

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA

Faculté de Technologie

Département de Mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Science des Matériaux

**DETERMINATION, PAR LES METHODES DE CND,
DES CONTRAINTES DANS LES ACIERS
INOXYDABLES 321 TRAITES THERMIQUEMENT**

Par

Brahimi Abderrahmane

Devant le jury composé de :

Mr. N.E. BACHA

Mr. Y. BENKHADDA

Mr. M. ABBACI

Mr. M. ZERGOUG

Professeur, U. de Blida

Professeur, U. de Blida

Maitre de recherche A, COMENA

Directeur de recherche, CSC

Président

Examineur

Examineur

Rapporteur

Blida, Mai 2013

ملخص

تتركز هذه الدراسة على تحديد الضغوط في المواد التي خضعت للمعالجة الحرارية، و تتمثل في تطوير الإجهاد الناتج عن المعالجات الحرارية، التجانس (1050°C) ، وتخفيف الإجهاد (400°C و 900°C) على الفولاذ المقاوم للصدأ، 304 AISI و 321، الذي يستخدم في دوائر مختلفة من مفاعلات الأبحاث.

سنحدد هذه الضغوط عن طريق اختيار الاختبار الغير تدميري، من دون اللجوء إلى الأساليب التقليدية و قد تم تطوير هذه الأساليب من خلال تقنيات ذات حساسية عالية جدا :حيود الأشعة السينية وحيود النيوترونات فقد بينت النتائج وجود الشد والضغط على سطح العينة، وارتفاع الضغط داخل العينة.

الكلمات المحورية: الفولاذ المقاوم للصدأ، 304 AISI و 321 ، المعالجة الحرارية ، بقايا الضغوط ، حيود الأشعة السينية، وحيود النيوترونات.

Résumé

La présente étude porte sur la détermination des contraintes dans les matériaux ayant subi des traitements thermiques, il consiste à développer des contraintes engendrées par les traitements thermiques, homogénéisation (à 1050°C) et relaxation des contraintes (à 400°C et 900°C) des aciers inoxydables austénitiques AISI 304 et 321, utilisés dans les différents circuits des Réacteurs de recherche.

Les méthodes de contrôle non destructif que nous avons choisies nous permettront l'évaluation de ces contraintes, sans avoir recours aux méthodes traditionnelles. Un développement de ces méthodes a été effectué par les techniques à très forte sensibilité : diffraction des rayons X et diffraction neutronique, les résultats obtenus montrent l'existence des contraintes de tension et de compression sur la surface des échantillons et des contraintes élevées de tension au cœur de l'échantillon.

Mots clés: AISI 304 et 321, traitement thermique, contraintes résiduelles, DRX, diffraction neutronique.

ABSTRACT

This study focuses on determining the stresses in materials that has undergone heat treatment, it consists in developing the stress produced by heat treatments, solution annealing (1050 ° C) and stress relieving (at 400 ° C and 900 ° C) of austenitic stainless steels AISI 304 and 321, which are used in different circuits of Research Reactors.

Methods of nondestructive testing that we have chosen, allow us the evaluation of these stresses, without having recourse to traditional methods. A development of these methods was carried out by techniques with very high sensitivity: X-ray diffraction and neutron diffraction, the results show the existence of tensile and compression on the sample surface and high stress of tension inside the sample.

Keywords: AISI 321 and 304, heat treatment, residual stresses, X-ray diffraction, neutron diffraction.

Dédicaces

A

Mes parents, auxquels je dois tout.

Ma femme et mes enfants : Nesrine,

Mohamed belaid,

Lina Manel

et Younes.

Et très spécialement à Nesrine, un jour (avec l'aide du Dieu), on finira avec cette scoliose.

Je dédie ce travail

REMERCIEMENTS

Ce travail est arrivé à terme grâce à l'aide généreuse que j'ai reçue de la part de nombreuses personnes, et particulièrement l'équipe du département des essais mécanique au sein du Centre de Recherche Nucléaire de Birine. Je tiens à remercier Mr. KERRIS Abdelmoumène, directeur général du centre, de m'avoir permis de réaliser cette étude.

En premier lieu, je citerais mon directeur de thèse, Zergoug Mourad, Chercheur au Centre de Soudage et de Contrôle (CSC) chéraga, qui m'a aidé à orienter mes premiers choix de recherche et professionnel vers le monde du contrôle non destructif, pour son implication et son soutien dans les moments les plus difficiles.

Je remercie Monsieur N.E.BACHA, Professeur à l'Université SAAD DAHLAB de BLIDA, qui m'a fait un grand honneur de présider le jury de thèse. J'associe à ces remerciements les membres de jury Messieurs : Y. BENKHADDA, Professeur à l'Université SAAD DAHLAB de BLIDA et M. ABBACI, chercheur au Commissariat à l'énergie atomique (COMENA), qui a eu l'amabilité d'accepter l'invitation.

Ensuite je souhaite remercier l'ensemble de mes collègues et plus particulièrement Kaddouma mourad grâce a qui les différents travaux ont pu avoir lieu, Sari ali d'avoir enrichi mes connaissances en diffraction des rayons X au cours de ce travail, d'avoir été toujours disponible, partageant ses suggestions constructives.

Je remercie ALghem Abdeldjalil (Fouad), Laouar Amar, Barbèche Nabil et toute l'équipe qui m'ont apporté une aide précieuse pour toute la partie expérimentale de ma thèse.

Je suis également reconnaissant envers toutes ces personnes, auxquelles j'associe Rezoug Khelifa, Amzert sid Ahmed, Hachouf Mohamed, d'avoir participé un peu plus qu'à l'habitude aux évènements liés à cette thèse, pour me permettre d'achever l'écriture de mon rapport.

Enfin je pense à ma femme, mes enfants, particulièrement Nesrine et mes amis qui m'ont encouragé jusqu'au bout de cette expérience, dont je garderai toujours un excellent souvenir.

SOMMAIRE

Résumé	
Dédicaces	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
INTRODUCTION GENERALE.....	14
CHAPITRE 1	17
LES ACIERS INOXYDABLES	17
1.1. Généralités.....	17
1.2. Classification.....	17
1.2.1. Les aciers inoxydables martensitiques	18
1.2.2. Les aciers inoxydables ferritiques.....	19
1.2.3. Les aciers inoxydables austénitiques.	20
1.2.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	21
1.3. Structure et métallurgie des aciers inoxydables austénitiques	21
1.3.1. Eléments d'alliage	22
1.3.2. Les équivalents du Chrome et du Nickel	24
1.4. Thermodynamique des aciers inoxydables	27
1.4.1. Précipitation des carbures et des carbo-nitrides	28
1.4.2. Influence de la teneur en ferrite	29
1.5. Les différents types de réacteurs nucléaires.....	29
1.5.1. Le cas particulier des réacteurs de recherche.....	32
1.5.2. Matériaux utilisés.....	33
1.5.3. Les sollicitations endurées par les matériaux dans un réacteur	35
CHAPITRE 2	37
TRAITEMENT THERMIQUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES.....	37
2.1. Diagramme d'équilibre	37
2.2. Les aciers inoxydables austénitiques.....	40
2.3. Traitement d'hypertrempe	42
2.3.1. Mise en solution des carbonitrides de chrome	43

2.4. Recuit de stabilisation	45
2.5. Traitement de détensionnement.....	45
2.6. Traitement anti ferrite	46
2.7. Traitement thermomécanique	47
CHAPITRE 3	48
CONTRAINTES RESIDUELLES AUX DIFFERENTES ECHELLES	48
3.1. Définition des contraintes résiduelles.....	48
3.2. Origine des contraintes résiduelles	49
3.2.1. Contraintes résiduelles générées par plasticité de déformation mécanique.....	49
3.2.2. Contraintes résiduelles générées par plasticité de dilatation thermique ..	49
3.3. Différents ordres de contraintes	50
3.3.1. Les contraintes résiduelles du premier ordre.....	52
3.3.2. Les contraintes résiduelles du 2 ^{ème} ordre	52
3.3.3. Les contraintes résiduelles du 3 ^{ème} ordre	52
3.4. Techniques de détermination des contraintes.....	53
3.4.1. Techniques destructives	53
3.4.2. Techniques non destructives	54
3.5. Les méthodes de diffraction	56
3.5.1. Élargissement des pics de diffraction	58
3.5.2. Erreurs de localisation et principales influences instrumentales.....	58
3.5.3. Statistique de comptage	59
3.5.4. Localisation des pics de diffraction	59
3.5.5. Méthode du maximum	59
3.5.6. Méthode de lissage par une fonction profil	60
CHAPITRE 4	62
MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	62
4.1. Matériaux étudiés.....	62
4.2. Caractéristiques physiques	63
4.3. Traitement thermique	63
4.3.1. Préparation des échantillons	63
4.3.2. Divers traitement thermique.....	65
4.3.3. Métallographie.....	65
4.4. Dispositif expérimental	66
4.4.1. Diffraction des rayons X (DRX).....	66
4.4.2. Diffraction des neutrons.....	67
CHAPITRE 5	70
DETERMINATION DES CONTRAINTES PAR LES METHODES DE DIFFRACTION	70
5.1. Evaluation des contraintes par diffraction	70
5.2. Estimation des déformations	71
5.2.1. Déformation conventionnelle	71
5.2.2. Déformation rationnelle	72
5.2.3. Déformation rationnelle approchée.....	72
5.2.4. Déformation linéarisée en 2θ	72

5.3. Calcul des contraintes	72
5.4. Méthode des moindres carrés et détermination du tenseur des déformations	74
5.5. Résolution instrumentale.....	76
CHAPITRE 6	77
RESULTATS ET INTERPRETATIONS	77
6.1. Analyse métallographique	77
6.2. Analyse par DRX Acier AISI 304:.....	79
6.2.1. Acier AISI 304 à l'état de réception	79
6.2.2. Acier AISI 304 à l'état homogénéisé.....	81
6.2.3. Acier AISI 304 détensionné à 400°C	82
6.2.4. Acier AISI 304 détensionné à 900°C	83
6.3. Calcul des déformations.....	84
6.4. Analyse par DRX acier AISI 321	86
6.4.1. Acier AISI 321 à l'état de réception	86
6.4.2. Acier AISI 321 à l'état homogénéisé.....	87
6.4.3. Acier AISI 321 détensionné à 400°C	88
6.4.4. Acier AISI 321 détensionné à 900°C	89
6.5. Calcul des déformations.....	90
6.5.1. Comparaison des différentes raies de diffraction.....	91
6.5.2. Estimation de la déformation	93
6.5.3. Evaluation des contraintes	94
6.6. Détermination des contraintes par diffraction neutronique	95
6.6.1 Standard et résolution instrumentale	96
6.7. Calcul des déformations.....	98
6.8. Calcul des contraintes.....	101
CONCLUSION GENERALE	102

LISTE DES FIGURES

Chapitre 1

Figure 1.1 : Diagramme de constitution des aciers inoxydables,.....	25
Figure 1.2 : Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à a)1000°C et b)1300°C.....	26
Figure 1.3 : Coupe du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour a) 70% de fer et b) 60% de fer	26
Figure 1.4 : Diagramme de Delong (1974) pour évaluer la teneur en ferrite résiduelle des aciers inoxydables austénitiques d'après leur composition	27
Figure 1.5 : Croissance de la population mondiale et ces besoins énergétiques	30
Figure 1.6 : Les différentes parties d'un Réacteur de Recherche.....	33
Figure 1.7 : Schéma du coude sur lequel la fissure est apparue.....	35

Chapitre 2

Figure 2.1 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr	38
Figure 2.2 : Vue 3D du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni.....	39
Figure 2.3 : Isotherme 650°C du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni.....	40
Figure 2.4 : Traitement thermique d'un acier austénitique.....	41
Figure 2.5 : Observation par MEB des précipitations $M_{23}C_6$ aux joints de grain dans un acier austénitique	44
Figure 2.6 : Observation microscopique de la recristallisation secondaire dans acier inoxydable austénitique après immersion dans une solution anti-tartre.	45

Chapitre 3

Figure 3.1 : Illustration des différents ordres de contraintes	51
Figure 3.2 : Diffraction sur le réseau cristallin non contraint (a) et sur le réseau déformé (b).....	57
Figure 3.3 : Illustration d'un pic de diffraction.	58

Figure 3.4 : Mesures en surface par DRX (a) et en volume par diffraction des neutrons (b).	61
--	----

Chapitre 4

Figure 4.1 : Diffractomètre X'Pert Pro MPD	67
Figure 4.2 : Diffractomètre neutronique du Réacteur de Recherche Es-Salam	69

Chapitre 5

Figure 5.1 : Illustration de l'effet de distorsion sur les pics de diffraction.	71
Figure 5.2 : Définition des angles ϕ et ψ	74

Chapitre 6

Figure 6.1 : Microstructure du 304 hypere trempé à 1050°C, durant (a) 30 mn	77
Figure 6.2 : Microstructure de l'AISI 321 hypere trempé à 1050°C, durant (a) 30 mn	78
Figure 6.3 : microstructure du 321, traité à 900°C, maintien 3 hr et refroidissement lent. Les particules TiN sont indiquées par les cercles.	79
Figure 6.4 : Raies de diffraction pour l'acier 304 à l'état de réception	80
Figure 6.5 : Raies de diffraction pour l'acier 304 homogénéisé.	81
Figure 6.6 : Raies de diffraction pour l'acier 304 détente nné à 400°C	82
Figure 6.7 : Raies de diffraction pour l'acier 304 détente nné à 900°C	83
Figure 6.8: Superposition des raies de diffraction pour l'AISI 304	85
Figure 6.9 : Agrandissement de la position 40° à 48°	86
Figure 6.10 : Raies de diffraction de l'acier 321 à l'état de réception	87
Figure 6.11 : Raies de diffraction de l'acier 321 homogénéisé.	88
Figure 6.12 : Raies de diffraction de l'acier 321 relaxé à 400°C	89
Figure 6.13 : Raies de diffraction de l'acier 321 relaxé à 900°C	90
Figure 6.14 : Superposition des raies de diffraction de l'acier AISI 321	92
Figure 6.15 : Agrandissement de la position 40-48 ($^{\circ}2\theta$).	93
Figure 6.16 : Raies de diffraction neutronique de l'acier AISI 321	95
Figure 6.17 : Résolution instrumentale du standard	97
Figure 6.18 : Comparaison Standard - échantillons	98
Figure 6.19 : Raie de diffraction par SDN de l'AISI 321- position 84 ($^{\circ}2\theta$),	99

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre 1

Tableau 1.1: Composition chimique massique de quelques aciers inoxydables austénitiques 23

Tableau 1.2 : Les principaux types de réacteurs 31

Chapitre 2

Tableau 2.1: Caractéristiques des traitements thermiques des aciers inoxydables.. 42

Tableau 2.2 : Effets du traitement de détensionnement des aciers inoxydables 46

Chapitre 3

Tableau 3.1 : Différents ordres des contraintes 53

Tableau 3.2 : Interprétation des paramètres des pics de diffraction 57

Chapitre 4

Tableau 4.1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier 304. 62

Tableau 4.2 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier 321. 62

Tableau 4.3 : Caractéristiques physiques à températures ambiantes. 63

Tableau 4.4 : Différents traitements thermiques 65

Tableau 4.5 : Différentes étapes de polissage..... 66

Tableau 4.6 : Paramètre de mesures 67

Chapitre 6

Tableau 6.1.: Données numériques des Raies de diffraction du 304 à l'état de réception..... 80

Tableau 6.2 : Données numériques des Raies de diffraction du 304 homogénéisé . 81

Tableau 6.3 : Données numériques des Raies de diffraction du 304 détensionné à 400°C 82

Tableau 6.4 : Données numériques des Raies de diffraction du 304 détensionné à 900°C 83

Tableau 6.5 : Déformations de l'AISI 304 (entre 400°C et 1050°C)..... 84

Tableau 6.6 : Déformations de l'AISI 304 (entre 900°C et 1050°C).....	85
Tableau 6.7 : Données des raies de diffraction de la figure 6.8.....	87
Tableau 6.8 : Données des raies de diffraction de l'acier 321 homogénéisé.....	88
Tableau 6.9 : Données des raies de diffraction de l'acier 321.....	89
Tableau 6.10 : Données des raies de diffraction de l'acier 321.....	90
Tableau 6.11 : Paramètres de diffraction des aciers AISI 321.....	91
Tableau 6.12 : Données des raies de diffraction à la position 43.6 [$^{\circ}2\theta$]......	92
Tableau 6.13 : Estimation des déformations à la position 43.6 $^{\circ}2\theta$	93
Tableau 6.14 : Déformations pour les différentes positions $^{\circ}2\theta$	94
Tableau 6.15: Déformations et contraintes de l'AISI 321.....	94
Tableau 6.16 : Paramètres de la résolution instrumentale du standard.....	96
Tableau 6.17 : Largeurs à mi-hauteur et positions angulaires des échantillons.....	97
Tableau 6.18 : Données de la raie de diffraction à la position 84($^{\circ}2\theta$).....	99
Tableau 6.19 : Déformation de la raie de diffraction-position 84($^{\circ}2\theta$).....	100
Tableau 6.20 : Déformations des raies de diffraction de l'AISI 321.	100
Tableau 6.21 : Contraintes des raies de diffraction de l'AISI 321.....	101

LISTE DES ABREVIATIONS

Symbole	Signification
Al :	Aluminium.
A% :	Taux d'allongement maximal
AISI	American Iron and Steel Institute
B :	Bore.
C :	Carbone.
Cr :	Chrome.
d :	Diamètre de grain
	Espacement moyen entre plan de diffraction
$d_{\Phi\Psi}$	Espacement moyen entre plan de diffraction défini par les angles Φ et Ψ .
DN	Diffraction des neutrons
DRX	Diffraction des rayons X
E :	Module de Young
Eq_{cr} :	Equivalent chrome
Eq_{Ni} :	Equivalent Nickel
FWHM :	Full width at half maximum – largeur à mi-hauteur
l_M :	Distance de la fente après le monochromateur
l_S :	Distance de la fente au point de mesure
K_I :	Facteur d'intensité de contrainte en mode I
K_{IC} :	Facteur d'intensité de contrainte critique statique en mode I
Mn :	Manganèse.
Mo :	Molybdène.
MPa :	Méga Pascal, unité de pression.
N :	Nombre de cycles
N :	Azote.
Nb:	Niobium.
P :	Phosphore.
R_e :	Limite d'élasticité à la traction
$R_{0.2}$:	Valeur de la contrainte à 0.2% de déformation.
R_m :	Résistance à la traction.
R_p :	Longueur de la zone plastique
S :	Soufre.
Si :	Silicium.
T :	Température en °C
Ti:	Titane.
V :	Vanadium.
W :	Tungstène
w_M :	Largeur de la fente après le monochromateur

w_S :	Largeur de la fente au point de mesure
Zn:	Zinc.
Zr:	Zirconium.
σ :	Contrainte
σ^I :	Contrainte résiduelle du premier ordre, macroscopique
σ^{II} :	Contrainte résiduelle du second ordre, mésoscopique
σ^{III} :	Contrainte résiduelle du troisième ordre, microscopique
ε :	Déformation
α :	Phase dans laquelle le fer possède une structure cubique centrée
α_1 :	Divergence du monochromateur 1
β_1 :	Mosaïcité du monochromateur1
γ :	phase dans laquelle le fer possède une structure cubique à faces centrées.
λ :	Longueur d'onde du rayonnement utilisé
$\lambda_{\alpha Cu}$:	Longueur d'onde du Cuivre
2θ :	Position angulaire d'un pic de diffraction

INTRODUCTION GENERALE

Dans le contexte industriel et économique actuel, le choix des matériaux ne se fait jamais d'une manière anodine, une connaissance de ses caractéristiques est toujours requise. Au cours des siècles l'Homme a découvert et s'est imposé des critères dont les valeurs fournissent les renseignements nécessaires à l'utilisation souhaitée du matériau : prenons simplement en exemple la masse volumique ou encore le module d'élasticité. Dans sa quête de savoir, l'humanité a ainsi dénombrer, classifié et bien entendu créer et utiliser des matériaux.

Parmi ces créations, on peut citer les aciers inoxydables qui allient une grande résistance à la corrosion, une grande résistance mécanique, une facilité relative de fabrication. Ils sont aujourd'hui employés partout et leurs propriétés ainsi que leurs comportements ont fait et font encore l'objet de bien des études.

Durant la vie d'une installation, l'exposition des composants, équipements et structures à des environnements complexes de service : pression et températures élevées, rayonnement et milieu corrosif, conduit à une dégradation des matériaux : détérioration des propriétés mécaniques, changement microstructural, fatigue, fissuration,...etc. Il est donc indispensable de pouvoir contrôler ces matériaux et avoir des informations nécessaires et fiables sur l'état physique, mécanique,... pour pouvoir prendre la décision adéquate quand à l'état et le comportement du matériau et par la suite évaluer (qualité et fiabilité) la sûreté de l'installation. Divers techniques sont envisageables, la première est de nature destructif : essais mécaniques, optiques, nucléaires, ...La deuxième est non destructif : elle se base sur l'analyse des informations données par les propriétés mécaniques, physiques, électroniques, chimiques du matériau étudiés.

Le contrôle non destructif a élargi son champ d'application en passant du strict domaine de la détection, de la reconnaissance et du dimensionnement de défauts localisés à celui de l'évaluation des caractéristiques intrinsèques des matériaux.

