faibles, de l'ordre de 500 oe, ce qui permet une détermination précise de  $K$ .

Ayant  $\Phi(I)$ , on peut en déduire facilement  $J(I)$ .

Si on veut déterminer le champ coercitif, on peut le faire en traçant  $J(I)$  et en prenant pour  $H_c$ , le champ qui correspond au courant donné par l'intersection de la courbe et de l'axe  $OI$ , comme indiqué figure 13.



**Figure 13**

## b-réalisation pratique

Cette méthode n'est utilisable que dans la mesure où l'on peut produire un champ magnétique suffisamment fort pour saturer la rémanente. C'est-à-dire qu'il nous fallait environ 2.000 oe.

Pour y parvenir, nous avons réalisé la bobine de champ directement sur l'éprouvette comme indiqué figure 14, ce qui permet, de l'assimiler à un solénoïde infiniment long et de connaître le champ magnétique en fonction du courant, par la formule :

$$H = 4 \pi n l / 10 L$$

Le bobinage plongeant, de plus, dans le liquide réfrigérant, il est possible de faire passer de très fortes densités de courant : 320 A dans du fil de cuivre de 12/10 de mm dans l'hydrogène liquide, et 280 A dans du fil de 15/10 de mm dans l'azote liquide, ce qui nous a donné respectivement des champs de 2.500 oe et 1.800 oe.

Nous avons vérifié, en mesurant plusieurs éprouvettes par cette méthode, puis en prélevant dans chacune un échantillon que nous avons mesuré dans un électro-aimant par une méthode d'extraction (8), que la précision obtenue sur le J à saturation était meilleure que 2 %, et celle sur les champs coercitifs meilleure que 5 %.

Le montage électrique est représenté figure 15.

## c-détermination de $J_{\infty}$

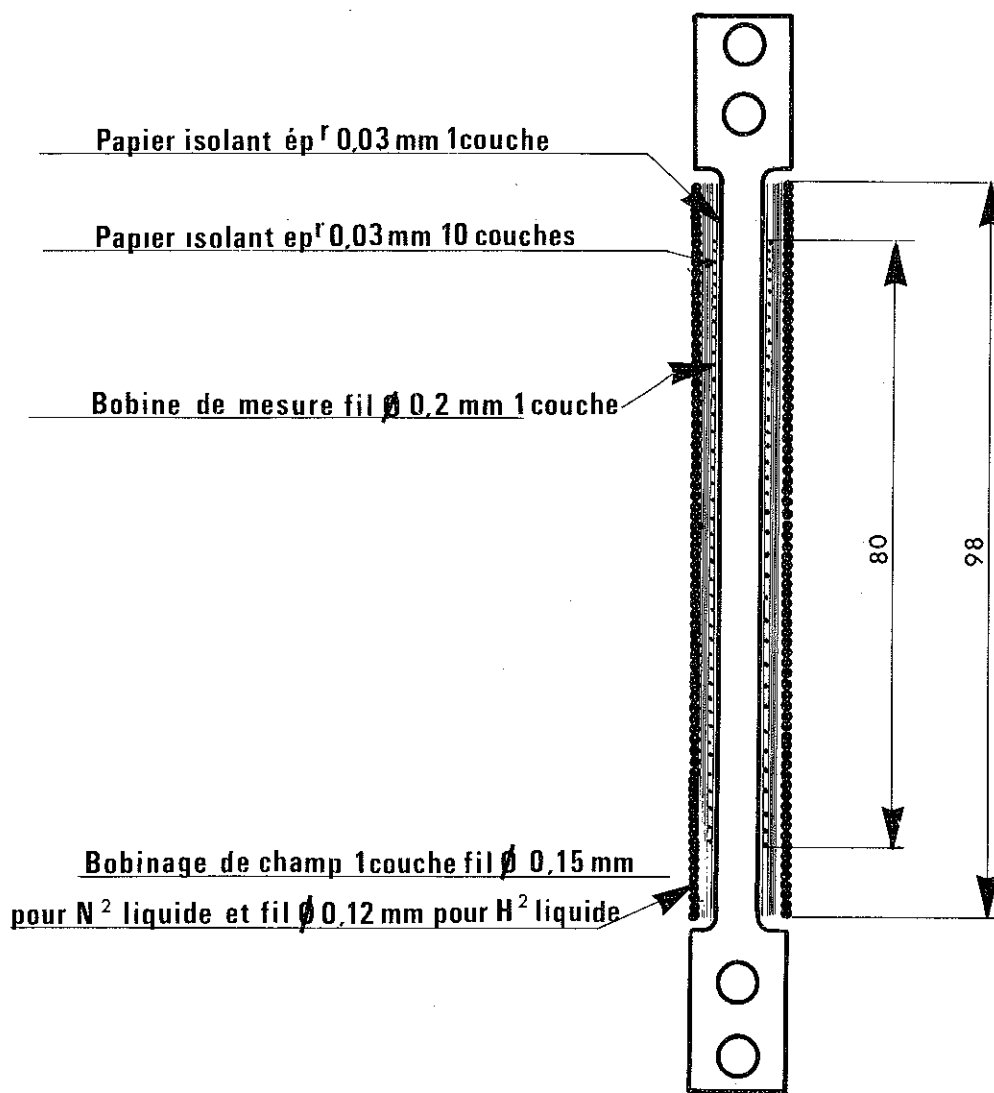
Nous avons étudié les variations de l'aimantation sous champ, ainsi que de la rémanente, en fonction du champ magnétique maximum appliqué. Si la rémanente ne varie plus de façon mesurable dès que le champ a atteint 2.000 oe, il faut par contre monter à 10.000 oe pour obtenir l'aimantation à saturation  $J_{\infty}$ . Toutefois, on sait que (19) pour un champ compris entre 1.000 et 5.000 oe, on doit avoir

$$J = J_{\infty} - \frac{K}{H}$$

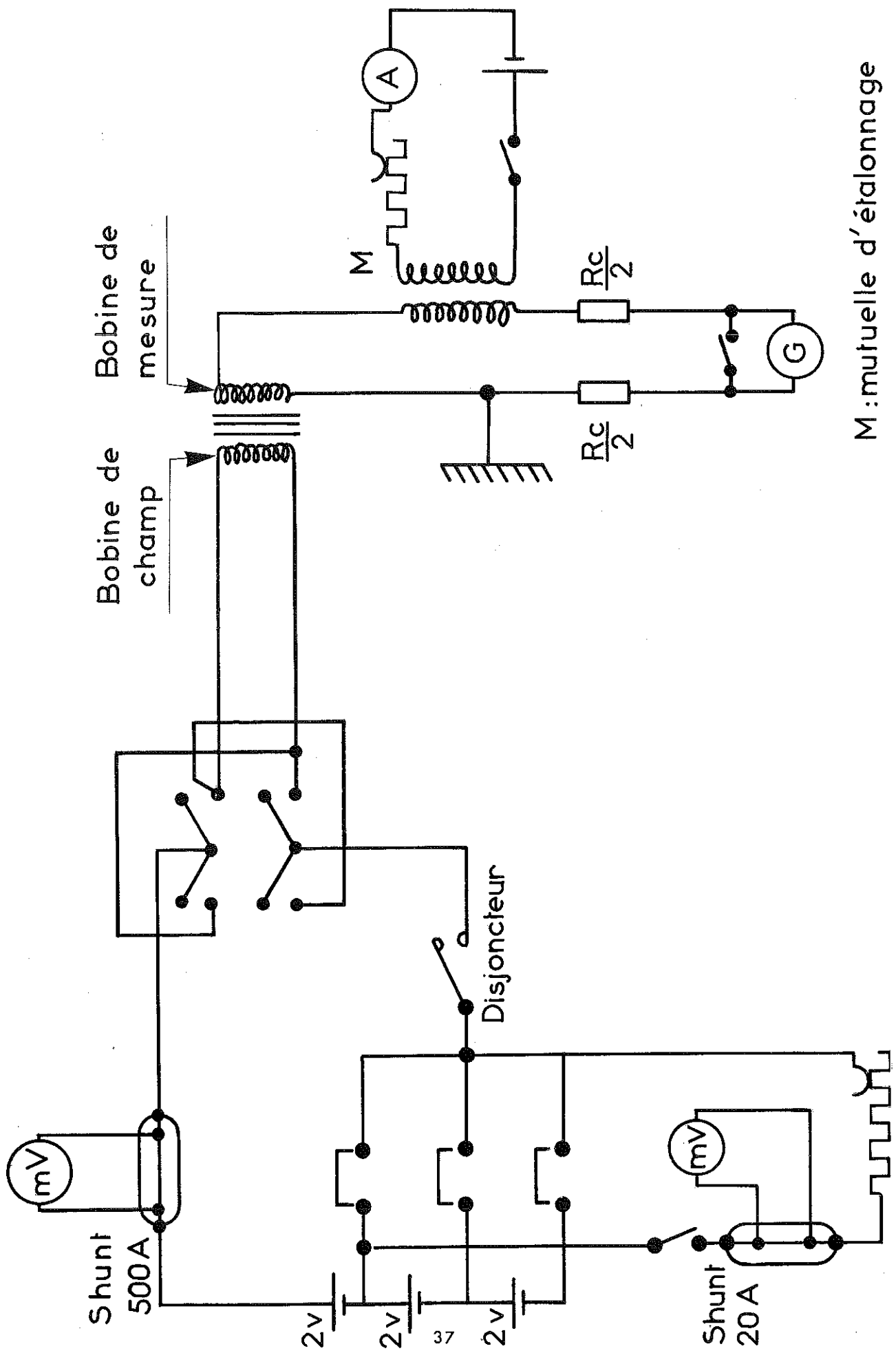
Nous avons pu vérifier cette propriété sur nos échantillons, quel que soit le taux de martensite qu'ils contenaient comme le montre la figure 16 sur 2 exemples.

On peut donc, en extrapolant la courbe  $J = f(I/H)$  tracée pour  $1.000 < H < 2.500$  connaître la valeur de  $J_{\infty}$ .

Cette méthode n'est applicable que pour les mesures faites dans l'hydrogène liquide. En effet, le champ maximum atteint dans l'azote liquide n'étant que de 1.800 oe, il n'est pas possible de faire une extrapolation valable dans l'intervalle  $1.000 < H < 1.800$ .



**Figure 14**



M : mutuelle d'étalonnage

Figure 15

## APPAREILLAGE D'AMINCISSEMENT ELECTROLYTIQUE

Pour préparer, à partir de nos éprouvettes, des lames minces qui soient observables au microscope électronique, c'est-à-dire d'une épaisseur comprise entre 100 et 300 Å, nous avons adopté la méthode d'amincissement électrolytique de Bollman (9) en utilisant un appareillage d'électrolyse analogue à celui décrit par Beauvais (10). Cet appareil est représenté figure 17. Il permet, d'une part de polir simultanément l'échantillon sur ses deux faces ; d'autre part de déplacer celui-ci horizontalement et verticalement par rapport aux électrodes, tout en faisant varier leurs distances respectives.

L'isolement des différentes parties de l'appareil qui plongent dans le bain, est réalisé au moyen de caoutchouc chloré, de même que les bords de l'échantillon sont recouverts de cette peinture afin d'éviter les effets de bords qui modifieraient le polissage.

Nous avons pu obtenir de cette façon, systématiquement, trois ou quatre échantillons observables, à partir d'un seul morceau d'éprouvette.

Le bain utilisé était un mélange de 400 parties de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  concentré commercial, pour 600 parties de  $\text{PO}_4\text{H}_3$  concentré commercial, avec une tension d'alimentation à vide de 40 V pour une surface d'échantillon de  $2 \text{ cm}^2$  avant polissage.

$$U = \int (V/H)$$

① un échantillon écroui dans  $H^2$  liquide et contenant 53% de phase  $\alpha$

② .. .. .. 14% .. .. ..

$N^2$  .. .. ..

$G$  en v.e.m/g

600

50

39

600

0

$10^{-4}$

$5 \times 10^{-4}$

$10 \times 10^{-4}$

$1/H \text{ en } \alpha^{-1}$

①

②

Figure 16

SCHEMA DE L'APPAREIL DE POLISSAGE ELECTROLYTIQUE

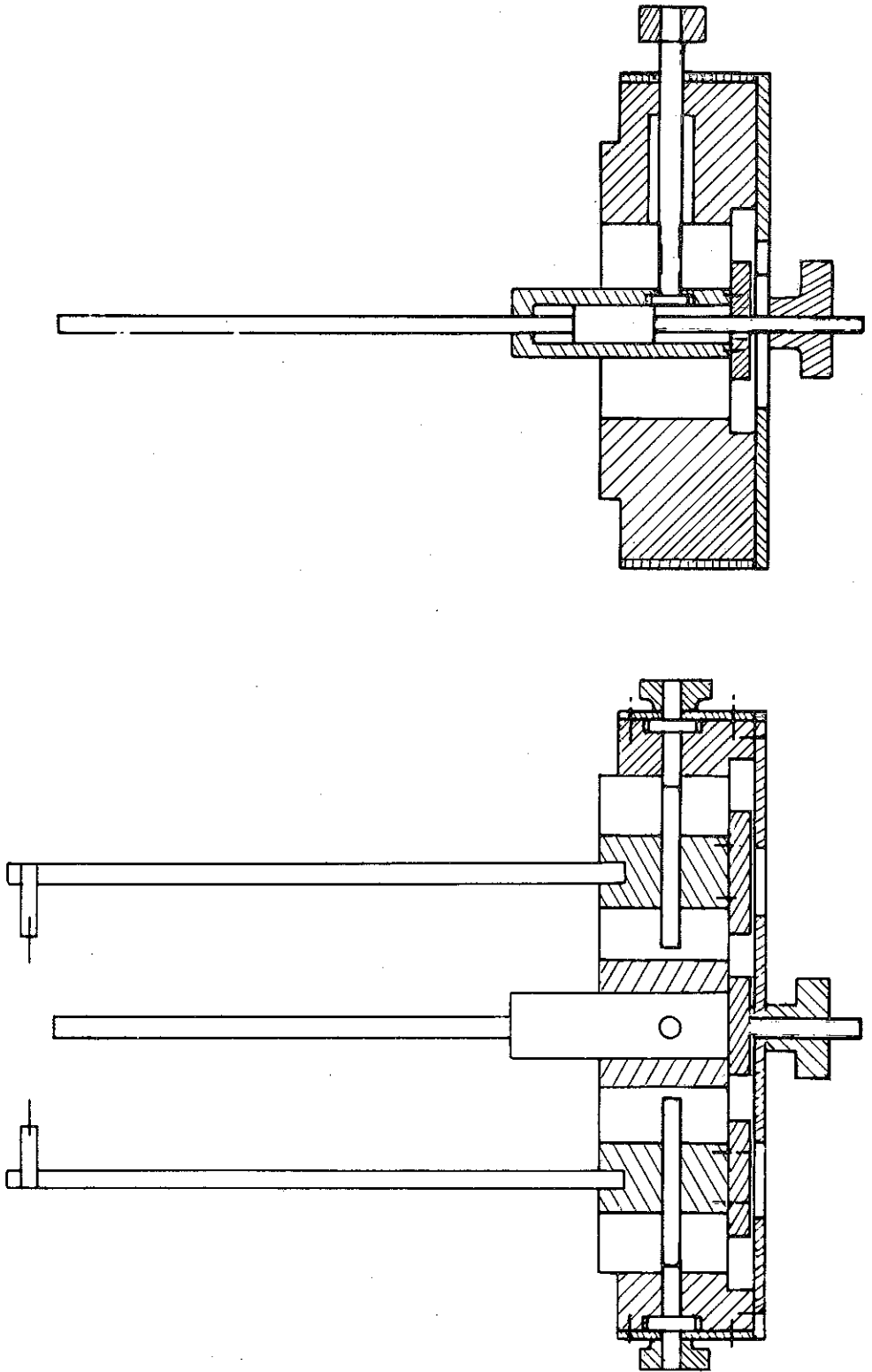


Figure 17



# MESURES PRELIMINAIRES

Avant de commencer l'étude proprement dite de la précipitation martensitique au cours du fluage, nous avons fait un certain nombre de mesures préliminaires ayant pour but de déterminer les conditions optimales de manipulation.

Ces mesures ont comporté :

- des essais pour déterminer la forme à donner aux éprouvettes
- des mesures de densité
- des essais portant sur l'influence de la vitesse de mise en charge
- des essais de détermination de la charge de rupture
- des mesures de résistivité en fonction de l'écroutissage.

## 1 DETERMINATION DE LA FORME DES EPROUVETTES

On sait que la géométrie classique des éprouvettes de traction est rendue nécessaire par le fait que le raccordement avec les mors de l'appareillage introduit des concentrations de forces dont il est impossible de s'affranchir sans cette forme particulière.

Or l'appareil de fluage décrit ci-dessus a été déterminé en supposant une déformation parfaitement uniforme et une longueur initiale  $l_0 = 100$  mm bien déterminée de l'échantillon. Ceci ne sera évidemment pas le cas pour une éprouvette à section non constante, dont seule la partie centrale se déforme uniformément.

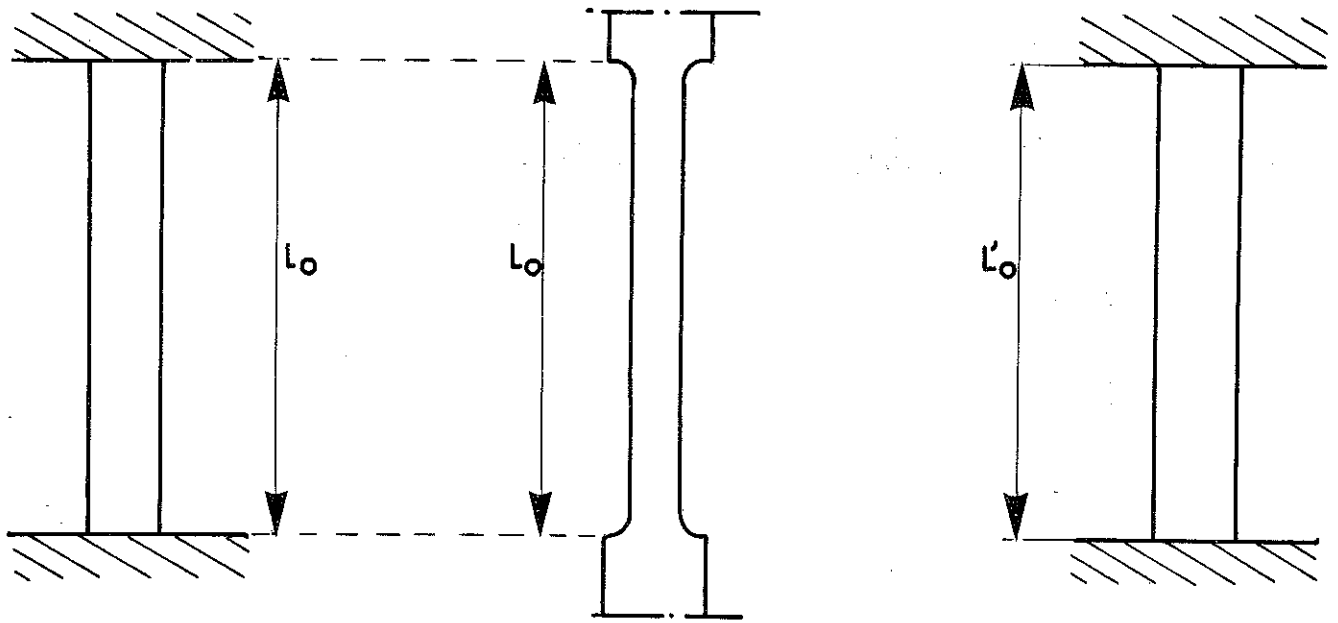
Soit  $\varepsilon_1$  cette déformation, en valeur relative, avant fluage.

Si tout se passait de façon idéale, l'éprouvette, aurait alors une longueur totale  $l_1 = l_0 + \varepsilon_1 l_0$  comme représenté fig. 18.

