

UNIVERSITE SAAD DAHLB DE BLIDA

Faculté de technologie

Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Science des matériaux

DEFORMATION ET RECRISTALLISATION

D'UN ACIER INOXYDABLE FERRITIQUE

Z8 C17 (430)

Par

Lallia BELKACEM

Devant le jury composé de :

Mr T.SAHRAOUI	Professeur, U.S.D. Blida	Président
Mr N. BACHA	Professeur, U.S.D. Blida	Examineur
Mr. HADJI	Professeur, U.S.D. Blida	Rapporteur

Octobre 2012

المخلص:

في هذه الدراسة قمنا بتعيين خصائص المادة بعد عملية التسطيح البارد بالإضافة إلى دراسة ظاهرة استعادة البلورة بعد المعالجة الحرارية للفولاذ الغير قابل للتأكسد من نوع (Z8C17) 430

كما أنا تقرر في هذه المادة المدروسة أن ظاهرة استعادة البلورة تبدأ بعد القيام بحد أدنى من عملية التسطيح البارد. في حين أن كلما زادت نسبة عملية التسطيح كلما انخفضت درجة الحرارة الملائمة لعملية البلورة. كما أن المعالجة الحرارية في المجال $900\text{ C}^\circ - 1000\text{ C}^\circ$ أدت إلى ترسب البنية σ و حبيبات $M_{23}C_6$ و لكن زيادة درجة المعالجة إلى 1100 C° تؤدي إلى تفكك هذه الترسبات σ و زيادة حجم الذرات مما يؤدي إلى انخفاض الخصائص الميكانيكية, لهذا أن زيادة الحجم قد يتأثر بوجود الترسبات .

كلمات المفتاح :

التسطيح البارد, الفولاذ الغير لتأكسد, (Z8C17) 430, استعادة البلورة, تعيين الخصائص

Résumé :

Dans ce travail, on propose de caractériser l'état de déformation, et étudier la recristallisation d'un acier inoxydable du type 430 (Z8C17). Cette étude a permis de mettre en relief l'influence du taux de déformation sur le mécanisme de recristallisation, plus le degré de déformation est important, plus la température exigée pour amorcer la recristallisation est faible, et de montrer que la recristallisation se déclenche que si on dépasse un taux critique de déformation.

Cette étude a permis également de démontrer que les traitements thermiques effectués dans les domaines entre $900-1000\text{ C}^\circ$ ont causé la précipitation de la phase σ et des carbures de chrome $M_{23}C_6$ à l'interface ferritique. Mais au delà de 1000 C° il aura la dissolution des ces derniers. Ainsi un maintien à des températures élevées $1000-1100\text{ C}^\circ$ entraînent un grossissement des grains ferritique, ce grossissement peut être gêné par la présence de carbures inter granulaire.

Mots clefs:

Aciers inoxydables ferritique 430 (Z8C17), Déformation, Recristallisation, Caractérisation.

ABSTRACT:

In this paper, we intend to characterize the state of deformation and swot up the recrystallization of a stainless steel of type 430 (Z8C17). And allowed to show the effect of the rate of deformation on the mechanism of recrystallization.

It was established in this studied that the increasing of the degree of deformation decline the temperature required for recrystallization. But this later does not start unless the deformation gets a critical rate.

As well; this study bring to light, that the heating at high temperatures among 900C° and 1000C°, lead to the appearance of the σ phase and $M_{23}C_6$ chromium carbides however the increasing of the temperature over than 1000C° lead to dissolve this precipitation. And further maintain in 1100C° enhanced the enlargements of the ferritic grains but this enlargement can obstruct by the carbide precipitation.

Key words:

Ferritic Stainless steel, Deformation, Recrystallization, Characterization.

REMERCIEMENT

Diverses personnes ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail de mémoire. Je tiens à leur exprimer mes sincères remerciements.

Une passion pour la recherche, des idées pleins la tête, de larges compétences scientifiques, une grande patience et des conseils judicieux, telles sont les qualités que j'ai pu apprécier chez mon promoteur de mémoire le professeur Mr M. HADJI.

Il m'est impossible de ne pas remercier Mr. S. BOUTARFAIA, maître de recherche au COMENA/CRND de bien vouloir diriger la partie expérimentale de ce travail et qui m'a fait partager avec bonne humeur son savoir. Il sait déjà combien j'ai apprécié son soutien dans les moments difficiles de mon mémoire, mais je tiens à le remercier encore sincèrement.

Toute ma gratitude va bien sûr à Mr. RAHMAN responsable du laboratoire de Métallurgie et Mécanique dans l'entreprise B.C.R de Bordj Ménail, de m'avoir accueillie dans son laboratoire afin d'entamer une collaboration sur ce sujet de recherche, et de m'avoir fait bénéficier de ses connaissances scientifiques.

Je remercie Mr. SAHRAOUI, Professeur à l'université de Blida, pour l'honneur qu'il m'a fait de présider le jury.

Je tiens également à présenter mes remerciements à Mr. **BACHA** maître de recherche au maître de conférence à l'université de Blida, d'avoir accepté d'examiner ce travail et de me faire l'honneur de participer au jury.

TABLE DE MATIERES

RESUME	1
REMERCIEMENTS	3
TABLE DES MATIERES	4
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX	7
INTRODUCTION	11
1. GÉNÉRALITÉS SUR LES ACIERS INOXYDABLES	12
1.1. Diagrammes de phases	12
1.1.1 Diagramme d'équilibre Fer– Chrome	13
1.1.2 Diagramme d'équilibre Fer– Chrome –Nickel	15
1.2. Constituants de la Microstructure	16
1.2.1 Les matrice	16
1.2.2 Phases interstitielles	16
1.2.3 Phases intermétalliques	17
1.3. Classification des aciers inoxydables	18
1.4. Les aciers inoxydables ferritiques	20
1.4.1. Evolution structurales	21
1.4.2. Traitement thermique des aciers inoxydable ferritiques.	22
1.4.3. Propriétés physiques.	28
1.4.4. Propriétés mécanique	28
2. COMPORTEMENT MECANIQUE DES ACIERS INOX FERRTIQUE	29
2.1. Approche mécanique	30
2.2. Approche métallurgique	32
2.3. Le coefficient d'écrouissage	
3. DEFORMATION PLASTIQUE ET RECRISTALLISATION	33
3.1. La recristallisation des aciers inoxydables ferritiques	34
3.2. Processus de restauration	34
3.2.1. Force motrice de la restauration	34

3.2.2. Restauration	35
3.2.3. Recristallisation	38
3.2.3.1. Recristallisation primaire	39
3.2.3.2. Recristallisation secondaire	44
3.3. Conditions d'équilibre des joints des grains	49
3.4. Effets de l'état structural sur la recristallisation	52
3.4.1. Influence de la taille de grains initiale sur la recristallisation	52
3.4.2. Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation	52
4. Techniques expérimentales	55
4.1. Présentation de matériau	56
4.2. Analyse chimique	57
4.3. Caractéristiques mécaniques	58
4.3.1 Essai de traction	58
4.3.2 Eprouvette de traction.	61
4.4. Laminages à froid	64
4.5. Traitement thermique.	65
4.6. Techniques de caractérisation	67
4.6.1. L'analyse métallographique	67
4.6.1.1. Examen au microscope optique	68
4.6.1.2. Examen à la microscopie électronique à balayage	69
4.6.1.3. Examen à la microscopie électronique à transmission	69
4.6.2. Essais de dureté	71
4.7. Résultats expérimentaux	72
4.7.1 Caractéristiques mécaniques du Z8C17 après l'essai de traction	72
4.7.2 Evolution structurale de l'acier après laminage à froid.	74
4.7.3 Traitement thermique : $T=800^{\circ}\text{C}$, $\tau=30$ min	78
4.7.4 Traitement thermique : $T= 700, 800,900, 1000,1100^{\circ}\text{C}$, $\tau =30$ min	80
4.7.5 Traitement thermique : $T=900-1000-1100^{\circ}\text{C}$, $\tau=2-5-10-20-30$ min Taux d'écrouissage 60%	96

5. Exploitation des résultats	99
5.1. Caractérisation métallographique	99
5.1.1. Caractérisation métallographique de l'état brute coulé	99
5.1.2 . Caractérisation métallographique de l'état laminé	99
5.1.3. Caractérisation métallographique de l'état recuit	100
5.1.3.1 Caractérisation à la microscopie optique et MEB	100
5.1.3.1.1 Pour les échantillons faiblement déformés	100
5.1.3.1.2 Pour les échantillons fortement déformés	102
5.1.3.1.3 Pour les différent temps de maintien	103
5.1.3.2 Caractérisation au MET (échantillons déformés) à30%	104
5.2. caractérisation mécanique	108
5.2.1. Profil de la dureté à l'état écrouis	108
5.2.2. Profil de la dureté après traitement thermique	110
CONCLUSION GENERALE	113
APPENDICE	115
A. Liste des symboles	115
REFERENCES	117

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes.
Tableau 1.2	Composés interstitiels.
Tableau 1.3	phases intermétalliques.
Tableau 1.4	Principales classes d'aciers inoxydables.
Tableau 1.5	Différent types d'aciers inoxydable ferritiques.
Tableau 1.6	Influence de la teneur en chrome sur l'apparition de la phase σ
Tableau 1.7	Nature et carbures et nitrures précipité dans les nuances ferritiques en fonction de la température de formation.
Tableau 1.8	Principales propriétés physiques des aciers inoxydable ferritiques.
Tableau 1.9	Caractéristique mécanique des aciers ferritiques.
Tableau 4.1	Composition chimique du 430 (Z8C17)
Tableau 4.2	Composition chimique du 430 (Z8C17)
Tableau 4.3	Caractéristiques mécaniques du 430 (Z8C17)
Tableau 4.4	Dimensions de l'éprouvette en millimètres
Tableau 4.5	Dimensions finales des éprouvettes après chaque taux de laminage.
Tableau 4.6	Solutions d'attaques électrochimiques
Tableau 4.6	Caractéristiques mécaniques du 430 (Z8C17) après l'essai de traction
Tableau 5.1	variation de la dureté en fonction de taux d'écrouissage

LISTE DES FIGURES

- Figure 1.1 Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr.
- Figure 1.2 Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C.
- Figure 1.3 Influence de la somme des éléments carbone plus azote sur les domaines austénitique (γ) et ferritiques (α) ou (δ).
- Figure 1.4 Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ .
- Figure 1.5 Caractérisation mécanique d'un acier ferritique de II groupe (17%Cr, 10% Ni).
- Figure 2.1 Effet de l'écrouissage sur la limite élastique ($R_{p0.2}$), la résistance à la rupture (R_m) et l'allongement à la rupture (A) de l'acier inoxydable ferritique.
- Figure 3.1 Annihilation d'une lacune. Un atome sur un site interstitiel saute dans une lacune. Deux dislocations de signes opposées s'annihilent.
- Figure 3.2 diminution de la résistivité en fonction de la température.
- Figure 3.3 Corrélation entre la température de recristallisation et la température de fusion.
- Figure 3.4 Les stades de la recristallisation primaire.
- Figure 3.5 Structure d'un sous joint ; l'angle de désalignement est donné par $\tan \alpha = b/h$.
- Figure 3.6 Cinétique de recristallisation pour l'Al déformé à 50% et recuit 350 °C (d'après ANDERSON et MEHL 1954).
- Figure 3.7 Diagramme de recristallisation pour l'Al 99.6%. Durée de recuit 2 h. D'après Dahl et Pawlek 1936.
- Figure 3.8 La restauration procède par annihilation des dislocations et des réarrangements dans des sous-joints. La recristallisation s'effectue par germination et Croissance des grains "sans" défauts.
- Figure 3.9 Représentation schématique d'un joint triple.
- Figure 3.10 Schéma d'une structure cellulaire formée essentiellement de grains en forme hexagones.
- Figure 3.11 Vue schématique de la migration d'un atome à travers un joint de grain.
- Figure 3.12 Formes de grains ayant des joints instables (A) et (B) grains en décroissance. (C) grain en croissance.
- Figure 4.1 Dimensions de la tôle.
- Figure 4.2 Dimensions de la tôle à laminé à froid.
- Figure 4.3 Schéma du principe de fonctionnement d'une machine de traction.
- Figure 4.4 Allure de la courbe de traction.

- Figure 4.5 Dimensions de l'éprouvette.
- Figure 4.6 structure de 430 (Z8C17) à état brut coulé.
- Figure 4.7 la déformation plastique dans un laminoir.
- Figure 4.8 Schéma des programmes des traitements thermiques appliqués.
- Figure 4.9 Principe de l'essai dureté.
- Figure 4.10 courbe de traction de 430 (Z8C17).
-
- Figure 4.11 structure de (Z8C17) à 15% de déformation. MEB
-
- Figure 4.12 structure de (Z8C17) à 30 % de déformation. MEB
- Figure 4.13 Structure de (Z8C17) à 45 % de déformation. MEB
- Figure 4.14 Structure de (Z8C17) à 60 % de déformation. MEB
- Figure 4.15 Structure de (Z8C17) à 15 % de déformation recuit à 800°C OP
- Figure 4.16 Structure de (Z8C17) à 30 % de déformation recuit à 800°C OP
- Figure 4.17 structure de (Z8C17) à 45 % de déformation recuit à 800°C OP
- Figure 4.18 structure de (Z8C17) à 60 % de déformation recuit à 800°C. OP
- Figure 4.19 structure de (Z8C17) à 15 % de déformation recuit à 800°C OP
- Figure 4.20 Structure de (Z8C17) à 15% de déformation recuit à 900°C, OP
-
- Figure 4.21 Structure de (Z8C17) à 15% de déformation recuit à 1000C° MEB
- Figure 4.22 Structure de (Z8C17) à 15% de déformation recuit à 1100C° MEB
- Figure 4.23 structure de (Z8C17) à 30% de déformation recuit à 700C° MEB
- Figure 4.24 Structure de (Z8C17) à 30% de déformation recuit à 900C° MEB
- Figure 4.25 Structure de (Z8C17) à 30% de déformation Recuit à 1000C° MEB
- Figure 4.26 Structure de (Z8C17) à 30% de déformation Recuit à 1100 C° MEB
- Figure 4.27 Structure de (Z8C17) à 45% de déformation recuit à 700C ° MEB
- Figure 4.28 Structure de (Z8C17) à 45% de déformation recuit à 900C MEB
- Figure 4.29 Structure de (Z8C17) à 45% de déformation recuit à 1000C ° MEB
- Figure 4.30 Structure de (Z8C17) à 45% de déformation recuit à 1100C° MEB
- Figure 4.31 Structure de (Z8C17) à 60% de déformation recuit à 700C° MEB
- Figure 4.32 Structure de (Z8C17) à 60% de déformation recuit à 900C ° MEB
- Figure 4.33 Structure de (Z8C17) à 60% de déformation recuit à 1000C° MEB
- Figure 4.34 Structure de (Z8C17) à 60% de déformation recuit à 1100C° MEB
- Figure 4.35 Taux d'écrouissage 60% T=900°C $\tau=2$ min (X200) MEB

Figure 4.36	Taux d'écroissage 60%	T=900°C	$\tau=5$ min	(X200)	MEB
Figure 4.37	Taux d'écroissage 60%	T=900°C	$\tau=10$ min	(X200)	MEB
Figure 4.38	Taux d'écroissage 60%	T=900°C	$\tau=20$ min	(X200)	MEB
Figure 4.39	Taux d'écroissage 60%	T=900°C	$\tau=30$ min	(X200)	MEB
Figure 4.40	Taux d'écroissage 60%	T=1000°C	$\tau=2$ min	(X200)	MEB
Figure 4.41	Taux d'écroissage 60%	T=1000°C	$\tau=5$ min	(X200)	MEB
Figure 4.42	Taux d'écroissage 60%	T=1000°C	$\tau=10$ min	(X200)	MEB
Figure 4.43	Taux d'écroissage 60%	T=1000°C	$\tau=20$ min	(X200)	MEB
Figure 4.44	Taux d'écroissage 60%	T=1000°C	$\tau=30$ min	(X200)	MEB
Figure 4.45	Taux d'écroissage 60%	T=1100°C	$\tau=2$ min	(X200)	MEB
Figure 4.46	Taux d'écroissage 60%	T=1100°C	$\tau=5$ min	(X200)	MEB
Figure 4.47	Taux d'écroissage 60%	T=1100°C	$\tau=10$ min	(X200)	MEB
Figure 4.48	Taux d'écroissage 60%	T=1100°C	$\tau=20$ min	(X200)	MEB
Figure 4.49	Taux d'écroissage 60%	T=1100°C	$\tau=30$ min	(X200)	MEB

Figure 5.1 Evolution de grain 15% de déformation lors de la recristallisation à 900°C. microscopie optique (X 200)

Figure 5.2 Joint triple observe par une lame mince examine au microscope électronique en transmission d'un échantillon de 430 (Z8C17) à 30 % de déformation.

Figure 5.3 un champ de dislocation examine au MET de 430 (Z8C17) à 30 % de déformation

Figure 5.4 la zone cellulaire de la figure (5.3) examiné au MET. .

Figure 5.5 L'analyse EDS de l'alliage Z8C17 dans la zone de palmier

Figure 5.6 L'analyse EDS de L'alliage Z8C17 dans la matrice

Figure 5.7 L'analyse EDS l'alliage Z8C17 dans le précipite

Figure 5.8 L'analyse EDS de l'alliage Z8C17 dans le précipite

Figure 5.9 HV5=f (Taux d'écroissage)

Figure 5.10 HV5=f (Température de recuit).

Figure 5.11 HV5=f (temps de maintien).

INTRODUCTION

Les matériaux en général et les métaux en particulier constituent un rôle important pour tout développement industriel ou progrès technologique. Une grande partie de l'activité économique des pays industrialisés est rattachée aux matériaux. Vu les exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherche sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères etc...., mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

Les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en grande partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constituent, c'est-à-dire par la microstructure. Aujourd'hui maîtriser les microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques appropriés, qui sont fondés sur les possibilités de transformations structurales.

La présente étude qui concerne l'acier inoxydable ferritique Z8C17, montre qu'au cours de la mise en forme à froid, il aura son écrouissage, donc la structure et les caractéristiques mécaniques subissent des modifications. Pour confrère au métal les propriétés mécanique souhaité, celui-ci subi un recuit de recristallisation, pour ce la, l'objectif de mon travail est; la mise en évidence de l'influence de la mise en forme sur les propriétés mécanique du matériau ainsi que l'étude et la compréhension des différents phénomènes liés à la recristallisation et à la précipitation dans les aciers ferritique de type Z8C17.

La présente étude se fera en deux parties principales:

Partie bibliographique, qui détaille en trois chapitres les différentes propriétés de notre acier. Partie expérimentale, qui, en deux chapitres également, montre les différentes techniques expérimentales utilisées dans cette étude, les résultats obtenus.

CHAPITRE 1

GÉNÉRALITÉS SUR LES ACIERS INOXYDABLES

1.1 Diagrammes de phases:

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer, plus exactement à base d'acier, qui doivent contenir au moins 10,5 % de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel et dans une moindre mesure, le molybdène. Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. L'une des principales raisons est le fait que l'élément majoritaire est le fer, présente deux variétés allotropiques de structures cristallines différentes entre les basses températures et sa température de fusion: [1]:

- en-dessous de 910 °C, le fer a une structure cubique centrée, le fer α ou ferrite de 910 °C à 1400 °C, le fer se transforme en fer γ ou austénite dont la structure est cubique à faces centrées. [2]
- une nouvelle transformation intervient de 1400 °C à 1538 °C pour donner le fer δ dont la structure est à nouveau cubique centrée. [2]

Ces transformations qui sont réversibles peuvent se résumer suivant le tableau 1.1

Tableau 1.1 : Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes. [2]

Fer δ ($\theta > 1400^\circ\text{C}$)	Fer γ (Austénite) ($910^\circ\text{C} < \theta < 1400^\circ\text{C}$)	Fer α (ferrite) $\theta < (910^\circ\text{C})$
Structure cubique Centrée	Structure cubique a face centrée	Structure cubique Centrée

1.1.1 Diagramme d'équilibre Fer– Chrome:

On notera que le domaine d'existence de l'austénite, ou boucle γ est d'autant plus faible que la teneur en chrome est élevée, par conséquent, le chrome favorise l'existence du fer α Structure cubique centrée. cela est dû à un phénomène classique d'isomorphisme, le chrome ayant une structure cubique centrée comme le fer α . (Figure 1.1) [2]

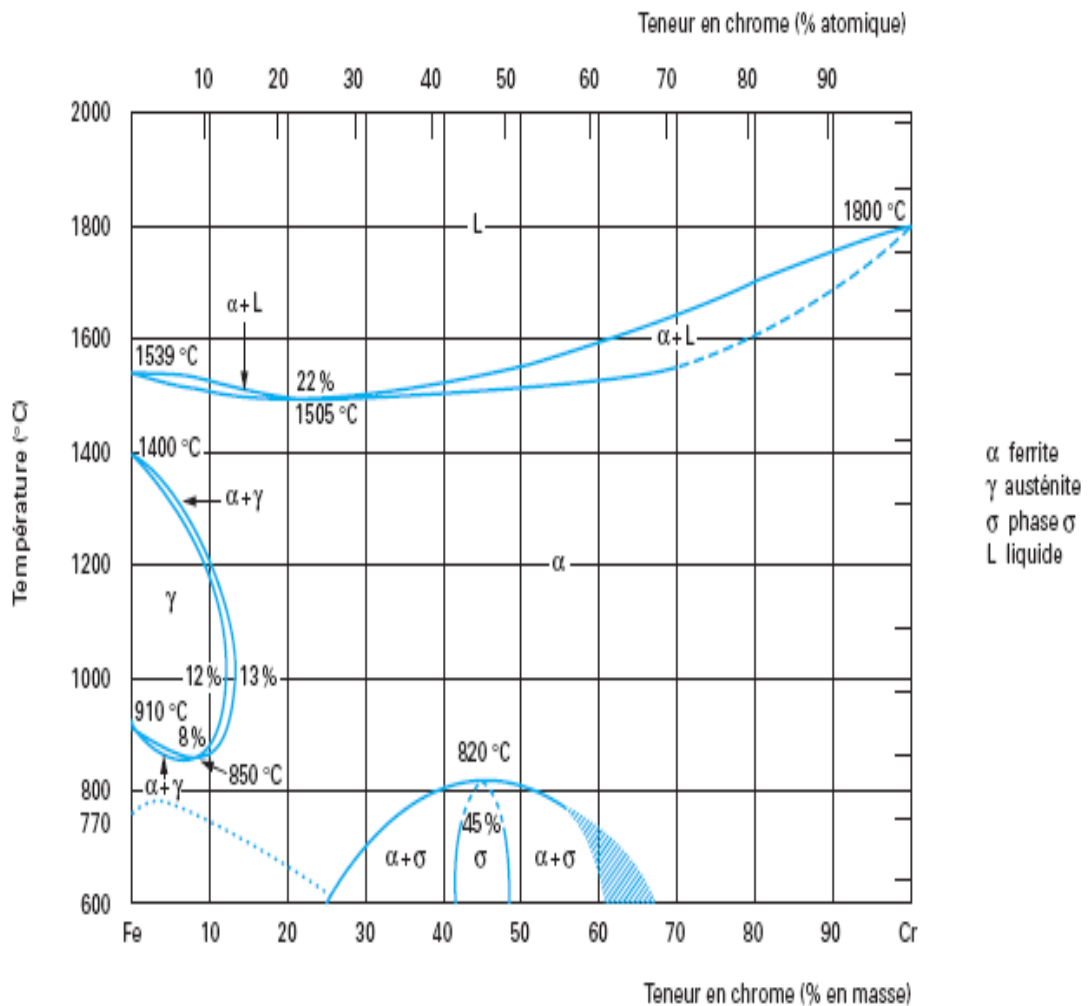


Figure 1.1: Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [2].

Dans la partie basse du diagramme fer – carbone, entre 600 et 800 °C, apparaît une nouvelle phase appelée phase σ de composition comprise entre 45 et 50 Cr. Ce composé de structure quadratique complexe est extrêmement fragile. En dessous de 820°C se produit une démixtion, c'est –à-dire une décomposition de la phase α cubique centrée en deux phase α' et α de même structure, cubique centrée, mais de teneurs en chrome très différentes. [2]

En l'absence de carbone, au delà de 11% Cr environ, la phase γ disparaît complètement. par contre, si l'on ajoute du carbone, cette boucle γ augmente (figure 1.2).

1 et 2 C=0,004%-N=0,002%

3 C=0,013%-N=0,015%

4 C=0,040%-N=0,030%

5 C=0,040%-N=0,120%

6 C=0,050%-N=0,250%

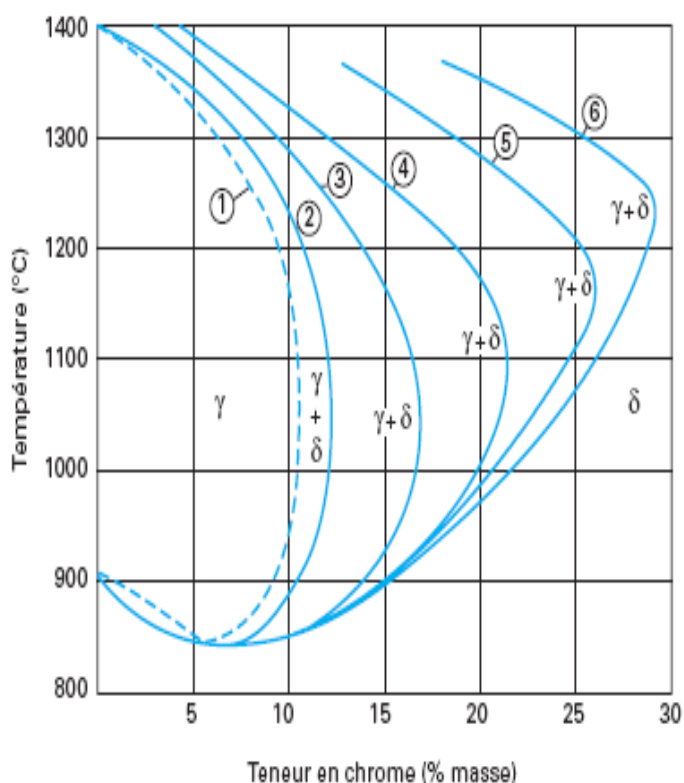


Figure 1.2 : Influence de la somme des éléments carbone plus azote sur les domaines austénitique (γ) et ferritique (α) ou (δ). [2]

L'azote joue d'ailleurs le même rôle. Les éléments carbonés et azotes favorisent la phase austénitique ; ce sont des éléments gamma gènes. On notera donc que selon les teneurs respectives en chrome et en carbone, on peut ou non passer à l'intérieure de la boucle γ . [2]

1.1.2 Diagramme d'équilibre Fer– Chrome –Nickel:

Le nickel élément gammagènes, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La (Figure I.3) qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel. [2]

L'effet gammagènes du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Si, par convention, l'effet gammagènes du nickel est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30. [2]

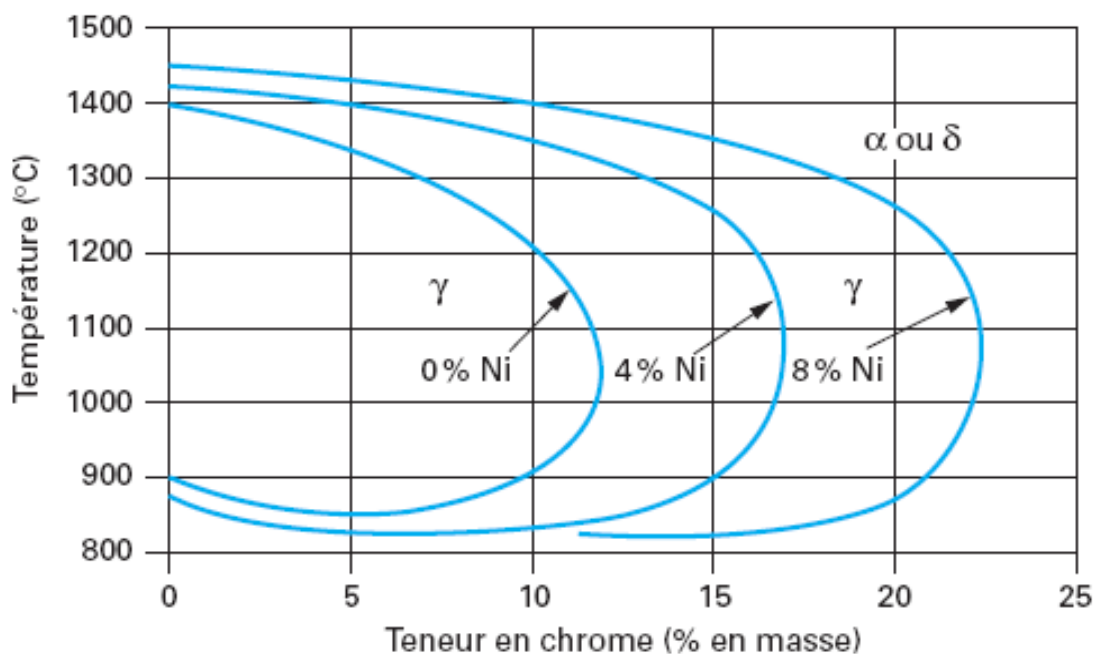


Figure 1.3: Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ . [2]

1. 2. Constituants de la Microstructure:

On peut diviser les constituants des aciers inoxydables en deux : la matrice et les constituants de la matrice, et ces constituants mineurs eux même partagés en phases interstitielles et phases intermétallique. [5]

1. 2. 1 Les matrices :

La structure des aciers inoxydables dépend exclusivement des transformations allotropiques du fer. Ajoutons à cela l'effet stabilisateur des éléments d'additions des phases α ou γ . Tenant compte de ces deux paramètres, la matrice peut être ferritique, austénitique ou martensitique. [6]

1.2. 2 Phases interstitielles:

Les phases interstitielles sont des composés à base de chrome et d'un élément interstitiel. La grande affinité du carbone au chrome fait que cet élément interstitiel forme avec le chrome des carbures, qui peuvent être des sites favorables pour la corrosion inter granulaire et par piqûres. [6]

Carbures de chrome et de Nitrure :

- ✓ **$\text{Cr}_{23} \text{C}_6$** : Si le type de carbure le plus courant qui précipite au niveau des joints de grains et des dislocations.
- ✓ **$\text{Cr}_{23} (\text{B}, \text{C})_6$** : D'autres éléments interstitiels peuvent se substituer au carbone comme le bore qui peut former avec le chrome un carbo-borure du type $\text{Cr}_{23} (\text{B}, \text{C})_6$.
- ✓ **M_7C_6** : structure hexagonale ou orthorhombique
- ✓ **M_6C** : structure cubique à faces centrées peuvent exister [6]

Tableau 1.2 : Composés interstitiels. [6]

Type de composé	Formule chimique	Réseau et paramètres cristallins (Å)	Intervalle d'existence (°C)
Carbures de chrome	(Cr, Fe, Mo) 7C3	Orthorhombique a = 4.52 ; b = 6.69 ; c = 12.11	950 – 1050
	(Cr, Fe, Mo)23C6	Cubique a = 10.59 – 10.68	600 – 950
	(Cr, Fe, Mo) 6C	Cubique a=10.93 – 11.28	700 – 950
Nitrure	(Cr, Fe) 2 N	Hexagonal a=2.77 ; c=4.46	650 – 950
	Cr N	Cubique	—

1. 2.3 Phases intermétalliques

Ces phases sont des composés intermétalliques qui apparaissent à certains intervalles de températures. Ces phases provoquent souvent la réduction de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion. On distingue notamment les phases suivantes :

1. La phase sigma (σ);
2. La phase de Laves (η);
3. Les phases intermétalliques à caractère électronique du type Hume-Rothery telles que la phase chi (χ). [6]

Ces trois phases intermétalliques sont les plus fréquentes dans les aciers inoxydables. D'autres phases intermétalliques peuvent aussi être occasionnellement rencontrées telles que la phase Ni_3Ti , et Ni_3Nb . La précipitation des phases intermétalliques est normalement associée à des conséquences indésirables comme l'appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage tels que le Cr, Mo, et Nb aussi bien que la perte de ductilité, dureté et la résistance à la corrosion. [2]

Tableau 1.3: phases intermétalliques [6].