Les aciers inoxydables austénitiques (de type 304, 321) sont très utilisés dans l'industrie nucléaire et l'aéronautique. Du fait de leur bonne résistance à la corrosion généralisée à haute température, ils sont très employés dans le circuit primaire des centrales nucléaires.

Certains composants soudés des tuyauteries du système de refroidissement du réacteur à l'arrêt de la filière REP (Réacteurs à Eau Pressurisée), subissent de fortes fluctuations thermiques transitoires, dans les zones de mélange eau chaude – eau froide. Ils sont, par conséquent, soumis à des chargements cycliques thermomécaniques, à amplitude variable.

A ces déformations cycliques peut s'ajouter une contrainte moyenne (ou statique) qui peut être une contrainte résiduelle de fabrication et/ou de service due à la forte pression sur la paroi interne des conduites. Le chargement devient complexe et peut conduire à un endommagement "prématuré" par fatigue. Cet endommagement peut entraîner une rupture catastrophique pendant le fonctionnement ou une réduction de la durée de vie des composants.

Nombreuses études ont été menées afin de caractériser la microstructure des matériaux et les propriétés mécaniques associées.

Les aciers inoxydables austénitiques ont une microstructure essentiellement austénitique, donc métastable. Deux paramètres peuvent la déstabiliser : la température et la déformation plastique. Cette déstabilisation conduit à transformer l'austénite en martensite. Une transformation non contrôlée induit dans le matériau des contraintes internes et des hétérogénéités. Il est donc nécessaire de suivre *in situ* l'état de santé de façon à prévenir tout accident.

Ce travail vise à faire progresser le diagnostic non destructif du contrôle vers la détermination des contraintes résiduelles des aciers inoxydables austénitiques.

Nous avons retenu deux méthodes de diffraction : les rayons X et neutronique.

Cette thèse est constituée de deux parties, théorique et expérimentale :

Nous débutons la première partie, composée de trois chapitres, par une étude bibliographique sur les aciers inoxydables austénitiques (métallurgie et propriétés

mécaniques), les différents traitements thermiques, l'influence des éléments d'addition contenus dans ces aciers.

Le chapitre deux présente les techniques de mesure (destructif et non destructif) des contraintes résiduelles. On y trouve une définition des contraintes résiduelles, leurs classifications etc.

Le troisième chapitre présente le contrôle non destructif, présentation et comparaison des différentes techniques, les techniques retenues pour les essais seront détaillées.

Dans la deuxième partie, dédiée à l'expérimentation on présentera les propriétés des aciers de l'étude, le choix des traitements thermiques, la préparation des échantillons pour les différents analyses, présentation des différents équipements d'analyses. La détermination des contraintes résiduelles se fera avec la DRX pour les deux nuances (304 et 321) et avec la DN (diffraction des neutrons) pour l'AISI 321, enfin les différents résultats et interprétations.

A la fin une conclusion résumera le travail réalisé et met en exergue les méthodes de caractérisation. Le manuscrit prend fin en évoquant quelques perspectives et éléments de continuation dans le domaine de recherche.

CHAPITRE 1

LES ACIERS INOXYDABLES

1.1. Généralités

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer qui doivent contenir au moins 10.5 % de chrome et des éléments d'alliages, selon le pourcentage de ces éléments, la structure d'acier en condition d'emploi sera martensitique, austénitique ou ferritique [1].

La principale propriété de ces aciers est leur excellente résistance à la corrosion, due à la formation d'une couche d'oxyde de chrome protectrice à la surface de l'alliage métallique, appelée couche de passivation. A cette propriété fondamentale, s'ajoutent les caractéristiques mécaniques intéressantes : la résistance mécanique, la ductilité et la ténacité. Il est donc un matériau de choix dans différentes industries : alimentaire, médical, aéronautique et nucléaire.

1.2. Classification

La découverte du rôle d'addition de chrome sur la résistance à la corrosion des aciers inoxydables conduit naturellement à les classer suivant leur composition chimique. Par la suite, au fur et à mesure de l'extension de la connaissance des propriétés de ces aciers, d'autres pilotes de classification furent envisagés.

Toutefois, les désignations d'acier inoxydable au chrome, au chrome-nickel ou chrome-nickel-molybdène subsistent toujours.

Le carbone n'a été introduit comme élément de classification que tardivement et les désignations classiques ont pu être complétées par "à bas carbone" ou "à très bas carbone". La notion de "stabilisation" par des éléments à teneur couplée à la teneur en carbone en a dérivé.

Mais une classification basée uniquement sur la connaissance de la composition chimique pose deux problèmes [2]:

- l'augmentation considérable du nombre d'éléments d'addition et du nombre d'impuretés spécifiées complique la classification;
- l'élévation de la teneur des éléments d'addition conduit naturellement à une diminution de la teneur en fer, d'où la question: jusqu'où vont les aciers inoxydables et où commencent les alliages inoxydables ? La limite n'est pas bien définie mais on peut dire que la teneur en fer des aciers inoxydables reste supérieure à celle de chacun des autres éléments d'addition, même si elle est inférieure à 50%: ce sont les alliages à base de fer. En deçà, et si par exemple le nickel ou le cobalt rentrent dans la proportion la plus élevée, il s'agit d'alliages base nickel ou base cobalt: ce sont des super-alliages.

Les aciers inoxydables peuvent subir des modifications de structure essentiellement sous l'action:

- d'un traitement thermique (imposé lors de la fabrication ou subi en service);
- d'une déformation plastique à froid;
- d'un traitement thermomécanique à haute température (imposé par exemple lors du laminage à chaud).

C'est donc la désignation de la structure (associée à celle de la composition chimique) qui permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Les quatre principales familles sont:

- aciers martensitiques ;
- aciers ferritiques;
- aciers austénitiques;
- aciers austéno-ferritiques.

1.2.1. Les aciers inoxydables martensitiques

Ils comprennent en général de 12 à 18% de Cr et des teneurs en carbone pouvant atteindre 1%. De nombreux éléments d'alliages (Ni, Mo, Si, Ti, Nb...) permettent un large éventail de propriétés et conduisent à des applications aussi variées que la construction mécanique, l'outillage, la coutellerie... Les aciers inoxydables martensitiques allient une bonne résistance à la corrosion (due au

chrome) et des caractéristiques mécaniques élevées. Ceci s'explique par la structure martensitique obtenue par refroidissement rapide de l'austénite.

1.2.2. Les aciers inoxydables ferritiques.

On distingue deux catégories d'aciers inoxydables ferritiques [3]: à 17% de chrome et à haute teneur en chrome et en molybdène (aciers superferritiques).

Ces aciers ont été mis au point afin de se prémunir de la corrosion dans les milieux chlorurés (eau de mer). La résistance à la corrosion et aux piqûres des aciers inoxydables est fortement améliorée par l'augmentation des teneurs en Cr et en Mo. La particularité des aciers ferritiques à haute teneur en Cr (> 25%) et en Mo (> 3%) est qu'il n'est pas nécessaire de contrebalancer ces éléments alphagènes par une addition supplémentaire de nickel, élément gammagène coûteux, indispensable au maintien de la structure austénitique.

Le principal obstacle au développement des aciers superferritiques est leur manque de ténacité. Celle-ci est une fonction complexe de la composition chimique, de l'histoire thermique, de la taille du grain et de l'épaisseur du matériau. La ténacité peut être exprimée en termes de température de transition de l'acier, température en dessous de laquelle une rupture fragile sans déformation se substitue à une rupture ductile avec déformation. L'addition de nickel abaisse la température de transition de certains aciers superferritiques.

La principale utilisation de ces aciers est pour les milieux chlorurés (eau de mer) et en particulier pour les tubes de condenseurs refroidis par l'eau de mer. Le haut module d'élasticité est à l'origine de l'excellente résistance des tubes aux ruptures causées par les vibrations et autorise d'autre part la réduction de leur épaisseur. D'autres applications sont les échangeurs tubulaires des installations géothermales et de dessalement ou l'industrie chimique.

1.2.3. Les aciers inoxydables austénitiques.

Les aciers inoxydables dits austénitiques, parce qu'ils conservent à température ambiante la structure gamma, sont couramment appelés 18-8 ou 18-10 selon les pourcentages en chrome et en nickel des nuances les plus utilisées. Leur relative facilitée de fabrication et de mise en œuvre, leur aptitude à la déformation et une grande résistance à la corrosion expliquent leur emploi dans des domaines très variés. La grande stabilité structurale des aciers inoxydables austénitiques dans un large domaine de température permet de les utiliser à la fois à basse température pour le stockage de gaz liquides et à haute température dans les échangeurs de chaleur.

La famille des aciers inoxydables austénitiques comprend un certain nombre de nuances dont les différences de propriétés chimiques sont destinées à résoudre des problèmes particuliers. Le facteur déterminant le choix de ce type d'acier est la résistance à la corrosion. Parfois le critère principal de sélection est purement mécanique (absence de fragilité à basse température, résistance au fluage...). On note que les industries chimiques, parachimiques et pétrochimiques constituent les domaines d'emploi préférentiels des aciers austénitiques. D'une manière générale, la résistance aux milieux acides augmente avec les teneurs en Cr, Ni et Mo. L'équipement ménager est aussi un secteur gourmand de ces aciers et en particulier les nuances 18Cr-10Ni qui résistent mieux à la corrosion que les ferritiques à 17%Cr. Ils sont généralement utilisés pour les ustensiles de cuisson. Hygiéniques, robustes et inaltérables, ils sont d'emploi systématique dans les hôpitaux et les cabinets médicaux. En fait, leur excellente aptitude à l'emboutissage permet ce type d'utilisation. Indépendamment de leur résistance à l'oxydation, les aciers inoxydables austénitiques possèdent des qualités de résistance mécanique à chaud. Ils sont utilisés dans les surchauffeurs, les échangeurs et récupérateurs de chaleur, les chaudières, les fours de pétrochimie, les turbines à vapeur et à gaz, les équipements de centrales nucléaires [4].

Enfin, on peut dire que les aciers inoxydables austénitiques chrome-nickel ont une ductilité et une résistance à la corrosion maximum obtenues par refroidissement rapide à partir d'une température de 1000°C. Ces aciers offrent une très bonne résistance au fluage jusqu'à 700°C qui peut être encore améliorée par addition de N,

Mo, Nb, Ti, W, V, B. A froid (de l'ordre de -150°C), la ténacité n'est guère modifiée et la résistance mécanique augmente. Ils se prêtent remarquablement bien à l'emboutissage et au laminage à froid [5].

L'écrouissage par laminage à froid permet d'atteindre des caractéristiques mécaniques très élevées. La résistance à la corrosion atmosphérique, à l'eau et à la vapeur est meilleure que celle des aciers martensitiques et ferritiques classiques.

1.2.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques.

Les alliages bi-phasés (50% alpha et 50% gamma), dits austéno-ferritiques, ont une qualité essentielle: leur résistance à la corrosion intergranulaire.

Leur emploi, à l'origine essentiellement comme pièces moulées, s'est progressivement étendu aux tôles épaisses laminées à chaud, aux produits longs, aux tubes et depuis peu aux tôles minces. Leurs propriétés mécaniques élevées permettent un allégement des structures et par leur tenue à la corrosion, ils présentent un rapport qualité/coût très attrayant pour de nombreux marchés spécifiques reconnus pour l'agressivité des milieux réactionnels (chimie, pétrochimie, eau de mer, dépollution...). La variété des domaines d'application a également conduit à une optimisation de la composition chimique en fonction des propriétés requises. Ceci a conduit à la création de toute une famille d'aciers austéno-ferritiques.

Les aciers austéno-ferritiques sont caractérisés par une limite d'élasticité élevée combinée à une bonne ductilité. Grâce à leur teneur élevée en chrome et en molybdène, ils présentent une excellente tenue à la corrosion localisée, la corrosion intergranulaire et la corrosion sous contrainte.

1.3. Structure et métallurgie des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques ont deux caractéristiques métallurgiques principales :

- ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable,
- suffisamment d'éléments gammagènes, comme le nickel, pour leur conférer leur structure cubique à faces centrées.

Les matériaux que nous avons étudiés sont de type AISI 304 et 321, mais nous serons amenés à évoquer d'autres nuances d'aciers. Le tableau 1.1 récapitule les compositions chimiques de différentes nuances d'aciers inoxydables austénitiques. La nuance 316 se différencie de la nuance 304 par l'ajout de 2.5% de molybdène. Cet ajout permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la résistance à la corrosion. Les nuances 321 et 347 sont stabilisées par des éléments carburigènes. Le sous type L signifie « low carbon » et indique que l'acier contient moins de 0.03% de carbone. Le sous type LN signifie de plus que la teneur en azote est contrôlée et donc supérieure à celle des aciers bas carbone simples. Par opposition aux aciers bas carbones, on notera parfois H « high carbon » un acier qui possède une teneur en carbone supérieure à 0.03% [6].

1.3.1. Eléments d'alliage

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-carbone. Ils peuvent être regroupés en deux familles [7]:

- la première est la famille des éléments alphagènes. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique centrée. Ce sont notamment : le **chrome**, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.
- la seconde est la famille des éléments gammagènes. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique à faces centrées. Ce sont notamment : le **nickel**, le **carbone**, l'azote, le cobalt et le manganèse.

Tableau 1.1: Composition chimique massique de quelques aciers inoxydables austénitiques

Dés.	Composition chimique (% massique)								
	AISI	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
301	0.15	1.00	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	-	6.00/ 8.00	N 0.10
301L	0.03	1.00	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	-	6.00/ 8.00	N 0.20
301LN	0.03	1.00	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	-	6.00/ 8.00	N 0.07/0.20
303	0.15	1.00	2.00	0.20	0.15	17.0/ 19.0	0.60	8.00/ 10.0	Zr 0.60
304	0.08	0.75	2.00	0.045	0.03	18.0/ 20.0	-	8.00/ 10.5	-
304L	0.03	0.75	2.00	0.045	0.03	18.0/ 20.0	-	8.00/ 12.0	-
305	0.12	1.00	2.00	0.045	0.03	17.0/ 19.0	-	10.5/ 13.0	-
308	0.08	1.00	2.00	0.045	0.03	19.0/ 21.0	-	10.5/ 12.0	-
316	0.08	1.00	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	2.00 3.00	10.0/ 14.0	-
316L	0.03	1.00	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	2.00 3.00	10.0/ 14.0	-
316Ti	0.08	0.75	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	2.00 3.00	10.0/ 14.0	Ti 5x(C+N)/0.7
316LN	0.03	0.75	2.00	0.045	0.03	16.0/ 18.0	2.00 3.00	10.0/ 14.0	N 0.10/0.20
321	0.08	1.00	2.00	0.045	0.03	17.0/ 19.0	0.75	9.0/ 12.05	Ti 5xC min
347	0.08	1.00	2.00	0.045	0.03	17.0/ 19.0	0.75	9.0/ 13.0	Nb+Ta10xC min

Les principaux éléments d'alliage sont :

Chrome : c'est l'élément qui confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion.

Molybdène : c'est élément formateur de fer α . Il améliore la résistance à la corrosion en milieux réducteurs. Il permet également d'augmenter la résistance mécanique à chaud.

Silicium : c'est également un élément formateur de fer α . Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud.

Nickel : il permet la stabilisation de la structure γ (austénite) et augmente le domaine d'existence de l'austénite jusqu'aux températures inférieures à 20°C. Il améliore la résistance à la corrosion et rend la transformation de l'austénite en martensite α' plus difficile.

Manganèse : élément gammagène. Pas d'influence connue sur la résistance à la

corrosion. Il rend plus difficile la transformation de l'austénite en martensite dans les aciers Cr-Ni et lors des sollicitations mécaniques aux basses températures.

Carbone : il favorise la structure γ et est l'élément non métallique essentiel de tous les aciers. Il élargi fortement le domaine austénitique.

1.3.2. Les équivalents du Chrome et du Nickel

Il est commode d'évaluer le pouvoir alphagène ou gammagène en se référant au chrome et au nickel. Ces équivalents sont déterminés par des formules suivantes en fonction des différents éléments d'alliage [6]:

$$\text{Équivalent chrome : } E_{q_{Cr}} = \% Cr + \% Mo + 1,5 (\% Si) + 0,5 (\% Nb) \quad (1-1)$$

$$\text{Équivalent nickel : } E_{q_{Ni}} = \% Ni + 30 (\% C) + 0,5 (\% Mn) \quad (1-2)$$

Ils permettent de déterminer à la température ambiante la structure d'un acier inoxydable à l'aide du diagramme de Schaeffler, qui détermine les domaines de l'austénite, de la ferrite ou de la martensite (fig. 1.1) d'un alliage Fe-Cr-N,

Schaeffler a réparti les éléments d'alliages en deux groupes : stabilisateurs de la ferrite et les stabilisateurs de l'austénite. Il développa une formule par laquelle les éléments de chaque groupe pourraient être exprimé en équivalent chrome ou équivalent de nickel.

Les régions du diagramme représentent les microstructures qui peuvent être observées pour chaque classe d'aciers inoxydables. La méthode de Schaeffler permet donc une évaluation grossière de la microstructure en fonction de la composition de l'acier, mais il ne prend pas en considération l'influence des traitements thermiques et de la vitesse de refroidissement [2, 8].

Les aciers inoxydables peuvent se solidifier par plusieurs modes :

- ferritique ou mode A ($L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta$);
- ferritique–austénitique ou mode B ($L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \gamma + \delta$);
- austénitique–ferritique ou mode C ($L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$);
- et austénitique ou mode D ($L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$).

La prédiction de leur solidification peut être prévue en amont par les équivalents chrome et nickel.

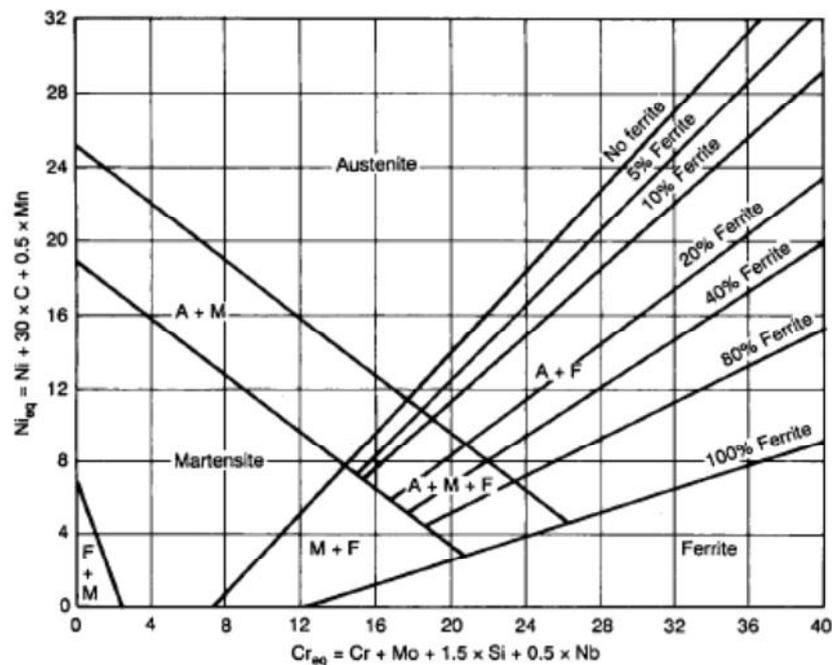


Figure 1.1 : Diagramme de constitution des aciers inoxydables, X : équivalent chrome, Y : équivalent nickel, d'après Schaeffler

On constate alors sur les diagrammes isothermes de la figure 1.2 et les coupes de diagramme ternaire de la figure 1.3, qu'à l'équilibre thermodynamique, ces alliages se trouvent au voisinage du domaine biphasé austénite-ferrite entre 1000°C et 1300°C. Comme ils sont obtenus par hypertrempe depuis ce domaine de température, on comprend ainsi pourquoi ils contiennent souvent un faible pourcentage de ferrite. On peut évaluer ce pourcentage à partir de la composition chimique en utilisant le diagramme empirique de Delong (1974) présenté sur la Figure 1.4. Ce diagramme ne tient pas compte de la vitesse de refroidissement ni de la température d'hypertrempe, car ces paramètres influencent peu la teneur en ferrite en comparaison de la composition chimique.