En fait, sa longueur véritable, qui est celle enregistrée par l'appareil, est  $l'_1$  : c'est-à-dire que tout se passe comme si la longueur initiale était non pas  $l_0$ , mais  $l'_0$  telle que :

$$l'_1 = l'_0 + \varepsilon_1 l'_0$$

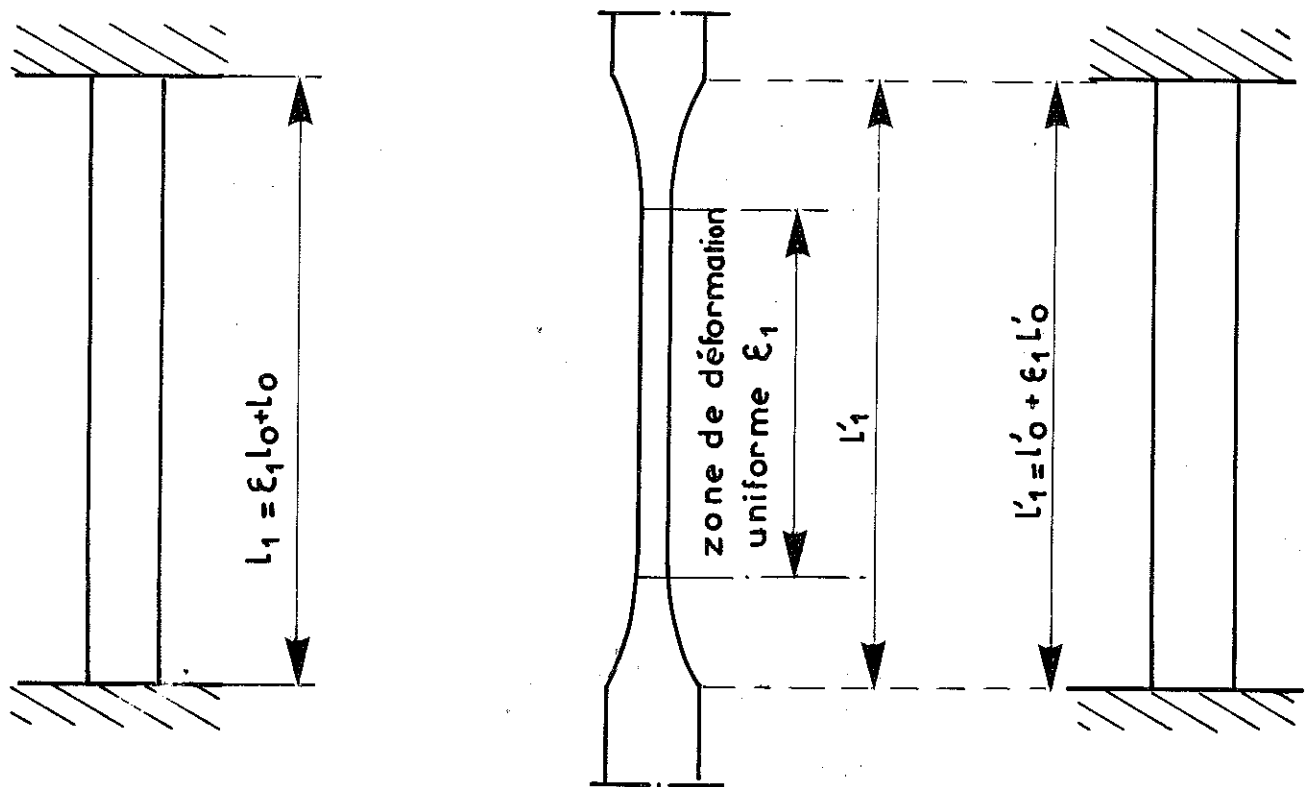
AVANT DEFORMATION



Eprouvette idéale

Eprouvette réelle

Eprouvette idéale  
*fictive*



APRES

LA

DEFORMATION

$\epsilon_1$

**Figure 18**

De plus, la force qui s'exerce sur l'éprouvette avant fluage est alors, d'après ce qui a été vu dans un chapitre précédent :

$$F'_1 = k \rho_0 \frac{l}{1 + \frac{\varepsilon_1 l'_0}{l_0}}$$

D'où une contrainte initiale :

$$\tau = F'_1 / S_1 = F'_1 l'_1 / V$$

Après fluage, on aura une déformation  $\varepsilon_2$  à laquelle devrait correspondre

$$l_2 = l_0 + \varepsilon_2 l_0$$

En fait, on aura encore :  $l'_2 = l'_0 + \varepsilon_2 l'_0$

Pour que la contrainte reste constante, il faudrait, après fluage, que la force soit  $F_2$  telle que :

$$\tau = F_2 / S_2 = F_2 l'_2 / V$$

C'est-à-dire :  $F_2 l_2 = F'_1 l_1$

$$\text{ou encore : } \frac{F_2 - F'_1}{F'_1} = \left( \frac{l_1}{l_2} - 1 \right) = \frac{l_0 + \varepsilon_1 l_0}{l_0 + \varepsilon_2 l_0} - 1$$

$$\text{soit : } \frac{\Delta F}{F'_1} = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{1 + \varepsilon_2}$$

Mais, en réalité, on aura alors :

$$F'_2 = k \rho_0 \frac{l}{1 + \frac{\varepsilon_2 l'_0}{l_0}}$$

$$\text{Soit : } \frac{\Delta F'}{F'_1} = \frac{F'_2 - F'_1}{F'_1} = \frac{\frac{l}{1 + \frac{\varepsilon_2 l'_0}{l_0}} - \frac{l}{1 + \frac{\varepsilon_1 l'_0}{l_0}}}{\frac{l}{1 + \frac{\varepsilon_1 l'_0}{l_0}}} = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{\frac{l_0}{l'_0} + \varepsilon_2}$$

$$\text{C'est-à-dire que : } \frac{\Delta F'}{\Delta F} = \frac{1 + \varepsilon_2}{\frac{l_0}{l'_0} + \varepsilon_2} = \frac{1 + \varepsilon_2}{1 + \varepsilon_2 + \frac{l_0}{l'_0} - 1}$$

$$\frac{\Delta F'}{\Delta F} = \frac{1}{\frac{\frac{l_0}{l'_0} - 1}{1 + \frac{l_0}{l'_0}} + \varepsilon_2}$$

On voit que pour un rapport  $l_0/l'_0$  donné,  $\Delta F'/\Delta F$  s'écartera d'autant plus de 1 que  $\varepsilon_2$  sera petit.

On peut donc estimer les erreurs pour  $\varepsilon_2 = 0$

$$\frac{\Delta F'}{\Delta F} = \frac{1}{1 + \frac{l_0}{l'_0} - 1} = \frac{l'_0}{l_0}$$

La valeur ainsi obtenue étant pessimiste.

Nous avons vu plus haut qu'il suffisait que la variation de force, pendant le fluage, ne s'écarte pas de plus de 10 % de la variation que l'on devrait avoir pour que la contrainte reste rigoureusement constante.

Il suffit donc que  $0,9 < \frac{l'_0}{l_0} < 1,1$

En fait,  $l'_0$  dépend de la contrainte appliquée sur l'éprouvette. Nous avons donc dû déterminer, avant toute mesure, une forme d'éprouvette qui nous garantisse, quelle que soit la contrainte, d'avoir l'inégalité écrite ci-dessus.

En utilisant l'éprouvette de la figure 7, nous avons obtenu le résultat cherché : voir figure 19.

Remarque : Afin de déterminer la déformation relative vraie  $\bar{\epsilon}$  et la quantité  $\ell'_0$ , des repères ont été tracés de cm en cm sur toutes nos éprouvettes, ce qui nous a permis, par mesure sur un banc optique de mesure, donnant le micron, de connaître la zone de déformation uniforme et  $\bar{\epsilon}$ , par mesure avant et après l'écroutissage. Ayant le  $\Delta \ell'$  final, donné par l'appareil, on en déduit :

$$\ell'_0 = \Delta \ell' / \bar{\epsilon}$$

## 2 | MESURE DE DENSITE

Nous avons supposé que lors de l'écroutissage, la densité des éprouvettes restait constante. Or, le calcul de la densité théorique, à partir des mailles mesurées aux rayons X, donne des valeurs différentes pour l'austénite et la martensite :

$$d_{\gamma} = 0,086532 \text{ atomes}/\text{\AA}^3$$

$$d_{\alpha} = 0,084364 \text{ atomes}/\text{\AA}^3$$

La différence entre ces deux valeurs est très faible en valeur relative, mais il nous fallait cependant vérifier expérimentalement que dans tous les cas, l'écroutissage n'introduisait pas de grandes variations de densité.

Nous avons donc mesuré la densité de diverses éprouvettes écrouties dans l'azote liquide et dont la teneur en martensite variait entre 0, et 90 %,

La mesure a été faite par pesées, le volume de l'échantillon étant déterminé par la poussée qu'il reçoit lorsqu'il est plongé dans de l'eau pure.

Cette eau pure a été préparée par distillation, puis bouillie pour éliminer les gaz dissous. La surface des échantillons avait été parfaitement dégraissée puis mouillée afin qu'il n'y ait pas de bulles déposées sur les parois.

Les résultats sont donnés figure 20, en fonction du taux de martensite. Les résultats correspondent bien à ce que l'on peut attendre des mesures de mailles faites aux rayons X, tenant compte de la présence d'une phase hexagonale compacte légèrement plus dense que les deux autres, dont nous signalons la mise en évidence dans un chapitre ultérieur.

Au total, on voit que la variation de densité ne dépasse pas 2 % lorsque l'on passe d'un échantillon totalement austénitique à un échantillon presque entièrement composé de martensite.

Si on ajoute que pendant le fluage, la précipitation martensitique n'augmente jamais de plus de quelque %, comme nous le verrons plus loin, il en résulte que l'erreur faite dans le fonctionnement de l'appareil, lorsque l'on admet une densité constante, est négligeable.

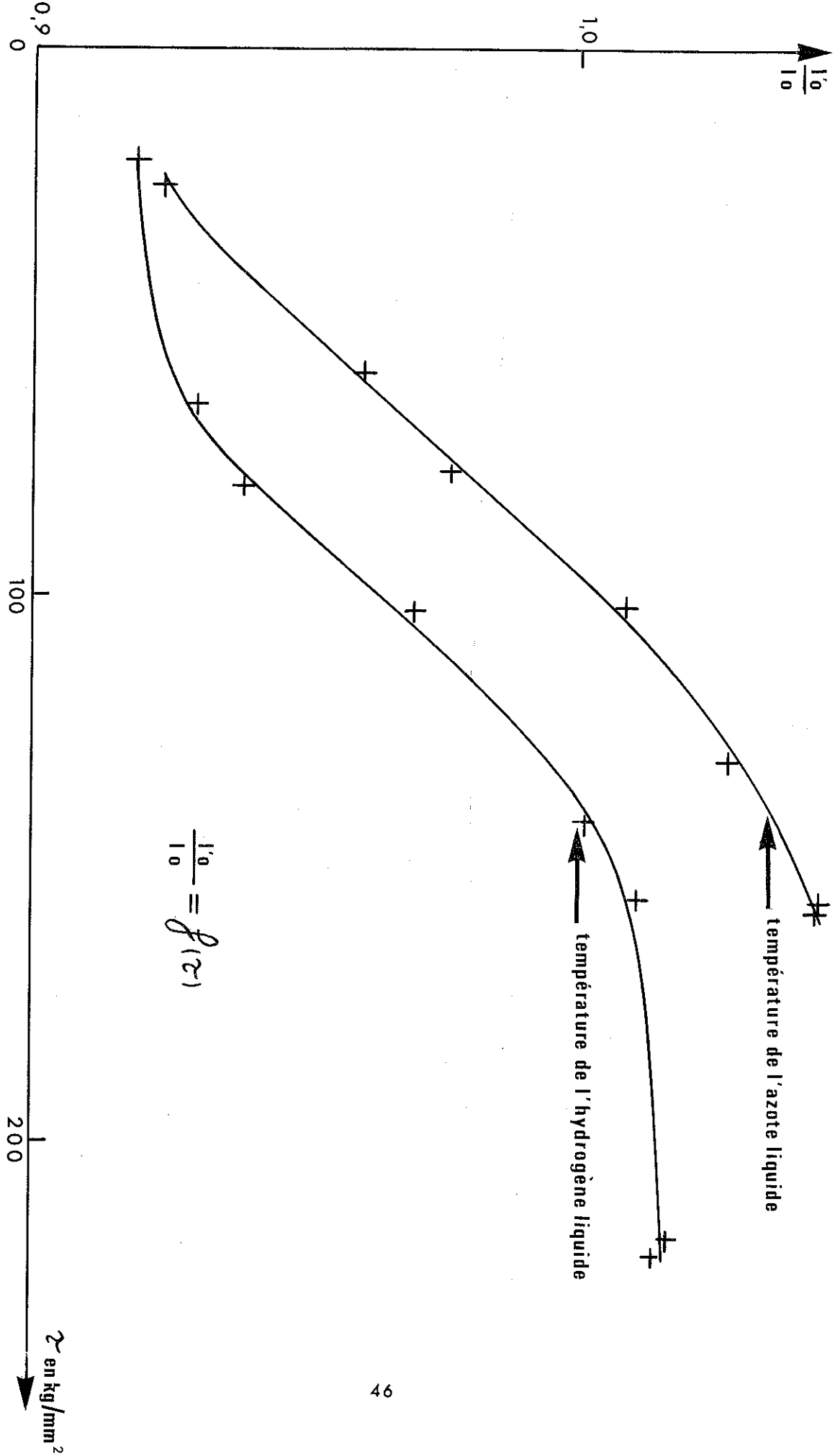


Figure 19

## INFLUENCE DE LA VITESSE DE MISE EN CHARGE

Avant toutes choses, nous nous sommes attachés à obtenir des mesures reproductibles avec une précision relative meilleure que 1 %, même si la précision absolue était plus mauvaise. Il fallait donc déterminer des conditions expérimentales qui permettent d'obtenir ce résultat.

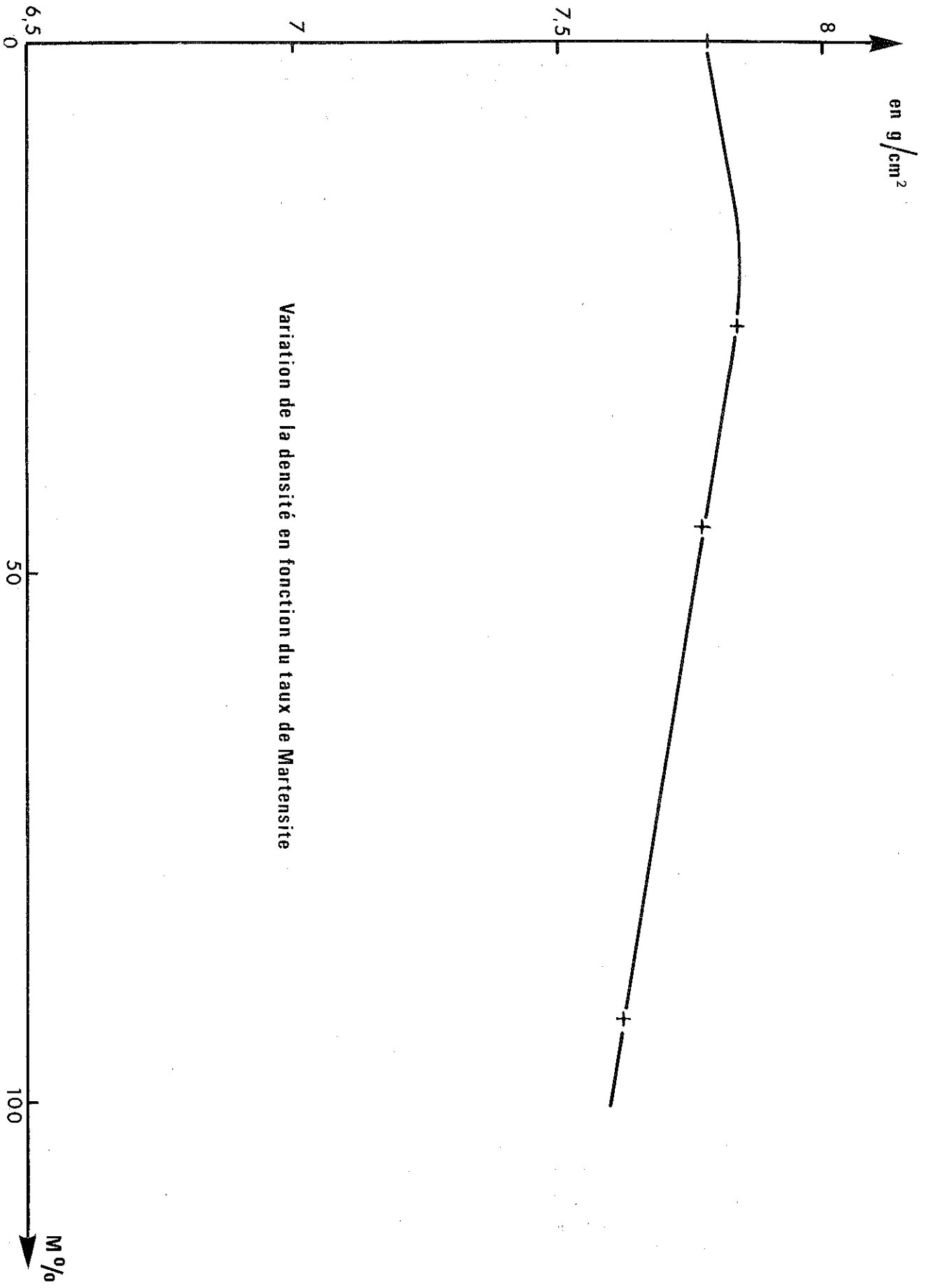
Il pouvait paraître nécessaire, à priori, d'appliquer la charge sur l'éprouvette le plus rapidement possible afin d'obtenir, dès la fin de cette opération, un échantillon dans lequel les dislocations susceptibles de se déplacer pendant le fluage n'auraient pas encore bougé. Malheureusement, il est impossible, tenant compte des exigences formulées au début de ce paragraphe, de procéder ainsi.

En effet, lors d'une mise en charge très rapide (d'une durée inférieure à la dizaine de secondes) il se produit des échauffements locaux qui provoquent une très grande inhomogénéité de la déformation (nous avons mesuré sur une éprouvette écrouie dans l'azote liquide une déformation variant de 20 à 25 % suivant les endroits). Ce phénomène est encore plus net dans l'hydrogène liquide, la chaleur spécifique étant plus faible, ou apparaissent alors, sur une même éprouvette, de nombreuses zones de striction, ce qui se traduit sur la courbe effort-déformation par la présence de nombreux "yield-point". Ceci a d'ailleurs été observé très souvent, l'échauffement ayant nettement été mis en évidence par BASINSKI (II).

Afin d'éliminer ces phénomènes, il est nécessaire de faire une mise en charge suffisamment lente pour éliminer, au fur et à mesure, la chaleur dissipée dans l'échantillon.

Par ailleurs, une mise en charge très rapide, ne peut que nuire à la reproductibilité des mesures. Il est en effet très difficile de contrôler la vitesse de mise en charge sur une durée inférieure à 10 secondes. Or cette vitesse a de grosses répercussions sur la courbe effort-déformation. On trouvera figure 21 des courbes, toutes tracées, en maintenant l'augmentation de contrainte, par unité de temps, constante. On voit que, contrairement à toute attente, dès que la contrainte dépasse 70 kg/mm<sup>2</sup>, la déformation est plus faible, à contrainte donnée, si la mise en charge a été faite lentement, que si elle a été faite rapidement.

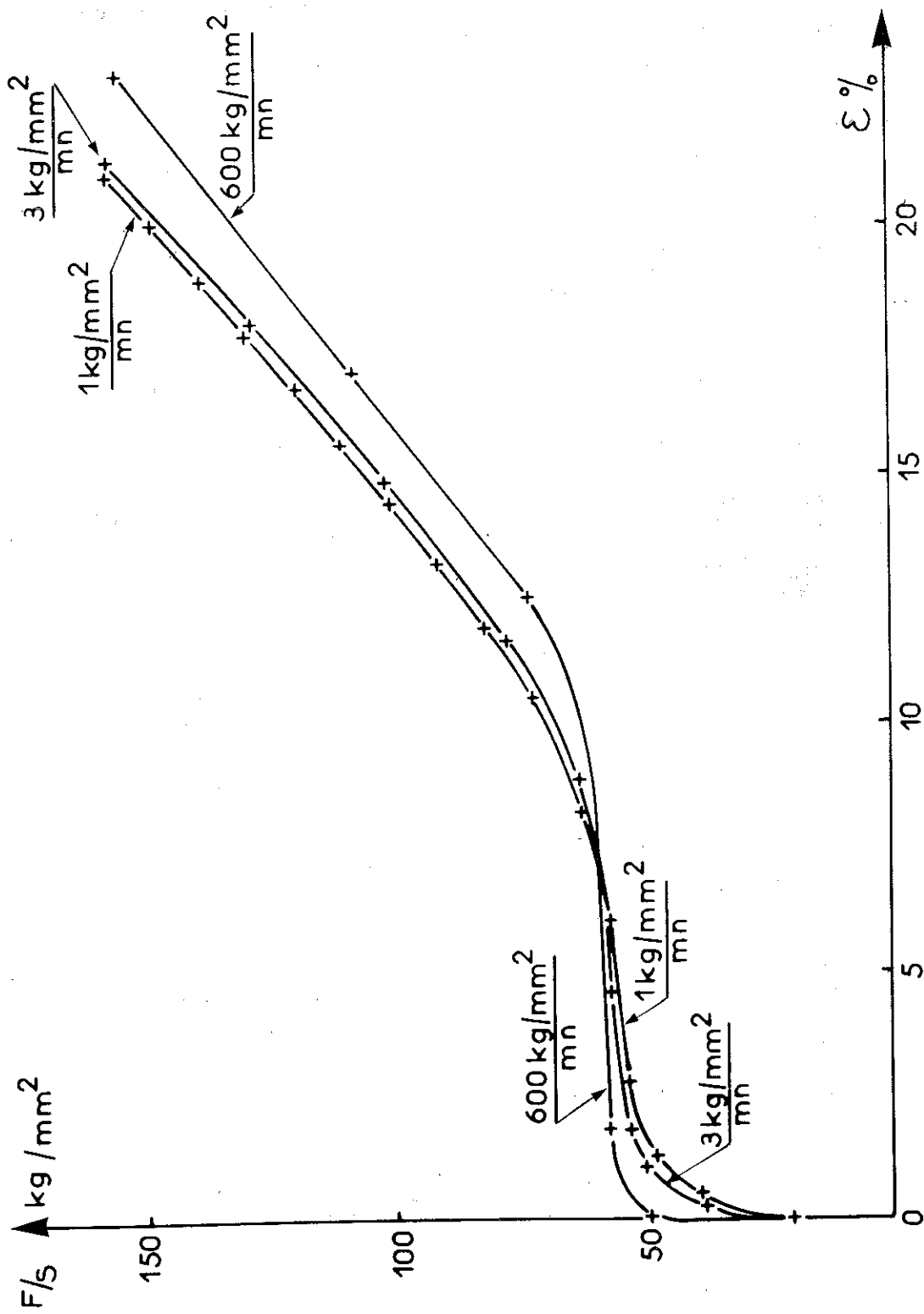
Enfin, si on veut pouvoir faire la part de la déformation due à la mise en charge, c'est-à-dire à une variation de contrainte, et de celle due au fluage, il faut connaître avec précision la longueur de l'éprouvette au temps  $t = 0$  du fluage.



Variation de la densité en fonction du taux de Martensite

Figure 20





Influence de la vitesse de mise en charge dans l'azote liquide

Figure 21

Nous avons porté figure 22, l'évolution de la déformation en fonction du temps, pour deux vitesses de mise en charge différentes.

On voit qu'il est très difficile, dans le cas où cette vitesse est très grande, de déterminer l'allongement initial avant fluage.

Si on porte  $\dot{\epsilon} = f(\text{Log } t)$  en prenant pour  $t = 0$ , l'instant où l'on arrête d'augmenter la charge, on trouve les courbes de la figure 23 qui ont été déterminées dans l'azote liquide sous une même contrainte de  $150 \text{ kg/mm}^2$ . On voit alors que les deux courbes de fluage obtenues sont de même nature, les pentes finales étant identiques, mais que dans le cas d'une mise en charge très rapide, toute la partie initiale de la courbe échappe aux mesures. Les deux courbes, dans ce système de coordonnées, sont simplement décalées dans le temps.

Pour ces raisons, nous avons systématiquement effectué les mises en charge à des vitesses pas trop grandes qui nous ont permis, à la précision des mesures près, d'obtenir des résultats parfaitement reproductibles.

