

T0175  
1985/DI

**DEFORMATION PLASTIQUE PAR TRACTION ET PAR FLUAGE  
DES ACIERS INOXYDABLES AUX TEMPERATURES  
CRYOGENIQUES**

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

*Cette thèse a été effectuée dans les laboratoires du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures de Grenoble sous la Direction de Monsieur le Doyen L. WEIL à qui j'adresse mes sentiments de profonde reconnaissance pour ses conseils et ses encouragements.*

*Je remercie aussi Monsieur F. BERTAUT pour l'intérêt qu'il a apporté à ce travail, Monsieur A. LACAZE pour l'aide constante qu'il m'a donnée et Monsieur P. PAUTHENET qui a bien voulu faire partie de ce jury de thèse.*

*Toute ma gratitude est adressée à tout le personnel du laboratoire et en particulier à Monsieur J. GENESTE.*

*Ce travail a été financé par la Société L'AIR LIQUIDE (CANADA) que je tiens à remercier en la personne de Monsieur P. SALBAING.*

**R. VOYER**

# TABLE DES MATIERES

<b>1 - INTRODUCTION</b> .....	4
<b>2 - GENERALITES SUR LA DEFORMATION PLASTIQUE DES METAUX</b> .....	5
1 - Introduction .....	5
2 - Notion de dislocation .....	6
3 - Résistance des métaux .....	7
4 - Observations des dislocations .....	9
5 - Fluage .....	10
6 - Transformation de phase .....	13
<b>3 - COMPORTEMENT DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES A BASSE TEMPERATURE</b> .....	14
1 - Introduction .....	14
2 - Stabilité de la structure c.f.c. ....	14
3 - Propriétés mécaniques des aciers inoxydables aux basses températures .....	16
4 - L'acier inoxydable 18 - 10 .....	16
5 - Choix des aciers étudiés .....	17
<b>4 - REALISATION DES MESURES</b> .....	21
1 - Mesures des traction et de fluage .....	21
2 - Mesures magnétiques .....	28
3 - Microscopie électronique .....	31
4 - Diffraction électronique par transmission .....	33
5 - Diffraction des rayons X .....	33
<b>5 - L'ACIER 25 - 20</b> .....	34
1 - Résultats .....	34
2 - Discussion .....	48
3 - Conclusions .....	55
<b>6 - L'ACIER 18-10 A L'AZOTE</b> .....	57
1 - Résultats .....	57
2 - Discussion .....	80
3 - Conclusions .....	87
<b>7 - INTERET INDUSTRIEL</b> .....	88
<b>ANNEXE</b> .....	89
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	92

# INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques, c'est-à-dire de structure cristallographique cubique à face centrée, présentent aux températures cryogéniques des qualités telles que résistance à la corrosion, excellente ductilité, conductibilité thermique faible qui leur donnent une position privilégiée parmi les matériaux de construction.

Mais un problème qui se pose lors de leur emploi est celui du fluage qui, dans le cas d'appareils de liquéfaction par exemple, nécessite des démontages très fréquents et coûteux des installations pour resserrage des boulons.

Une conséquence du fluage de ces aciers est que dans certains cas, à cause de l'instabilité thermodynamique à basse température, il se produit une transformation de phase cristallographique au cours de la déformation plastique ; la structure cubique face centrée (c.f.c.) passe à une structure cubique à corps centré (c.c.c.). Deux études antérieures (1) (2) sur le comportement d'un acier du type 18-10 entre 20°K et 300°K, en traction, en fatigue et au cours du fluage ont donné un certain nombre de renseignements fondamentaux concernant la relation entre la déformation plastique et cette transformation de phase. La phase c.c.c. est ferromagnétique et l'aimantation qui apparaît au cours de la déformation est gênante pour certaines applications. On peut donc comprendre pourquoi il est important de trouver des aciers stables aux basses températures, c'est-à-dire des aciers qui résisteront tant au fluage qu'aux transformations de phase, ce qui nous amène à l'objet de la présente étude.

Nous avons étudié quelques aciers inoxydables dont on pouvait espérer qu'ils auraient des propriétés mécaniques supérieures aux aciers actuellement utilisés dans l'industrie du froid et aussi essayé de délimiter les facteurs qui rendraient ces aciers supérieurs.

# GENERALITES SUR LA DEFORMATION PLASTIQUE DES METAUX

2

## 1 INTRODUCTION

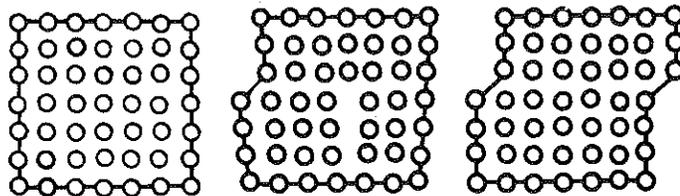
Les deux modes usuels de déformation plastique dans les métaux aux températures subambiantes sont le glissement des plans d'atomes et aux fortes contraintes, le maclage.

Le glissement des lamelles cristallines les unes sur les autres est analogue à celui des cartes d'un jeu qu'on étale sur une table : le mouvement est concentré sur quelques plans parallèles avec des régions intermédiaires non-déformées. La déformation est anisotrope et se fait de façon préférentielle, selon les plans cristallins possédant la plus grande densité d'atomes. Pour les métaux de maille élémentaire cubique à faces centrées (c.f.c.) les  $\{111\}$  sont les plans de glissement préférentiels : pour les métaux de maille hexagonale compacte (h.c.), le plan de base (0001) a la préférence tandis que pour les métaux cubiques à corps centré (c.c.c.) le glissement se produit selon les plans  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$  qui sont tous de grande densité atomique.

Le maclage lui, qui est le mécanisme de déformation dans de nombreux réseaux, se produit par un cisaillement homogène : chaque plan cristallographique se déplace d'une distance proportionnelle à sa distance du plan qui sépare les parties déformées et non-déformées. Ce plan de séparation des parties déformées et non-déformées est dénommé le « plan de macle ». La structure résultante de ce genre de déformation est symétrique autour du plan de macle ; la partie déformée est l'image dans un miroir de la partie non-déformée. Comme le glissement, le maclage lui aussi se produit de façon préférentielle ; le plan de macle des métaux c.f.c. est toujours  $\{111\}$ , pour les métaux h.c. il est  $\{10\bar{1}2\}$  tandis que pour les métaux c.c.c. il est  $\{112\}$ . Une condition absolument nécessaire régissant la déformation par maclage est que le cisaillement ne doit altérer ni la symétrie du métal, ni les dimensions de la maille. A basse température, la déformation par maclage n'a pas lieu avant que le glissement devienne impossible car l'effort nécessaire pour produire une macle est nettement plus élevé que pour initier un glissement (3).

## 2 NOTION DE DISLOCATION

Le fait que les valeurs expérimentales de l'effort critique nécessaire pour produire une déformation soient très faibles comparativement aux valeurs théoriques pour un cristal parfait nous force à admettre qu'il doit y avoir dans les cristaux réels des imperfections qui permettent des glissements sous de très faibles contraintes. Taylor (4) a montré comment ces imperfections, dénommées dislocations, pouvaient produire une déformation. Comme le montre la figure II-1, le passage d'une dislocation à travers le cristal équivaut à un glissement d'une période du réseau.



Déformation produite par le passage d'une dislocation

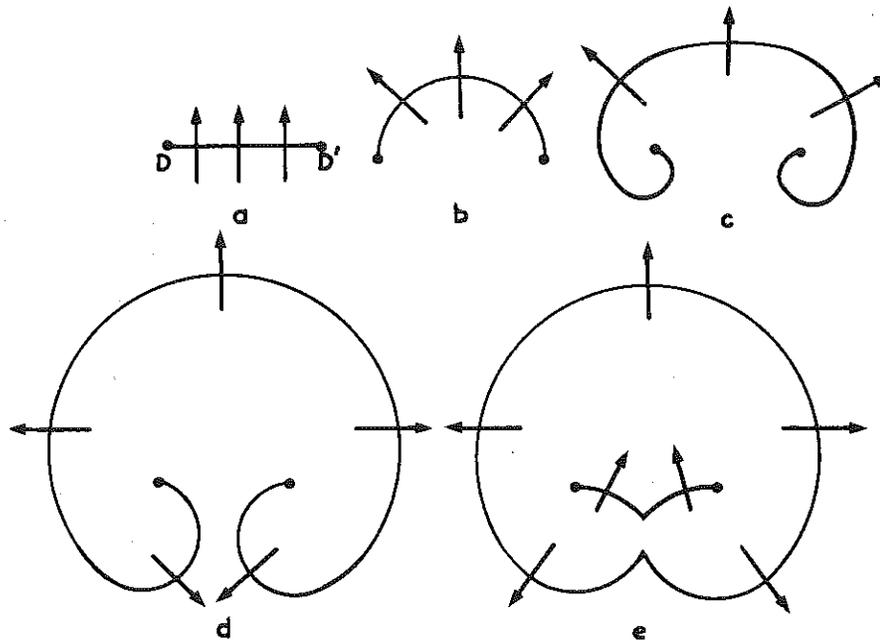
Figure II-1

La densité de dislocations est définie par le nombre de lignes de dislocations qui traversent l'unité de surface du cristal. Dans un métal coulé ou dans un métal après un recuit on trouve l'ordre de  $10^7$  dislocations/cm<sup>2</sup>, tandis que dans un métal fortement écroui on trouve de l'ordre de  $10^{12}$  dislocations/cm<sup>2</sup>. Il y a donc au cours de l'écrouissage, multiplication de dislocations.

Aussi, durant la déformation plastique, comme on a remarqué auparavant, les glissements atomiques ne sont pas homogènes, mais concentrés sur quelques plans actifs et le glissement total équivaut à plusieurs distances atomiques. Ceci semblerait indiquer que chaque plan actif est balayé par plusieurs dislocations, car chaque dislocation produit seulement un glissement équivalent à une distance atomique.

L'accroissement de la densité de dislocations et le caractère localisé de la déformation plastique sont expliqués par le mécanisme de Frank-Read (5). Ce mécanisme est basé sur l'idée que les bouts d'une dislocation sont ancrés, soit par une partie de dislocation qui se trouve hors du plan de glissement, soit par des atomes d'impuretés ou des précipités. Dans la figure II-2, le plan de la figure est le plan de glissement d'un segment de la dislocation DD' : une contrainte appliquée produit une force sur la dislocation et la fait enfler.

Si la contrainte croît au-delà d'une valeur critique, la dislocation devient instable et s'étend : la boucle revient sur elle-même (c et d) et les deux portions se rencontrent (e) et forment une boucle fermée qui continue à s'étendre sous la contrainte appliquée et nous revenons à la position DD' (a) qui est prête à subir à nouveau le même processus. On voit donc comment le glissement peut se produire en des endroits bien localisés et donne lieu à la multiplication des dislocations.



Source de Frank-Read  
Figure II-2

### 3 RESISTANCE DES METAUX

Les métaux purs sont en général très plastiques et leur résistance mécanique très faible. Mais on peut améliorer cette résistance si on entrave le mouvement des dislocations.

On peut, par exemple, immobiliser les dislocations en introduisant dans le métal des particules d'une deuxième phase. Ce procédé est utilisé pour le durcissement de l'acier ; la précipitation de particules de carbure de fer dans le fer crée des obstacles que les dislocations ont des difficultés à franchir.

Les impuretés jouent également un rôle dans le comportement des dislocations. Elles diffusent vers ces dernières ; les atomes de dimensions supérieures à celle de la matrice sont attirés vers des régions en tension avoisinant la dislocation alors que les atomes de plus faibles dimensions que ceux de la matrice sont attirés vers les régions de compression. On remarque d'après la figure II-1 que les régions en tension sont celles sous le plan de glissement tandis que les régions en compression sont celles immédiatement au-dessus. Une fois formées autour des lignes de dislocations ces groupements d'impuretés ancrent les dislocations. La séparation des dislocations des nuages d'impuretés requiert l'application d'une force importante tandis que le mouvement des dislocations avec les impuretés dépendrait de la diffusion et serait alors très lent excepté à haute température. Cottrell (5) interprète la limite élastique comme l'instant où les dislocations se séparent des groupements d'impuretés pour donner la première déformation plastique. Diverses expériences (5, 6) ont montré que des impuretés telles que le carbone et l'azote amélioraient la limite élastique d'un métal et que leur présence est, en général, caractérisée par un premier décrochement très net qui correspondrait à la séparation soudaine des dislocations des impuretés.

Un blocage des dislocations peut également résulter de l'existence de frontières entre les grains. Les joints de grains présentent une barrière que les dislocations ont des difficultés à franchir surtout à basse température. Les dislocations ont plutôt tendance à s'empiler aux joints de grains. On peut donc comprendre l'avantage d'avoir dans un métal polycristallin des grains très petits.

Il est bien connu que la résistance des matériaux cristallins augmente avec la déformation plastique. Ce phénomène, appelé durcissement par écrouissage (work-hardening), s'explique par un accroissement de la densité de dislocations : dislocations qui s'entremêlent, ce qui rend plus difficile le mouvement d'une dislocation dans un plan de glissement déjà sillonné par beaucoup d'autres dislocations.

Les procédés décrits ci-dessus deviennent inefficaces aux températures où la diffusion est importante. En effet, les particules précipitées (c.f. -  $\text{Fe}_3\text{C}$ ) commencent alors à se dissoudre : les nuages d'impuretés peuvent, par diffusion, glisser en même temps que les dislocations : les dislocations ont maintenant assez d'énergie pour franchir les joints de grains ou diffuser le long de ceux-ci et le recuit a tendance à réduire le nombre des dislocations et ainsi à radoucir le métal.

## **4 OBSERVATION DES DISLOCATIONS**

La brève description qualitative qui précède peut laisser des doutes sur l'existence réelle des dislocations, mais plusieurs expériences récentes ont confirmé leur existence. Ces expériences sont de deux sortes : celles qui dépendent d'une attaque chimique de la surface du métal et celles qui dépendent des méthodes physiques telles que les rayons X et la microscopie électronique qui permettent de voir à l'intérieur du métal.

### **a-méthodes chimiques**

Les points d'émergence des dislocations à la surface d'un métal peuvent parfois être observés par des attaques chimiques convenables. L'attaque chimique produit des puits (etch pits), aux bouts des dislocations, qui peuvent être observés au microscope optique et comptés afin de déterminer la densité de dislocations car la surface observée est assez grande, ce qui permet d'obtenir une statistique représentative du métal massif.

Une autre méthode chimique est la «décoration des dislocations». Il s'agit d'introduire des impuretés dans le métal et par traitements thermiques, de précipiter une seconde phase sur la dislocation. Ensuite par examen au microscope optique il est possible d'observer les précipités et ainsi déduire où se trouve la dislocation.

### **b-méthodes physiques**

La différence d'intensité d'un faisceau de rayons X diffracté par la matrice et par les régions distordues à cause de la présence de dislocations, permet de détecter les dislocations (7). Le principal avantage de cette méthode est que l'essai est non-destructif, mais il y a un manque de résolution, ce qui limite l'application à des matériaux de faible densité de dislocations.

Hirsh (8) et Bollman (9) ont montré comment la microscopie électronique pouvait être utilisée pour étudier les dislocations dans les lames minces. Lorsqu'une lame mince métallique est examinée par transmission dans un microscope électronique, il est possible de voir, sur l'écran fluorescent, l'image des dislocations, car les électrons sont diffractés en passant à travers les régions déformées de la matrice autour d'une dislocation. En général, les électrons diffractés ne sont pas collectionnés par la lentille objective du microscope, car le diaphragme objectif est très petit. Les dislocations apparaissent donc comme des lignes noires sur l'écran.

Des lames minces convenables pour observation par transmission, c'est-à-dire d'épaisseur inférieure à quelques centaines d'angstroms, peuvent être préparés à partir de métaux massifs par une technique d'amincissement électrolytique (1,9). Comme pour cette technique il s'agit d'abord de faire un polissage mécanique suivi d'une attaque électrolytique on pourrait penser qu'il y aurait un réarrangement des dislocations dans la préparation, mais Valdré (10) a montré que, pour les aciers inoxydables, la technique de préparation de lames minces n'affectait pas la distribution de dislocations et que les phénomènes observés étaient représentatifs de ceux qui se produisaient dans le métal massif.

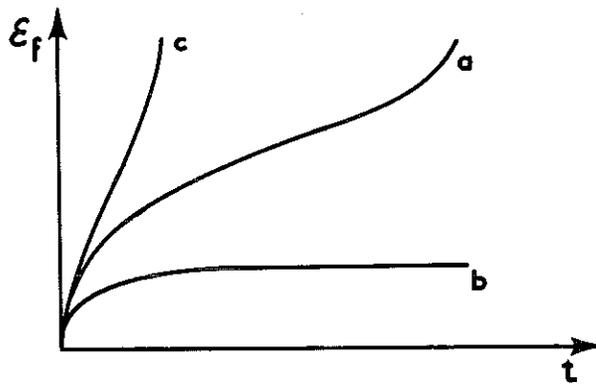
Il est aussi possible d'obtenir par comptage une idée de la densité de dislocations mais cette technique est limitée aux échantillons faiblement déformés car aux fortes déformations la densité est si élevée qu'on ne peut plus distinguer les dislocations les unes des autres. A cause du caractère localisé d'une déformation il est difficile d'obtenir une statistique représentative du métal massif. Aussi l'échauffement dû au faisceau risque parfois de recuire le métal, c'est à dire de réduire le nombre de dislocations, et ainsi fausser la statistique.

Cette méthode d'examen par microscope électronique est de plus en plus utilisée en métallurgie pour étudier le rôle des dislocations dans les déformations, transformations de phases, etc...

## **5 LE FLUAGE**

### **a-aspects phénoménologiques du fluage**

Le fluage est défini comme étant la déformation plastique ( $\epsilon_f$ ) avec le temps ( $t$ ) sous contrainte ( $\tau$ ) constante. La figure 11-3 représente les trois formes caractéristiques des courbes de fluage.



- a - courbe classique
- b - faible contrainte et basse température
- c - grande contrainte et haute température

figure II-3

On peut représenter la vitesse de fluage ( $\partial \epsilon_f / \partial t$ ) par une loi de la forme

$$\partial \epsilon_f / \partial t = A t^{-n} \quad \text{II-1}$$

où A est une constante et  $0 < n < 1$ .

En général n décroît quand la température croît. Dans le cas où  $n = 1$ , on a le fluage logarithmique.

$$\epsilon_f = a \log(t) \quad \text{II-2}$$

En général ce fluage s'observe à basse température et sous faibles contraintes. Wyatt (11) a pu appliquer une telle loi au fluage du cuivre polycristallin à basse température ( $< 200^\circ \text{K}$ ). Aux températures plus élevées, où  $n = 2/3$ , on a le fluage du type Andrade

$$\epsilon_f = \beta t^{1/3} \quad \text{II-3}$$

et aux très hautes températures où  $n = 0$

$$\epsilon_f = kt \quad \text{II-4}$$

Une telle loi est souvent observée aux basses températures et sous de fortes contraintes : c'est le fluage à régime permanent ou «quasi-visqueux».

L'équation II-1 montre que le fluage initial doit être infiniment grand à toutes températures : cela a été vérifié par les expériences de Meissner (12) sur des monocristaux de cadmium à basse température.

## b-théorie de fluage basée sur la notion des dislocations

Les théories du fluage sont assez vagues. Comme dit Friedel (3) «son explication (le fluage) demanderait une théorie précise de l'écroissage que l'on n'a guère jusqu'ici». Les théories à hautes et basses températures sont basées sur la distinction suivante. Dans les fluages de hautes températures, il y aurait un revenu au cours du fluage : les dislocations auraient assez d'énergie pour diffuser hors de leur plan de glissement une fois bloquées dans leur plan de glissement, ce qui radoucira le métal et permettrait une nouvelle déformation, Il n'y aurait pas de revenu dans le fluage à basse température : la température serait juste suffisante pour aider les dislocations à franchir des obstacles dans leur plan de glissement, mais elle ne leur permettrait pas de diffuser hors de ce plan. Nous ne discuterons ici que du fluage à basse température.

Mott et Nabarro (13) considèrent le spécimen qui flue comme un ensemble de boucles de dislocations, indépendantes les unes des autres. Chaque élément possède une force d'activation ( $\tau_a$ ) et ne peut fluer que lorsque la force appliquée dépasse cette valeur : l'énergie d'activation correspondante ( $U_a$ ) est une fonction croissante de  $\tau_a$ . Quand une dislocation est activée, elle fait un saut qui donne un accroissement de la déformation plastique.

Toutes les théories qui partent de ce modèle aboutissent à une loi logarithmique de la forme

$$\epsilon_f = \alpha(\log \gamma t)^{1/m} \quad \text{II-5}$$

où  $1 < m < 2$  et  $\gamma$  est une fréquence de vibration d'une boucle de dislocation. La valeur de  $m$  dépend de la fonction prise pour l'énergie d'activation nécessaire pour faire sauter une dislocation. En général

$$U_a = K(\tau_a)^n \quad \text{II-6}$$

Selon Becker (14)  $m = 2$ , selon Mott et Nabarro (13)  $m = 3/2$  et selon Cottrell (5)  $m = 1$ .

D'après ce modèle, les dislocations ne peuvent sauter qu'une fois sous de faibles contraintes, ce qui conduit à un épuisement graduel des dislocations actives, tandis que sous de plus fortes contraintes elles peuvent s'échapper de nouveau et ainsi établir un régime d'équilibre entre leur vitesse de blocage et leur vitesse d'échappement (3, 5).

# 6 TRANSFORMATION DE PHASE

Un écrouissage peut aussi amener une transformation cristallographique dans un métal ou un alliage. Une telle transformation de phase bien connue est la transformation austénite ( $\gamma$ )  $\rightarrow$  martensite ( $\alpha$ ) qui se produit dans plusieurs systèmes : par exemple Fe-Ni, Cu-Zn, Li, Li-Mg, Au-Cd (15) et les aciers inoxydables (1, 2).

La transformation martensitique est caractérisée par le fait qu'elle se produit sans diffusion, par cisaillement et que la composition chimique de la structure finale est la même que celle de la structure initiale.

Cette transformation de phase peut se produire soit par refroidissement soit par écrouissage. Dans la transformation athermique, la température de transformation est appelée  $M_s$ . Mais par déformation plastique, la transformation est induite à des températures bien au-dessus de point  $M_s$  et l'étendue de la transformation est beaucoup plus considérable que par refroidissement seulement (2,17).

# 3

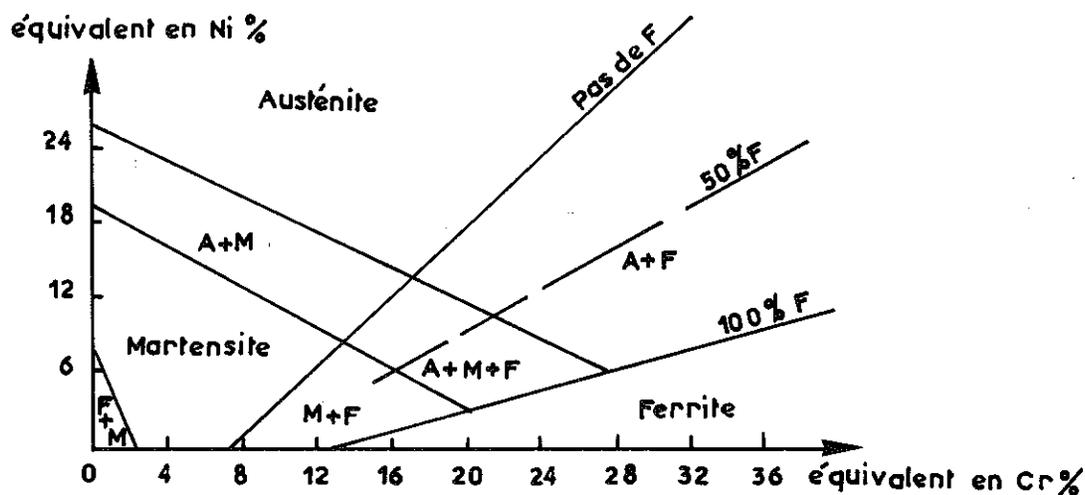
## COMPORTEMENT DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES A BASSE TEMPERATURE

### 1 INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques ont une teneur en chrome de 12 % à 30 % et en nickel de 7 % à 25 %. Ils prennent à haute température une structure c.f.c. qu'ils gardent par trempe à la température ambiante.

### 2 STABILITE DE LA STRUCTURE c.f.c.

La stabilité de la structure austénitique dépend de la teneur en Ni, Cr et en impuretés (C, N, Mo, Ti) ainsi que des traitements thermiques.



$$\text{équivalent en Ni} = \% \text{ Ni} + 30 \% \text{ C} + 5 \% \text{ Mn}$$

$$\text{équivalent en Cr} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \% \text{ Si} + 0,5 \% \text{ Nb}$$

figure III-1

On peut classer les éléments compensants d'un acier comme étant soit alpha-gènes, c'est-à-dire favorisant la structure  $\alpha$  (c.c.c.), soit gammagènes qui favorisent la présence de la phase  $\gamma$  (c.f.c.). On a même pu obtenir une équivalence quantitative entre les différents éléments alphas-gènes comme le montre la figure III-1 (16).

Il convient d'insister sur le fait que l'obtention d'une structure austénitique est dûe en particulier à la présence du nickel qui, non seulement agrandit le domaine de la phase  $\gamma$ , mais aussi la stabilise, empêchant la transformation martensitique de se faire. La figure III-2 montre bien l'influence du nickel sur le point  $M_s$  pour l'alliage Fe-Ni (17).

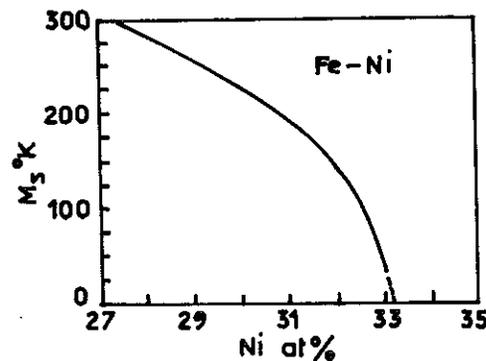


Figure III-2

Les impuretés telles que Mn, N et C stabilisent aussi la phase austénite (15) Fauvel (18) a même obtenu une relation quantitative entre l'abaissement du point  $M_s$  et la teneur en éléments d'alliage :

$$\Delta M_s = - 30 (\Delta Ni + \Delta Cr + \Delta Mn) - 1500 \Delta C - 1300 \Delta N \quad \text{III-1}$$

Mais il faut bien noter que les indications obtenues par cette relation empirique n'ont de valeur réelle que pour comparer la stabilité relative des différents aciers, la valeur absolue pouvant être décalée.

Il est aussi important de remarquer que, bien que le carbone augmente la stabilité de la phase  $\gamma$ , il rend aussi l'acier fragile, ce qui réduit la résistance mécanique (18).