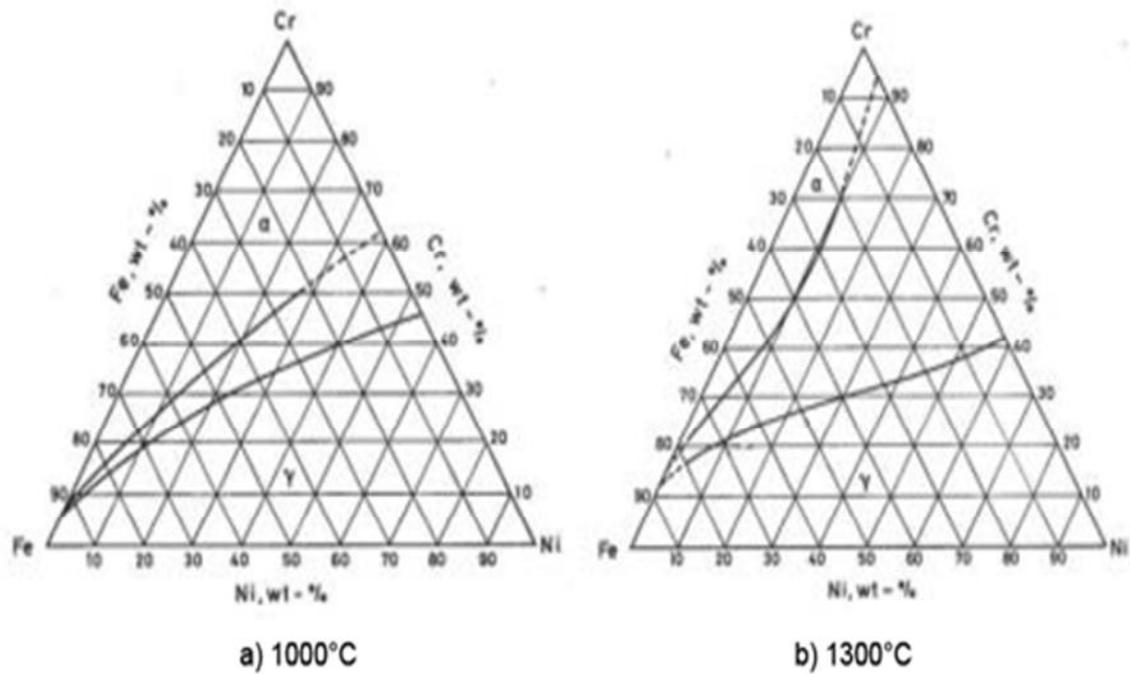


Figure 1.2 : Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à a)1000°C et b)1300°C.

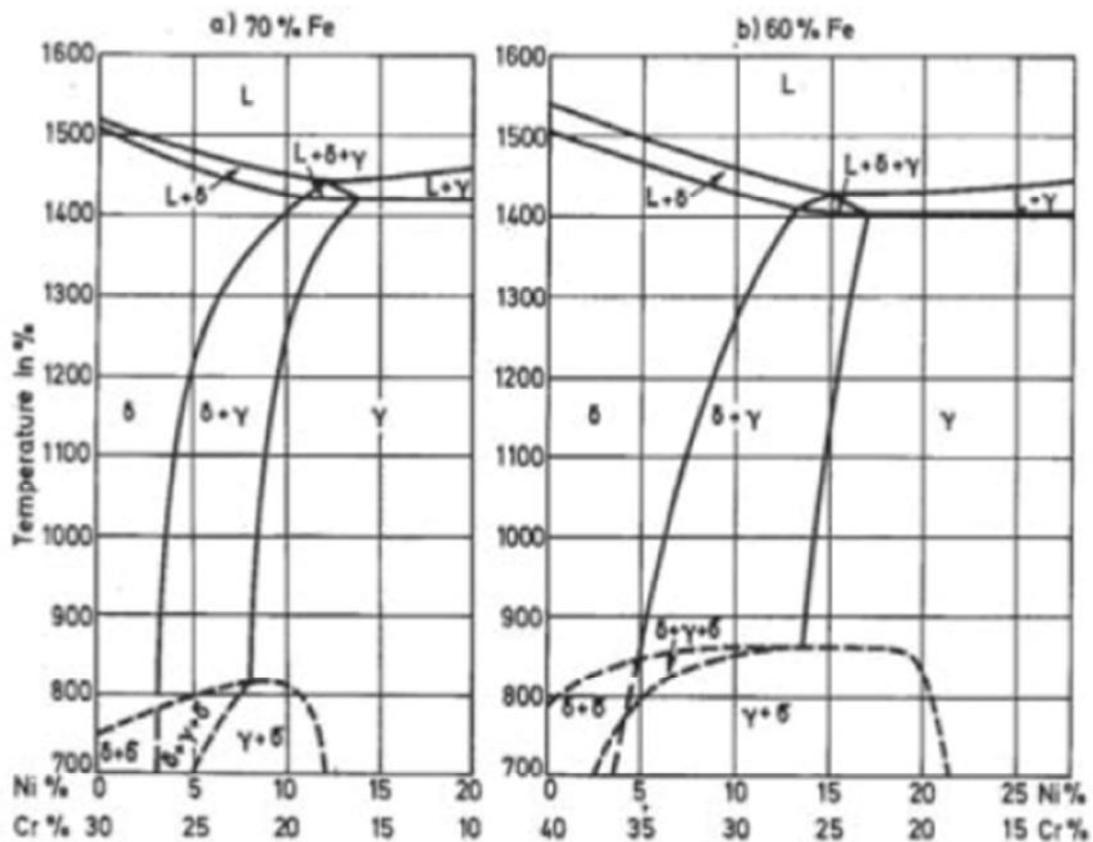


Figure 1.3 : Coupe du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour a) 70% de fer et b) 60% de fer

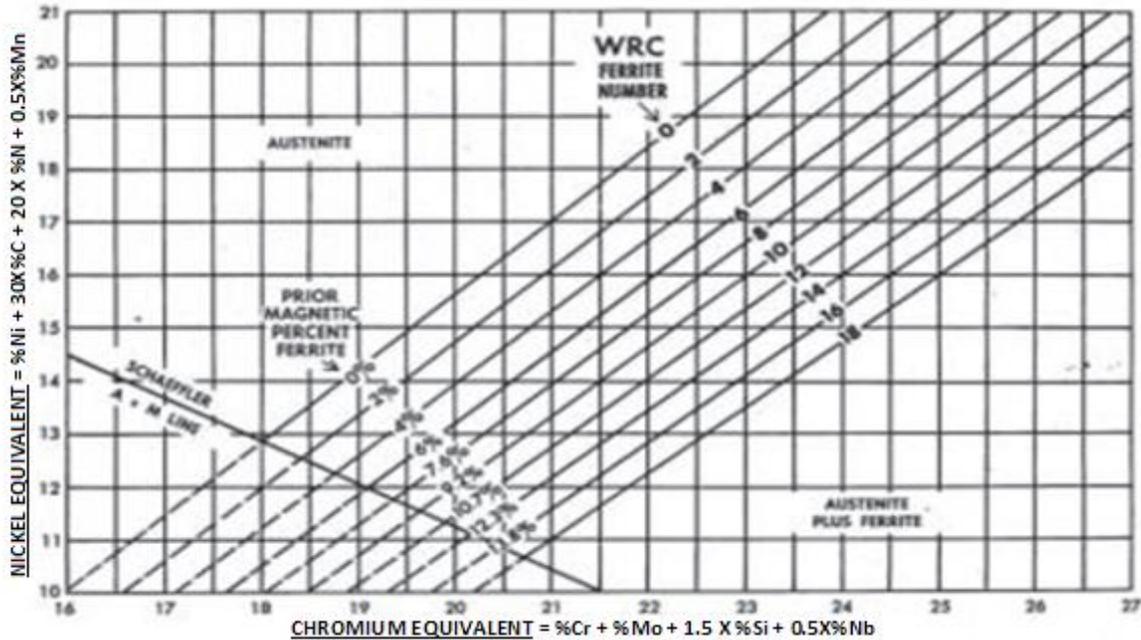


Figure 1.4 : Diagramme de Delong (1974) pour évaluer la teneur en ferrite résiduelle des aciers inoxydables austénitiques d'après leur composition [9].

1.4. Thermodynamique des aciers inoxydables

Du point de vue pratique, selon la température, le métal pur se présente sous la forme liquide ou solide. Le solide a une structure cristallographique qui varie ; pour la plupart des métaux ; d'une structure cubique centrée à haute température à une structure Cubique à faces centrées aux basses températures. Le fer présente cette particularité d'avoir des variétés allotropique : à basse température et jusqu'à 910 °C, la structure est cubique centrée (c'est le fer α : ferrite), à partir de 910 °C il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées (austénite). Une troisième forme cristalline apparaît lorsque la pression extérieure est suffisamment élevée, c'est le fer de type ϵ , de structure hexagonale compacte. Une nouvelle transformation intervient au-delà de 1400°C pour fournir du fer de type δ de structure cubique centrée. Ceci est le résultat de la l'impairité de la dernière couche du cortège électronique 3d (responsable du ferromagnétisme) [10], causant ainsi des forces répulsives entre les atomes ce qui conduit à des modifications de toute la structure. Ces électrons sont dans des états d'énergie différents et très mobile, conférant aux métaux la capacité de conduire la chaleur et l'électricité. L'attraction ; la force de liaison ; est proportionnelle à la différence de charge et de la distance. Elle détermine les propriétés macroscopiques comme la température de fusion, la densité, et le module élastique.

La préoccupation principale de la thermodynamique est de prédire quels phases sont présentes à la fois à l'équilibre et dans l'état instable assez fréquent. La prédiction consiste à calculer l'énergie libre des différentes phases possibles. La phase ayant la plus faible énergie est la plus favorisée, mais d'autres peuvent avoir des énergies libres qui leur permettent d'exister. L'équilibre requiert des réarrangements atomiques pour que des compositions d'équilibre soient atteintes. Si le processus de diffusion est très lent pour que ces réarrangements aient lieu, la structure peut conserver la structure métastable indéfiniment.

La plupart des aciers inoxydables sont utilisés dans l'état métastable. Par exemple, l'alliage 304 est normalement utilisé dans l'état austénitique. Il est partiellement ferritique, mais la diffusion de substitution du chrome dans l'austénite ; qui est nécessaire pour former une phase de ferrite ; est si lente qu'il ne peut pas se produire. Cependant, si l'énergie est appliquée par cisaillement mécanique, l'austénite peut se transformer sans diffusion à une martensite, dont la structure est C.C. avec une plus faible énergie libre.

1.4.1. Précipitation des carbures et des carbo-nitrures

Les aciers inoxydables austénitiques sont susceptibles de connaître des évolutions microstructurales en fonction des traitements thermiques.

Les aciers non stabilisés comme le 304 et le 316 subissent une précipitation de carbures riches en chrome (du type $M_{23}C_6$) lors de vieillissements entre 500°C et 900°C. Comme cette précipitation s'effectue préférentiellement aux joints de grains, elle conduit à la chute de la teneur en chrome au voisinage des joints. Cet appauvrissement local en chrome appelé « sensibilisation » conduit au phénomène bien connu de corrosion intergranulaire.

Pour éviter ce problème, les nuances stabilisées et les nuances bas carbone ont été successivement introduites. Les nuances stabilisées contiennent des éléments qui ont une forte affinité avec le carbone (titane pour la nuance 321 et niobium pour la nuance 347). La précipitation de carbures de titane ou de niobium limite la précipitation des carbures de chrome et limite donc également l'abaissement local de la teneur en chrome [2], [9].

1.4.2. Influence de la teneur en ferrite

La ferrite résiduelle améliore la soudabilité du matériau mais elle influence fortement la durée de vie en fatigue [11]. A partir des essais de fatigue oligocyclique réalisés sur l'acier 304L, en déformation totale imposée d'amplitude 2% à hautes températures 300°C et 600°C [12], les auteurs ont fait les conclusions suivantes :

- □ La ferrite δ favorise l'existence de sites d'amorçage de fissure aux interfaces ferrite δ matrice austénitique a cause des incompatibilités de déformation entre ces deux phases. Ces incompatibilités de déformation sont induites par des accumulations de dislocations aux interfaces ferrite/austénite qui créent des concentrations de contrainte. Par conséquent plus la teneur en ferrite de l'acier 304L est élevée, plus le nombre de sites d'amorçage de fissures est élevé et plus la durée de vie en fatigue du matériau est faible.
- La durée de vie en fatigue de l'acier 304L dépend de l'orientation des fibres de ferrite par rapport à la direction du chargement. Pour une même quantité de ferrite, une orientation des fibres perpendiculaire à la direction du chargement favorise l'amorçage de fissures de fatigue à l'interface ferrite δ /matrice et réduit la durée de vie du matériau jusqu'à 50%. Ceci est à comparer au cas où les fibres de ferrite sont orientées parallèlement à la direction du chargement et où l'amorçage de fissures de fatigue est moins favorisé.

1.5. Les différents types de réacteurs nucléaires

Le développement technologique, l'amélioration du niveau de vie et la concurrence industrielle entre les nations ont poussé l'homme à augmenter, développer et diversifier ses sources d'énergie. La figure 1.5 montre la croissance de la population mondiale et de ces besoins temporels en énergie [13].

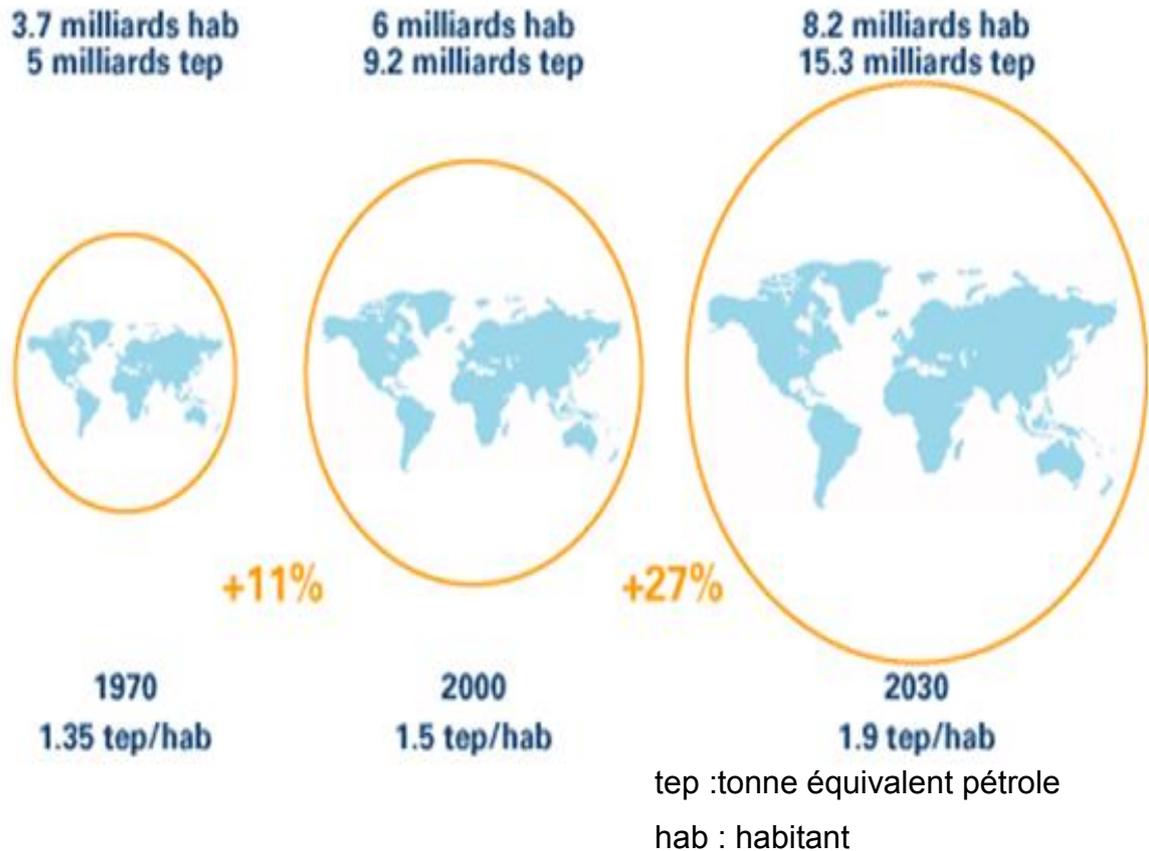


Figure 1.5 : Croissance de la population mondiale et ces besoins énergétiques .

Les problèmes causés à l'environnement par l'emploi croissant des sources fossiles et leur épuisement ont motivé la recherche et le développement de nouvelles sources énergétiques dites propres. Parmi ces sources, le nucléaire jouit d'un intérêt particulier malgré les contraintes liées au stockage des déchets radioactifs et l'opinion publique généralement défavorable pour ce type de technologie [14].

Comme les réacteurs nucléaires sont utilisés à des fins diverses, il existe des différences dans leur conception. Les contraintes d'utilisation dictent la nature du réacteur. Ainsi, les réacteurs se distinguent entre autre par la nature du combustible, le type du fluide caloporteur; la nature du modérateur [15]. Dans le tableau 1.2 nous avons reporté les principaux types de réacteurs.

Tableau 1.2 : Les principaux types de réacteurs

Réacteurs thermiques			
Type	Combustible	Modérateur	Caloporteur
LWR Réacteurs à eau légère	UO ₂ enrichi en U ²³⁵ (3%)	H ₂ O	
HWR Réacteurs à eau lourde	UO ₂ enrichi en U ²³⁵ faiblement enrichi	D ₂ O	
HTGR Réacteur refroidi à gaz	UO ₂ très enrichi (93%) + ThO ₂	Graphite	Hélium
MSR Réacteur à sel dissout	Fluorures d'uranium et de thorium (sels fondus)	Graphite	Combustible
Réacteurs rapides			
Type	Combustible	Modérateur	Caloporteur
LMFBR Réacteur rapide refroidi à métal liquide	PuO ₂ +UO ₂	Sodium liquide	
GCFR Réacteur rapide refroidi à gaz	PuO ₂ +UO ₂	Hélium	

Une installation nucléaire est construite autour d'un cœur dans lequel des réactions nucléaires en chaîne sont initiées et entretenues. L'énergie libérée est alors transmise vers un ensemble de systèmes thermohydrauliques pour être utilisée ou convertie selon le type du réacteur [16].

Une installation nucléaire exige un personnel hautement qualifié et discipliné. Son fonctionnement n'est cependant jamais sans danger.

L'accident majeur qu'a connu l'humanité est certainement celui de Tchernobyl. Classé à l'échelle 7, il est survenu le 26 avril 1986 lorsque le réacteur N°4 s'emballa et explosa provoquant un incendie qui a duré 10 jours. L'autre accident majeur est celui de Fukushima, Japan survenu le 12 mars 2011 reconnu d'abord de niveau 6, puis le 12 avril, porté au niveau 7, Une explosion dans les superstructures du bâtiment abritant le réacteur n° 1 de la centrale de Fukushima Dai-ichi a détruit le toit et la structure supérieure de ce bâtiment, de la même façon les structures des bâtiments abritant les réacteurs 2 et 3 explosent. L'humanité a également connu d'autres accidents graves tels que celui survenu le 28 mars 1979 dans la centrale américaine de Three Mile Island classé à l'échelle 5.

Dans plus de 70% des incidents, l'erreur est humaine. Les études de sûreté jouent un rôle très important dans la prévention contre les incidents non contrôlés. Parmi les thèmes étudiés figure en bonne place les cas de rupture des conduites des circuits de refroidissement du circuit secondaire. Ces ruptures peuvent être provoquées par plusieurs phénomènes, à savoir une variation de pression de l'eau légère dû au mode de fonctionnement du réacteur, la température de l'eau ainsi que celle de l'environnement, des vibrations dues à la circulation de l'eau légère dans les conduites et par quelconque type de corrosion.

1.5.1. Le cas particulier des réacteurs de recherche

Les réacteurs de recherche sont conçus pour être principalement utilisés dans la production des radioéléments, le dopage de silicium, l'analyse par activation neutronique, la neutronographie, les essais des matériaux, la formation et fournir, également, des faisceaux de neutrons pour les besoins de la recherche fondamentale et appliquée. Dans la plupart des cas, la cuve du réacteur est en aluminium, matériau qui répond à des exigences spécifiques, elle renferme les assemblages combustibles qui baignent dans le fluide de refroidissement, jouant dans certains cas le rôle de modérateur et de caloporteur en même temps. Lors de l'interaction des neutrons avec le combustible, il y a production d'une chaleur qui est due à la réaction de fission. Elle est extraite du cœur à l'aide du fluide de refroidissement primaire. Celui-ci est contenu dans un circuit appelé primaire, il est fermé et réalisé en acier inoxydable. Dans un second temps, la chaleur est cédée au fluide de refroidissement secondaire au niveau des échangeurs de chaleur. Le circuit secondaire est un circuit ouvert composé d'un acier au carbone dans lequel circule le

fluide de refroidissement secondaire. Il se décharge à son tour de sa chaleur au niveau des tours de refroidissement. A ce niveau là, le fluide de refroidissement secondaire sera en contact de l'air frais, il sera pulvérisé pour une meilleure dissipation de la chaleur. L'essentiel de cette eau retourne vers le circuit de refroidissement secondaire, une petite partie s'évapore dans l'atmosphère, ce qui provoque ces panaches blancs caractéristiques des centrales nucléaires [14]. La figure 1.6 montre les différentes parties d'un réacteur de recherche.