## 4

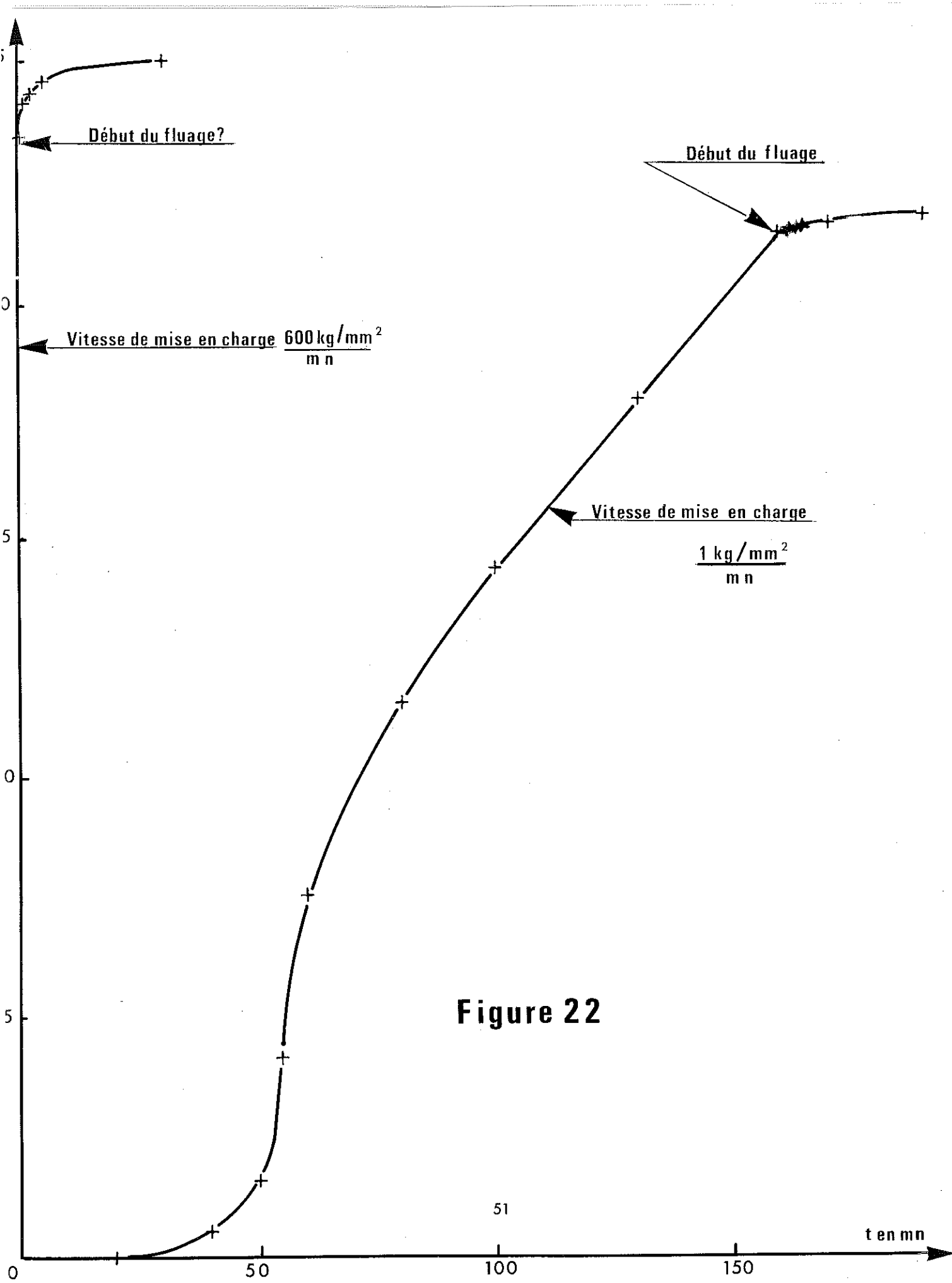
# DETERMINATION DE LA CHARGE DE RUPTURE

Notre appareil n'étant pas conçu pour travailler jusqu'à la rupture, puisqu'alors apparaissent des strictionnements qui rendent illusoire notre calcul de la came, il a fallu déterminer au départ, les contraintes provoquant la rupture afin de pouvoir toujours rester, ensuite, en dessous de ces valeurs.

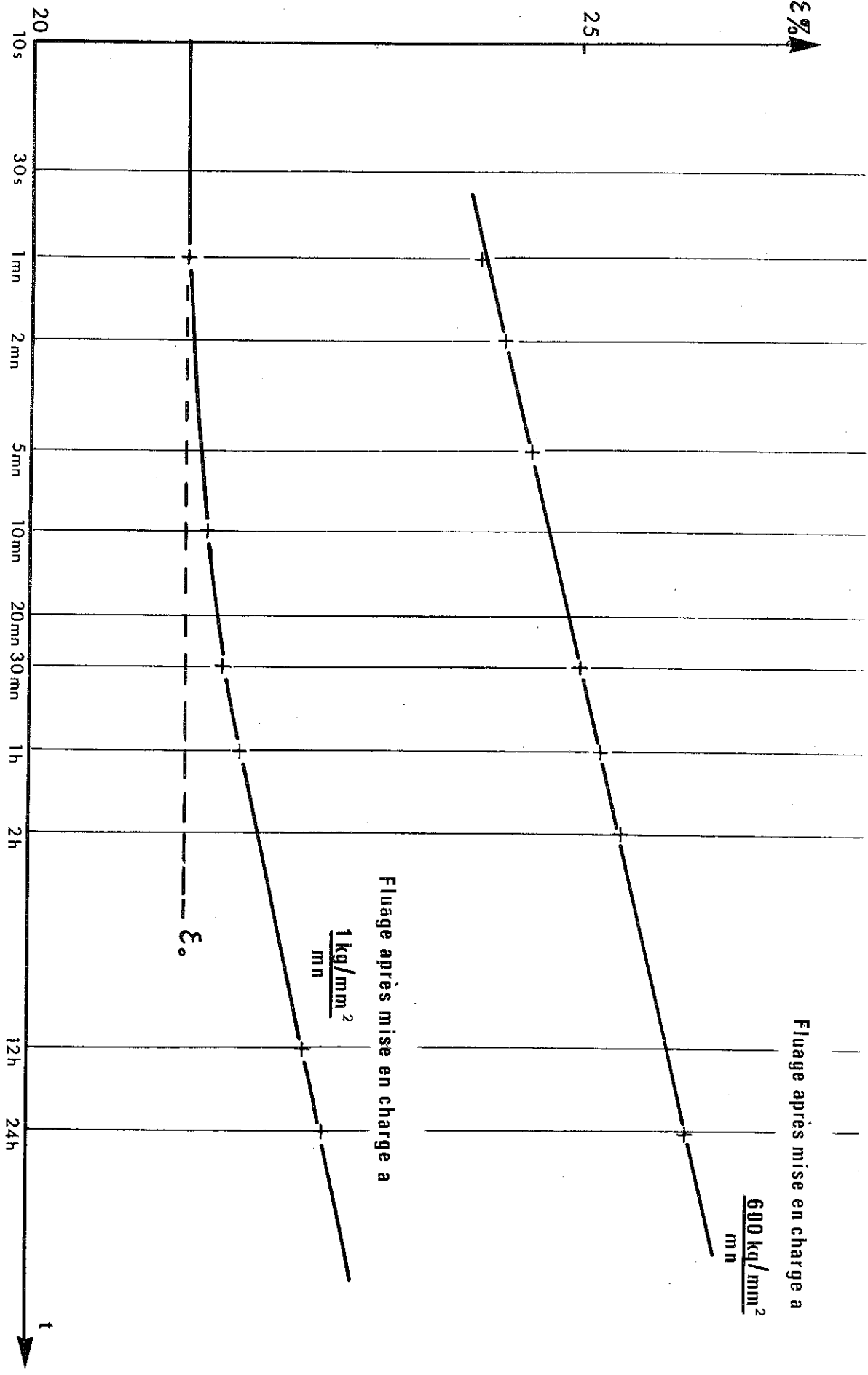
Dans l'azote liquide, nous avons trouvé une contrainte de rupture oscillant entre  $170$  et  $190 \text{ kg/mm}^2$  suivant les éprouvettes, la vitesse de mise en charge n'intervenant pratiquement pas dans ces valeurs.

Dans l'hydrogène liquide, par contre, nous avons trouvé une contrainte de rupture de  $150 \text{ kg/mm}^2$  avec une vitesse de mise en charge de  $600 \frac{\text{kg/mm}^2}{\text{mn}}$ , alors qu'elle passe à des valeurs oscillant entre  $230$  et  $250 \text{ kg/mm}^2$  pour des mises en charge faites à des vitesses inférieures à  $10 \frac{\text{kg/mm}^2}{\text{mn}}$ .

On constate, encore ici, l'influence très marquée dans l'hydrogène liquide de l'échauffement de l'éprouvette dû à une mise en charge trop rapide.



**Figure 22**



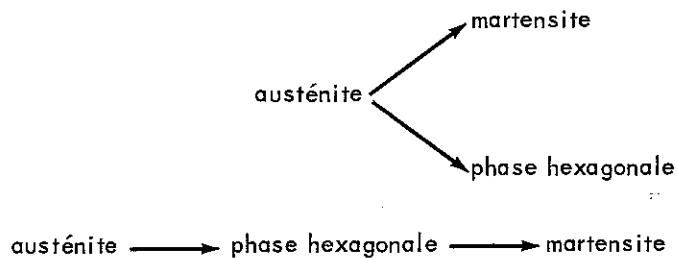
**Figure 23**

# D

## ETUDE CRISTALLOGRAPHIQUE

Cette étude (12) nous a permis d'analyser le processus responsable du passage de la phase initiale austénitique, à la phase finale martensitique.

BILBY et CHRISTIAN (13) ont montré comment pouvait s'expliquer la croissance des plaquettes de martensite, à partir de germes initiaux. Ils émettaient l'hypothèse que ces germes étaient dûs à une phase transitoire hexagonale instable. En effet, CINA (14) avait montré que des échantillons contenant à la fois de l'austénite et de la martensite, pouvaient également contenir une phase nouvelle de structure hexagonale. Cependant, rien ne permettait de choisir entre les deux schémas de transformation suivants ;



Le deuxième schéma correspondait à l'hypothèse de BILBY et CHRISTIAN. C'est dans le but de préciser ce point que nous avons entrepris cette étude cristallographique, par examen aux rayons X et en microscopie électronique par transmission.

## 1 | ECHANTILLONS ETUDIÉS

Nous avons utilisé pour ces essais, 32 éprouvettes, pour lesquelles le traitement mécanique subi est résumé dans le tableau suivant :

Nombre d'éprouvettes	Température d'écrouissage	Mise en charge	Fluage
8	77° K	Instantanée	non
8	77° K	"	48 h
8	77° K	lente	non
5	20° K	"	non
3	20° K	"	48 h

Dans chacune de ces 5 séries, les contraintes d'écroissage ont été réparties entre la contrainte correspondant à la limite d'élasticité et la contrainte de rupture.

Après le traitement mécanique et réchauffage à température ambiante, deux échantillons ont été prélevés dans chacune des éprouvettes l'un pour mesure magnétique et détermination du pourcentage de martensite, l'autre pour étude aux rayons X et microscopie électronique. Ces derniers échantillons ont, tous, d'abord subi un polissage mécanique suivi d'un léger polissage électrolytique, nécessaire pour enlever la couche amorphe superficielle alors formée, pendant 2 mn dans un bain à 10 % d'acide oxalique, la tension à vide étant de 6 v. Après l'examen aux rayons X, ces échantillons ont été de nouveau polis électrolytiquement, mais cette fois par la méthode exposée dans un chapitre précédent, de façon à obtenir des lames de quelques centaines d'Angströms d'épaisseur, qui soient observables directement par transmission du faisceau d'électrons.

## 2 I ETUDE AUX RAYONS X

Nous avons fait cette étude, en collaboration avec M. DURIF, au moyen d'un diffractomètre C.G.R. qui nous a permis d'obtenir des diagrammes du type de celui de la figure 24 qui montre outre les raies (111) $\gamma$  et (200) de la phase  $\gamma$ , et la raie (110) de la phase  $\alpha$ , deux raies dues à la phase  $\epsilon$  hexagonale compacte : (10 $\bar{1}$ 0) et (10 $\bar{1}$ 1).

Nous avons porté dans le tableau ci-dessous, en fonction du pourcentage de martensite, déterminé par mesures magnétiques et de la déformation en valeur relative, les amplitudes  $I_\gamma$  de la raie (111) $\gamma$ ,  $I_\alpha$  de la raie (110) $\alpha$  et  $I_\epsilon$  de la raie (10 $\bar{1}$ 1) $\epsilon$ , rapportées à la somme ( $I_\gamma + I_\alpha + I_\epsilon$ ).

Déformation en %	% de martensite	$I_\gamma$	$I_\alpha$	$I_\epsilon$
		$I_\gamma + I_\alpha + I_\epsilon$	$I_\gamma + I_\alpha + I_\epsilon$	$I_\gamma + I_\alpha + I_\epsilon$
0,1	3	1	0	0
1	3	1	0	0
1,1	4	1	0	0
2,0	6	0,89	0,07	0,04
2,3	5	0,82	0,07	0,1
6,2	21	0,62	0,26	0,12
7,6	25	0,56	0,32	0,12
8,1	27	0,54	0,36	0,1
9,3	30	0,49	0,40	0,11
9,8	35	0,40	0,46	0,13
12,7	46	0,30	0,59	0,11
12,8	46	0,29	0,60	0,11
14,1	46	0,27	0,63	0,1
20,1	70	0	1	0
29	92	0	1	0

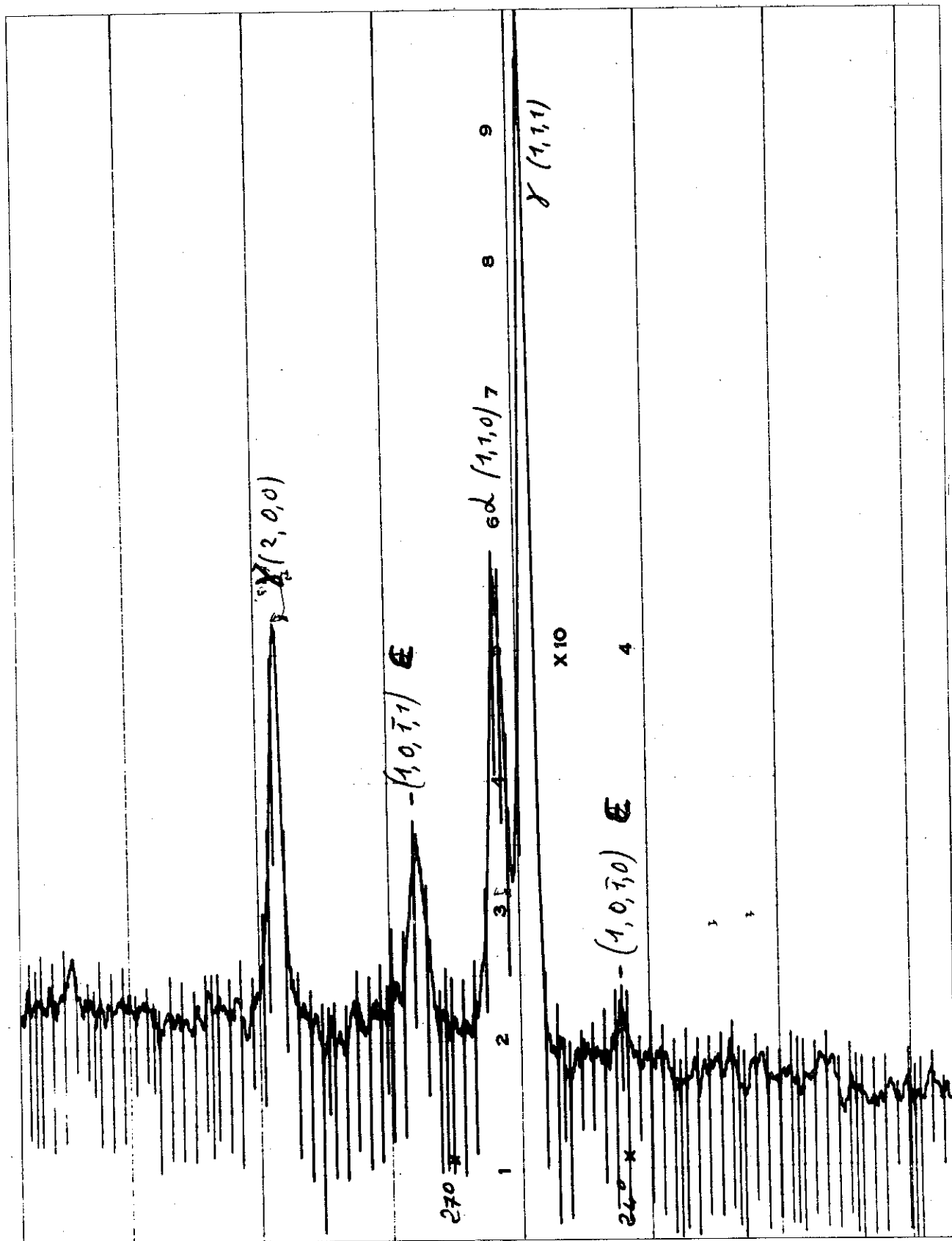


Figure 24

Diagramme de diffraction obtenu sur un échantillon contenant les trois phases  $\gamma$ ,  $\alpha$  et  $\epsilon$

Ce tableau montre que les raies hexagonales apparaissent en même temps que les raies martensitiques et qu'elles disparaissent en même temps que les raies austénitiques.

Nous avons pu, à partir des raies obtenues, calculer les mailles de ces différentes phases. Nous avons trouvé :

$$a_{\gamma} = 3,58_{\text{g}}$$

$$a_{\alpha} = 2,87_{\text{g}}$$

$$a_{\xi} = 2,53_{\text{g}} \text{ avec } c/a = 1,633 \sim \sqrt{8/3}$$

Les valeurs que nous avons obtenues pour la phase hexagonale diffèrent assez notablement de celles données par CINA (14), mais, d'une part, la méthode de mesure que nous avons employée est plus précise, et d'autre part le rapport  $c/a$  donné ci-dessus correspond à la valeur théorique d'une maille hexagonale compacte. De plus, ces valeurs sont celles que l'on peut attendre de la transformation c.f.c.  $\rightarrow$  h.c. par glissement de plans (111) $_{\gamma}$ , les distances réticulaires des plans (111) $_{\gamma}$  et (0002) $_{\xi}$  étant identiques.

Notons que tous ces résultats sont indépendants de la température d'écroutissage (77° K ou 20° K) et sont les mêmes qu'il y ait eu fluage ou non.

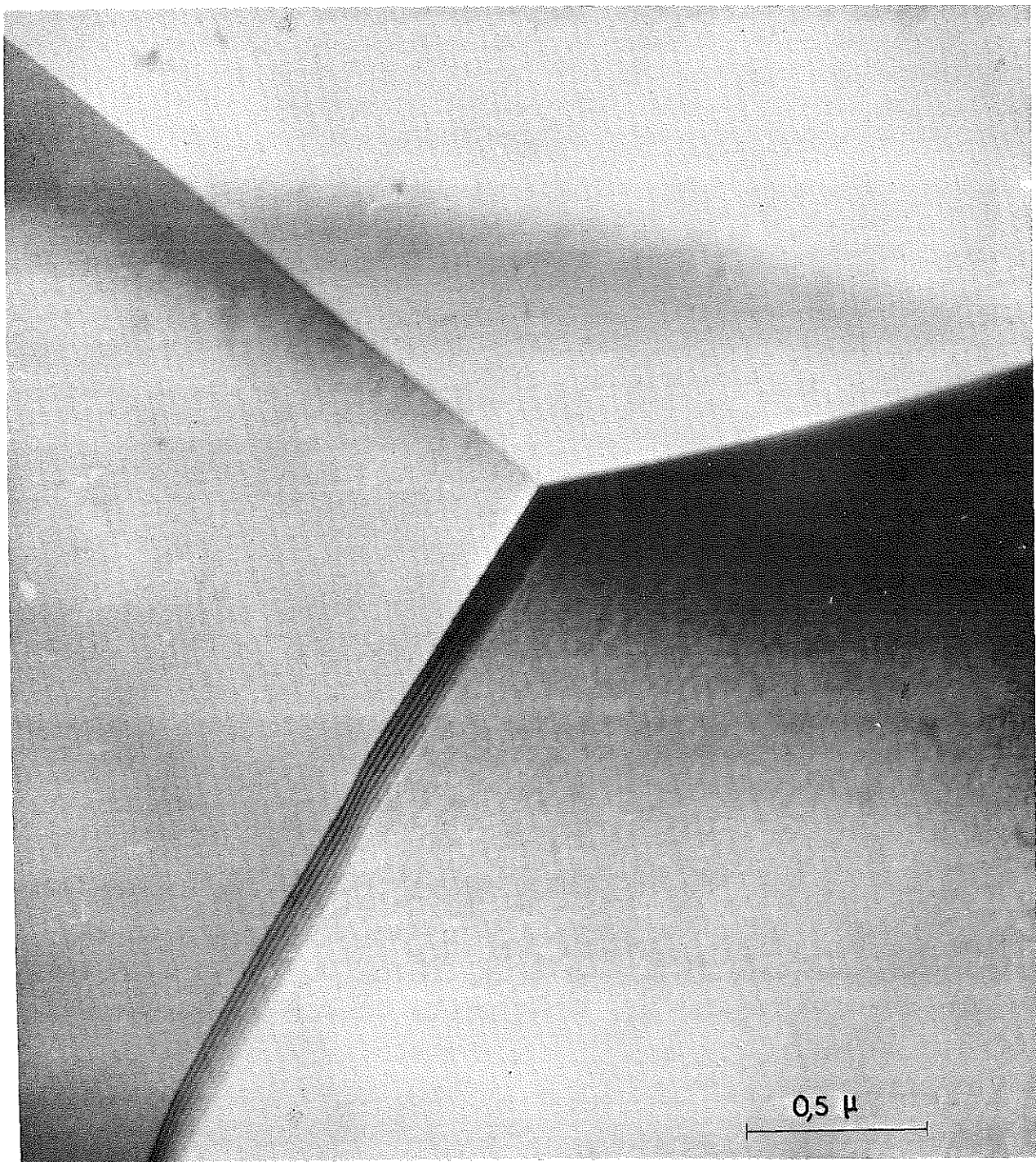
Ces résultats permettraient donc déjà de penser que la phase hexagonale se formait à partir de l'austénite pour donner ensuite de la martensite. Ce sont les microscopies électroniques qui ont permis de préciser ce point.

### 3 | MICROSCOPIES ELECTRONIQUES

Les clichés obtenus, qui ont été réalisés par M. GENESTE, sont donnés figures 25 à 44. Notons tout d'abord, qu'un même échantillon ne présente pas un caractère homogène sur toute sa surface, mais uniquement à l'intérieur d'un même grain. Ceci s'explique évidemment par le fait que les orientations relatives grains-axe d'étirage ne sont pas toutes identiques et que les déformations ne sont pas homogènes d'un grain à l'autre. Ceci entraîne que la déformation totale est une grandeur qui n'a pas de signification réelle du point de vue microscopie électronique, et empêche la détermination de toute relation quantitative entre les phénomènes observés en ne laissant place qu'à une interprétation qualitative.