### **3 PROPRIETES MECANIKQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUX BASSES TEMPERATURES**

En général, les propriétés mécaniques des aciers inoxydables s'améliorent avec un abaissement de température. Comme le montre le tableau suivant d'après Guntner et Reed (19) pour des aciers inoxydables utilisés dans l'industrie du froid, les limites élastiques et de rupture sont nettement plus élevées aux basses températures mais on observe des anomalies au-dessous de 20°K.

### **4 L'ACIER INOXYDABLE 18-10**

Les études très complètes de l'acier inoxydable 18-10 (18 % Cr, 10 %Ni), faites par Ménard (2) et Mugnier (1) ont montré que par écrouissage à basse température soit en traction, en fatigue ou en fluage, il se produit une transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  par l'intermédiaire d'une phase hexagonale compacte (h.c.). Cette transformation est gênante car la martensite rend l'acier fragile.

Ménard a montré que la transformation martensitique ne se fait pas de façon continuellement croissante par refroidissement au-dessous de la température ambiante, mais présente un maximum, qu'il y ait refroidissement seul ou refroidissement puis écrouissage. Ces mesures avaient aussi montré que la répétition de contraintes de traction ne changeait ni la nature ni la quantité de martensite précipitée après la première contrainte.

Mugnier a montré qu'à basse température, cet alliage présente un maximum de fluage dans la région de la limite élastique, suivi d'une décroissance de la vitesse de fluage qu'il a attribuée au blocage de dislocations par la martensite formée. L'étude a également montré que l'apparition de la martensite est un phénomène secondaire lié aux mouvements des dislocations et que c'est bien ce mouvement et non, comme on aurait pu le penser à priori, l'augmentation des distances interatomiques quand on passe de  $\gamma$  à  $\alpha$  qui donne lieu au fluage.

# 5 CHOIX DES ACIERS ETUDIES

## $\alpha$ -acier inoxydable 25-20

Il est bien connu que les aciers inoxydables du type 25-20 (25 % Cr, 20 % Ni) ne subissent pas lors d'un écrouissage à basse température une transformation austénite  $\rightarrow$  martensite (19,20).

Il était donc intéressant de vérifier pour un acier austénitique stable, que le fluage se produisait mais que la décroissance de la vitesse de fluage aux charges élevées, notée pour l'acier 18-10 et attribuée à la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ , n'avait pas lieu.

La composition chimique de l'acier étudié était la suivante :

Cr	Ni	Si	Mn	Mo	Cu	C	P	N
25,15	18,65	1,86	1,35	0,23	0,09	0,175	0,023	0,12

Grosseur des grains            indice 8 (diamètre moyen = 22  $\mu$ )

TABLEAU III-1

Norme	Composition			Temp. °K	Limite élastique kg/mm <sup>2</sup>	Rupture * kg/mm <sup>2</sup>
	% Cr	% Ni	% C			
AISI 304	18,66	8,51	0,06	300	24	69
				195	28	118
				76	33	163
				20	44	198
				4	42	175
AISI 304-L	18,4	9,7	0,02	300	43	69
				195	45	117
				76	47	155
				20	53	191
				4	57	169
AISI 310	24,8	20,8	0,08	300	22	60
				195	31	75
				76	53	110
				20	69	127
				4	70	131
AISI 202	17,64	5,05	0,11	300	34	71
				195	43	117
				76	60	153
				20	78	118
				4	--	138
AM 350	16,2	4,5	0,12	300	34	127
				195	41	169
				76	43	233
				20	78	145

\* Les valeurs de la limite de rupture se rapportent à la section initiale de l'échantillon et donc ne sont pas de vraies valeurs.

## b-acier 18-10 a forte teneur en azote

Les aciers inoxydables du type 18-10 à forte teneur en azote sont connus principalement pour l'utilisation à hautes températures car l'azote améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion intergranulaire (21). Ce n'est que récemment (22) qu'on s'est aperçu que la teneur en azote avait une influence remarquable à basse température, sur la limite élastique des aciers inoxydables, comme le montre le tableau ci-après pour des mesures faites à 77°K.

TABLEAU III-2

Acier	% azote	Limite élastique kg/mm <sup>2</sup>	M <sub>s</sub> °C
18-10 bas-carbone réf. 2	0,02	20	- 150
18-10 azoté réf. 23	0,09	67	- 241
	0,13	78	~ - 273
	0,21	88	~ - 273

Les températures M<sub>s</sub> ont été calculées d'après l'équation III-1. Comme on a remarqué auparavant ces températures n'ont qu'une valeur relative car il est probable qu'aux fortes teneurs en azote la loi III-1 ne soit plus applicable. Mais ces résultats nous donnent quand même une idée de l'influence de l'azote sur la stabilité des aciers inoxydables à basse température.

L'amélioration de la limite élastique ne se fait pas au détriment des autres propriétés de l'acier qui conserve ses excellentes caractéristiques de ductilité, de formage et de soudabilité.

Il était donc intéressant de voir si l'azote améliorerait aussi la résistance de l'acier au fluage à basse température.

La composition chimique de l'acier étudié était la suivante :

Cr	Ni	C	N	Si	Mn	P
19,7	10,1	0,023	0,172	0,32	1,5	0,014

## **c-traitement thermique**

Tous les échantillons de chaque acier provenaient d'une même coulée et ils avaient tous subi un recuit à 1.150°C, dans un bain de sel, suivi d'une trempe à l'eau afin d'assurer une structure c.f.c.

## **d-limites de l'étude**

Dans le présent travail nous nous sommes bornés à une étude de comportement à 20, 77 et 300°K, des aciers inoxydables décrits dans la section III-5, en traction et en fluage. Nous avons aussi effectué quelques mesures complémentaires sur l'acier 18-10 azoté à 4°K.

Nous avons suivi la transformation martensitique par mesures magnétiques et l'évolution de la structure écrouie par microscopie et diffraction électronique.

## 1 MESURES DE TRACTION ET DE FLUAGE

### a-principe

Au chapitre II nous avons défini le fluage comme étant la déformation plastique avec le temps sous contrainte ( $\tau$ ) constante. Comme la contrainte est  $\tau = F/S$  où  $F$  est la force appliquée et  $S$  la section de l'échantillon, afin d'avoir une contrainte constante il faut diminuer la force au fur et à mesure que la section diminue c'est-à-dire pendant que l'éprouvette s'allonge. Andrade (24) a proposé une méthode simple afin d'arriver à cette condition. Elle est basée sur l'hypothèse, tout à fait acceptable (1), que le volume ( $V$ ) de l'éprouvette reste constant au cours de la déformation.

On a donc :

$$V = \ell S = \ell_0 S_0 \quad \text{IV-1}$$

où  $\ell_0$  et  $S_0$  sont respectivement la longueur et la section initiale de l'échantillon tandis que  $\ell$  et  $S$  sont respectivement la longueur et la section variable durant une déformation.

On sait que  $\tau = F/S$

alors

$$\tau = \frac{F\ell}{V} \quad \text{IV-2}$$

Afin de garder  $\tau$  constante durant le fluage il faut

$$F \propto \frac{1}{\ell} \quad \text{IV-3}$$

La façon dont Andrade est arrivé à cette condition est illustrée sur la figure IV-1.

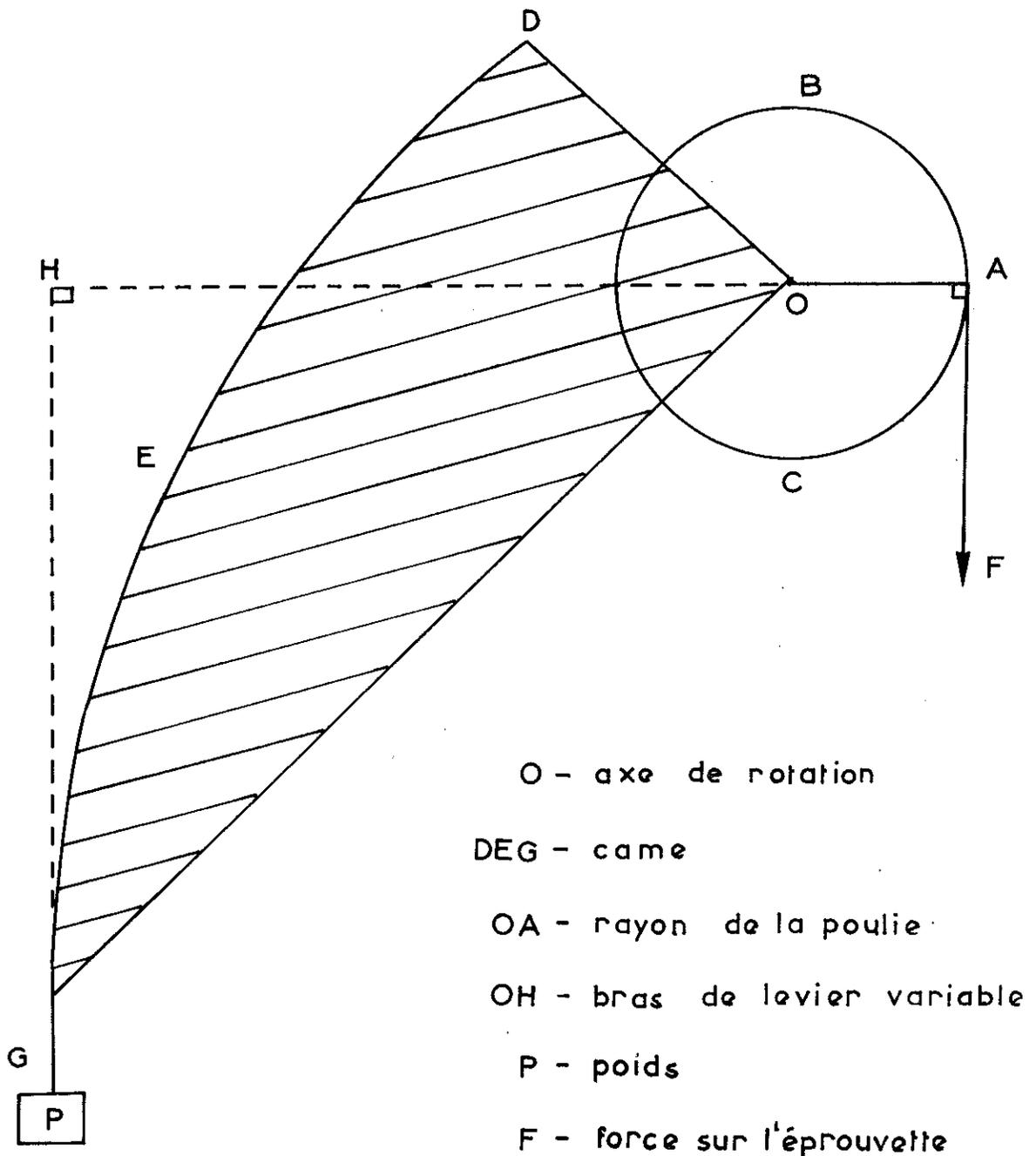


Figure IV-1

ABC et DEG sont deux secteurs (solidaires l'un de l'autre) dont le premier ABC est un élément de cercle et le deuxième DEG une came telle que lorsque l'éprouvette s'allonge et l'ensemble tourne autour de son axe O, le bras de levier OH diminue de façon à ce que  $OH \propto 1/\ell$

La condition est donc bien remplie car  $F/p = OH/OA$  et que  $p = \text{Constante}$ .

## b-description de l'appareil

Nous avons réalisé nos mesures sur un appareil du type Andrade mis au point par Mugnier (1). L'appareil, représenté sur la figure IV-2 pouvait être utilisé aussi bien pour des mesures de traction que pour des mesures de fluage. On a pu déterminer la contrainte à 1 % près tandis que la déformation était obtenue avec une précision de 5 %.

Une extrémité de l'éprouvette était accrochée à l'intérieur d'un tube en acier inoxydable tandis que l'autre bout était attaché à une tige pénétrant à l'intérieur du tube permettait d'exercer les efforts mécaniques par l'intermédiaire de la came. Le tout était submergé dans le liquide cryogénique (soit He, H<sub>2</sub> ou N<sub>2</sub> liquide). Comme les expériences avaient une durée de 48 heures on a utilisé un système d'alimentation automatique du liquide réfrigérant (1).

## c-calcul des contraintes et déformations

La mesure de l'angle de rotation de la poulie ( $\alpha$ ) permet, connaissant le rayon R(OA - Fig. IV-1) de celle-ci, d'avoir l'allongement de l'éprouvette ( $\Delta \ell$ ).

$$\Delta \ell = \alpha R \quad \text{IV-4}$$

On voit, par la figure IV-1, que la force F sur l'éprouvette est reliée à la charge P par la relation

$$FR = \rho P \quad \text{IV-5}$$

où  $\rho$  est le bras de levier variable (OH). Au cours du fluage, on désire garder la contrainte constante, alors d'après l'équation IV-2.

$$\tau = \frac{F_0 \ell_0}{V} = \frac{F \ell}{V} \quad \text{IV-6}$$

d'où vient

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \frac{\ell_0}{\ell} \quad \text{IV-7}$$

On relie  $\rho$  à l'angle de rotation  $\alpha$  par la relation

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \frac{1}{1 + \frac{\Delta \ell}{\ell_0}} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha R}{\ell_0}} \quad \text{IV-8}$$

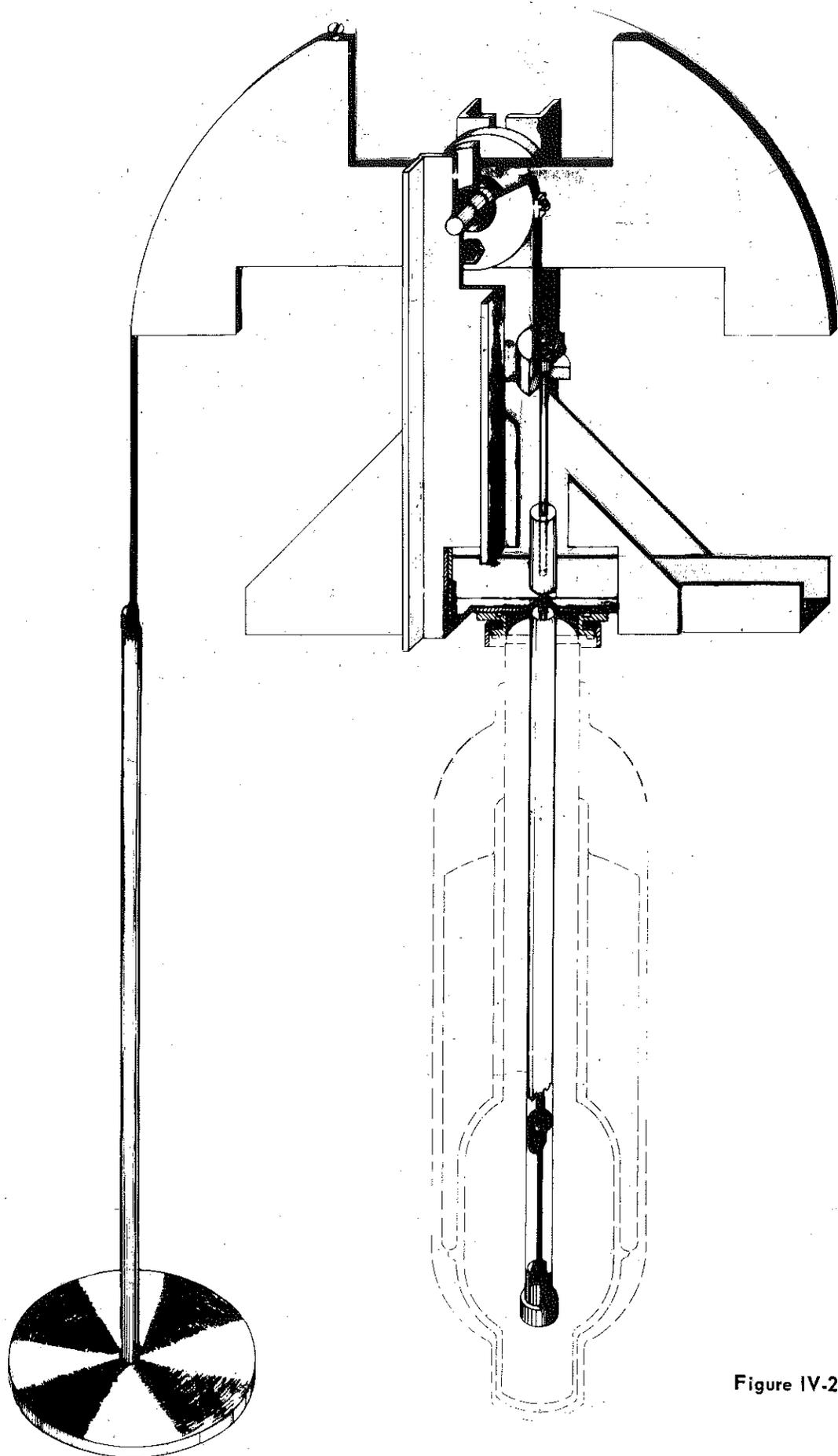


Figure IV-2

On peut maintenant aisément connaître la force qui s'exerce sur l'éprouvette, si l'on connaît le poids P agissant sur la came

$$F = \frac{P \rho}{R} = \frac{P}{R} \rho \frac{1}{1 + \frac{aR}{l_0}}$$

La section de l'éprouvette après une déformation  $\Delta l$  est

$$S = \frac{S_0 l_0}{l} = \frac{S_0 l_0}{l_0 + \Delta l} = \frac{S_0 l_0}{l_0 + aR} \quad \text{IV-10}$$

D'où l'on tire la contrainte vraie

$$\tau = F/S \quad \text{IV-11}$$

Lorsque l'éprouvette de longueur  $l$  se déforme de  $d l$ , la déformation relative est  $\frac{d l}{l}$ . Lorsque la longueur passe de  $l_0$  à  $l$ , la déformation relative vraie totale ( $\epsilon$ ) est

$$\epsilon = \int_{l_0}^l \frac{d l}{l} = \log \frac{l}{l_0}$$

On note que si  $\frac{\Delta l}{l} < 10\%$  alors

$$\epsilon = \log \frac{l}{l_0} = \log \left( 1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{IV-13}$$

Si  $\epsilon_0$  est la déformation avant le fluage, et  $\epsilon_f$  la déformation par fluage, la déformation totale est donc

$$\epsilon = \epsilon_0 + \epsilon_f \quad \text{IV-14}$$

## d-les éprouvettes utilisées

Nous avons utilisé des éprouvettes en forme de lame, montrées sur la figure IV-3, car l'appareil de fluage décrit ci-dessus a été déterminé en supposant une déformation uniforme d'un échantillon d'une longueur initiale de 100 mm. L'épaisseur est différente pour chaque acier étudié à cause des difficultés d'usinage, mais on a fixé une section initiale de 1 mm<sup>2</sup> afin que les forces à exercer ne soient pas trop importantes.

Afin de corriger la déformation anisotrope des bouts de l'échantillon, où il y a des concentrations de contraintes au raccordement de l'éprouvette aux mors de l'appareillage, nous avons tracé des repères de cm en cm sur toutes nos éprouvettes ce qui nous a permis par mesure sur un banc optique avant et après écrouissage de connaître la zone de déformation uniforme et ainsi  $\epsilon$  vrai. Nous avons aussi remarqué que (sauf pour les bouts) les échantillons se déformaient uniformément à toutes contraintes, sans zone de striction.

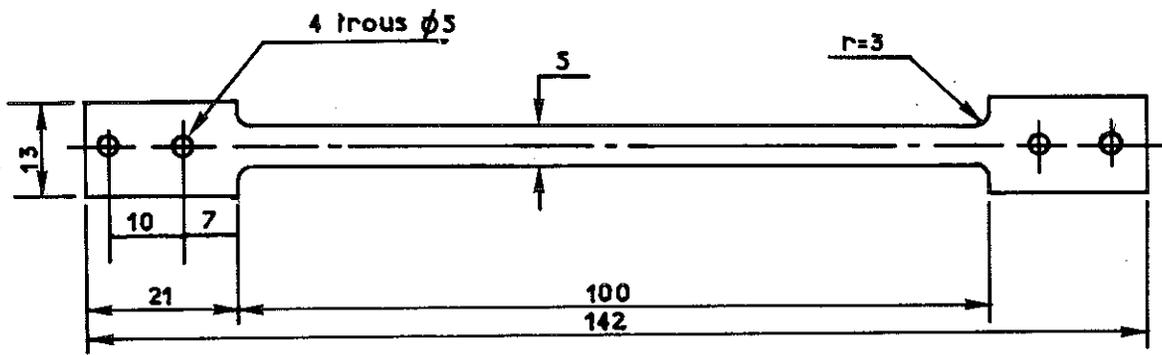
## e-conduite des essais

Lorsque l'ensemble est en équilibre thermique on procède à une mise en charge lente et régulière ; nous avons noté que la vitesse de mise en charge avait une influence importante sur le processus de déformation. Une mise en charge rapide, effectuée à 20°K, conduit à des décrochements (serrations) qui provoquent une très grande inhomogénéité de la déformation. Ces décrochements ont déjà été observés dans les aciers inoxydables (19) et dans plusieurs métaux (25) écrouis à 20°K et au-dessous seulement.

A 20°K, la chaleur spécifique de l'acier est quarante fois plus faible qu'à 77°K et un apport soudain d'énergie peut causer une grande augmentation de la température de l'échantillon. Un calcul approximatif \*, faisant l'hypothèse que toute l'énergie mécanique amenée à l'éprouvette est transformée en chaleur, montre que pour une vitesse de mise en charge de 50 kg/mm<sup>2</sup>/min., l'échantillon, qui est, initialement à 20°K, peut subir un échauffement adiabatique de 32°K. Une augmentation de température de ce genre pourrait produire les conditions instables que nous avons observées à 20°K (voir figure V-2).

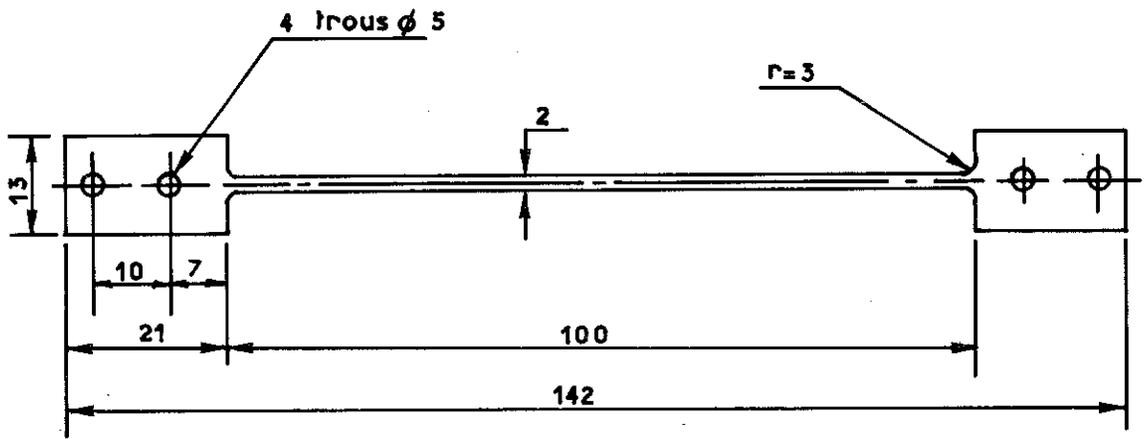
D'ailleurs, Basinski (26) a remarqué, dans des essais analogues, de tels échauffements localisés qu'il croît quasi-adiabatique à cause de la possibilité d'avoir un film isolant d'hydrogène gazeux entourant l'échantillon.

\* Les détails de ce calcul sont donnés dans l'annexe.



épaisseur 2/10 mm

ACIER 25/20



épaisseur 5/10 mm

ACIER 18/10 azoté

Figure IV-3

Dans le cas de l'acier 25-20, une mise en charge de 5 kg/mm<sup>2</sup>/min. a permis d'obtenir une précision relative meilleure de 2 % mais pour l'alliage 18-10 azoté, il a fallu procéder à une vitesse de 1 kg/mm<sup>2</sup>/min. afin d'éviter les échauffements internes.

Pour les déformations dues au fluage, le temps  $t = 0$  a été défini comme l'instant où la mise en charge était terminée.

## 2 MESURES MAGNETIQUES

La méthode magnétique de détermination de la quantité de martensite s'est révélée être le moyen sûr pour obtenir un résultat global précis (1) (2). La quantité de martensite formée peut être obtenue par relation

$$\alpha \% = \frac{\sigma_s}{\sigma_o} \times 100 \quad \text{IV-15}$$

où  $\sigma_o$  est l'aimantation à saturation quand toute l'austénite est transformée et  $\sigma_s$  est l'aimantation à saturation observée durant l'écrouissage.

Pour les aciers du type 18-10 nous prenons comme Ménard (2) et Mugnier (1)

$$\sigma_o = 149 \pm 3 \text{ u.e.m./g}$$

### **$\alpha$ -description de l'appareillage**

Afin de déterminer les changements de l'aimantation, d'une façon continue, au cours de l'écrouissage il s'agit de placer une mutuelle autour de l'éprouvette comme le montre la figure IV-4.

L'avantage principal de cette méthode est d'éviter le réchauffement jusqu'à la température ambiante avant la mesure magnétique. Un tel réchauffement peut avoir une influence sur la quantité de phase  $\alpha$  précipitée.

D'abord, un papier isolant est enroulé autour de l'échantillon. Ceci permet à l'éprouvette de s'allonger sans entraîner de spires de la mutuelle en même temps que d'isoler le bobinage intérieur de l'acier. Le bobinage intérieur, fait de fil de cuivre ( $\phi = 0,2$  mm) sur 8 cm de part et d'autre du centre de l'échantillon est relié à un galvanomètre balistique. Le bobinage extérieur, fait de fil de cuivre de 12/10 mm dans He et H<sub>2</sub> liquide et de 15/10 mm dans N<sub>2</sub> liquide, est enroulé sur les 10 cm de l'éprouvette. Le champ appliqué H est calculé par la formule

$$H = \frac{4 \pi}{10} \frac{nl}{L}$$

IV-16

où  $n$  est le nombre de spires  
 $l$  le courant appliqué en ampères  
 $L$  la longueur du bobinage en cm.

Ce montage nous a permis d'atteindre des champs de 2.500 Oe dans He et H<sub>2</sub> liquide et de 1.800 Oe dans N<sub>2</sub> liquide.