Composé intermétallique	Type de composé Formule chimique	Réseau et paramètres cristallins (Å)	Intervalle d'existence (°C)
Sigma σ	Fe Cr	Tétraogonale a=8.79, c=4.54	400-600
Chi χ	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	Cubique centrée a=8.86 –8.92	600 – 900
Laves η	Fe ₂ Mo	Hexagonale a=4.73-4.82, c=7.26– 7.85	550 – 900

1.3 Classification des aciers inoxydables

La classification des aciers inoxydables dépend essentiellement de leur structure Métallurgique qui est : austénitique (cubique à faces centrées), ferritique (cubique centrée), ou martensitique (hexagonale centrée ou cubique centrée). Les principales nuances sont représentées dans le tableau I.1 (les nuances sont données respectivement selon la norme Américaine ASTM et la norme Française AFNOR). [2]

Tableau 1.4 : Principales classes d'aciers inoxydables. [5]

Classe d'acier inoxydable	Martensitique	Ferritique	Austénitique	Austénoferritique (Duplex)
Composition chimique	$C\% \leq 1,2, 1 / 1,5 \leq Cr\% \leq 18 / Ni\% \leq 6, Mo\% \leq 1,5$.	Alliage Fe-Cr ou Fe-Cr-Mo. $11 \leq Cr\% \leq 30$. Aucune addition en Nickel	Environ 18%Cr ; $7 \leq Ni\% \leq 12$; $C\% \leq 0,05$; $Mo\% \leq 3$.	$20 < Cr\% < 25$. $4 < Ni\% < 8$.
Principales nuances	410(X12Cr13)	430 (X6Cr17)	304(X5CrNi18-10)	2205 (X2CrNiMoN 22-5-3)
Propriétés mécaniques	<ul style="list-style-type: none"> • Dureté élevée • Elasticité élevée • Bonne trempabilité. 	<ul style="list-style-type: none"> • Elasticité assez bonne • Dureté faible. 	<ul style="list-style-type: none"> • Bonne résistance à la rupture ; • Elasticité faible ; • Ductilité et Ténacité exceptionnelles 	<ul style="list-style-type: none"> • Haute résistance à la rupture ; • Elasticité très élevée.
Propriétés physiques	<ul style="list-style-type: none"> • Faible dilatation thermique. 	<ul style="list-style-type: none"> • Faible dilatation thermique ; • Alliages ferromagnétiques. 	<ul style="list-style-type: none"> • Haute dilatation thermique. 	<ul style="list-style-type: none"> • Bonne dilatation thermique • Haute résistivité électrique.

1. 4 Les aciers inoxydables ferritiques:

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par le fait que leur structure reste ferritiques dans tout l'intervalle de température c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. [6]

Les nuances industrielles utilisées se divisent en trois groupes :

Table 1.5 : Différent types d'aciers inoxydable ferritiques. [6]

Classe	Teneur en Cr%	Teneur en C%	Autres éléments (dont stabilisants)
Groupe I	11,5 à 13,5	$\leq 0,080$	AL ou Ti alpha gènes 0,1 / 0,3
Groupe II	15 à 18	$\leq 0,100$	Stabilisants : Ti, Nb, Zr, V Résistance à la corrosion : Mo
Groupe III	≥ 20	C < 0,3 C < 0,002 C+N < 0,3	Stabilisants : Ti, Nb Résistance à la corrosion : Mo

Groupe I : Cr% = 11,5 à 13,5% et C% $\leq 0,080\%$: malgré la faible teneur en carbone, des additions d'élément alpha gènes, aluminium ou titane, sont nécessaire pour éviter la formation d'austénite. [6]

Groupe II : Cr% = 15 à 18% et C% $\leq 0,10$: ces aciers ne sont pas parfaitement ferritiques et qu'il peut apparaître une certaine proportion de phase austénitique.

Des additions éventuelles de molybdène et d titane permettent d'améliorer la résistance à la corrosion en milieu chlorurés, et parallèlement d'éviter l'apparition de phase γ . [6]

Groupe III : Cr% \geq 18% dans cette famille pour laquelle les teneurs en chrome peuvent monter jusqu' au 30%, nous trouverons deux types de nuances :

Des aciers à teneurs en carbone moyenne et forte, souvent de 0,1 à 0,2%, utilisés pour leur résistance à chaud. Des aciers à très basses teneurs en carbone C% \leq 0,002% et en azote développée plus récemment. [6]

1.4.1 Evolution structurales :

La structure de ces aciers est ferritiques à toutes températures ambiantes. Elles se présentent alors sous forme de grains polygonaux équiaxes. Des chauffages à température élevées, supérieure à 950°C - 1000°C, entraînent des grossissements du grain ferritique, dont l'inconvénient est de provoquer une baisse à la fois de la limite d'élasticité et de la ténacité, cela conduit à une fragilité inacceptable. [6]

Toutes les nuances ferritiques sont sensibles à la corrosion inter granulaire lorsqu'elles ont été traitées à hautes température $> 950^{\circ}\text{C}$ -1000°C. Ce phénomène est dû à la précipitation de carbures inter -granulaire en effet, compte tenu de la faible solubilité du carbone en phase α . [6]

Toute sensibilité à la corrosion inter-granulaire disparaît après des traitements à plus basse température, inférieure à 950°C ; en effet dans ce cas, la quantité de carbone remis en solution est assez faible pour que la précipitation de carbure inter- granulaire soit très limitée. [6]

Les nuances fer -chrome du groupe II, lorsqu'elles sont chauffées au dessus de 950 à 1000° C, subissent une transformation austénitique partielle, parce que leur composition est telle qu'elles traversent le domaine biphasé de la boucle γ du diagramme fer -chrome, après refroidissement , cela conduit à une structure mixte martensite + ferrite qui présente l'inconvénient majeur d'être dure et fragile (figure 1-4) . [6]

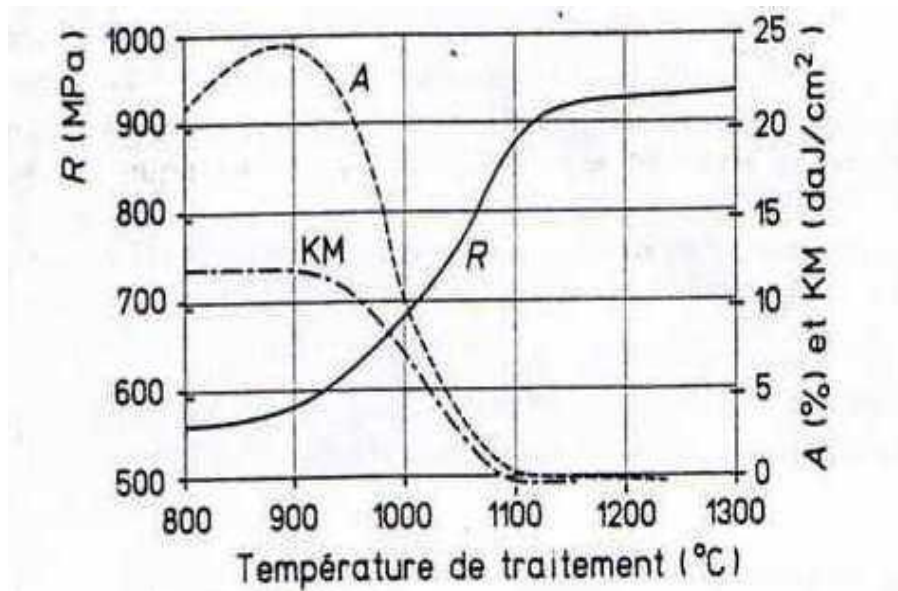


Figure 1-4 : Caractérisation mécanique d'un acier ferritique de II groupe (17%Cr, 10% Ni). [6]

1.4.2 Traitement thermique des aciers inoxydable ferritique : [7]

Les aciers inoxydables ferritiques se caractérisent par l'absence de domaine monophasé γ et $\alpha + \gamma$.

Les teneurs en carbone et azote, éléments gammagènes, sont donc modérées, et inférieures à 0,1 %. L'emploi d'un élément à la fois carburigène et alphasgène comme le titane, le niobium ou le zirconium assure le caractère totalement ferritique de la nuance : nuances dites stabilisées. La teneur en chrome peut aller de 10,5 à 30 %.

1.4.2.1 Risques de fragilisation des aciers inoxydables ferritiques: [7]

Les aciers inoxydables ferritiques ne sont pas durcis volontairement par traitement thermique. Il importe cependant d'éviter, durant le cycle de fabrication, les maintiens dans les domaines de température où peut apparaître une fragilisation du métal, décrits ci-dessous en allant des températures les plus basses vers les plus hautes.

1.4.2.2 Fragilisation à 475 C°:

Cette fragilisation est essentiellement liée à la teneur en chrome : sa cinétique est d'autant plus rapide que la teneur en chrome de l'alliage est élevée. Les éléments alphagène, en particulier molybdène et aluminium, sont aussi susceptibles d'augmenter la cinétique de fragilisation.

Elle se produit lors de maintiens entre 400 et 500 C°, avec un nez situé vers 475 C°. On peut l'éliminer par maintien au-dessus de 600 C°. Elle se traduit en premier lieu par une chute de la résilience et de l'allongement en traction.

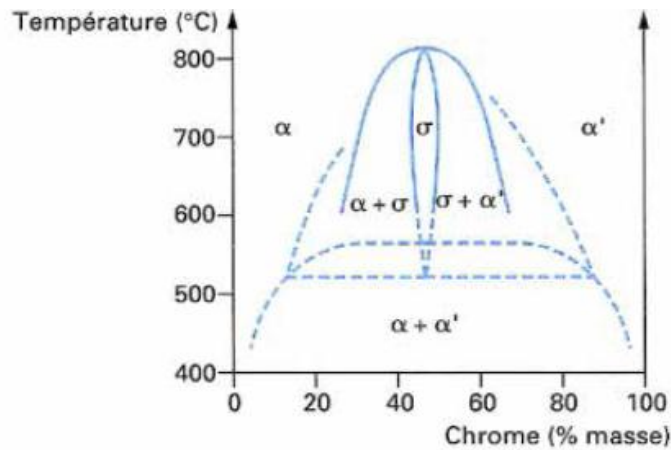
La fragilisation à 475 C° est due à une démixtion du chrome dans la matrice ferritique : formation de zones de ferrite riche en chrome (de très petite taille : largement inférieure au micromètre) avec appauvrissement correspondant des autres zones. Elle n'est décelable ni en micrographie optique, ni en microscopie électronique à balayage.

Le diagramme d'équilibre fer-chrome de la figure 1.5 montre le domaine de démixtion (domaine $\alpha + \alpha'$). La démixtion fer-chrome a également des effets négatifs sur la tenue à la corrosion de l'alliage, en raison de l'hétérogénéité de teneur en chrome qu'elle entraîne.

1.4.2.3 Precipitation de phase σ :

Le domaine d'existence de la phase σ est visible sur la figure 1.5 pour un alliage fer-chrome. La phase σ existe pour des teneurs en chrome comprises entre 23 et 70 % et des températures comprises entre 500 et 800 C°. Certains éléments comme le molybdène, le silicium, le nickel et le manganèse agrandissent ce domaine d'existence, en particulier, vers les basses teneurs en chrome (par exemple 15 %).

La phase σ est riche en chrome et très fragile. Elle fragilise donc l'ensemble de l'acier. En parallèle, la tenue à la corrosion est amoindrie (par suite de l'hétérogénéité de la teneur en chrome).



Les lignes en tiretés (Williams et Paxton, 1957) modifient et complètent le diagramme classique - en traits pleins - de Cook et Jones (1943)

Figure 1-5 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C. [2]

La figure 1.6 illustre la cinétique de formation de la phase σ : pour une teneur en chrome inférieure à 20 % la fragilisation n'aura lieu qu'après plusieurs centaines d'heures, et il faut dépasser 25 % de chrome pour que la fragilisation ait lieu en quelques dizaines d'heures.

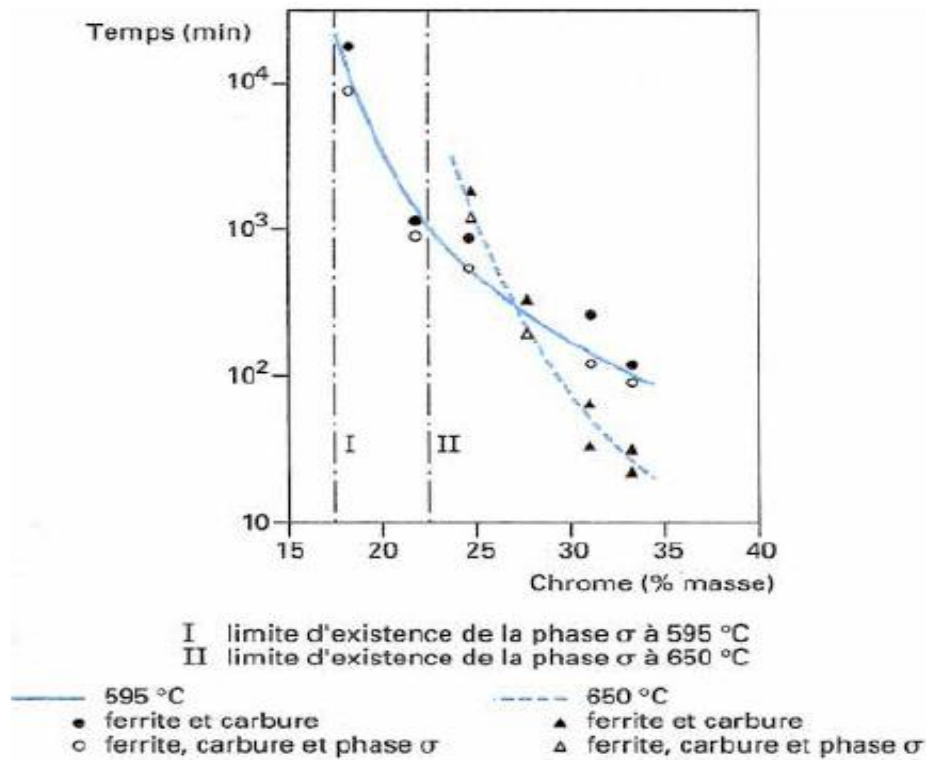


Figure 1-6 : Influence de la teneur en chrome sur la durée de formation de la Phase σ dans les aciers ferritiques

Cette fragilisation apparaît après des maintiens au-dessus de 900 ou 950C° et son mécanisme d'apparition est le suivant : le maintien à 900-950 C° ou au-delà met en solution le carbone et l'azote, la solubilité de C et N diminuant avec la température, le refroidissement ultérieur met hors d'équilibre ces interstitiels dissous et ils peuvent alors précipiter sous forme de fins carbures ou carbonitrides intergranulaires ou situés dans les dislocations. Cette précipitation peut se produire même lors de refroidissements particulièrement rapides (à l'eau). Le tableau ci-dessous illustre la Nature et carbures et nitrides précipité dans la nuance ferritique en fonction de la température de formation

Tableau1.6 : Nature et carbures et nitrides précipité dans la nuance ferritique en fonction de la température de formation. [6]

Température	Formule du carbure
<200	M_2C
200 à 450	M_3C
450 à 625	M_7C_3
> 625	$M_{23}C_6$

Cette précipitation a un effet fragilisant (chute de la résilience et de l'allongement), et d'autre part provoque une sensibilité à la corrosion intergranulaires par déchromisation locale de part et d'autre des joints de grain.

La ductilité et la résistance à la corrosion du métal peuvent être restaurées par traitement à 750-900 C°, la diffusion, active à ces températures, ayant pour effet la coalescence des carbonitrides de chrome (d'où une restauration de la mobilité des dislocations) et la rechromisation du métal autour des carbonitrides à partir du chrome de la matrice.

Il y a deux parades analytiques à la fragilisation par précipitation de carbonitrides (Figure 1-8) :

1. Limiter les teneurs en carbone et azote : par exemple, $C + N < 0,020 \%$, la figure 10 montre que dans ce cas on limite la fragilisation (comparer l'état (b) fragilisé à l'état (a) non fragilisé)
2. fixer carbone et azote par des éléments (titane, niobium, zirconium) formateurs de carbonitrides intragranulaires et plus stables en température que ceux de chrome ; la nuance est alors appelée stabilisée.

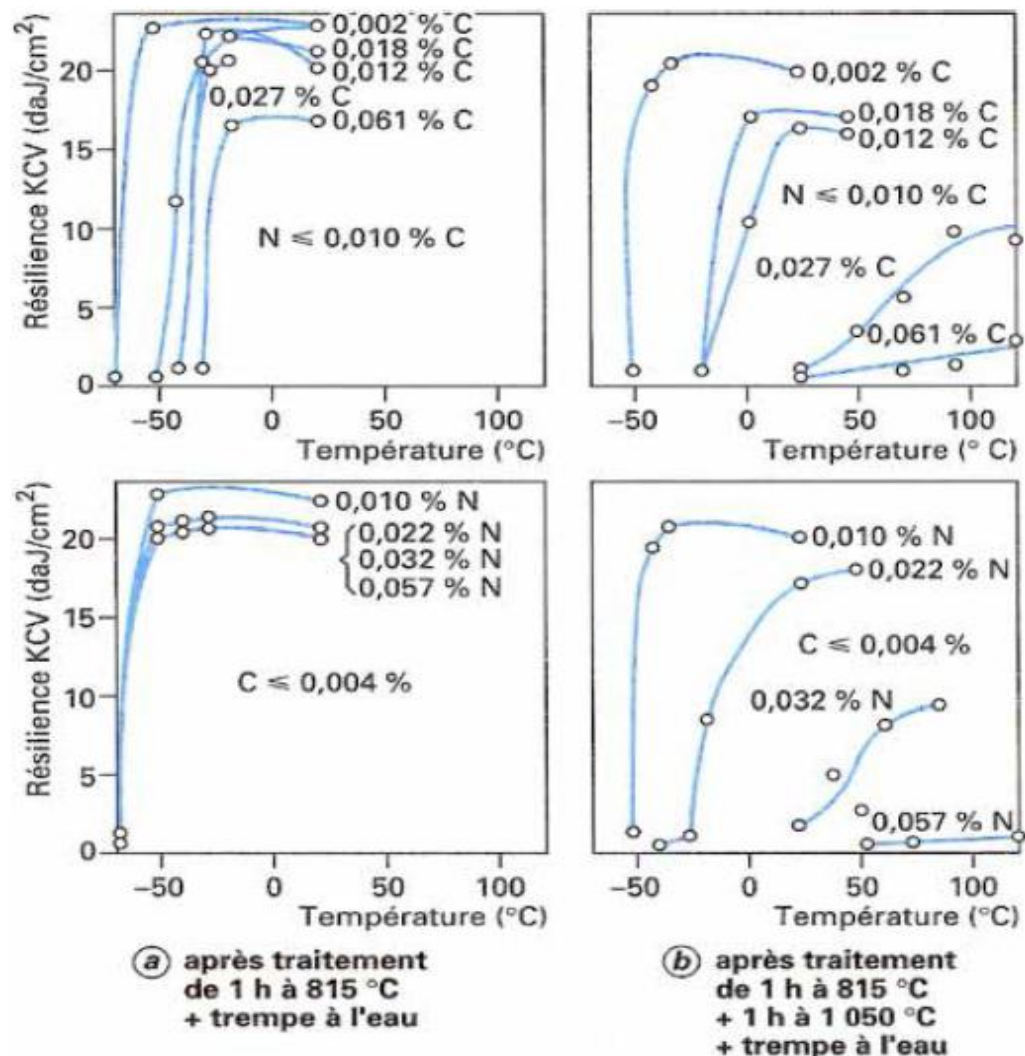


Figure 1-7: Courbes de transition de la résilience d'un acier ferritique à 17 % Cr Pour différentes teneurs en Carbone et en Azote.

1.4.2.4 Recuit des aciers inoxydables ferritiques:

Les traitements thermiques appliqués aux aciers inoxydables ferritiques peuvent génériquement être qualifiés de recuits soit qu'il s'agisse de recristalliser le métal, soit qu'il s'agisse de restaurer certaines de ses propriétés de ductilité ou de corrosion.

Dans le premier cas, le recuit aura lieu entre 750 C° et Ac1 puisque les températures plus élevées sont interdites par la crainte de redissoudre les carbonitrures ou de former de l'austénite se transformant ensuite en martensite.

Dans le second cas, le recuit pourra avoir lieu entre 850 et 1000 C° car les températures élevées accélèrent les phénomènes de restauration ou de recristallisation. La stabilité en température des carbures formés par l'élément stabilisant est supérieure à celle des carbures de chrome ; cette stabilité est d'autant plus prononcée si l'on passe du titane au niobium et enfin au zirconium. Il faut éviter de redissoudre les carbures de titane (à partir de 1000 C°) ou les carbures de niobium (à partir de 1 150 C°) car ils reprécipitent rapidement et sous forme fine au refroidissement en provoquant un certain durcissement.

1.4.3 Propriétés physiques:

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par l'absence, ou par une forte réduction, de la transformation ferrite austénite. De ce fait, ils ne sont pas durcissables par un traitement thermique mais uniquement par écrouissage.

Tables 1.7 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables ferritiques. [6]

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200°C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20°C (m.Ω.m)
7,7	220 000	10	460	0,6

1. 4.4 propriétés mécanique :

Tables 1.8: caractéristique mécanique des aciers ferritiques. [6]

Nuance		Rm (MPa)	Re (MPa)	A %
Groupe I	Z6CA(AISI405)	> 617	> 225	>20
	Z4CT14(AISI409)	440à 640	> 270	>30
Groupe II	Z8C17(AISI430)	441à 637	> 245	>20
Groupe II	C=0.12% Cr=23à26%	> 490	> 290	>10
	C=0.12% Cr=23à26% Al=1.2%	> 490	> 290	>12
	C=0.20% Cr=24à26%Ni=3%	> 590	> 390	>20

CHAPITRE 2

COMPORTEMENT MECANIQUE DES ACIERS

INOXYDABLE FERRTIQUE

Introduction :

La déformation à froid d'un métal engendre son écrouissage, donc la structure et les caractéristiques subissent des modifications dont l'importance dépend de la nature et du niveau des contraintes appliquées. La déformation se produit par glissement des dislocations dans le cas des métaux cubiques à faces centrées et par glissement et maclage dans le cas des métaux cubiques à maille centrée. [7]

2.1 Écrouissage:

2.1.1 Approche mécanique :

Sous l'action d'une déformation à froid (traction, laminage, emboutissage), les aciers subissent un durcissement ($R_{p0,2}$ et R_m augmentent) et perdent de la ductilité (l'allongement à la rupture A (%) diminue). Plus la déformation plastique est grande, plus l'effort pour produire une nouvelle déformation est important : c'est l'écrouissage ou la déformation par écrouissage. [7]

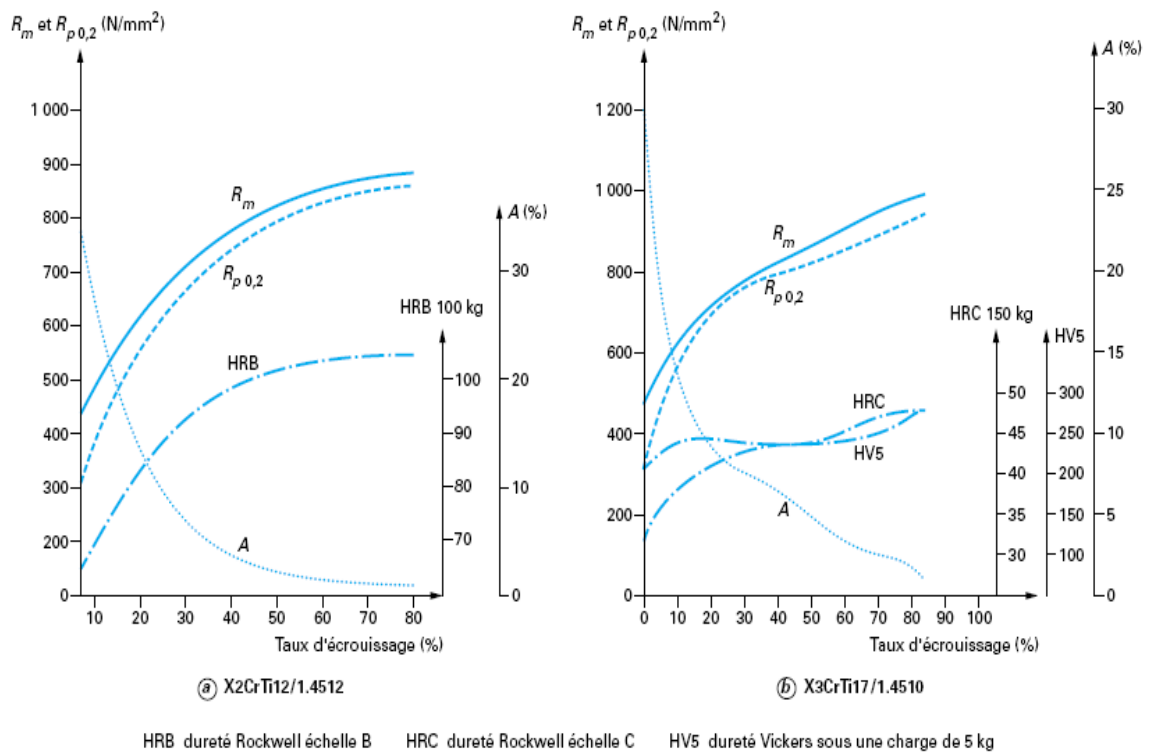


Figure 2.1 : Effet de l'écrouissage sur la limite élastique ($R_{p0.2}$), la résistance à la rupture (R_m) et l'allongement à la rupture (A) des aciers inoxydables ferritique. . [7]

2.1.2 Approche métallurgique

L'écrouissage des matériaux cristallins s'explique par l'immobilisation progressive des dislocations et va jusqu'à leur blocage complet. Au début de la déformation plastique les dislocations sont assez mobiles et glissent sur de longues distances. Elles ont néanmoins des problèmes à franchir les joints de grains et les précipités et s'empilent devant ces obstacles. Avec la progression de la déformation plastique, le nombre de dislocations s'immobilisant devant ces obstacles augmente et en conséquence la contrainte nécessaire à la continuation de la déformation augmente aussi. [7][8]

Phase primaire:

Lors de cette première phase de l'écroutissage, la contrainte augmente très vite avec le taux de déformation plastique. Vers la fin de cette phase la contrainte atteint un niveau qui permet d'activer des systèmes de glissement Secondaires. [7][8]

Phase secondaire :

Lors de cette phase Les dislocations qui se trouvent (et qui glissent) sur des plans cristallographiques sur lesquels la contrainte critique est plus élevée que sur les plans primaires, commencent alors à se déplacer. Par rapport aux dislocations déjà immobilisées, les dislocations secondaires ont encore moins de chance de s'échapper. Elles ne s'empilent pas seulement devant les mêmes obstacles mais aussi devant les empilements des dislocations primaires. En effet les dislocations entre deux systèmes de glissement réagissent pour former des barrières insurmontables. Les dislocations qui suivent y restent accrochées. [7][8]

A ce stade, les dislocations commencent à s'arranger en une structure cellulaire. Les dislocations se concentrent au bord de ces cellules et vont former les parois. L'intérieur des cellules, par contre, s'appauvrit en dislocations mais reste le seul endroit où les dislocations disposent encore d'une certaine mobilité. Lors de cette deuxième phase de l'écroutissage, la contrainte d'écoulement plastique augmente comme lors de la première phase, mais souvent moins vite. [7][8]

Phase finale :

Enfin, dans la phase finale, la contrainte atteint un niveau qui permet de déplacer les dislocations vis ou une partie de celles-ci dans un plan de glissement autre que le plan sur lequel la dislocation vient de s'immobiliser. Le niveau élevé de la contrainte permet maintenant aussi de contourner les obstacles et donc de continuer la déformation plastique. [7][8]

La déviation d'une partie de la dislocation, c.-à-d. le mouvement sur un plan de glissement incliné par rapport au plan de glissement principal, provoque des croisements entre les dislocations de différents plans de glissement. La réticulation des dislocations à travers les plans de glissement qui en résulte, renforce la microstructure cellulaire. Vers la fin de ce stade, l'ancrage des dislocations se perfectionne de plus en plus et le métal se fragilise. [7][8]

2.1 .3 Le coefficient d'érouissage:

L'aptitude à l'érouissage des inox se désigne par « un coefficient d'érouissage » n qui indique la capacité du matériau à durcir au cours de sa déformation. Ce coefficient se détermine à l'aide des courbes rationnelles de traction. Sur les inox ferritiques, le durcissement par érouissage est en général modéré : ces nuances durcissent par érouissage d'une façon très comparable à celle des aciers doux. En revanche, les inox austénitiques durcissent fortement par érouissage. [7][8].

DEFORMATION PLASTIQUE ET RECRISTALLISATION

Introduction :

Nous avons vu précédemment que au cours de l'écroutissage, le métal a emmagasiné de l'énergie (quelques dixièmes à quelques joules par cm^3), grâce à l'accroissement de la densité de dislocation par rapport au métal parfait (de référence). [10]

Pour conférer au métal les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit après déformation. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations.