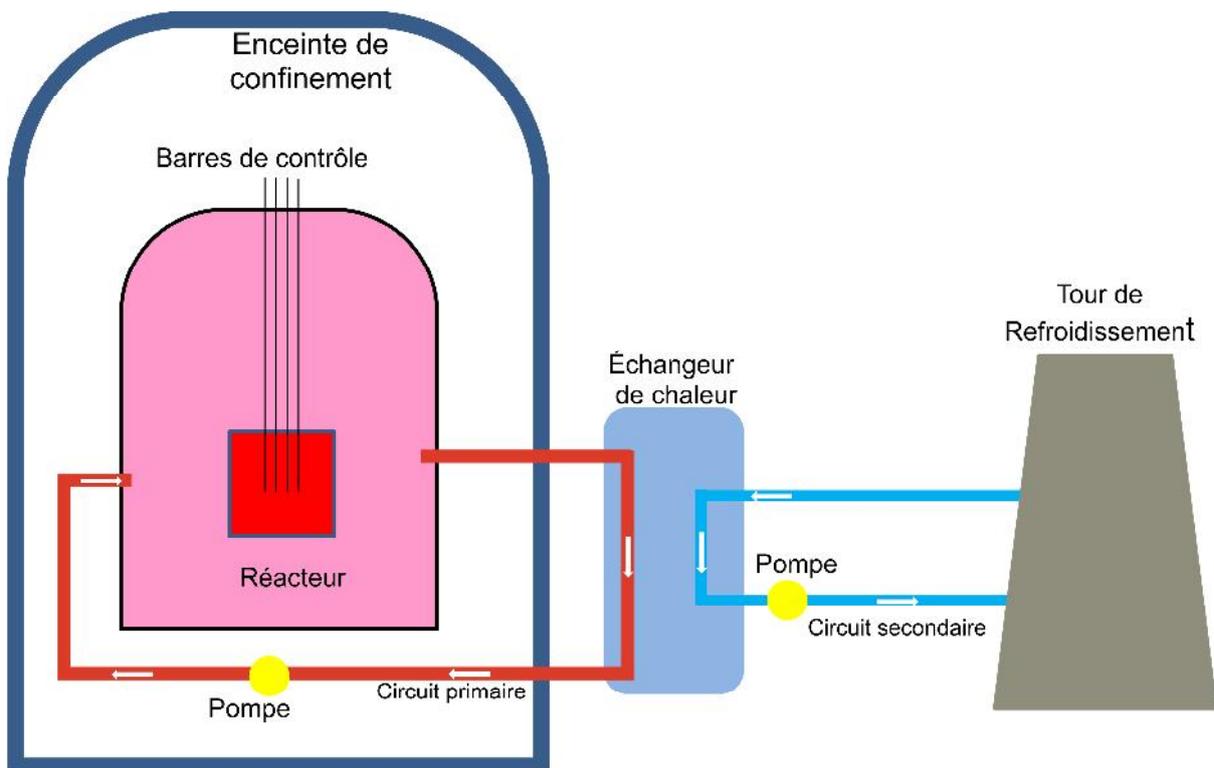


Figure 1.6 : Les différentes parties d'un Réacteur de Recherche

1.5.2. Matériaux utilisés

Pour optimiser la durée de vie des réacteurs, les matériaux sont soigneusement choisis. En effet, les matériaux destinés à être utilisés pour les réacteurs doivent satisfaire de hautes performances pour endurer aux conditions sévères d'opération comme la fragilisation par irradiation, la corrosion, la haute température etc. Pour cela, l'acier au carbone, l'acier faiblement allié, l'acier

inoxydable austénitique, aluminium ... sont utilisés. Dans le réacteur, tous les matériels (Pompes, échangeurs de chaleur, vannes, tuyauteries) en contact avec le fluide primaire, sont en acier inoxydable. Pour diminuer les risques de fuites du fluide primaire, les circuits sont de conception entièrement soudée sauf certains équipements sur lesquels l'installation de brides est nécessaire afin de permettre le démontage pour entretien ou essai. Pour le circuit de refroidissement secondaire tous les équipements sont en acier au carbone [10].

Les circuits de refroidissement des centrales nucléaires sont soumis à des fluctuations de température dues au mélange des fluides chaud et froid dans ce qu'on appelle les zones de mélange. Ces fluctuations peuvent engendrer par fatigue thermique des endommagements dans les circuits et causer dans des cas isolés des fuites du liquide de refroidissement [17].

Plusieurs incidents ont causé par le passé des fuites et l'arrêt de plusieurs centrales. En ce qui concerne les centrales nucléaires de la filière REP (Réacteurs à Eau Pressurisée), plusieurs incidents ont été attribués à la fatigue thermique. Par ordre chronologique, ils ont eu lieu : en Allemagne en 1986, à Farley 2 (USA) en 1987, à Tihange 1 (Belgique) et Genkaï 1 (Japon) en 1988, à Dampierre 2 (France) en 1992, en Allemagne en 1995, à Dampierre 1 en 1996, et à Loviisa 2 (Finlande) en 1997. Enfin, le dernier incident en date attribué à la fatigue thermique a eu lieu à Civaux 1 [18], figure ci dessous.

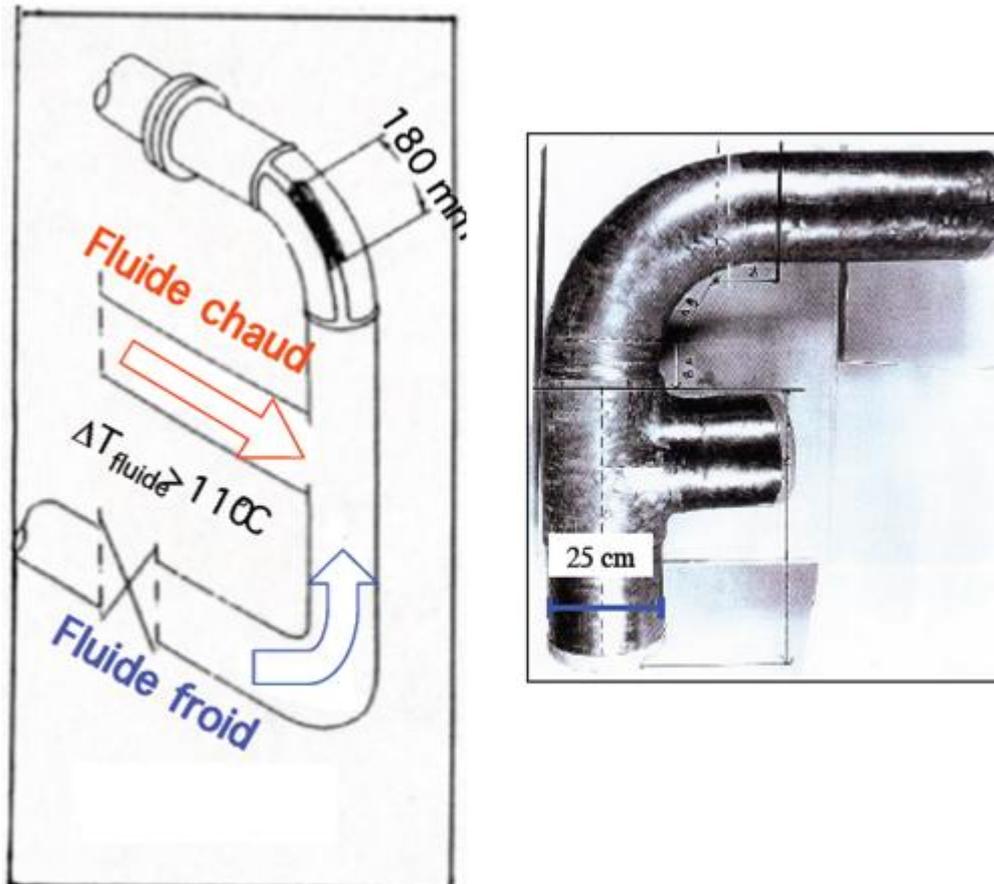


Figure 1.7 : Schéma du coude sur lequel la fissure est apparue.

Le mécanisme de dégradation mis en jeu est la fatigue thermique à grand nombre de cycles. La présence de facteurs aggravants, comme celles de soudures non arasées, des zones présentant un mauvais état de surface et la présence d'une concentration de contrainte peut, dans certains cas, accélérer la dégradation [19].

1.5.3. Les sollicitations endurées par les matériaux dans un réacteur

Tous les matériaux métalliques présents dans les cœurs des réacteurs nucléaires sont soumis à un bombardement par les neutrons produits par les réactions de fission du combustible (phénomène d'irradiation) [20]. Ces matériaux présentent des évolutions notables de leur microstructure, avec en particulier l'apparition de défauts d'irradiation comme des boucles interstitielles, des amas lacunaires et des précipités. Ces défauts par interactions avec les dislocations conduisent à un durcissement et une fragilisation en relation directe avec la dose reçue par le matériau et éventuellement le flux neutronique. Les effets les plus importants sur la fonctionnalité des matériaux sont de deux types:

- modifications de propriétés mécaniques (durcissement, fragilisation,. . .) qui concernent tous les matériaux irradiés, dont l'acier de cuve des réacteurs à eau pressurisée (REP) ; Le changement des propriétés mécaniques par irradiation se manifeste notamment sur l'acier de cuve par une augmentation de la limite d'élasticité du matériau, la température de transition de la résilience, ainsi que de la dureté [19].
- changements de forme ou de volume (fluage, gonflement, croissance,. . .) qui concernent plus particulièrement les matériaux de gainage des combustibles et ceux des composants internes de cuve, beaucoup plus proches de la source de rayonnement.

Dans le cas de l'acier de cuve, les effets d'irradiation sont actifs durant toute la durée de vie du réacteur, dont la température de service, voisine à celle du fluide caloporteur, est de l'ordre de 290°C.

CHAPITRE 2

TRAITEMENT THERMIQUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Les diagrammes de phase sont d'une grande utilité pour prédire les phases qui seront présentes dans les aciers inoxydables, et servir de guide pour leurs traitements thermiques. Cependant, ils ont des limitations en raison de la complexité des calculs thermodynamiques multi-composants et aussi en raison de la cinétique des transformations qui peuvent empêcher d'atteindre les phases d'équilibre. La première limitation, le nombre d'éléments présents est souvent plus de cinq alors que ne trouve que très rarement les diagrammes à quatre composants. Quant à la seconde limitation, la diffusion des éléments d'alliage à l'état solide peut être très lente, surtout dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, où la précipitation de certains composés intermétalliques peut prendre des milliers d'heures [21].

2.1. Diagramme d'équilibre

Les trois principales caractéristiques relevées du diagramme binaire Fe-Cr, de la figure 2.1, qui sont propres aux aciers inoxydables, sont le caractère stabilisateur du Cr pour la ferrite et la présence des phases sigma (σ) et Alpha Prime (α').

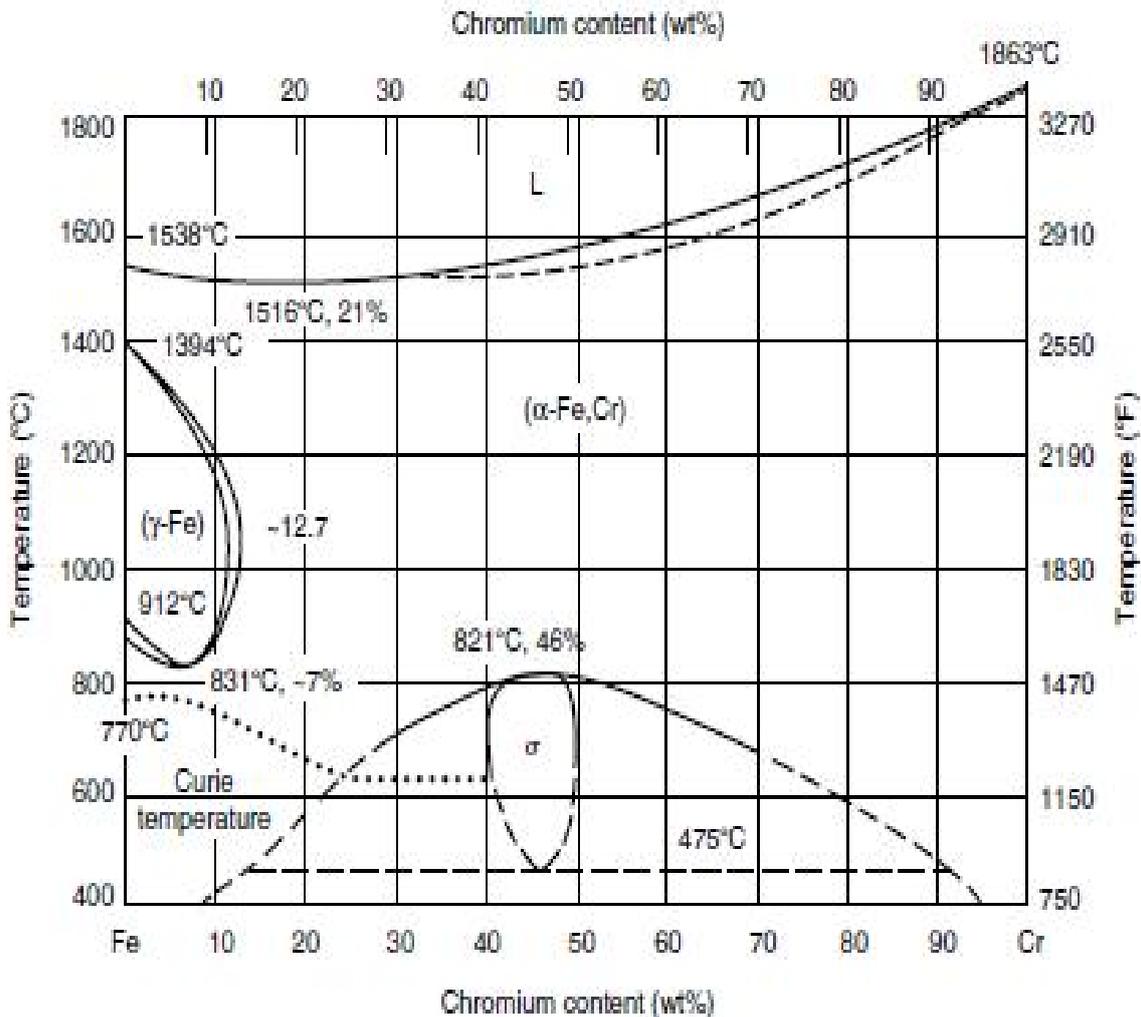


Figure 2.1 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [5].

Le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni est le schéma de base pour les aciers inoxydables (voir figure 2.2). Il montre la présence de trois phases solides: l'austénite, ferrite, et sigma. Pour un grand rapport Cr/ Ni la ferrite delta peut se produire lors de la solidification, et la phase sigma peut se produire au cours du vieillissement à des températures entre 550°C et 900°C. La gamme de composition du champ de phase sigma augmente à mesure que la température est inférieure à 900°C, comme indiqué dans la figure 2.2.

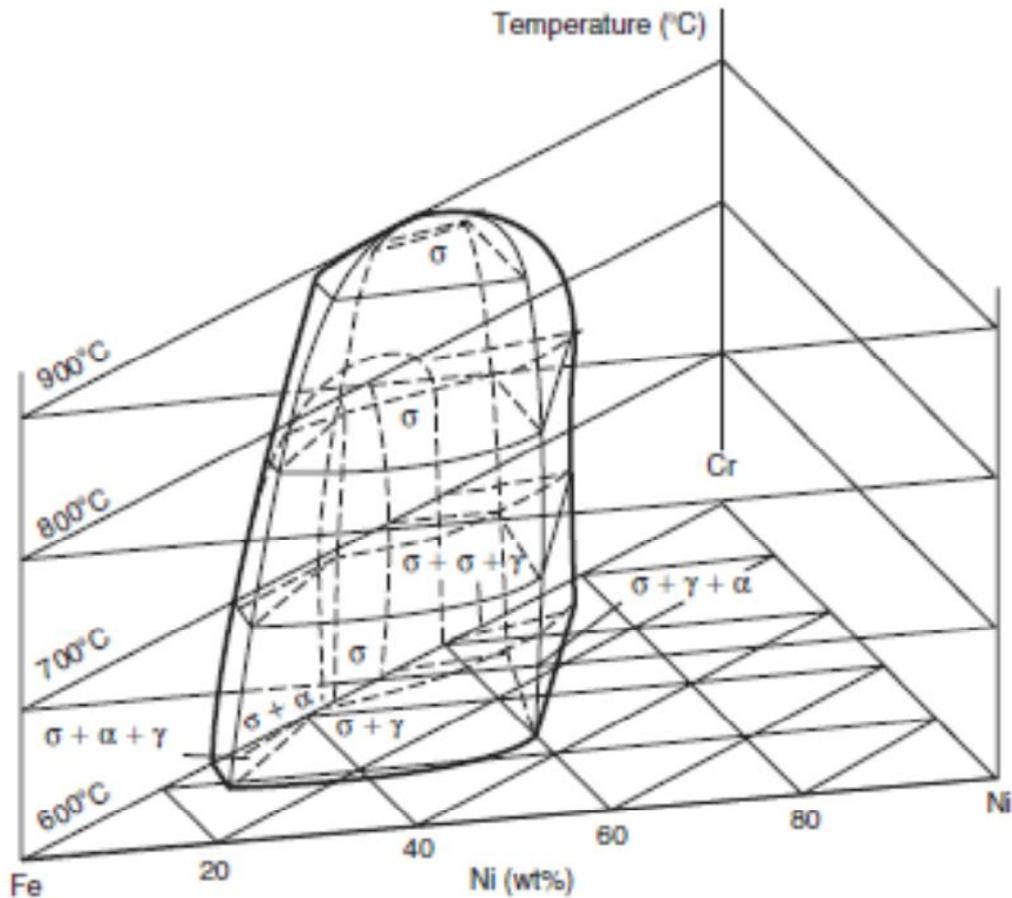


Figure 2.2 : Vue 3D du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni

Le diagramme Fe-Cr-Mo (figure 2-3) montre la présence de six phases :

- (Fe,Cr) = solution solide ;
- (Cr,Mo) = solution solide ;
- Fe_7Mo_6 = phase mu (μ);
- σ = phase sigma;
- χ = phase chi ;
- et de Lave $\eta\text{-Fe}_2\text{Mo}$.

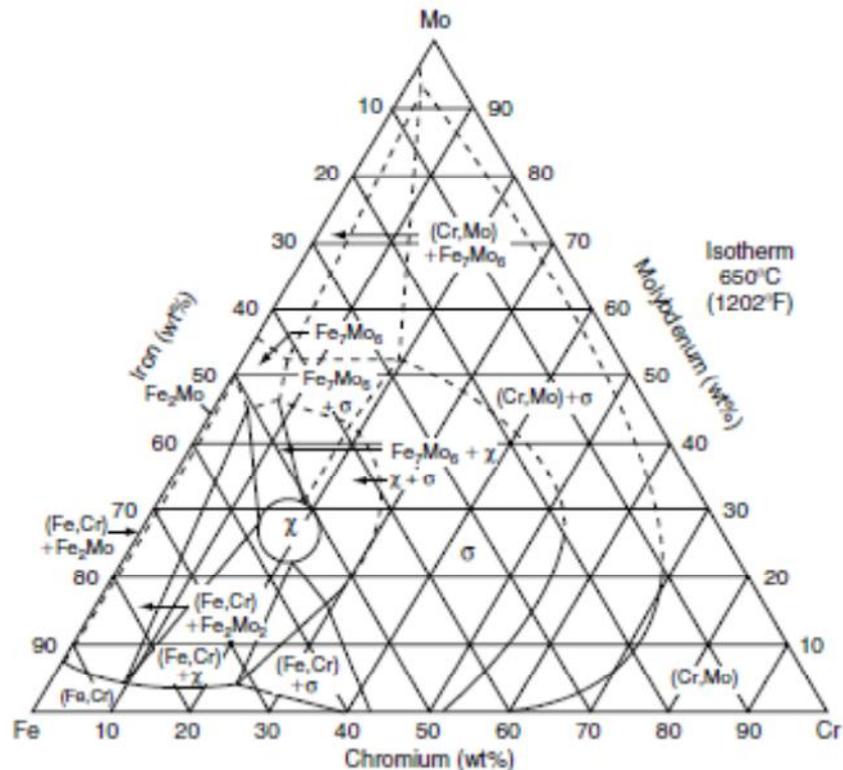


Figure 2.3 : Isotherme 650°C du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni

2.2. Les aciers inoxydables austénitiques

Le module d'élasticité des aciers inoxydables austénitiques est de l'ordre de 200 GPa et la masse volumique est de 7.9 Mg/m^3 . Le fait que leur structure cristallographique soit de type cubique à faces centrées leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles depuis les températures très basses jusqu'à plusieurs centaines de degrés Celsius [21]. A ces propriétés essentielles, il faut ajouter une excellente soudabilité opératoire et métallurgique, ce qui en facilite la mise en œuvre. Les aciers austénitiques présentent deux caractéristiques :

- une faible conductivité thermique ce qui limite les variations des hautes températures et la vitesse de refroidissement.
- un grand coefficient d'expansion thermique nécessite une attention particulière lors des traitements thermiques.