La figure 25 montre la structure typique des aciers vierges d'écroutissage et n'ayant pas été refroidis. Seuls des joints de grains s'y distinguent. Lorsque ces derniers sont obliques par rapport au faisceau d'électrons, on peut voir apparaître des franges d'interférences. Lorsque l'acier a été très légèrement





**Figure 25**

Inox vierge : Jonction de trois grains - L'un des joints, légèrement oblique par rapport au faisceau d'électrons donne lieu à des franges d'interférence.



**Figure 26**

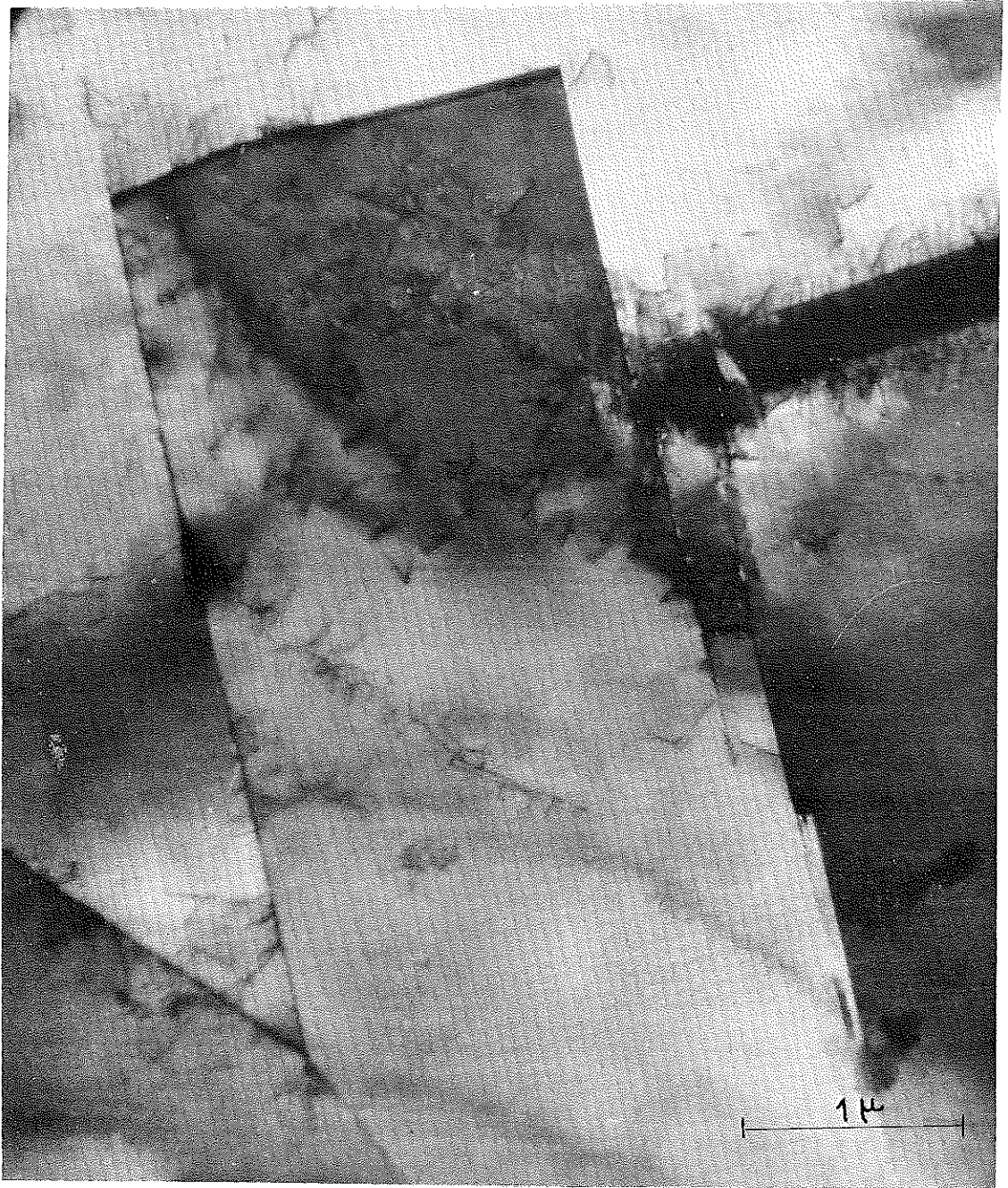
$\epsilon = 0,01 \%$  - Joints de grains avec apparition de quelques dislocations.





**Figure 27**

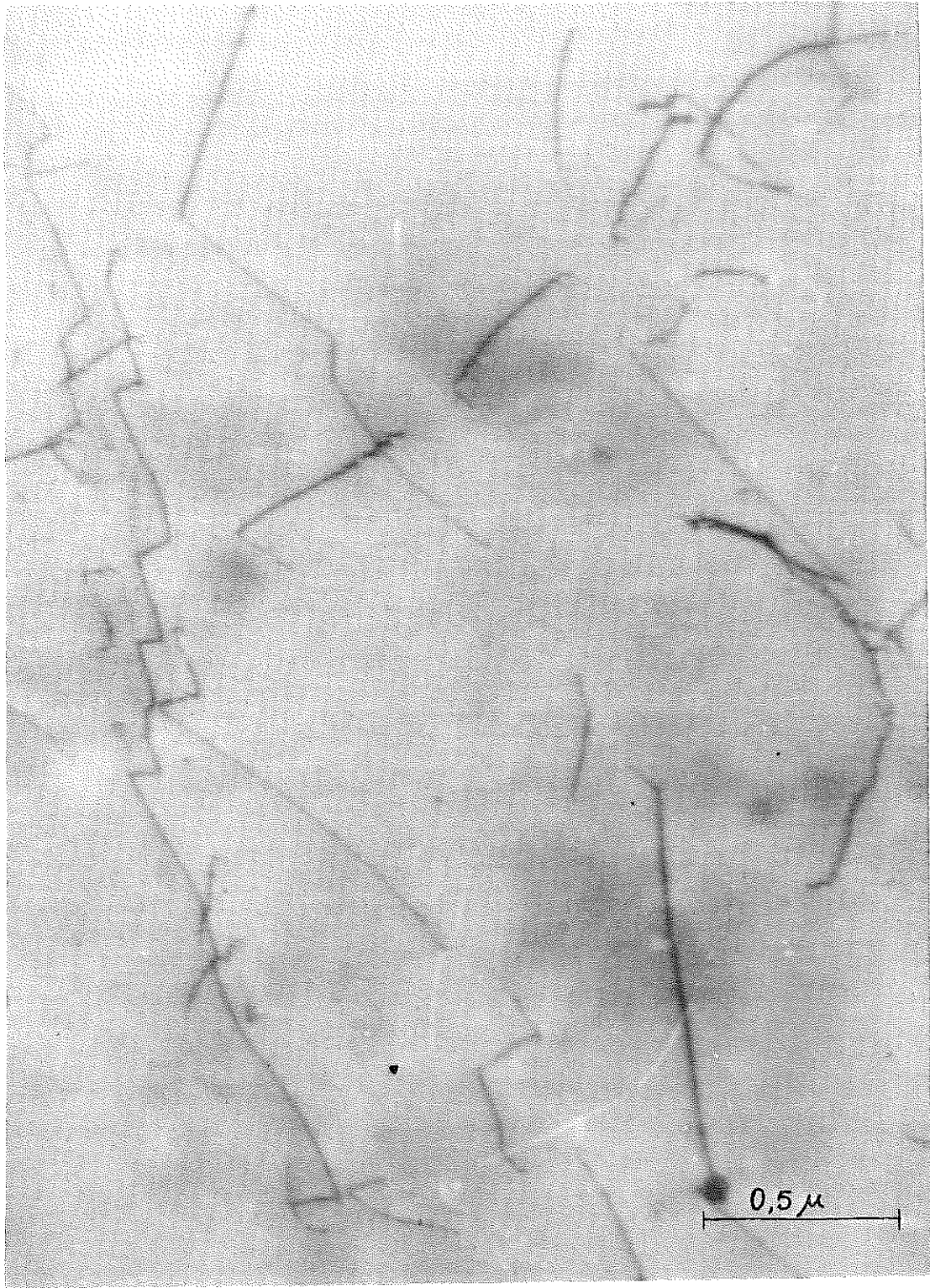
$\epsilon = 0,12 \%$  - Grains contenant des dislocations non ordonnées.



**Figure 28**

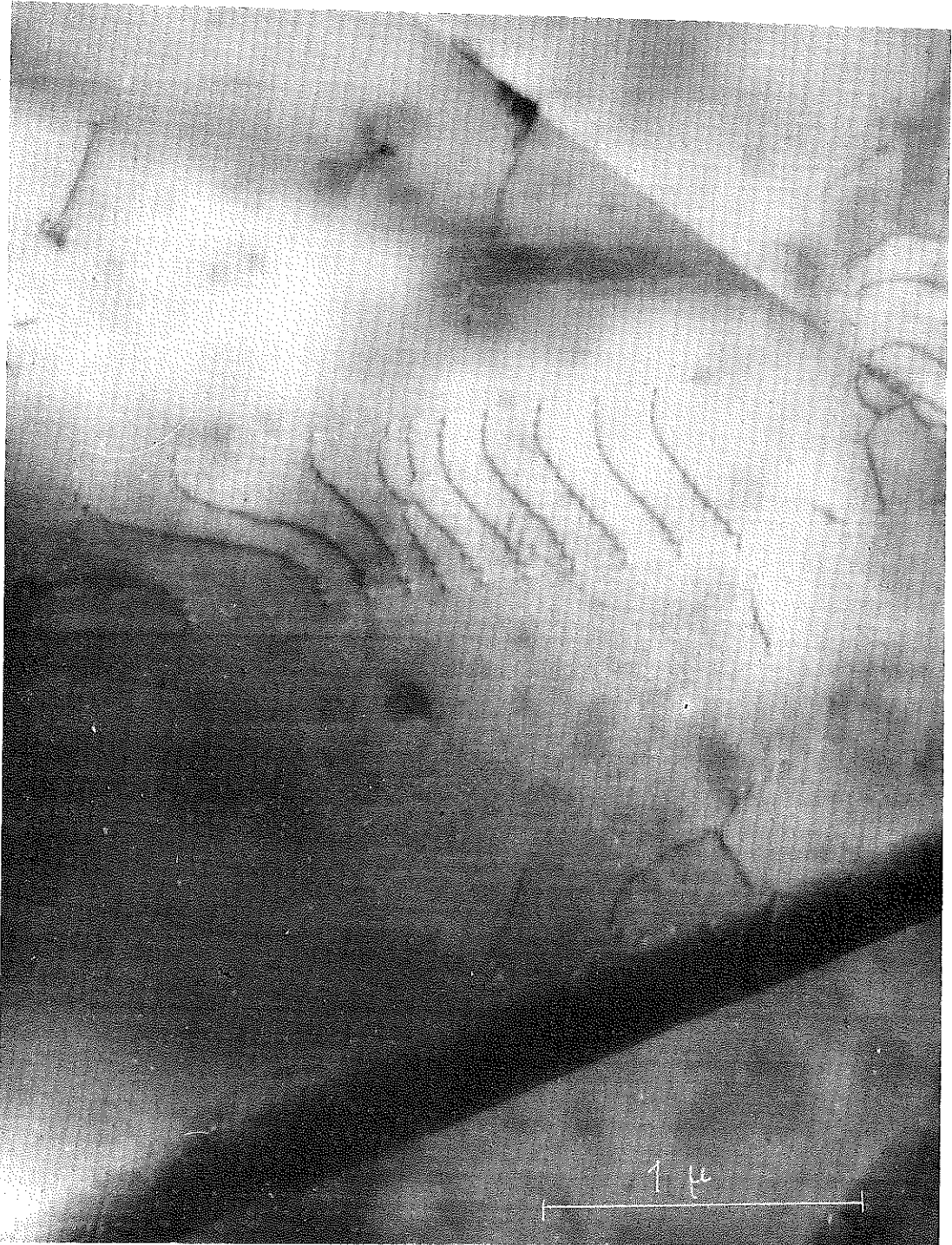
$\epsilon = 0,12 \%$  - Grains contenant des dislocations non ordonnées.





**Figure 29**

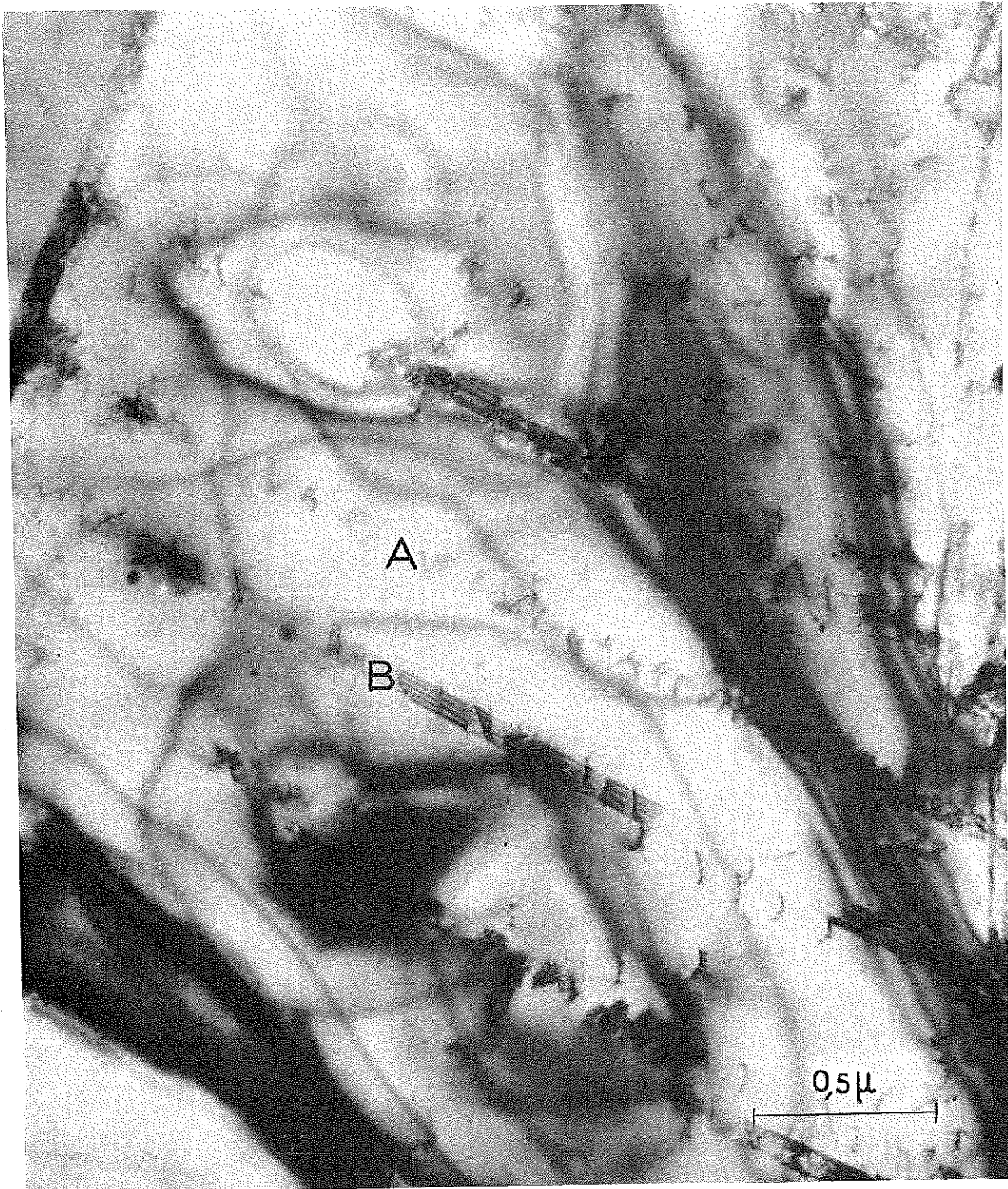
$\dot{\epsilon} = 0,12 \%$  - Dislocations d'orientations très diverses, dans un même grain.



**Figure 30**

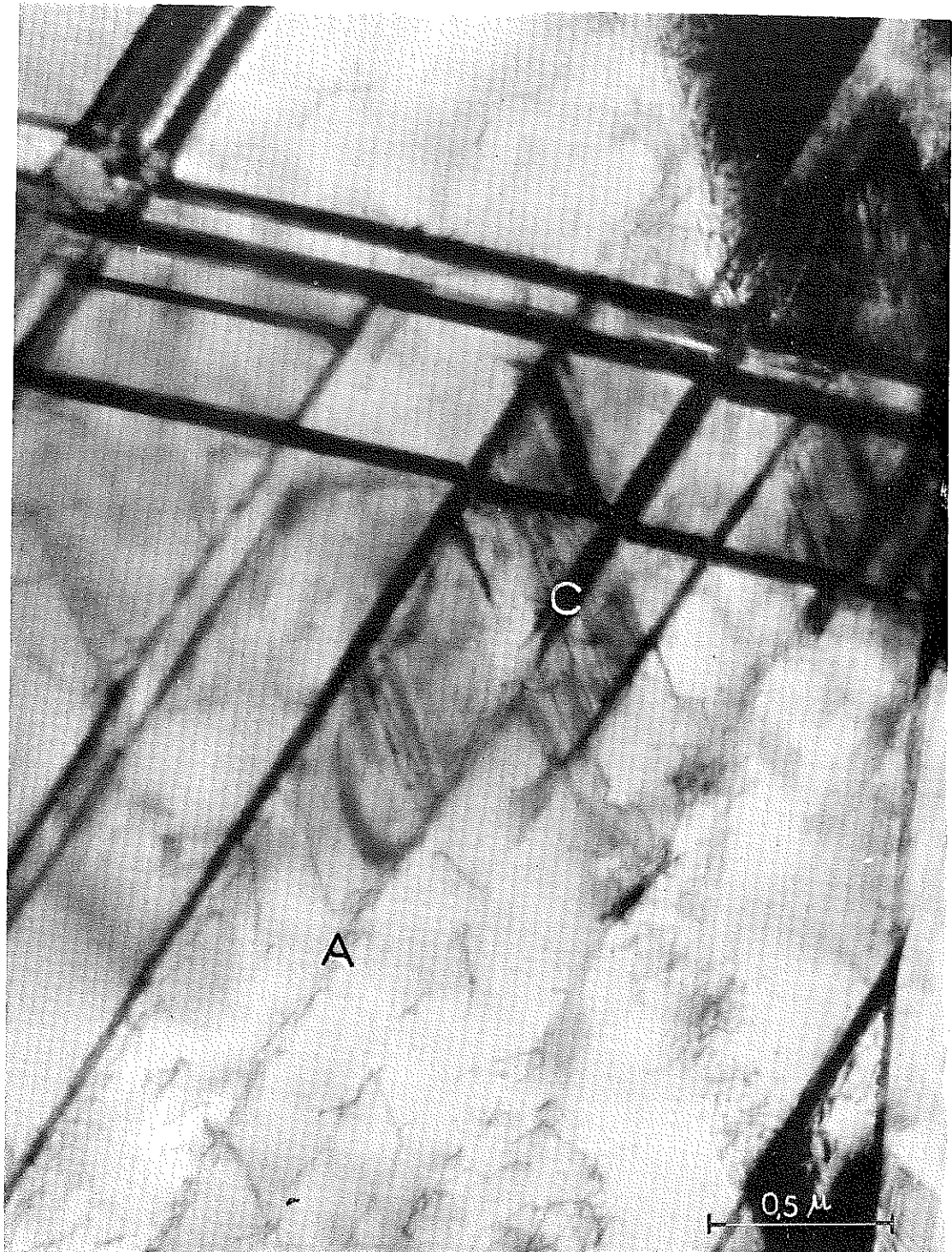
$\epsilon = 0,12 \%$  - Empilements de dislocations créant des plans de glissement. L'un d'eux donne d'ailleurs lieu à des Franges d'interférences.





**Figure 31**

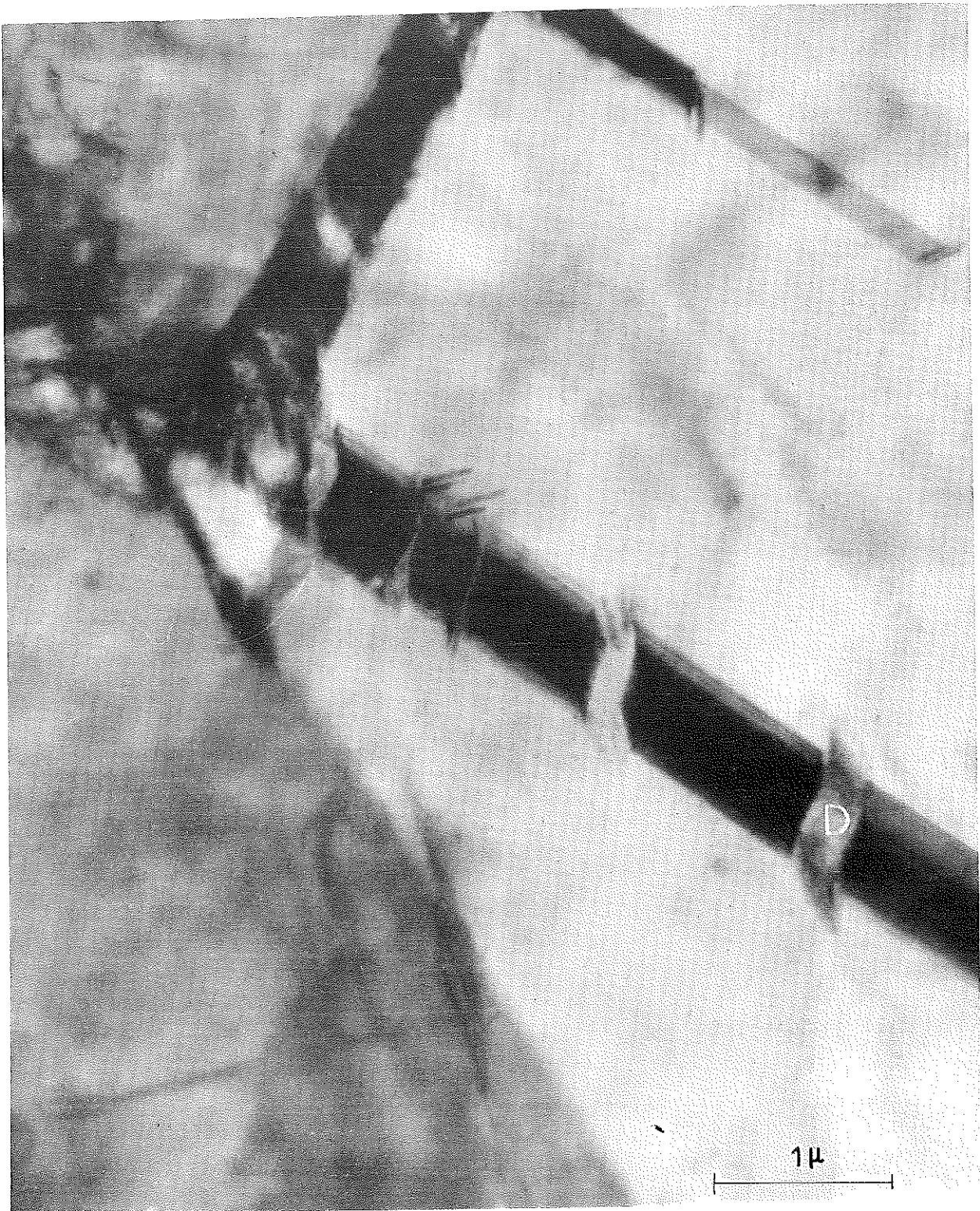
$\epsilon = 2,38 \%$  en A : empilement de dislocations  
en B : plan de glissement formé sur un empilement de dislocations et révélé par les Franges d'interférences.