Lors du traitement thermique après déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types d'évolution structurale ont la même force motrice c'est-à-dire l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid. [10]

Les pièces écrouies contiennent aussi d'importantes contraintes résiduelles. L'usinage de telles pièces modifie l'équilibre des forces internes et conduit à des déformations plus ou moins imprévisibles. La restauration permet de limiter ces désavantages. Elle stabilise la microstructure, détend-les contraintes internes et redonne une certaine ductilité. Mais, bien sûr, au détriment du durcissement. [10]

La recristallisation s'applique sur des produits écrouis lors d'un travail à froid (laminage, tréfilage, etc.) et permet de les adoucir pour la continuation du travail. La recristallisation complète s'effectue aussi sur certains matériaux fonctionnels qui ne sont pas destinés à des applications structurales, comme les fils électriques en Cu et les matériaux magnétiques doux, et sert à améliorer leurs propriétés particulières. [20]

3.1 La recristallisation des aciers inoxydables ferritiques :

Lorsqu'une tôle ferritique obtenue par laminage à froid est trop résistante et pas assez ductile pour qu'on puisse l'emboutir, donc il y'ait aurai risques de déchirures et à cause de l'augmentation de la limite d'élasticité due à l'écrouissage des matériaux, il faudrait doubler ou tripler l'énergie nécessaire à l'emboutissage et donc la capacité de la presse. [10]

La restauration des propriétés premières, par recuit permet de surmonter ces difficultés. Le but des recuites est donc d'éliminer les conséquences indésirables d'un écrouissage préalable. [10]

3.2 Processus de restauration :

3.2.1 Force motrice de la restauration :

Lorsqu'un matériau a été écroui par déformation plastique, sa microstructure est perturbée et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écrouissage consomme de l'énergie, qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui, donc l'énergie totale de celui-ci augmente. Entre 5% et 10% de l'énergie totale de la déformation demeure ainsi dans le métal sous forme de défaut cristallin, le reste dissipé sous forme de chaleur. [10]

Elle est la force motrice pour les phénomènes qui se déroulent lors de la restauration et de la recristallisation. Dans la plupart des métaux cette énergie n'a aucun moyen de se manifester à température ambiante, parce que la mobilité des atomes est trop faible. Il suffit alors d'augmenter la température pour que l'énergie emmagasinée remplisse son rôle de

force motrice pour la restauration et la recristallisation. La diminution de l'énergie totale du system peut être imputable à l'un ou à l'autre des mécanismes suivants : [10]

- diminution du nombre de défauts ponctuels
- réagencement des dislocations
- diminution de la densité des dislocations
- réagencement des joints des grains
- diminution de la surface totale des joints des grains [10]

3.2 .2 Restauration:

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade de restauration des propriétés mécaniques et physiques diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique par Exemple. A ce stade il n'y a ni apparition de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants. La diminution d'énergie libre est alors due : [14]

- ✓ à la réduction de la densité des défauts ponctuels : lacunes et interstitiels qui s'annihilent réciproquement ou s'éliminent sur les puits ou à la surface du métal.
- ✓ à l'annihilation des dislocations de signe opposé
- ✓ à la suppression des boucles de dislocations. [14]

La restauration se fait en plusieurs étapes. Dans un premier temps, on assiste à une réorganisation de la sous-structure de dislocations. En favorisant la montée des dislocations par élévation de la température, on diminue la densité totale de dislocations par annihilation. Les dislocations et les parois se structurent pour former des sous-joints, c'est l'étape de polygonisation. [7]

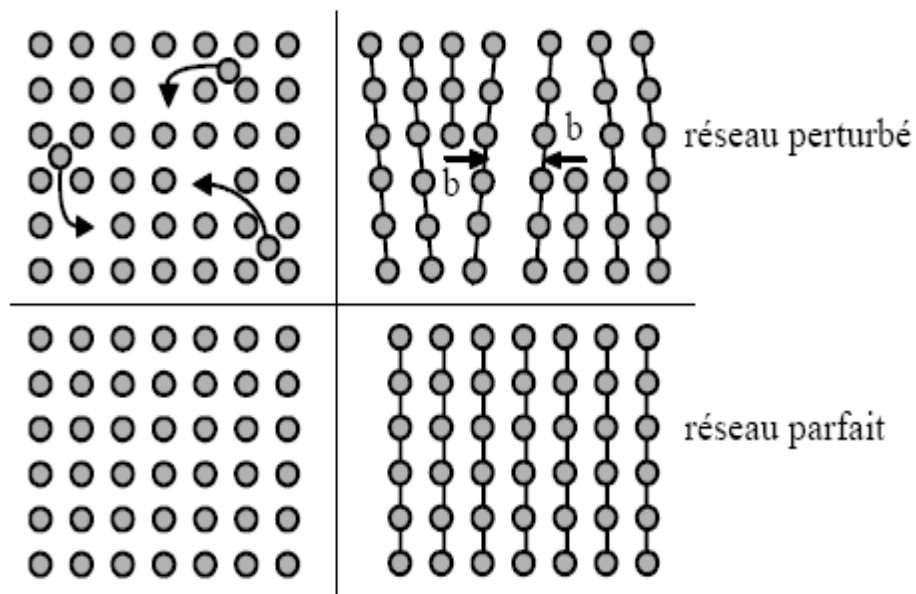


Figure 3.1 : (a) Annihilation d'une lacune. Un atome sur un site interstitiel saute dans une Lacune. (b) Deux dislocations de signes opposées s'annihilent. [7]

La seule conséquence de cette diminution des défauts ponctuelle est baisse de la résistivité électrique ρ car c'est une propriété très sensible à la présence de défauts. Pour l'observation macroscopique de la restauration on mesure le plus souvent la résistivité électrique ou la chaleur dégagée. [7] [9]

Ces mesures sont non-destructives et surtout sensibles à tous les défauts cristallins. L'expérience classique consiste à augmenter la température de recuit avec une vitesse constante et d'observer la variation de la résistance électrique relative $\Delta\rho/\rho$ où ρ est la résistivité de l'échantillon restauré à une température de référence donnée (comme ρ dépend de la température qu'on doit effectuer pour éliminer cette influence,). Il faut alors pour chaque observation de ρ couper le recuit, refroidir, mesurer ρ et réchauffer pour continuer le recuit. [7] [9]

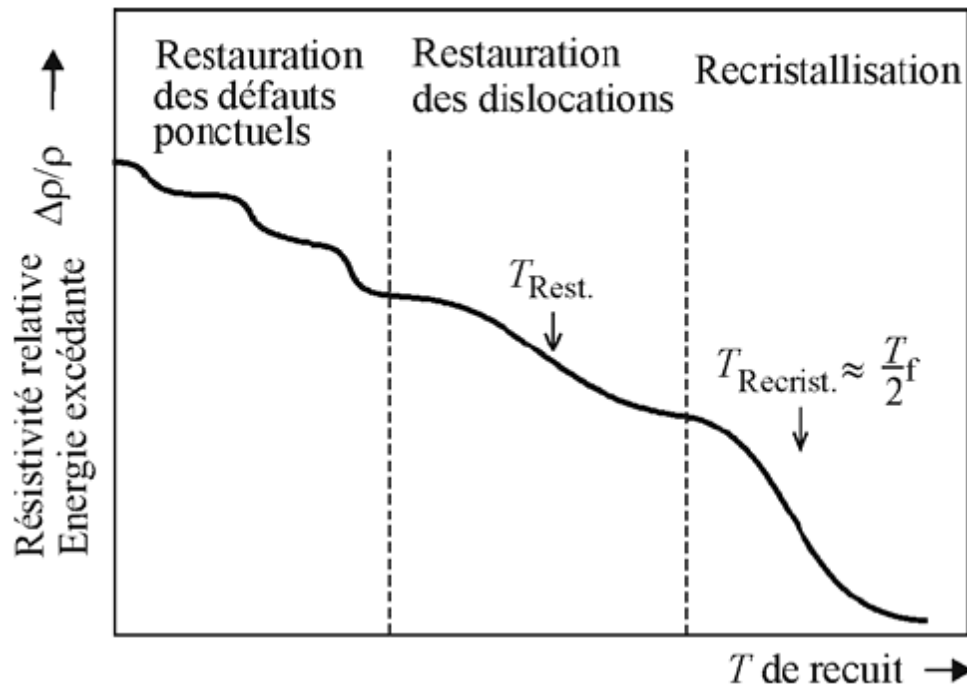


Figure 3.2 : diminution de la résistivité en fonction de la température. [9]

Puis les sous-grains évoluent par mouvements des sous-joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée. Chaque grain présente donc une sous structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain. Cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de faute d'empilement, éléments en solution solide et précipités). [7] [9]

La restauration est d'autant plus rapide et se fait à température d'autant plus basse que l'énergie stockée est plus élevée. La texture développée pendant la déformation ne change pas de manière appréciable pendant la restauration. [7] [9]

L'énergie emmagasinée avant la restauration correspond essentiellement à l'énergie des contraintes propres des dislocations, communément appelée énergie de ligne. Avec δ comme densité des dislocations dans l'état écroui, nous pouvons estimer cette densité d'énergie par la relation: [7] [9]

$$E_d = \left(\frac{Gb^2}{2} \right) \delta \quad [7] [9]$$

Les dislocations survivantes sont arrangées dans des sous-joints. Avec l'énergie spécifique des joints γ_j (par unité de surface) et la taille moyenne d'un grain d , nous pouvons grossièrement. [9]

$$E_i = \frac{3 \gamma_j}{d} \quad [7] [9]$$

3.2 .3 Recristallisation:

La recristallisation correspond à la formation de nouveaux grains dans un matériau déformé et à la migration de joints des grains de forte désorientation dont la force motrice est principalement l'énergie de déformation stockée. En observant la structure granulaire au cours d'un traitement de recristallisation on distingue deux processus successifs: [7] [9]

- Une recristallisation primaire
- Une recristallisation secondaire

La température de restauration dépend du matériau et des défauts que l'on aimerait faire disparaître. La température de recristallisation va de paire avec la température de fusion, T_f . Elle se trouve généralement entre un tiers et la moitié de T_f exprimée en K (Figures 2,3). En s'approchant de la température $T = T_f/2$, la progression de la restauration change de mode. Les joints de grain jusqu'ici immobiles entrent en jeu. Ce mode appelé recristallisation primaire. [7] [9]

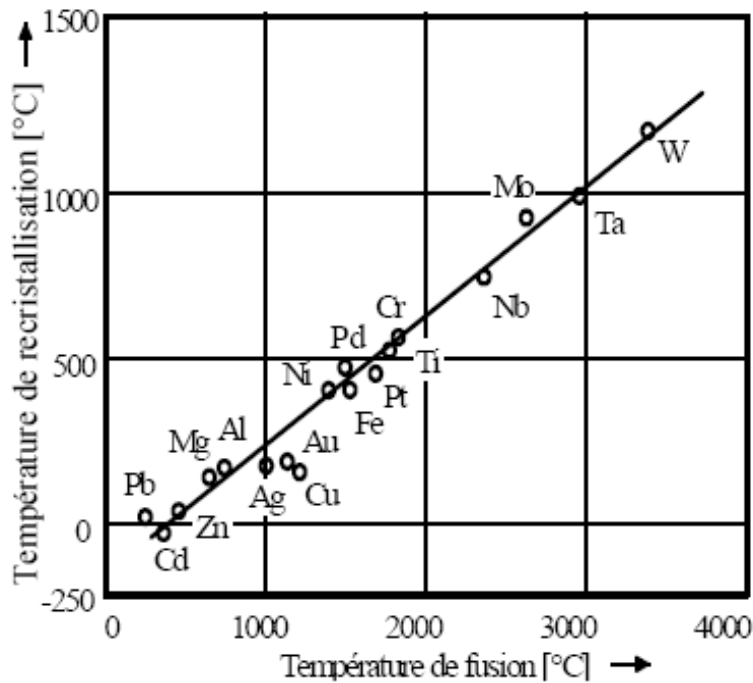


Figure 3.3 : Corrélation entre la température de recristallisation et la température de fusion. [7]

3.2 .3 .1 Recristallisation primaire :

La recristallisation primaire est habituellement divisée en deux stades : la germination et la Croissance des germes dans la matrice écrouie. Cette recristallisation primaire est régie par six lois, en effet un très grand nombre d'informations expérimentales au sujet de la recristallisation primaire, était le résultat de plus de soixante-dix ans, peuvent être récapitulées par les six lois suivantes: [7] [9]

- 1) Un certain taux de déformation (critique) minimum est nécessaire pour lancer la recristallisation.
- 2) Plus le taux de déformation est petit, plus la température exigée pour initier la recristallisation est plus élevée également.
- 3) L'augmentation du temps de recuit diminue la température exigée pour amorcer la recristallisation.

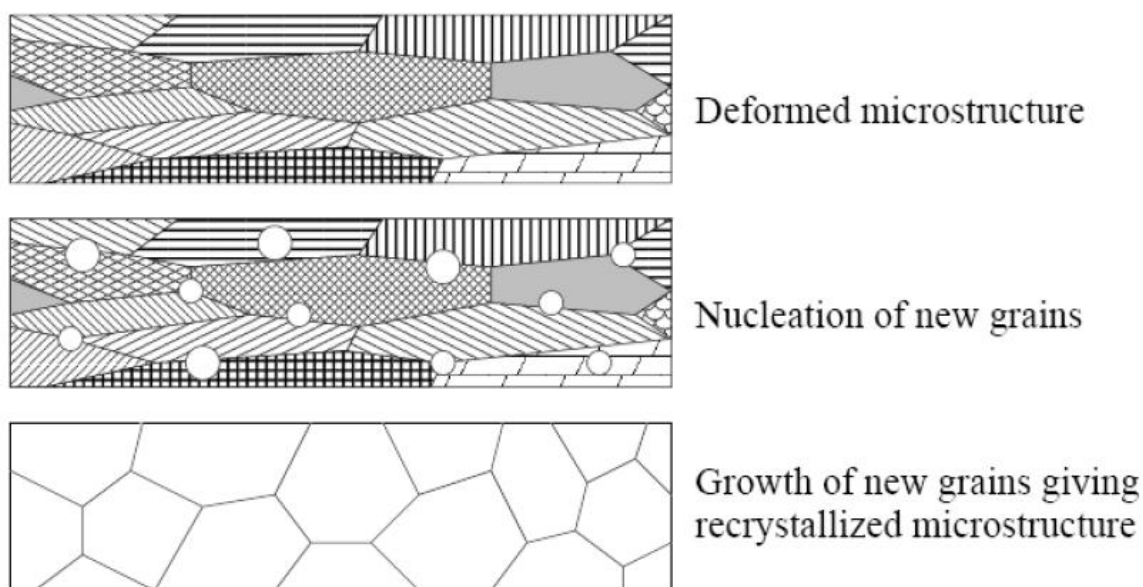


Figure 3.4 : Les stades de la recristallisation primaire. [7]

4) La taille de grain finale dépend principalement du taux de déformation et d'une façon moins importante de la température de recuit. En effet on aura une taille de grain minimale dans la mesure où le taux de déformation est maximum et la température de recuit est minimale.

5) Plus la taille de grain initiale est grande, plus la température requise pour lancer la recristallisation est grande.

6) Le chauffage continu, après que la recristallisation primaire soit terminée, favorise la Croissance de la taille de grain. [7] [9]

✓ Germination

La germination coïncide avec la formation de régions de faible taille exemptes de défauts, susceptibles de croître rapidement dans la matrice écrouie. La croissance des germes est d'autant plus rapide que la désorientation avec la matrice environnante est importante. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. L'orientation des germes est un élément important, puisqu'elle détermine en partie la texture de recristallisation. [7] [9]

Chaque germe conserve le plus souvent l'orientation de la cellule dont il est issu. La distribution des orientations des germes est donc comprise dans la Distribution des orientations dans l'état déformé. [7] [9]

De multiples observations expérimentales ont montré que la germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elles sont observées dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de forte déformation plastique (telles que les bandes de cisaillement) ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de germination. [7] [9] Plusieurs modèles de germination ont été élaborés :

a. modèle de Cahn-Cottrell: (Germination de nouveaux grains par croissance de sous-grains) :

Ce modèle a été suggéré par Cahn et par Beck. Il a été étudiées par la suite par Cottrell [8] Pendant la croissance des cellules de polygonisation, les dislocations s'accroissent aux sous joints et accroissent la désorientation de ces derniers. Les sous-joints se transforment alors en joints fortement désorientés et mobiles. Ainsi apparaissent des zones de faible densité de dislocations limitées par des joints thermodynamiquement aptes à migrer. [7] [9]

b. modèle de Germination par coalescence des sous-grains:

La coalescence de deux ou plusieurs sous-grains a été observée par Fujita [8]. Les mécanismes de cette coalescence ont été étudiés par Hu [17] et par Li [18]. Ils ont établi qu'il peut y avoir coalescence de deux sous-grains voisins par rotation de l'un des deux. Cette rotation place leurs réseaux parallèlement l'un à l'autre. Il y a alors transfert des dislocations du sous-joint qui disparaît au joint délimitant la nouvelle cellule formée.

Cette nouvelle cellule est plus grande que les anciennes et certains de ses joints peuvent présenter une forte désorientation et devenir mobiles.

Il a été établi par Ryum [21] que les sous-joints ont tendance à se dissoudre lorsqu'ils sont adjacents à des joints de forte désorientation

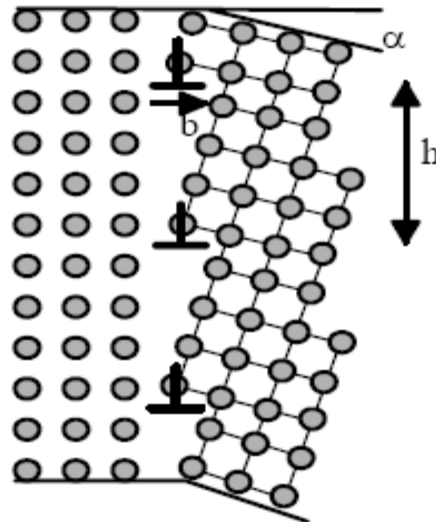


Figure 3.5: Structure d'un sous joint ; l'angle de désalignement est donné par $\tan \alpha = \mathbf{b/h}$. [7]

c. modèle de Germination des nouveaux grains par migration d'un joint préexistant à la déformation plastique.

Ce mécanisme apparaît lorsque le matériau est moyennement déformé. Un ou plusieurs sous grains adjacents à un joint préexistant à la déformation vont croître par migration de cet ancien joint. Ce processus a été observé en microscopie optique par Beck et Sperry [22], et en microscopie électronique par Bailey et Hirsch [23] qui ont donné une explication du mécanisme. Lors de la déformation plastique, deux grains d'orientations différentes se déforment différemment. Il arrive alors qu'après déformation plastique, les densités de dislocations soient très différentes des deux côtés d'un joint.

Ce dernier peut alors migrer sous l'effet de la force chimique due à cette différence des densités de dislocations.

✓ Cinétique de croissance:

Lorsqu' un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître dans la matrice sous l'action de l'énergie de déformation stockée. La vitesse de migration du joint qui sépare le germe potentiel en cours de croissance de la matrice écrouie dépend fortement : [17]

- De la température,
- De la désorientation du grain en croissance avec la matrice,
- De la pureté du métal.

Beaucoup de travaux de recherche au sujet de l'analyse de la cinétique isotherme de recristallisation ont été lancés afin de pouvoir dériver des valeurs séparées pour le taux de germination N et le taux de croissance G [17]. Puisque ces quantités elles-mêmes sont souvent fonction du temps et G (vitesse de croissance) peut être anisotropes. La plupart des investigateurs conviennent sur une équation résultante de forme :

$$\frac{d(Xv)}{dt} = N \times G \quad [17]$$

$$\text{Avec : } X = 1 - \exp(-Bt^k). \quad [17]$$

Où Xv est la fraction de volume recristallisée, t est le temps, B et k sont des constantes.

Les valeurs de k sont généralement comprises entre 1 et 2; la valeur exacte change avec le type du matériau et les circonstances expérimentales. [17]

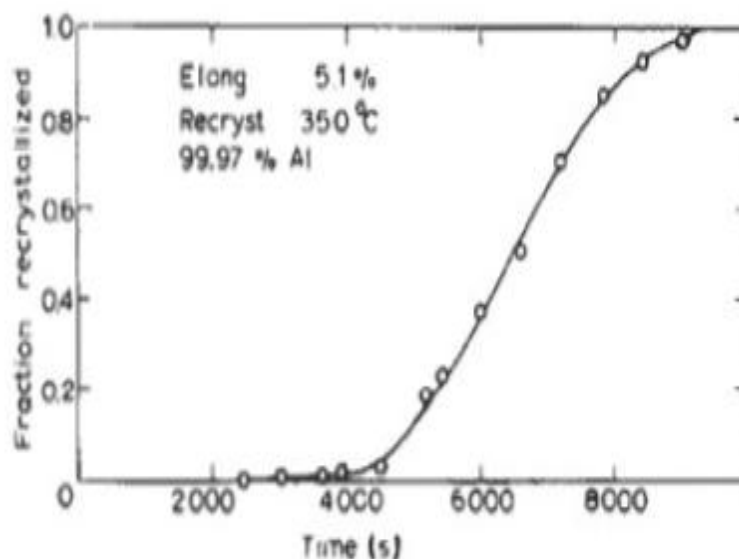


Figure 3.6 : Cinétique de recristallisation pour l'Al déformé à 50% et recuit 350 °C

(D'après ANDERSON et MEHL 1954) [16].

3.2 .3 .2 Recristallisation secondaire :

Quand la recristallisation primaire est terminée, la structure de grain n'est pas encore stable. La force motrice principale, associée à l'énergie de déformation stockée, est dépensée, mais le matériau contient toujours les joints de grain qui ont une énergie interfaciale .La stabilité thermodynamique idéale est seulement atteinte quand l'échantillon s'est converti en un monocristal [16].

La vitesse de migration des joints de grains sera donc beaucoup plus faible que pendant la recristallisation primaire. Cette vitesse peut être différente dans les directions parallèles et perpendiculaires à la direction de déformation. Deux types de croissance peuvent avoir lieu. Tout d'abord, peut se développer une croissance normale où la microstructure change de manière uniforme. Dans ce cas, il y a une faible gamme de tailles et de formes de grains. [16]

Il existe néanmoins des circonstances pour lesquelles la microstructure devient instable et quelques grains grossissent exagérément; il s'agit de la croissance anormale ou discontinue de grains. Elle diffère de la croissance normale ou continue ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains [14].

D'après Dahl et Pawlek 1936; La recristallisation des pièces, suffisamment écrouies, procède par germination et croissance des grains. Les germes naissent dans les endroits à forte densité d'énergie (empilement des dislocations sur les joints) et s'étendent sur les grains voisins jusqu'à ce qu'ils en rencontrent d'autres, déjà recristallisés. [9]

Lors de la croissance les joints des nouveaux grains séparent donc le volume déjà recristallisé du volume encore déformé. L'orientation des axes cristallographiques du nouveau grain n'est en aucune relation avec les grains du métal déformé. Une éventuelle texture qui se serait établie lors de la déformation plastique disparaîtrait donc entièrement. [9]

Lorsque l'écrouissage a été faible ou que la pièce a déjà subi une restauration importante avant que la température n'ait atteint la température de recristallisation, la microstructure est déjà proche de l'équilibre. L'énergie excédante ne suffit plus pour la germination de nouveaux grains, dans ce cas, la recristallisation procède par un grossissement des sous-grains déjà restaurés. [9]

L'énergie emmagasinée entraîne alors le transport d'atomes à travers le sous-joint en direction du grain croissant qui doit déjà être plus proche de l'équilibre (mieux restauré) que ses voisins. Il s'agit donc dans ce processus, dénommé comme croissance des grains, essentiellement d'une continuation de la restauration à des températures plus élevées. Comme Les sous-grains ne subissent qu'une faible rotation lors de leur formation, la texture de déformation reste largement conservée. [9]

La force motrice pour la recristallisation primaire avec germination est comme pour la restauration, l'énergie E_d emmagasinée dans les dislocations.

Comme toute la microstructure germination préalable, s'observe lorsqu' E_d est trop faible pour initier la germination.

Il ne reste donc pratiquement que l'énergie des sous-joints E_j . Elle diminue lors de la recristallisation avec la surface des sous-grains. La taille des grains qui s'établit après la recristallisation primaire est fonction du taux de germination et de la vitesse de croissance. Celle-ci dépend à son tour du taux d'écroissance, de la température et de la durée du recuit. [9]

Ces relations sont représentées dans le diagramme de recristallisation (Figure 3.7) qui représente la taille des grains en fonction du taux de déformation et de la température de recuit [9].

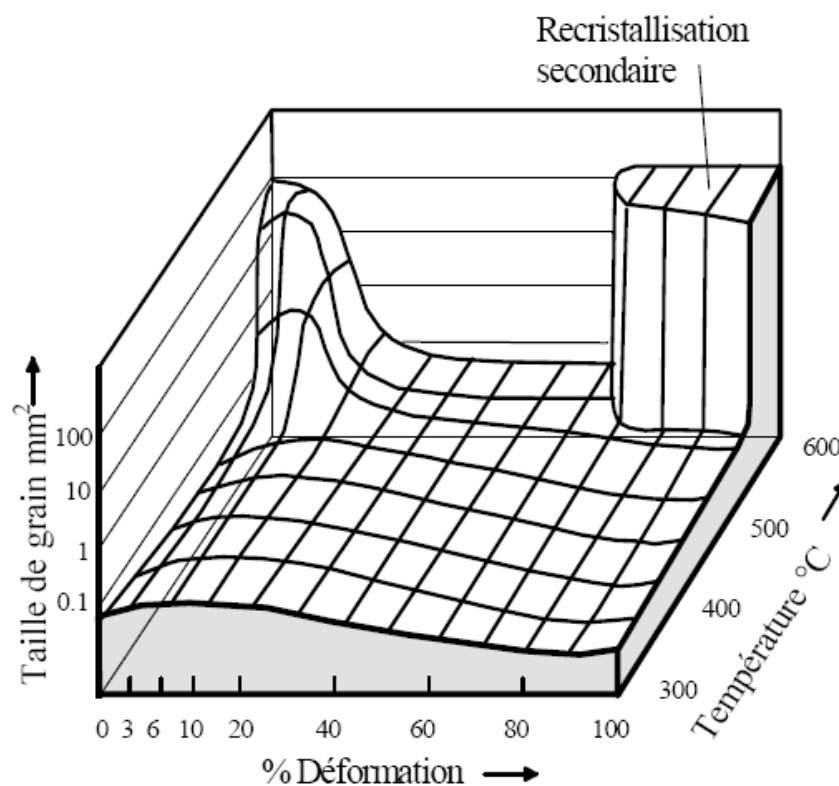


Figure 3.7 : Diagramme de recristallisation pour l'Al 99.6%. Durée de recuit 2 h. D'après Dahl et Pawlek 1936. [9].

On constate sur cette figure que les grains deviennent particulièrement grands lorsque la déformation a été faible et que la recristallisation s'est effectuée à une température élevée. Après un faible taux d'écroutissage la densité d'énergie emmagasinée ne dépasse même à une température élevée, qu'à peu d'endroits une valeur critique qui permet la germination. En conséquence, nous n'obtenons que peu de germes qui doivent se partager la microstructure déformée. De plus la croissance avance très vite et ne permet pas la germination continue. Un fort écroutissage par contre, favorise la germination et de ce fait donne de petits grains. [9]

Après la recristallisation primaire, la microstructure ne se trouve pas encore complètement dans son équilibre. Les joints de grain sont des discontinuités du réseau cristallin. Les atomes qui s'y trouvent, ne se laissent pas arranger de façon à ce qu'ils aient les distances habituelles par rapport à leurs voisins (comme sur les sites du réseau). Leur énergie de liaison est donc réduite. Cette énergie prise par unité de surface du joint, n'est rien d'autre que l'énergie du joint de grain [Jm^{-2}]. L'agrandissement exagéré de quelques grains, au détriment des plus petits, comme on l'observe lors de la recristallisation secondaire, entraîne une diminution de la surface totale des joints et permet donc d'approcher davantage l'équilibre. [9]

La Figure 3.8 résume schématiquement les différents processus de restauration et recristallisation cités ci-dessus

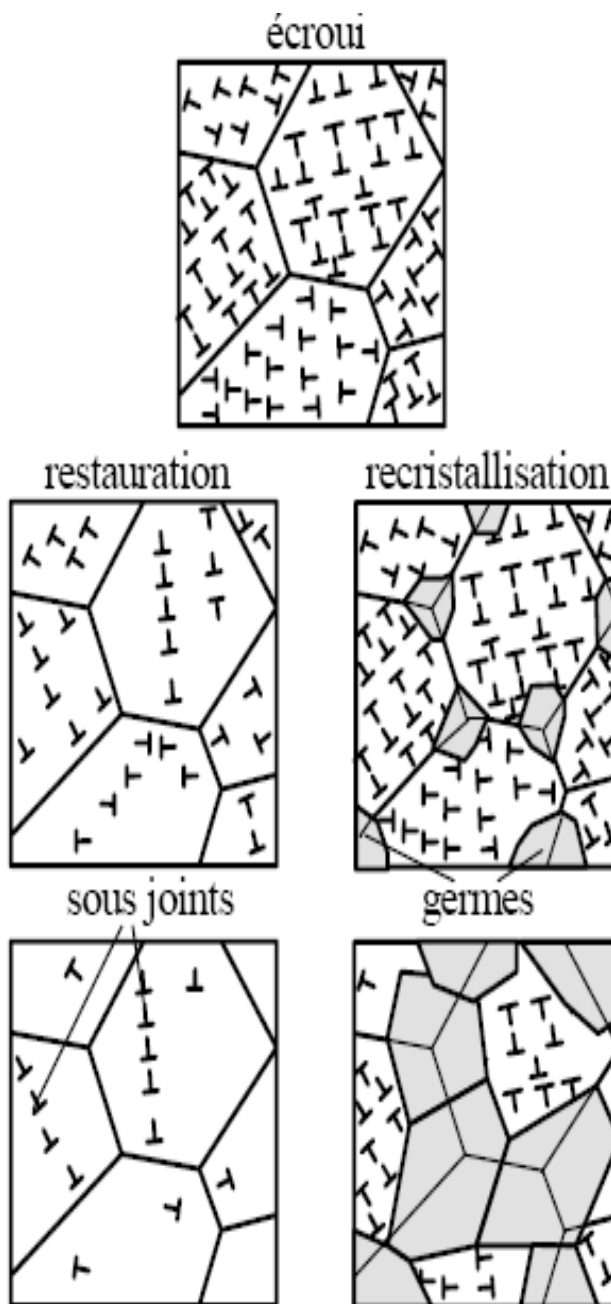


Figure 3.8 : La restauration procède par annihilation des dislocations et des réarrangements dans des sous-joints.