Le circuit de mesure, identique à celui utilisé par Mugnier (1) est représenté sur la figure IV-5

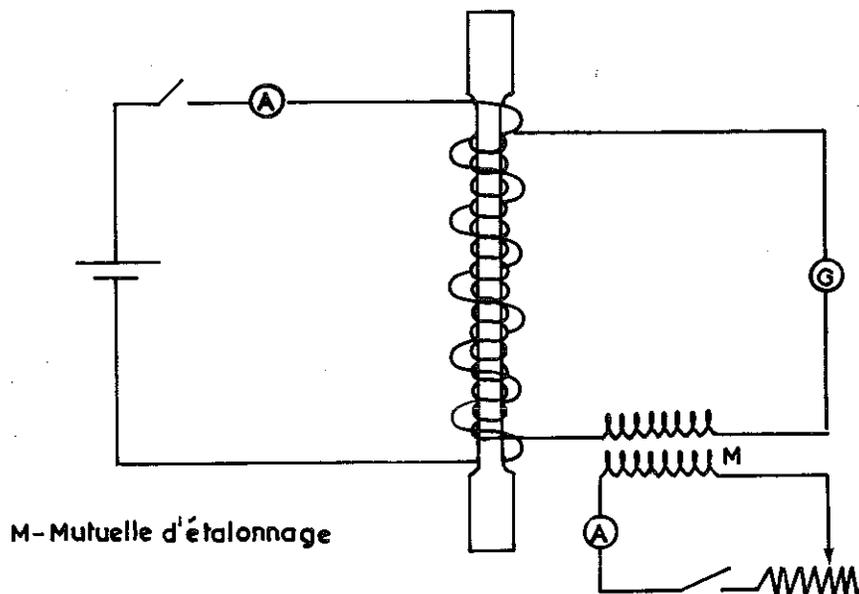


Figure IV-4

## b-détermination de l'aimantation a saturation

La variation de flux magnétique  $\phi$  par application d'un champ magnétique H est donnée par la relation

$$\phi = n(HS_M + 4\pi SJ)$$

IV-17

où  $n$  = nombre de spires de la bobine de mesure  
 $S_M$  = section de la bobine de mesure  
 $J$  = l'aimantation de l'éprouvette (u.e.m/cm<sup>3</sup>)  
 $S$  = section de l'éprouvette.

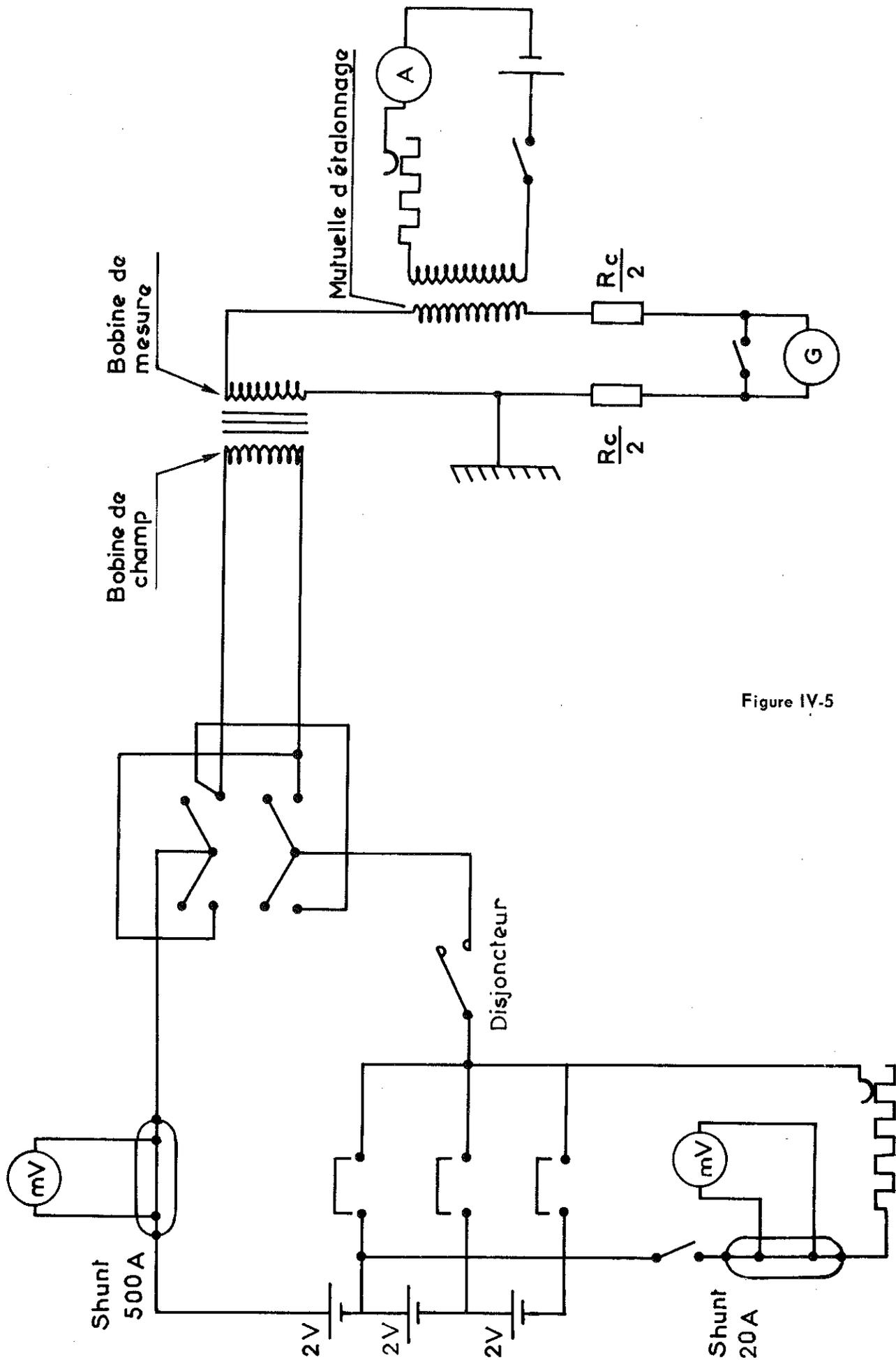


Figure IV-5

Afin de connaître la valeur de  $\phi$ , on étalonne le circuit de mesure à l'aide d'une mutuelle d'inductance étalonnée M. Si  $\theta_0$  est la déviation du galvanomètre qui résulte de l'application d'un courant  $I_0$  alors, pour une déviation  $\theta$  sous un courant I

$$\theta = 10^8 M I_0 \frac{\theta}{\theta_0} = K I + 4\pi S J \quad \text{IV-18}$$

car d'après l'équation IV-16, H est proportionnel à I. K est alors une constante qui dépend seulement des bobinages et peut être déterminée avec précision lorsque l'échantillon est encore vierge d'érouissage et ne contient qu'une faible teneur en martensite.

Pour H suffisamment grand, c'est-à-dire I assez grand,  $J = J_S = \text{Constante}$ .

$$\text{alors } \phi(I) = K I + \text{Constante} \quad \text{IV-19}$$

Comme vous pouvez voir sur la figure IV-6, pour un échantillon d'acier 18/10 écroui de 15 % à 20°K, cette loi linéaire est vérifiée pour des champs plus grands que 1.400 Oe. Connaissant alors la constante de l'équation IV-19, on peut déterminer  $J_S$  et ainsi l'aimantation en u.e.m./g. ( $\sigma_s$ ) par relation

$$\sigma_s = J_S / \rho \quad \text{IV-20}$$

où  $\rho$  est la densité de l'acier. On arrive ainsi à déterminer la fraction de martensite avec une précision de 8 %.

Dans les calculs, l'aimantation de l'austenite paramagnétique est omise car elle est négligeable (28).

Mugnier (1) a montré, en comparant les résultats obtenus par cette méthode à ceux obtenus dans un électro-aimant par une méthode d'extraction, que la précision relative sur  $\sigma_s$  était meilleure que 2 %.

### 3 MICROSCOPIE ELECTRONIQUE PAR TRANSMISSION

La microscopie électronique nous a servi comme moyen de suivre l'évolution de la structure de nos aciers au cours de la déformation plastique car, comme nous avons remarqué dans la section II-3b, cette méthode se prête bien à l'observation des dislocations, mais elle a aussi ses limitations.

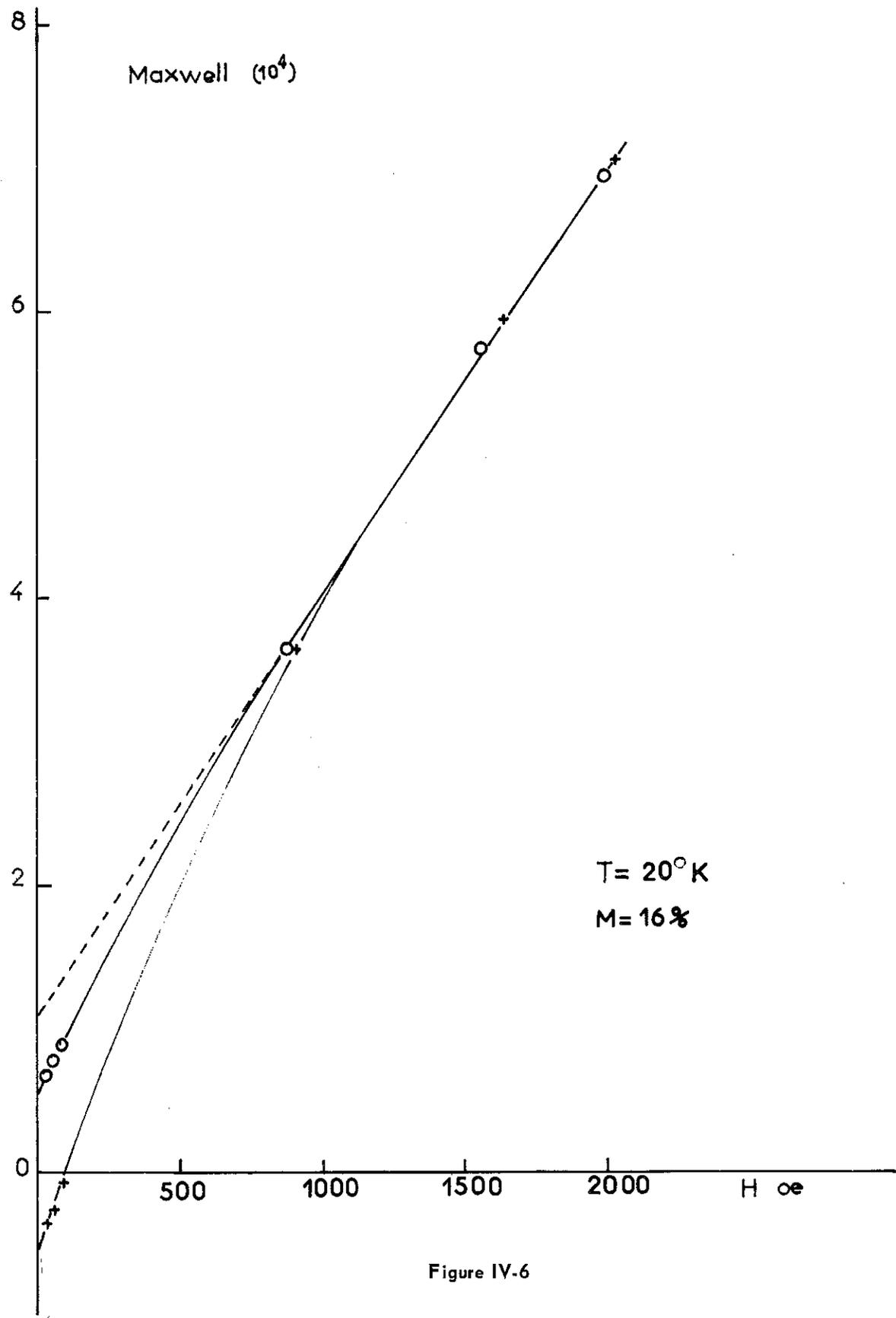


Figure IV-6

Par exemple, le faisceau d'électrons en traversant une préparation, perd une partie de son énergie qui chauffe l'échantillon. Dans les métaux où les structures à la température ambiante diffèrent de celles à hautes températures, on risque une transformation de phase dans le microscope par l'effet d'échauffement. Nous avons constaté parfois qu'il était même possible de faire fondre une lame mince d'acier sous le faisceau, mais en général nos observations n'étaient pas gênées par cet effet.

Le temps d'observation d'une lame mince est limité à cause de la contamination de l'échantillon par les produits de décomposition des vapeurs d'huile venant des pompes à diffusion du microscope. Cette contamination peut devenir assez importante pour empêcher les électrons de traverser la lame mince.

Par ailleurs certains effets de contraste dans l'optique électronique sont encore mal connus (cf. Barret (15), Magnan (27) ).

## **4 DIFFRACTION ELECTRONIQUE PAR TRANSMISSION**

Le microscope électronique O.P.L. nous a permis de faire de la diffraction sur des endroits bien choisis des échantillons préparés pour l'étude par transmission, afin de déterminer les phases cristallographiques en présence. Nous avons réussi à isoler des régions de l'échantillon de 2.300 Å de diamètre, ce qui nous a permis d'observer les phénomènes à l'intérieur d'un grain.

## **5 DIFFRACTION DES RAYONS X**

Nous avons approfondi l'étude cristallographique par une étude par diffraction des rayons X afin de vérifier les résultats obtenus par diffraction électronique et aussi afin d'obtenir les dimensions des mailles élémentaires avec une précision meilleure que 0,1 % car la diffraction électronique ne permet pas d'obtenir une précision meilleure que 0,5 %.

## 1 RESULTATS

### a-mesures de traction et de fluage

Les courbes de traction sont représentées sur la figure V-1. Nous remarquons que la limite élastique de l'acier augmente avec l'abaissement de la température et qu'à basse température la déformation plastique est quasiment linéaire en fonction de la contrainte vraie (§ IV-c).

Nous démontrons l'influence de la vitesse de mise en charge sur la figure V-2. On observe des décrochements très nets dus à l'échauffement de l'échantillon aux fortes vitesses de mise en charge.

Les résultats de fluage sont représentés sur les figures V-3 à V-5. On observe que le fluage à basse température est une fonction logarithmique du temps pour des temps de moins de 25 heures. Afin de mettre la déviation au temps  $t > 25$  h., plus nettement en évidence on a effectué un essai de fluage de longue durée, 100 h., dont le résultat est montré sur la figure V-6. Le fluage après un certain temps varie suivant une loi linéaire avec le temps.

### b-étude de la structure et de la texture microscopie électronique

L'évolution de la structure en fonction de la déformation plastique est montrée sur les figures V-7 à V-11, pour un acier écroui à 77°K.

La figure V-7 montre tout d'abord l'aspect de la structure non-écrouie ; on constate la jonction de trois grains. Après un refroidissement à 1°K, fait lors de mesures magnétiques à très basse température (28), on note l'apparition de quelques dislocations (fig. V-8).