**Figure 32**

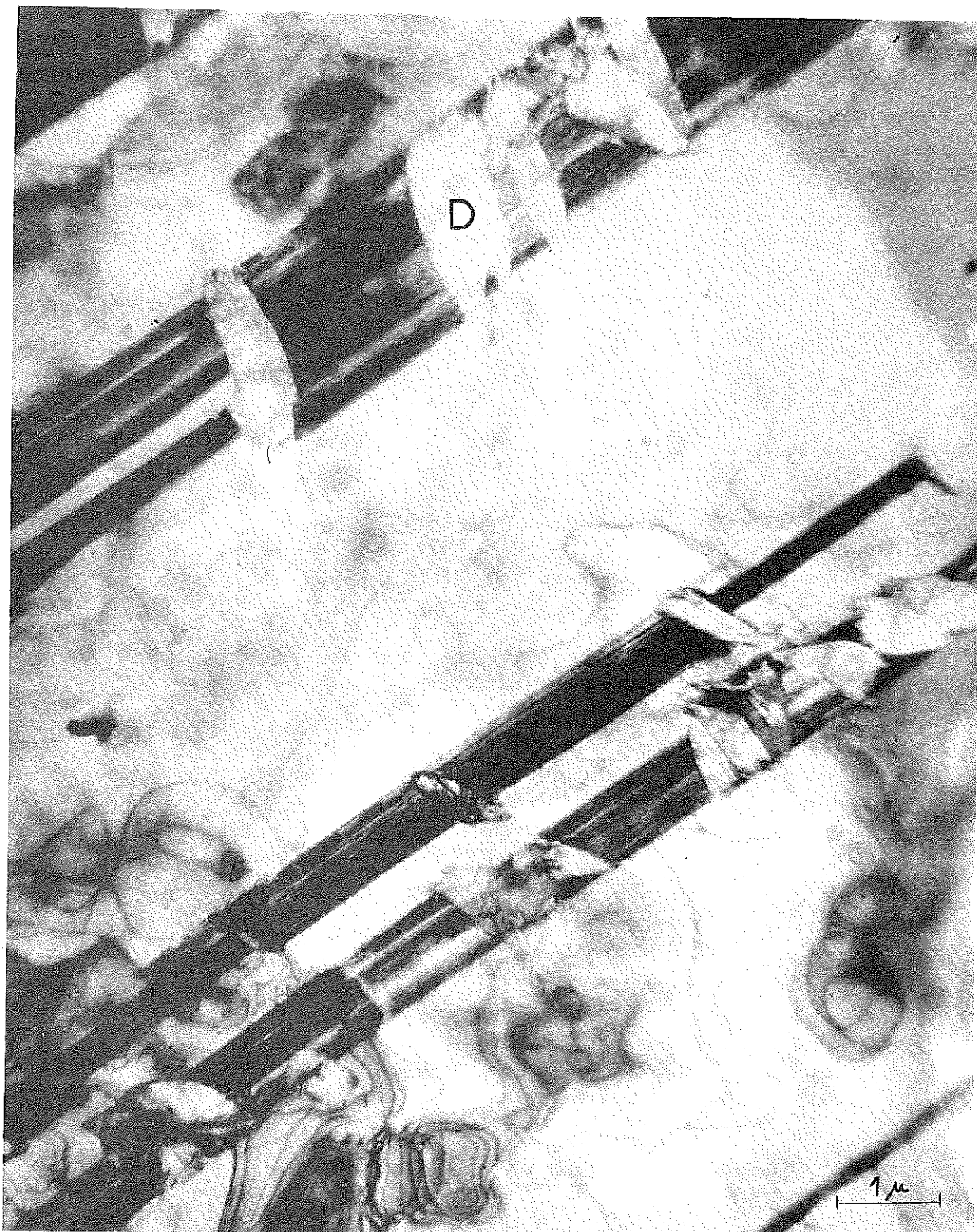
$\dot{\epsilon} = 2,38 \%$  - En A : empilement de dislocations  
En C : sur l'empilement A, apparition d'une "aiguille noire" qui ne l'a pas encore complètement remplacé.





**Figure 33**

$\epsilon = 2,38 \%$  - En D : forme initiale des plaquettes de martensite, apparaissant dans une "aiguille noire".



**Figure 34**

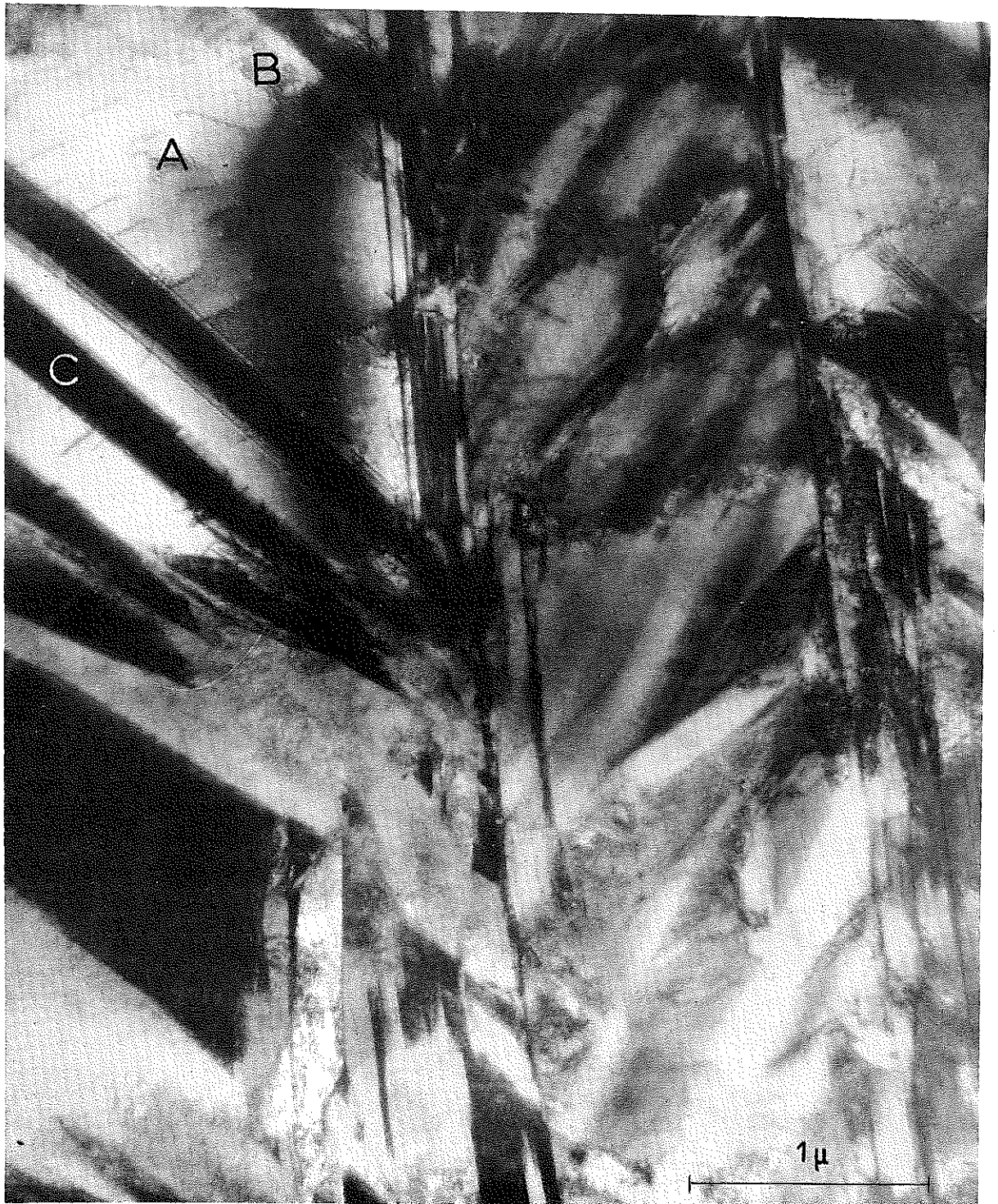
$\xi = 2,38 \%$  - En D : plaquette martensitique dans une "aiguille" hexagonale.





### Figure 35

$\epsilon = 2,38 \%$  - En C : "aiguille" hexagonale  
En D : plaquette de martensite.



**Figure 36**

$\varepsilon = 9,75 \%$  - En A : empilement de dislocations  
En B : plan de glissement formé sur un empilement  
En C : "aiguille" hexagonale.





**Figure 37**

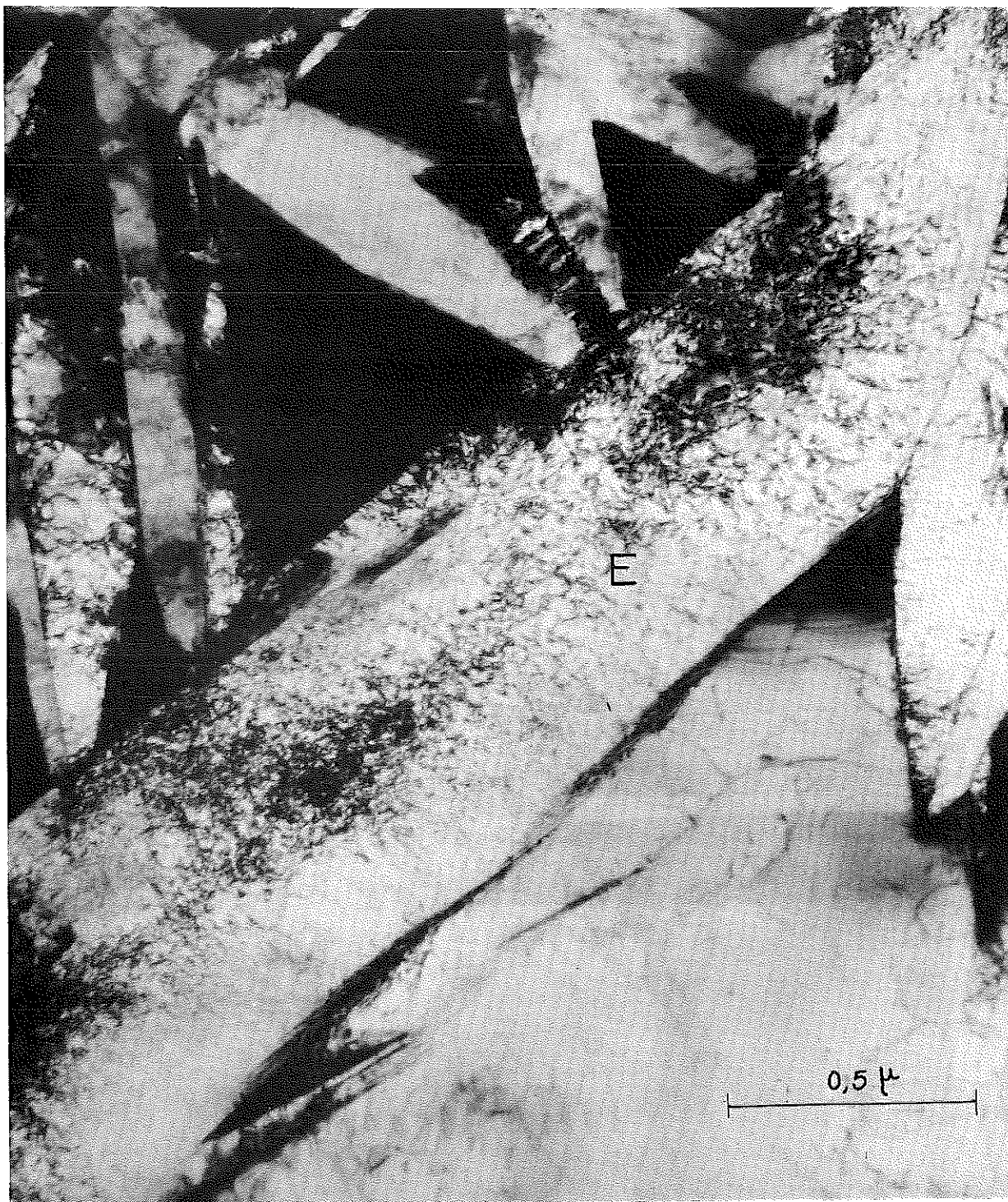
$\epsilon = 9,75 \%$  - Plaquettes martensitiques devenant très nombreuses dans les plaquettes hexagonales.



**Figure 38**

$\xi = 9,75\%$  - Nombreuses plaquettes de martensite. Il ne subsiste pratiquement plus d'austénite.





**Figure 39**

$\epsilon = 9,75 \%$  - En E : très nombreuses dislocations à l'intérieur d'une plaquette martensitique.



**Figure 40**

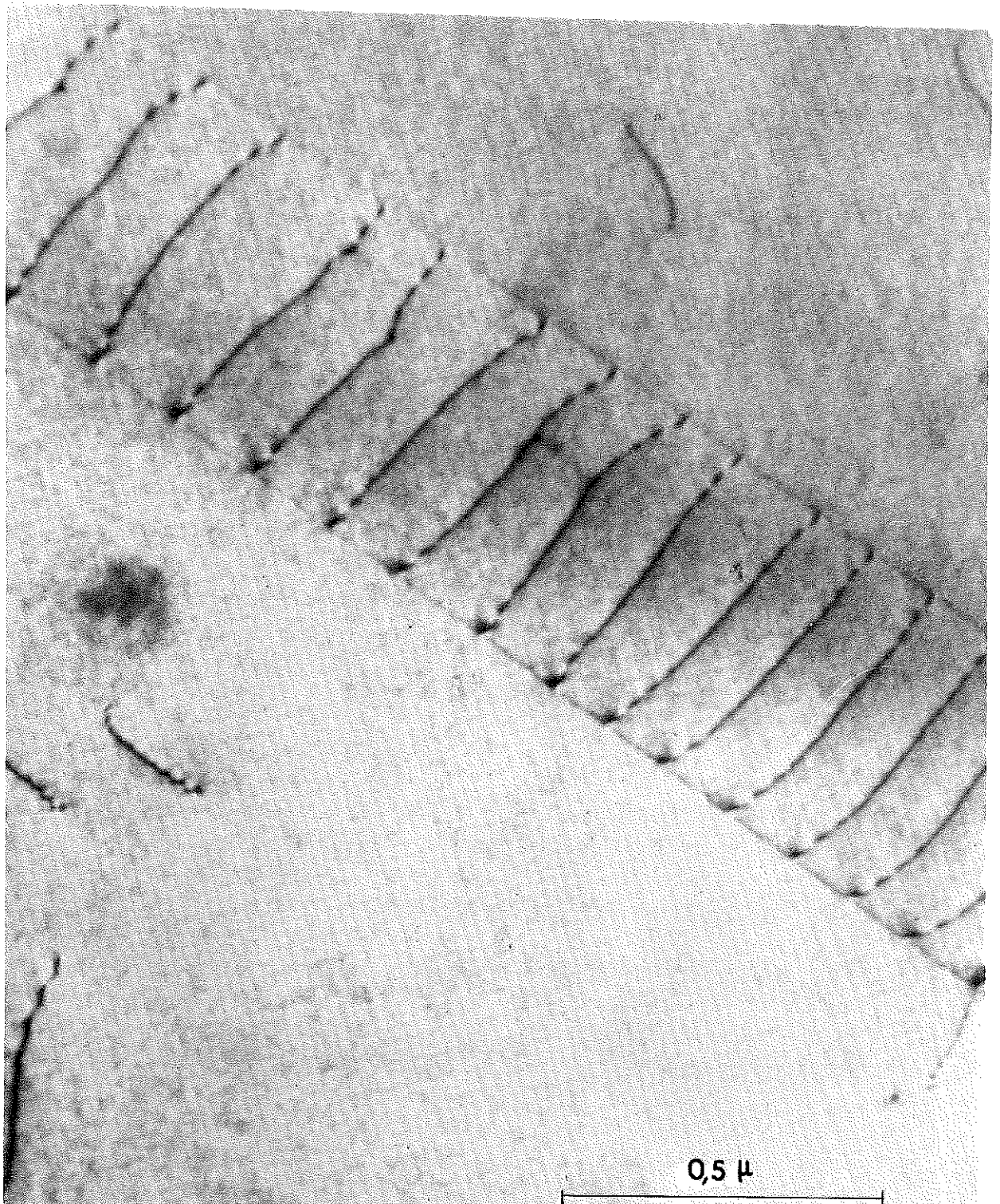
$\mathcal{E} = 13,62 \%$  - Seules des plaquettes de martensite contenant de très nombreuses dislocations sont visibles.





**Figure 41**

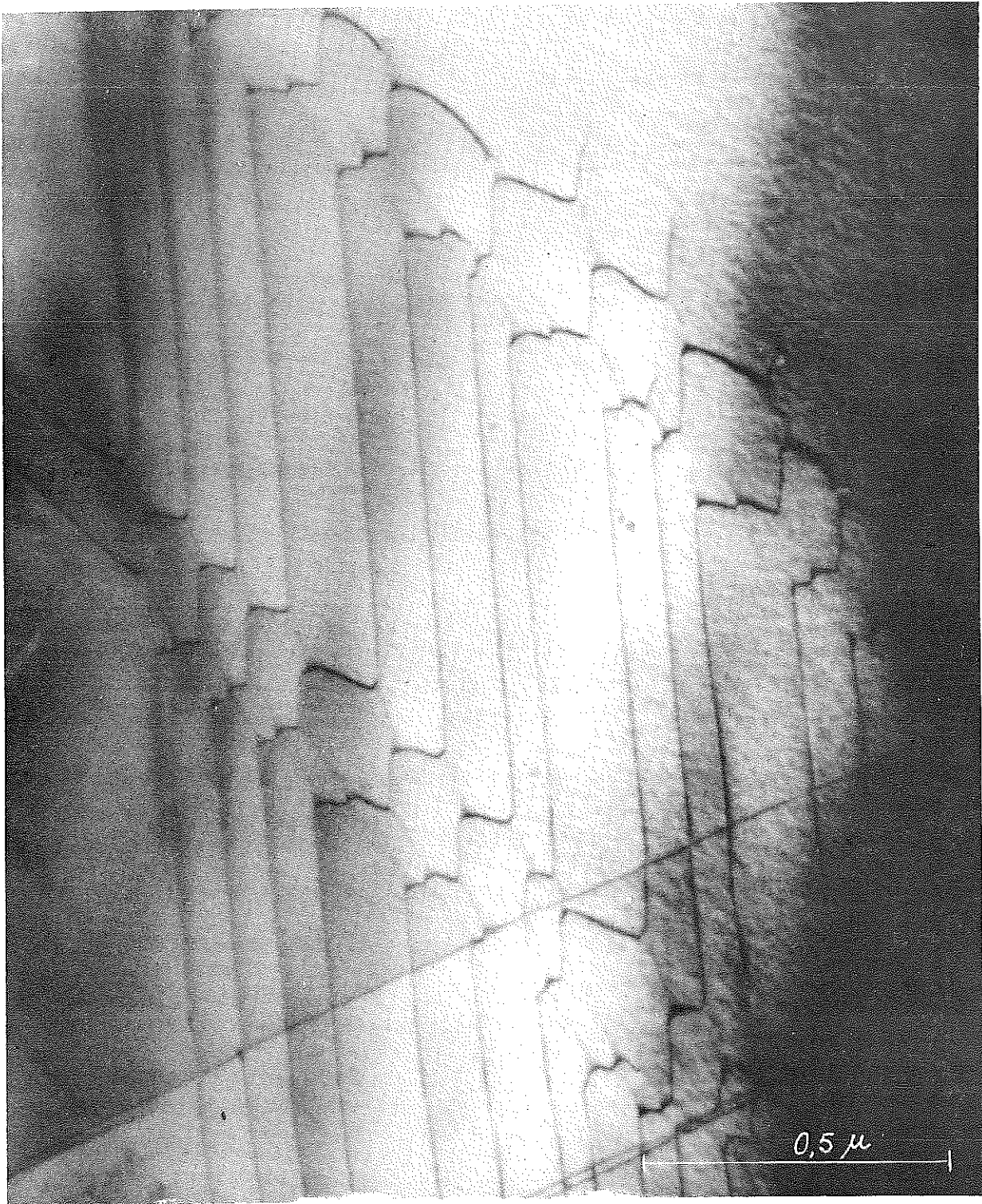
$\mathcal{E} = 26,5 \%$  - Echantillon entièrement martensitique.