La recrystallisation s'effectue par germination et Croissance des grains "sans" défauts. D'en haut vers le bas: état écroui, état au début et vers la fin de la restauration ou de la recrystallisation. [9]

3.3 Conditions d'équilibre des joints des grains :

Dans ce qui suit, nous nous limitons à présenter l'équilibre des joints de grains dans deux Configurations importantes : les joints triples et les joints courbés. [7]

✓ Equilibre d un joint triple

Considérons l'intersection de 3 joints de grains formant un joint triple comme indiqué sur la figure 3.9. Le point d'intersections des joints est soumis aux forces de tension d'interfaces F_1 , F_2 et F_3 telles que: $F_1 = 1$; $F_2 = 2$; $F_3 = 3$ [7]

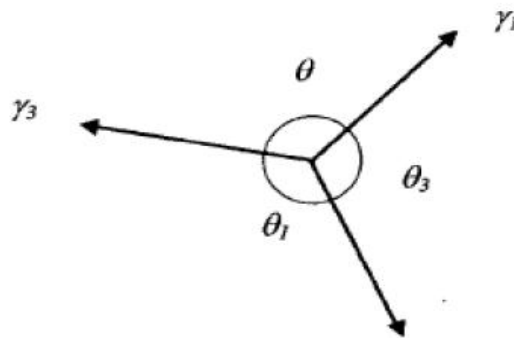


Figure 3.9 : Représentation schématique d un joint triple. [19].

Il a été établi, dans le cas où les différentes tensions d'interfaces sont identiques, que la structure d'équilibre des grains est de forme cellulaire hexagonale (figure 3.10). Cette structure autorise un équilibre optimal entre les tensions de surface dans l'ensemble des interfaces planes [19].

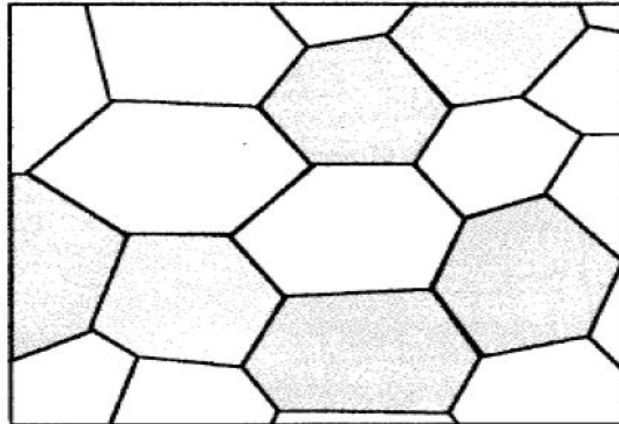


Figure 3.10 : Schéma d'une structure cellulaire formée essentiellement de grains en forme d'hexagones [19].

✓ Equilibre d'un joint courbé

Pour ce faire considérons le modèle atomique schématisé par la figure 3.11 ci-dessous, la différence de tension causée par la courbure de l'interface crée une différence d'énergie libre G ou un potentiel chimique $\Delta\mu$ responsables de la migration d'atomes entre deux grains adjacents à travers le joint. Cette différence d'énergies constitue alors la force motrice au mouvement du joint. [19]

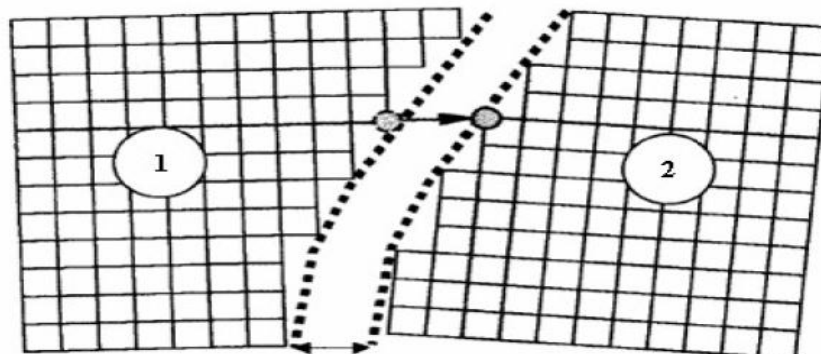


Figure 3.11: Vue schématique de la migration d'un atome à travers un joint de grain [19].

Dans cette situation, l'équation de Thomson est applicable.

$$\log \frac{P}{P_0} = \frac{\gamma \cdot V}{K \cdot T} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad [19]$$

Sachant que :

$P = P_0 + P$; P étant la variation de pression vapeur aux extrémités du joint. Et r_1 et r_2 représentent les rayons de courbure des deux grains adjacents. Dans le cas présent, les deux rayons de courbure sont concrètement identiques. K est la constante de Boltzmann, V Le volume atomique, T la température absolue, et γ énergie d'interface. Après une série de simplification [19], cette expression peut être réduite sous la forme Suivante:

$$\Delta p = 2 \cdot \frac{\gamma}{r} \Rightarrow \Delta G = 2 \cdot \gamma \cdot \frac{V}{r} \quad [19]$$

On constate, de cette expression, que la variation de pression de vapeur est inversement proportionnelle au rayon de courbure du joint. Donc la force motrice augmente lorsque le rayon de courbure du joint diminue. C' est pourquoi, les atomes se déplacent surtout de (1) vers (2), conduisant à un déplacement du joint dans le sens (2) vers (1). A cet effet, les grains dont les joints sont convexes ont tendance à s'éliminer en faveur des grains dont les joints sont concaves, qui, elles au contraire, on tendance à grossir (figure III.9). Ceci conduit généralement à la disparition des grains de petites tailles cerclées par un nombre limité de joints convexes, en faveurs des grains de plus grandes tailles [20]

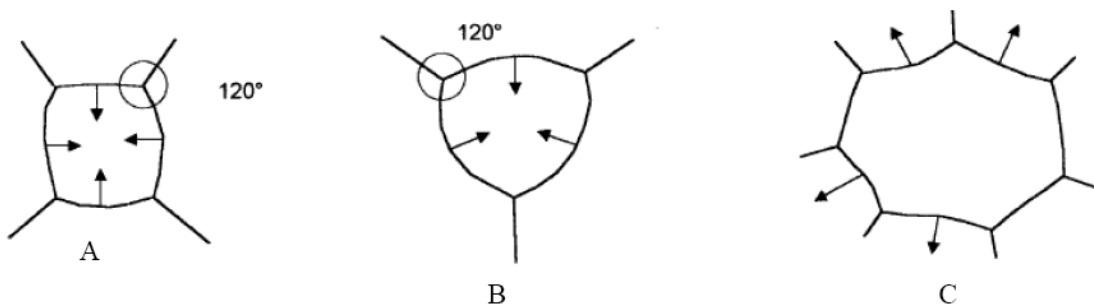


Figure 3.12 : Formes de grains ayant des joints instables (A) et (B) grains en décroissance. (C) grain en croissance. [20]

3.4 Effets de l'état structural sur la recristallisation.

3.4.1 Influence de la taille de grains initiale sur la recristallisation.

La texture et la taille de grains après recuit dépendent de la taille de grains initiale du matériau. Cela résulte d'abord de la différence de comportement à la déformation. Concernant la recristallisation, plus le grain est fin avant déformation à froid, plus la composante $\{111\} \langle uvw \rangle$ de texture est élevée après recuit. [20]

3.4.2 Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation

Les éléments en solution solide et les précipités jouent un rôle important sur les cinétiques de recristallisation, les tailles de grains et les textures finales. Concernant les précipités, un certain nombre de paramètres interviennent : leur stabilité, leur mode de déformation (déformable ou non), leur taille et la distance entre eux.

Les éléments en solution solide et les précipités ont trois effets importants sur la recristallisation : Ils peuvent augmenter l'énergie stockée et de ce fait, augmenter la force motrice pour la recristallisation (cas des éléments en solution solide et des précipités non déformables), Ils peuvent agir comme des sites de germination de la recristallisation (cas des gros précipités déformables ou non), Ils peuvent exercer une force d'ancrage sur les joints de grains (cas des éléments en solution solide et des précipités déformables ou non). Les deux premiers effets favorisent la recristallisation, tandis que le troisième la gêne. [20]

a) Cas des précipités préexistants :

Précipités peuvent être des sites de germination lors de la recristallisation. C'est ce que l'on appelle le mécanisme PSN (Particules Stimulated Nucléation). Dans ce cas, les hétérogénéités microscopiques de déformation liées aux particules, telles que les zones de déformation, les bandes de déformation, de transition ou de cisaillement, vont jouer le rôle

de sites de germination. Ce mécanisme ne se produit que pour des précipités de diamètre supérieur à 1 μm et entraîne une distribution aléatoire des germes de recristallisation [13].

Un autre effet dû aux précipités est l'effet d'ancrage (que l'on retrouve aussi avec les éléments en solution solide). Il s'agit de l'effet Mener ou pression Zener qui joue un rôle majeur dans le retard à la recristallisation. En empêchant un joint d'atteindre une désorientation suffisante, il affecte la germination, mais aussi la croissance de grains [4].

Nous voyons que les deux mécanismes évoqués ont des effets antagonistes sur la recristallisation. En effet, ils sont tous les deux fonctions de la taille des précipités et de leur espacement [13].

✓ Les particules avec un diamètre < 25 nm et un espace entre particules < 8 nm : dans ce cas, la recristallisation est retardée, car les particules piègent les joints des sous grains qui jouent le rôle de germes pour la recristallisation. [13].

✓ Les particules avec un diamètre $> 1\mu\text{m}$ et un espace entre particules $> 0,3 \mu\text{m}$: au contraire, une accélération de la recristallisation est observée du fait d'une germination stimulée par les particules (PSN). La germination sur ces particules affine la taille de grains et atténue la texture cristallographique. [13].

✓ Les particules avec un diamètre compris entre 25 nm et 1 μm : les deux cas de figures peuvent se présenter, c'est à dire soit une accélération de la recristallisation, soit un ralentissement. [13].

b) Les éléments restant en solution solide pendant la recristallisation:

Les éléments en solution solide entraînent une augmentation de la densité de dislocations après la déformation à froid. De manière générale, les éléments en solution solide doivent, d'une part, retarder la recristallisation lors du recuit par le ralentissement du réarrangement des dislocations et de la croissance des cellules. D'autre part, ils doivent

diminuer la vitesse de recristallisation par la réduction de la vitesse de migration des joints de grains, et ceci, d'autant plus que ces éléments tendent à ségréger à ces joints. [13]

Mais la présence des solutés augmente aussi la densité de dislocations lors de la déformation à froid, c'est à dire la force motrice de la recristallisation. En fait, il est admis que l'accroissement de la force motrice est relativement faible et incapable de compenser les forces de freinage induites par ces éléments (interaction entre solutés et dislocations et entre solutés et joints de grains). [13]

c) Les éléments précipitent pendant la recristallisation:

Pour certains éléments en solution solide en sursaturation, le domaine de température de précipitation est le même que celui de la recristallisation. Dans ce cas, la précipitation et la recristallisation exercent des influences mutuelles l'une envers l'autre. En effet, dans certaines conditions. [13].

CHAPITRE 4

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Objective:

- La mise en évidence de l'influence de la mise en forme sur les propriétés du matériau.
- L'observation du processus d'écrouissage par laminage à froid sur la dureté d'un acier inoxydable ferritique.
- Le traçage du graphe de $HV5=f$ (coef. écrouissage).
- L'observation des domaines de restauration et recristallisation par un examen micrographique de la structure.
- La détermination de la température de recristallisation de l'acier inoxydable ferritique.
- Le traçage du graphe de $HV5=f(T \text{ recuit})$
- La corrélation de ces mesures avec les observations micrographiques de la structure.
- La discussion des résultats.

4.1 Présentation du matériau:

Dans le cadre de cette étude notre choix s'est porté sur un acier inoxydable ferritique du type 430 (Z8C17) selon la norme Afnor (NFEN10088). L'acier nous été livré sous forme d'une tôle laminé recuit, d'une longueur de 20cm, d'une largeur de 3 cm et d'une épaisseur de 3mm schématisées dans la figure 4.1 ci-dessous

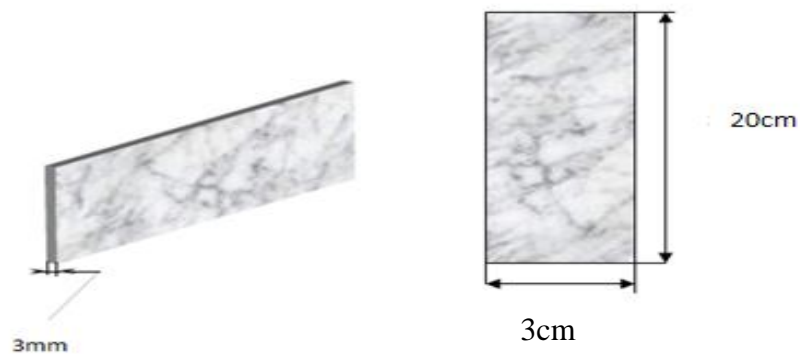


Figure 4.1: Dimensions de la tôle.

Cette tôle a subi une série des coupes par la guillotine afin de pouvoir prélever des échantillons pour être laminé à froid. Les échantillons ont les dimensions comme schématisée dans figure 4.2 ci-dessous :



Figure 4.2 : Dimensions de la tôle à laminé à froid

4.2 Analyse Chimique:

D'après le certificat de conformité, les éléments chimiques qui composent cet acier sont résumés dans le tableau 4.1 ci-dessous :

Tableau 4.1 : Composition chimique du 430 (Z8C17)

l'élément	C	Si	Mn	P	S	Cr
%	≤ 0.10	≤ 1.00	≤1.00	≤0.045	≤0.030	15.5 -17.50

L'acier a subi des analyses de la composition chimique. Ces analyses ont été faites au laboratoire de spectrographie à Sétif.

L'appareil utilisé est un spectromètre de fluorescence des rayons X, le taux de carbone a été déterminé par la méthode de fusion avec un analyseur de carbone, cette analyse a donné les résultats suivants (Tableau 4.2) :

Tableau 4.2 : Composition chimique du 430 (Z8C17)

l'élément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
%	0.0346	0.217	0.418	0.00197	<0.00100	<16.55	0.0369	0.161

%	Al	Cu	Nb	Ti	V	W	Sn	As
%	0.00135	0.110	0.00100	0.00905	0.0579	<0.0500	0.0720	0.00100

B	N	Fe	Co
<0.00050	>0.0600	82.19	0.0174

4.3 Caractéristiques Mécaniques:

Les caractéristiques mécaniques de l'acier exigé par la norme ISO 6892 :1998(F) sont récapitulées dans le tableau 4.2 ci-dessous:

Tableau 4.2 : Caractéristiques Mécaniques Du 430 (Z8C17)

Re (N/mm ²)	Rm (N/mm ²)	A %	E (N/mm ²)	Coeffic. de dilation a 10 ⁻⁶ /K	Poids spécifique (Kg/dm ³)
>270	<520	≥25	220.000	10 entre 20°et 100°C	7.7

4.3.1 Essai de traction:

L'essai de traction est le procédé expérimental le plus utilisé dans l'étude du caractéristique mécanique des métaux et alliage .il permet de donner des valeurs exactes, qui sont utilisable comme base de calcule.

Pour cela on 'a effectué cet essai à fin de mieux précisé la propriété mécanique de notre acier.

Il consiste à appliquer à une éprouvette, un effort de traction et mesurer l'allongement correspondant, ou bien à imposer un allongement et mesurer l'effort de traction.

Dans une machine d'essai de traction, les éprouvettes sont solidement maintenues par leur tête entre les mâchoires de la machine, ces mâchoires, en s'écartant l'une de l'autre, exercent une force de traction suivant l'axe géométrique de l'éprouvette de telle manière que la sollicitation soit répartie uniformément sur toute la largeur des extrémités. La vitesse de traction doit être bien déterminée au préalable, pour cela il faut consulter les normes relatives à l'exécution de l'essai de traction.

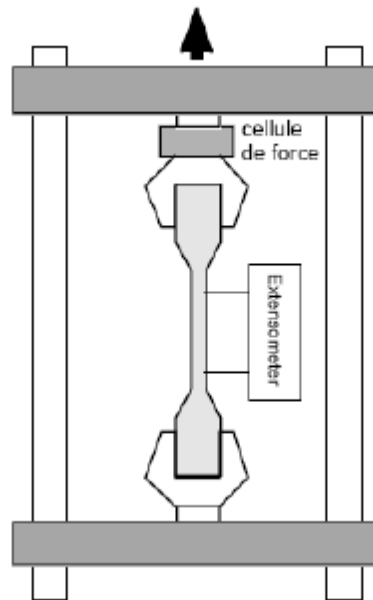


Figure 4.3 : Schéma du principe de fonctionnement d'une machine de traction.

Généralement l'allure de la courbe de traction dans un acier inoxydable à l'aspect montré dans la figure ci-dessous :

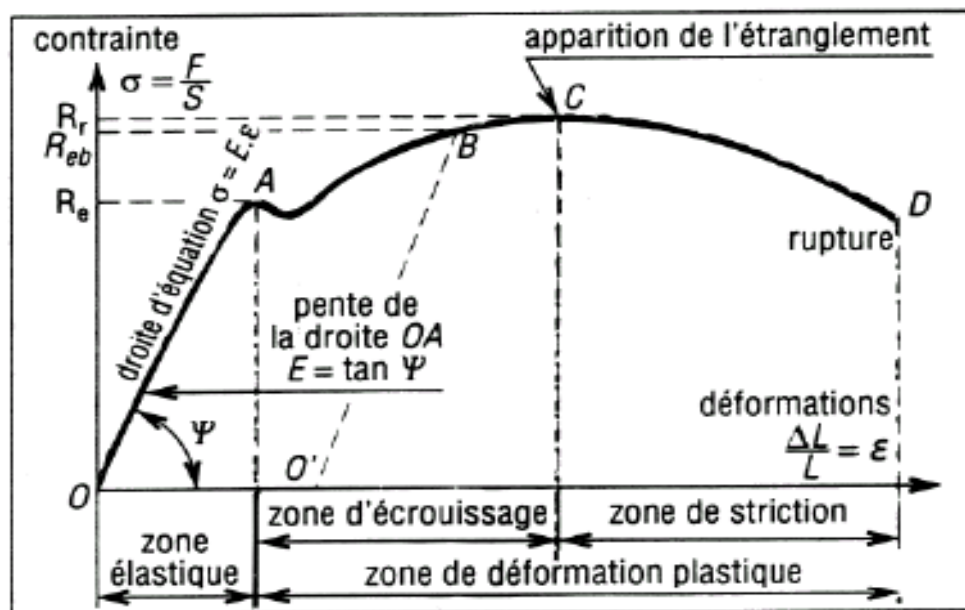


Figure 4.4 : Allure de la courbe de traction

Les valeurs principales qui caractérisent l'essai de traction que nous pouvons en déduire sont donc :

1. Limite élastique R_e : qui correspond à la contrainte nominale à partir de laquelle se produit la déformation plastique.

$$R_e = \frac{F_0}{S_0} \quad 4.1$$

2. la résistance la rupture R_m : qui correspond à la contrainte nominale maximale supportée par l'éprouvette.

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \quad 4.2$$

3. La déformation à la rupture (ϵ_R) : qui correspond à la déformation plastique nominale à la rupture en traction de l'éprouvette. La valeur de la déformation à la rupture ϵ_R représente une des grandeurs caractéristiques de la ductilité.

4. Allongement à la rupture $A\%$: L'allongement maximum de rupture L_r est égal à la différence des longueurs de l'éprouvette après rupture L_u et avant l'essai L_0 .

$$L_r = L_u - L_0 \quad 4.3$$

D'où:
$$A\% = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100 \quad 4.4$$

5. La striction : La striction est la réduction localisée des dimensions transversales de l'éprouvette se produisant au cours de l'essai sous l'influence de la charge. Le coefficient de striction Z est le rapport de la variation ultime de la section transversale S_0-S_u à la section initiale S_0 .

$$Z\% = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \quad 4.5$$

L'allongement de striction Z_u est le rapport de variation ultime de section transversal produite par l'essai S_0-S_u à la section après rupture S_u .

$$Z_u = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \quad 4.6$$

S₀ : la section initiale de l'éprouvette avant déformation.

S_u : la section de l'éprouvette après la rupture.

Dans les machines de traction modernes pilotées automatiquement par ordinateurs, ces grandeurs sont facilement acquises.

4.3.2 Eprouvette de traction:

Dans notre cas, La machine utilisée est de marque INSTRON WOLPERT, appartenant au Laboratoire de Contrôle de l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (ENGTP) à Réghaia, Avec une puissance maximale de 1000 KN et une vitesse de 4mm/min, pilotée en déplacement vérin et pilotée par ordinateur. La forme et les dimensions de l'éprouvette ont été choisies conformément à la norme ISO 6892:1998 (F) relative aux essais de traction des pièces feuillards et plats d'épaisseur comprise entre 0,1 mm et 3 mm. Les Dimensions de l'éprouvette en millimètres exigé par la norme sont récapitulées dans le tableau 4.3 ci-dessous:

Tableau 4.3 : Dimensions de l'éprouvette en millimètres

Epaisseur e (mm)	Largeur B (mm)	Longueur initiale entre repères <i>L₀</i> (mm)	Longueur Calibrée <i>L_c</i> (mm)	Longueur libre entre mâchoires <i>L</i> (mm)	Largeur de la zone calibrée <i>d₀</i> (mm)
3 .00	30 ± 1	80.00	120.00	140.00	20.00

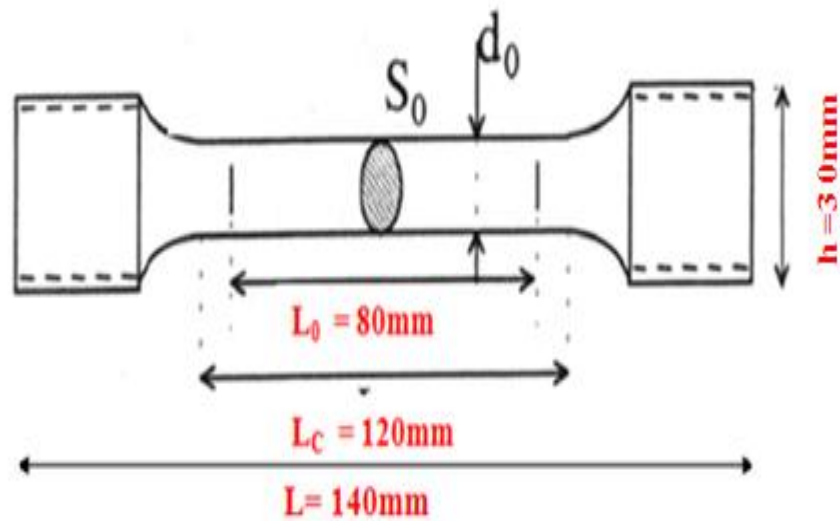
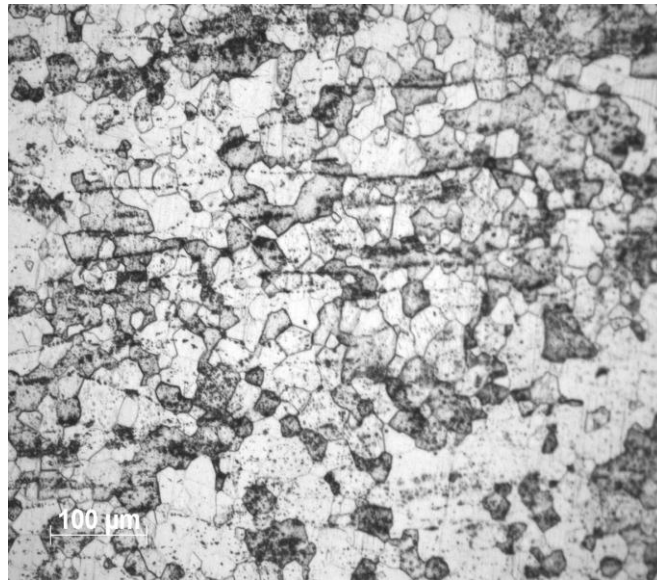


Figure 4.5: Dimensions de l'éprouvette

Afin de connaître l'état structural de notre matériau, nous avons procédé à un examen métallographique sur des échantillons prélevés ayant une dimension de $2 \times 2\text{cm}^2$. La procédure expérimentale de cette analyse sera décrite par la suite. La figure 4.6 ci-dessous donne la micrographie du métal de base à l'état de réception.



(b)

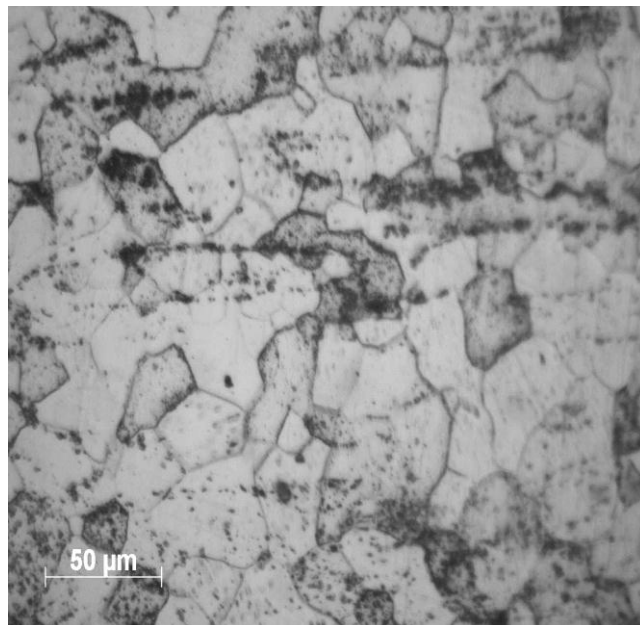


Figure 4.6: structure de 430 (Z8C17) à état reçue.

4.4 Laminages à froid :

Introduction :

Le laminage est un procédé mécanique qui consiste à déformer un métal plastiquement, en réduisant son épaisseur et en augmentant sa longueur ainsi que sa largeur à l'aide de cylindres dits d'entraînement, animés d'un mouvement de rotation autour d'axes fixes, entre lesquels le métal est entraîné par frottement, l'écartement entre les deux cylindres étant inférieur à l'épaisseur initiale du métal à déformer (figure 4.7).

h_0, b_0 : épaisseur, largeur initiales.

h, b : épaisseur, largeur finales.

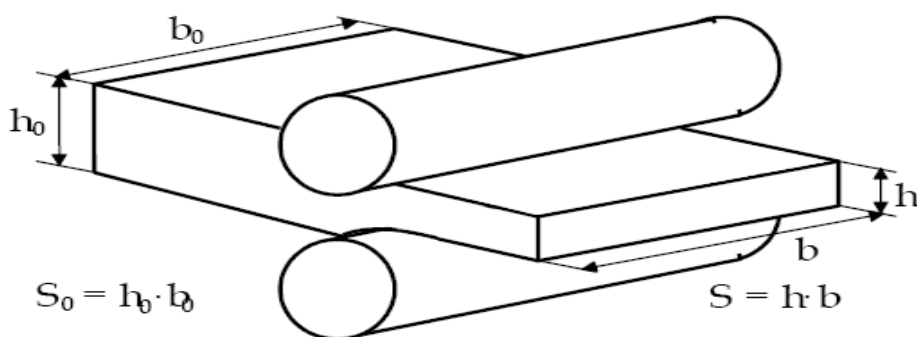


Figure 4.7: la déformation plastique dans un laminoir.

Des éprouvette plates des dimensions 50 X 30 X 3 mm³, ont été laminées à froid (température ambiante) dans l'entreprise B.C.R de Bordj. Ménail sur un laminoir universel à tiroir manuel de marque " DARROT 320" a différent taux de laminage 15% ,30%, 45%,60%. Le taux d'écrouissage est souvent défini par la variation relative de section

$$\varepsilon\% = \frac{S_0 - S}{S_0} \quad 4.7$$

Dans le cas du laminage, on constate que la variation de la largeur de l'éprouvette est faible (Surtout sur les rubans larges). En pratique, on la néglige souvent et on utilise le coefficient d'écroûissage

$$e\% = \frac{h_0 - h}{h_0} \quad 4.8$$

Le tableau 4.3 montre les dimensions finales des éprouvettes après chaque taux de laminage.

Tableau 4.4 : dimensions finales des éprouvettes après chaque taux de laminage.

Epaisseur initial = 3mm				
Taux de laminage %		Nombre de Passe	Longueur mm	Epaisseur mm
Non déformé	0%		50 mm	3.00 mm
Déformé à	15%	1 Passe (15%)	50 mm	2.86 mm
Déformé à	30%	2 Passe (15%+15%)	50 mm	2.69 mm
Déformé à	45%	3 Passe (15%+15%+15%)	50 mm	2.56 mm
Déformé à	60%	4 Passe (15%+15%+15%+15%)	50 mm	2.40 mm

4.5 Traitement thermique :

Les traitements thermiques que nous avons réalisés dans ce travail ont pour but de lancer le processus de recristallisation pour déterminer les températures de recristallisation correspondantes aux conditions d'essai, et de voir l'évolution de la microstructure en fonction du temps.

Consiste à maintenir les différents échantillons déformés (15%, 30%,45%,60%) à des différentes températures pendant une durée bien déterminée, suivies d'un refroidissement rapide à l'eau pour figer l'évolution de la microstructure.