# TRACTION ACIER 25-20

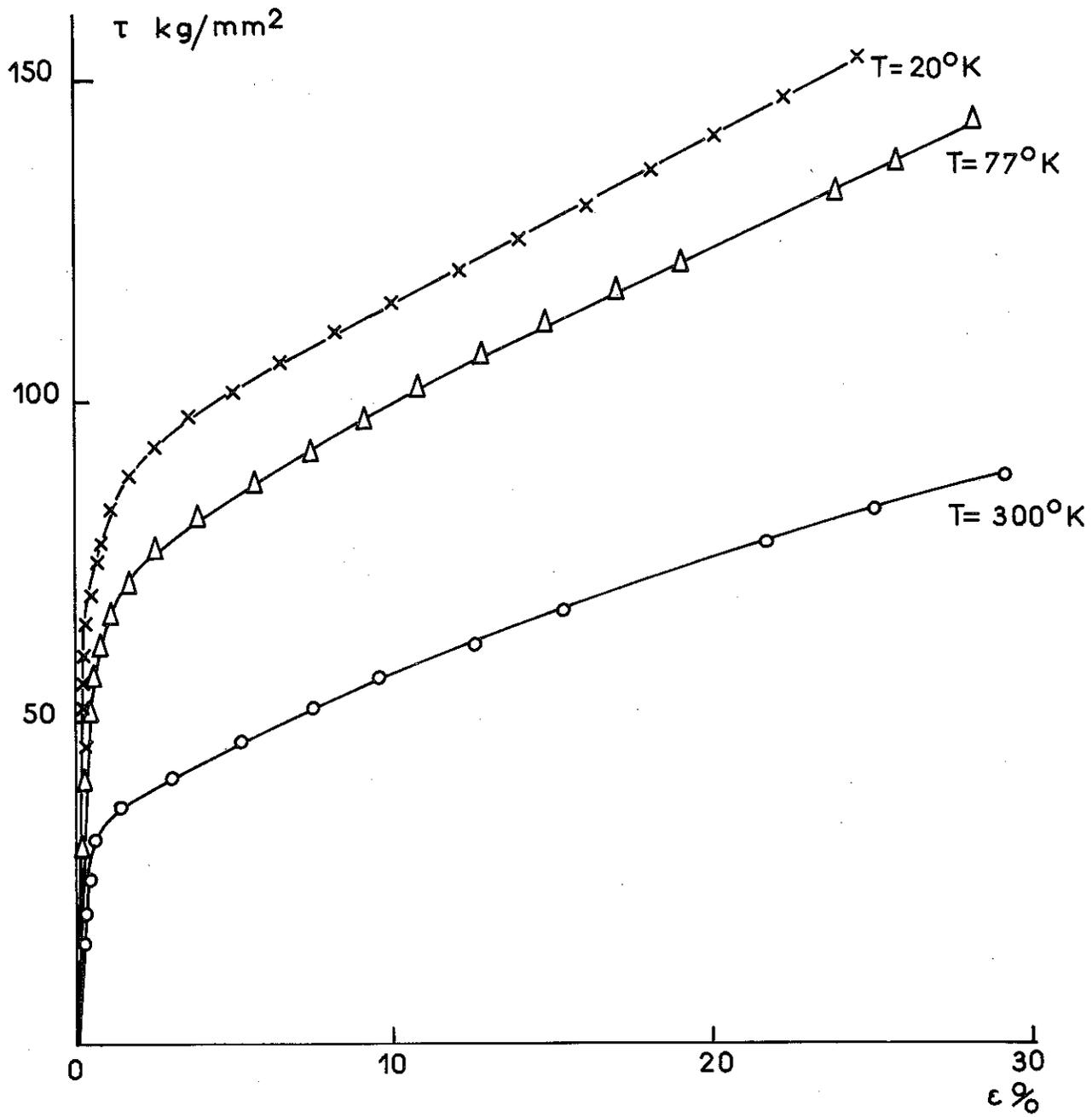


Figure V-1

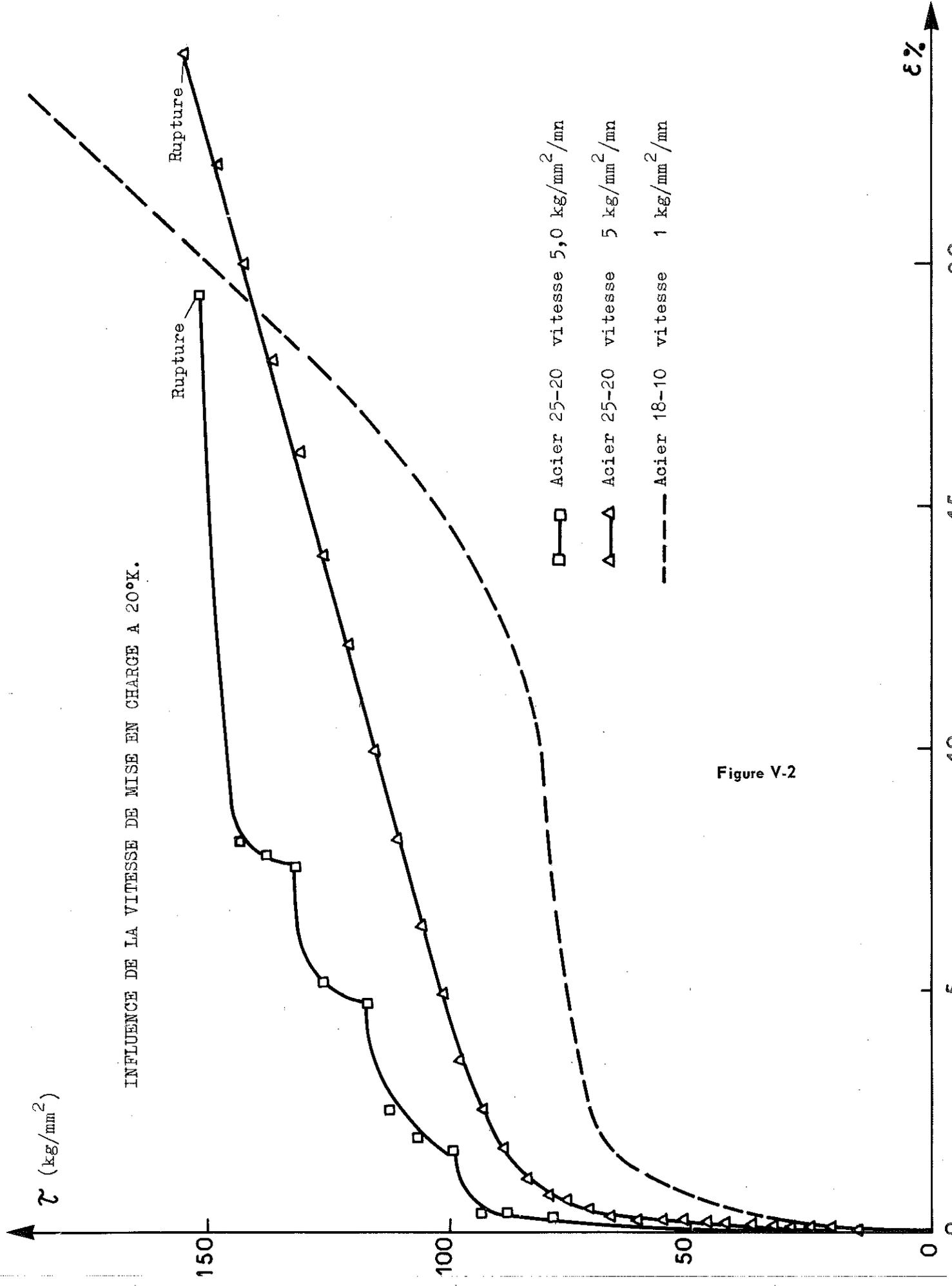


Figure V-2

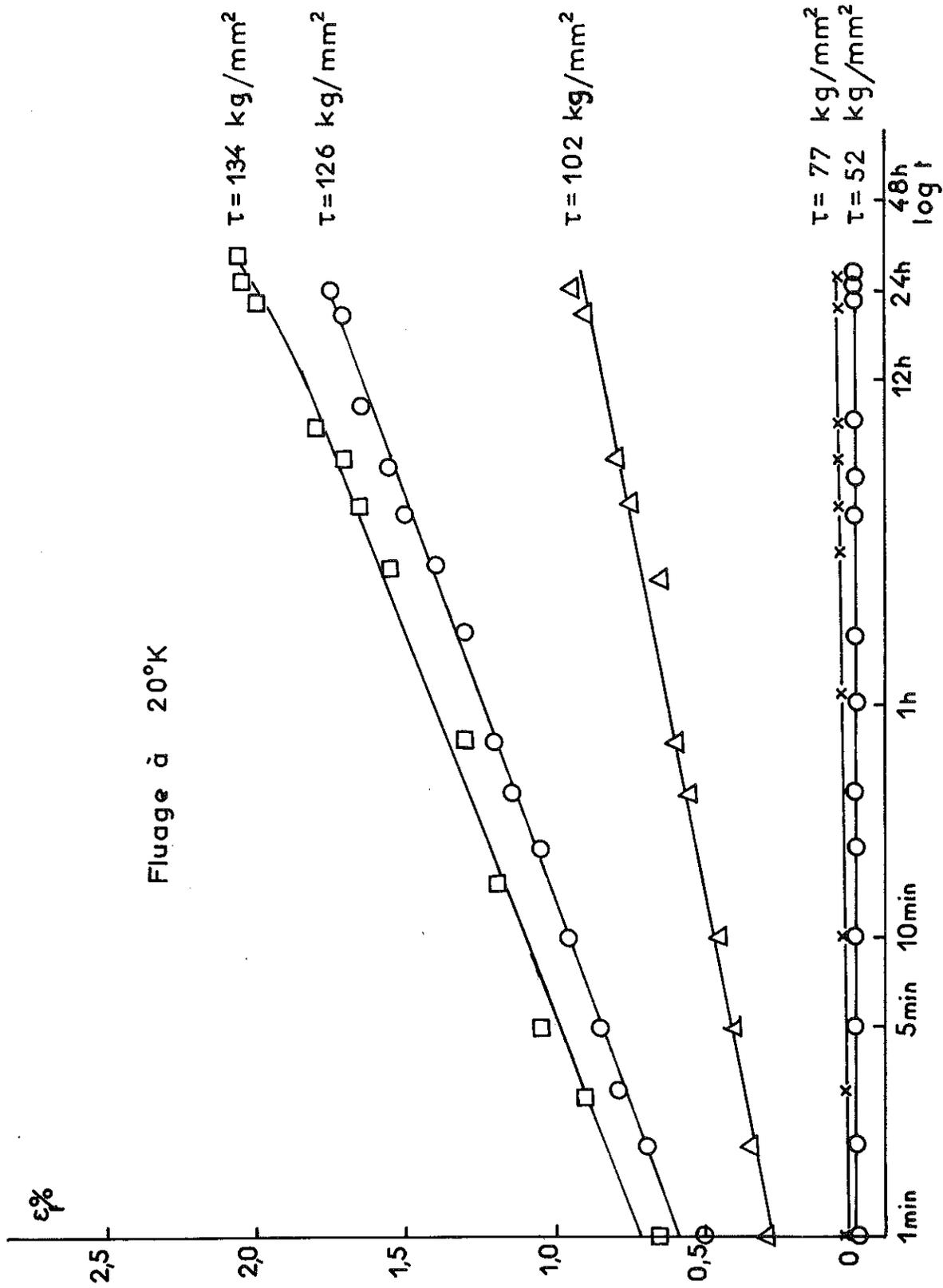


Figure V-3

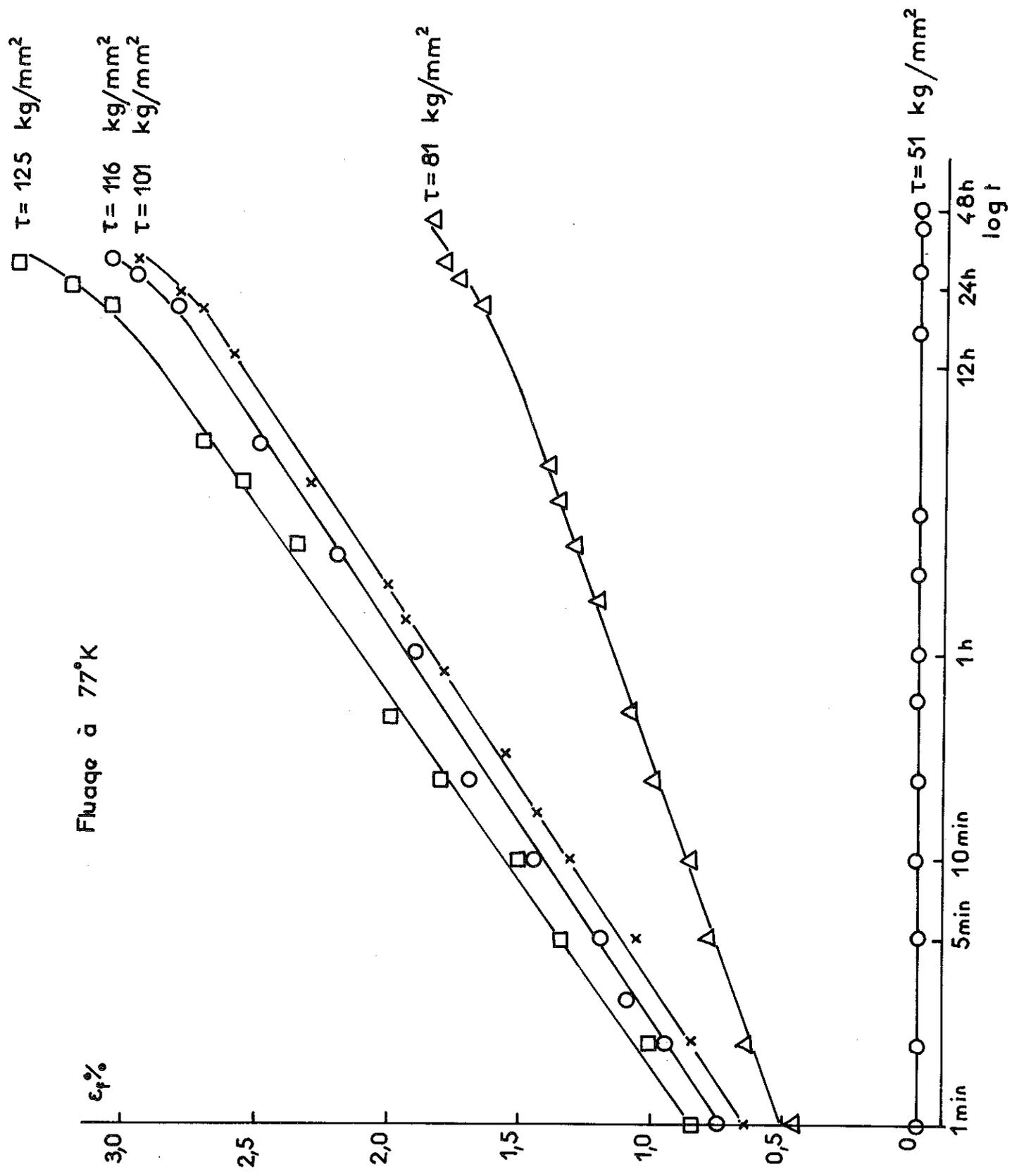


Figure V-4

Fluage à 300°K

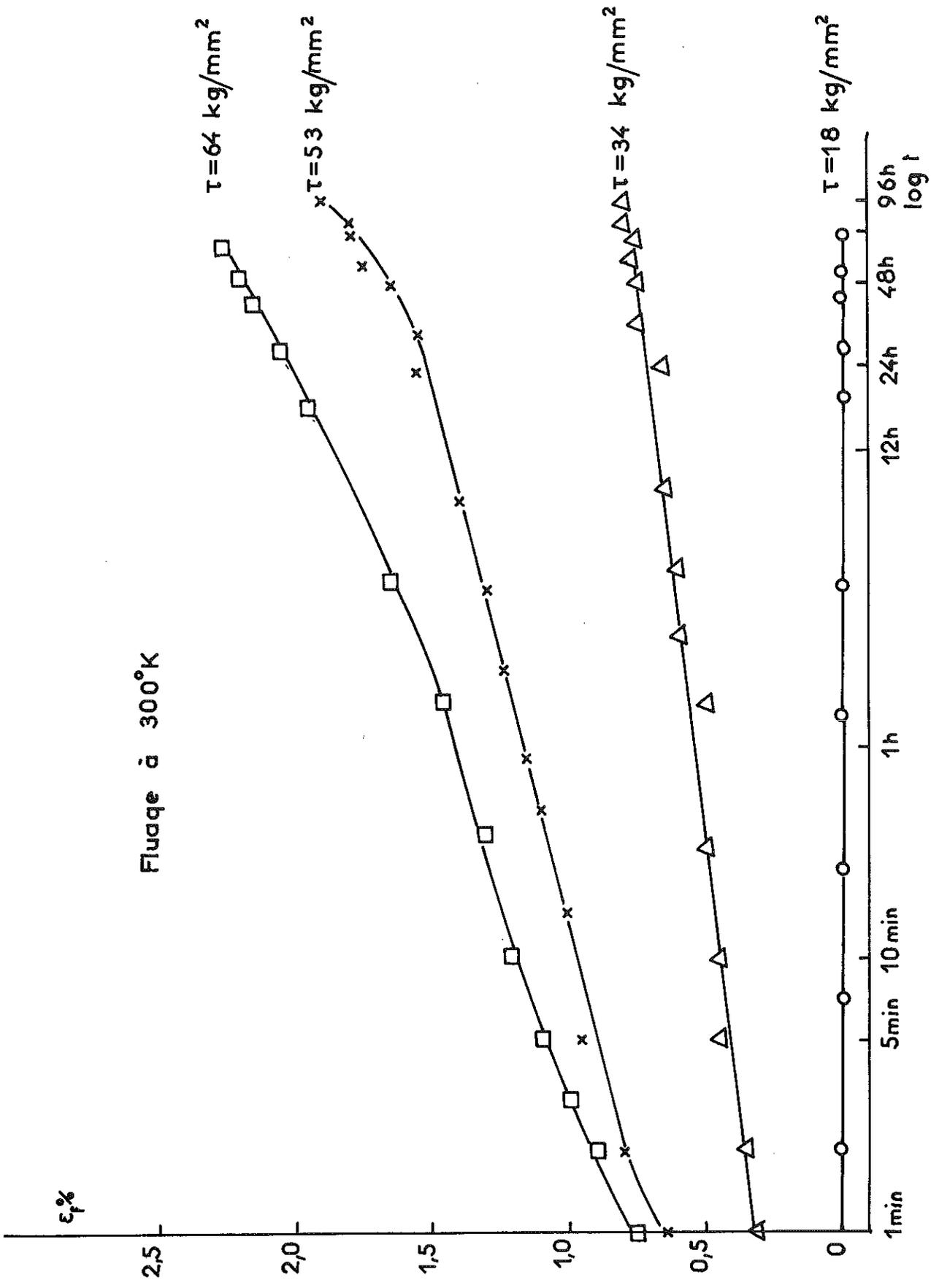


Fig. V-5  
39

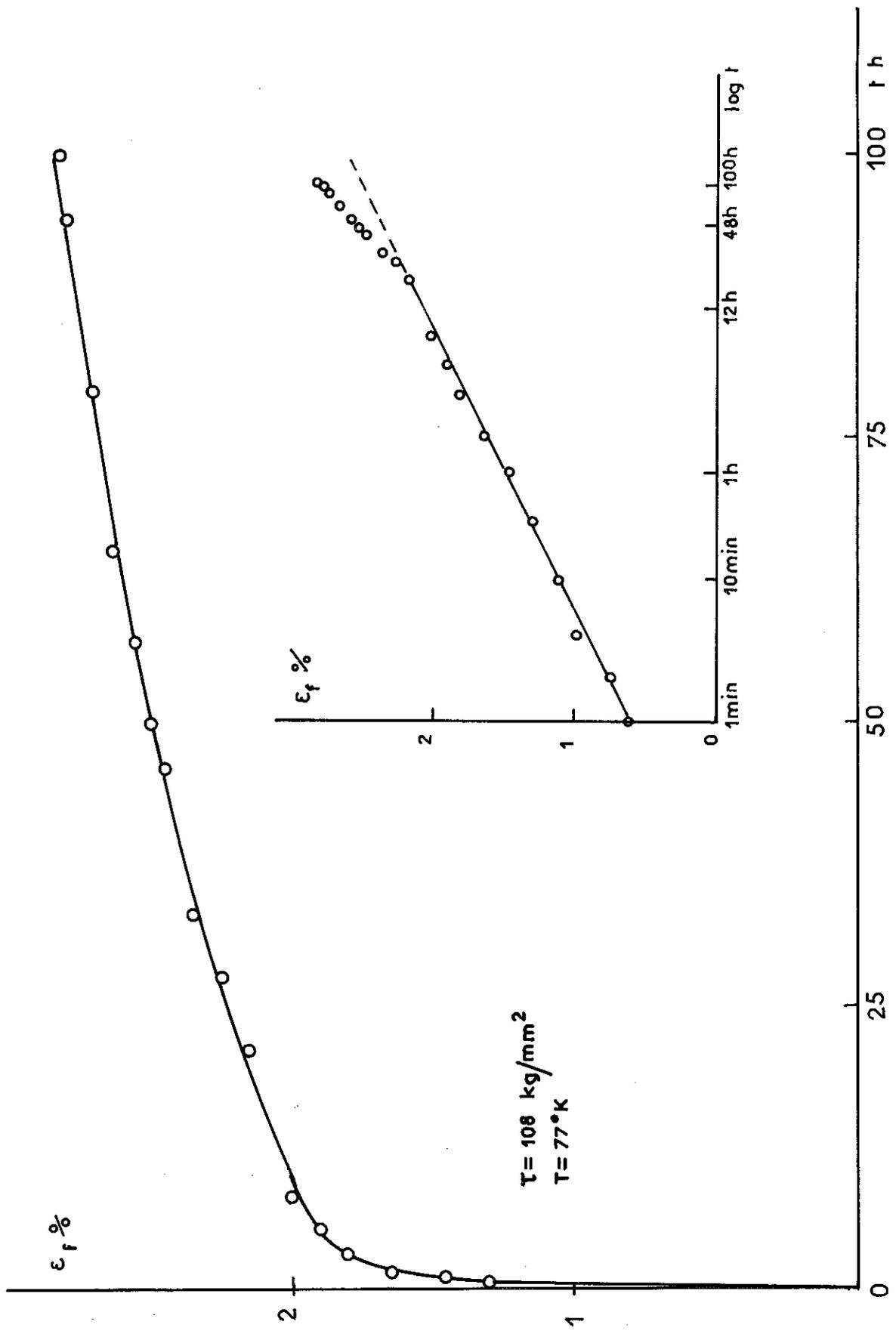


Figure V-6

A la limite élastique de l'alliage (60 kg/mm<sup>2</sup> à 77°K) on voit apparaître des dislocations qui vont s'accumuler aux joints de grains, comme le montre la figure V-9. En augmentant le taux de traction on constate l'apparition de plans de glissement qui se révèlent par des franges d'interférence (fig. V-10). Enfin pour des déformations très élevées, près du point de rupture, on remarque d'après la figure V-11, la formation de zones plus sombres qui correspondent, comme nous le verrons au paragraphe suivant, à une nouvelle phase quadratique à faces centrées (q.f.c.). On remarque aussi d'après les figures V-10 et V-11 que la déformation plastique à l'intérieur d'un grain est très inhomogène ce qui résulte en des cisaillements importants au niveau de quelques plans de glissement entre lesquels de grandes parties du cristal ne sont pas déformées.

D'après la figure V-12 on note que les glissements se produisent selon différentes orientations d'un grain à l'autre, ce qui empêche la détermination d'une relation quantitative entre les phénomènes observés par microscope électronique et les mesures de traction et de fluage.

## diffraction électronique

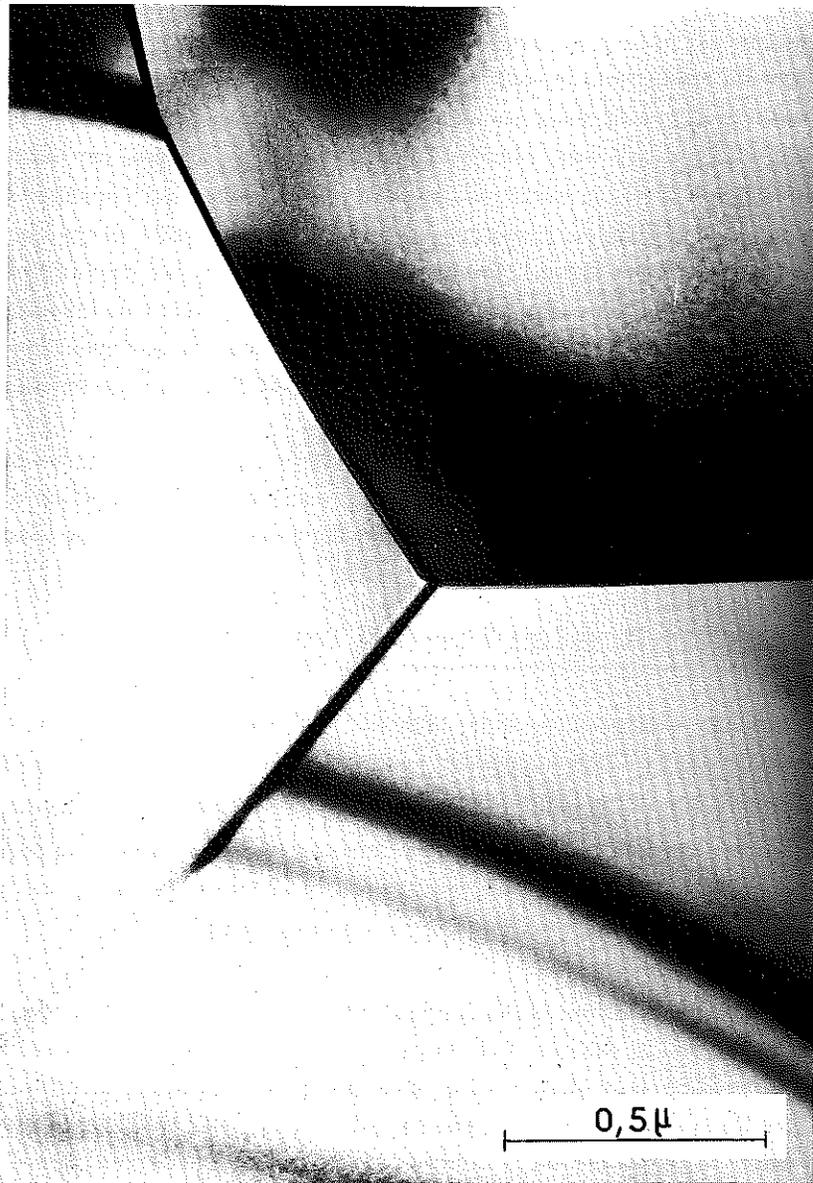
Par diffraction électronique, ainsi que par diffraction des rayons X, nous avons vérifié que l'alliage trempé avait une structure cubique à faces centrées (c.f.c.) bien cristallisée pour laquelle  $a = 3,59 \text{ \AA}$  (fig. V-13). Par diffraction électronique effectuée sur les endroits sombres de l'état écroui (en B de la figure V-11) nous avons décelé une phase quadratique à faces centrées (q.f.c.) pour laquelle  $a = 3,28 \text{ \AA}$  et  $c/a = 1,33$  (fig. V-14).

Les paramètres cristallins et les angles entre les plans cristallins observés sont donnés dans le tableau V-1. En focalisant le faisceau d'électrons à la frontière entre les deux phases c.f.c., on a obtenu un diagramme de diffraction qui donne l'orientation relative entre les deux phases (fig. V-15); la direction  $[002]$  q.f.c. se rapproche de la direction  $[113]$  c.f.c. Nous avons trouvé que cette orientation n'était pas rigoureusement fixe mais pouvait varier de  $5^\circ$ .

Nous remarquons aussi que les volumes élémentaires des deux phases sont essentiellement les mêmes.

## c-étude magnétique

Nous n'avons pu mettre en évidence aucun changement mesurable des propriétés magnétiques de l'acier en fonction de la déformation plastique.



**Figure V-7**  
**Acier vierge d'écrouissage**  
**Jonction de trois grains**



**Figure V-8**  
**Acier refroidi à 1°K**  
**On note la présence de quelques dislocations**  
**aux joints de grains**

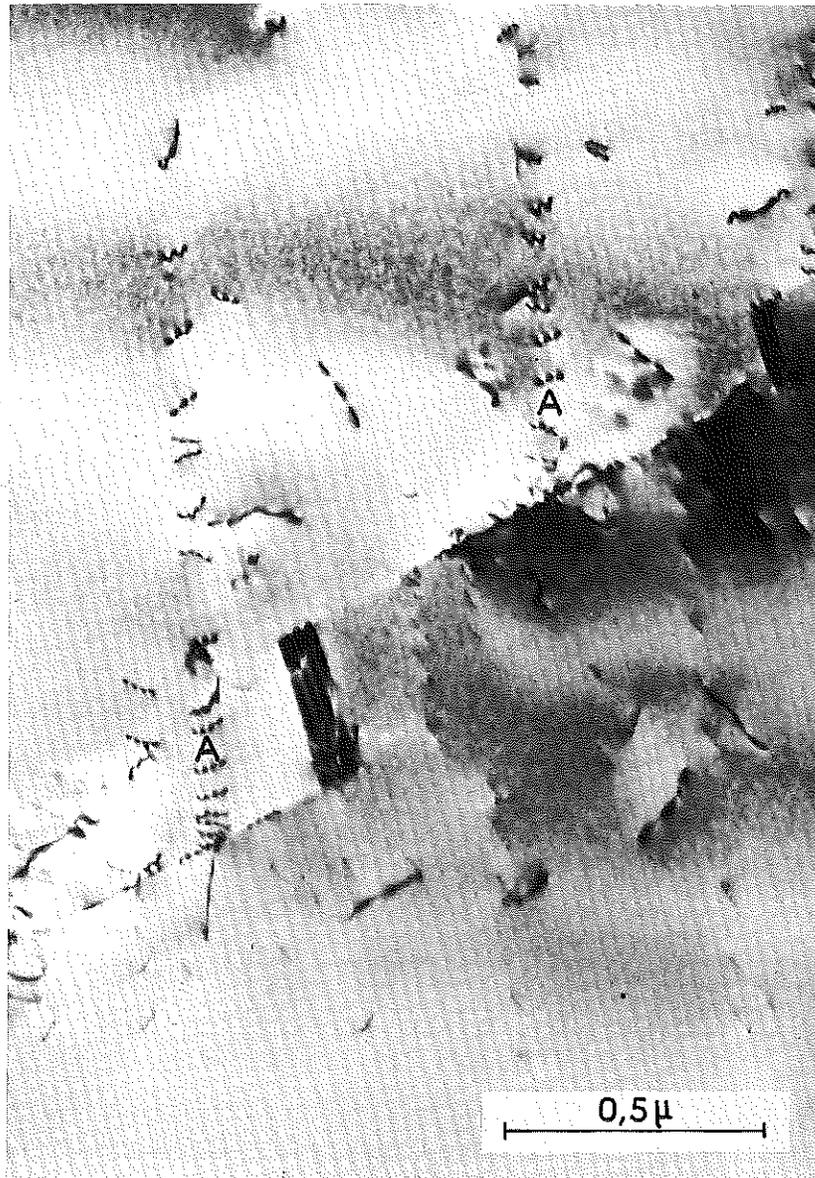


Figure V-9

$T = 77^{\circ}\text{K}$      $r = 60 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 0,6 \%$

en A : empilements de dislocations



Figure V-10

$T = 77^{\circ}\text{K}$      $\tau = 95 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 10\%$

en A : Plan de glissement révélé par des  
franges d'interférence

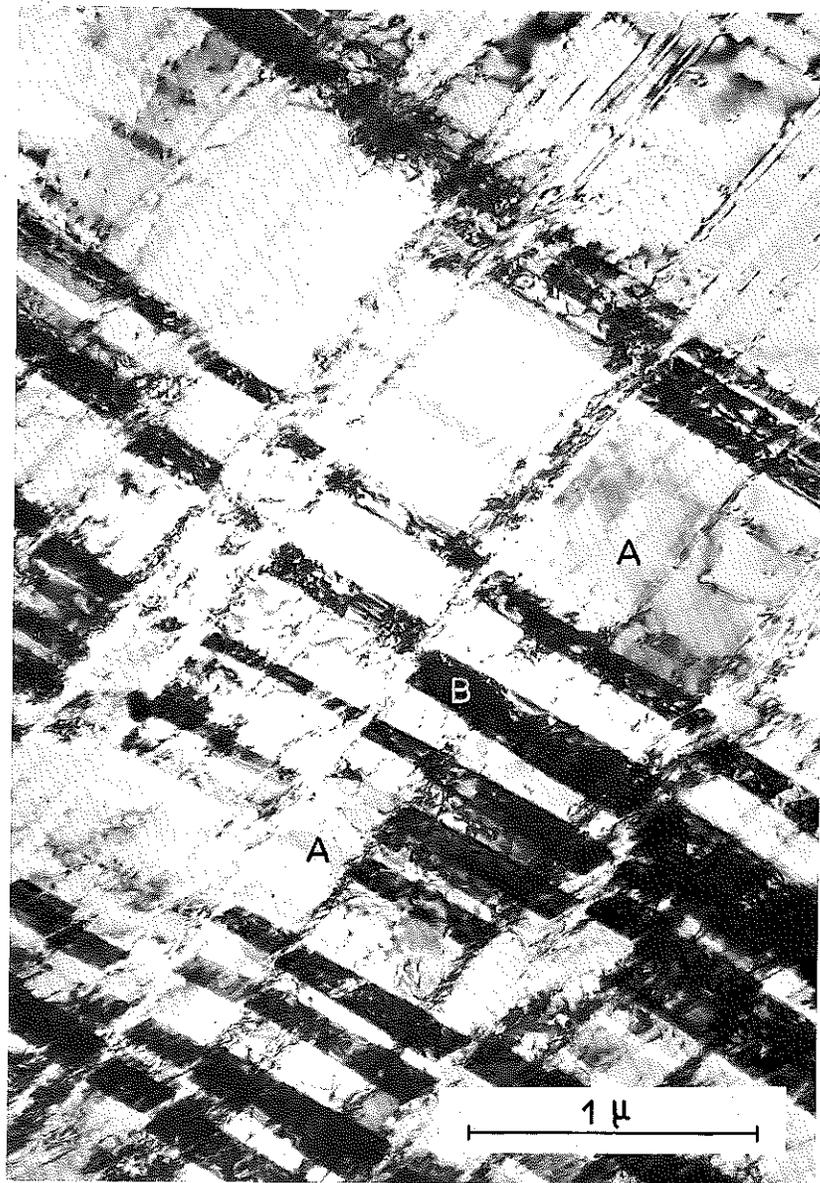


Figure V-11

$T = 77^{\circ}\text{K}$        $\tau = 123 \text{ kg/mm}^2$        $\epsilon = 23 \%$

en A : plans de glissement révélés par les franges  
d'interférence

en B : zones sombres correspondant à la phase q.f.c.

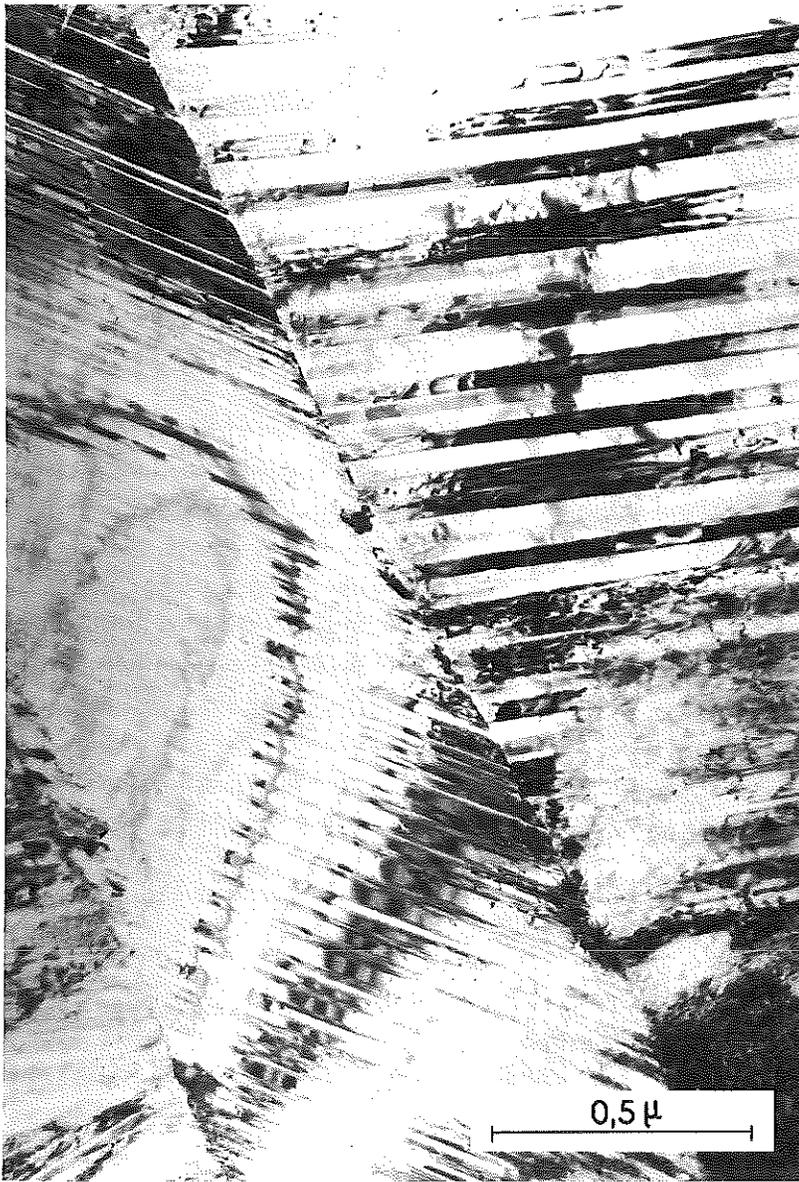


Figure V-12

$T = 20^{\circ} K$      $\tau = 155 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 25 \%$

Présence de trois grains : on note les différentes orientations des plans de glissement d'un grain à l'autre.

## 2 DISCUSSION

### a-fluage logarithmique

Le fluage logarithmique, tel que nous l'avons observé pour l'acier 25-20, pour des temps moins de 25 heures, est un phénomène observé pour divers métaux à basse température et il est étroitement lié au mouvement des dislocations.

Comme nous avons vu au chapitre II, la théorie des dislocations prévoit durant le fluage, sous de faibles contraintes, un épuisement graduel des dislocations mobiles qui conduit à une loi logarithmique. Mais sous de plus fortes contraintes un régime d'équilibre s'établit entre la vitesse de blocage et la vitesse d'échappement des dislocations de leur point d'ancrage, qui se traduit sur la courbe de fluage comme une loi du type de l'équation II-4. Nous avons trouvé en effet, que sous de fortes contraintes la vitesse de fluage tend vers une constante (fig. V-6) après un certain temps. De plus nous avons trouvé que le coefficient  $\alpha$  de l'équation II-2 était, dans notre cas, de l'ordre de  $10^{-3}$ , ce qui est du même ordre de grandeur que ce que Wyatt avait trouvé pour le cuivre (11) et que Friedel (3) considère comme valeur typique pour les métaux c.f.c.