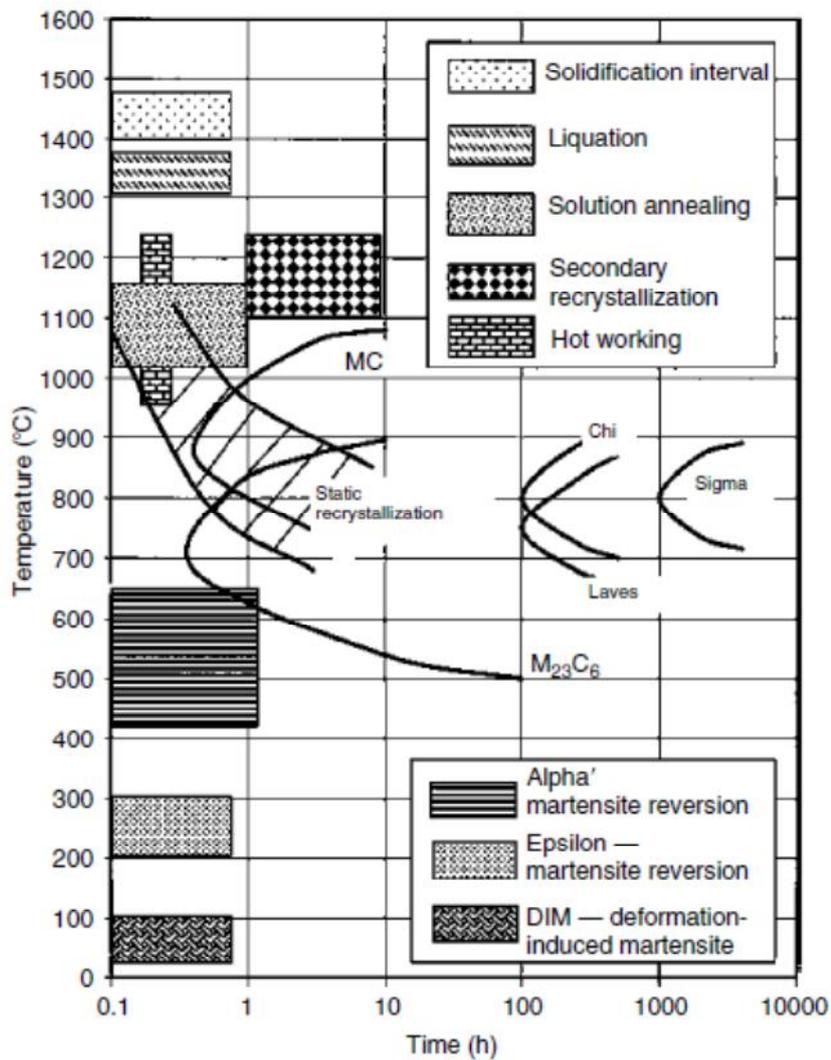


Figure 2.4 : Traitement thermique d'un acier austénitique

Tous les types de traitements sur les aciers inoxydables assurant une bonne résistance à la corrosion ont pour but de rendre la répartition en chrome du métal la plus homogène possible en évitant toute précipitation de phases riches en chrome.

D'autre part, il est possible par un traitement thermique adapté d'acquérir des caractéristiques mécaniques ou une dureté non négligeables.

En général, les traitements thermiques pratiqués ont des conséquences sur les propriétés suivantes : la résistance à la corrosion, les propriétés mécaniques (résistance, ductilité, fragilité), l'état de surface (oxydation superficielle, rugosité), et sur la stabilité dimensionnelle.

Nous présentons dans le tableau 2.1, les principaux types de traitements thermiques pour les aciers inoxydables [22].

Tableau 2.1: Caractéristiques des traitements thermiques des aciers inoxydables.

Traitement thermique	Objectifs	Processus métallurgiques mis en œuvre
Homogénéisation	— Diminuer l'ampleur des ségrégations. — Obtenir une phase homogène.	Maintien à haute température (diffusion des éléments ségrégés, dissolution de précipités ou de phases intermétalliques).
Durcissement	Augmenter les caractéristiques mécaniques.	— Austénitisation puis transformation martensitique. — Durcissement secondaire par précipitation.
Adoucissement	— Augmenter la ductilité. — Diminuer la fragilité.	— Elimination des dislocations par restauration ou recristallisation. — Coalescence et globularisation des précipités. — Grossissement de grain. — Transformations de phase.
Détente	Eliminer une partie des contraintes résiduelles	— Par abaissement de la limite d'élasticité avec la température. — Par relaxation des contraintes (fluage).
Traitements superficiels	Augmenter la dureté en surface.	Apport d'interstitiels.
Désensibilisation	Supprimer la sensibilité à la corrosion intergranulaire due aux carbures de chrome.	Homogénéisation de la teneur en chrome autour des carbures (diffusion).

2.3. Traitement d'hypertrempe

Il s'agit d'un traitement de qualité typiquement appliqué aux aciers inoxydables austénitiques, qui consiste en un maintien à haute température (de 1000 à 1150 °C) suivi d'un refroidissement rapide. L'objectif principal est l'obtention à l'ambiante d'une phase austénitique homogène où tous les éléments se trouvent en solution solide.

Lors du chauffage de ces aciers on cherche à mettre en solution les carbures, spécialement le type $M_{23}C_6$ (où $M = Cr, Fe, Mo$). La précipitation de ces derniers apparaît de 450 à 900 °C, la température minimale de l'hypertrempe doit donc être 900°C [22].

Cette dissolution exige un couple temps-température minimal qui ne doit pas être franchi car cela pourrait générer une croissance des grains non souhaitable (il faut rappeler que les propriétés mécaniques à l'ambiante sont plus élevées pour les structures possédant des grains austénitiques plus fins).

Pour la plupart des aciers austénitiques : AISI, 202, 301, 302, 303, 304, 304L, 305, et le 308, la température d'homogénéisation est dans l'intervalle 1010 à 1020 °C.

Les aciers contenant un taux élevé de carbone l'AISI 309 et le 310 par exemple, ou les aciers contenant le molybdène tel que l'AISI 316, 316L, 317, et 317L, la température doit être maintenue à 1040 °C et la maximale à 1120 °C. Dans le cas des aciers stabilisés, qui sont sujet à une recristallisation secondaire ou une croissance des grains, la température minimale du traitement est entre 955 et 1065 °C, et entre 980 et 1065 °C pour l'AISI 321 stabilisé au titane [23].

Le refroidissement suffisamment rapide du métal permet de garder la phase austénitique à l'ambiante. Pourtant cette phase n'est pas stable thermodynamiquement : l'austénite est dans un état dit métastable et peut se transformer en phase martensitique sous l'action d'une déformation plastique, et/ou d'un simple maintien à basse température.

Pour les AISI 201, 202, 301, 302, 303, 304, 305, 308, 309, 316, et 317 (aciers non stabilisés) le refroidissement à l'eau peut-être utilisé, cette dernière dit être modérée pour les nuances à un taux élevé de carbone (le 309 et 310) où une précipitation des carbures est attendue. Dans le cas des aciers stabilisés un refroidissement à l'air est suffisant.

Par contre les aciers contenant le molybdène (AISI 316, 316L, 317, et 317L) qui présentent un état intermédiaire de sensibilisation, le refroidissement à l'eau n'est pas nécessaire mais on doit éviter de les utilisés dans des températures de 540 à - 760 °C. Dans la plage de température 650 – 870 °C, avec un long maintien, conduira à la précipitation des phases intermétalliques de type σ , χ ou de Laves, ces phases sont généralement préjudiciable à la tenue à la corrosion et causent une fragilité de l'acier.

Rappelons que la phase ferritique δ peut apparaître pour certaines nuances au-dessus de 1100 °C et que celle-ci peut-être conservé lors du refroidissement, aggravant les risques de fragilisation ultérieurs ; précipitation de phase σ [6,21].

2.3.1. Mise en solution des carbonitrides de chrome

Le carbone présent dans les aciers austénitiques peut précipiter à basse température sous forme de carbures ou de carbonitrides de chrome intergranulaires de type $M_{23}C_6$ (jadis, on parlait du Cr_4C avant que Westgren en 1933 montra que la

formule exacte est le Cr_{23}C_6) provoquant une sensibilité à la corrosion intergranulaire par appauvrissement en chrome aux joints de grains. Ces carbures sont solubles dans l'austénite à haute température, et cette mise en solution peut être conservé à l'ambiante [22].

Deux approches analytiques peuvent être employées pour échapper à la nocivité du carbone :

- Limiter sa teneur au dessus de 0.030 % ;
- Stabiliser l'acier à l'aide d'un élément carburigène (titane, niobium, zirconium).

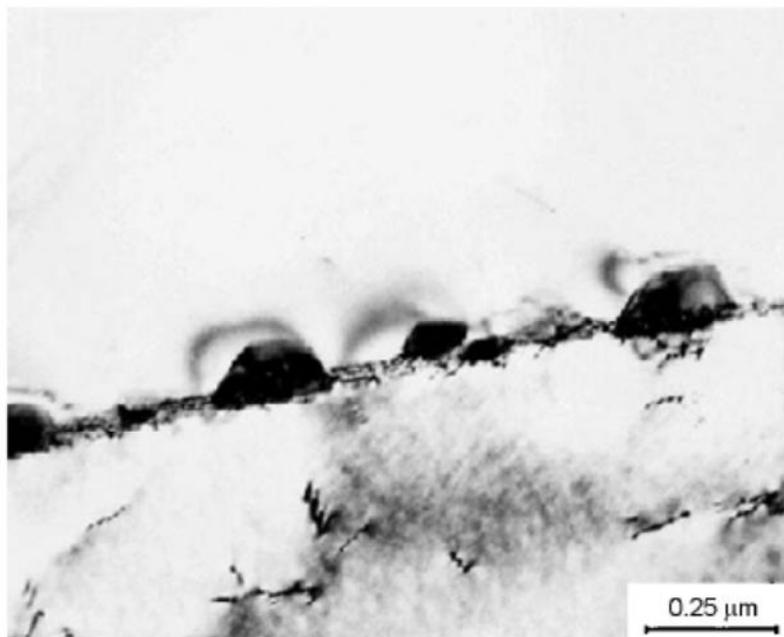


Figure 2.5 : Observation par MEB des précipitations M_{23}C_6 aux joints de grain dans un acier austénitique [9].

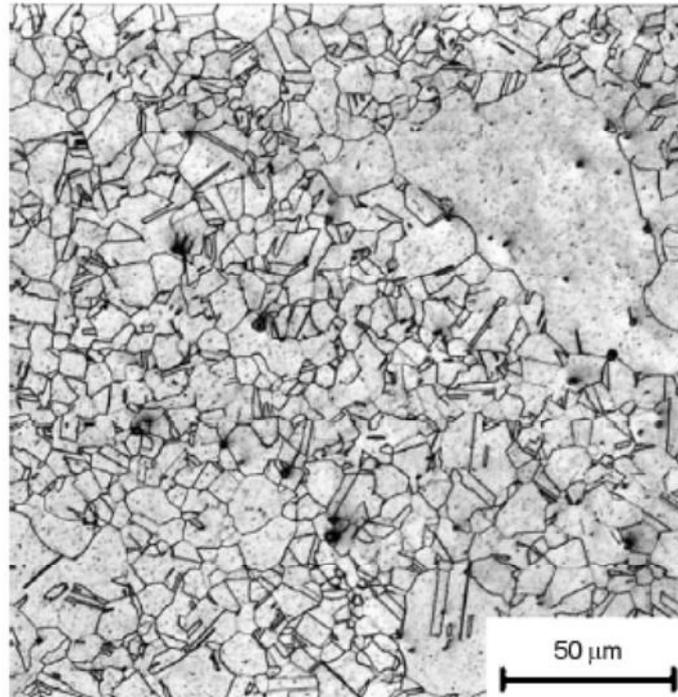


Figure 2.6 : Observation microscopique de la recristallisation secondaire dans un acier inoxydable austénitique après immersion dans une solution anti-tartre.

2.4. Recuit de stabilisation

Ce type de traitement est réalisé pour stabiliser l'austénite et assurer une résistance à la corrosion intergranulaire. Après le traitement d'hypertrempe, une partie du carbone participe à la formation des phases primaires : carbures, carbonitrures $M(C,N)$, nitrures MN , ou les carbosulfures $M_4C_2S_2$ où $M = Ti, Nb$ ou V . Le reste, se trouve en solution solide, peut alors précipiter en carbures secondaires MC ou $M_{23}C_6$ aux basses températures, sachant que la solubilité du carbone dans l'austénite aux alentours de 900 °C est faible. Par conséquent l'exposition de l'acier, après l'hypertrempe, à des températures allant de 845 à 955 °C pour une durée qui dépasse les 5 heures favorise la précipitation des MC au détriment du $M_{23}C_6$ [23], [24].

2.5. Traitement de détensionnement

Les aciers inoxydables austénitiques sont sensibles aux contraintes résiduelles d'origine thermique pour deux raisons :

- faible conductivité thermique, ce qui engendre des gradients thermiques au cours des traitements thermiques ;

- un fort coefficient de dilatation thermique, qui augmente les déformations dues à ces gradients.

Les contraintes ou leurs concentrations (pics de contrainte) accroissent les risques de fissuration en fatigue, de corrosion sous contrainte, et du couple fatigue-contrainte [23].

Le moyen le plus adapté pour éliminer ces contraintes est le maintien à température maximale suivi d'un refroidissement long. On évitera bien évidemment un refroidissement trop brutal ou hétérogène qui réintroduira dans la pièce les contraintes qu'on vient d'éliminer.

Dans tous les cas, le pourcentage de contraintes résiduelles éliminées est fonction croissante de la température. Le tableau 2.2 quantifie approximativement cet effet.

Tableau 2.2 : Effets du traitement de détensionnement des aciers inoxydables

Température de maintien °C	Contraintes résiduelles éliminées (%)	Remarques
950 à 1 050	95 à 100	Le traitement s'apparente à une hypertrempe, sauf en ce qui concerne le refroidissement.
850 à 950	80 à 85	Permet la coalescence des carbures et une réhomogénéisation de la teneur en chrome.
550 à 650	≈ 35	Améliore la stabilité dimensionnelle
200 à 400	5	Élimine essentiellement les pics de contrainte résiduelle.

2.6. Traitement anti ferrite

Certaines nuances d'acier austénitique sont sujettes à une solidification partielle en phase ferritique. Le traitement anti ferrite a pour but de limiter la teneur en ferrite hors équilibre due aux surconcentrations locales en éléments alphagènes, qui se manifestent pendant la solidification (ségrégation). Cette phase est généralement préjudiciable à la tenue à la corrosion et cause une fragilité de l'acier.

Pour éliminer ce type de ségrégation, on utilise un traitement d'homogénéisation à une température entre 1150 et 1200 °C pendant lequel la diffusion achève son activité, suivi d'un refroidissement suffisamment lent jusqu'à la température d'hypertrempe pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la baisse de température [22].

2.7. Traitement thermomécanique

On peut augmenter les propriétés mécaniques à l'ambiante d'un acier inoxydable austénitique par le laminage. Durant le laminage à chaud, on affine le grain par des cycles écrouissage-recristallisation, ce qui permet d'augmenter la limite d'élasticité.

Sous l'action d'une déformation à froid (traction, emboutissage, pliage...), les aciers inoxydables austénitiques 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.

Ils ont tendance à créer, lors des déformations et en plus ou moins grande quantité selon les nuances, de la martensite appelée martensite d'écrouissage ou martensite de déformation

Un acier inoxydable austénitique dont l'austénite évolue au profit d'une martensite est considéré comme instable. En revanche, si la nuance forme peu ou pas de martensite d'écrouissage, elle est considérée comme stable.

CHAPITRE 3

CONTRAINTES RESIDUELLES AUX DIFFERENTES ECHELLES

3.1. Définition des contraintes résiduelles

Les sollicitations extérieures auxquelles est soumise la pièce définissent l'état mécanique du matériau. Du fait que les matériaux ne sont jamais parfaitement continus, ils présentent des hétérogénéités telles que les joints de grains, les porosités ou les inclusions. A une échelle plus fine (grain), des discontinuités existent aussi (précipités, lacunes et dislocations). Certains de ces défauts peuvent migrer, s'éliminer ou se multiplier au cours de la mise en charge. Les discontinuités font que les déformations ne sont plus compatibles (ne vérifient plus les équations de la compatibilité). Pour valider les équations classiques de la mécanique des milieux continus, on peut décomposer la déformation plastique en deux parties : des déformations plastiques qui vérifient les équations de compatibilité et celles qui ne les vérifient pas.

Le second type de déformation plastique est compensé par des déformations élastiques irréversibles, qui subsistent même en l'absence de sollicitations extérieures. On relie donc ces déformations élastiques irréversibles aux contraintes dites résiduelles, qui s'ajoutent aux contraintes appliquées (contraintes issues des sollicitations extérieures de la pièce). Ces contraintes résiduelles expriment l'état mécanique interne lié à la présence des discontinuités structurales du matériau. Il s'agit de contraintes multiaxiales statiques qui persistent dans un système isolé non soumis à des efforts extérieurs et en équilibre mécanique [24].

Le rôle des contraintes résiduelles peut-être ; suivant leur intensité, leur signe (tension ou compression) et surtout leur interaction avec les contraintes de fonctionnement ; néfaste, en provoquant la fatigue ou la rupture, ou bénéfique en arrêtant la propagation des fissures. En conséquence l'étude des contraintes résiduelles à une importance majeure pour le comportement des structures.

Le problème des mesures des contraintes en général, et des contraintes résiduelles en particulier, est l'absence des mesures directes. On mesure donc l'influence des contraintes sur d'autres grandeurs mécaniques.

3.2. Origine des contraintes résiduelles

Toute hétérogénéité de déformation introduite à toute échelle de la structure entraîne l'existence de contraintes résiduelles.

De façon générale, toute hétérogénéité entraînant une déformation plastique localisée va causer l'apparition de contraintes résiduelles. Sur le plan métallurgique, et à l'échelle microscopique des grains, les défauts cristallins causent des déformations localisées qui entraînent des contraintes résiduelles (Fig. 3.2). À l'échelle macroscopique, les déformations localisées dues à des sollicitations mécaniques ou thermiques, ainsi que les transformations de phases induisant des changements de volume causent des contraintes résiduelles. Il est possible de classer les sources des contraintes résiduelles comme suit :

3.2.1. Contraintes résiduelles générées par plasticité de déformation mécanique

Lorsque les efforts extérieurs ou les contraintes appliquées sont relâchées, des contraintes résiduelles apparaissent aux interfaces entre les zones plastiques et élastiques. Ces contraintes dépendent bien sûr de l'intensité de l'effort extérieur et du comportement élastoplastique du matériau considéré. Cela inclut les opérations d'usinage, de mise en forme ou tout autre chargement (tension, compression, torsion ou flexion) [25].

3.2.2. Contraintes résiduelles générées par plasticité de dilatation thermique

Dans le cas de refroidissement inhomogène, le refroidissement de la surface et du cœur ne se font pas au même moment, le gradient thermique induit un gradient de déformation et génère des interactions entre les différentes parties, et donc des incompatibilités de déformation.

Dans ce cas-ci, la plasticité est induite par un gradient thermique. Souvent, des transformations de phases viennent s'ajouter à ce phénomène lors de l'opération de soudage.

La modification de la structure cristalline (changement de phase) s'accompagne systématiquement d'un changement de volume important. L'apparition de la nouvelle phase provoque une déformation par rapport au reste du matériau non transformé (au niveau de la phase ou l'échantillon). Cette déformation locale, qui n'est pas compatible avec le reste du matériau, figera en partie cette déformation en une déformation plastique incompatible générant ainsi des contraintes résiduelles [24,25]. De manière générale, les contraintes résiduelles sont le résultat de l'activité des sources fondamentales suivantes agissant seules ou en combinaison :

- déformation plastique hétérogène entre différentes zones d'une pièce soumise à des sollicitations mécaniques externes à charge imposée ou à déformation imposée ;
- déformation plastique hétérogène entre différentes zones d'une pièce soumise à des sollicitations thermiques ;
- variation de volume hétérogène et/ou phénomènes de pseudo-plasticité dus à des transformations de phase à l'état solide ;
- différence entre les coefficients de dilatation thermique des diverses zones d'une pièce.

3.3. Différents ordres de contraintes

Les déformations à différentes échelles : macroscopique, mésoscopique ou microscopique sont les sources de contraintes dans les matériaux métalliques de caractère polycristallin et hétérogène.

Un matériau cristallin est constitué de phases, qui elles-mêmes sont formées de grains. Généralement pour un matériau polyphasé, les propriétés mécaniques des phases et des constituants sont différentes. Le comportement sous une sollicitation extérieure est alors une moyenne des comportements des phases constituant le matériau.

Quand il y a une sollicitation extérieure suffisamment importante pour provoquer des déformations plastiques, des sous joints de grain et des cellules de dislocations peuvent apparaître dans le matériau. Ces sous joints et cellules sont le résultat des

interactions et des réarrangements des dislocations au cours de la déformation. Les grains seront alors divisés par ces discontinuités du réseau cristallin. Des sous grains et des cellules de dislocations peuvent être considérés dans le cas d'un matériau déformé plastiquement comme un ensemble de petites zones élémentaires de structures cristallographiques parfaites séparées par des défauts cristallographiques. Un grain peut être considéré également dans le cas d'un matériau recristallisé comme divisé par de petits éléments de même nature. Ces éléments sont appelés «Domaines cohérents» [26]. Chaque domaine cohérent est constitué par un empilement régulier d'atomes, qui peut être défini par un ensemble de mailles cristallines identiques et parallèles.