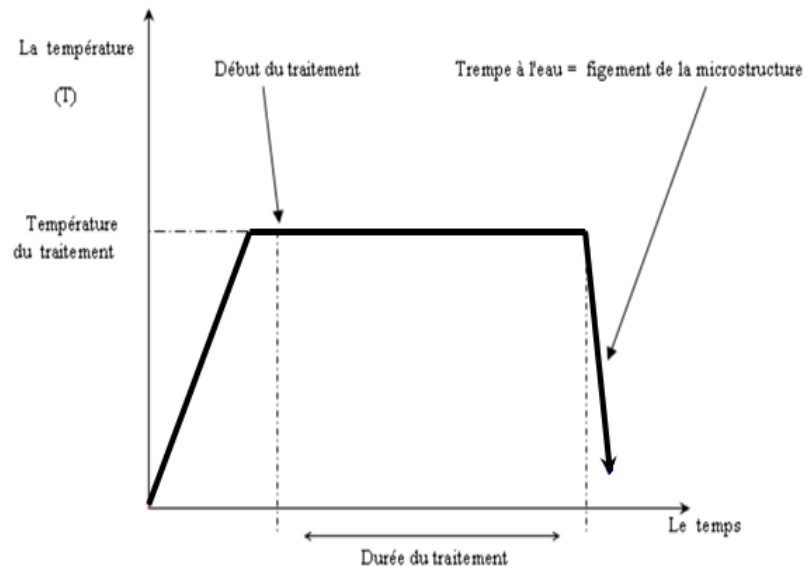


Figure 4.8: Schéma de programmes des traitements thermiques appliqués

1^{ère} partie de traitement thermique :

Chauffer les éprouvettes déformées jusqu'à une température de 800°C, puis maintenir ces éprouvettes à cette température durant 30 minutes. Suivi d'un refroidissement rapide à l'eau. Après le refroidissement de l'éprouvette, on a mesuré la dureté HV, et établir le graph de $HV5=f(T \text{ recuit})$

2^{ème} partie de traitement thermique :

Chauffer les éprouvettes déformées à des différentes températures (400°C, 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C 1000°C, 1100°C), puis maintenir ces éprouvettes à ces températures durant 30 minutes. Suivi d'un refroidissement rapide à l'eau. Après le refroidissement de ces éprouvettes, on a mesuré la dureté HV, et établir le graphe de $HV5=f(T \text{ recuit})$.

3^{ème} partie de traitement thermique:

Chauffer les éprouvettes déformées à 60%, à des différentes températures (900°C, 1000°C, 1100°C), puis faire varier le temps de maintien entre 2', 5', 10', 20' et 30' minutes pour chaque température, Suivi d'un refroidissement rapide à l'eau. Après le refroidissement de ces l'éprouvette, on a mesuré la dureté HV, et établir le graph de HV5=f (T recuit).

4.6 Techniques de caractérisation:

Deux techniques de caractérisations essentielles ont été utilisées au cours de ce travail afin d'étudier l'influence de la déformation plastique et le maintien à haute température sur les propriétés microstructurales et mécaniques, et ce par rapport aux échantillons de référence.

Ces techniques sont :

- ✓ La métallographie: Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :
 1. La microscopie optique
 2. La microscopie électronique a balayage (MEB).
 3. La microscopie électronique a transmission (MET).
- ✓ L'essai de dureté.

4.6.1 L'analyse métallographique :

L'étude métallographique (microscopie optique, MEB) et les essais de dureté ont été réalisés sur les éprouvettes après des traitements thermiques.

Prélèvement des éprouvettes :

Pour préparer les échantillons 2x2 cm², la découpe se fait à l'aide d'une micro tronçonneuse sous un jet d'un liquide lubrifiant pour éviter tout écrouissage pouvant fausser les résultats.

Polissage:

La manipulation des échantillons prélevés nécessite un enrobage à froid dans des résines époxydes, et un durcissement à froid (durcissement à l'air dans des moules plastiques).

Cet enrobage permet de faciliter le polissage manuel des petits échantillons. Les échantillons enrobés à froid ont été polis aux différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (80, 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000 et 1200). Le polissage de finition se fait avec une pâte diamantée de 6 et 3 microns, et effectué en dernier sur un feutre sous une lubrification appropriée.

4.6.1.1 Examen au microscope optique

A l'aide d'un microscope optique de type NEOPHOT 32, au niveau du laboratoire de Métallurgie et Mécanique dans l'entreprise B.C.R de Bordj Ménénil, nous avons pris les microstructures des différentes régions de tous les échantillons, avec différent agrandissement. Les photos sont prises par une caméra numérique.

Attaques chimique:

Pour les caractéristiques en microscopie optique, L'attaque chimique a été réalisée selon la norme NFA05-50 (Réactifs C₄), par l'eau régale glycinée à une température ambiante pendant une période de 30 seconds à 5minute, dans le but de mise en évidence de la structure.

Le tableau ci-dessous récapitule les différentes solutions ainsi que les conditions utilisées.

Solution	Paramètre
Solution aqueuse régale glycinée	<ul style="list-style-type: none"> ✓ 2 Volume de glycérine (10ml) ($\rho_{20}=1.19$ g/ml). ✓ 1 Volume d'acide nitrique HNO₃. ✓ 2 Volume d'acide chlorhydriques HCL (10 ml).
Notes : les acides sont ajoutés séparément à la glycérine, tout en refroidissant l'ensemble dans un bain d'eau glacée	

Tableau 4.5 : Solutions d'attaques électrochimiques.

4.6.1.2 Examen au microscope électronique à balayage:

Dans un microscope électronique à balayage ou MEB, un faisceau très fin d'électrons primaires ou sonde électronique balaie la surface de l'échantillon. Les signaux électroniques recueillis, provenant des interactions électrons-matière, sont détectés à l'aide d'un détecteur spécifique et, après traitement complexe, transformés en un signal électrique proportionnel. Ce signal module l'intensité de faisceau d'un tube cathodique à balayage synchrone. On établit ainsi une correspondance entre un point de l'échantillon et un point de l'écran de tube. La brillance du spot sur l'écran est proportionnelle au signal électronique issu du point correspondant de l'échantillon. On crée ainsi une image.

L'analyse de nos échantillons a été effectuée par un microscope électronique à balayage de marque PHILIPS 130 XL FEG au niveau du (CRNA).

4.6.1.3 Examen au microscope électronique à transmission (MET).

C'est une technique de microscopie où un faisceau d'électrons est transmis à travers un échantillon très mince. Les effets d'interaction entre les électrons et l'échantillon donnent naissance à une image, dont la résolution peut atteindre $0,8 \mu\text{m}$;

Le microscope électronique en transmission a deux principaux modes de fonctionnement:

1. mode image

Le faisceau électronique interagit avec l'échantillon suivant l'épaisseur, la densité ou la nature chimique de celui-ci, ce qui conduit à la formation d'une image contrastée dans le plan image. En plaçant le détecteur dans le plan image, on peut observer une image par transparence de la zone observée.

2. mode diffraction

Ce mode utilise des électrons. Lorsque le faisceau traverse un échantillon cristallographique, il donne lieu au phénomène de diffraction. Le faisceau est diffracté en plusieurs petits faisceaux, et ceux-ci se recombinent pour former l'image, grâce aux lentilles magnétiques.

Donc le microscope électronique à transmission (MET) est un outil de caractérisation puissant car il permet d'accéder à trois types d'information :

1. La microstructure (morphologie et répartition des cristaux) grâce à l'image,
2. la structure cristalline grâce à l'image de diffraction.
3. S'il en est équipé, à la composition chimique locale grâce à la spectroscopie des RX ou des pertes d'énergie des électrons.

L'utilisation du MET a rendu possible l'analyse fine des structures (champ clair, champ sombre) et l'étude des réseaux cristallins par les diagrammes de diffraction électronique.

L'observation de nos différents échantillons a été effectuée à l'aide d'un microscope de type marque JEOL JEM 2010 .au niveau du (CRNA).

Préparation des échantillons pour les observations au MET

L'observation au MET nécessite un mode de préparation qui lui est particulier. La procédure suivie pour la préparation des échantillons pour les observations microscopiques est la suivante :

1. Découpage des lames à partir de l'échantillon massif : elles ont 300 μm d'épaisseur, ils sont découpés en utilisant une scie à fil avec une faible vitesse de découpage pour éviter leur écouissage.
2. Amincissement de ces lames par polissage mécanique : Les lames découpées sont collées sur un port d'échantillon spécial et subissent un polissage mécanique au papier abrasif de faible granulométrie (1200 à 4000). Les épaisseurs des lames deviennent ainsi 60 μm
3. Prélèvement de petits disques de 3 mm de diamètre à partir des lames minces au moyen d'un outil approprié.
4. Polissage électrolytique et perçage des échantillons : Les disques découpés subissent un polissage électrolytique dans une solution composée de 18% HNO_3 et 81% Glycérine. Cette opération est effectuée à une température entre 50°C et 81°C sous une tension de 55V. L'étape de polissage électrolytique permet aussi de créer un trou très fin au centre du disque pour permettre la transmission du faisceau d'électron.

4.6.2 Essai de dureté:

Les changements microstructuraux à l'issue de la recristallisation ont un impact direct sur les valeurs de dureté, de ce fait nous avons procédé à des mesures de dureté Vickers afin de pouvoir confirmer les observations métallographiques. Les mesures de la dureté ont été effectuées au l'entreprise B.C.R de Bordj- Ménail, avec une charge de 5Kg avec un duromètre de marque HPO250.

Principe de l'essai dureté Vickers HV :

Le pénétrateur est une pyramide droite à base carrée et d'angle au sommet de 136°. Sous une charge F, la pyramide est imprimée dans l'échantillon (Figure 4.13). On mesure les diagonales "d" de l'empreinte et on calcule la valeur de la dureté Vickers à partir de la formule:

$$H_V = 0.1892 \frac{F}{d^2} \quad 4.9$$

Où F est le niveau de la charge appliquée ; d est le diamètre de l'empreinte et dm est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte ;

$$d_m = \frac{d_2 + d_1}{2} \quad 4.10$$

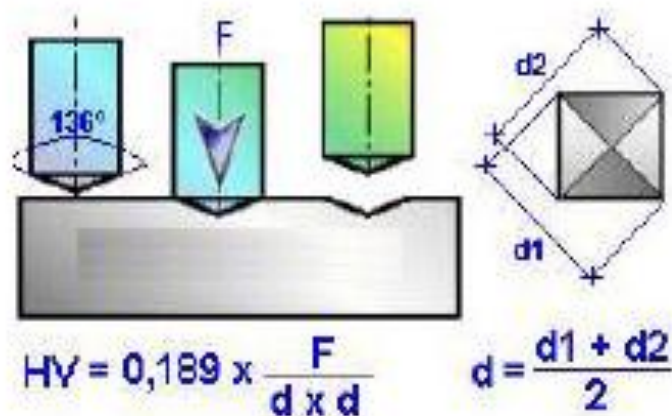


Figure 4.9 : Principe de l'essai dureté.

La charge appliquée dans notre cas est de $F=49,02N=5 \text{ Kg}$. elle est appliquée progressivement et de façon constante jusqu'à ce que la charge choisie soit atteinte.

Le temps de maintien de la charge est de 10 à 15 seconde .une valeur moyenne a été calculée.

4.7 Résultats expérimentaux:

4.7.1 Caractéristiques mécaniques du 430 (Z8C17) après l'essai de traction :

L'essai de tractions effectuées sur l'acier 430 (Z8C17) a donné les résultats reportés dans Le tableau 4 .6 ci-dessous:

Tableau 4.6 : Caractéristiques mécaniques du 430 (Z8C17) après l'essai de traction

Section mm ²	Largeur (mm)	Fe (N)	Re (MPa)	Fm (N)	Rm (MPa)
60.00	30.00	24052.723	400.88	29964.84	499.41

Allongement à la rupture A%: $L_r = L_u - L_0$, $L_0 = 80\text{mm}$, $L_u = 106.35$

$$\begin{aligned} A\% &= \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100 = \frac{106.35 - 80}{80} \times 100 \\ &= 32.93\text{mm} \end{aligned}$$

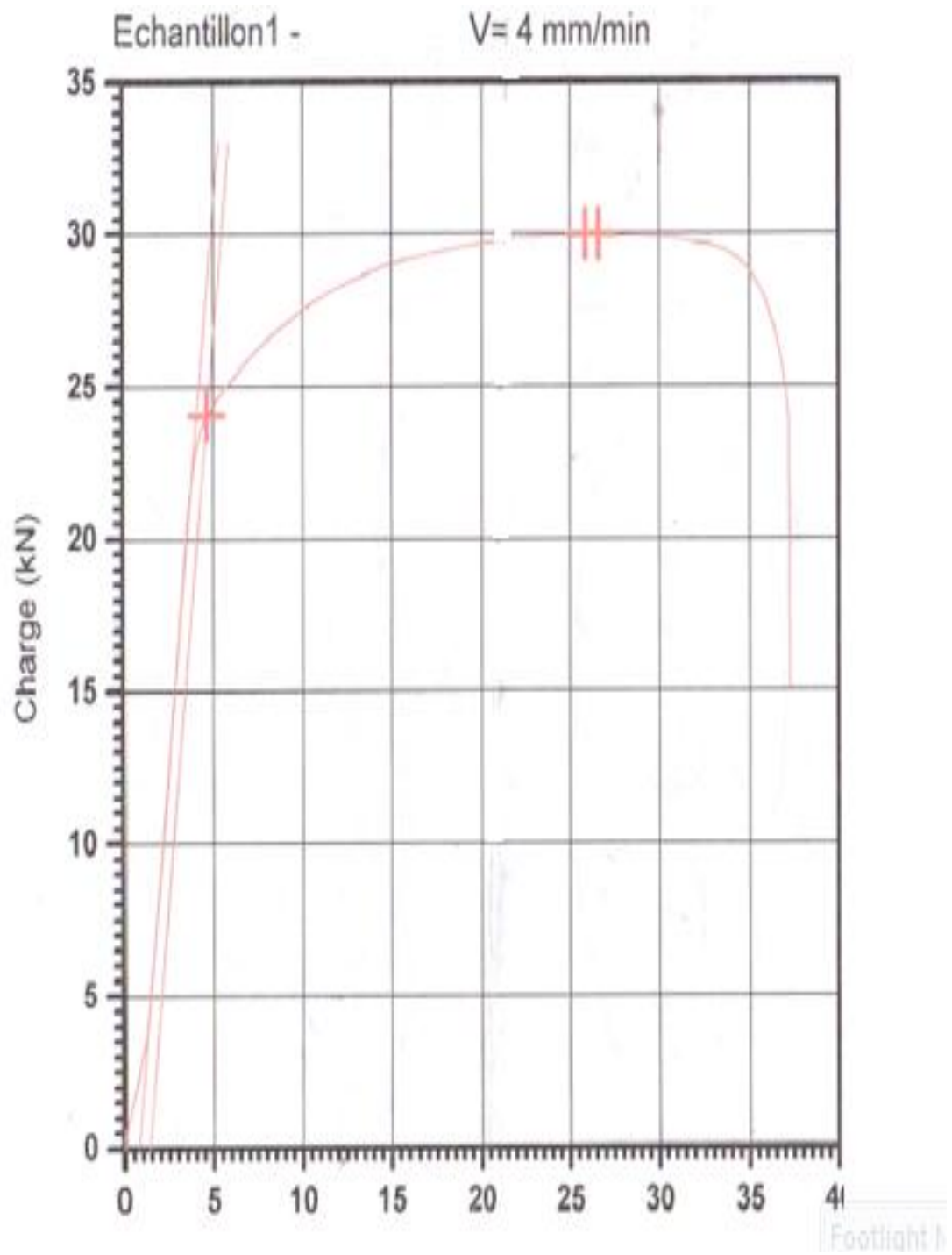


Figure 4.10: courbe de traction de 430 (Z8C17).

4.7.2 Evolution structurale de l'acier après laminage à froid :

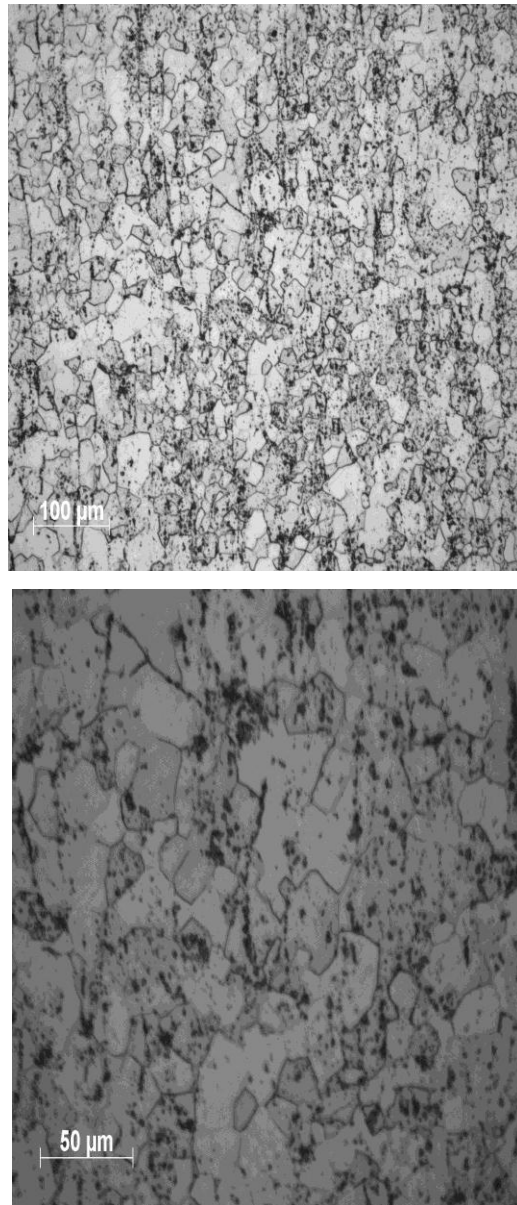


Figure 4.11: Structure de 430 (Z8C17) à 15% de déformation

Micrographie au MEB

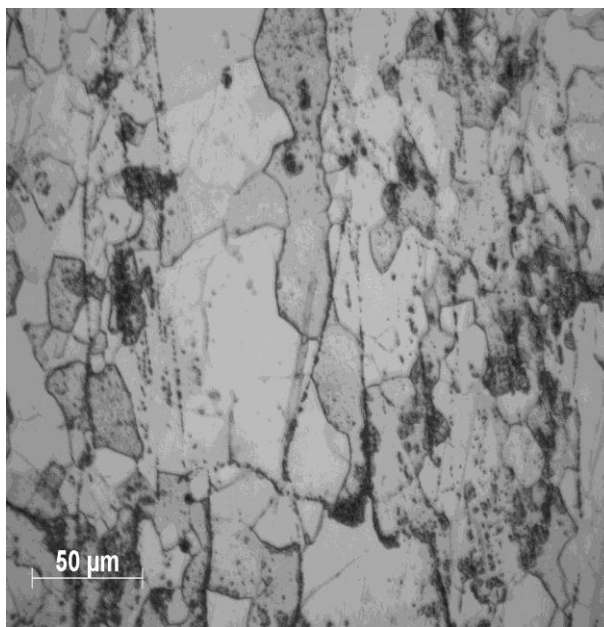


Figure 4.12: Structure de 430 (Z8C17) à 30 % de déformation

Micrographie au MEB.

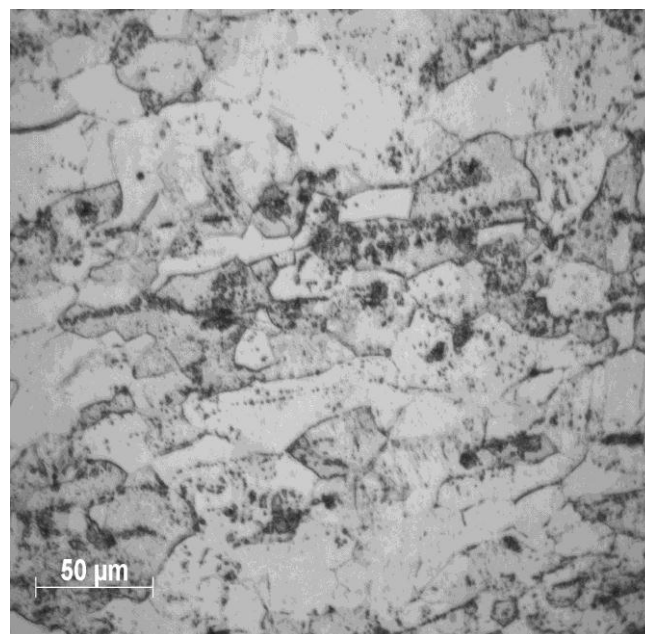
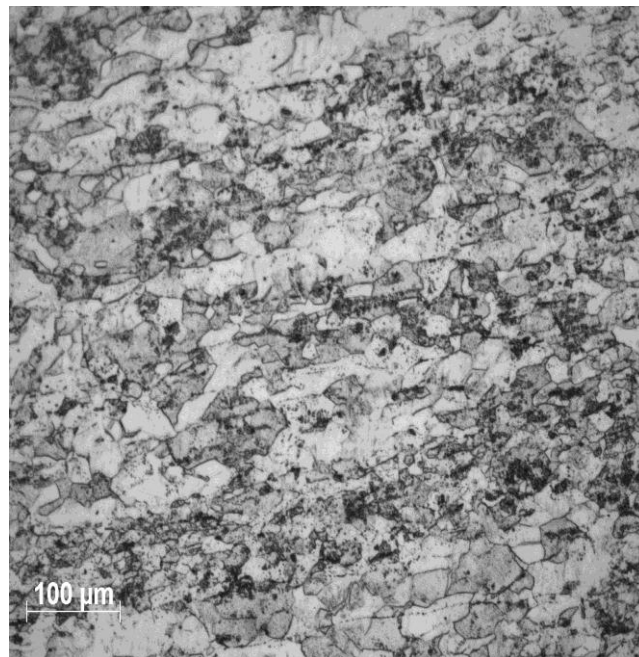


Figure 4.13: Structure de 430 (Z8C17) à 45 % de déformation

Micrographie au MEB.

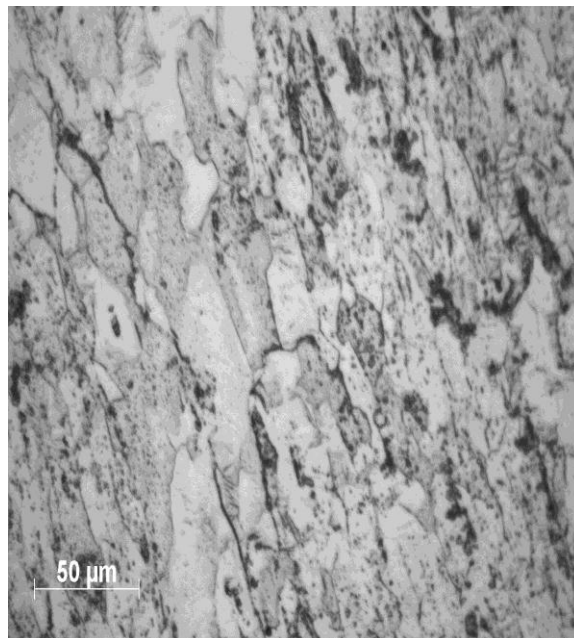


Figure 4.14: Structure de 430 (Z8C17) à 60 % de déformation

Micrographie au MEB.

4.7.3 Traitement Thermique : $T_R=800^\circ\text{C}$, $\tau=30$ min



Figure 4.15: Structure de 430 (Z8C17) à 15 % de déformation

Recuit à 800°C (X200), Micrographie optique.



Figure 4.16 : Structure de 430 (Z8C17) à 30 % de déformation

Recuit à 800°C (X200), Micrographie optique.



Figure 4.17 : Structure de 430 (Z8C17) 45% de déformation
Recuit à 800°C(X200), Micrographie Optique.



Figure 4.18 : Structure de 430 (Z8C17) 60%% de déformation
Recuit à 800°C(X200), Micrographie Optique.

4.7.4 Traitement thermique : $T = 700 - 800 - 900 - 1000 - 1100$ °C $\tau = 30$ min

Taux d'écroutissage 15%

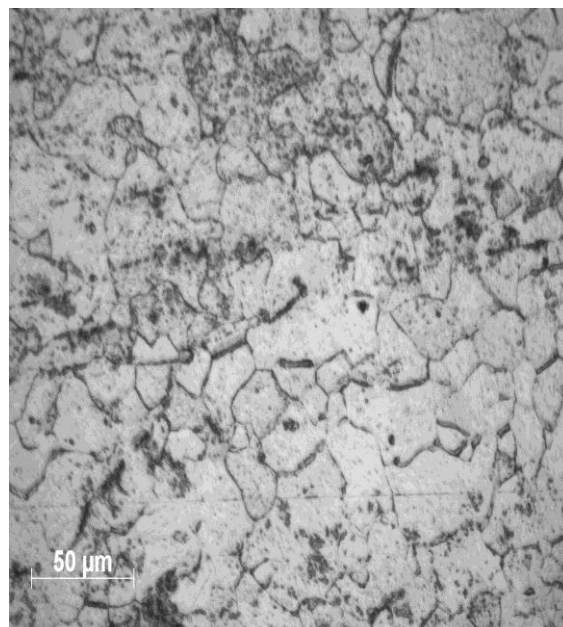
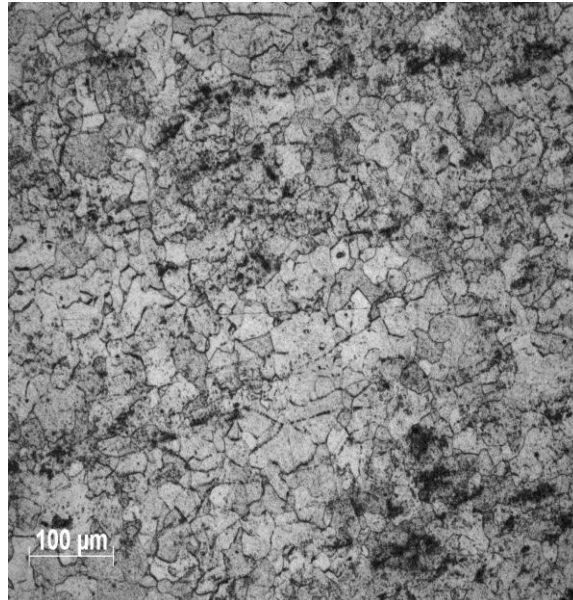


Figure 4.19: Structure de 430 (Z8C17) 15% de déformation

Recuit à 700°C, Micrographie au MEB.

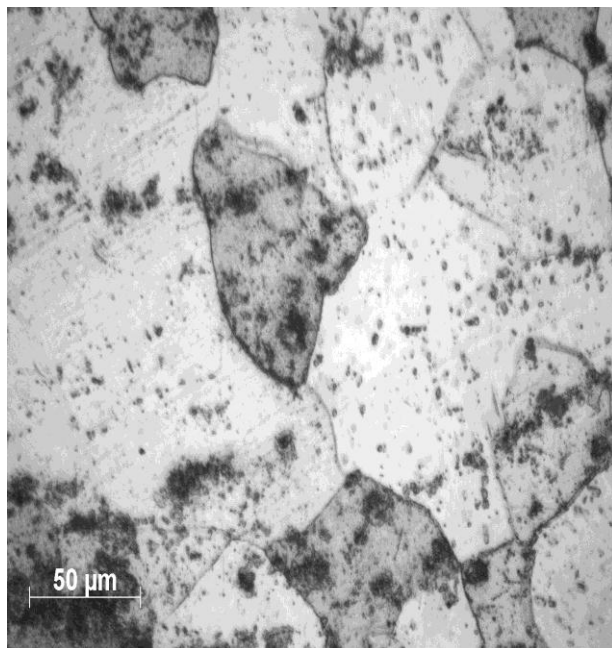
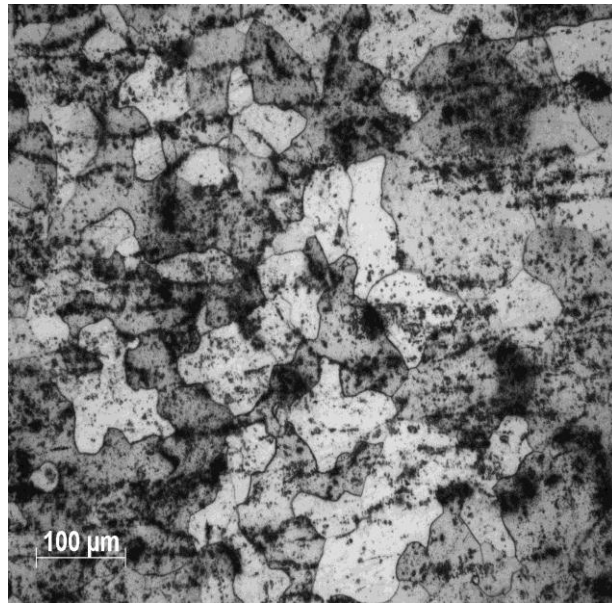


Figure 4.20: Structure de 430 (Z8C17) 15% de déformation

Recuit à 900°C, Micrographie MEB

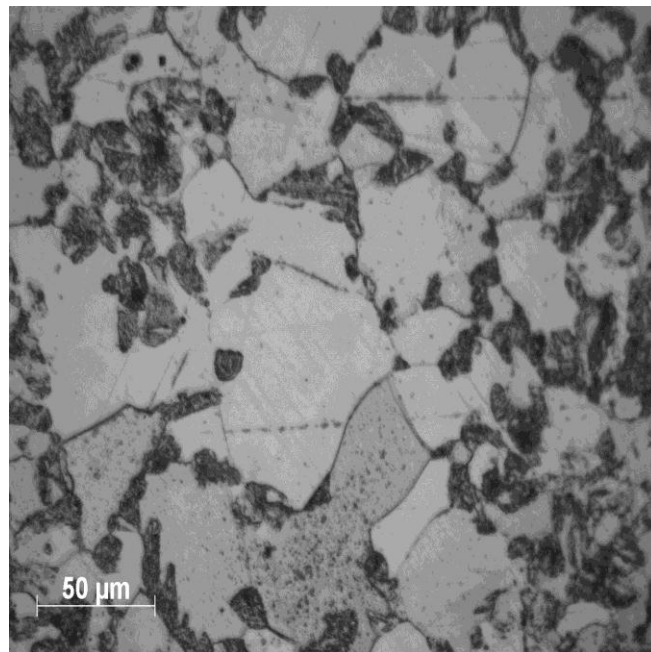
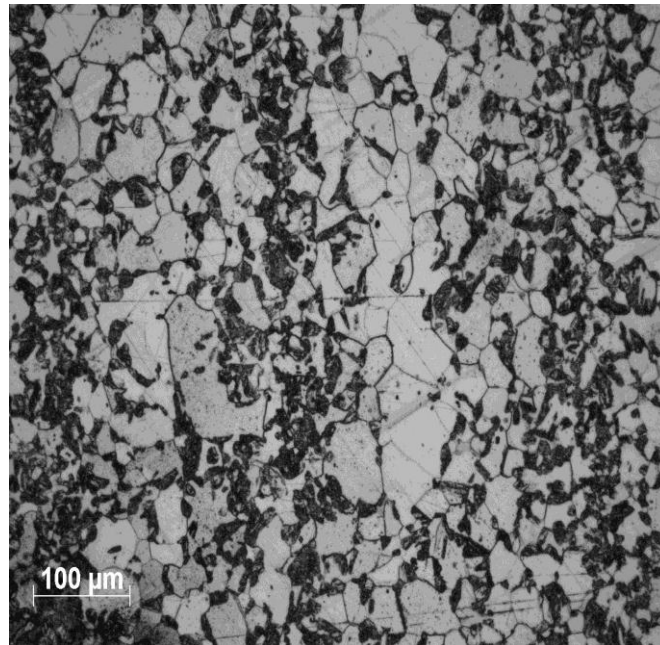