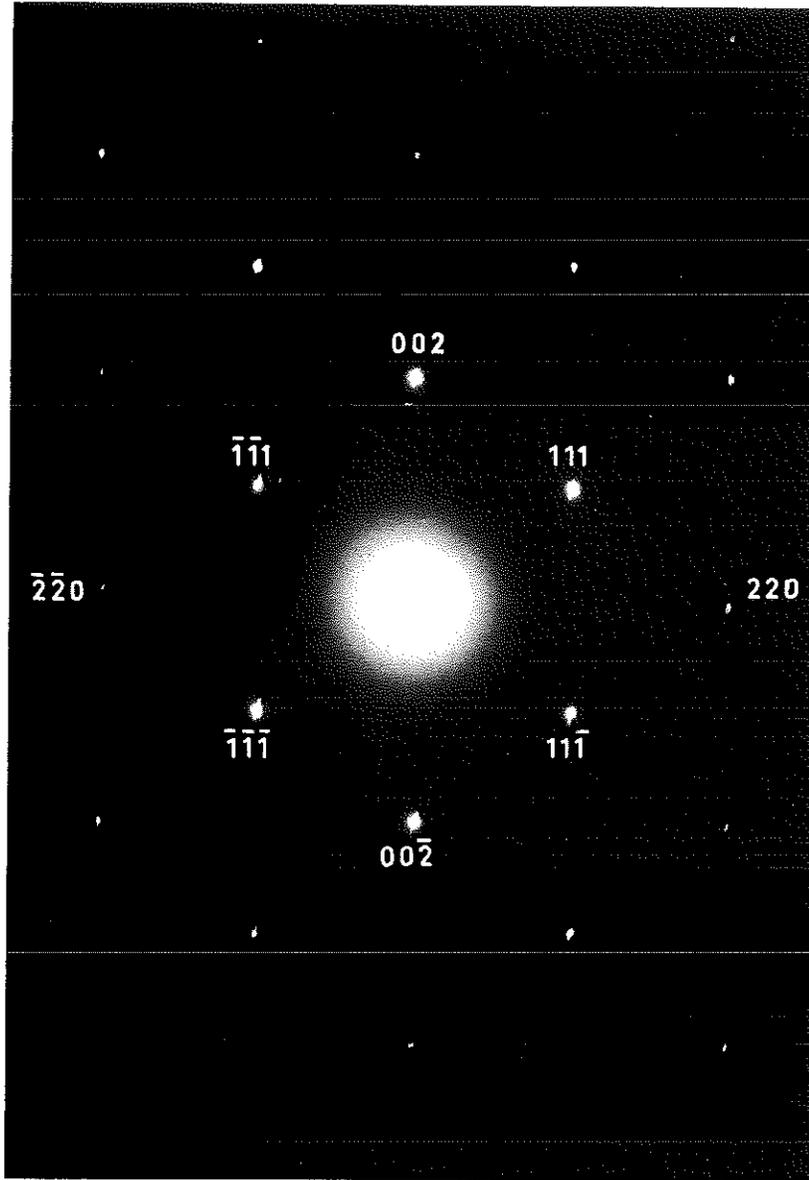
Il semblerait donc que les phénomènes observés se prêtent bien à une interprétation qualitative d'après la théorie des dislocations.

### b-comparaison du comportement des aciers 25-20 et 18-10 durant la déformation plastique

#### traction

La déformation plastique par traction de l'alliage 25-20 est quasiment linéaire ce qui correspond à un durcissement dû au blocage régulier des dislocations (3), contrairement au cas de l'acier 18-10 qui montre un durcissement brusque aux fortes déformations (figures V-2 et VI-1).

Dans les aciers du type 18-10 il y a au cours de la déformation plastique une transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha$  (1) et la phase martensitique ( $\alpha$ ) durcit l'acier (19). Ce genre de durcissement n'a pas lieu dans le cas de l'alliage 25-20 car nous avons vérifié par microscopie et diffraction électronique aussi bien que par mesures magnétiques qu'il n'y avait pas de transformation martensitique au cours de l'écroutissage à basse température.



**Figure V-13**  
 Phase c.f.c.  $a = 3,59 \text{ \AA}$   
 Direction d'incidence  $[\bar{1}\bar{1}0]$

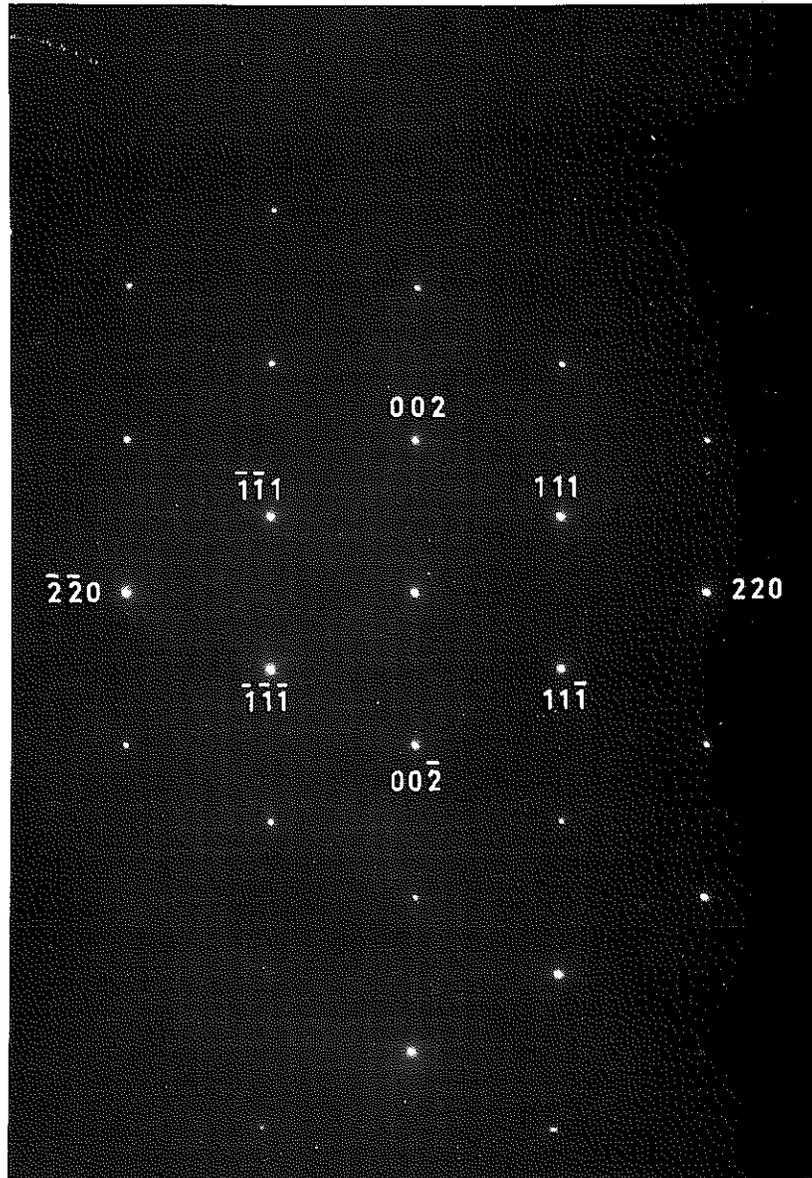


Figure V-14  
 Phase q.f.c.     $a = 3,28 \text{ \AA}$      $c = 4,38 \text{ \AA}$   
 Direction d'incidence  $[\bar{1}\bar{1}0]$

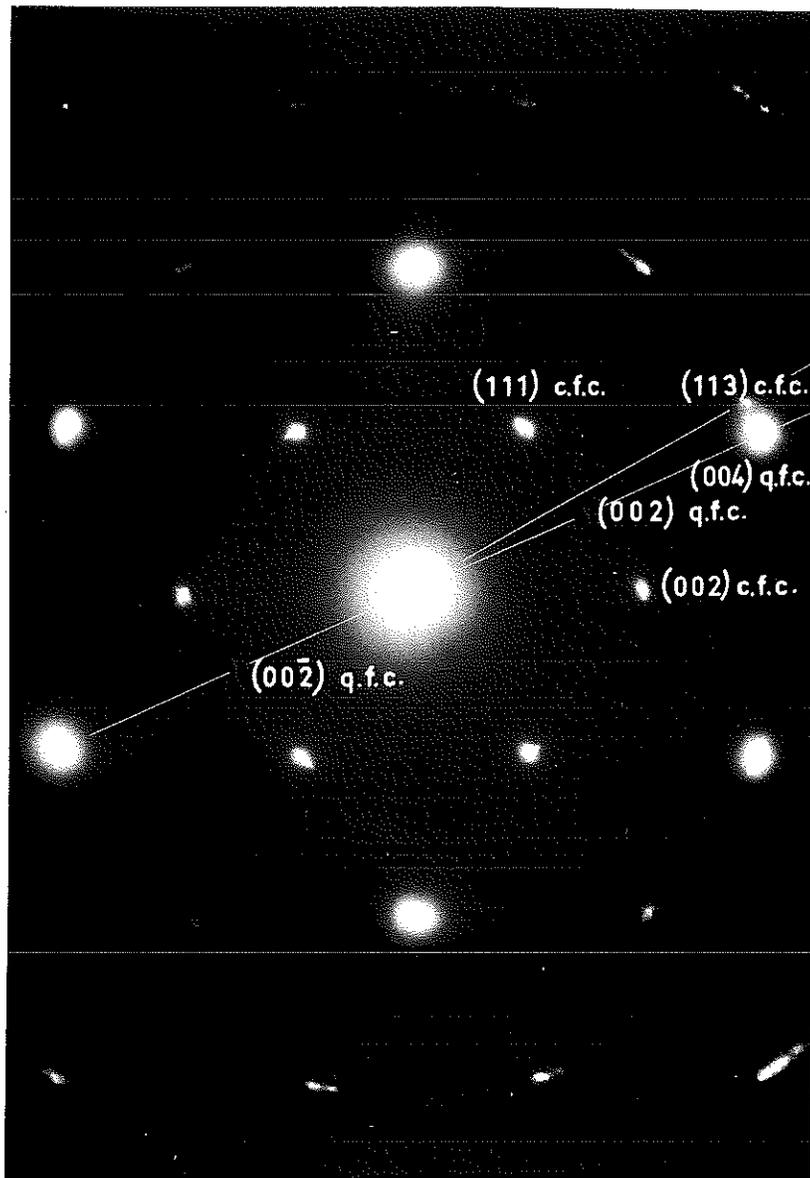


Figure V-15  
Orientation relative des phases  
c.f.c. et q.f.c.

TABLEAU V-1

1 - PHASE C.F.C.

$$a = 3,59 \text{ \AA}$$

Plan (hkl)	Distance reticulaire $\text{\AA}$	Angle entre le plan (hkl) et le plan	
111	2,07	$11\bar{1}$	70,5°
		$\bar{1}\bar{1}1$	109,5°
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	180°
002	1,80	111	54,8°
220	1,27	$00\bar{2}$	180°
		111	35,3°
		$002$	90°
		$\bar{2}\bar{2}0$	180°
2 - PHASE Q.F.C. $a = 3,28 \text{ \AA}$ $c/a = 1,33$			
Plan (hkl)	Distance reticulaire $\text{\AA}$	Angle entre le plan (hkl) et le plan	
002	2,18	111	62°
		220	90°
		$00\bar{2}$	180°
111	2,05	$11\bar{1}$	56°
		$\bar{1}\bar{1}1$	124°
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	180°
220	1,16	111	27,4°
		002	90°
		$\bar{2}\bar{2}0$	180°

## fluage

Le comportement de ces deux aciers au fluage se voit très nettement lorsqu'on compare leurs vitesses de fluage qu'on a définies comme suit :

$$[d\epsilon_f/d(\log t)]_{t = 1 \text{ min.}}$$

soit la pente initiale des lois de fluage aux diverses contraintes.

Pour l'alliage 25-20 le fluage commence à la limite élastique de l'acier et la vitesse de fluage croît avec la contrainte appliquée. Il n'y a pas de maximum de fluage dans la région de la limite élastique, phénomène que nous avons observé pour les aciers du type 18-10 et attribué au blocage des dislocations par la martensite formée (29).

Le tableau V-2 montre les vitesses de fluage pour les deux aciers, pour des mesures faites à 20°K.

TABLEAU V-2

Contrainte kg/mm <sup>2</sup>	vitesse de fluage : $d\epsilon_f/d(\log t)$	
	18-10 réf. 1	25-20
77	0,0030	0,0002
102	0,0014	0,0016
134	0,0011	0,0038

La vitesse de fluage diminue régulièrement avec la contrainte pour l'alliage 18-10 tandis que le processus inverse se produit pour l'acier 25-20. Il est aussi intéressant de noter que dans la région de la limite élastique des deux aciers (77 kg/mm<sup>2</sup>) l'alliage 18-10 flue à une vitesse 15 fois supérieure à l'alliage 25-20.

Ces mesures mettent en évidence que les anomalies de fluage trouvées dans les aciers austénitiques n'apparaissent que lorsqu'il y a une transformation martensitique.

## **c-transformation de phase**

Nous avons observé par diffraction électronique sur les endroits fortement déformés de l'acier une nouvelle phase q.f.c., jusqu'à maintenant inconnue dans les aciers inoxydables.

Cette phase n'a pu être détectée par diffraction des rayons X ; on peut penser qu'elle s'est peut-être formée dans le microscope électronique par l'effet d'échauffement du faisceau d'électrons, mais il y a deux arguments contre cette possibilité ; premièrement l'échauffement dû au faisceau d'électrons causerait un recuit du métal qui produirait une phase haute température dans l'acier mais le diagramme des phases est bien connu à haute température et la phase q.f.c. trouvée ne correspond à aucune phase signalée jusqu'à présent ; deuxièmement, le fait que cette nouvelle phase est seulement détectée dans des endroits fortement écrouis et non pas dans la matrice indique qu'elle est une phase produite par écrouissage et non par chauffage. Nous concluons donc que la phase q.f.c. est produite par écrouissage et que la raison pour laquelle elle ne peut être observée par diffraction des rayons X est sa faible teneur dans l'alliage.

Le mécanisme de transformation sans diffusion qui semblerait expliquer les faits expérimentaux se rapprochent du mécanisme proposé par Nishiyama (30) pour la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  sans diffusion. Afin d'illustrer le mécanisme de transformation on montre dans la figure V-16 deux mailles cubiques superposées ainsi que les atomes intéressés dans la transformation, et faisant partie de la maille quadratique à corps centré dont le volume est moitié de celle à faces centrées.

Il y a d'abord un glissement des plans  $\{111\} \gamma$  dans la direction  $[112] \gamma$  qui rend le plan de base perpendiculaire à l'axe  $c = 4,38 \text{ \AA}$  de la phase q.f.c. Il y a compression dans la direction  $[\bar{1}\bar{1}1] \gamma$  suivie d'une rotation autour de la direction  $[\bar{1}\bar{1}0] \gamma$  afin de rapprocher  $[113] \text{ c.f.c.}$  de  $[002] \text{ q.f.c.}$

Le mécanisme proposé remplit donc les conditions essentielles suivantes :

- 1.- le réarrangement atomique s'accomplit par **glissement des plans  $\{111\}$  sans diffusion**. Pour les métaux c.f.c. les  $\{111\}$  sont connus comme étant les plans de glissement les plus favorables.
- 2.- la distance interatomique  $4,38 \text{ \AA}$  est préservée au cours de la transformation. Elle devient l'axe  $c$  de la phase q.f.c.
- 3.- le volume de la maille élémentaire est conservé.
- 4.- la direction  $[002] \text{ q.f.c.}$  se rapproche de la direction  $[113] \text{ c.f.c.}$

On note aussi dans la figure V-16 que dans la phase q.f.c. la distance entre plus proches voisins est  $2,32 \text{ \AA}$ . Cette distance interatomique est très faible si on considère que les diamètres atomiques de Fe, Ni et de Cr sont de  $2,49 \text{ \AA}$ . On pourrait « à priori » penser que la configuration q.f.c. serait donc instable mais on a remarqué que cette phase subsistait encore après un vieillissement d'un mois à la température ambiante.

# d-mécanisme de la déformation plastique

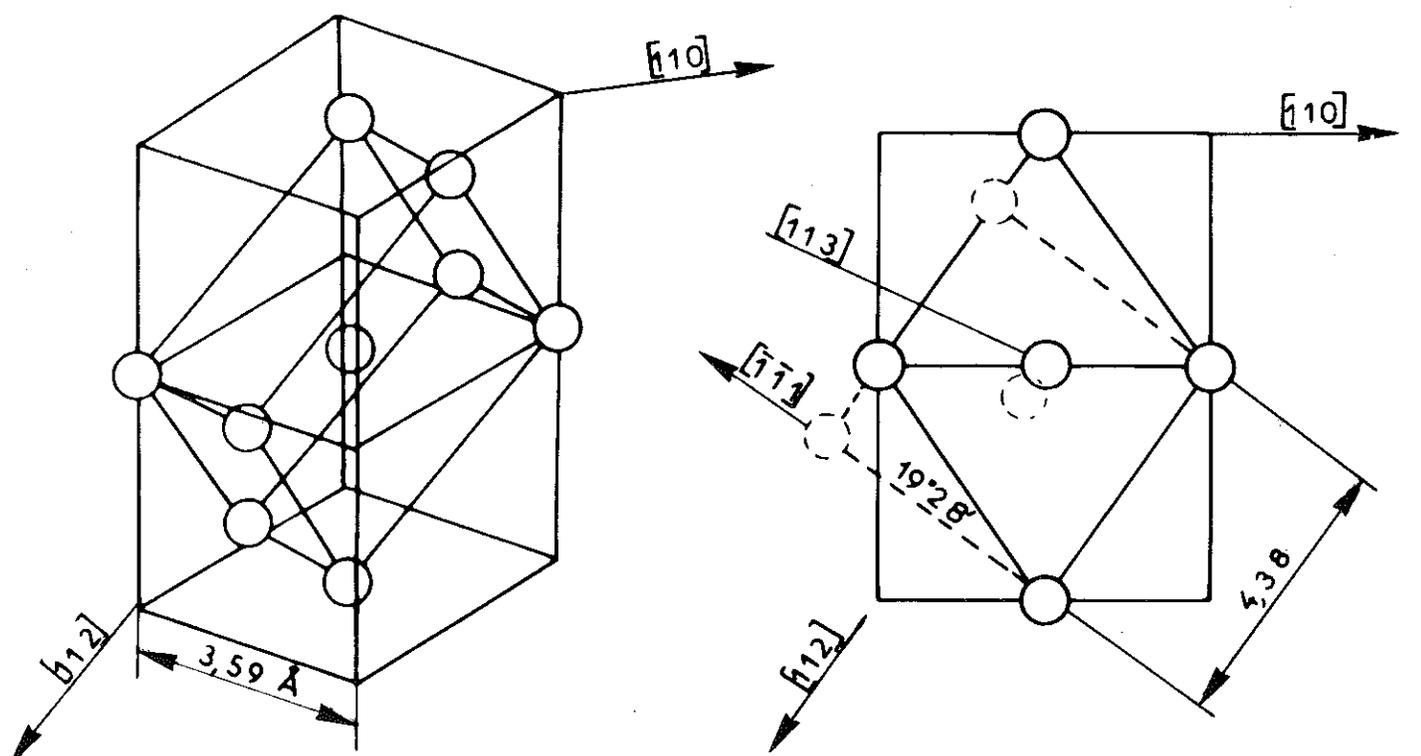
L'étude par microscope électronique nous a permis de préciser le mécanisme de la déformation plastique à basse température.

Une fois la limite élastique atteinte, les dislocations se séparent de leurs points d'ancrage et balayent leurs plans de glissement pour aller s'empiler aux joints de grains ou s'entremêler entre elles. Ce balayage cause des glissements importants selon des plans préférentiels :  $\{111\}$  pour les métaux c.f.c.

Aux fortes contraintes, près du point de rupture, ou presque toutes les dislocations sont bloquées, il peut maintenant y avoir déformation par maclage (3). La diffraction électronique permet de détecter le maclage (31,32) mais nous n'avons réussi à observer les taches caractéristiques d'une macle dans aucun des nombreux diagrammes de diffraction obtenus pour l'acier fortement déformé. La raison est probablement la suivante : on remarque d'après le mécanisme de la transformation c.f.c.  $\rightarrow$  q.f.c. (fig. V-16) que la première déformation équivaut à la moitié d'une déformation par maclage, ce qui signifie qu'il est énergiquement plus favorable de passer à une autre phase que de compléter une macle.

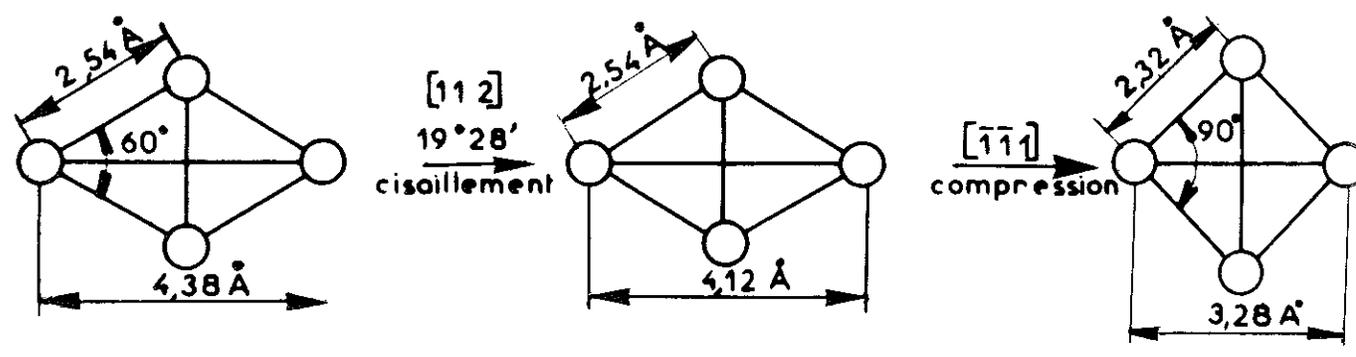
## 3 CONCLUSION

- a.- la déformation plastique d'un acier inoxydable du type 25-20, à basse température, soit par traction soit par fluage, se produit par mouvement des dislocations qui entraîne des glissements inhomogènes dans le métal. Aux fortes contraintes ces glissements entraînent une transformation de phase (c.f.c.  $\rightarrow$  q.f.c.) très localisée.
- b.- les anomalies de fluage rencontrées dans les aciers austénitiques n'apparaissent que lorsqu'il y a une transformation martensitique.



(a) MAILLE C.F.C.

(b) GLISSEMENT PLANS 111



(c) DEFORMATION DES PLANS  $[111]$  et  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$

Figure V-16

# L'ACIER 18-10 à L'AZOTE

6

## 1 RESULTATS

### a-mesures de traction et de fluage

Les courbes de traction et de fluage sont représentées sur les figures VI-1 à VI-4.

On observe un comportement analogue à l'acier 18-10 à bas carbone (1) mais une limite élastique nettement plus élevée, que l'alliage à bas carbone, à basse température (tableau VI-1).

A 4°K, on observe des décrochements et des anomalies de rupture qui ont déjà été notés pour ce genre d'acier (19) (voir tableau III-1).

TABLEAU VI-1

T ° K	limite élastique 18-10 azote kg/mm <sup>2</sup>	limite élastique 18-10 bas carbone kg/mm <sup>2</sup> (réf. 1)
300	25	20
77	75	40
20	95	45
4	110	-

### b-étude de la structure et de la texture

#### microscopie électronique

L'évolution de la structure de l'acier avec la déformation plastique est montrée figures VI-5 à VI-15.