Différentes échelles sont ainsi définies aux quelles sont associées différents ordres de contraintes. Une classification des contraintes résiduelles en trois ordres, liés à l'échelle à laquelle on considère le matériau, a été proposée par Macherauch (figure 3.1). [27]

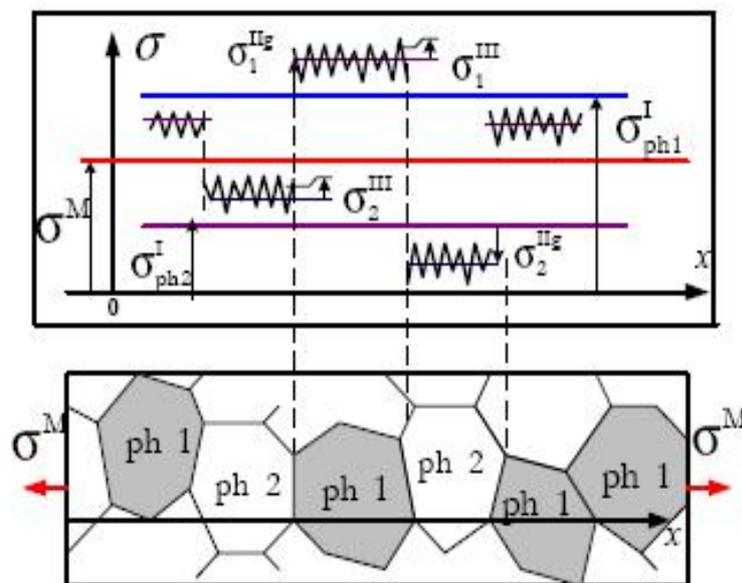


Figure 3.1 : Illustration des différents ordres de contraintes

3.3.1. Les contraintes résiduelles du premier ordre

Les contraintes résiduelles du 1^{er} ordre (σ^I , **macro**) sont homogènes sur un très grand nombre de domaines du matériau (plusieurs grains : donc une échelle de quelques 1/10 à quelques millimètres). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section. Et les moments liés à ces forces sont nuls. Des variations dimensionnelles macroscopiques résultent toujours d'une modification de l'équilibre des forces et des moments liés à ces contraintes (σ^I).

3.3.2. Les contraintes résiduelles du 2^{ème} ordre

Les contraintes résiduelles du 2^{ème} ordre (σ^{II} , **méso**) sont homogènes sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase : donc l'échelle est de quelques dizaines de microns). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans un assez grand nombre de grains. Des variations dimensionnelles macroscopiques peuvent résulter d'une modification de cet équilibre.

3.3.3. Les contraintes résiduelles du 3^{ème} ordre

Les contraintes du 3^{ème} ordre (σ^{III} , **micro**) sont homogènes sur les plus petits domaines du matériau (quelques distances interatomiques : donc l'échelle est de quelques dizaines de nanomètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans de très petits domaines. Les modifications d'équilibre n'entraînent aucune variation dimensionnelle macroscopique.

Dans le cas de matériaux réels, l'état de contrainte est représenté par la contrainte résiduelle qui résulte de la superposition des contraintes d'ordre I, II et III.

Les contraintes d'ordre I sont celles qui sont prises en compte au niveau macroscopique (c'est-à-dire d'un point de vue mécanique), parce qu'elles sont atteintes facilement par l'analyse expérimentale et le calcul. Les contraintes d'ordre III sont reliées à toutes les déformations existant au niveau du réseau cristallin. La définition des différentes échelles de contraintes résiduelles est résumée dans le tableau 3.1 [28].

Tableau 3.1 : Différents ordres des contraintes

Type d'analyse	Volume	Discontinuité
Macroscopique ordre I	Quelques mm ³	Surface, fissures, cavités
Mésoscopique ordre II	Un grain ou des sous grains	Joints de grains ou sous grains, joints de phases, phases hors équilibre.
Microscopique ordre III	Echelle atomique	Dislocations, interstices, atomes de substitution, lacunes, précipités.

3.4. Techniques de détermination des contraintes

Toutes les techniques de détermination des contraintes dans un matériau sont basées sur la mesure de la déformation. Elles sont classées en destructives ou non destructives.

3.4.1. Techniques destructives

Les techniques destructives permettent de déterminer seulement les macrocontraintes. Parmi les avantages de ces méthodes mécaniques on note leur application relativement simple, leur prix réduit et la rapidité des résultats. Quelques unes parmi ces techniques destructives sont brièvement décrites ci-dessous.

3.4.1.1. Méthode du trou incrémentale (Hole drilling)

C'est une méthode largement répandue, un trou ayant comme profondeur 1,5 fois son diamètre est percé. La relaxation de la déformation est mesurée par trois jauges de déformation dans une rosette placée autour du trou. Les incréments de profondeur des trous dépendent principalement de la précision de l'outil de coupe. Les déformations sont mesurées à chaque niveau de profondeur du trou.

3.4.1.2. Méthode du trépan (Ring coring)

C'est une méthode semblable à la méthode du trou. Des fentes annulaires, remplaçant les trous, sont usinées autour d'une jauge de déformation fixée sur la surface. La distribution des contraintes résiduelles en surface et dans le cœur du matériau est calculée à partir des déformations mesurées.

Les limitations générales de ces deux méthodes de trou et de trépan sont :

- Les forts gradients de contraintes doivent être évités puisque le gradient est supposé constant sur la hauteur du trou ou le diamètre du trépan ;
- L'épaisseur de l'échantillon doit être au moins quatre fois le diamètre du trou ou du trépan ;
- La distance entre deux trous ou trépans doit être au moins huit fois plus grande que leurs diamètres.

3.4.1.3. La méthode de Sachs

Elle est également basée sur le même principe de mesure de la déformation relaxée après un enlèvement de couches concentriques du matériau. Un trou axial est d'abord percé et la déformation est mesurée pour chaque accroissement de l'incrément de diamètre du trou à l'aide d'une paire de jauges fixées sur la surface. Parmi les hypothèses de cette méthode est la nécessité d'avoir une pièce cylindrique de façon que la répartition des contraintes présente une symétrie de révolution. Cette méthode est surtout utilisée pour la mesure des contraintes d'origine thermique ou de traitement mécanique tel que le grenailage.

3.4.2. Techniques non destructives

Les techniques non destructives sont basées sur la mesure de la distribution de la déformation du réseau cristallin (à l'aide des techniques de diffraction) ou bien la mesure de variations observées sur quelques propriétés physiques du matériau (l'interférométrie de moiré, les méthodes ultrasoniques et magnétiques). Quelques unes parmi ces techniques non destructives sont brièvement décrites ci-dessous.

3.4.2.1. Interférométrie de moiré

C'est une méthode optique qui se sert de deux grilles composées de lignes d'une forte densité (étroitement espacées) afin de mesurer la déformation en surface. Une grille est fixée sur un plan transparent tandis que l'autre est placée sur la surface de l'échantillon et subit une distorsion due à la contrainte dans l'échantillon. En superposant la grille distordue directement à celle non distordue, des franges se

forment. La déformation peut être calculée connaissant les densités des lignes (1200 lignes/mm) sont couramment utilisées et la distance entre les paires de franges ou encore directement à partir de l'inclinaison des franges par rapport aux coordonnées des axes.

3.4.2.2. Les méthodes magnétiques

Les méthodes magnétiques permettent de séparer l'effet des contraintes résiduelles des autres facteurs superposés comme les effets de la microstructure et de la texture en utilisant les paramètres magnétiques (courant de Foucault, etc.). L'avantage de ces méthodes réside dans leur sensibilité à la contrainte, à la microstructure et à la texture [29]. Mais la condition que le matériau soit ferromagnétique limite les applications de cette méthode.

3.4.2.3. Spectrométrie RAMAN

La spectroscopie Raman permet d'étudier les contraintes en surface de nombreux matériaux avec une résolution latérale inférieure au micron. Elle est fondée sur la diffusion inélastique d'une lumière incidente monochromatique, par excitation de modes de vibration particuliers dans certains cristaux (non CFC et non conducteurs) [26]. Les contraintes y provoquent des décalages quantifiables et modélisables des pics du spectre Raman.

3.4.2.4. Les ultrasons

Cette technique peut fournir des informations concernant les macrocontraintes dans les zones proches de la surface et également dans le cœur de l'échantillon. Les mesures sont basées sur les effets acoustiques pour les la vitesse des ondes (v) est reliée aux contraintes internes (σ) au sein du matériau :

$$v = v_0 + K\sigma \quad (3-1)$$

où v_0 est la vitesse de propagation de l'onde dans un matériau non contraint et K une constante acousto-élastique du matériau.

3.5. Les méthodes de diffraction

La diffraction des rayons X (DRX) est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident (photons secondaires de même longueur d'onde que les photons primaires) sur les électrons des atomes du réseau périodique du domaine analysé. Chaque atome du matériau constitue alors une source secondaire de photons X en phase avec les photons primaires. Les pics de DRX sont l'observation des figures d'interférence (cône de diffraction) de ces sources atomiques par le détecteur. C'est donc la structure atomique (positions relatives des atomes) du matériau qui est analysée par cette technique. L'une des caractéristiques de la DRX est qu'il s'agit d'une technique non destructive ne prenant en compte que les couches superficielles. La pénétration du faisceau est de l'ordre de quelques microns à quelques dizaines de microns pour les matériaux industriels polycristallins dans les conditions de laboratoire. La surface irradiée est souvent de l'ordre du mm². La technique de DRX est donc particulièrement intéressante pour l'investigation structurale des matériaux polycristallins [30].

Après avoir éliminé les effets de solution solide et de composition chimique sur la position, le déplacement de la position angulaire d'un pic pour une famille de plans {hkl} est directement lié à la variation de la distance interréticulaire Δd , (fig. 3.2) et à la déformation homogène macroscopique du matériau. Il existe plusieurs paramètres qui servent à décrire un pic de DRX : la position angulaire du pic, la largeur du pic, la hauteur nette du pic, le bruit de fond, (Fig. 3.3). La caractérisation par la DRX de l'état microstructural d'un matériau polycristallin repose donc directement sur les relations entre la forme du pic de diffraction et la microstructure d'une part, la position des pics et les contraintes macroscopiques d'autre part.

L'élargissement et la forme du pic sont en relation étroite avec la distribution de la déformation et la taille des domaines cohérents de diffraction, donc avec l'état microstructural des matériaux cristallins (Tableau 3.2).

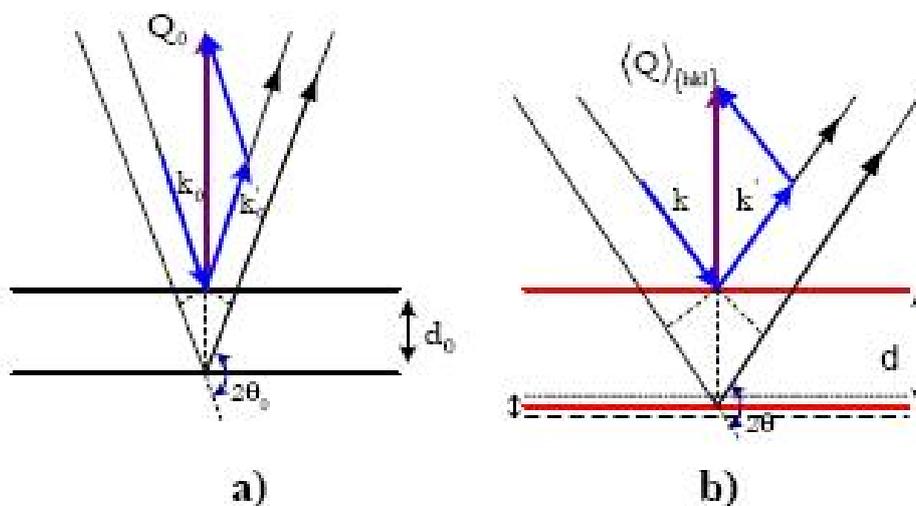


Figure 3.2 : Diffraction sur le réseau cristallin non contraint (a) et sur le réseau déformé (b).

Tableau 3.2 : Interprétation des paramètres des pics de diffraction

Paramètre du pic	Informations Renvoyées
Position du pic	Aberration géométriques de l'appareillage Composition moyenne du volume diffractant Contraintes macroscopiques du volume diffractant
Intensité du pic	Cristallinité et répartition des phases Distribution des orientations des domaines cohérents
Elargissement et forme du pic	Elargissement instrumental Distribution de compositions chimiques Taille des domaines cohérents de diffraction

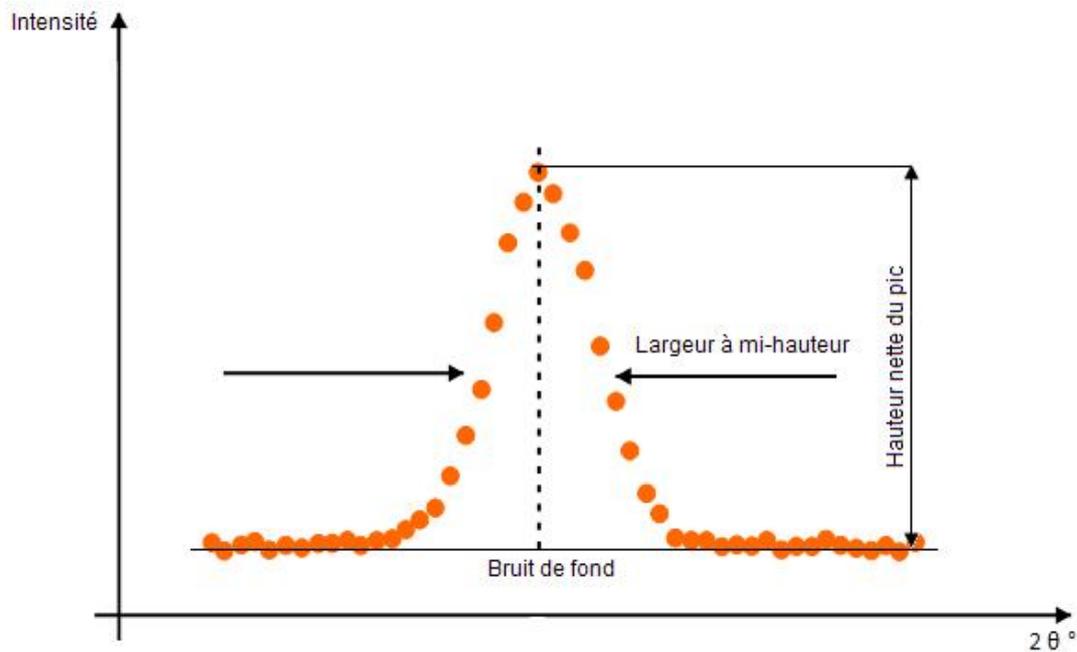


Figure 3.3 : Illustration d'un pic de diffraction.

3.5.1. Élargissement des pics de diffraction

Un matériau polycristallin parfaitement cristallisé correspondra à un profil de pic de DRX symétrique et extrêmement fin. Dans la pratique, un matériau contient toujours des défauts, le pic de diffraction est donc élargi par rapport à l'état idéal. La DRX est la contribution simultanée d'un grand nombre de domaines cohérents qui n'ont pas la même orientation cristallographique. D'autre part, le pic de diffraction n'intègre pas les informations de tous les domaines cohérents du volume analysé. Seuls ceux qui sont favorablement orientés pour respecter les conditions de BRAGG contribuent au pic de diffraction quel que soit le matériau, polyphasé ou monophasé. Il faut souligner que la DRX permet de décrire un état microstructural du matériau principalement par les écarts à la régularité des arrangements atomiques (effets mécaniques, élastiques, effets chimiques, etc.).

3.5.2. Erreurs de localisation et principales influences instrumentales

La majorité des erreurs instrumentales sont géométriques comme le décentrement et l'excentrement. Par contre, elles ne sont pas les seules et il en existe d'autres qu'il est nécessaire de prendre en compte.

3.5.3. Statistique de comptage

Le comptage en diffraction est un processus statistique. La précision des mesures en dépend.

En général, ces fluctuations suivent un processus de Poisson.

L'influence de cette statistique a été étudiée par simulation. Cette étude montre que :

- L'erreur sur $2\theta_0$ diminue avec l'augmentation du temps de comptage la précision est inversement proportionnelle à la racine carré du temps d'acquisition.
- Plus le pas en $2\theta_0$ est petit plus la mesure est précise. La précision de mesure est proportionnelle à la racine carrée du temps d'acquisition.
- Il est recommandé de scanner sur un intervalle plus grand que trois fois la largeur à mi-hauteur autour du pic.
- La position du pic est d'autant plus précise que sa largeur est faible.
- Plus le rapport intensité/bruit de fond est important, plus la mesure est précise à partir d'un rapport de 5, la précision devient peu sensible au temps de comptage.

3.5.4. Localisation des pics de diffraction

Avant tout calcul, nous devons recueillir les déplacements des pics de diffraction. Cette étape est très importante pour la qualité d'information qui en découle. Une localisation erronée entraîne une fausse estimation des contraintes. Ainsi, différentes méthodes ont été développées avec leurs avantages et défauts. Parmi les plus utilisées, on retrouve les méthodes numériques qui consistent à appliquer des fonctions de lissage ou d'interpolation qui sont ajustables, ce qui leur confère une capacité importante à interpoler la majorité des pics. Par la suite la localisation ainsi que l'élargissement deviennent faciles à déterminer.

3.5.5. Méthode du maximum

La position du pic de diffraction est déterminée par le maximum de son intensité. Cette méthode est simple, mais présente les inconvénients suivants : mauvaise reproductibilité, suppose que les pics sont symétriques, dépend fortement de la statistique de comptage, évidemment très mauvaise dans le cas de pics larges.

3.5.6. Méthode de lissage par une fonction profil

Les pics de diffraction sont représentés par une fonction mathématique qui peut approximer les différentes formes que l'on peut rencontrer en pratique par de simples modifications de paramètres. Ces paramètres sont au moins deux : la position du pic et sa largeur intégrale. En diffraction des rayons X les fonctions les plus utilisées sont celle de Lorentz-Cauchy, de Pearson-VII et plus récemment celle de Voigt ou pseudo-Voigt.

3.6. Analyse des contraintes résiduelles par la diffraction des neutrons

Cette méthode est utilisée en recherche depuis 1980 environ, mais elle commence à être plus largement adoptée par les industries de pointe et un standard international est en préparation [24]. Par rapport aux rayons X de 1.5 Å, les neutrons, qui ont des longueurs d'ondes semblables, sont bien plus pénétrants et ont des longueurs d'atténuation typiquement de l'ordre de 10 mm pour les matériaux d'ingénierie les plus communs. Les détails de la méthode reposent sur le même principe d'évaluation que celui de la DRX. En effet, l'évaluation se fait toujours en rapport à des positions de pics de diffraction qui seront comparés à une position de référence (libre de contrainte). Contrairement à la DRX, cette technique offre l'avantage de pouvoir scruter l'échantillon à cœur, puis de révéler l'état triaxial des contraintes. Pour se faire, différentes approches sont possibles. Nous citerons la méthode triaxiale des $\sin^2\psi$ qui nécessite un très grand nombre de mesures ce qui la rend plus difficile en DN. Pour cette raison, la mesure «3x1D » est généralement proposée [8,9]. L'avantage de cette méthode réside dans la réduction du nombre de mesures par point. En effet, pour avoir un état triaxial en un point donné il suffirait de 3 mesures de déformation, puis par la loi de Hooke généralisée nous pourrions remonter aux contraintes principales. Il est clair que le problème de cette méthode est la connaissance préalable des directions principales des contraintes, ce qui n'est pas toujours le cas. Evidemment, cette méthode suppose que le matériau analysé est isotrope (absence de texture). Contrairement à la DRX où l'on peut supposer que $\sigma_{33}=0$, cette hypothèse permet de réaliser des évaluations sans recours à la poudre, nous aurons toujours besoin d'une mesure sur une référence (poudre) qui permet d'identifier le $2\theta_0$ qui servira au calcul des déplacements des pics et ainsi remonter aux déformations.

L'avantage des méthodes de diffraction lors de l'analyse expérimentale des différents types de contraintes réside dans le caractère sélectif. Comme présenté sur la figure. 3.4, seules les cristallites ayant des orientations spécifiques du réseau cristallin vont participer à la diffraction (ayant des vecteurs de diffraction normaux aux plans de diffraction).

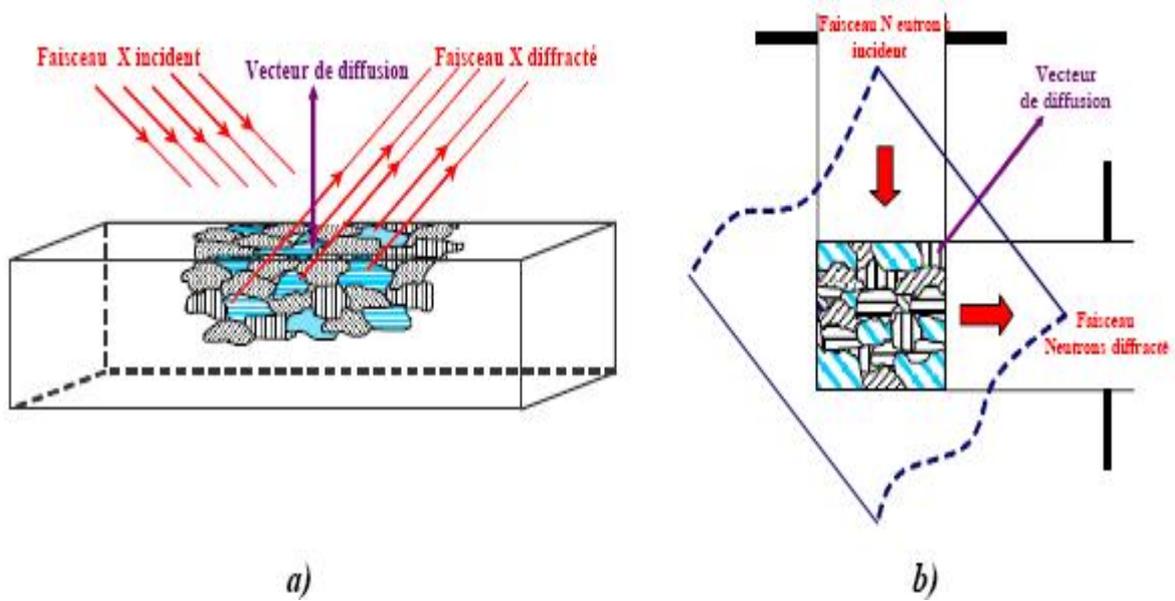


Figure 3.4 : Mesures en surface par DRX (a) et en volume par diffraction des neutrons (b).