Figure 4.21: Structure de 430 (Z8C17) 15% de déformation

Recuit à 1000°C, Micrographie MEB

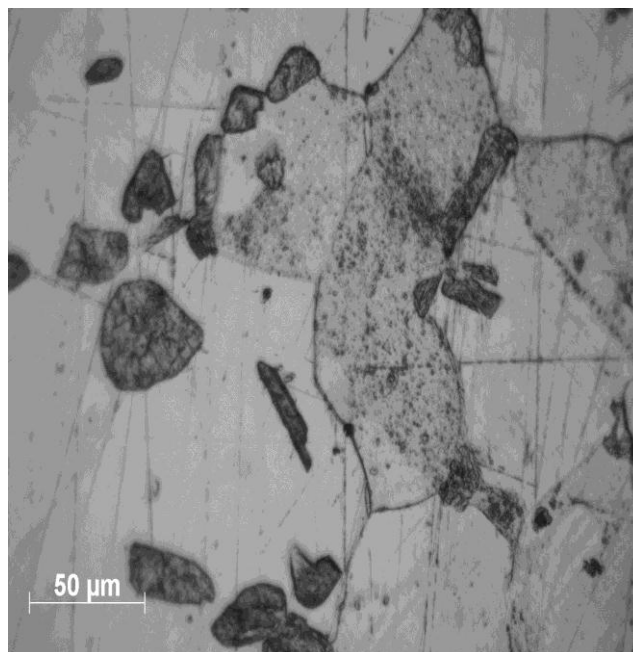
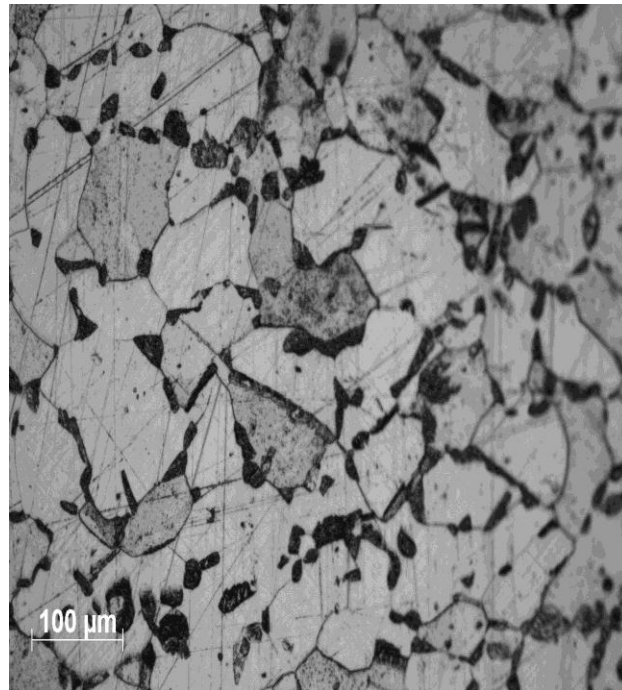


Figure 4.22 : Structure de 430 (Z8C17) 15% de déformation

Recuit à 1100°C, Micrographie MEB

Taux d'écroutissage 30%:

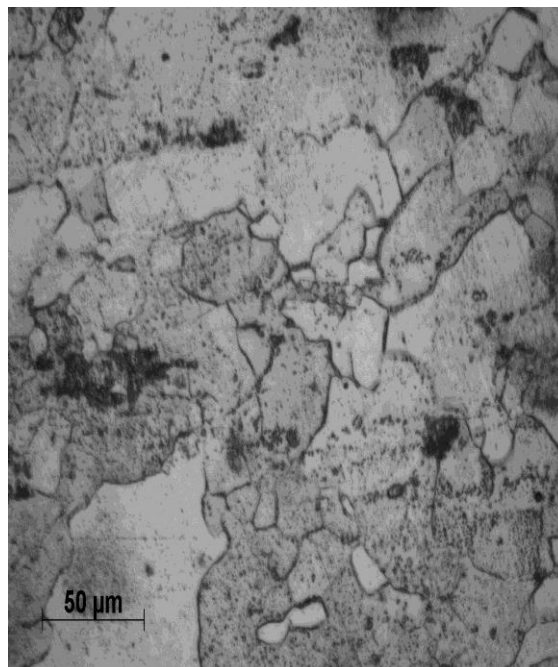
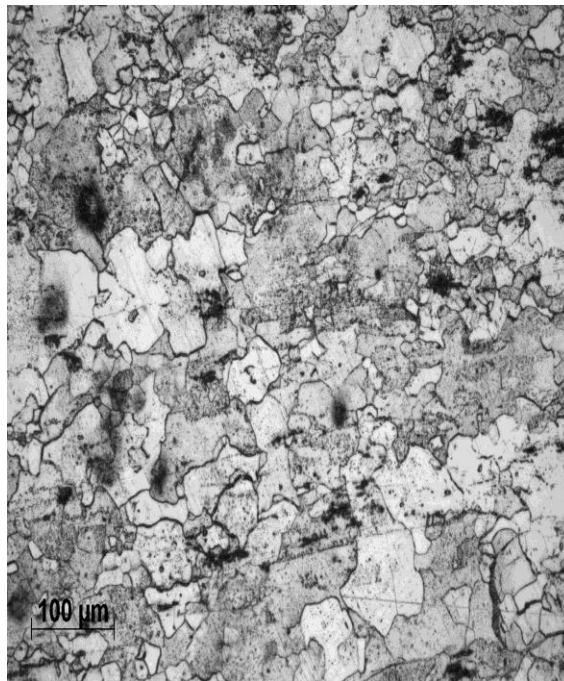


Figure 4.23: structure de 430 (Z8C17) 30% de déformation

Recuit à 700°C, Micrographie MEB

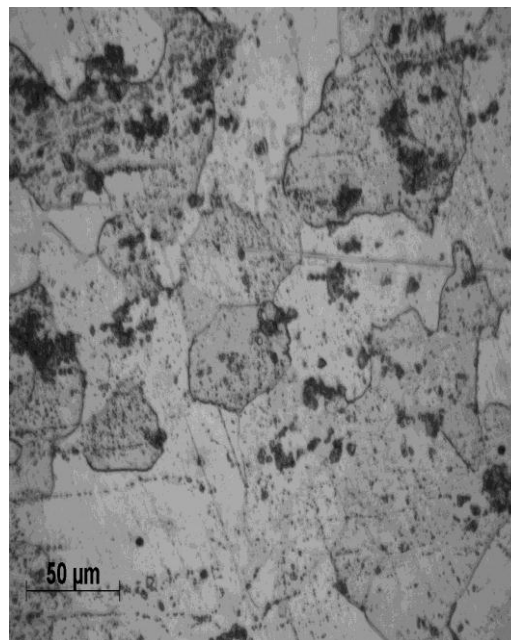
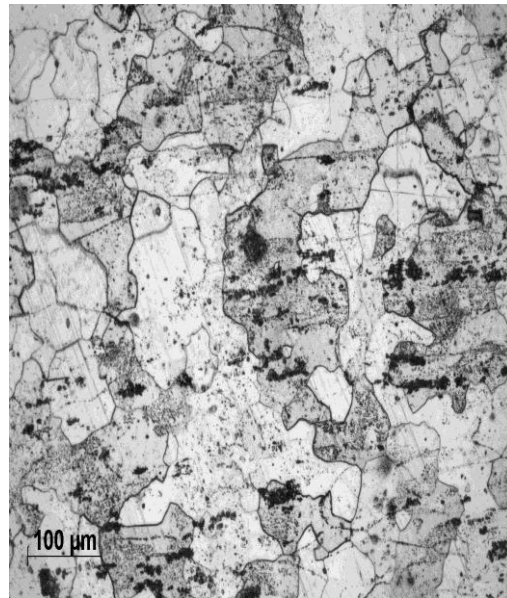


Figure 4.24: Structure de 430 (Z8C17) 30% de déformation

Recuit à 900°C, Micrographie MEB

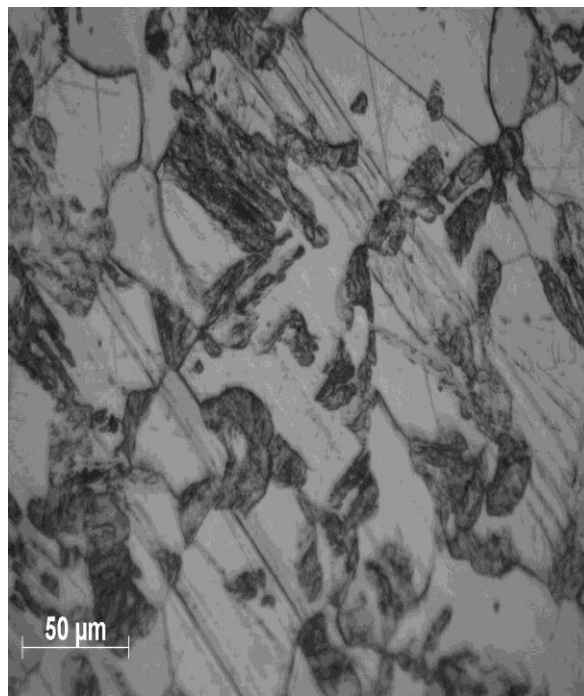
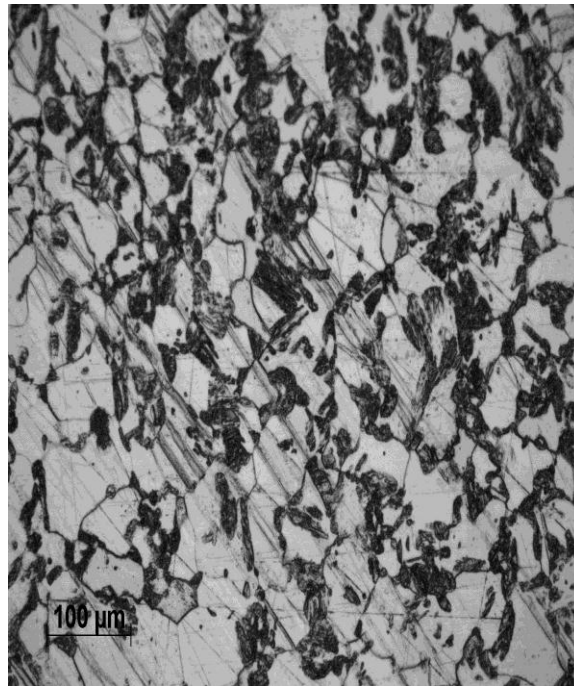


Figure 4.25: Structure de 430 (Z8C17) 30% de déformation

Recuit à 1000°C.

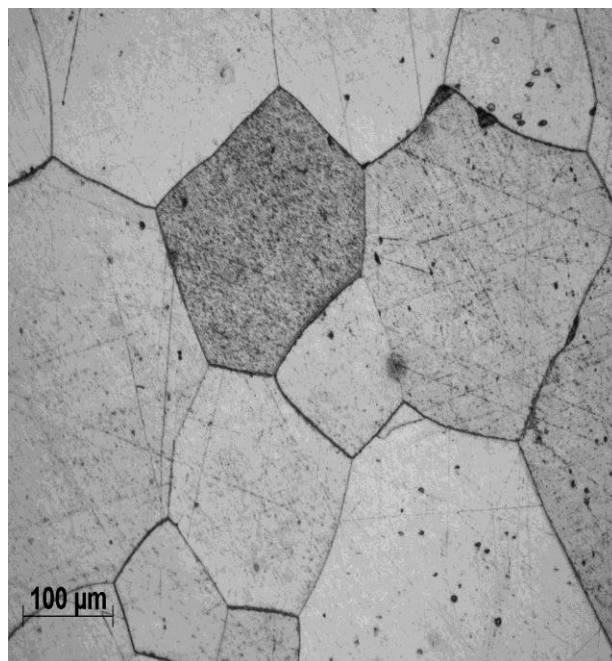
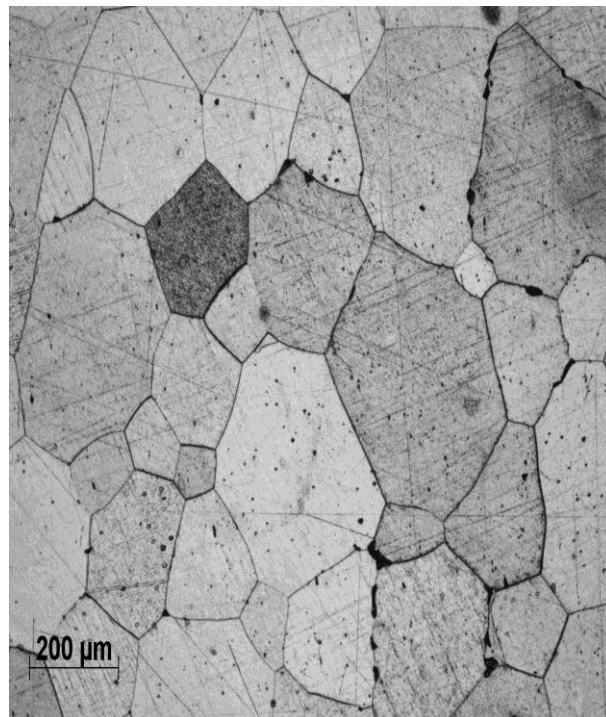


Figure 4.26 : Structure de 430 (Z8C17) 30% de déformation

Recuit à 1100°C, Micrographie MEB

Taux d'écrouissage 45%:

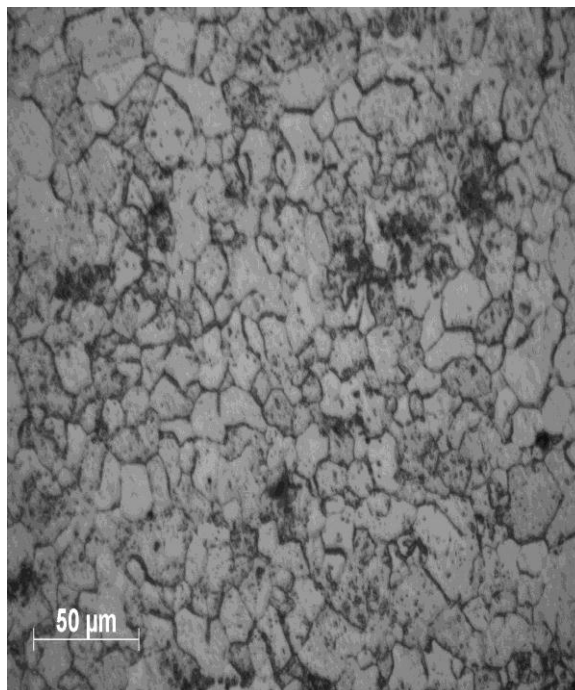
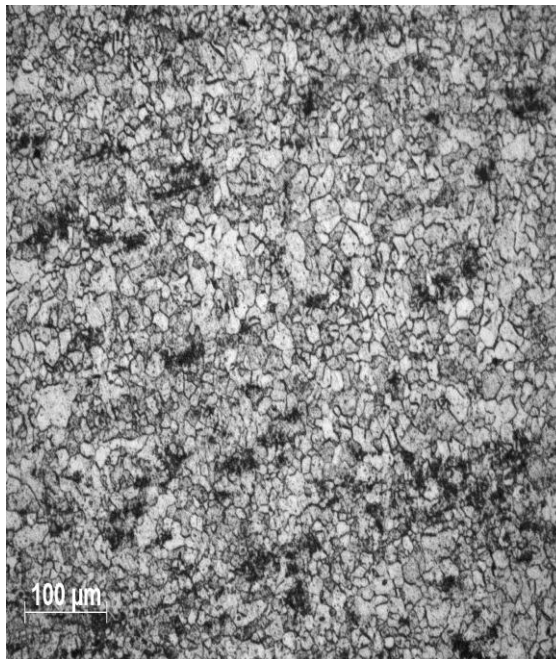


Figure 4.27: Structure de 430 (Z8C17) 45% de déformation

Recuit à 700°C, Micrographie MEB.

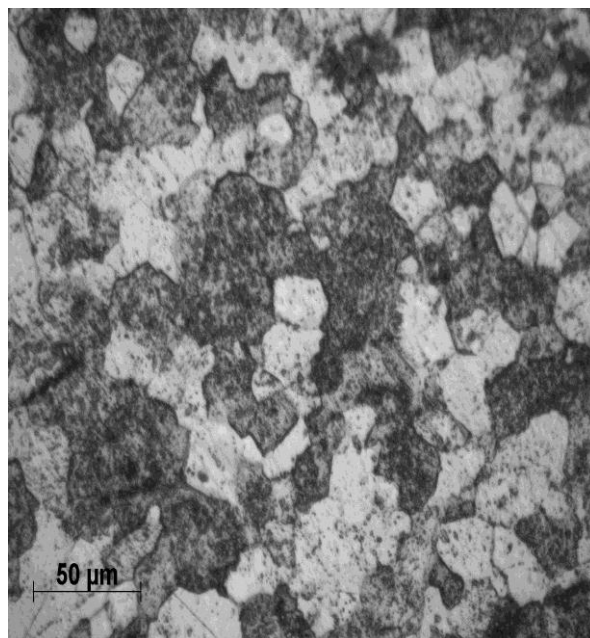
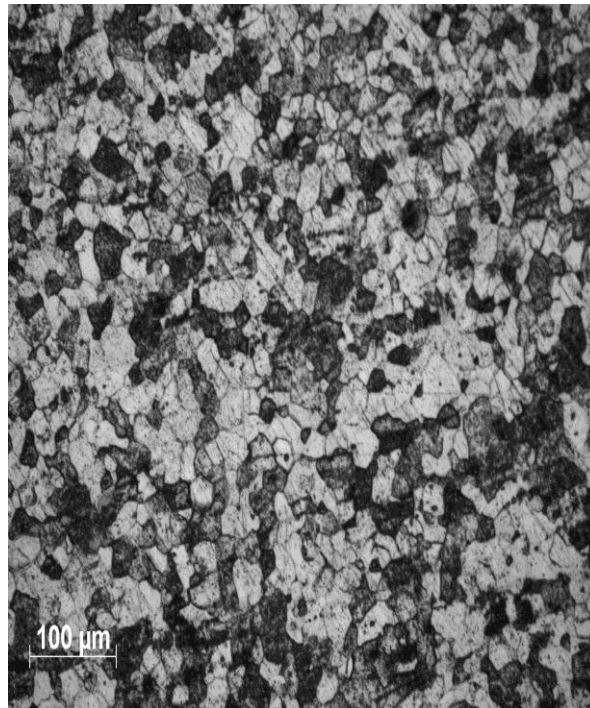


Figure 4.28 : Structure de 430 (Z8C17) 45% de déformation

Recuit à 900°C Micrographie MEB.

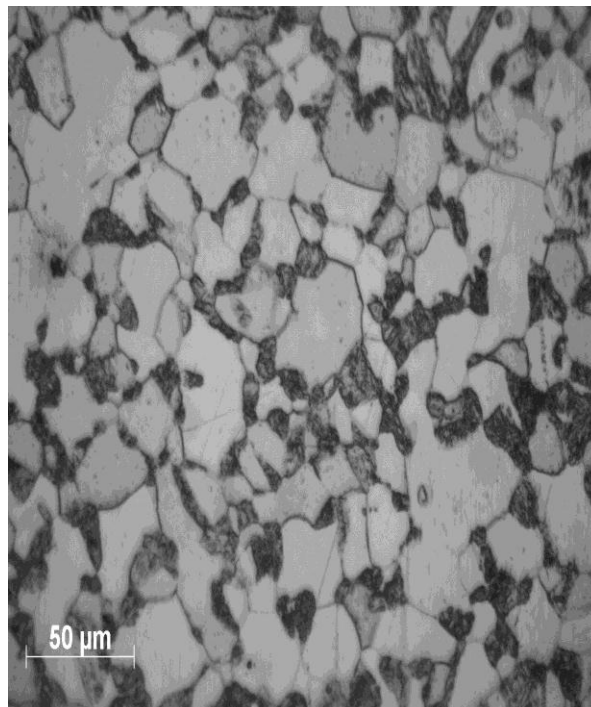
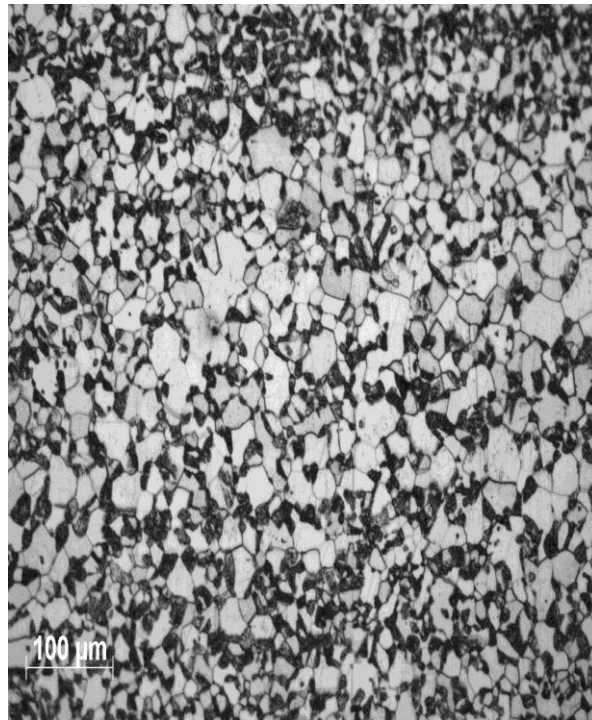


Figure 4.29: Structure de 430 (Z8C17) 45% de déformation

Recuit à 1000°C , Micrographie MEB

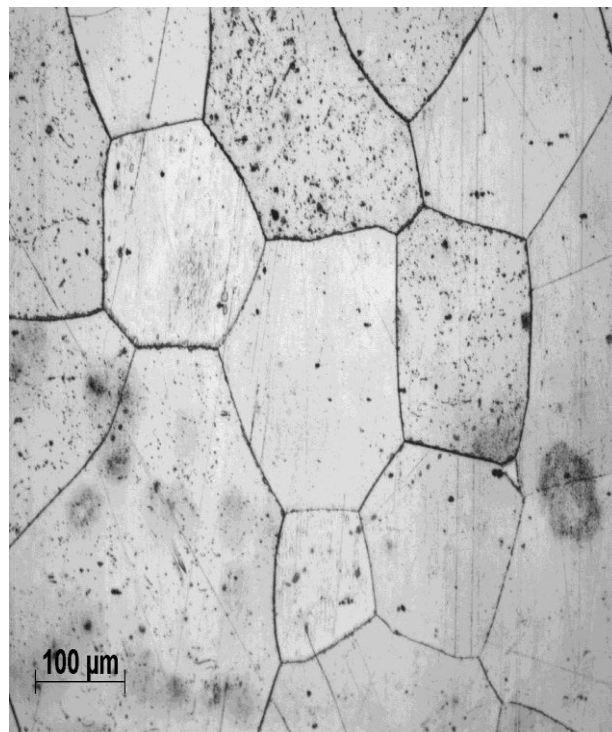
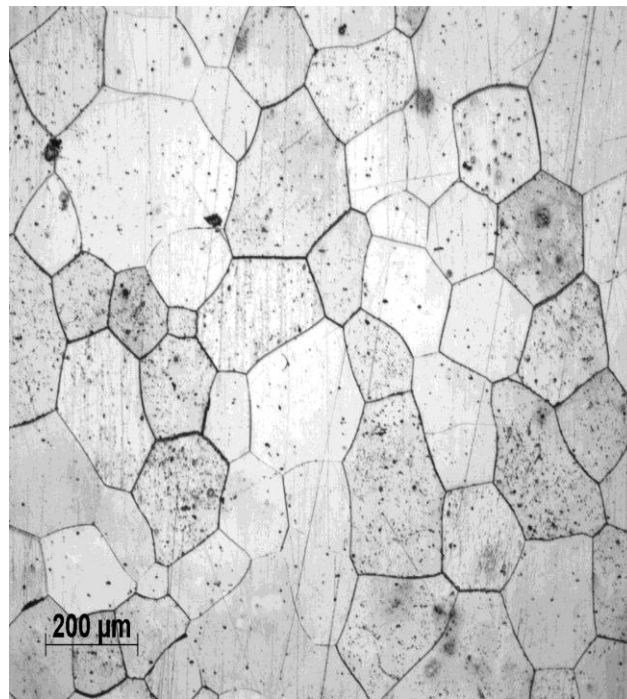


Figure 4.30: Structure de 430 (Z8C17) 45% de déformation

Recuit à 1100°C, Micrographie MEB

Taux d'écroutissage 60%:

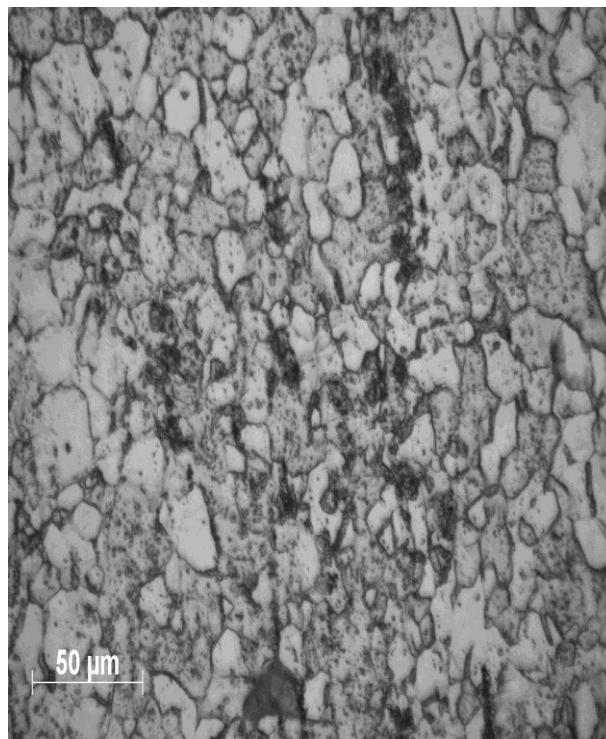
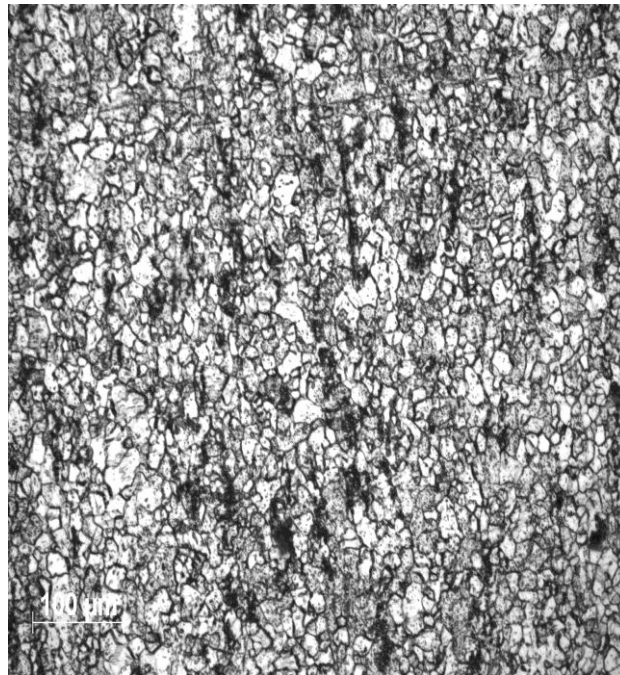


Figure 4.31: Structure de 430 (Z8C17) 60% de déformation

Recuit à 700°C, Micrographie MEB

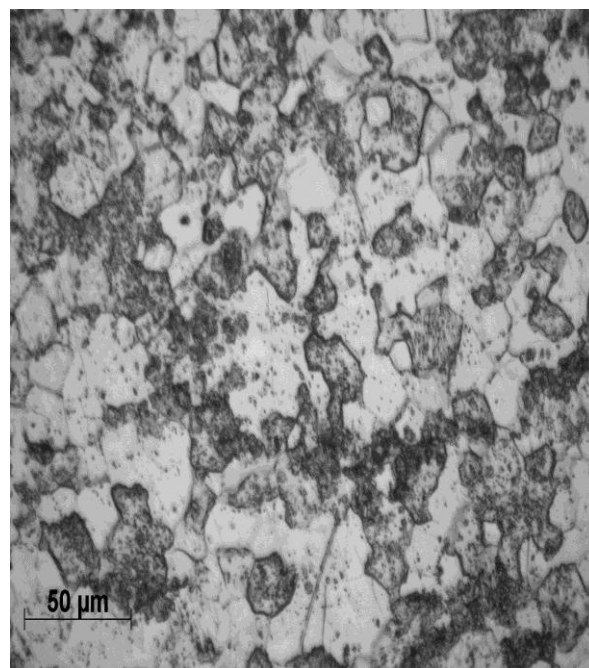
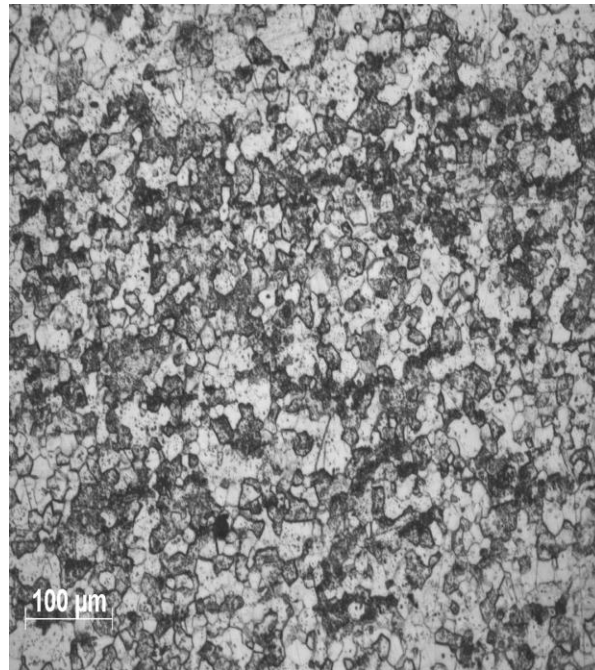