**Figure 42**

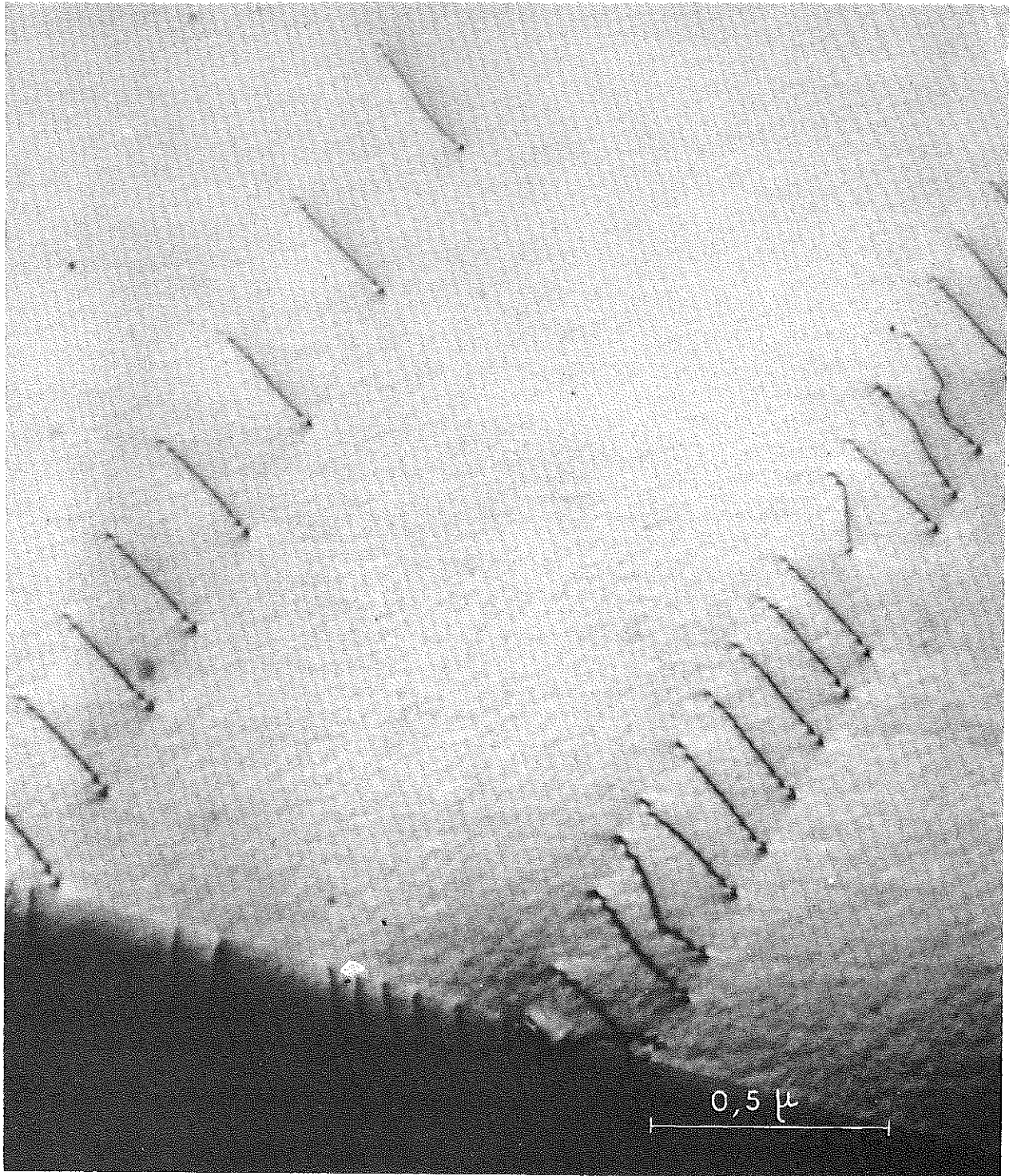
$\dot{\epsilon} = 0,08$  % après fluage. Empilement très régulier de dislocations dans un plan de glissement.





**Figure 43**

$\dot{\epsilon} = 0,08$  % après fluage. Réseau de dislocations très régulier, traversé par deux plans de glissement perpendiculaires au plan du réseau.



**Figure 44**

$\epsilon = 0,08 \%$  après fluage. Empilements de dislocations dont on remarque la régularité.

écroui, comme c'est le cas des figures 26 à 29, on constate l'apparition de dislocations réparties au hasard à l'intérieur du métal, et que de ce fait on peut supposer très libres. On peut cependant voir se former dans quelques grains, comme sur la figure 30, les premiers empilements de dislocations. Lorsque la déformation devient plus importantes, ces empilements deviennent systématiques (A figures 31, 32, 36). On peut voir que ces empilements donnent naissance à des plans de glissement qui sont révélés, lorsqu'ils sont obliques par rapport au faisceau d'électrons, par la présence de franges d'interférences (B figures 31, 36). Ces plans de glissement sont ensuite remplacés par de longues aiguilles noires (C figures 32, 36). C'est dans ces aiguilles que l'on voit apparaître les premières plaquettes que nous identifierons, plus loin, comme étant de la martensite (D figures 33, 34, 35, 37). Enfin, lorsque la déformation augmente encore, le nombre de plaquettes croît considérablement (figure 38, par exemple) pour finir par remplir pratiquement tout le volume de l'échantillon. On remarquera que ces plaquettes martensitiques contiennent une très forte densité de dislocations (E figure 39).

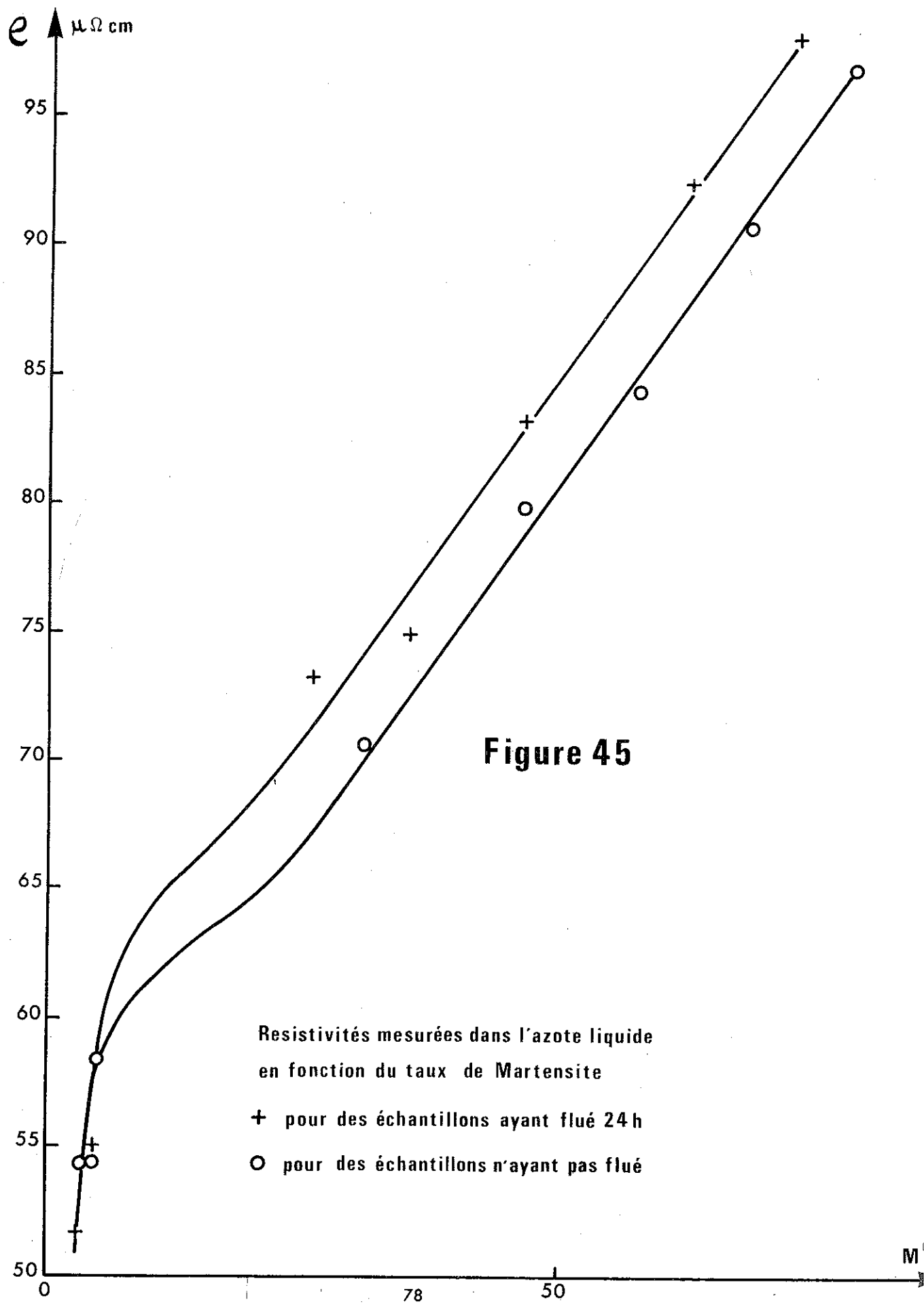
Par ailleurs, les caractères présentés sont identiques, qu'il s'agisse d'échantillons ayant flué ou non, déformés à 77° K ou 20° K. Cependant, une seule légère différence apparaît pour les échantillons très peu déformés, mais ayant flué, dans lesquels on peut observer des dislocations distribuées de façon très régulière (figures 42, 43, 44) ce qui ne se produit pas pour les échantillons n'ayant pas flué.

Ce phénomène est sans doute la raison d'une résistivité systématiquement plus élevée, à quantité de martensite égale, pour des échantillons ayant flué que pour des échantillons n'ayant pas flué, comme le montre la figure 45. En effet, on peut raisonnablement penser que dans le cas d'une distribution plus homogène des dislocations, celles-ci affectent de façon plus importante, la résistance globale des échantillons.

## 4

# IDENTIFICATION DES DIFFÉRENTES PHASES EN PRÉSENCE

L'identification des différentes phases en présence se fait très facilement par micro-diffraction du faisceau d'électrons. Le principe de cette méthode est le suivant : on limite l'ouverture du faisceau d'électrons à l'aide d'un diaphragme placé entre la lentille d'objectif et la lentille de grossissement. On peut alors voir directement sur l'écran quelle est la zone de l'échantillon d'où proviennent les rayons lumineux qui ne sont pas arrêtés par le diaphragme. On peut ainsi, avec un diaphragme de 10  $\mu$ , isoler une région d'échantillon de 0,5  $\mu$  environ. Il suffit alors de focaliser le faisceau d'électrons à l'aide de la lentille de grossissement pour obtenir le diagramme de diffraction correspondant aux réflexions sur les plans réticulaires de la partie d'échantillon isolée précédemment.



Si  $d$  est la distance des plans atomiques donnant une réflexion, et  $\varphi$  la distance du spot correspondant, au spot central du faisceau, on a dans le cas de la micro-diffraction électronique où les angles de réflexion sont très petits :

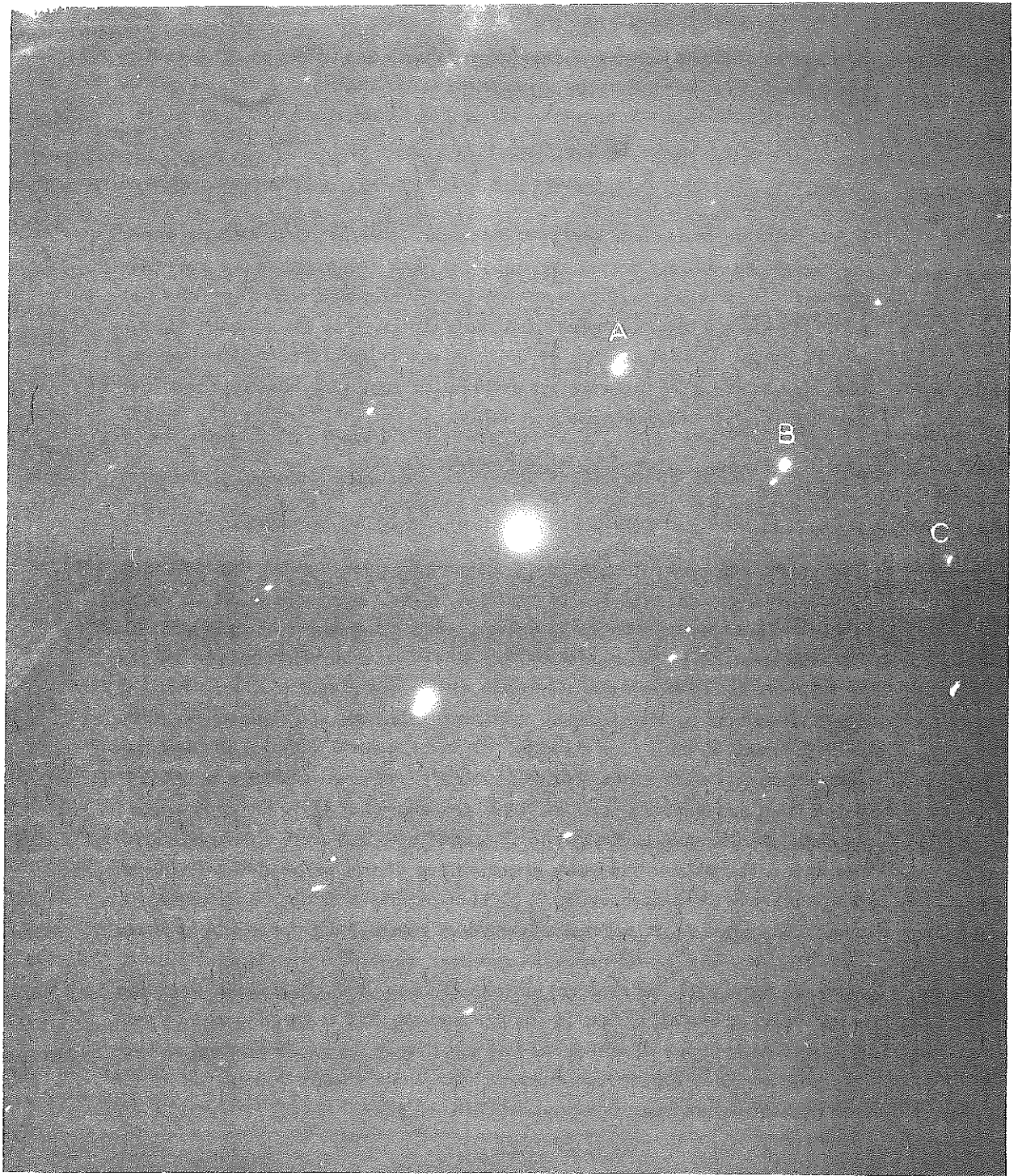
$$\varphi d = Cte = K$$

Il faut faire un étalonnage de cette constante. Il suffit, pour cela de former une figure de diffraction sur un corps pur dont les distances  $d$  sont bien connues. On a intérêt à utiliser un corps dont les grains cristallins sont très petits, de façon à obtenir, non pas des spots isolés, mais des anneaux concentriques autour du spot central, ce qui améliore la précision de l'étalonnage. Une lame mince d'or, préparée par évaporation sous vide, convient très bien pour cela. C'est ce que nous avons utilisé.

Mesurant  $\varphi$  sur le diagramme de diffraction d'un corps inconnu, il est alors facile de connaître  $d = K/\varphi$

Dans notre cas particulier, où nous connaissions les mailles des différents constituants par les mesures aux rayons X, il était alors très facile de savoir à quels plans correspondaient les divers spots observés, ainsi que d'identifier la martensite et l'austénite. C'est ainsi que nous avons pu vérifier que la matrice restait toujours austénitique et que les plaquettes, telle celle D figure 34, étaient martensitiques. L'identification des aiguilles noires, telle celle C figure 35 était plus difficile. En effet, pour la majorité des diagrammes obtenus, il était impossible de savoir s'ils correspondaient à la phase  $\mathcal{E}$ , ou, suivant les cas, à l'une ou l'autre des phases  $\gamma$  et  $\alpha$ , dont les mailles auraient été déformées. Le cliché de la figure 46 qui a été obtenu en sélectionnant à la fois une plaquette martensitique et une partie d'aiguille donne des spots tels ceux marqués A, B, C, qui sont dûs à la plaquette martensitique. Les autres spots peuvent s'interpréter comme étant dûs soit à la phase  $\mathcal{E}$ , soit à la phase  $\alpha$ , déformées. Cependant, certaines orientations, dans un système hexagonal, ne peuvent absolument pas être confondues avec des orientations cubiques. C'est le cas par exemple de l'orientation qui a donné le cliché de la figure 47 obtenu sur une aiguille. Nous avons pu ainsi prouver que ces aiguilles étaient de structure hexagonale compacte, mais de maille non rigoureusement constante d'une aiguille à l'autre.



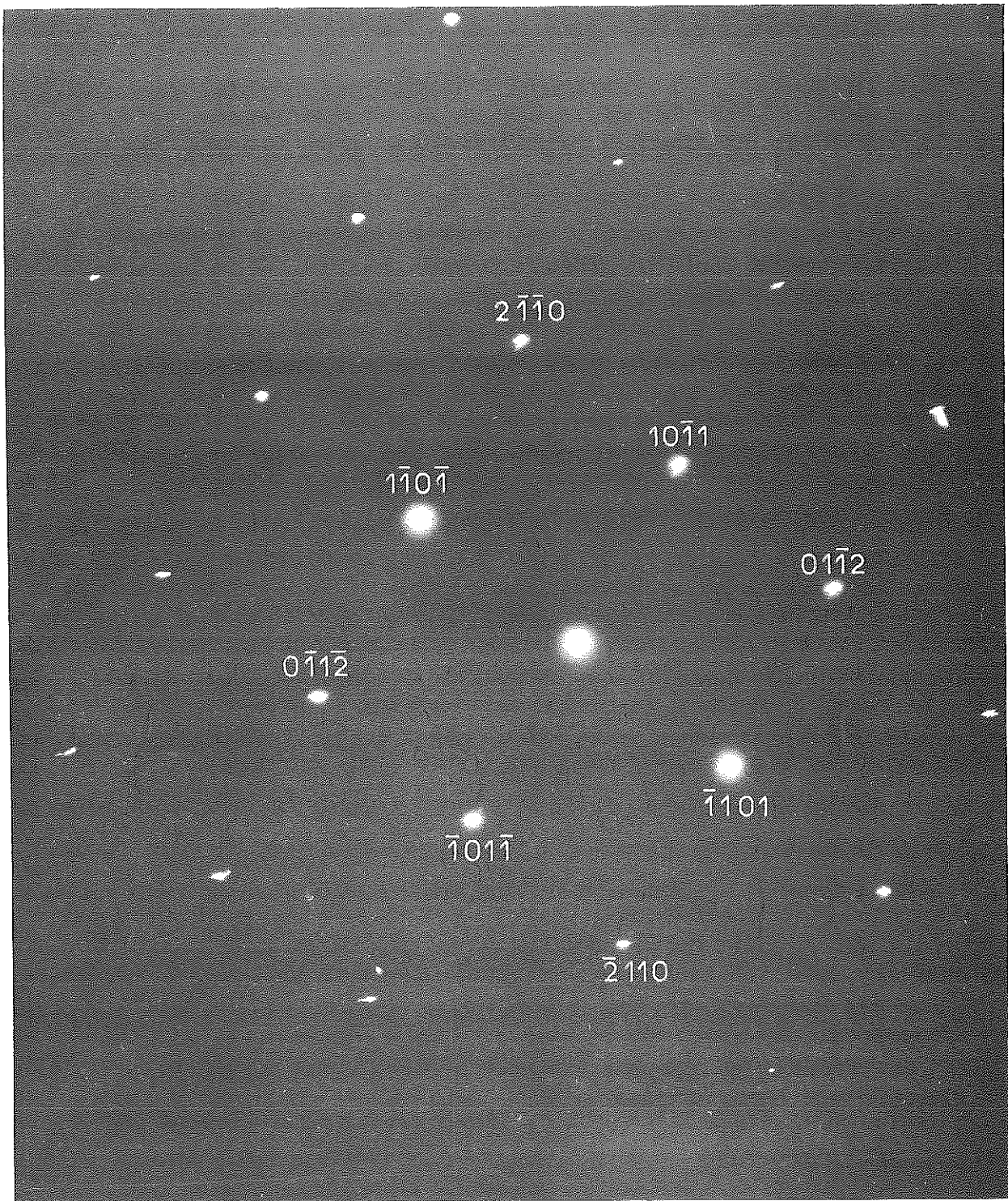


## Figure 46

Diagramme de diffraction électronique obtenu en sélectionnant à la fois une plaquette martensitique et une partie d'aiguille.

En A, B et C, spots dûs à la martensite.





**Figure 47**

Diagramme de diffraction électronique obtenu sur une aiguille hexagonale.

## 5 | CONCLUSION

Cette étude cristallographique a montré au total que la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  s'effectuait avec des étapes intermédiaires au cours de l'écroutissage à basse température :

- a) Pour les faibles déformations : mouvement de dislocations qui viennent se bloquer sur les joints de grains, par empilements.
- b) Glissement de plans le long des lignes d'empilements.
- c) Formation sur ces plans de glissement d'une phase hexagonale transitoire instable.
- d) Germination de plaquettes martensitiques dans cette phase hexagonale.
- e) Grossissement des plaquettes de martensite.



# MESURES ET RESULTATS

## Remarque

Dans tout ce qui suit, nous avons appelé  $\tau$  la contrainte réelle ( $\tau = F/S$  avec  $F$  force appliquée,  $S$  section réelle) exercée sur les échantillons, et  $\varepsilon$  la déformation plastique relative vraie

$$\varepsilon = \text{Log} \frac{l}{l_0}$$

En effet, lorsque la longueur de l'éprouvette est  $l$ , et qu'elle se déforme de  $dl$ , la déformation relative est  $\frac{dl}{l}$ . Lorsque la longueur passe de  $l_0$  à  $l$ , la déformation relative vraie totale est :

$$\varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \text{Log} \frac{l}{l_0}$$

Il faut noter que si  $\frac{\Delta l}{l_0} \leq 10\%$ , on a alors :

$$\varepsilon = \text{Log} \frac{l}{l_0} = \text{Log} \left( 1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) \approx \frac{\Delta l}{l_0}$$

Dans ces conditions, si  $\varepsilon_0$  est la déformation avant fluage, et  $\varepsilon_f$  la déformation de fluage, la déformation totale après fluage sera

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_0 + \varepsilon_f$$

## 1 | COURBES DE MISE EN CHARGE

Ces courbes, qui représentent la variation de  $\tau$  en fonction de  $\varepsilon$ , lors de la mise en charge effectuée à augmentation de contrainte par unité de temps constante, sont portées figure 48.