CHAPITRE 4

MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

4.1. Matériaux étudiés

Les aciers étudiés ont été fournis par le Centre de recherche Nucléaire de Birine (C.R.N.B.) sous forme de:

- plaque de longueur de 500 mm et une épaisseur de 30 mm, pour l'acier AISI 304.
- tôle d'épaisseur 10 mm pour l'acier AISI 321.

Les compositions chimique des deux aciers ont été déterminées par fluorescence X (tableau 4.1 et tableau 4.2).

Tableau 4.1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier 304.

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Fe
%	0.08	0.46	1.32	0.041	0.005	0.12	10	17.95	bal

Tableau 4.2 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier 321.

	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	Cu	Co	Al	V	Fe
%	0.06	0.70	0.01	0.02	1.11	10.61	17.95	0.06	0.30	0.09	0.06	0.05	0.06	bal

A partir de ces compositions chimique nos matériaux étudiés sont des aciers inoxydables austénitiques, le 304, communément appelé le 18-10 et le 321 stabilisé au Ti.

4.2. Caractéristiques physiques

Le tableau 4.3 donne les caractéristiques physiques à température ambiante des nuances étudiées [31]. Les caractéristiques physiques peuvent varier légèrement avec la forme et les dimensions du produit mais ces variations ne revêtent en général pas une importance critique en ce qui concerne l'application.

Tableau 4.3 : Caractéristique physiques à températures ambiantes.

Nuance	Densité (kg/m³)	Module d'élasticité (GPa)	Dilatation thermique 20-100°C (10⁻⁶/°C)	Conductivité thermique (W/m°C)	Capacité thermique (J/Kg°C)	Résistance électrique (Ω.mm²/m)
304	7900	200	16.6	16.3	500	0.72
321	7920	193	16.6	16.3	500	0.72

4.3. Traitement thermique

Les différents traitements thermiques se sont faits dans un four à moufle sous air de marque KARL Kolb VMK39 qui peut atteindre la température de 1200°C.

4.3.1. Préparation des échantillons

4.3.1.1. Découpage de l'échantillon

Lorsqu'une pièce mécanique est trop volumineuse pour pouvoir la disposer sur un goniomètre de laboratoire, ou bien lorsque l'on souhaite faire une mesure dans un endroit peu ou pas accessible (section d'une pièce, surface intérieure d'un tube...), il peut être nécessaire de découper l'échantillon. Cette découpe doit être faite avec précautions car tout échauffement excessif peut modifier l'état de contrainte au sein de la pièce. Pour cela, il existe des tronçonneuses permettant d'usiner l'échantillon avec des conditions de lubrification correctes. Même avec une tronçonneuse à lame diamant tournant à faible vitesse, la découpe provoquera un écrouissage de la surface tronçonnée. Avant toute mesure sur la section, il est donc nécessaire d'enlever la couche écrouie par un usinage chimique ou électrochimique. Il est également important de faire attention au rééquilibrage des

contraintes résiduelles par suite de la découpe, en particulier pour pouvoir faire des mesures sur le diamètre intérieur d'un tube [32].

Selon le type d'analyse (Diffraction des X et neutronique) des échantillons ont été prélevés des matériaux fournis par le CRNB. En ce qui concerne la DRX où l'échantillon est de petite dimension le problème s'est posé pour la nuance 321, l'épaisseur devrait être réduite de 10 mm à 3 mm, nous avons alors procédé de la manière suivante :

- découpage par une guillotine électrique des plaques de 55x35x10 (mm³). Ces échantillons serviront pour la diffraction neutronique en enlevant les bords arrondis par la guillotine, 2.5 mm de chaque côté.

- A l'aide d'une tronçonneuse de disque à diamant, sur une machine de marque Presi de type Mecatome T255/300 sous refroidissement au jet d'eau (eau plus un agent anti corrosif), nous avons découpés les échantillons de dimensions 25x15x3 mm³ qui serviront à l'analyse par DRX et la révélation micrographique.

4.3.1.2. Préparation de la surface

L'analyse des contraintes par diffraction X ne nécessite en général aucune préparation de surface. Si toutefois la surface est sale, oxydée ou peinte, il peut être nécessaire de la décaper par des moyens chimiques et à l'exclusion de tous moyens mécaniques ou thermiques. Dans le cas d'attaque chimique de matériaux biphasés, on portera attention à l'attaque différentielle des phases, risquant de relaxer les contraintes dans la phase la moins attaquée.

Pour délimiter la zone analysée, on utilise généralement des collimateurs de diamètre plus ou moins grand. Toutefois dans le cas de gradients surfaciques de contraintes ou de problème de géométrie de l'échantillon, il peut être nécessaire de travailler sur une surface précisément délimitée et constante, à l'aide d'un masque découpé dans une bande adhésive au plomb ou en polymère. Cette façon de travailler n'introduit pas de corrections supplémentaires sur le pic de diffraction pour ce qui concerne la détermination de la position du pic mais, par contre, modifie la valeur de l'intensité du pic par un facteur dépendant de Ψ .

Avant le processus du traitement thermique, tous les échantillons ont subi un traitement de surface en deux parties [33] :

- dégraissage chimique ;
- suivi d'un rinçage à l'eau désionisée et séchage de l'échantillon.

4.3.2. Divers traitement thermique

Le tableau 4.4 ci-dessous, résume les différents types des traitements thermiques effectués sur les différents échantillons des deux nuances 304 et 321.

Le choix des températures et la durée du maintien est fait suivant la théorie, donc en se référant aux différents modes de traitement thermique, on a procédé à une homogénéisation du produit pour pouvoir avoir une structure de départ homogène et connue, ce traitement engendre bien sur une distribution des contraintes résiduelles, un autre traitement dit de détensionnement ou de relaxation des contraintes s'est effectué à deux différentes températures, le but recherché est de pouvoir comparer ces deux traitements donc le taux des contraintes résiduelles relaxées.

Tableau 4.4 : Différents traitements thermiques

Traitement thermique	AISI 304 & AISI 321		
	T (°C)	Maintien (mn)	Refroidissement
Homogénéisation	1050	30 mn	Rapide (eau)
Homogénéisation	1050	120 mn	Rapide (eau)
Détensionnement	400	180 mn	Lent (air)
Détensionnement	900	180 mn	Lent (air)

4.3.3. Métallographie

Les observations métallographiques permettent principalement de renseigner sur l'état de la structure et la grosseur des grains. Pour notre étude, celles-ci sont réalisées d'un microscope optique de type Metallovert muni d'objectifs x10, x20, x50 et x100. Avant observation, suivant un protocole expérimental du D.E.M.E.M, les échantillons sont prépolis manuellement sur une polisseuse de marque LecoVP-50, avec des papiers abrasifs de SiC et polis sur des draps imprégnés par la pâte diamantée le but était d'avoir une surface dépourvue de la couche d'oxyde (résultat de l'hypertrempe) et une bonne planéité (problème de rugosité) pour la DRX. Le dernier polissage supprime complètement les rayures superficielles occasionnées par les opérations antérieures.

Le tableau 4.5 montre les différentes étapes de polissage.

Tableau 4.5 : Différentes étapes de polissage

Opération	Diamètre
Pré polissage	180
	240
Polissage	400
	600
	1200
Pâte diamantée	3 μm
	1 μm

En fin pour la révélation métallographique, nous avons utilisés un réactif fraîchement préparé d'acide oxalique à 10 %, comme décrit dans le standard ASTM A262 (practice A) [34] pour une attaque électrolytique sur l'appareil de marque « Buehler Electromet 4 ». Les échantillons sont rincés à l'éthanol et soumis aux examens microscopiques pour des caractérisations structurales.

4.4. Dispositif expérimental

4.4.1. Diffraction des rayons X (DRX)

Le diffractomètre (fig. 4.1), X'Pert Pro MPD (Multipurposes Powder Diffraction), de configuration verticale, peut balayer entre 3° et 154° en 2θ . Cet équipement est fondé sur le concept de l'interchangeabilité des différents constituants (Préfix), en l'occurrence, les optiques avant (F.D.S., Fixed Divergence Slit), les optiques arrière (P.R.S. Programmable Received Slit), les plate-formes, des porte-échantillons et les détecteurs linéaire. Les mesures par diffraction à R-X exigent une bonne planéité de la surface d'analyse diffractées. Toutefois, en pratique ces surfaces ne sont pas parfaitement planes. Dans ce cas, des porte-échantillons adéquats ont été fabriqués afin de palier le problème de la mauvaise planéité des surfaces.



Figure 4.1 : Diffractomètre X'Pert Pro MPD

Les spectres de diffraction R-X des aciers étudiés ont été réalisés au sein du centre de recherche nucléaire de Birine, au moyen du diffractomètre X'Pert Pro MPD (Multipurposes Powder Diffraction). Le tube R-X utilisé est de longueur d'onde du cuivre $K\alpha_{Cu}$ (1.5406 Å), le filtre est en Nickel. L'intervalle du balayage est de 40 à 100 $^{\circ}2\theta$ avec un pas de 0.02 $^{\circ}2\theta$. Le temps d'acquisition du détecteur, à gaz Xénon, est de 1 seconde. La puissance utilisée est de 1.8 Kw (45 Kv 40mA). Le tableau 4.6 résume les paramètres de mesures.

Tableau 4. 6 : Paramètre de mesures

Tension/ Intensité du tube : 40 KV/40 mA
Radiation $K\alpha$ du cuivre : 1.5406 Å
Filtre : Nickel.
Balayage en 2θ : de 40 à 100 $^{\circ}$
Pas en 2θ : 0.02 $^{\circ}$.
Temps de comptage : 1 s.
Température d'analyse : 25 $^{\circ}C$.

4.4.2. Diffraction des neutrons

Le Réacteur de Recherche Es-Salam est équipé, autour de son canal horizontal N $^{\circ}$ 4, d'un diffractomètre à deux axes (figure 4.2) [35]. Le faisceau primaire

est collimaté par le moyen d'un collimateur in-pile (1, 2), en acier inoxydable boraté, et de deux collimateurs (3, 4) au niveau d'obturation du faisceau (5). La divergence du première collimateur du faisceau neutronique est $\alpha_1 = 52'$. Le faisceau monochromatique est obtenu par réflexion du faisceau des neutrons collimatés à partir d'un mono-cristal en Pb(200) (SMC : Single Cristal Monochromator) (6). Avec une mosaïcité $\beta_1 = 42'$, installé sur un goniomètre à trois axes (7) avec cinq degrés de liberté et lié à un système de commande pour faciliter l'alignement.

En amont, la première butée (8) composée d'un cylindre en acier rempli par une mixture d'aciers, sert à stoppée les flux neutronique sortant du canal. Un deuxième hors pile tube (9) et un collimateur en cadmium (SC :Soller Collimator) sont installés pour donner un angle $2\theta_m$ égal à 34° , le faisceau neutronique secondaire utilisé pour le but de la diffraction, avec une longueur d'onde $\lambda = (1.452 \pm 0.001)$. L'ensemble est entouré par une protection biologique contenant un mélange de matières et de ciment (11), située en face du canal horizontal. Un détecteur de surveillance en He-3 est placé à la fin du système.

Le système mécanique est composé d'une table rotative, sur l'axe du faisceau secondaire (13), portant un blindage approprié (14) pour le détecteur en He-3 et un porte échantillon au centre de la table (15) où le flux neutronique est estimé à $(1.06 \pm 0.08) 10^6 \text{ n/cm}^2 \text{ s}$ pour une puissance de 9,700 kW.

Une autre barrière des neutrons thermiques, composé d'un cylindre rempli de paraffine et de polyéthylène boraté, est installée (16). Le système de contrôle commande (17) est connecté à un PC (18) se trouvant dans la salle d'acquisition. Le diffractomètre neutronique permet un balayage de 2 à 115° avec un pas variable de 0.01 à 0.1° .

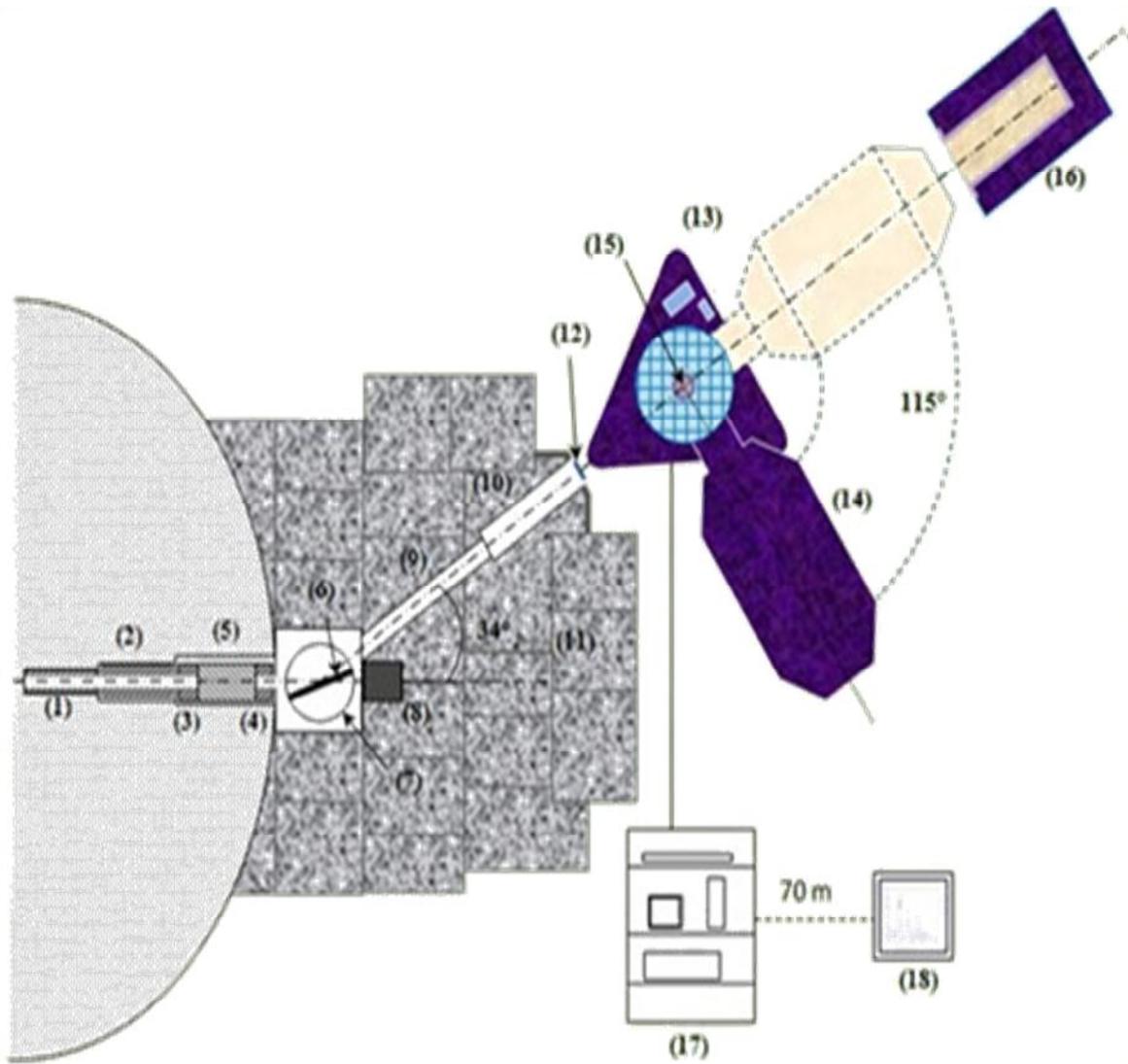


Figure 4.2 : Diffractomètre neutronique du Réacteur de Recherche Es-Salam

CHAPITRE 5

DETERMINATION DES CONTRAINTES PAR LES METHODES DE DIFFRACTION

Les méthodes de diffraction représentent les outils les plus puissants pour déterminer le champ de contrainte et la structure interne des cristallites dans les matériaux polycristallins. Les champs de contrainte du premier et de second ordre sont à l'origine d'une déformation élastique uniforme des grains et de leur réseau cristallographique. Ces déformations élastiques peuvent être aperçues par la diffraction à travers des déplacements des raies mesurés par rapport aux positions des raies correspondant au matériau non contraint. Les contraintes de second et de troisième ordre influencent également la forme du profil de la raie mesurée. Ainsi, par les méthodes de diffraction, l'étude expérimentale des contraintes est basée sur la détermination de la position des pics de diffraction, tandis que l'étude de la structure interne des cristallites est obtenue en analysant le profil des raies.

5.1. Evaluation des contraintes par diffraction

Le principe d'évaluation consiste à utiliser la distance interréticulaire d des plans de la diffraction comme jauge de déformation. Cette distance est liée à la position du pic de diffraction enregistrée 2θ par la loi de Bragg:

$$\lambda = 2d \sin\theta \quad (5- 1)$$

Où, λ est la longueur d'onde du rayonnement utilisé, θ est l'angle de diffusion, et d est l'espacement moyen entre plans de réflexion donnée dans un matériau cristallin.

A partir de cette déformation, on pourra remonter à la contrainte élastique par la loi de Hooke généralisée :

$$\begin{cases} \sigma = \frac{E}{1+\nu} \left(\varepsilon + \frac{\nu}{1-2\nu} \text{Tr}(\varepsilon) \right) \\ \varepsilon = \frac{1+\nu}{E} \sigma - \frac{\nu}{E} \text{Tr}(\sigma) \end{cases} \quad (5-2)$$

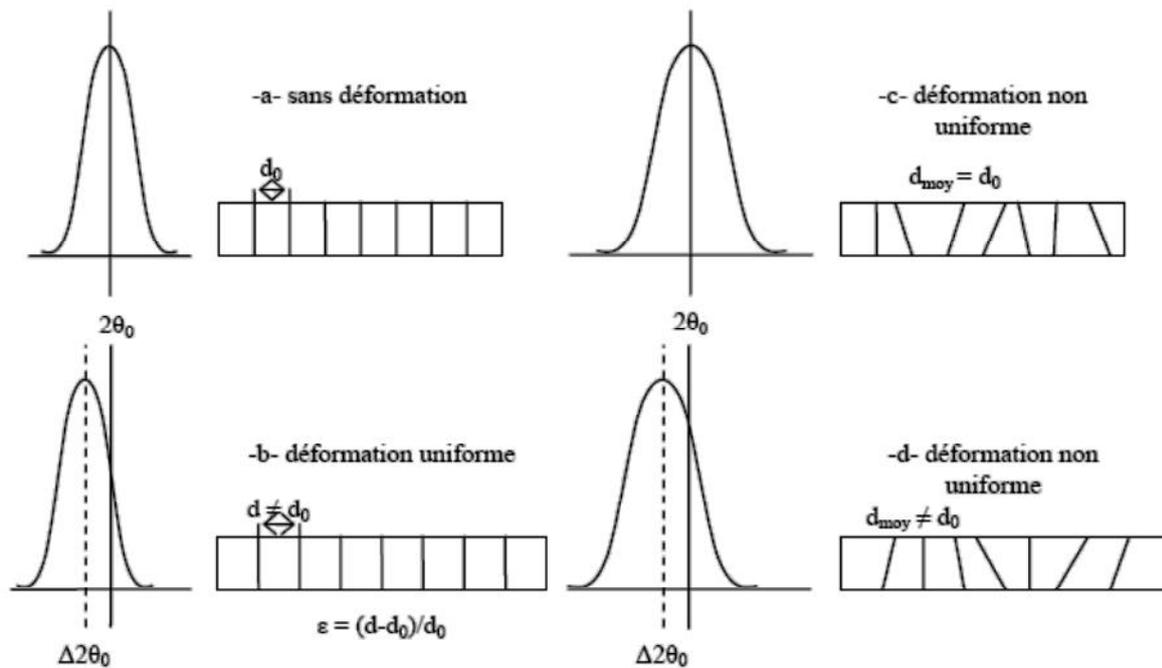


Figure 5.1 : Illustration de l'effet de distorsion sur les pics de diffraction.