Figure 4.32: Structure de 430 (Z8C17) 60% de déformation

Recuit à 900°C, Micrographie MEB

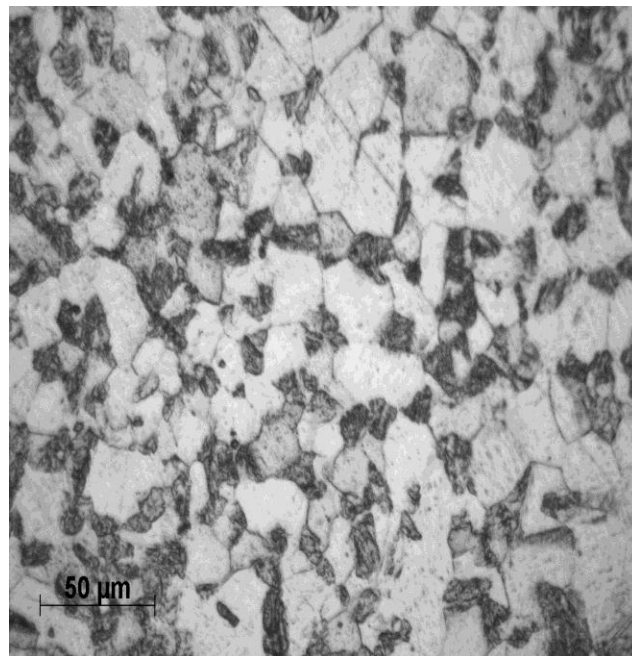
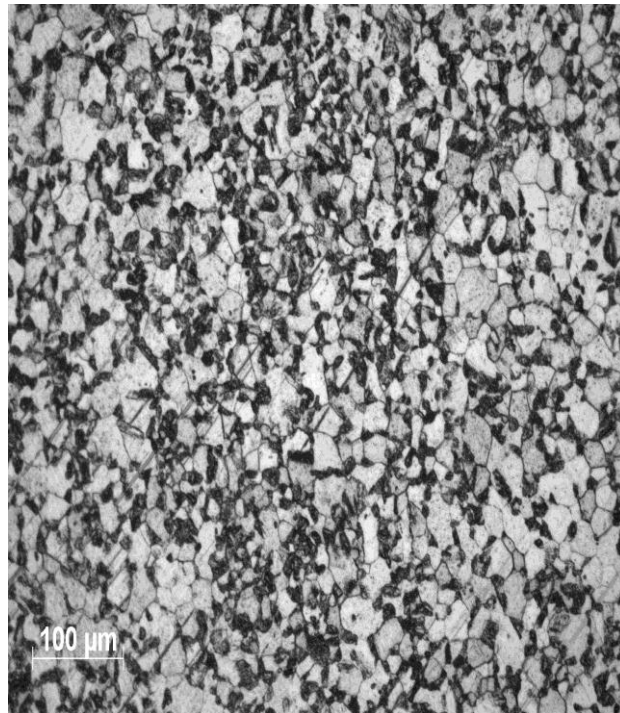


Figure 4.33: Structure de 430 (Z8C17) 60% de déformation

Recuit à 1000°C, Micrographie MEB

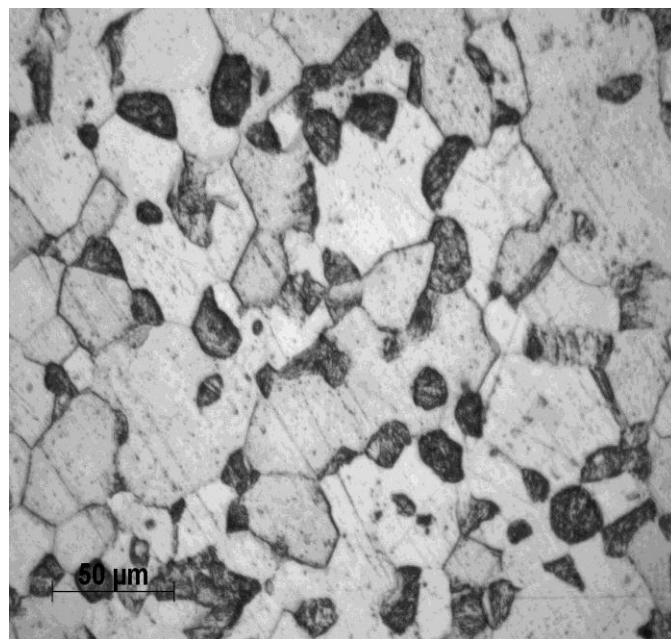
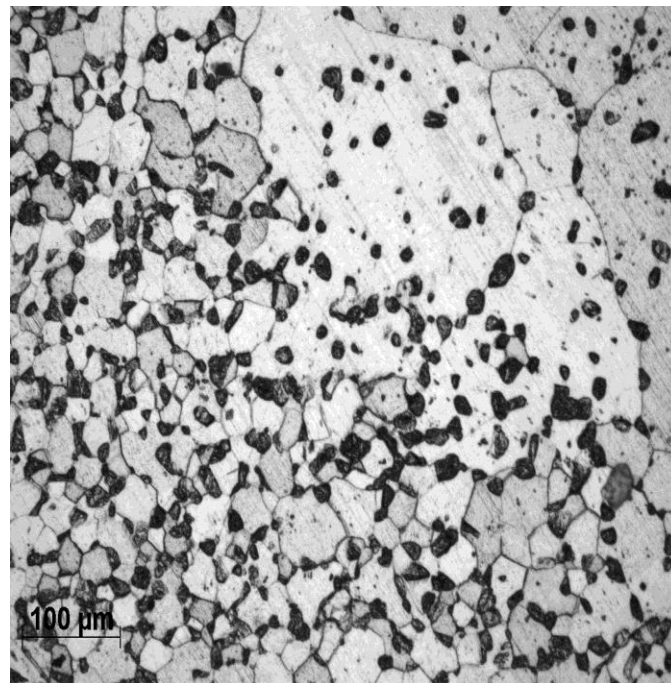


Figure 4.34: Structure de 430 (Z8C17) 60% de déformation

Recuit à 1100°C, Micrographie MEB

4.7.5 Traitement thermique : T=900, τ =2-5-10-20-30 min ; 60%:

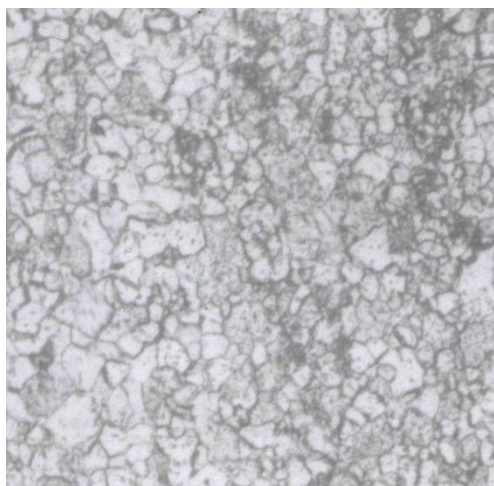


Figure 4.35 $\tau=2$ min (X200)

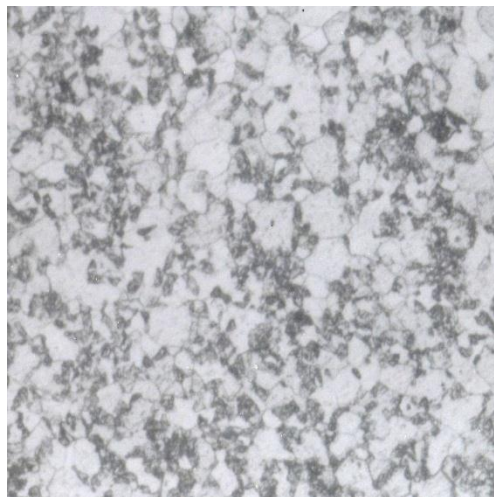


Figure 4.36 $\tau=5$ min(X 2000)



Figure 4.37 $\tau=10$ min (X200)

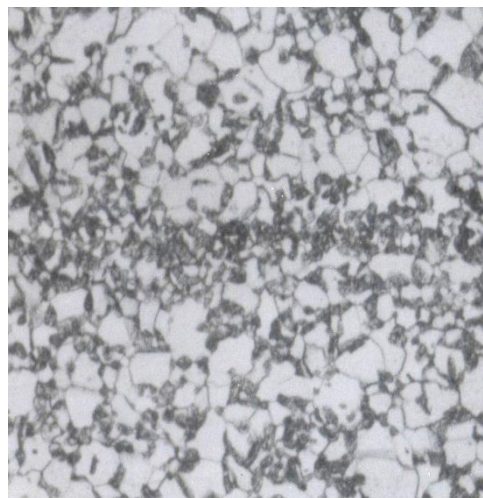


Figure 4.38 $\tau=20$ min (X200)

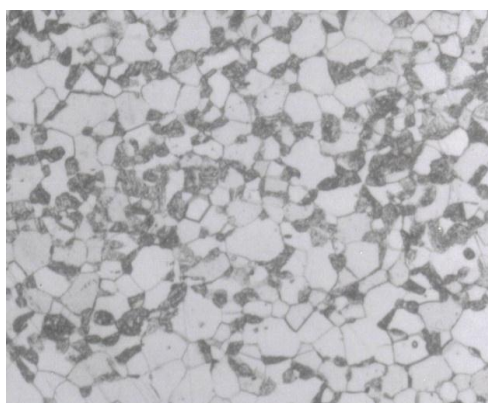


Figure 4.39 $\tau=30$ min (X200)

Taux d'écroutissage 60%: $\tau=2-5-10-20-30$ min $T=1000^{\circ}\text{C}$

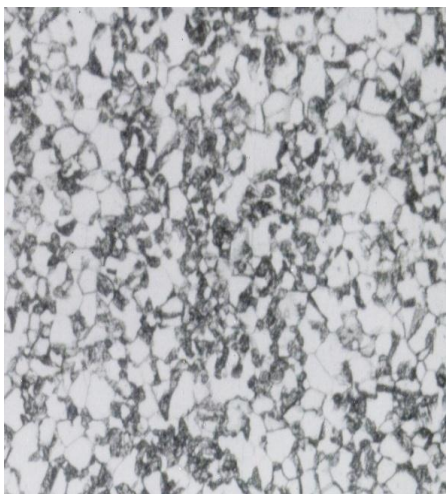


Figure 4.40 $\tau=2$ min (X100)

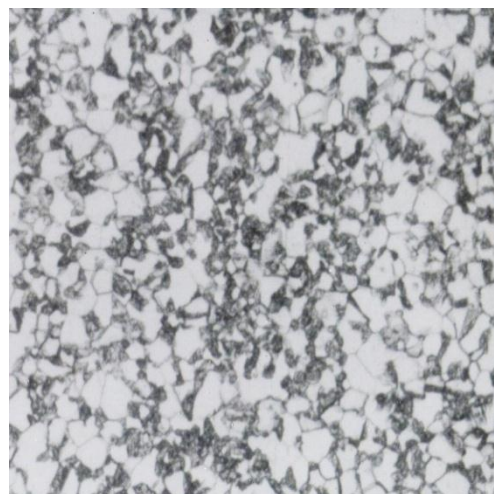


Figure 4.41 $\tau=5$ min (X200)

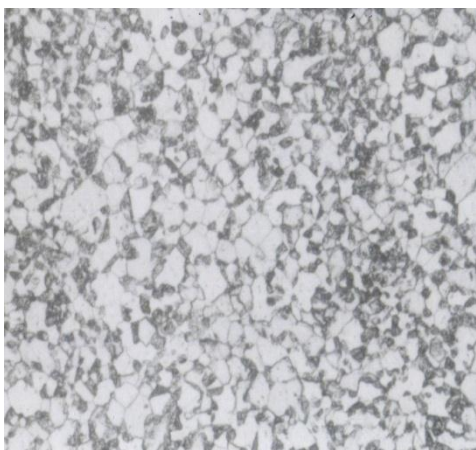


Figure 4.42 $\tau=10$ min (X200)

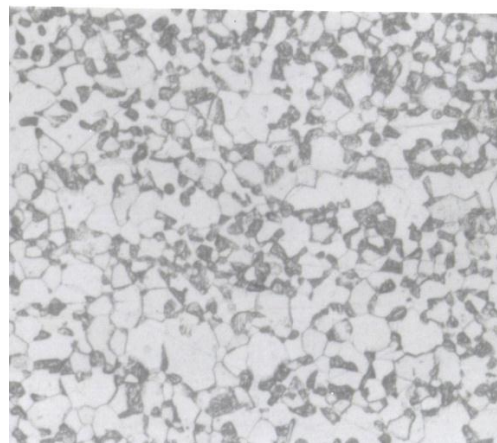


Figure 4.43 $\tau=20$ min (X200)



Figure 4.44 $\tau=30$ min (X200)

Taux d'écroutissage 60%: $\tau=2-5-10-20-30$ min $T=1100^{\circ}\text{C}$

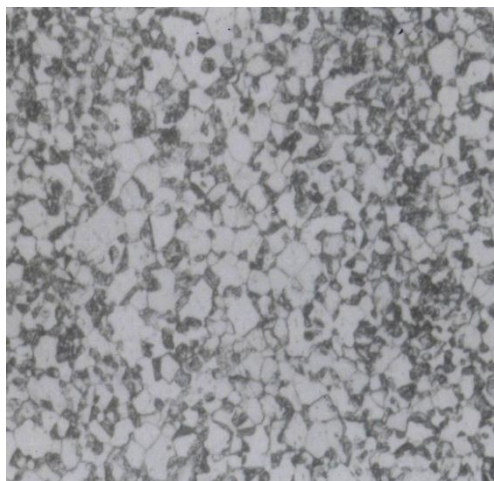


Figure 4.45 $\tau=2$ min (X200)

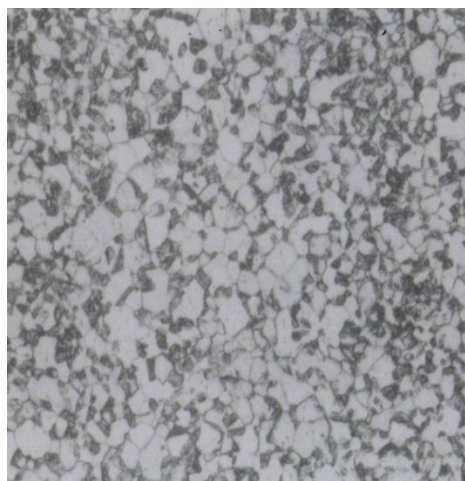


Figure 4.46 $\tau=5$ min (X200)

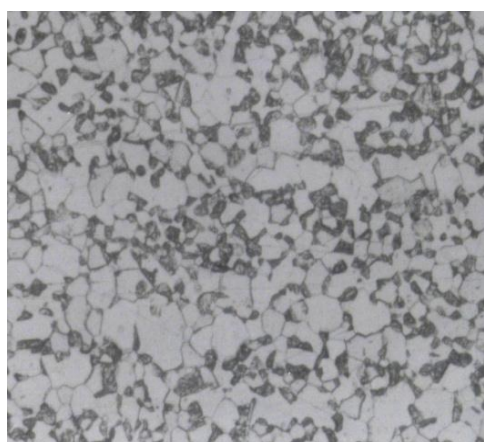


Figure 4.47 $\tau=10$ min (X200)

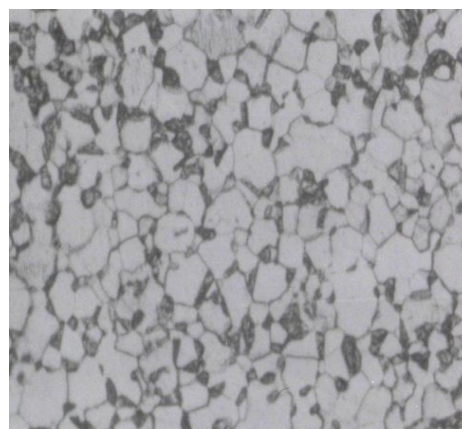


Figure 4.48 $\tau=20$ min (X200)

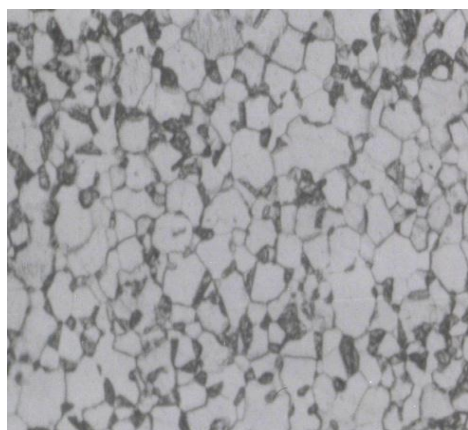


Figure 4.49 $\tau=30$ min (X200)

CHAPITRE 5

5 EXPLOITATION DES RESULTATS

5.1. Caractérisation métallographique.

Les microstructures obtenues à l'issu des études de déformation et recristallisation sont Comparées à celles de l'état de référence d'un acier brut, n'ayant subi aucune sollicitation mécanique ou thermique.

5.1.1. Caractérisation métallographique de l'état brute :

La figure 4.6 présente la structure de l'acier inoxydable à l'état de réception ; La ferrite apparait sous forme des cristaux polyédriques avec des contours nets. La taille des grains est variable avec une distribution normale. La dispersion des particules du carbure est non régulière.

5.1.2. Caractérisation métallographique de l'état laminé :

L'effet de l'écrouissage est bien mis en relief, (Figures 4.12, 4.13, 4.14) pour les forts taux de déformation (30%,45%,60%), une déformation globale des grains est clairement observée, conduisant ainsi après laminage à une structure granulaire fortement allongée dans la direction du laminage. ceci est traduit par une densité très importante des grains avec un empilement des grains plus moins equiaxes. En revanche, par rapport à l'échantillon faiblement déformé 15% (Figures 4.11) on observe une structure granulaire faiblement allongée dans la direction du laminage, donc l'effet d'écrouissage est traduit par un empilement de strates peu épaisses et moins longues.

Donc l'écrouissage provoque les modifications structurelles suivantes :

- ✓ une réduction de la taille des grains, dont la taille moyenne sera directement liée au taux de déformation, cette dépendance est bien décrite par la loi de Hall et Petch.
- ✓ les directions de glissement dans les différents grains sont amènés progressivement à être parallèles à la direction de la contrainte appliquée. On peut admettre alors que le grain est remplacé par la cellule d'écrouissage.
- ✓ les précipités et les inclusions sont également allongées et alignées dans la direction de la contrainte appliquée.
- ✓ la ferrite au chrome et les carbures étant stables à la température ambiante, donc la déformation va provoquer une fragmentation des grains.

5.1.3 Caractérisation métallographique de l'état recuit :

5.1.3.1 Caractérisation à la microscopie optique et MEB.

Le traitement de recuit à 800C° permet de l'appariation d'une structure cellulaire hexagonale, qui autorisant un équilibre optimal pour la structure.

5.1.3.1.1 Pour les échantillons faiblement déformés. (Taux d'écrouissage 15%)

En consultant la micrographie relative à des échantillons issus du traitement thermique à 700C° figure (4.19), nous constatons la présence des grains peut alignés et fibrés dans la direction de laminage, il semble que le traitement thermique effectué n'a pas pu éliminer l'effet de l'écrouissage.

Sur le plan approché de la thermodynamique, l'énergie plastique stockée dans le matériau n'a pas été totalement évacuée par ce traitement. On déduit aussi que le mouvement de grains (restauration et la recristallisation primaire) n'a pas eu lieu, pour cela la recristallisation à été retardé à une température plus élevée (800C°), figure (4.15), d'ou on à observé qu'il y a eu une formation des nouveaux germes dans les anciens grains,

apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice ferritique ou ils sont nés, (recristallisation primaire).

La croissance progressive de ces nouveaux germes dépend des anciens grains déformés, jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres, à ce stade la recristallisation primaire proprement dite est achevée, et on entre dans le stade appelé croissance des grains.

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

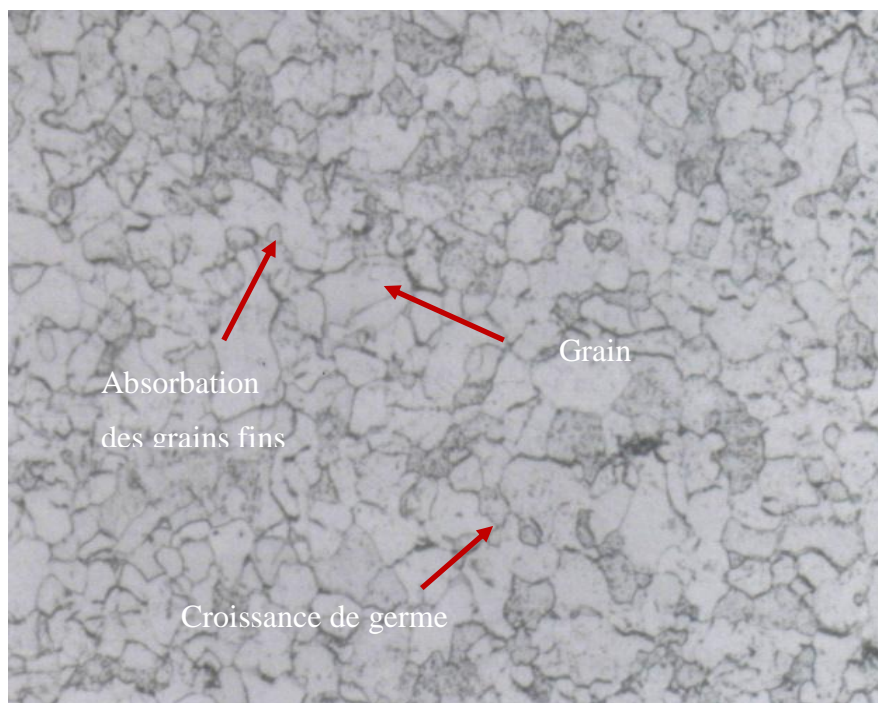


Figure 5.1: Evolution de grain 15% de déformation lors de la recristallisation à 900°C. Microscopie optique (X 200)

Le métal recristallisé possède un excès d'énergie sous forme des joints de grains, donc la force motrice est l'énergie inter faciale des joints. Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les joints de grains forment une structure cellulaire hexagonale, qui autorisant un équilibre optimal pour la structure.

Une morphologie anormale à été observée après un recuit à des températures élevées supérieures à 900°C, d'où il ya l'apparition des précipite inter -granulaire (figure 4.21), des carbures de chrome de types $M_{23}C_6$, ainsi la phase intermétallique σ . En plus les résultats obtenus ; montrent que le maintien à des températures supérieures à 1000°C entraînent des grossissements du grain ferritique, ce grossissement peut être gêné par les précipités ainsi par σ (figure 4.22).

5.1.3.1.2 Pour les échantillons fortement déformés.

Nous avons examiné, en MEB les échantillons fortement déformés (30%,45%,60%) à des différents températures de recuit, les figures (4.23..... 4.34) résumant les différentes observations micrographiques faites dans cette étude.

Nous pouvons admettre que ces échantillons sont les sièges d'un processus de recristallisation qui débute vers 700°C (figures 4.23, 4.27, 4.31) et se termine vers $\approx 950^\circ\text{C}$ (Figures 4.24, 4.28, 4.32), parce que nous avons constaté que les joints des grains forment une structure cellulaire hexagonale autorisant un équilibre optimal.

Sur le plan approché énergétique, nous pouvons dire que les traitements réalisés ont permis l'évacuation de l'énergie plastique stockée au sein des échantillons en questions, d'ailleurs la densité des grains qui caractérisent l'état de déformation et les échantillons subies des traitements de recristallisation. Dans ces traitements, le mécanisme de recristallisation à été déclenché au niveau des grains fortement déformé, par rapport aux échantillons faiblement déformé à 15%, pour les raisons suivants:

1. les déformations atteintes les valeurs maximales, elles sont supérieures à la valeur critique qui permet le lancement de la recristallisation.
2. plus le taux de déformation est grand, plus la température exigée pour initier la recristallisation est plus faible, et plus le taux de déformation est petit, plus la température exigée pour initier la recristallisation est élevée.

Donc, on peut conclure que le taux d'écroutissage est le facteur le plus important pour initier le phénomène de recristallisation à une température faible. Parce que les textures finales, après des fortes taux de l'écroutissage (grains fine), augmentent l'énergie stockée pour la recristallisation.

Il est bien observé que le maintien isotherme de ces échantillons dans le domaine de température entre 950 C° - 1000 C° engendre des précipitations de phases σ et des carbures de chrome de type $M_{23}C_6$. Donc La formation de ces précipités débute dans les interfaces et se propage à l'intérieur des grains ferritiques et même dans les interfaces ferrite/carbures $M_{23}C_6$, En élevant la température de recuit jusqu'à 1100C° on observe la disparition graduelle de ces précipités ainsi la phase σ figure (4.34) ou Complete (4.26, 4.30). Au-delà de cette température la microstructure de l'acier retrouve sa constitution monophasée, ferritiques C.à.d. que les structures sont exemptes de précipité.

5.1.3.1.3 Pour les différents temps de maintien:

Des observations microscopiques ont été effectuées à différent temps de maintien pour suivre l'évolution de phénomène d'appariation de la phase σ et les carbure $M_{23}C_6$ à 900C° , 1000C° et 1100C° (figure 4.35.....4.49) pour l'échantillon déformé à 60%.

On peut dire que le phénomène d'appariation de ces derniers s'effectue rapidement durant les premières minutes, et n'évolue ensuite que très Lentement, pour cela les longues durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros, donc le grossissement des grains peut être gêné par les précipités, parce que ils peuvent exercer une force d'ancrage sur les joints de grains, car les températures élevées conduisent parfois, au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale.

5.1.3.2 Caractérisation au microscope électronique à transmission:

L'évolution de la configuration de dislocations en fonction du taux de déformation est connue grâce aux observations effectuées par le microscope électronique à transmission sur des lames minces prélevées dans les métaux écrouis à 30% à température ambiante, et on a obtenue les structure suivants:

Une jonction triple:

La figure (5.2 x 40k c.-à-d.40.000 fois) ci-dessous montré que les joints de grains tendent à former une jonction triple qui peut être définie comme la ligne de rencontre des joints de trois grains différents. Cette jonction triple a été confirmée par l'analyse de diffractions sur les 3 grains bordant ce joint.

La figure montre que cette zone a forte présence de défauts de contours (cela est dû à la difficulté de préparation de l'échantillon).

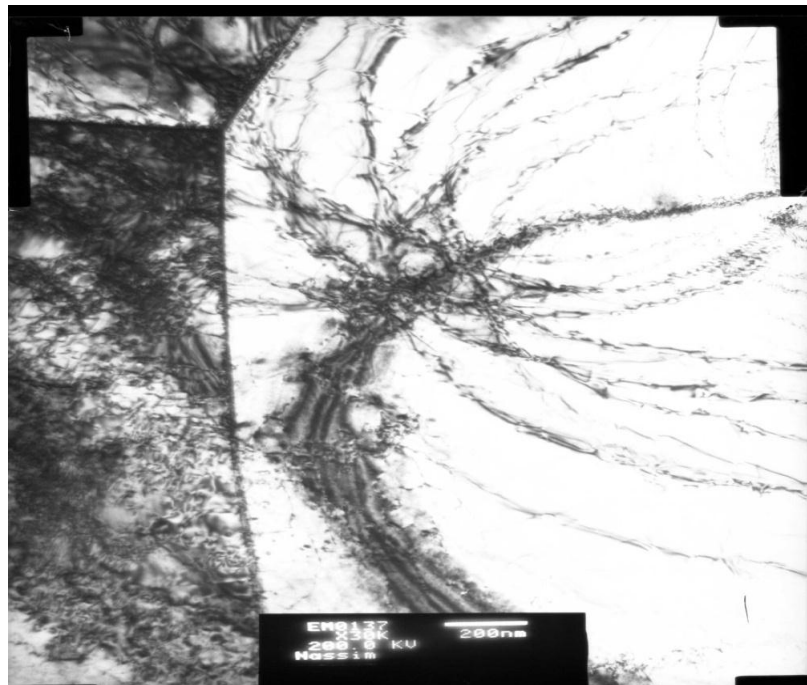


Figure 5.2: Joint triple observé par une lame mince examine au microscope électronique en transmission d'un échantillon de 430 (Z8C17) à 30 % de déformation.

Les dislocations :

La figure (5.3, X50k) ci-dessous présenté un champ de dislocation, cette dernière expose un enchevêtrement de dislocations qui commencent à s'arranger en une structure cellulaire c.à.d. cette dernière se concentrent au bord de ces cellules et vont former les parois qui conduisant a un écrouissage au stade final.

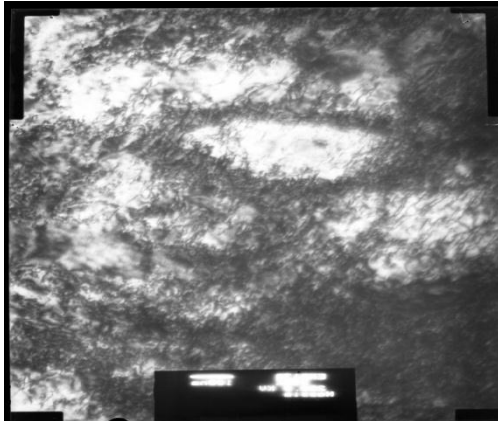


Figure 5.3: un champ de dislocation examine au MET de 430 (Z8C17) à 30 % de déformation. (X50k, 50.000 fois)

Ainsi on a effectué un zoom dans la zone cellulaire de la figure (5.3, X150k) qui a indiqué que L'intérieur de ces cellules s'appauvrit en dislocations mais reste le seul endroit ou les dislocations disposent encore d'une certaine mobilité. (Figure 5.4)

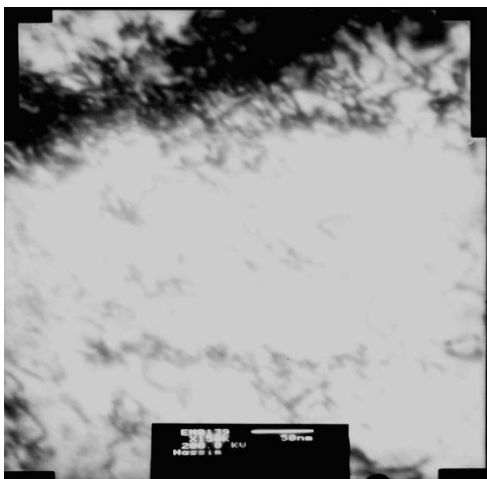
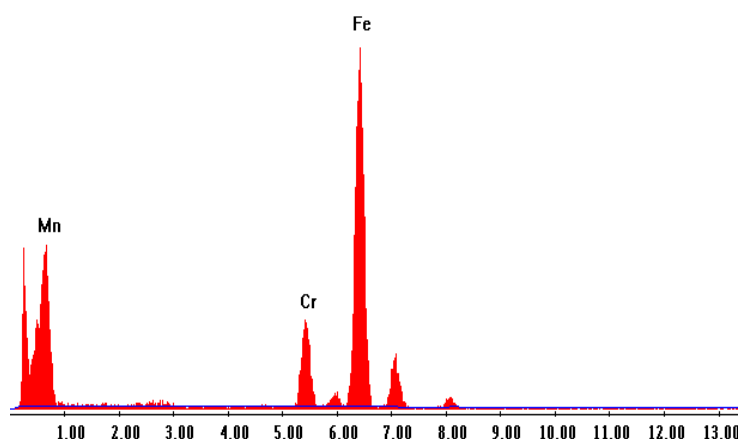


Figure 5.4: la zone cellulaire de la figure (5.3) examiné au MET. (X150k, 150.000 fois)

Le MET utilisé pour l'analyse de texture est aussi équipé d'un système d'analyse de composition chimique EDS (spectrométrie à dispersion d'énergie) qui nous a permis de connaître la teneur en éléments d'alliage principaux dans la matrice de alliage déformé à 30%. Des exemples des spectres d'analyse sont représentés dans les figures (5.55.7), les pourcentages massiques correspondants sont donnés dans les tableaux au-dessous.