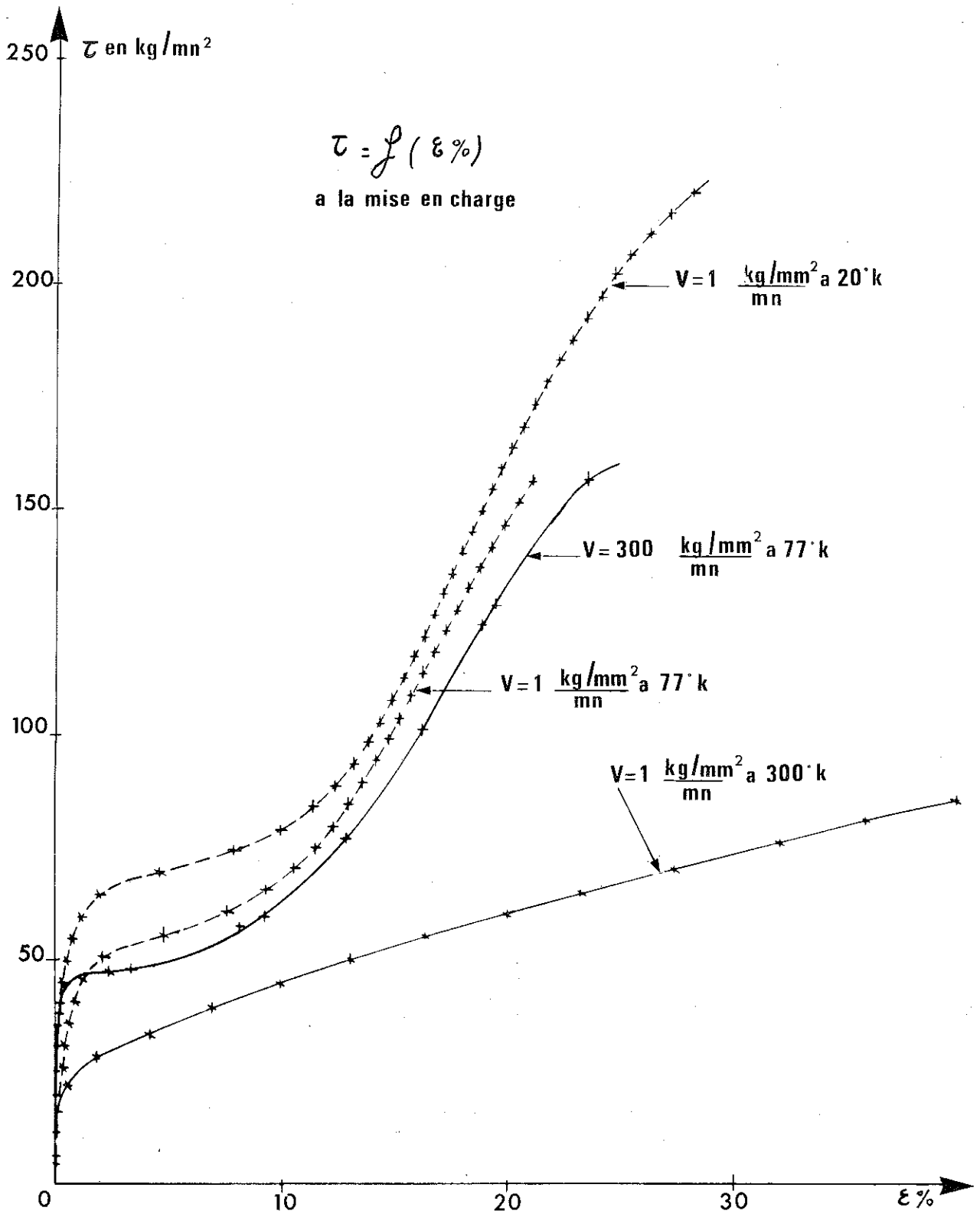


Figure 48

## 2 | ESSAIS DE FLUAGE

Les résultats de ces essais sont portés sur les figures 49, 50, 51, 52.

Nous avons essayé de comparer les résultats de ces essais aux lois théoriques prévues par FRIEDEL (15) dans le cas du fluage à très basses températures. En effet, nous obtenons des courbes qui, en général, dans un système de coordonnées ( $\epsilon_f - \text{Log } t$ ) sont des droites pour  $t$  suffisamment grand et à charge élevée et peuvent se mettre sous la forme

$$\epsilon_f = \alpha \text{Log} (\gamma t + 1)$$

Or, FRIEDEL prévoit une loi de ce type pour le fluage à très basses températures des métaux purs et de certains alliages, sous réserve que  $\epsilon_f$  ne soit pas trop grand, et que, dans la zone de déformation où se fait le fluage, la courbe de mise en charge soit assimilable à une droite.

Malheureusement, du fait de la précipitation martensitique qui modifie profondément la structure de l'échantillon, en augmentant le nombre de grains, l'acier inoxydable "18-10" ne peut se prêter à une telle comparaison.

Il est cependant raisonnable de penser que le fluage observé est dû principalement à des mouvements de dislocations à l'intérieur du métal : la forme des courbes de fluage, ainsi que l'ordre de grandeur du coefficient  $\alpha$  ( $\sim 10^{-3}$ ) sont en accord avec ce qui a été observé par WYATT (16) sur du cuivre polycristallin entre 4° K et 200° K, où seul le mouvement des dislocations peut expliquer le fluage observé.

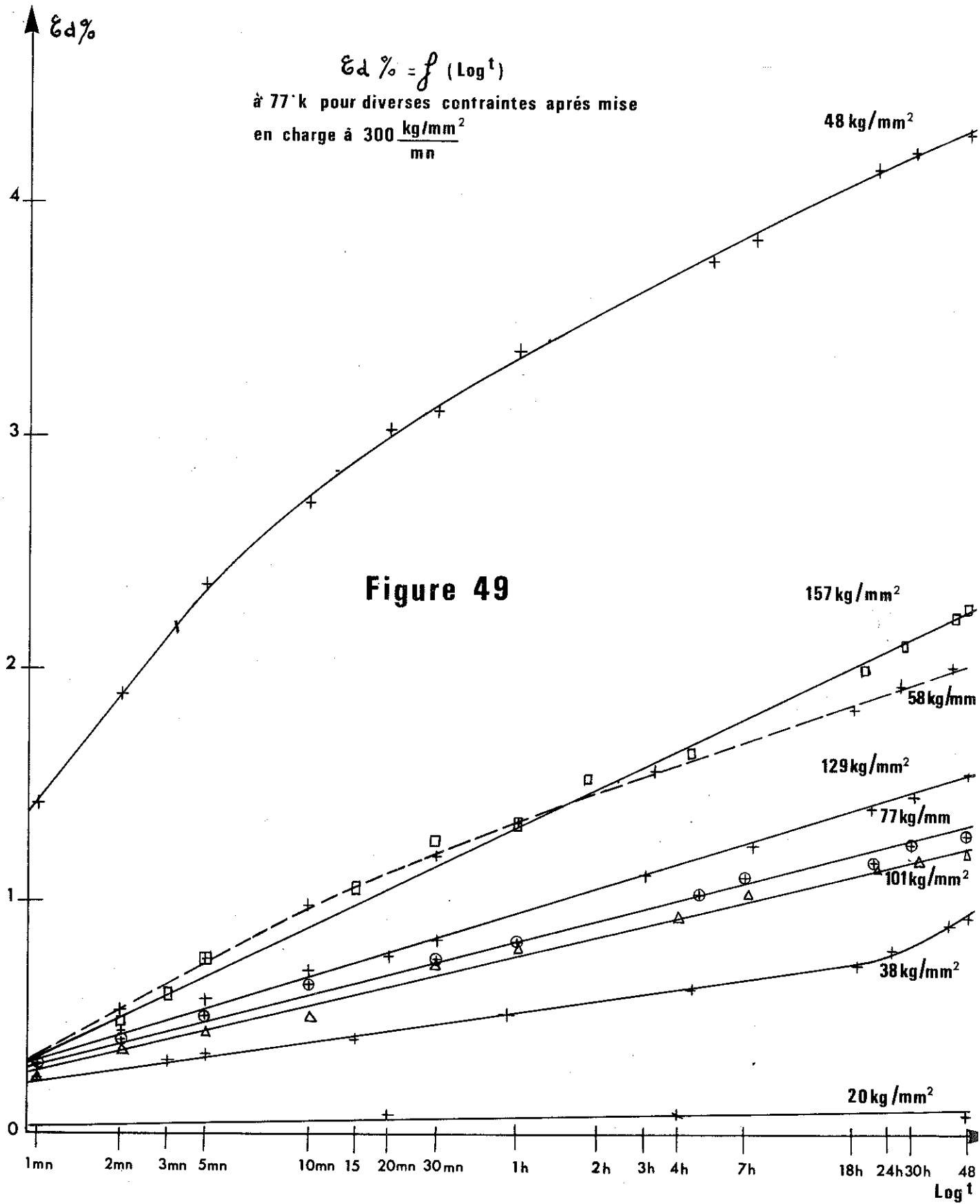
## 3

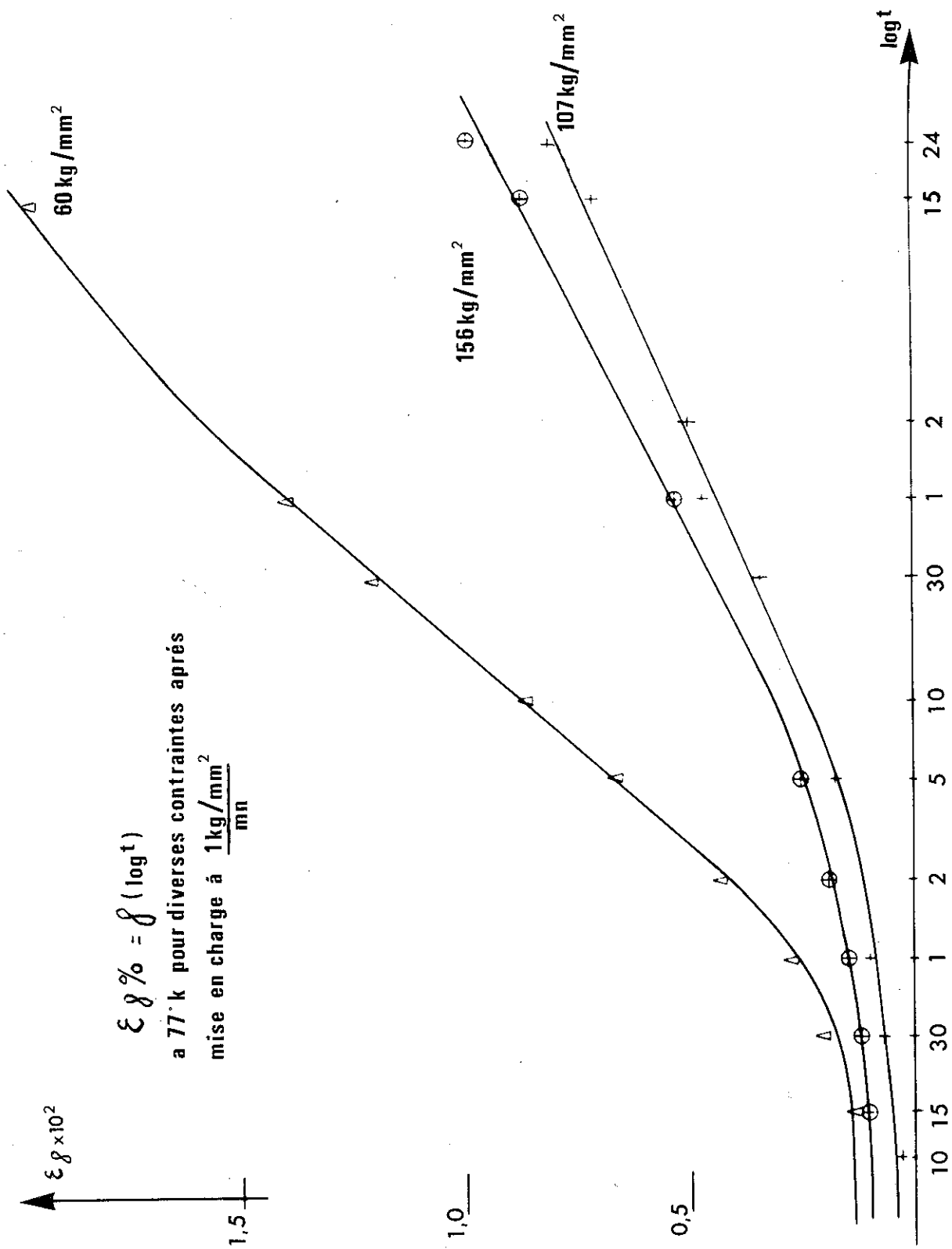
## QUANTITE DE MARTENSITE PRECIPITEE LORS DE L'ECROUISSAGE ET DU FLUAGE

La figure 53 donne la quantité de martensite formée en fonction de la déformation. Cette quantité de martensite, déterminée comme il a été dit plus haut, a été calculée en supposant que la phase hexagonale transitoire donne une contribution négligeable à l'aimantation totale (les distances atomiques des plus proches voisins sont identiques dans la phase austénitique et la phase hexagonale). Des mesures faites par GUNTNER et REED (18) semblent confirmer ce dernier point.

Les parties en traits mixtes, de la courbe, ont été obtenues pendant la mise en charge des diverses éprouvettes, et les parties en traits gras pendant leur fluage.

On voit ainsi, qu'à température constante, la quantité de martensite formée est indépendante de la manière dont a été créée la déformation, et ne dépend que de l'amplitude de celle-ci.





**Figure 50**

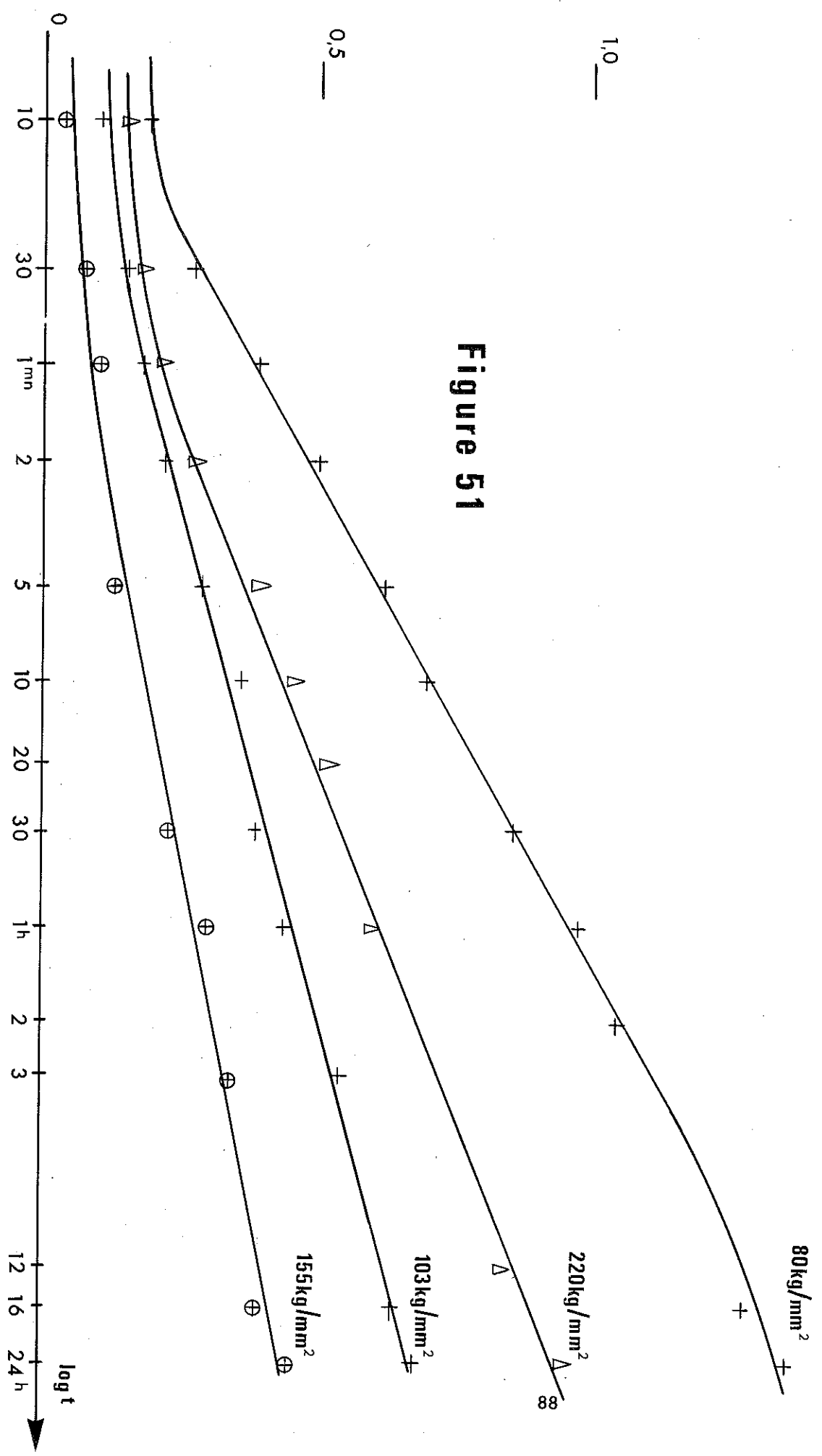
a 20°k pour diverses contraintes après  
mise en charge a  $\frac{1 \text{ kg/mm}^2}{\text{mm}}$

1,5

1,0

0,5

Figure 51





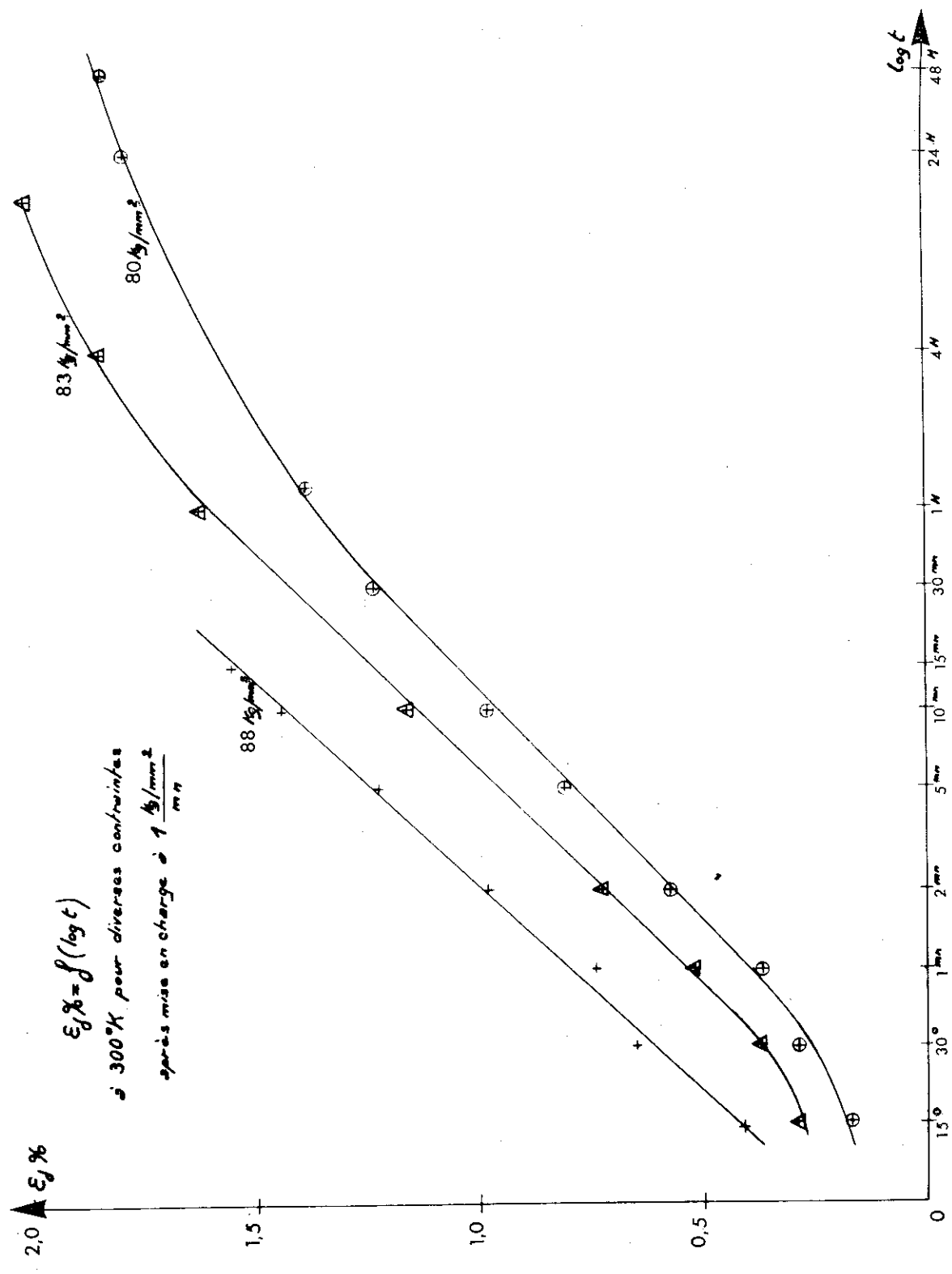
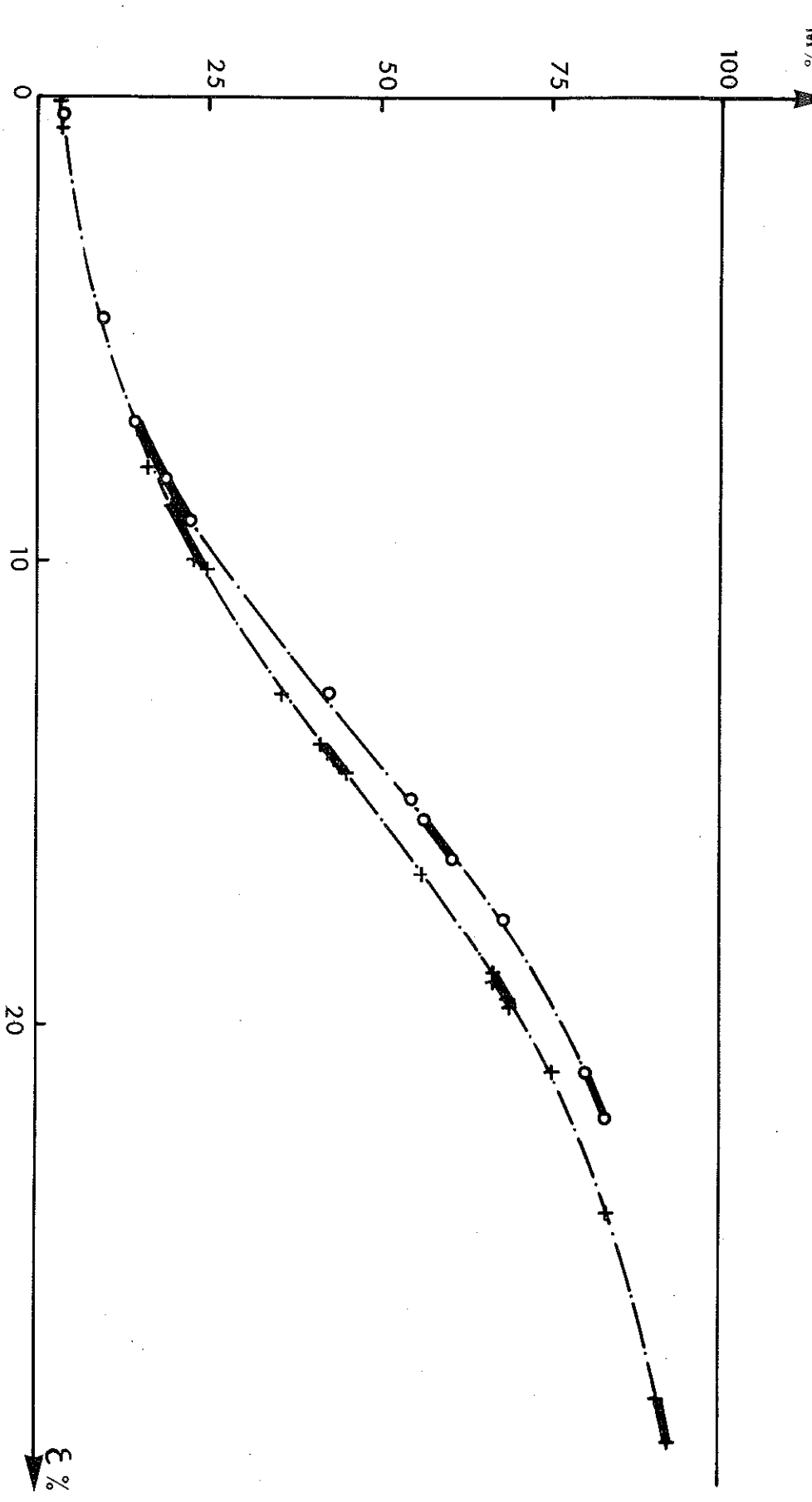