TRACTION ACIER 18-10 AZOTE

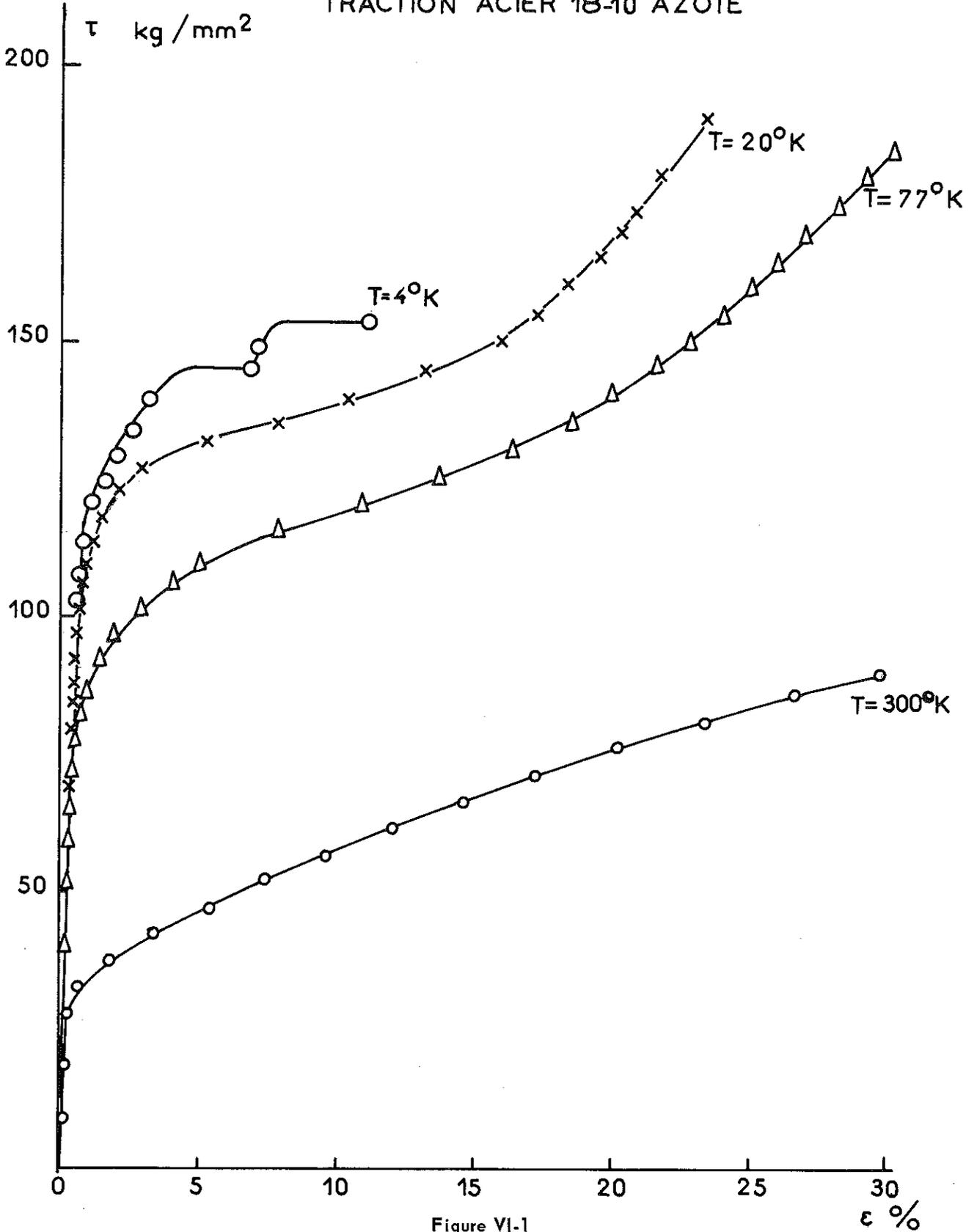


Figure VI-1

Fluage à 20°C

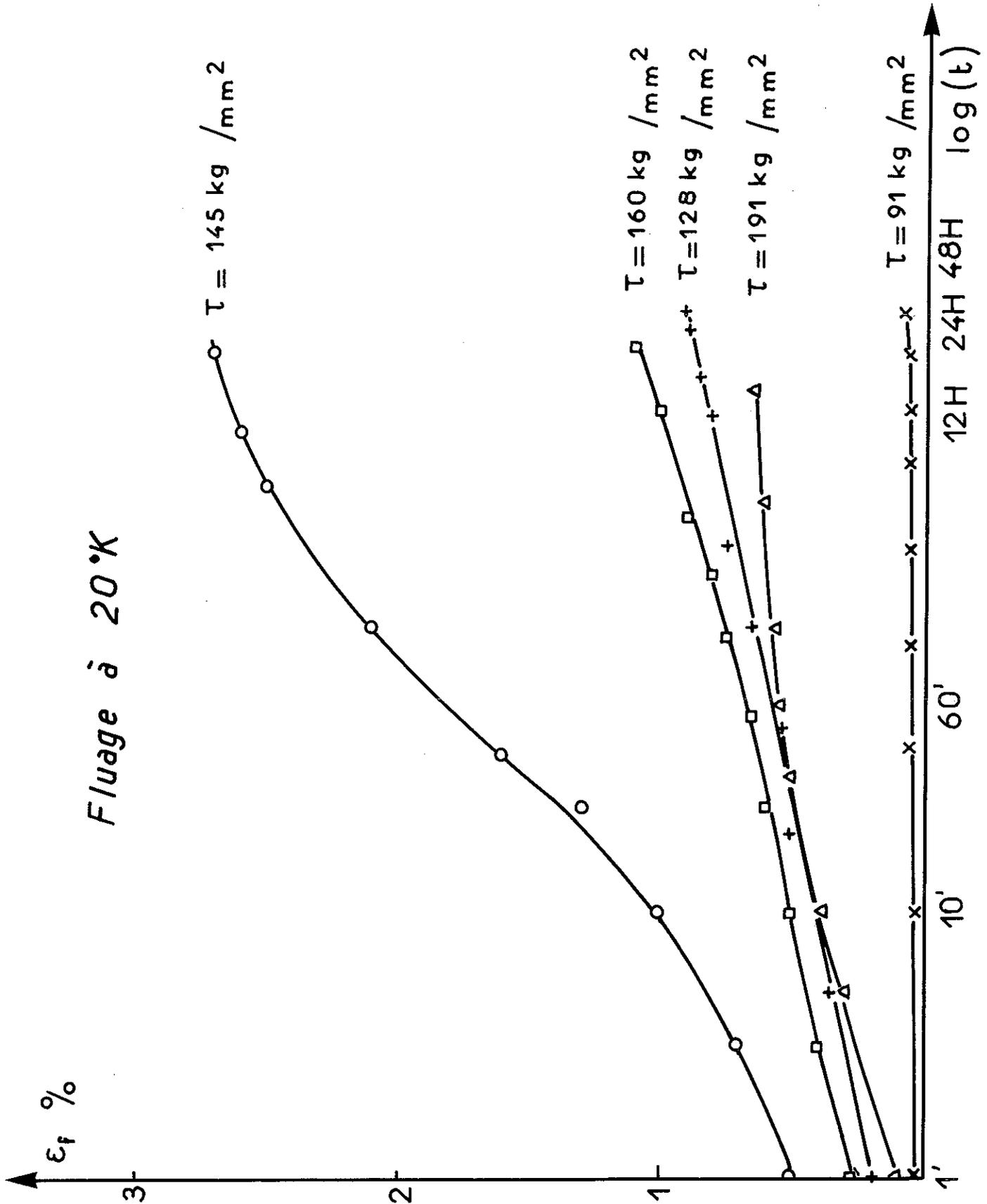


Figure VI-2

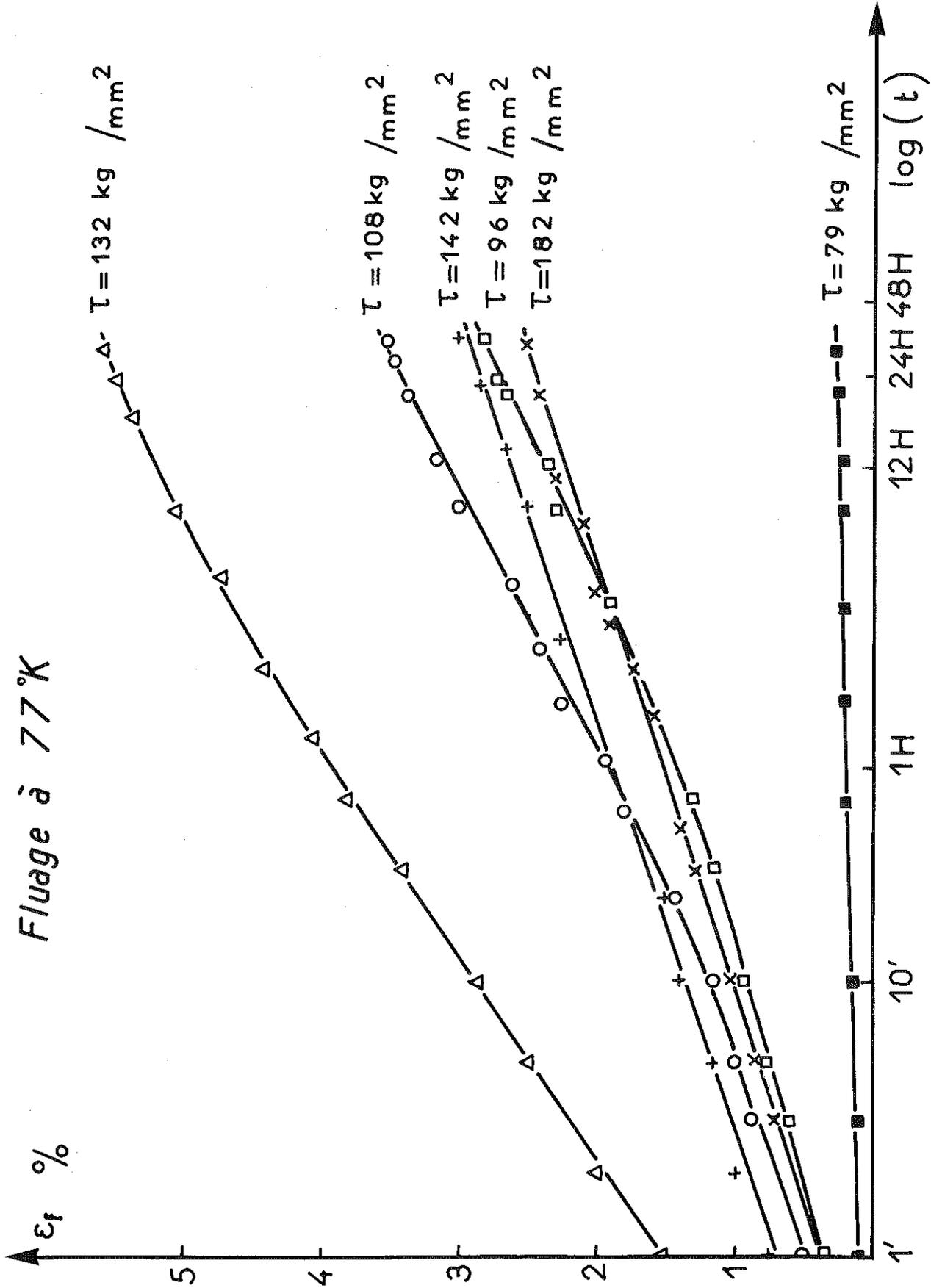


Figure VI-3

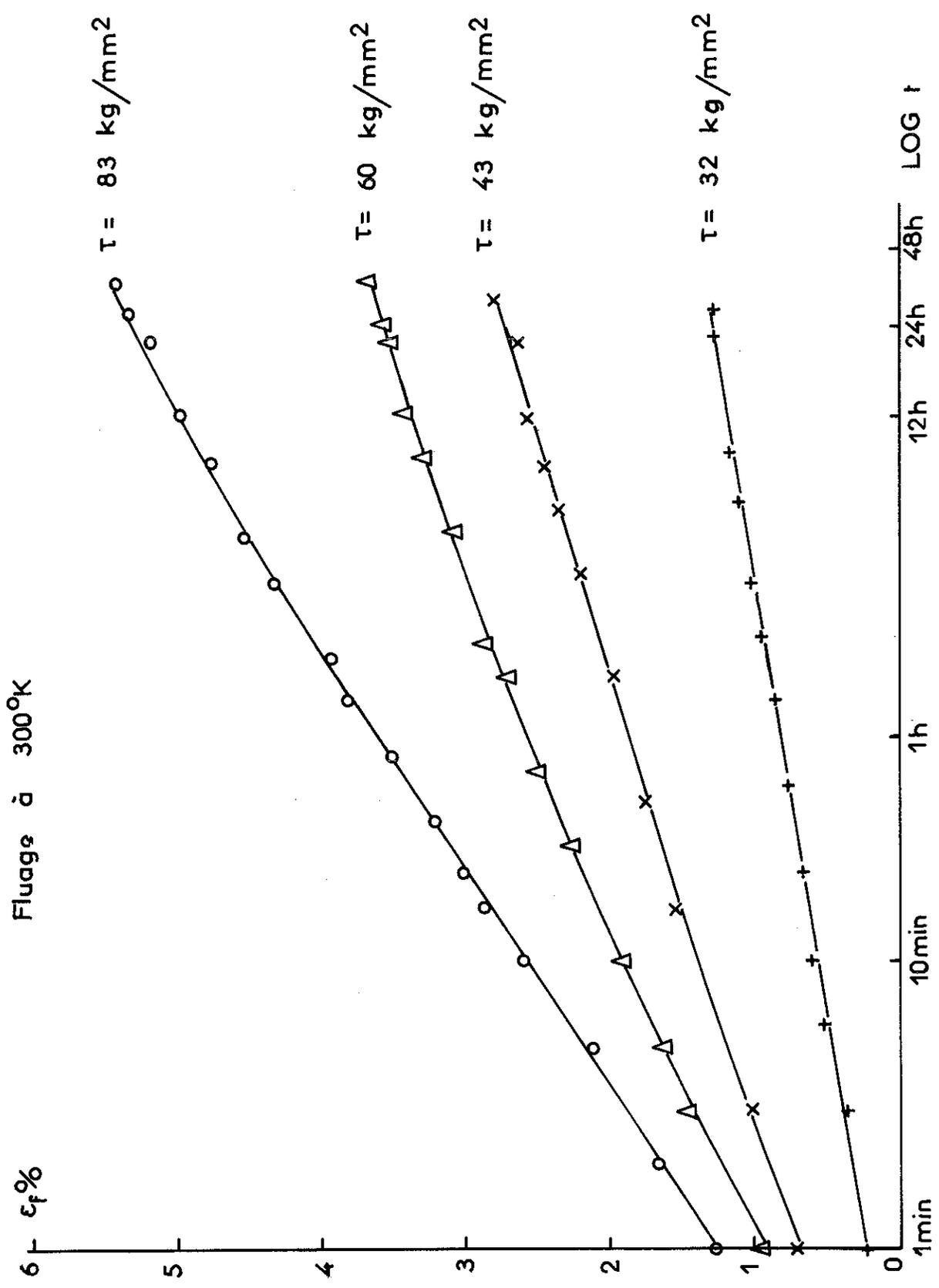


Figure VI-4

La figure VI-5 montre la structure de l'acier non-écroui. On remarque qu'un joint de grains qui est oblique au faisceau d'électrons donne lieu à des franges d'interférence. Ces franges sont dûes au décalage entre les rangées d'atomes d'un grain à l'autre. Un glissement à l'intérieur d'un grain qui résulte en un défaut d'empilement occasionne aussi de telles franges d'interférence. Un refroidissement à 20°K a pour effet de créer des contraintes qui produisent des empilements de dislocations aux joints de grains (fig. VI-6).

A la limite élastique de l'alliage (75 kg/mm<sup>2</sup> à 77°K) on constate des empilements de dislocations aux joints de grains d'après la figure VI-7. On note la distribution régulière des dislocations dans la figure VI-8. En augmentant le taux de déformation on voit apparaître des plans de glissement qui se révèlent par des franges d'interférence (fig. VI-9). A des taux de traction encore plus élevés on constate de longues aiguilles noires qui correspondent à une phase hexagonale compacte ( $\epsilon$ ) (fig. VI-10). Dans ces bandes on voit des petites plaquettes de martensite (figures VI-10 et VI-11). Au fur et à mesure que la déformation plastique devient plus importante les plaquettes de martensite grossissent et occupent une grande partie du grain (fig. VI-12).

D'après les figures VI-13 et VI-14 on remarque que la déformation est très inhomogène d'un grain à l'autre ; pour une même déformation on constate que dans certains grains il n'y a que des empilements de dislocations (fig. VI-13) tandis que d'autres grains montrent la transformation martensite fortement avancée (fig. VI-14).

La figure VI-15 montre l'aspect de l'acier fortement déformé à 300°K. On note l'absence de plaquettes de martensite.

## diffraction électronique

Par diffraction électronique sur des endroits sélectionnés des lames minces étudiées par microscope électronique, on a identifié les trois phases en présence et déterminé leurs orientations relatives.

La figure VI-16 est un cliché de diffraction de la matrice c.f.c. avec  $a = 3,59 \text{ \AA}$ . Par diffraction sur les bandes noires, telles que celles de la figure VI-10 on obtient le cliché de la figure VI-17 qui est interprété comme étant une phase hexagonale compacte ( $\epsilon$ ) pour laquelle  $a = 2,54 \text{ \AA}$  et  $c/a = \sqrt{8/3}$ . On remarque que la valeur  $c/a = \sqrt{8/3}$  correspond à la valeur théorique d'une maille hexagonale compacte. Aussi les distances entre plus proches voisins de la phase  $\gamma$ , qui se trouvent sur les plans  $\{111\} \gamma$  et de la phase  $\epsilon$  qui sont eux, sur le plan  $(0001) \epsilon$  sont identiques. Ceci permet de penser que la transformation  $\gamma \rightarrow \epsilon$  se produit par glissement  $\{111\} \gamma$ . Ceci veut dire que l'orientation relative entre les phases  $\gamma$  et  $\epsilon$  doit être  $(0001) \epsilon \parallel (111) \gamma$ . Nous reviendrons plus loin sur ce point.

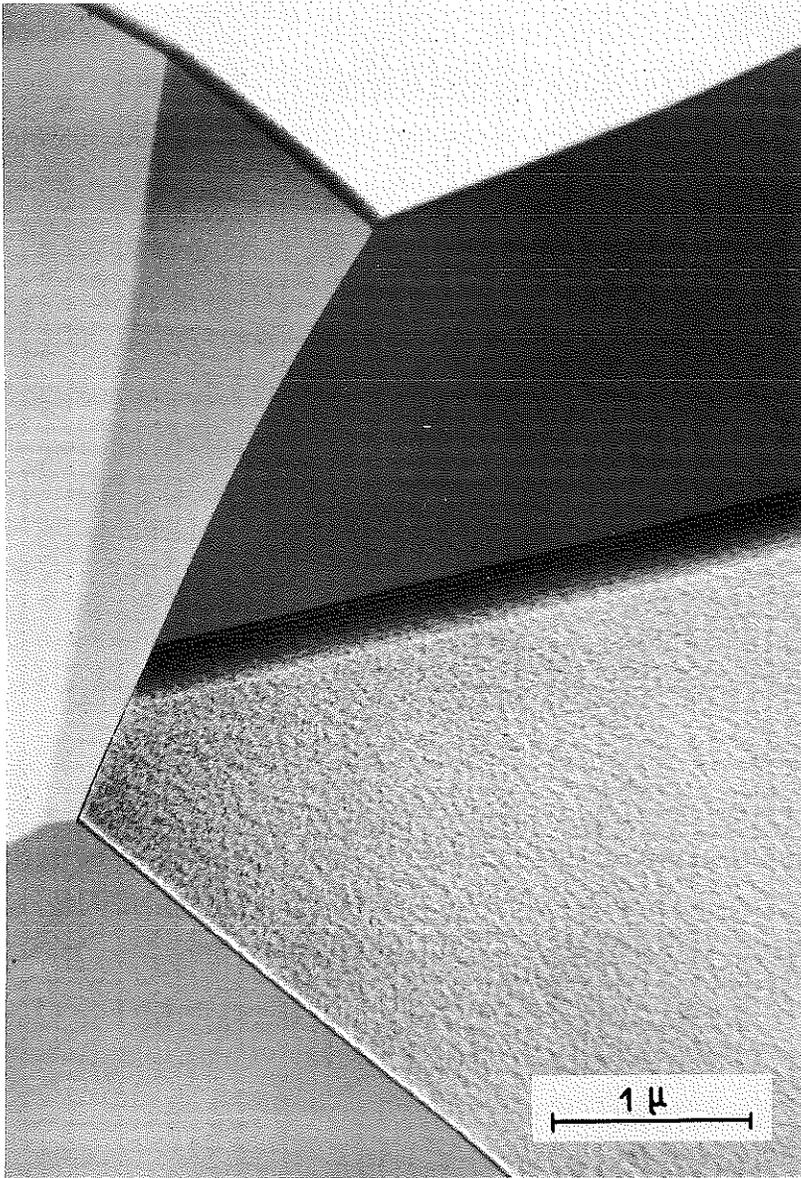


Figure VI-5

Acier vierge d'écroissage

Jonction de cinq grains : un des joints est oblique par rapport au faisceau d'électrons et donne lieu à des franges d'interférence.



Figure VI-6

Acier refroidi à 20°K

En A : empilements de dislocations sur un joint de grains qui est oblique au faisceau d'électrons et ainsi donne lieu à des franges d'interférence.

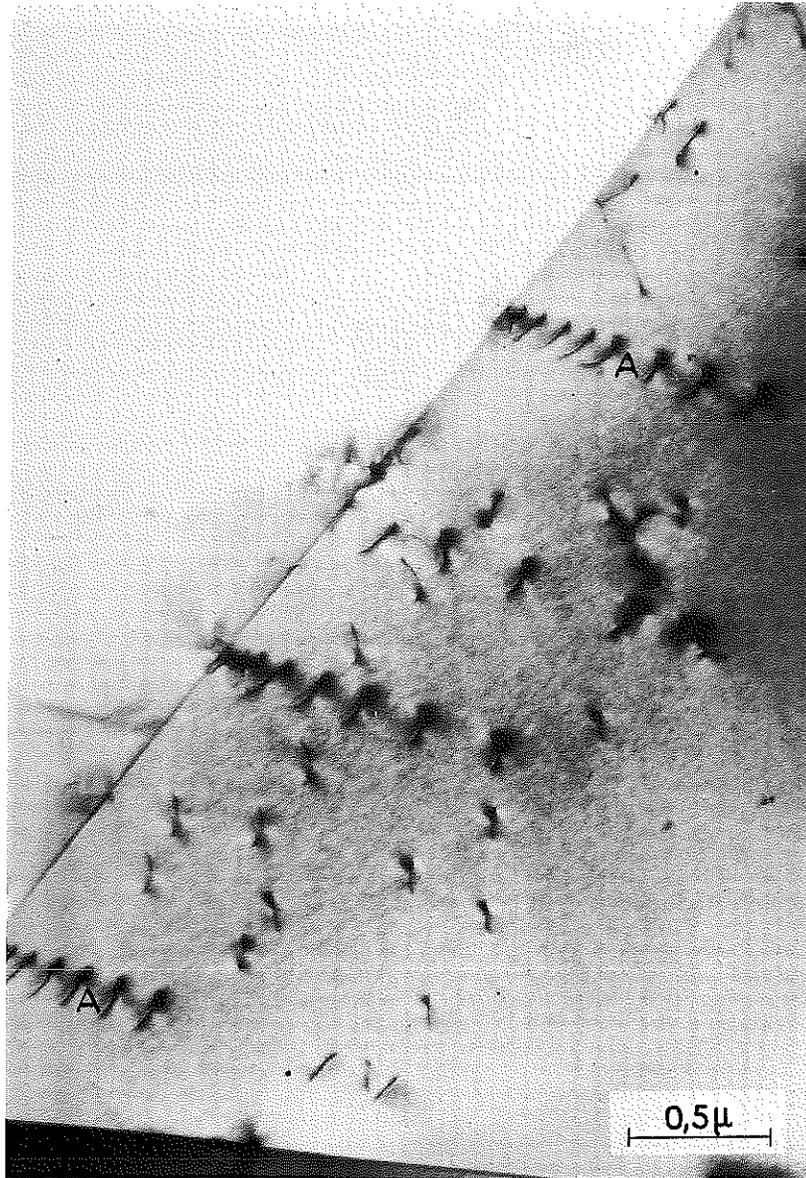


Figure VI-7

Limite élastique  $T = 77^{\circ}\text{K}$   $\tau = 75 \text{ kg/mm}^2$   $\epsilon = 0,5 \%$

En A : empilement des dislocations sur un joint de grains



Figure VI-8

Limite élastique  $T = 77^{\circ}\text{K}$   $\tau = 75 \text{ kg/mm}^2$   $\epsilon = 0,5 \%$

- empilements très réguliers de dislocations qui sembleraient être à deux niveaux différents



Figure VI-9

$T = 77^{\circ}\text{K}$      $\tau = 96 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 2\%$

En A : plan de glissement révélé par les franges d'interférence.

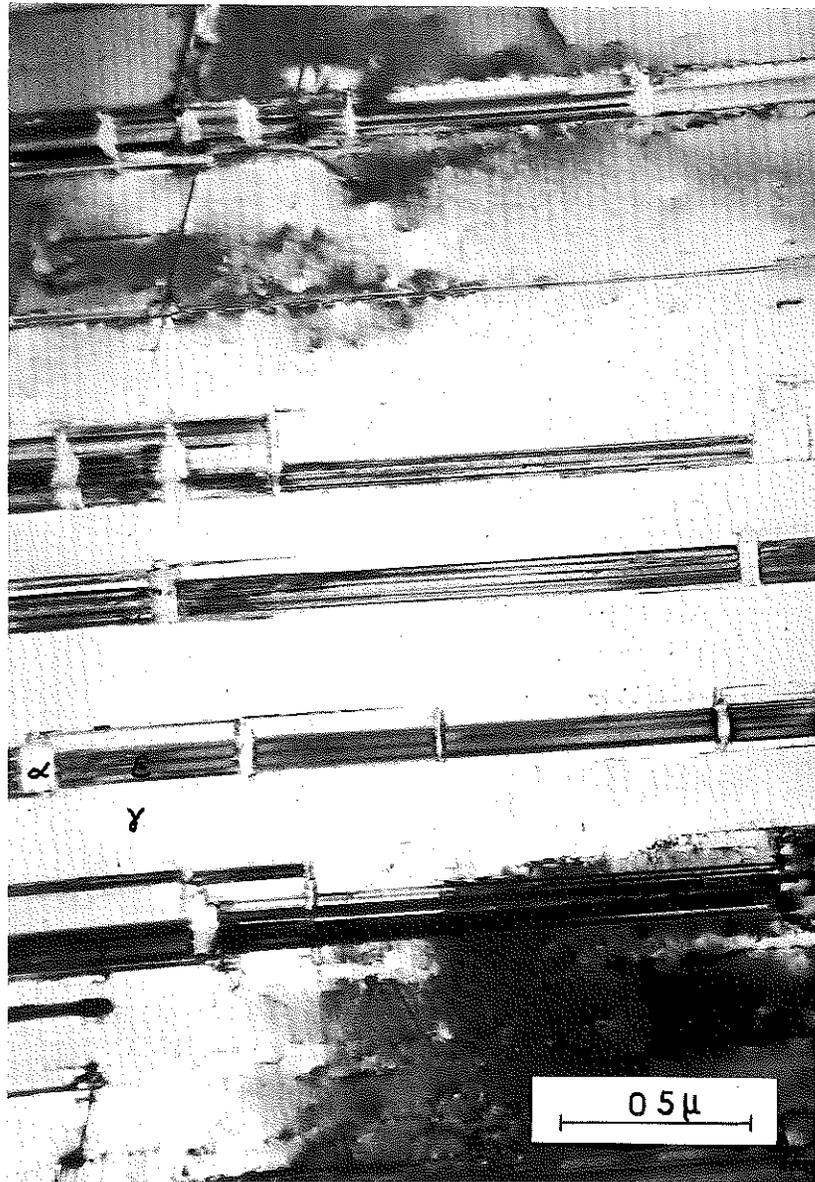


Figure VI-10

$T = 77^{\circ}\text{K}$      $\tau = 132 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 17\%$

- bandes sombres correspondant à la phase  $\epsilon$  dans lesquelles se forment les plaquettes de phase  $\alpha$
- ces deux phases se forment dans la matrice  $\gamma$



Figure VI-11

$T = 77^{\circ}\text{K}$       $r = 132 \text{ kg/mm}^2$       $\epsilon = 17 \%$

- co-existence des trois phases  $\gamma$ ,  $\epsilon$  et  $\alpha$



Figure VI-12

$T = 77^{\circ}\text{K}$      $\tau = 190 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 30 \%$

- nombreuses plaquettes de martensite

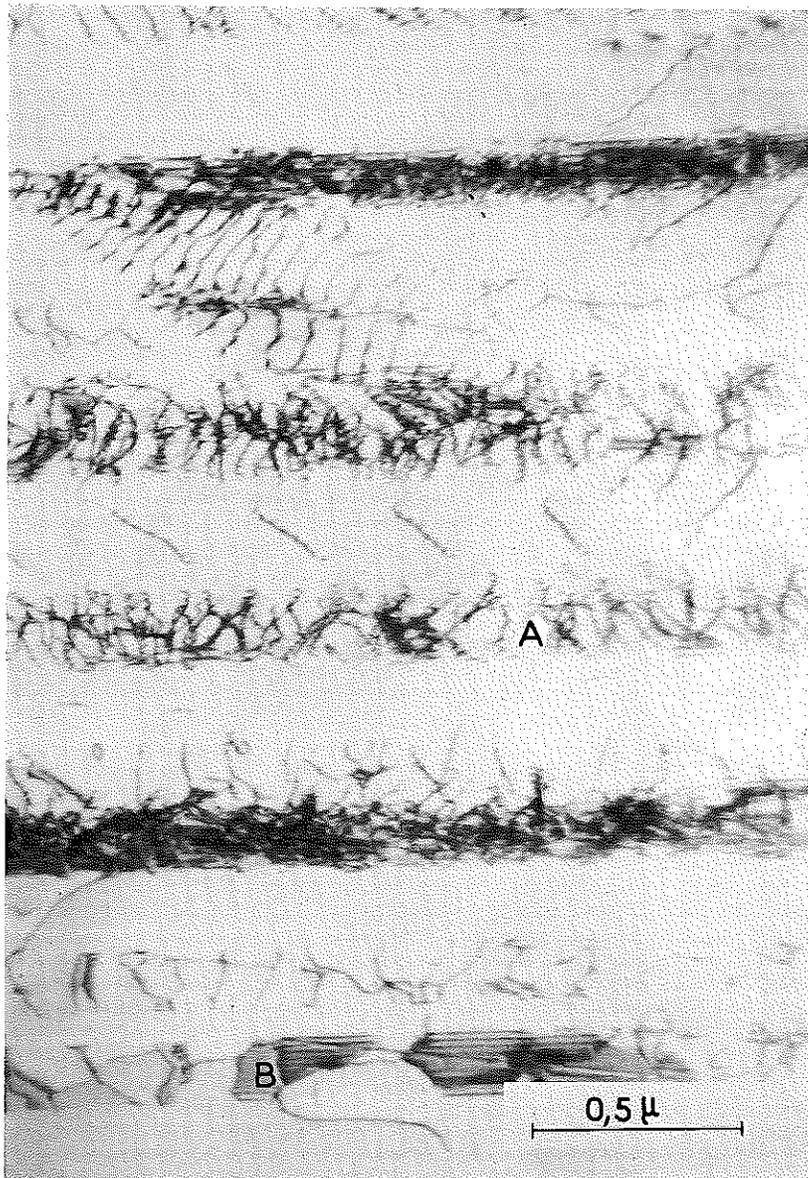


Figure VI-13

$T = 77^{\circ}\text{K}$       $\tau = 132 \text{ kg/mm}^2$       $\epsilon = 17 \%$

En A : empilement régulier de dislocations

En B : plan de glissement révélé par des franges  
d'interférence.