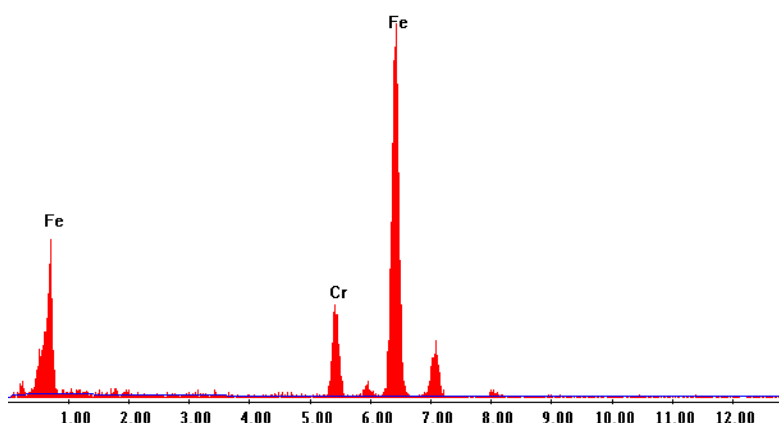
On remarque bien que les éléments d'alliage observée ne sont pas équitablement répartis dans le matériau, à cause des ségrégations chimiques résultant de la solidification dans certains endroits de l'acier, ce qui conduit à l'apparition d'une zone enrichie en Mn, Cr et Fe se forme d'un palmier de 10nm (Figure 5.2). Voir (figure 5.5 et 5.6)



Element	Weight %	Atomic %
MnL	19.3	19.4
CrK	14.9	15.8
FeK	65.8	64.8
Total	100.0	100.0

Figure 5.5: L'analyse EDS de l'alliage Z8C17 dans la zone de palmier

Composition nominal

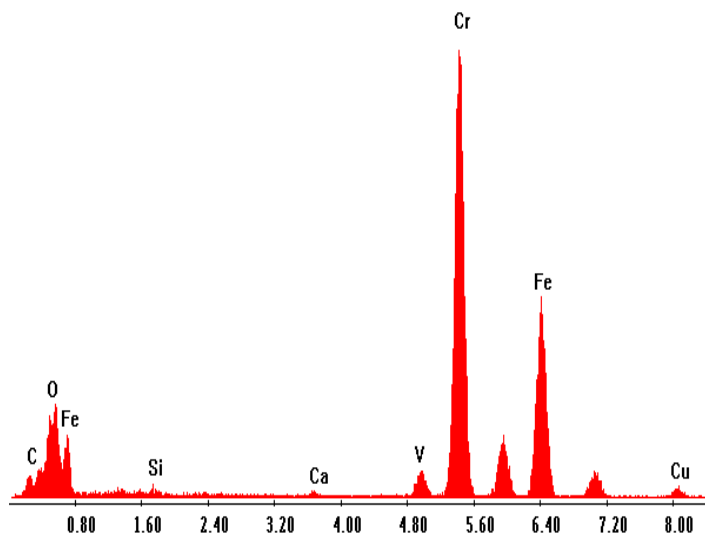


Element	Weight %	Atomic %
CrK	17.6	18.5
FeK	81.7	80.1
Si K	0.7	1.3
Total	100.0	100.0

Figure 5.6: L'analyse EDS de la matrice des éléments dans la phase claire

Composition nominal

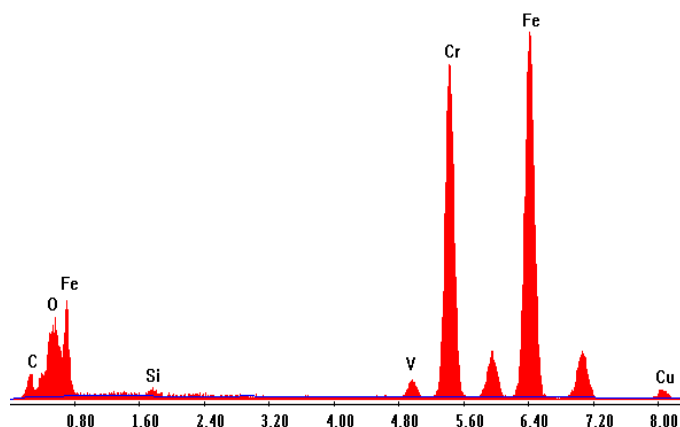
Tandis que la seconde micrographie prise en fond noir seul les précipite apparaitre lumineuse, elles sont localisé au joint de grain et même dans le grain sous forme rond. Ainsi que les précipites observée ne sont pas aussi équitablement répartis dans le matériau qui ont été confirmé par L'analyse EDS sur certains précipite



Element	Weight %	Atomic %
C K	2.8	9.6
O K	8.6	22.0
SiK	0.5	0.7
CaK	0.4	0.4
V K	2.9	2.3
CrK	56.8	44.6
FeK	26.4	19.3
CuK	1.6	1.0
Total	100.0	100.0

Figure 5.7: L'analyse EDS de dans le précipite (des éléments dans la phase sombre)

Composition nominal



Element	Weight %	Atomic %
C K	3.0	10.6
O K	6.9	18.4
SiK	0.5	0.7
V K	1.9	1.6
CrK	39.1	31.9
FeK	47.2	35.9
CuK	1.4	0.9
Total	100.0	100.0

Figure 5.8: L'analyse EDS de le précipite (des éléments dans la phase sombre)

Composition nominal

5.2 Caractérisation mécanique

5.2.1 Profil de la dureté à l'état écrouis :

Variation de la dureté en fonction du taux d'écrouissage: HV5=49,02N=5kg.

Tableau 5.1: variation de la dureté en fonction du taux d'écrouissage

Taux d'écrouissage	0%	15%	30%	45%	60%
Dureté (HV)	161	199	201	241	260

Les mesures de la dureté au niveau des échantillons déformé ont données des valeurs supérieures à celle de l'échantillon de référence (161HV), tout simplement à cause de l'écrouissage développé suite à l'essai de déformation.

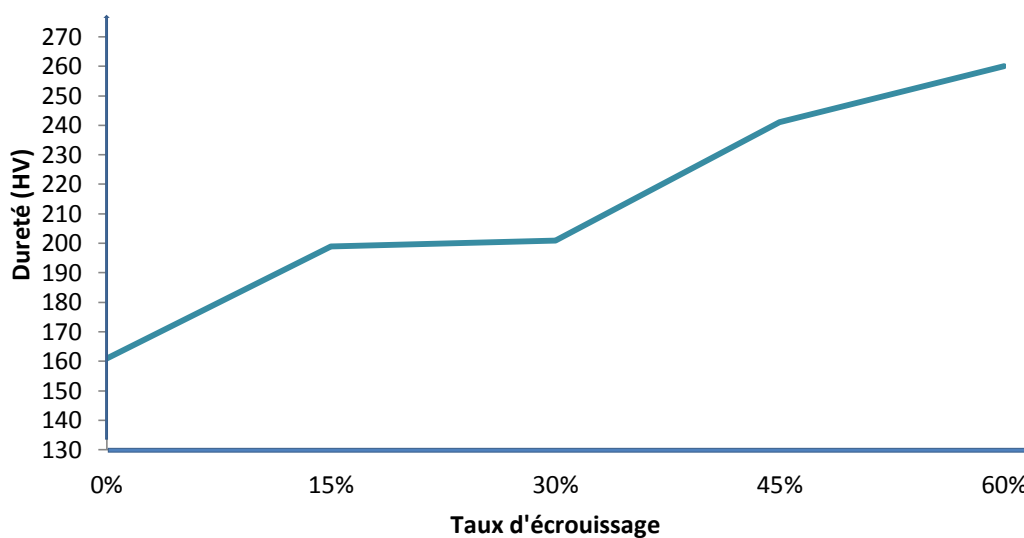


Figure 5.9: HV5=f (Taux d'écrouissage).

Cette constat peu être expliquée en se basant sur:

- ✓ Les joints des grains constituent des barrières pour les mouvements des dislocations, celles-ci glissent mieux qu'ont elles rencontrent moins d'obstacle (joint de grains défaut ponctuel, atome étranger. précipite...), donc elles augment la dureté de matériau. d'où résulte un durcissement du métal.
- ✓ Le nombre croissant des dislocations produites lors des déformations plastiques et leur interaction entre elles ou avec des impuretés, précipités conduit à réduire leur mobilité d'où résulte un durcissement du métal. l'écrouissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliqué et des conditions de déformation (température, vitesse de déformation).
- ✓ Les éléments en solution solide telle que le Chrome (Cr, Mn,.....etc.) qui se présente en substitution dans la matrice, augmente la dureté de la ferrite. parce que ils peuvent exercer une force d'ancrage sur les joints des grains
- ✓ l'effet des précipités, qui jouent un rôle important sur la dureté du matériau, leur stabilités, leur modes de déformation (déformable ou non), leur tailles et la distance entre eux, ces précipites constituent des obstacles aux mouvements de glissement des dislocations qui traversent les grains.
- ✓ En effet, la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité des dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains.

5.2.2 Profil de la dureté après traitement thermique :

Les résultats de l'essai de la dureté effectué sur les échantillons recuit à différents températures sont reportés dans les courbes suivantes:

La variation de la dureté en fonction de la température:

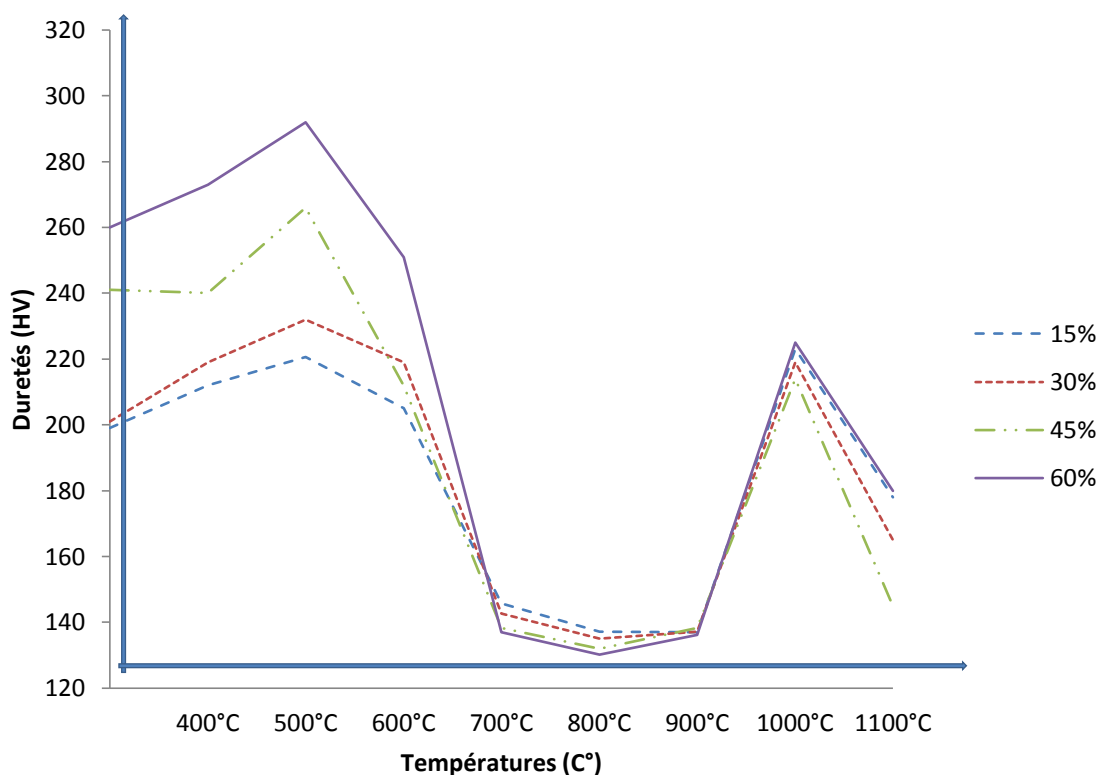


Figure 5.10 : HV5=f (Température de recuit).

D'après les courbes de la dureté (figure 5.10), on peut dire que la dureté des échantillons traité thermiquement est modifiée, selon l'évolution de la microstructure à différente zone de température ce qui confirme l'analyse théorique, c'est-à-dire on voit clairement d'après la courbe (5.10), qu'il y a une certaines analogies entre l'observation microscopique et l'évolution de la dureté.

Donc on a observé une augmentation de la dureté pour tous les échantillons qui es dû à l'apparition des précipites entre 400°C et 550°C de type M_7C_3 et M_3C (voir tableau I.6). Ainsi une diminution brusque de la dureté à partir de 550°C pour les échantillons déformés à 45% et 60% comparé à une diminution lente pour les échantillons déformés à 15% et 30% jusqu'à 650 °C. Donc ces courbes nous a permis de voir l'initiation de phénomène de recristallisation à une température supérieure à 550°C pour les différents taux de déformation 15%, 30% et 45% 60% qui à été confirmé par la diminution de la dureté jusqu'au approximativement 700°C, ainsi on 'a observée une stabilité de cette nouvel dureté entre 700°C et 900°C, mais les traitements thermiques effectués dans la tranche de température entre 900-1000 °C entraîne une élévation de la dureté dû au précipitation de la phase σ et des carbures de chrome $M_{23}C_6$, mais au-delà de 1000C° les précipites commencent à se dissoudre d'où la chute de la dureté observée, qui a été confirmé par l'observation microscopique.

On conclue ainsi que cette stabilité entre 700°C et 900°C et dû sous l'effet de la diminution de la densité des grains, et la minimisation de l'énergie stocké dans ces matériaux qui varie à son tour par le taux d'écroissage, donc on peut distinguer les stades suivant:

Stade de restauration :

Après un taux d'écroissage critique, de 15% Un recuit à $\approx \geq 700C^\circ$ permet la relaxation et la diminution des contraintes internes (défaut ponctuels et dislocation), et donne lieu à un premier stade de restauration des propriétés mécaniques qui a été bien observée d'après les courbes de la dureté (diminution de la dureté qui dû à la modification de la résistivité électrique (voir partie bibliographie). Mais cette dernière et d'autant plus au moins rapide, et se fait a une température plus basse que le taux d'écroissage élevée l'énergie stockée est plus élevé.

de de recristallisation :

Un recuit $\approx \leq 900C^\circ$ est suffisant pour terminer le processus de recristallisation, et dégage partialement l'énergie stocké aux niveaux des dislocations, qui a été bien observé dans les courbes de dureté (figure 5.10 diminution de la dureté). Donc la température du

recuit est le facteur le plus important dans la recristallisation, mais dans des conditions d'écroutissage déterminés,

Ainsi que la majeure partie de la précipitation du carbure s'effectue assez rapidement durant les premières minutes (2min, 5min, 10min) à des températures de recristallisation élevées qui provoquent une augmentation de la dureté (figure 5.11), mais le phénomène n'évolue ensuite que très lentement (20min, 30min) donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros, qui a été confirmé par une légère diminution de la dureté à 900°C et 1000°C, ainsi qu'une diminution remarquable à 1100°C, où ce grossissement peut être gêné par ces précipités. (Voir les figures (4.35.....4.49))

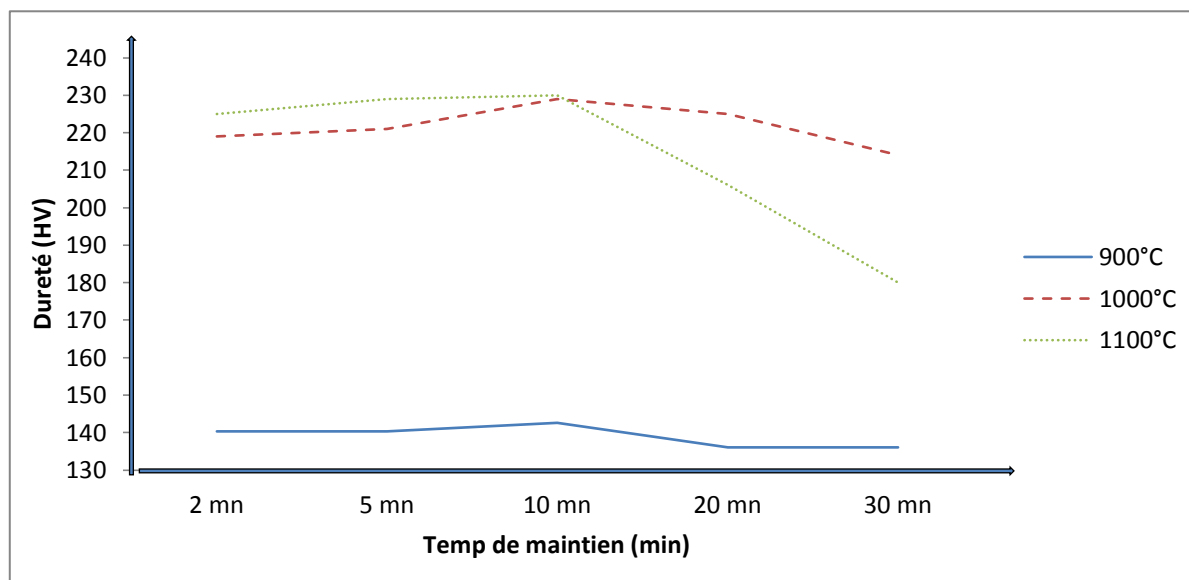


Figure 5.11 : variation de la dureté en fonction de temps de maintien à températures élevées de recuit.

CONCLUSION GENERAL:

Ce travail a permis de montrer l'effet de l'écroutissage par laminage à froid sur la microstructure d'un acier inoxydable ferritique de type (Z8C17), qui lui provoque les modifications structurelles suivantes :

- Une diminution de la taille des grains, dont la taille moyenne sera directement liée au taux de déformation, cette dépendance est bien décrite par la loi de Hall et Petch.
- les directions de glissement dans les différents grains sont amènées progressivement à être parallèles à la direction de la contrainte appliquée.
- Au point de vue macroscopique, l'écroutissage d'un métal conduit à une augmentation de la dureté (HV), de la résistance à la rupture (R) et de la limite élastique ($R_{0,002}$), mais en contre partie conduit à la diminution de l'allongement (A%).
- L'écroutissage des matériaux cristallins s'explique par l'immobilisation progressive des dislocations et va jusqu'à leur blocage complet.

Ainsi Le traitement de recristallisation effectué sur l'acier inoxydable ferritique conduit à différentes microstructures distinctes qui ont chacune des comportements mécaniques différents de celui de l'état initial, donc on peut dire que la recristallisation est caractérisée par le développement des nouveaux grains, au dépend d'une matrice qui se trouve dans un état structural moins parfaite, pour cela on peu conclure que :

- Le taux d'écroutissage est un paramètre très important dans la recristallisation; parce que plus le taux de déformation est grand, plus la température exigée pour initier la recristallisation est plus faible également.
- Ainsi les conditions de chauffage et de maintien en température de recuit ; parce que les précipites et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation, tout en diminuant la mobilité des nouveaux joints des grains. Pour un même taux de déformation, la température de recristallisation est d'autant plus basse, plus que le temps de recuit est long. Cette transformation est

accompagnée d'une diminution importante de R_m , R_e , HV et d'une augmentation d'A% et K.

- La taille des grains obtenus après recuit de recristallisation, qui ne peut se produire qu'à partir d'un certain taux critique de déformation, influe beaucoup sur les propriétés des alliages, car une structure à grains fines est plus résiliente qu'une structure à gros grains, qui n'est pas favorable pour des sollicitations mécaniques.
- Le choix de la température de recristallisation est en fonction du taux d'écroutissage et de la durée de recuit.
- Des maintiens à des températures élevées supérieures à 1100C° , entraînent des grossissements du grain ferritique, dont l'inconvénient est de provoquer une baisse à la fois de R_e et ténacité; cela conduit souvent à une fragilité inacceptable.
- Les traitements thermiques effectués dans le domaine de température $900\text{-}1000\text{C}^\circ$ Provoquent des transformations de phase complexes. Ces transformations se caractérisent par la précipitation hétérogène de la phase σ et des carbures de chrome de types $M_{23}C_6$ dans les joints de grain, mais ces derniers dissolvent après un chauffage $\geq 1000\text{C}^\circ$.

APPENDICE A

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

A	: Allongement à la rupture
B	: une constante.
E_d	: l'énergie emmagasinée dans les dislocations
E_j	: l'énergie des sous-joints
G	: taux de croissance
K	: la constante de Boltzmann
L	: longueurs initiale de l'éprouvette
L_r	: L'allongement maximum de rupture
L_U	: longueurs de l'éprouvette après rupture
L_0	: longueurs de l'éprouvette avant rupture
N	: taux de germination
P	: t la variation de pression vapeur aux extrémités du joint
S_0	: la section initiale de l'éprouvette avant déformation.
S_u	: la section de l'éprouvette après la rupture
V	: Le volume atomique,
R_e	: la Limite élastique
$R_{p0,2}$: la limite élastique à 0.2%
R_m	: la résistance à la rupture
T_f	: Température de fusion.
X_v	: la fraction de volume recristallisée
Z_u	: L'allongement de striction
Z	: Le coefficient de striction
r	: le rayon de courbure de grain

d	: la taille moyenne d'un grain
t	: Le temps
α	: Structure cubique centrée
γ	: Cubique à face centré
γ_i	: L'énergie spécifique des joints
δ	: Structure cubique centrée
ε	: la déformation
$\Delta\mu$: Variation de résistivité
η	: phases intermétalliques Laves
θ	: Température de fusion
σ	: phases intermétalliques sigma
τ	: Temps de maintien
χ	: phases intermétalliques chi
δ	: Densité des dislocations
ρ	: Résistivité de l'échantillon
$\Delta\rho$: la résistance électrique relative

Références bibliographiques

1. K. Lazazi., “ Etude de comportement en fatigue thermique d'une soudure en acier inoxydable austénitique de nuance AISI 304”, ENP 2008.
2. P. Cunat., “ Techniques de l'ingénieur, “ critère et choix” M4540
3. L. Colombie., J. Hohman., “Aciers inoxydables, Aciers réfractaires”.
4. P. Cunat ., “ Techniques de l'ingénieur. Traité matériaux métalliques ” M4451.
5. Lacombe., Baroux., Beranger., “Les aciers inoxydables, Les éditions de Physique”, 1990.
6. M. Colombie., “Technique de l'ingénieur, Les aciers inoxydables ” M320-1.
7. T. Berguiga., “Caractérisation de l'état de déformation et comportement à la recristallisation des soudures en acier inoxydable 316L. Mémoire de Magistère ”, ENP2002.
8. F. Haessner., “Recrystallisation of Metallic Material ”,1978.
9. “ Influencé de la mise en forme MXE-010, Travaux pratique de Matériaux TPII”.
10. “ des Matériaux”.
- 11.S. Jakani., “Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre Tréfilé thèse de Doctorat. ”, Université PARIS SUD, 2000.
12. B. JAOUL., “Etude de la plasticité et application aux métaux”, Paris.1965.
13. M. Jean-Pierre., M., Tomá, K, Jean-Philippe., “Mécanismes de la déformation plastique ”, Ecole de Mines de Nancy, 2005.
14. D.CHERIF., “Etude des interactions précipitation recristallisation dans les alliages d'aluminium- manganèse par mesure de frottement intérieur”, Thèse d'état, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1983.
15. F. Haessner., “Recrystallization of Metallic materials”, editor F. second edition, Riederer Verlag, Stuttgart, p. 1, 1978.

16. R. CAHN. , “Recovery and Recrystallization”, Elsevier Science. Phys 33,pp 2958.1996.
17. H. Hu ., “Recovery and Recrystallization of Metals”, ed, L. Himmel, John Wileyand Sons, New York, p.311. 1964
18. J. Li., “Recrystallization, Grain Growth and Textures” ed, H, Margolin, ASM, Metals Park, Ohio, p. 45. 1966.
19. Bouabdallah.,“ Propriétés aux interfaces,Cours de PG” Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.
20. J. Bailey., E. Thomas., J.Washburn., “In Electron Microscopy and Strength of Crystal's” eds. G. Interscience, New York, 535 p. 1963
21. N. Ryum., Acta Met. vol 17 p831. 1969
- 22.P. Beck., J. Sperry., P. Appl., Phys p.21150. 1950.
23. J. Bailey., P. Hirsch., B. Proc., R.Soc., Phys, p26711. 1962.
24. J.Masmoud., “Etude de la recristallisation d’un acier inoxydable ferritique a 17% de chrome et a faibles teneurs en éléments interstitiels par mesure de l’amortissement interne” Elsevier, Pane, Chum, Ser, Mat, 26 (3), pp. 17-25. 2001,
25. J.Schmitt., J.Thomas., “Recristallisation Dynamique dans les aciers”. Journal de physique **iv** , Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Vol 5.1995.
26. Saad Bensaada., “Phenomenes de recristallisation, de precipitation et de dissolution discontinue dans les alliages ni-1,4 AT.% IN, NI-6,2 AT.% IN, AL-15AT.% ZN, AL-30 MASS.%ZN, CU-4,6 AT.% IN, ET MG-8 MASS.% AL”. Thèse Doctorat, Université el-hadj lakhdar Batna. 2008
- 27.A. Belyakov.,R. Kaibyshe., “Structural changes of ferritic stainless steel during severe plastic deformation”. Materials, Vol. 6. p. 893496.1995
28. M. Kuzucuay., B. Aksoy., “The effect of niobium on the microstructure of ferritic stainless steel”. Materials Science and Engineering A. 230 75-80. 1997.

29. Fujita. N., k. Ohmura., “Effect of Nb on high-temperature properties for ferritic stainless steel”. *Scripta Materialia*, Vol. 35, No. 6, pp. 705-710, 1996.
30. B. Haitao., b. Hongyun ., “Precipitation and mechanical properties of Nb-modified ferritic stainless steel during isothermal aging”. *Scripta Materials*, Vol. 60, No. 6, pp.204-209, 2009.
31. G.LAI., “On high fracture toughness of coarse-grained AISI 4130 steel”. Short Communication. *Materials Science and Engineering*, vol.19 pp153-156.1975.
32. Ki. Jeong., L. Byeong., “Intergranular segregation of Cr in Ti-stabilized low-Cr ferritic stainless steel”. *Scripta Materialia* vol .61 pp 1133-1136, 2009.
33. V. Kuzucu., “The effect of strong carbide-forming elements such as Mo, Ti, V and Nb on the microstructure of ferritic stainless steel”. *Journal of Materials Processing Technology* vol.82, pp165–171, 1998.
34. L.Wanga., S. jiang ., “Microstructure and mechanical properties of 12 wt. % Cr ferritic stainless steel with Ti and Nb dual stabilization”. *Materials and Design*. vol30, pp49–56, 2009.
35. V. Buono., B. Gonzalez., MS. Andrade., “strain aging of 430 ferritic stainless steel”. *Scripta Materialia*, Vol. 38, No. 2, pp. 185-190, 1998.
36. J. Schmitt., P. Fabregue., J.Thomas., “ Recristallisation Dynamique dans les aciers”. *Journal de Physique III*, Volume 5, avril 1995
37. L. Boulanger., S. Poissonnet., F. Legendre ., “interaction dislocation-nano-précipites d’oxyde dans un acier inoxydable ferritique ”. loic.boulanger@cea.fr38.
38. R. MADEC1., L. KUBIN ., “ effet des jonctions ternaires sur le durcissement des cc et cfc”. Ronan.Madec@cea.fr
39. D. Raabe., “Textures of ferritic stainless steels” *Materials science and technology* vol. 9. no4.,pp 302-312. 1993,

40. D. Lewis., F. Pickering., “Development of recrystallization textures in ferritic stainless steels and their relationship to formability”. *Metals Technology*, 10(7) 264-273. 1983
41. D. Raabe., K. Lucke., “Annealing textures of BCC metals ”*Scripta Metallurgica et Materialia*. Volume 27, Issue 11, 1 .Pages 1533-1538. 1992.
42. Sanae Naamane., “ Etude de la déformation plastique de la ferrite a basse température : simulations de dynamique des dislocations”. Thèse Doctorat, Université Pierre et Marie Curie.2008
43. E.Novillo., D.Hernandez., I.Gutierrez.,B.Lopez., “ Analysis of ferrite grain growth mechanisms during transformation in a niobium alloyed steel using EBSD”. *Materials Science and engineering ,A* 385.pp82-90. 2004
44. L. Priester., “ Les joints de grains de la théorie à l’ingénierie”. EDP Sciences 2006.
45. C.W. Sinclair., J. D. Mithieu., J.H. Schmitt., Y. Bréchet., “ Recrystallization of stabilized ferritic stainless steel ”.sheet. *Metallurgical and Materials Transactions*, 36A 3205-3215. 2005
46. D. Raabe., M. Ylitalo., “Experimental investigation of the transformation texture in hot rolled ferritic stainless steel using single orientation determination.” *Metallurgical and Materials Transactions*. Vol. 27A, pp 49-57. 1996.
47. F. Humphreys., M. Htherly., “Recrystallization and related annealing phenomena” 2nd edition. Pergamon Publisher. 2004.
48. S. Toth., A. Molinari., D. Raabe., “ Modelling of rolling texture development in a ferritic chromium steel ” *Metallurgical and Materials transactions*. Vol. 28A, 2343-2351.1997
49. B. Hutchinson., “Development of textures in recrystallization”. *Metal Science* 8. 85-196. 1974
50. G. Gottstein., R. Sebal., “Modelling of recrystallization textures”. *Journal of Materials Processing Technology* 117. pp 282-287.2001