Figure 52



--- M = f(ε) a la mise en charge

— M = f(ε) au fluage pour différentes contraintes

O Température de l'azote liquide

+ Température de l'hydrogène liquide

**Figure 53**

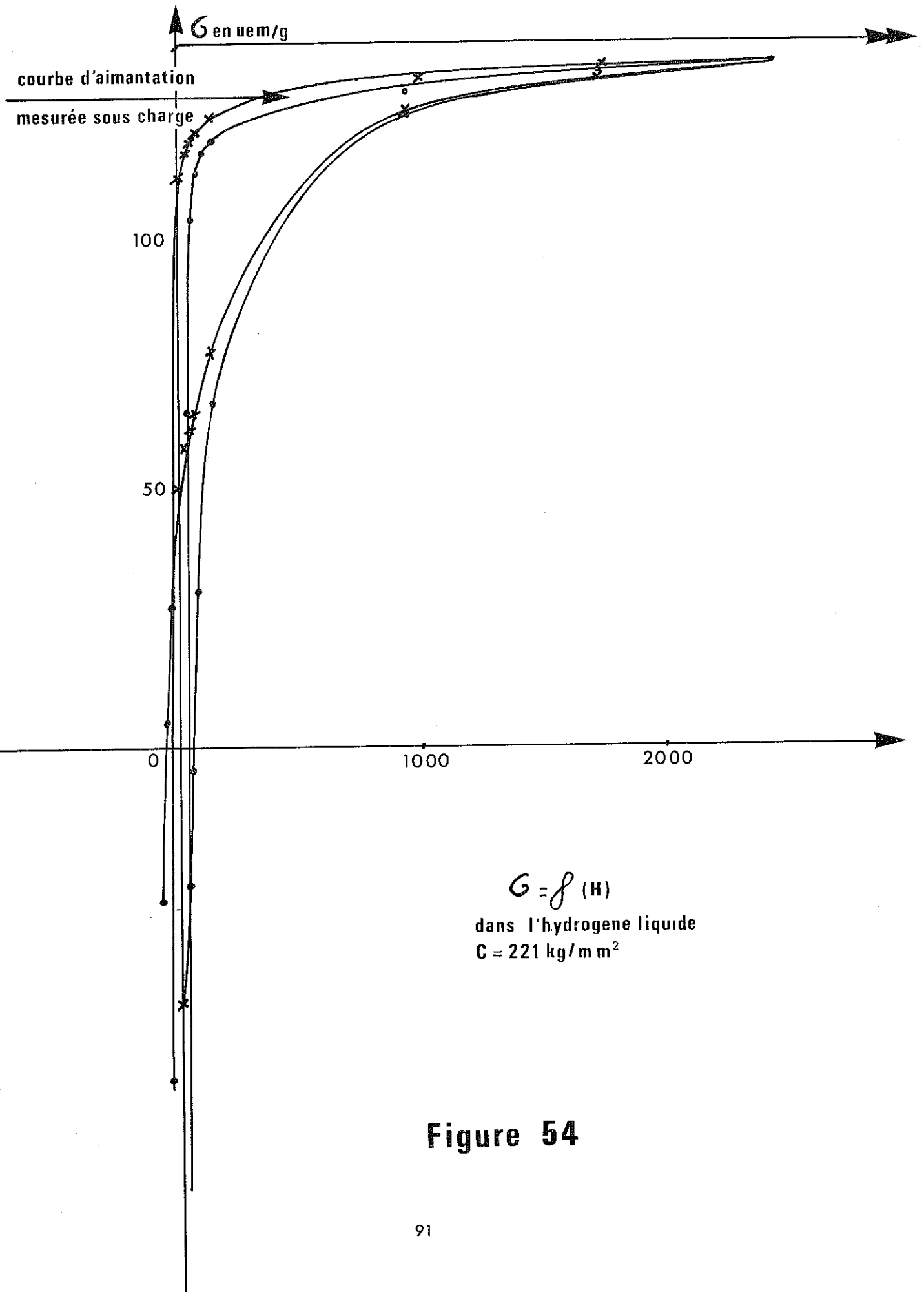


Figure 54

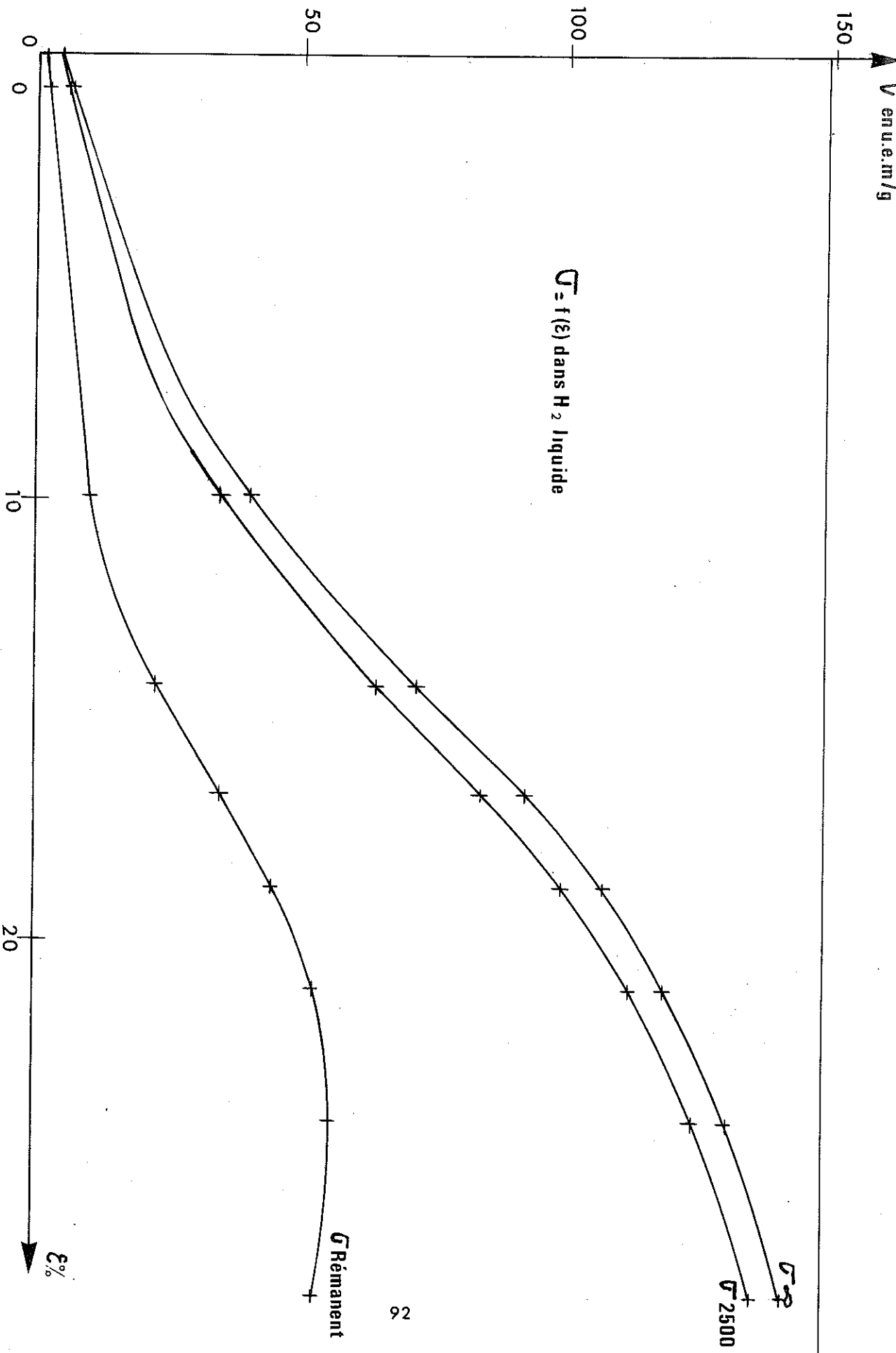


Figure 55

Par ailleurs, nous avons pu vérifier, au cours des expériences, qu'à la suppression de la contrainte,  $\mathcal{E}$  et  $M$  n'évoluent pas de façon mesurable, et que  $M$  n'est pas affecté par une déformation élastique, comme le montre la figure 54, où la courbe mesurée sous charge a été obtenue en laissant sur l'éprouvette une contrainte de  $221 \text{ kg/mm}^2$  et où l'autre courbe a été obtenue après avoir déchargé l'éprouvette. On notera une très nette augmentation de la rémanente qui s'explique très bien par le déplacement des parois de BLOCH dû à la contrainte, ainsi que l'a montré NEEL (19).

Ces résultats, ajoutés à ceux des microscopies électroniques, ainsi qu'à la forme classique des courbes de fluage, laissent à penser que, suivant la formation de la phase hexagonale, celle de la martensite est liée d'une manière étroite au balayage de l'échantillon par les dislocations.

La figure 55 donne des courbes obtenues pour l'aimantation dans divers champs en fonction de la déformation. On peut constater que les valeurs obtenues pour l'aimantation à saturation et pour l'aimantation mesurée à  $2.500$  oe diffèrent relativement peu.

Nous n'avons pu expliquer la diminution de rémanente obtenue pour les fortes déformations (les rémanentes données ici ont été mesurées après avoir déchargé l'éprouvette).

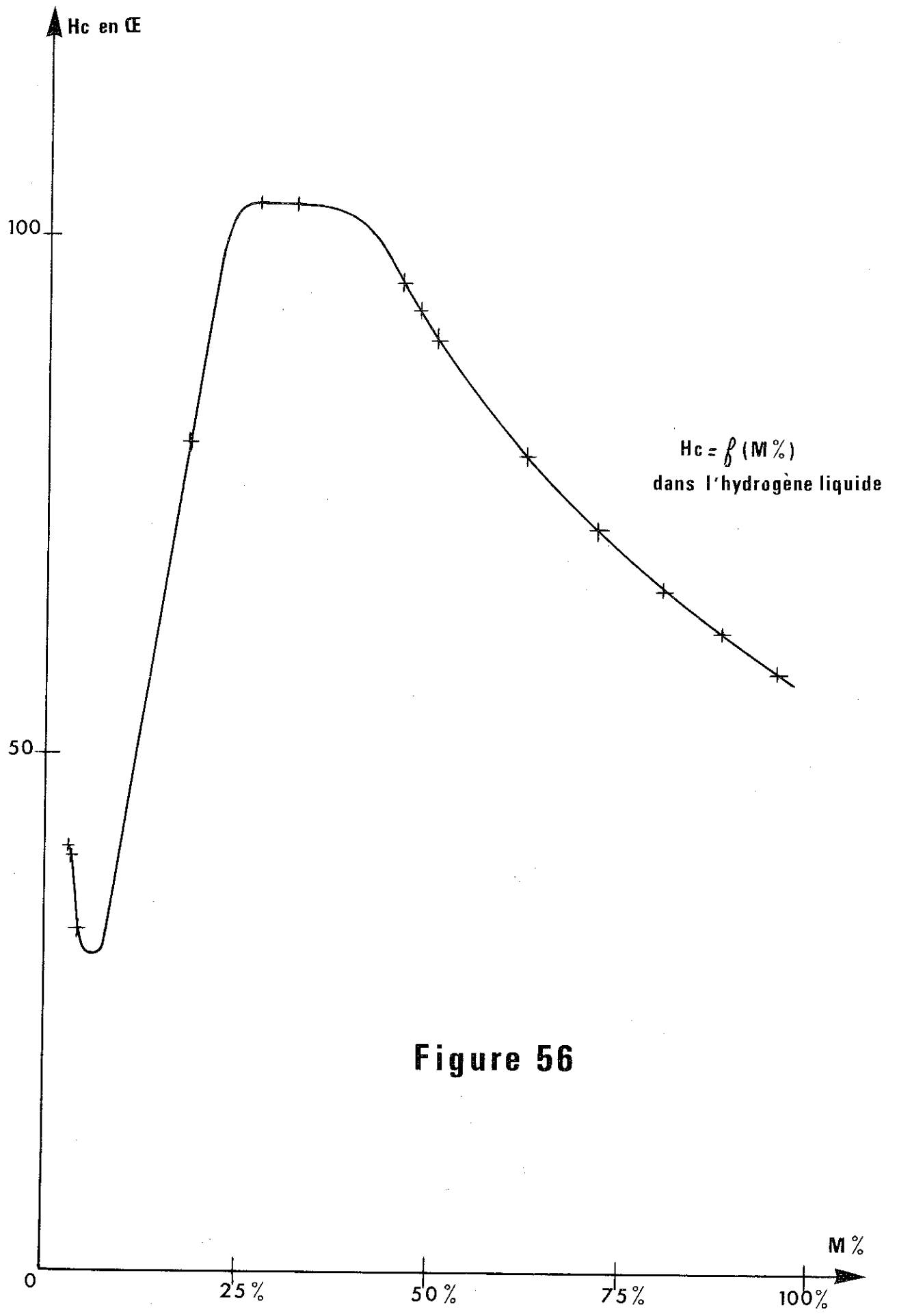
La figure 56 donne le champ coercitif en fonction du pourcentage de martensite.

La très forte augmentation de champ coercitif obtenue en début de transformation peut s'expliquer par l'apparition brusque de grains martensitiques, alors que la diminution de champ coercitif lorsque la quantité de martensite augmente peut s'expliquer par un effet de proximité entre des plaquettes dont le nombre augmente considérablement.

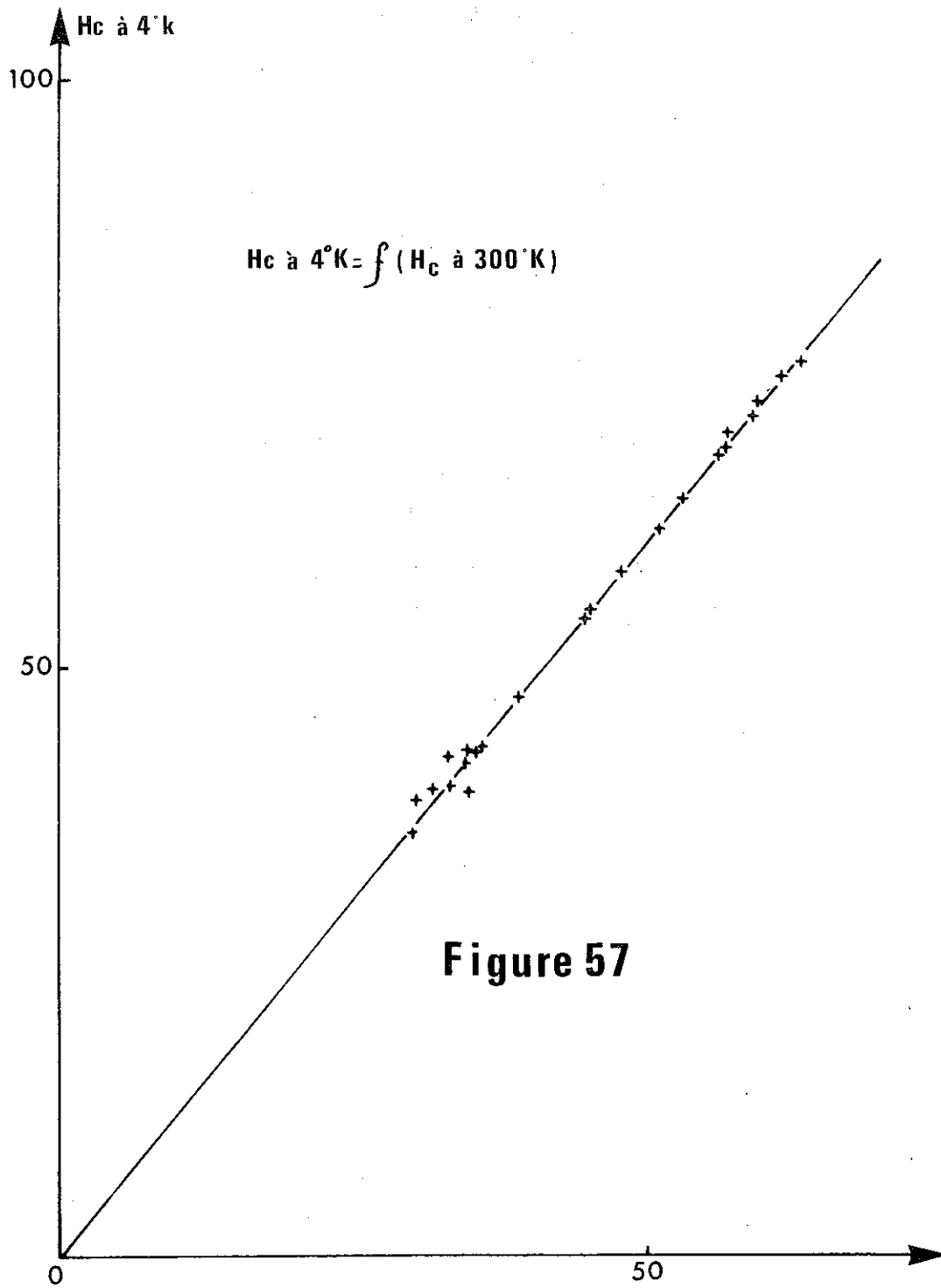
En effet, nous avons essayé, en mesurant les champs coercitifs à  $4^\circ \text{ K}$  et à  $300^\circ \text{ K}$  d'échantillons prélevés dans les éprouvettes écrouies, de mettre en évidence un super-paramagnétisme dû à des grains fins, qui aurait pu expliquer les variations de  $H_c$  par des variations de grosseur des grains. Nous n'avons rien pu observer de tel : dans tous les cas, les champs coercitifs mesurés à  $4^\circ \text{ K}$  étaient proportionnels à ceux mesurés à  $300^\circ \text{ K}$ , comme le montre la figure 57, ce qui indique que l'on a affaire à de gros domaines et que la nature de la martensite précipitée reste identique, quel que soit le taux d'écrouissage.

#### Remarque :

Tous les échantillons écrouis dans l'hydrogène liquide au-delà de la limite élastique, se sont raccourcis pendant leur réchauffage à température ambiante, d'environ  $0,3 \text{ mm}$ , sans qu'il y ait variation simultanée d'aimantation. Ce phénomène n'a jamais été observé sur les échantillons écrouis à température de l'azote liquide, et aucun allongement n'a été constaté sur les éprouvettes vierges lors de leur refroidissement de  $300^\circ \text{ K}$  à  $20^\circ \text{ K}$ . Nous n'avons pu expliquer ce phénomène à partir de nos résultats.



**Figure 56**



**Figure 57**



## CONCLUSION

Les résultats de ce travail permettent de penser, que le fluage observé dans les aciers inoxydables du type "18-8", est une propriété intrinsèque de ces aciers et que la transformation martensitique observée n'est qu'un phénomène secondaire dû au balayage du métal par les dislocations.

Dans ces conditions, un acier fluant peu à haute température, et qui ne devrait donc pas fluer à basse température, devrait présenter alors une très faible transformation martensitique.

L'étude d'un tel acier devrait donc permettre de conclure ce travail de façon certaine.



# BIBLIOGRAPHIE

- 1 J. MENARD Thèse, Grenoble, 1961.
- 2 ANDRADE Revue de Métallurgie, Mémoires, 1952 p. 470.
- 3 ANDRADE Proc. Roy. Soc. 84 (1910) I.
- 4 ANDRADE et CHALMERS Proc. Roy. A 138 (1932) 348.
- 5 HOPKIN Proc. Phys. Soc. B. 63 (1950) 346.
- 6 ANDRADE Proc. Phys. Soc. 60 (1948) 304.
- 7 L. WEIL Techniques de l'ingénieur. Mesures et Contrôle. R. 4080.
- 8 R. PAUTHENET Thèse, Grenoble, 1952 Masson et C. Editeurs.
- 9 W. BOLLMANN Phys. Rev. 103 (1956) 1588.
- 10 BEAUVAIS Métaux Corrosion Industrie 34, 1959 p. 247.
- 11 BASINSKI Proc. Roy. Soc. A 240 (1957) 229.
- 12 D. MUGNIER et J GENESTE Comptes Rendus, 254, 1962 p. 2976.
- 13 BILBY et CHRISTIAN J.I.S.I., 197, 1961, 2, p. 122.
- 14 CINA J.I.S.I., 177, 1954, p. 406.
- 15 Les Dislocations, J. FRIEDEL, Paris 1956, Gauthier-Villars Editeurs.
- 16 WYATT O.H. (1953) Nature 167, 866.
- 17 D. MUGNIER et L. WEIL Comptes Rendus.
- 18 The effect of experimental variables including the martensic transformation.... by C.J. GUNTNER and R.P. REED. N.B.S. Boulder.
- 19 L. NEEL Annales de l'Institut Fourier, Grenoble.
- 20 J. MENARD et L. WEIL Comptes Rendus, 250, 1960 p. 4160.
- 21 J. DEDIEU Thèse, Paris, 1952.
- 22 KELLY et NUTTING J.I.S.I. 197, 1961, 3 p. 199.

Vu  
Grenoble  
Le Président de la Thèse  
L. WEIL

Vu  
Grenoble  
Le Doyen de la Faculté  
des Sciences  
L. WEIL

VU et permis d'imprimer  
Le Recteur de l'Académie  
de Grenoble  
R. TREHIN