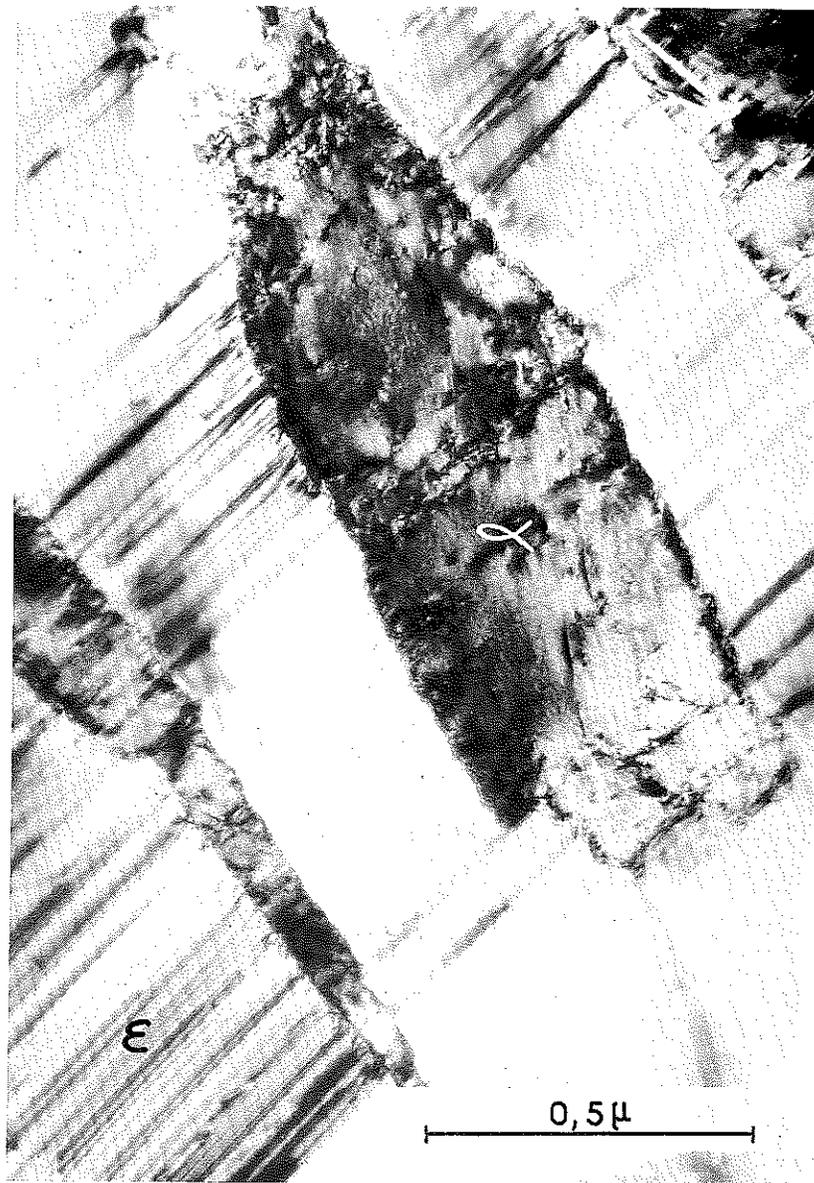


Figure VI-14

$T = 77^\circ\text{K}$      $\tau = 132 \text{ kg/mm}^2$      $\epsilon = 17\%$

- grosse plaquette de phase  $\alpha$ , contenant de nombreuses dislocations, dans une bande de phase  $\epsilon$ .



Figure VI-15

$T = 300^{\circ}\text{K}$        $\tau = 90 \text{ kg/mm}^2$        $\epsilon = 29 \%$

- bandes de glissement parallèles. On note  
l'absence de plaquettes de martensite.

La figure VI-18 représente un cliché de diffraction effectué sur les plaquettes telles que celles de la figure VI-14. On en déduit une phase cubique corps centré ( $\alpha$ ) pour laquelle  $a = 2,87 \text{ \AA}$ . Il est bien connu (33) que des impuretés interstitielles telles que le carbone et l'azote produisent une phase  $\alpha$  quadratique et non pas cubique mais nous n'avons pu détecter de phase quadratique corps centré. D'ailleurs plusieurs auteurs (1,37, 38) ont trouvé que la phase  $\alpha$  dans les aciers inoxydables était c.c.c. Ceci est sans doute dû au fait qu'aux faibles teneurs en éléments interstitiels on ne peut distinguer entre une phase q.c.c. et c.c.c. à cause de l'imprécision des mesures (§ IV-5).

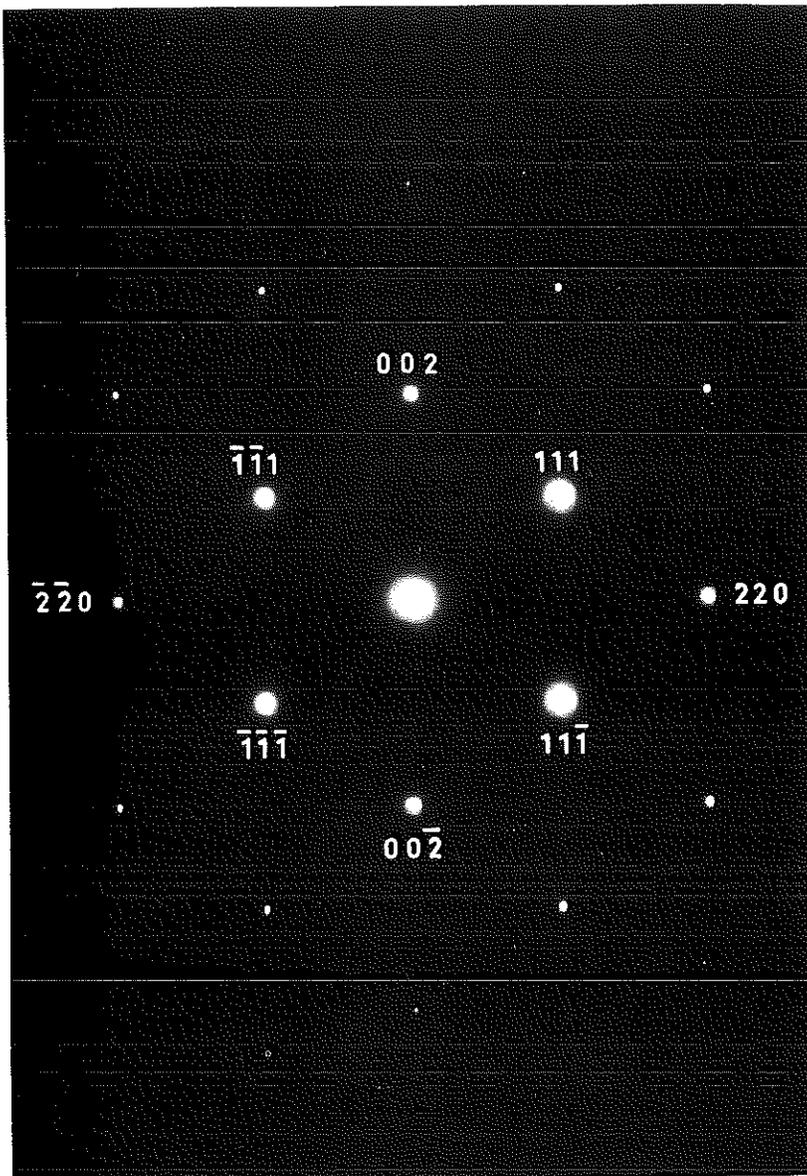
Les distances réticulaires et les angles entre les plans des phases  $\epsilon$  et  $\alpha$  sont résumés dans le tableau VI-2.

La figure VI-19 représente un cliché de diffraction effectuée à la frontière entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$ . On remarque qu'en plus des taches de la phase  $\gamma$  on peut identifier quelques taches appartenant à la phase  $\alpha$ . De ce cliché il est évident que  $(111) \gamma \parallel (011) \alpha$  : ceci est la même orientation relative que Kurdjumov et Sach (34) avaient déterminée pour la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  dans les aciers au carbone.

De la figure VI-17 on remarque aussi qu'en plus des taches de la phase  $\epsilon$  il y a des taches de la phase  $\alpha$ , d'où on constate que  $(\bar{1}2\bar{1}\bar{1}) \epsilon \parallel (1\bar{1}2) \alpha$ . On peut calculer que l'angle entre  $(\bar{1}2\bar{1}\bar{1}) \epsilon$  et  $(000\bar{1}) \epsilon$  et l'angle entre  $(1\bar{1}2) \alpha$  et  $(011) \alpha$  sont essentiellement les mêmes, soit  $73,2^\circ$ . On en déduit que  $(000\bar{1}) \epsilon \parallel (001) \alpha$ . On a donc les orientations relatives entre les trois phases :  $(111) \gamma \parallel (000\bar{1}) \epsilon \parallel (011) \alpha$ .

## c-étude magnétique

Par la méthode magnétique décrite au chapitre IV on a déterminé la variation de la teneur en martensite ( $\alpha\%$ ) au cours de la déformation plastique de l'acier à  $4^\circ\text{K}$ ,  $20^\circ\text{K}$  et  $77^\circ\text{K}$ . Afin de pouvoir calculer la fraction martensitique, on a fait l'hypothèse que la phase hexagonale était paramagnétique, comme la matrice  $\gamma$  et ne donnait qu'une contribution négligeable à l'aimantation totale. Cette hypothèse est raisonnable car, comme on a noté auparavant, les distances entre plus proches voisins sont identiques dans les phases  $\gamma$  et  $\epsilon$ . Aussi les résultats de Guntner et Reed (19) et de Goldman et al. (35) semblent confirmer cette hypothèse.



**Figure VI-16**  
 Phase  $\gamma$  (c.f.c.)  $a = 3,59 \text{ \AA}$   
 Direction d'incidence  $[\bar{1}\bar{1}0]$

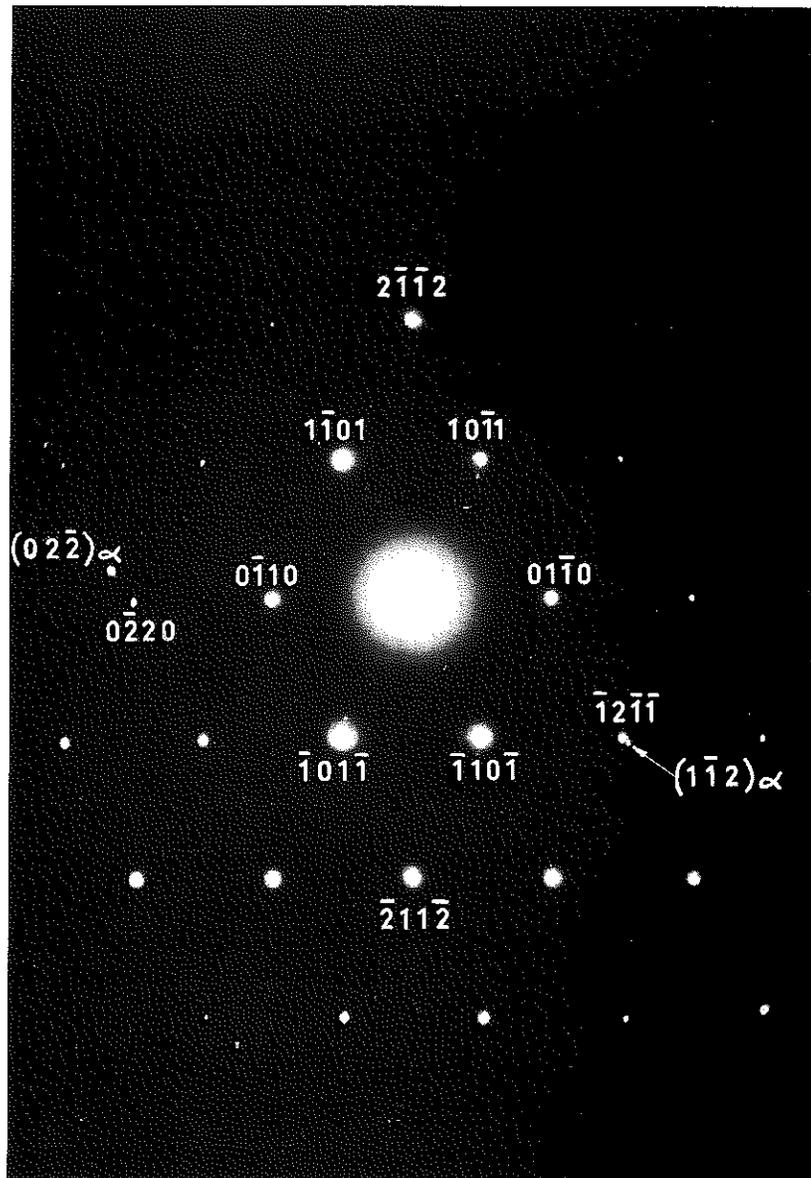


Figure VI-17  
 Phase  $\epsilon$  (h.c.)  $a = 2,54 \text{ \AA}$   $c/a = \sqrt{8/3}$   
 avec des taches de la phase  $\alpha$

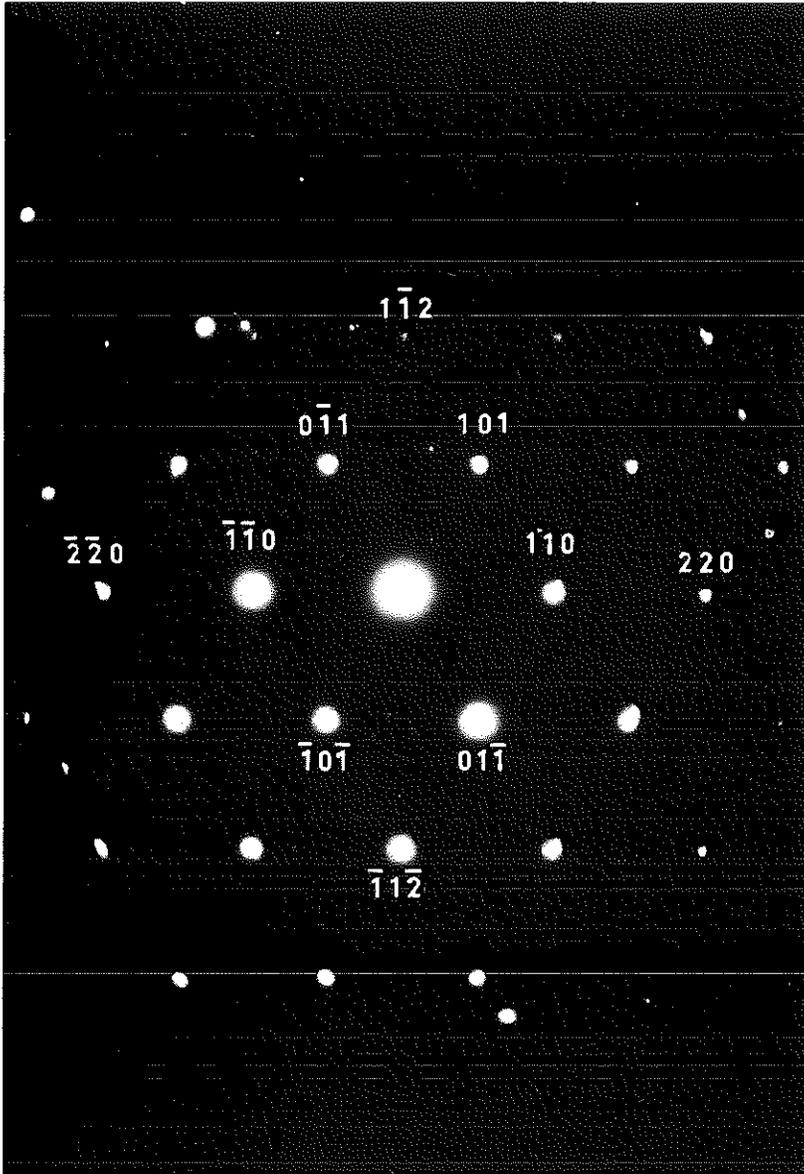


Figure VI-18  
 Phase  $\alpha$  (c.c.c.)  $a = 2,87 \text{ \AA}$   
 Direction d'incidence  $[\bar{1}11]$

TABLEAU VI-2

α - PHASE ε(h.c.)

$$a = 2,54 \text{ \AA}$$

$$c/a = \sqrt{8/3}$$

Plan (hkl)	Distance reticulaire Å	Angle entre le plan (hkl) et le plan	
01 $\bar{1}$ 0	2,20	10 $\bar{1}$ 1	63,8°
		11 $\bar{2}$ 1	
		2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 2	90°
10 $\bar{1}$ 1	1,94	1 $\bar{1}$ 01	52,4°
		11 $\bar{2}$ 1	30°
		2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 2	25,8
11 $\bar{2}$ 1	1,21	1 $\bar{2}$ 1 $\bar{1}$	68,1°
		2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 2	56°
2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 2	1,08	2 $\bar{1}$ 1 $\bar{2}$	180°
b - PHASE α(c.c.c.)      a = 2,87 Å			
Plan (hkl)	Distance reticulaire Å	Angle entre le plan (hkl) et le plan	
110	2,03	101	60°
		211	30°
		1 $\bar{1}$ 0	180°
211	1,17	1 $\bar{1}$ 2	60°
		2 $\bar{1}$ 1	180°
220	1,02	211	30°
		101	60°
		2 $\bar{2}$ 0	180°

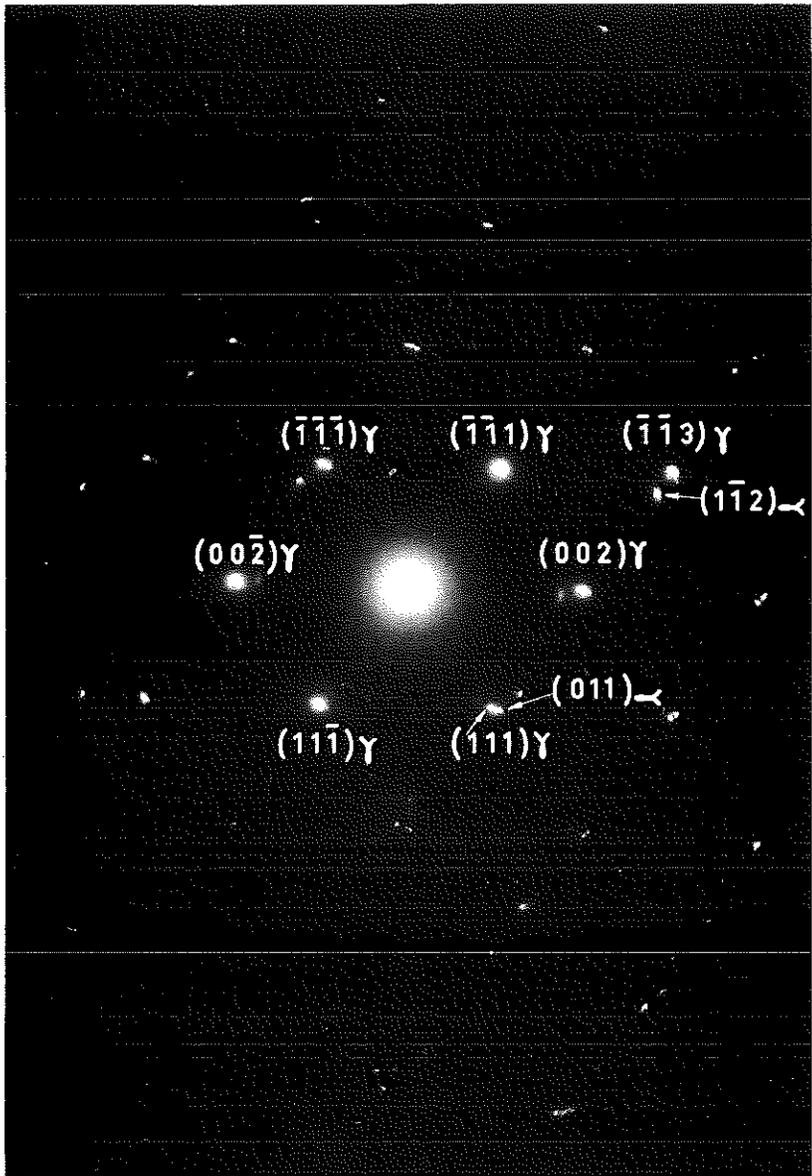


Figure VI-19  
Orientation relative des phases  $\gamma$  et  $\alpha$

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure VI-20. La transformation est nettement moins prononcée pour l'acier 18-10 à l'azote. On remarque aussi, comme dans le cas de l'acier 18-10 à bas carbone, que la quantité de martensite précipitée, à température constante, soit par traction (traits mixtes), soit par fluage (traits gras), est une fonction univoque de la déformation plastique.

Par ailleurs, on a aussi vérifié, qu'à la suppression de la contrainte ou par une déformation élastique supplémentaire la quantité de martensite n'était pas affectée.

## 2 DISCUSSION

### a-influence de la vitesse de mise en charge

Comme dans le cas précédent il a fallu ici aussi procéder à une mise en charge très lente (1 kg/mm<sup>2</sup>/min.) afin de dissiper dans l'hydrogène liquide l'énergie amenée à l'échantillon. Mais nous remarquons que la vitesse nécessaire pour éviter les échauffements internes est cinq fois inférieure à celle utilisée pour l'alliage 25-20. On aurait a priori pensé que des vitesses comparables pourraient être utilisées dans les deux cas car les chaleurs spécifiques et conductibilité thermiques des deux alliages sont essentiellement les mêmes.

On pourrait peut-être penser que la différence de géométrie entre les deux échantillons modifierait les échanges de chaleur mais on peut calculer \* que même pour une vitesse de mise en charge de 5 kg/mm<sup>2</sup>/min., l'énergie dégagée dans l'alliage 18-10 azoté est très faible et que la différence de température entre le centre et l'extérieur de l'échantillon est négligeable. Il faut aussi se rappeler que Mugnier (1) lui aussi procédait à une mise en charge de 1 kg/mm<sup>2</sup>/min. pour son acier du type 18-10 afin d'éviter les décrochements et que la forme de ses échantillons était identique à la nôtre pour l'alliage 25-20. Nous éliminons donc la question de géométrie.

L'autre différence entre l'alliage 18-10 et 25-20 est que le premier subit une transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha$  par écrouissage à basse température qui est accompagnée d'un dégagement de chaleur (17). Nous avons remarqué que les décrochements à 4 et 20°K apparaissent à des déformations de 4 % et 6 % respectivement, soit à l'endroit où selon la figure VI-20, la martensite commence à apparaître. La figure VI-21 montre l'échantillon écroui à 4°K : on observe deux zones de striction (A et B) qui correspondent aux deux décrochements observés (fig. VI-1) ce qui semblerait indiquer que les échauffements sont localisés. Les observations par microscopie électronique montrent bien

\* Les détails de ce calcul sont montrés dans l'annexe.

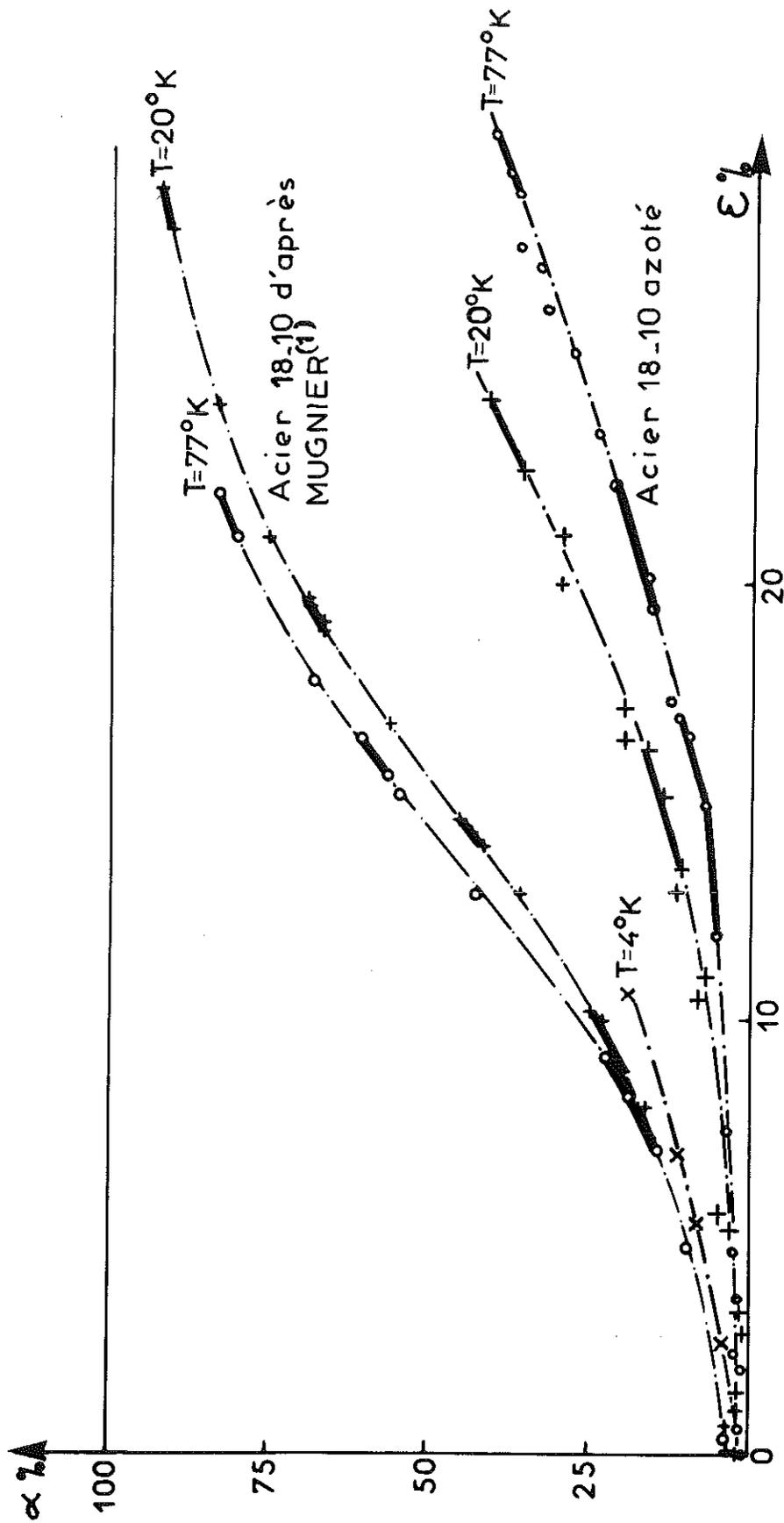


Figure VI-20

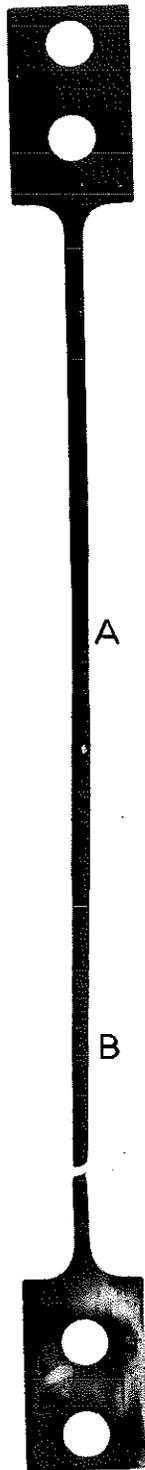
que la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  est inhomogène et localisée et le cliché métallographique de la figure VI-21 montre qu'effectivement il y a plus de martensite précipitée dans la zone de striction A que dans la partie déformée uniformément. Alors en vue de la faible conductibilité thermique de l'acier à basse température et du fait que la formation d'une plaquette de martensite est presque instantanée ( $\sim 10^{-7}$  sec) (17) il est fort probable qu'une transformation martensitique localisée puisse augmenter la température locale de l'échantillon et ainsi causer une instabilité dans la déformation plastique de l'alliage.

Nous pensons donc, d'après ces résultats qualitatifs, que la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  est la raison pour laquelle il faut procéder à une mise en charge de 1 kg/mm<sup>2</sup>/min. afin d'éviter les décrochements.

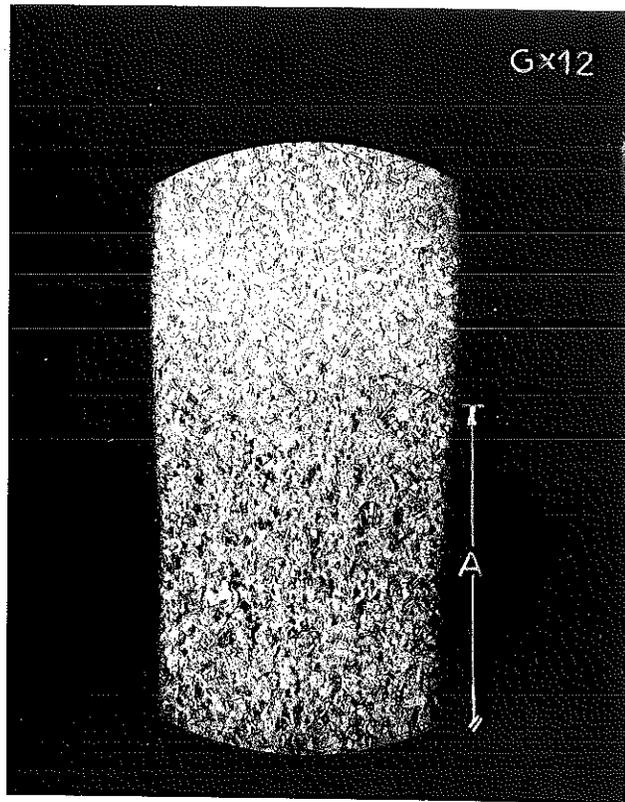
## **b-déformation plastique a 300 ° K**

On constate que le présent alliage se comporte à 300°K plutôt comme l'alliage 25-20 c'est-à-dire qu'il montre une vitesse de fluage qui croît régulièrement avec la contrainte, ce qui semblerait indiquer que l'acier ne subit pas de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  à la température ambiante.

En effet, nous avons vérifié par microscope électronique qu'un échantillon fortement écroui à 300°K ne subissait pas de transformation martensitique : nous remarquons d'après la figure VI-15 seulement une grande quantité de zones de glissement sans plaquettes de martensite. D'ailleurs il a déjà été remarqué, par mesures magnétiques, que la quantité de martensite précipitée dans les aciers inoxydables à 300°K était très faible et que l'écrouissage supprimait cette transformation de phase (19,37).



(a)



(b)

Figure VI-21

(a) Epruvette écroûie :  
On note les zone de  
striction A et B

(b) Cliché métallographique  
de la Zone A  
On note qu'il y a plus de  
martensite dans la zone de  
striction que dans l'autre  
section déformée uniformément.

## c-comparaison du comportement des aciers 18-10 azoté et 18-10 à bas carbone durant le fluage à basse température

Ces deux aciers montrent un comportement analogue à basse température c'est-à-dire tous deux ont une vitesse maximale de fluage dans la région de la limite élastique. Mais comme le montre la figure VI-22, la vitesse maximale de fluage se trouve à des contraintes beaucoup plus élevées dans le cas de l'acier 18-10 à l'azote, ce qui est sans doute dû au fait que la déformation plastique commence à des contraintes beaucoup plus élevées que dans le cas de l'acier à bas carbone (tableau VI-1).

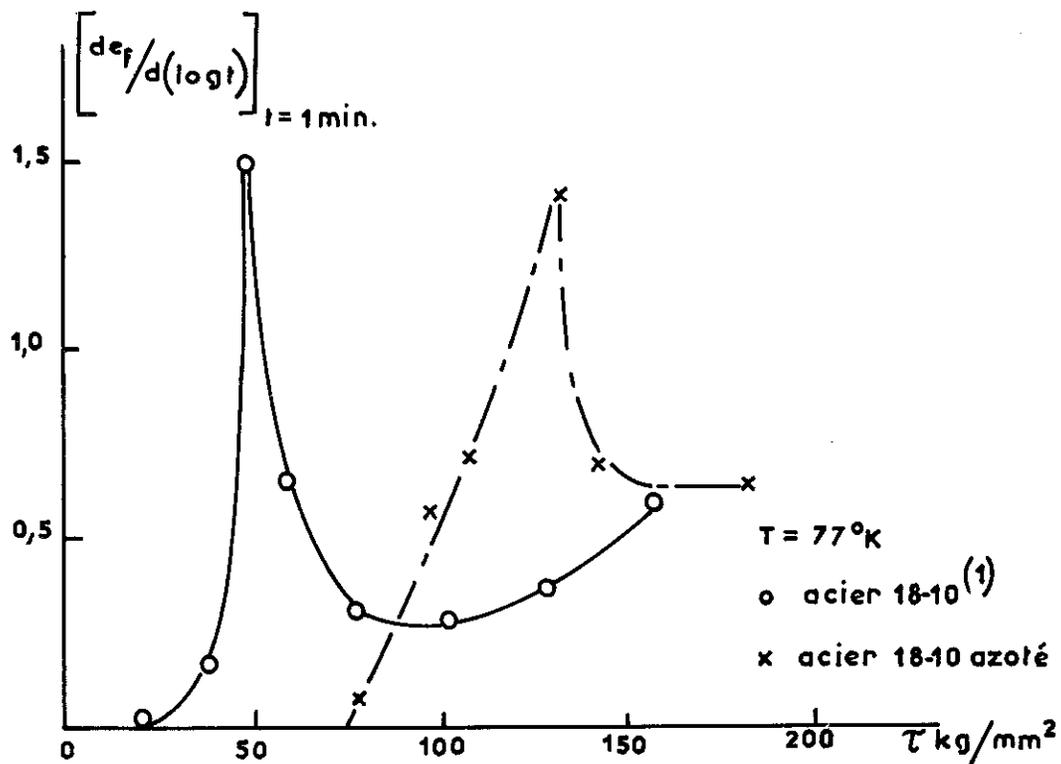


Figure VI-22

On constate aussi que le fluage rencontré ici ne suit pas une loi logarithmique, comme l'alliage 25-20, car la transformation martensitique modifie profondément le mouvement des dislocations.

## d-mécanisme de la transformation martensitique

Venables (37) a proposé un mécanisme de la transformation martensitique basée sur les deux faits suivants :

- 1.- la transformation se produit selon la séquence  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ . Les travaux de Mugnier (1) et Guntner et Reed (19) ont précisé que ce mécanisme était bien celui suivi pour la transformation martensitique dans les aciers inoxydables.
- 2.- les orientations relatives entre les phases étaient les suivantes :  $(111) \gamma \parallel (0001) \epsilon \parallel (011) \alpha$ . Ces orientations relatives trouvées pour les aciers inoxydables ordinaires (37,38) sont les mêmes que celles que nous avons trouvées pour notre alliage.

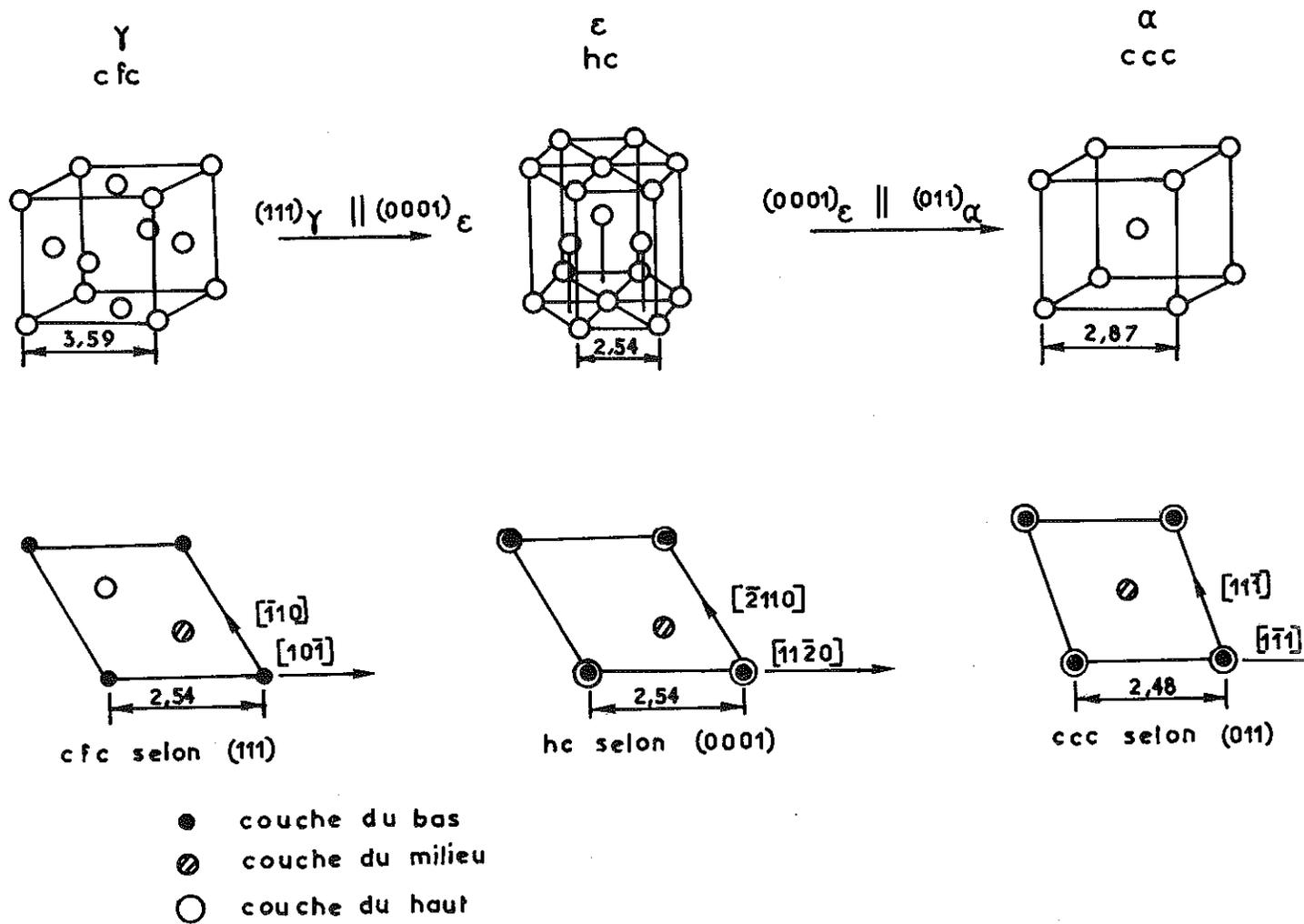
Les mouvements atomiques nécessaires à la transformation sont montrés sur la figure VI-23. La phase  $\epsilon$  est produite par glissement des plans  $\{111\} \gamma$  tandis que la phase  $\alpha$  est formée par cisaillement selon  $[11\bar{2}0] \epsilon$  qui produit aussi une faible augmentation de volume (c.f. - les volumes des phases c.f.c. et c.c.c. sont  $11,56 \text{ \AA}^3/\text{atome}$  et  $11,85 \text{ \AA}^3/\text{atome}$  respectivement).

## e-l'influence de l'azote sur la transformation martensitique

Comme on a remarqué au chapitre III, l'azote stabilise la phase  $\gamma$ . C'est sans doute pour cette raison qu'une même déformation plastique entraîne une transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  moindre pour l'acier à l'azote que pour l'acier à bas carbone.

Nous remarquons (fig. VI-20) que, pour une même déformation plastique, la teneur en martensite augmente avec l'abaissement de température, contrairement au cas de l'acier 18-10 à bas carbone où on trouve un maximum de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  vers  $130^\circ\text{K}$  (2,37). Il semblerait donc que si ce maximum existe pour le présent alliage, il serait en-dessous de  $4^\circ\text{K}$ . Le rôle de l'azote serait de déplacer le maximum vers les très basses températures.

D'après la figure VI-20 nous observons aussi une faible transformation ( $\sim 2\%$ ) avant la déformation plastique. Ce résultat semble contradictoire aux observations faites par microscopie électronique où nous n'avons trouvé aucune trace de phase  $\alpha$  dans des échantillons refroidis à  $20^\circ\text{K}$  (fig. VI-6). Mais rappelons-nous que Ménard (2) avait observé une couche superficielle de martensite qu'il



MOUVEMENTS ATOMIQUES DE LA TRANSFORMATION  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$

Figure VI-23

pouvait enlever par polissage électrolytique de la surface. Notre résultat semble confirmer le sien car la teneur en martensite a été déterminée à partir d'échantillons non-polis, qui auraient cette couche superficielle de phase  $\alpha$  qui serait enlevée lors de la préparation de lames minces pour observation au microscope électronique.

## f-mécanisme de la déformation plastique

Comme dans le cas de l'alliage 25-20, la première déformation plastique à basse température est causée par le déplacement des dislocations; dislocations qui vont s'accumuler aux joints de grains. Ce déplacement de dislocations donne naissance à des glissements selon les plans  $\{111\}$   $\gamma$  qui occasionnent la première transformation de phase  $\gamma \rightarrow \epsilon$ . A des déformations plus importantes ( $> 6\%$  - fig. VI-20) la phase  $\alpha$  commence à se former aux dépens de la phase  $\epsilon$ . Les plaquettes de martensite grossissent continuellement au cours de la déformation pour arriver enfin à des teneurs de 40% aux fortes déformations.

## 3 CONCLUSION

La présence de l'azote dans les aciers inoxydables a pour effet d'une part de bloquer les dislocations, ce qui donne aux aciers une limite élastique plus élevée à basse température, et ainsi retarde la déformation plastique, et d'autre part parce qu'il augmente la stabilité de la phase  $\gamma$ , de réduire la transformation martensitique ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ) pour une même déformation plastique.

## a-l'acier 25-20

L'avantage principal de cet acier sur l'acier 18-10 à bas carbone est qu'il ne présente pas de maximum de fluage dans la région de la limite élastique, ce qui résulte en un fluage moindre pour une même contrainte dans cette région.

Par exemple, nous remarquons d'après le tableau V-2 que la vitesse initiale de fluage à 20°K pour une contrainte près de la limite élastique, 77 kg/mm<sup>2</sup>, est 15 fois moins pour l'acier 25-20 que pour l'acier 18-10 à bas carbone. Si par hasard, lors d'une utilisation quelconque de l'acier 25-20, un effort inattendu nous place dans cette zone de déformation, nous aurons donc une déformation plastique nettement moindre et peut-être tolérable. Cet avantage se perd aux fortes contraintes où les vitesses de fluage sont du même ordre de grandeur.

Il est également avantageux d'utiliser cet acier dans les applications où l'aïmantation qui apparaît au cours de l'écrouissage, dû à la martensite précipitée, est gênante; il n'y a, en effet, aucun changement mesurable dans les propriétés magnétiques de cet acier par déformation plastique.

## b-l'acier 18-10 à l'azote

Comme cet alliage montre une grande amélioration de sa limite élastique avec l'abaissement de la température (tableau VI-1) ce qui déplace la vitesse maximale de fluage vers les fortes contraintes, on risque moins que dans le cas de de l'acier 18-10 à bas carbone, qu'un effort inattendu puisse dépasser la limite élastique, pour donner une déformation plastique importante.

Nous pouvons donc concevoir l'application de cet acier en boulonnerie pour service à basse température (39). Par exemple, un boulon de cet acier soumis à un effort total de 40 kg/mm<sup>2</sup> à 77°K, ne subit aucune déformation plastique par fluage, tandis qu'un boulon en acier 18-10 à bas carbone, dans les mêmes conditions subit une déformation de 1 % après 48 heures, ce qui détruirait l'étanchéité d'un joint.

Notre étude a donc permis de mettre en évidence deux possibilités nouvelles de matériaux pour la construction cryogénique, qui montrent des avantages très nets sur les matériaux actuellement utilisés.

# ANNEXE

## CALCUL DES EFFETS THERMIQUES ASSOCIES A L'APPORT D'ENERGIE MECANIQUE A L'ECHANTILLON

hypothèse : comme nous recherchons seulement un résultat approximatif, nous allons admettre que toute l'énergie mécanique amenée à l'échantillon est dissipée en chaleur c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'énergie emmagasinée. En général, cette énergie emmagasinée est très mal connue, mais pour les aciers-elle semblerait être moins de 15 % de l'énergie mécanique (40).

L'énergie mécanique  $W$  nécessaire pour produire une déformation  $\epsilon$  est donnée par l'équation

$$W = \int_{\epsilon_0}^{\epsilon} f \, d\ell \quad \text{A-1}$$

où  $f$  est la force nécessaire pour produire une déformation différentielle  $d\ell$

La contrainte vraie  $\tau$  est définie par la relation

$$\tau = f/S \quad \text{A-2}$$

Comme le volume  $V$  de l'échantillon est constant (voir chapitre IV)

$$V = S_0 \ell_0 = S \ell \quad \text{A-3}$$

ou  $S_0$  et  $\ell_0$  sont respectivement la section et la longueur initiale de l'échantillon tandis que  $S$  et  $\ell$  sont respectivement la section et la longueur de l'échantillon soumis à une force  $f$ .

Alors

$$\tau = \frac{f \ell}{S_0 \ell_0} \quad \text{A-4}$$

D'après les équations A-1 et A-4

$$W = S_0 l_0 \int_{\epsilon_0}^{\epsilon} \tau \frac{d\epsilon}{l} \quad \text{A-5}$$

L'énergie mécanique par unité de volume est donc l'aire sous la courbe de  $\tau = f(\epsilon)$  (c.f. - figures V-1, V-2).

## a-réchauffement adiabatique de l'alliage 25-20

D'après la figure V-2 on observe pour l'acier 25-20 que le premier décrochement a lieu vers  $\tau = 95 \text{ kg/mm}^2$  et  $\epsilon = 1 \%$ .

Par intégration graphique on obtient que l'énergie dégagée est alors 0,22 cal.

On peut déterminer la température finale d'un échauffement adiabatique par l'équation

$$W = \int_{20}^T \omega C_p dT \quad \text{A-6}$$

où  $\omega =$  poids de l'échantillon = 0,8 gm.

$C_p =$  chaleur spécifique.  $C_p$  est fonction de la température et d'après Scott (41) on peut obtenir pour  $0 < T < 100^\circ\text{K}$  la relation approximative

$$C_p = 6,2 \times 10^{-6} T^2 \text{ cal/gm}^\circ\text{K}.$$

D'après l'équation A-6

$$0,22 = 0,8 \int_{20}^T 6,2 \times 10^{-6} T^2 dT$$

d'où l'on obtient  $T = 52^\circ\text{K}$ .

L'échantillon pourrait donc subir un réchauffement de 32°K. Bien entendu ce calcul est approximatif, mais si un film isolant d'hydrogène gazeux entoure l'échantillon, comme le croît Basinski (26), il est alors fort probable que l'échantillon puisse subir un réchauffement de cet ordre de grandeur. Mais si l'échauffement est localisé, comme le pensent certains auteurs (19, 26), alors les températures atteintes localement peuvent être plus élevées et une évaluation quantitative devient très difficile.

## b-le gradient de température dans l'alliage 18-10 azoté

La différence de température  $\Delta T$  entre le centre et l'extérieur d'une plaquette infiniment large et d'épaisseur  $d$  est donnée par l'équation

$$\Delta T \approx \frac{q d^2}{8 k} \text{ } ^\circ \text{K} \quad \text{A-7}$$

où  $q$  = la chaleur dissipée par unité de volume  
 $k$  = conductibilité thermique  
 = 20 milliwatt  $\text{cm}^{-1} \text{ } ^\circ \text{K}^{-1}$  à 20°K (41)

Pour une vitesse de mise en charge de 5 kg/mm<sup>2</sup>/min., les premiers décrochements ont toujours été observés vers  $\epsilon = 6\%$  à 20°K. Par intégration graphique de la figure VI-1 on obtient une chaleur dégagée de 1,64 cal. ce qui correspond à un dégagement moyen de 4,4 milliwatt. Le volume de l'éprouvette est 0,1 cm<sup>3</sup>.

Alors  $q = 44$  milliwatt/cm<sup>3</sup> et pour une épaisseur  $d = 0,05$  cm.

$$\Delta T = \frac{44 (0,05)^2}{8 \times 20} = 7 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ \text{K}$$

Cette différence de température est négligeable et ne peut certainement pas expliquer les décrochements observés.

# BIBLIOGRAPHIE

- 1 D. MUGNIER Thèse, Grenoble (1964).
- 2 J. MENARD Thèse, Grenoble (1961).
- 3 J. FRIEDEL Dislocations : Pergamon Press-London (1964).
- 4 G.I. TAYLOR Proc. Roy. Soc. (London) A145, 362 (1934).
- 5 A.H. COTTRELL Dislocations and Plastic Flow in Crystals, Oxford - Clarendon Press (1953).
- 6 A.H. COTTRELL et B.A. BILBY Proc. Roy. Soc. A62, 49, (1949).
- 7 A.R. LANG J. Appl. Phys., 29, 597 (1958).
- 8 P.B. HIRSH, R.W. HORNE & M.J. WHELAN Phil. Mag. 1, 667 (1956).
- 9 W. BOLLMAN Phys. Rev. 103, 1588, (1956).
- 10 U. VALDRE Fifth Inter. Conf. for Electron Microscopy Academic Press, N.Y., cc-15, (1962).
- 11 O.H. WYATT Nature 167, 866 (1951).
- 12 W. MEISSNER, M. POLANYI & E. SCHMID Zeit Phys. 66, 477 (1930).
- 13 N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO Report on the Strength of Solids (London) - Phys. Soc. 1, (1948).
- 14 R. BECKER Zeit Phys. 26, 919 (1925).
- 15 C.S. BARRETT Structure of Metals, McGraw Hill, N.Y. (1952).
- 16 E.C. ROLLASON Métaux et Corrosion 463, 77 (1964).
- 17 L. KAUFMAN et M. COHEN Progress in Metal Physics 7, 209 (1958).
- 18 C. FAUVEL Revue du Nickel 29, 12 (1963).
- 19 C.J. GUNTNER et R.P. REED Trans. A.S.M. 55, 399 (1962).
- 20 J.F. WATSON et J.L. CHRISTIAN Trans. Metall. Soc. A.I.M.E. 224, 998 (1962).
- 21 R.R. BRADY A.S.T.M. 59, 771 (1959).
- 22 J. BOURRAT et J. HOCHMANN Soc. Française Metall., Journée des Aciers Spéciaux, Grenoble, Juin (1963).

23	J. BOURRAT	Communication privée.
24	E.N. ANDRADE	Proc. Roy. Soc. 84, 1 (1910).
25	H.M. ROSENBERG	Progress in Metal Physics 7, 367 (1958).
26	Z.S. BASINSKI	Proc. Roy. Soc., A240, 229 (1957).
27	C. MAGNAN	Traité de Microscopie Electronique, Hermann, Paris (1961).
28	G. BON MARDION, G. De VRIES, R. TOURNIER et R. VOYER	Comptes Rendus Acad. Sci., 259, 4552 (1964).
29	L. WEIL	Mémoires Scientifiques Rev. Metall. 1, 63, (1964).
30	Z. NISHIYAMA	Sci. Reports, Tohoku Imp. Univ., 23, 638 (1934-35).
31	J.A. VENABLES	Proc. European Regional Conf. on Electron Microscopy, Delft, 1, 443 (1960).
32	D.W. PASHLEY et M.J. STOWELL	Phil. Mag. 8, 1605 (1963).
33	W.B. PEARSON	Handbook of Lattice Spacing and Structures of Metals and Alloys, Pergamon Press, N.Y. 922 (1958).
34	G.V. KURDJOMOV et G. SACHS	Zeit. Phys., 64, 325 (1930).
35	A.J. GOLDMAN, W.D. ROBERTSON et D.A. KOSS	Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., 230, 240 (1964).
36	J.A. VENABLES	Phil. Mag., 7, 35 (1962).
37	R. LAGNEBORG	Acta Metallurgica, 12, 823 (1964).
38	J. DASH et H. OTTE	Acta Metallurgica, 11, 1169 (1963).
39	L. WEIL et R. VOYER	Brevet n° PV. 985.588.
40	A.L. TITCHENER et M.B. BEVER	Progress in Metal Physics 7, 247 (1958).
41	R.B. SCOTT	Cryogenic Engineering, D. van NOSTRAND Co., N.Y. (1959).

VU  
Grenoble, le  
Le Président de la thèse

VU  
Grenoble, le  
Le Doyen de la Faculté des Sciences

VU, et permis d'imprimer  
Le Recteur de l'Académie  
de Grenoble