5.2. Estimation des déformations

La déformation ($d_{\phi\psi}$) est estimée par différentes méthodes :

5.2.1. Déformation conventionnelle

La déformation mesurée est exprimée par rapport à un état de référence du matériau que nous appelons état libre de contrainte. Dans cet état, la distance interréticulaire des plans $\{hkl\}$ est d_0 , qui est une fonction des paramètres de maille du matériau non contraint. Sous l'effet de la déformation élastique, la distance entre plans va prendre une valeur d . la déformation conventionnelle s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}, \quad \begin{cases} d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \\ d_0 = \frac{\lambda}{2 \sin \theta_0} \end{cases} \Rightarrow \varepsilon = \frac{\sin(\theta_0)}{\sin(\theta)} - 1 \quad (5-3)$$

La déformation élastique du cristal peut donc être obtenue par mesure de la position des pics de diffraction avant et après chargement.

5.2.2. Déformation rationnelle

Pour être plus précis, on peut utiliser la déformation rationnelle :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{d}{d_0}\right) = \ln\left(\frac{\sin(\theta_0)}{\sin\theta}\right) \quad (5-4)$$

Cependant, dans le cas des petites déformations (<1 %), la formulation rationnelle est très proche de la formulation conventionnelle.

5.2.3. Déformation rationnelle approchée

Une approximation commode de déformation rationnelle peut être obtenue en utilisant un développement limité de $\ln(x)$ et le tronquer au 1er ordre :

$$\ln(X) = \frac{X-1}{X} + \frac{1}{2}\left(\frac{X-1}{X}\right)^2 + \dots$$

On obtient alors :

$$\varepsilon = 1 - \frac{\sin\theta}{\sin\theta_0} \quad (5-5)$$

5.2.4. Déformation linéarisée en 2θ

En différentiant la loi de BRAGG on obtient :

$$\left. \begin{array}{l} \lambda = 2[\Delta d \sin(\theta) + d \cos(\theta) \Delta\theta] \\ \Delta\lambda = 0 \quad \Delta d \sin(\theta) = -d \cos(\theta) \Delta\theta \end{array} \right\} \Rightarrow \varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\cot g(\theta) \Delta\theta \quad (5-6)$$

Pour des raisons pratiques, on préférera la forme :

$$\varepsilon = -\frac{1}{2} \cot \theta \quad 2\theta \quad (5-7)$$

5.3. Calcul des contraintes

Malgré la diversité des formules, les résultats obtenus sont très proches les uns des autres. Si nous regroupons l'équation 5-2(b) et la projection de $(\vec{n}_{(\Phi\Psi)})$, qui représente la direction de mesure de la déformation, dans le repère principal (figure 5.2). Nous aurons avec [36] :

$$\vec{n}_{(\Phi\Psi)} = \begin{bmatrix} \cos \theta \cos \Psi \\ \sin \theta \cos \Psi \\ \sin \theta \sin \Psi \end{bmatrix} \text{ et } \varepsilon_{\Phi\Psi} = \vec{n}_{(\Phi\Psi)}^t \cdot \varepsilon \cdot \vec{n}_{(\Phi\Psi)}$$

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} \frac{1+\nu}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{12} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{13} \\ \frac{1+\nu}{E}\sigma_{12} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{22} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{23} \\ \frac{1+\nu}{E}\sigma_{13} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{23} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) \end{bmatrix}$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\Phi\Psi} = & \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2 + \sigma_{12} \sin 2 + \sigma_{22} \sin^2 - \sigma_{33}) \cdot \sin^2 \\ & + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos + \sigma_{23} \sin) \cdot \sin 2 + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} Tr(\sigma) \end{aligned} \quad (5-8)$$

La détermination des contraintes par cette méthode n'est valide que si les hypothèses suivantes sont vérifiées :

- Les cristallites ont un comportement élastique linéaire ;
- L'agrégat polycristallin est homogène et quasi-isotrope (matériau monophasé, non texturé avec de petits cristallites) ;
- La composition chimique, les déformations et les contraintes sont constantes dans tout le volume irradié par les rayons X (pas de gradient de contrainte et/ou de composition) ;
- La zone irradiée est plane.

L'équation (5-8) peut être écrite sous la forme d'un système pour différentes valeurs de $(\varepsilon_{\Phi,\Psi})$ dont la résolution nous permettra de remonter au tenseur des contraintes (σ) . De par la symétrie de ce tenseur, un minimum de 6 mesures est requis pour avoir une solution. Cependant, dans la pratique nous préférons la multiplicité des mesures pour assurer une meilleure évaluation du tenseur. Cette multiplicité vient tenir compte de la réalité du matériau avec ses défauts. Donc en multipliant ces mesures, nous pourrions vérifier si les hypothèses que nous avons formulées sont valides ou non.

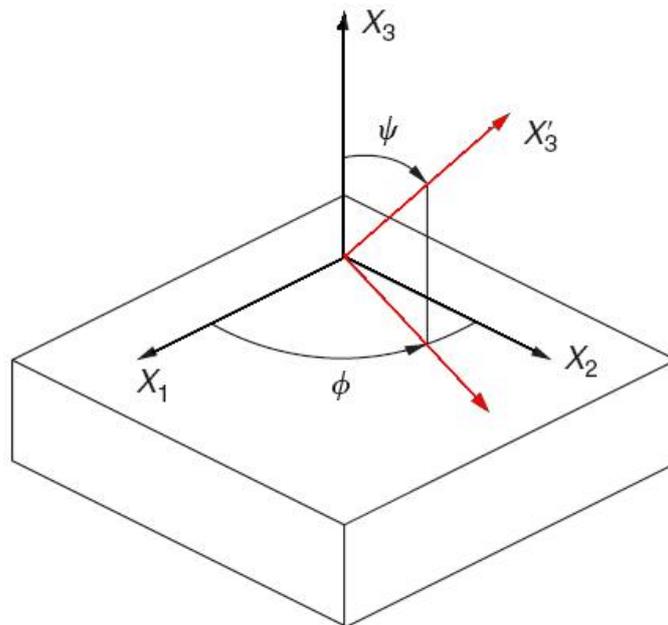


Figure 5.2 : Définition des angles ϕ et ψ .

Enfin, la composante σ_ϕ de la contrainte dans la direction Φ (fig. 5.2) est obtenue à partir de la déformation élastique en utilisant la loi de Hooke et les conditions d'équilibre à la surface de l'échantillon (état biaxial de contrainte). Ceci nous conduit à la relation suivante appelée loi des $\sin^2(\Psi)$:

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \sigma_\Phi \cdot \sin^2(\Psi) + \varepsilon_0 \quad (5-9)$$

Où ε_0 est la valeur de $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ pour $\Psi = 0$ et S_2 est une constante élastique radiocristallographique.

Ayant obtenu le tenseur des déformations, le tenseur des contraintes est alors obtenue par la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{(1/2)S_2} = \left| \varepsilon_{ij} - \delta_{ij} \frac{S_1}{(1/2)S_2 + 3S_1} \varepsilon_{ii} \right| \quad (5-10)$$

Où S_1 et $(1/2) S_2$ les constantes élastiques de diffraction [34, 35]

5.4. Méthode des moindres carrés et détermination du tenseur des déformations

Afin de faciliter une formulation matricielle pour la solution informatique, nous introduisons les définitions suivantes [39]:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_1 = \varepsilon_{11} & \quad f_1(\phi, \psi) = \cos^2\phi \sin^2\psi \\
\varepsilon_2 = \varepsilon_{22} & \quad f_2(\phi, \psi) = \sin^2\phi \sin^2\psi \\
\varepsilon_3 = \varepsilon_{33} & \quad f_3(\phi, \psi) = \cos^2\psi \\
\varepsilon_4 = \varepsilon_{12} & \quad f_4(\phi, \psi) = \sin 2\phi \sin^2\psi \\
\varepsilon_5 = \varepsilon_{13} & \quad f_5(\phi, \psi) = \cos\phi \sin 2\psi \\
\varepsilon_6 = \varepsilon_{23} & \quad f_6(\phi, \psi) = \sin\phi \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{5-11}$$

L'équation (5-8) est réécrite comme suit :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon' = \sum_{j=1}^6 \varepsilon_j f_j(\phi, \psi) \tag{5-12}$$

Nous définissons χ^2 la somme pondérée des erreurs quadratique par :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(\varepsilon_{obs} - \varepsilon_{cal})^2}{\text{var}(\varepsilon'_i)} = \sum_{i=1}^n \frac{1}{\text{var}(\varepsilon'_i)} \left| \varepsilon'_i - \sum_{j=1}^6 \varepsilon_j f_j(\phi_i, \psi_i) \right| \tag{5-13}$$

n étant le nombre de mesure de la déformation, $\text{var}(\varepsilon'_i)$ est une estimation de la variance (écart type) ou l'incertitude de la $i^{\text{ème}}$ mesure.

Chaque valeur de $\text{var}(\varepsilon'_i)$ fournit un facteur de pondération sur la contribution de chaque mesure de la déformation sur χ^2 de sorte que ceux ayant un plus petit écart-type font une contribution plus importante. Ainsi les valeurs de (ε_j) qui minimisent χ^2 existe lorsque la dérivée partielle par rapport à (ε_j) est égal à zéro. Ce qui donne le résultat suivant :

$$\frac{\partial \chi^2}{\partial \varepsilon_j} = \sum_{i=1}^n \left| \sum_{k=1}^6 \varepsilon_k f_k(\phi_i, \psi_i) \right| - \varepsilon'_i \left| \frac{f_j(\phi_i, \psi_i)}{\text{var}(\varepsilon'_i)} \right| = 0 \tag{5-14}$$

Formant ainsi la matrice **B** et le vecteur **E**, avec :

$$B_{jk} = \sum_{i=1}^n f_j(\phi_i, \psi_i) f_k(\phi_i, \psi_i) / \text{var}(\varepsilon'_i) \tag{5-15}$$

$$E_j = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i' f_j(\phi_i, \psi_i) / \text{var}(\varepsilon_i')$$

Ce qui peut être réécrit sous une forme matricielle

$$\mathbf{B}\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{E} \quad (5-16)$$

La résolution de cette équation par inversion de matrice ou d'autres méthodes [7], donne, les $\boldsymbol{\varepsilon}_j$,

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{B}^{-1}\mathbf{E} \quad (5-17)$$

5.5. Résolution instrumentale

Afin de mesurer des déformations de l'ordre de 10^{-3} et 10^{-4} , une résolution instrumentale correcte est impérative. Elle est définie comme la largeur à mi-hauteur (FWHM : Full Width at Half Maximum) théorique par les travaux de Cagliotti et al. Pour une longueur d'onde fixée, la résolution instrumentale est liée aux divergences angulaires α_1 , α_2 et α_3 et à la mosaïcité du monochromateur β par l'expression suivante :

$$FWHM^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (5-18)$$

$$U = \frac{4(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \beta^2 + \alpha_2^2 \beta^2)}{\tan^2 \theta_M (\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)} \quad (5-19)$$

$$V = \frac{-4\alpha_2^2 (\alpha_1^2 + 2\beta^2)}{\tan^2 \theta_M (\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)} \quad (5-20)$$

$$W = \frac{\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + 4\beta^2 (\alpha_2^2 + \alpha_3^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)} \quad (5-21)$$

La mosaïcité du monochromateur provient du fait qu'il est formé d'un agrégat de petits blocs légèrement désorientés les uns par rapport aux autres.

CHAPITRE 6

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

6.1. Analyse métallographique

La figure 6.1(a) montre la microstructure de l'acier AISI 304 après un traitement d'homogénéisation à 1050°C pendant 30 mn et 120mn, et trempé à l'eau.

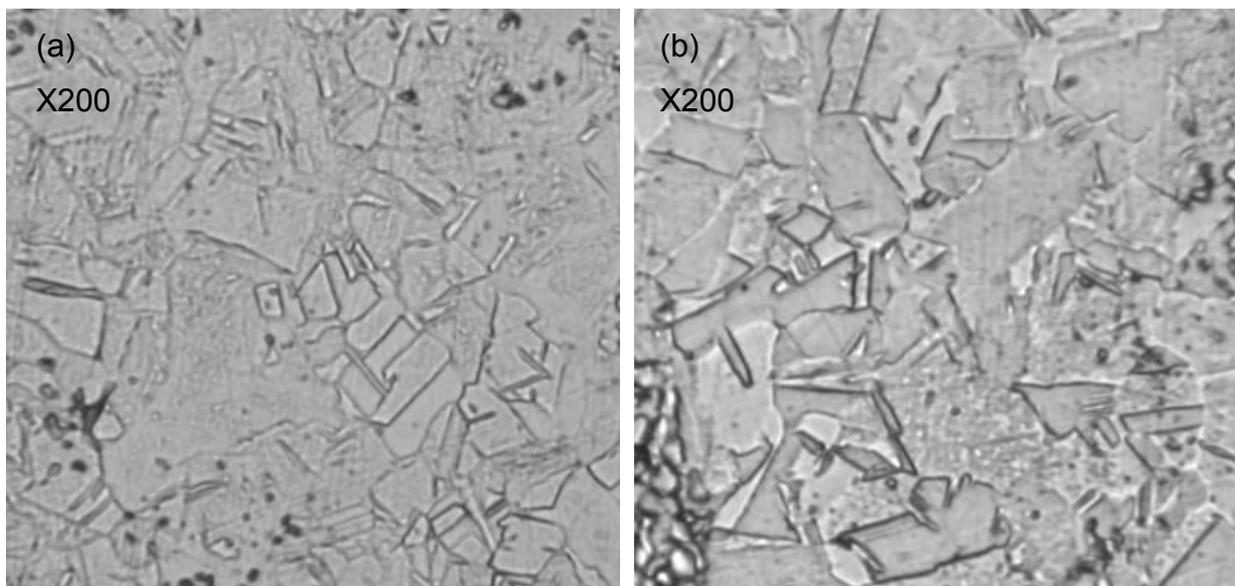


Figure 6.1 : Microstructure du 304 hypertrempé à 1050°C, durant (a) 30 mn et (b) 120 mn

Il s'agit d'une microstructure 'Step' [34]. Nous remarquons sur la figure 6.1(b) le grossissement excessif de la taille des grains, due au temps de maintien prolongé, le but recherché était la création des contraintes internes provoquées par ce changement volumique.

Le traitement de relaxation des contraintes s'est fait en deux températures. Le premier aux basses températures, 400°C pour un maintien de 180 mn et un

refroidissement très lent. Le deuxième aux hautes températures c'est-à-dire à 900°C pour les mêmes conditions opératoires [22].

Les microstructures relevées sont identiques à celle d'homogénéisation, le grain à gardé les mêmes dimensions, en on a remarqué aucun changement.

La figure 6.2 présente la microstructure de l'acier AISI 321, nous remarquons bien que la durée du maintien influe sur la taille du grain, la figure 6.2(b) montre la structure 'step'. Sur la figure 6.2(a) on remarque la présence des particules de forme relativement ronde réparties aléatoirement, les particules lisses claires indique la présence soit de silicium, d'aluminium, soit de soufre et de manganèse, les autres particules de formes complexes d'un aspect plus sombre que les précédentes dont la composition chimique est proche de celle de la matrice [34].

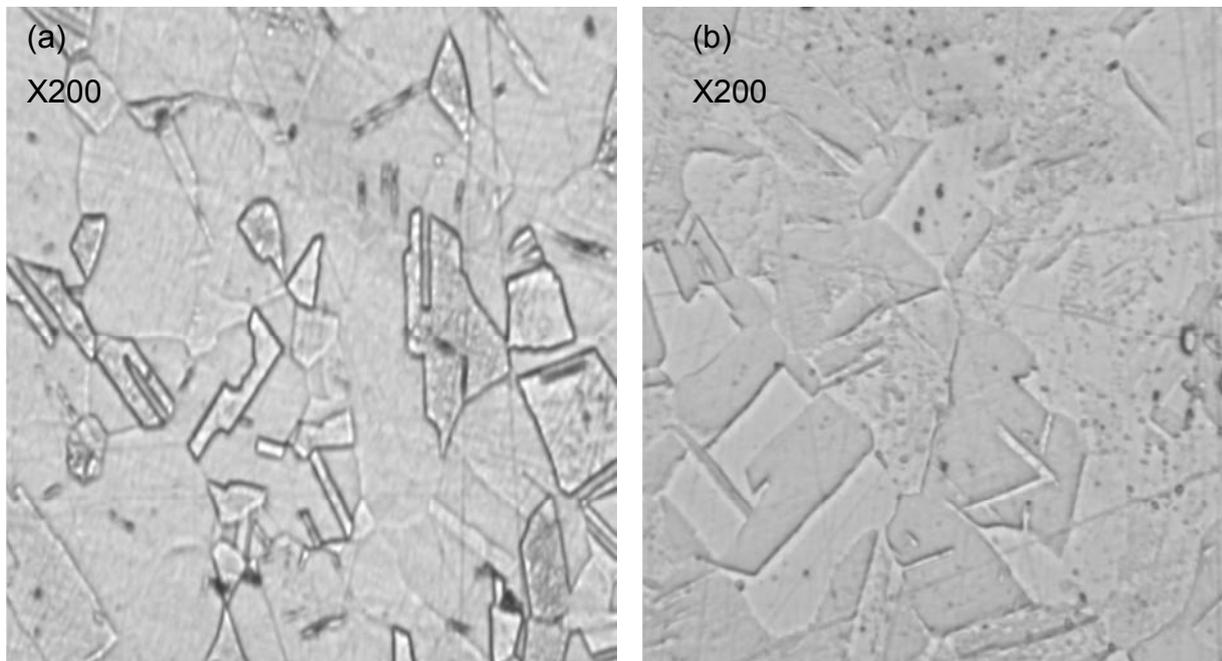


Figure 6.2 : Microstructure de l'AISI 321 hypertempé à 1050°C, durant (a) 30 mn et (b) 120 mn

En ce qui concerne le traitement de relaxation des contraintes opéré sur l'acier AISI 321, on a pas remarquer une différence microstructurale significative pour la température de 400°C, maintien pendant 180 mn et refroidissement dans le four.

Par contre le traitement à 900°C pendant 180 mn s'apparente à un traitement de stabilisation, la figure 6.3 montre la structure de matrice austénitique contenant des particules TiN sous une forme rectangulaire [40].

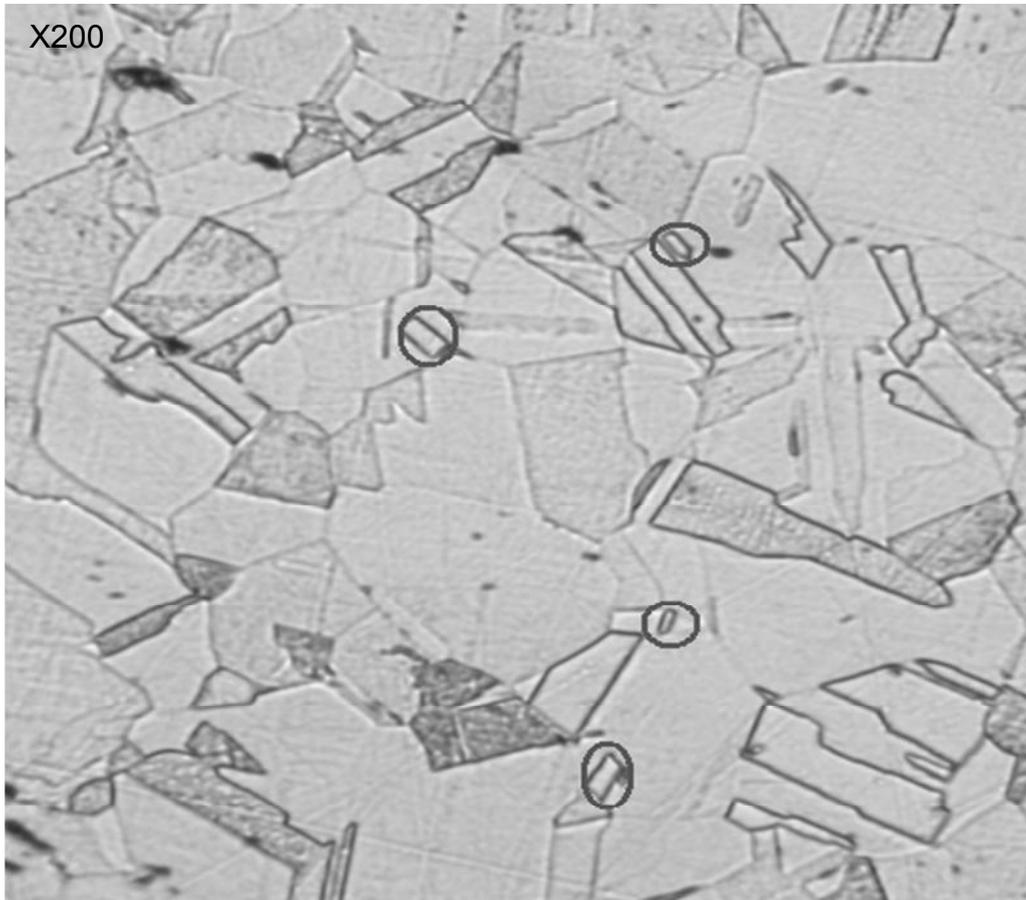


Figure 6.3 : microstructure du 321, traité à 900°C, maintien 3 hr et refroidissement lent. Les particules TiN sont indiquées par les cercles.

6.2. Analyse par DRX Acier AISI 304:

6.2.1. Acier AISI 304 à l'état de réception

Les différentes analyses par la DRX, conduites sur les aciers d'études ont données lieu aux figures suivantes :

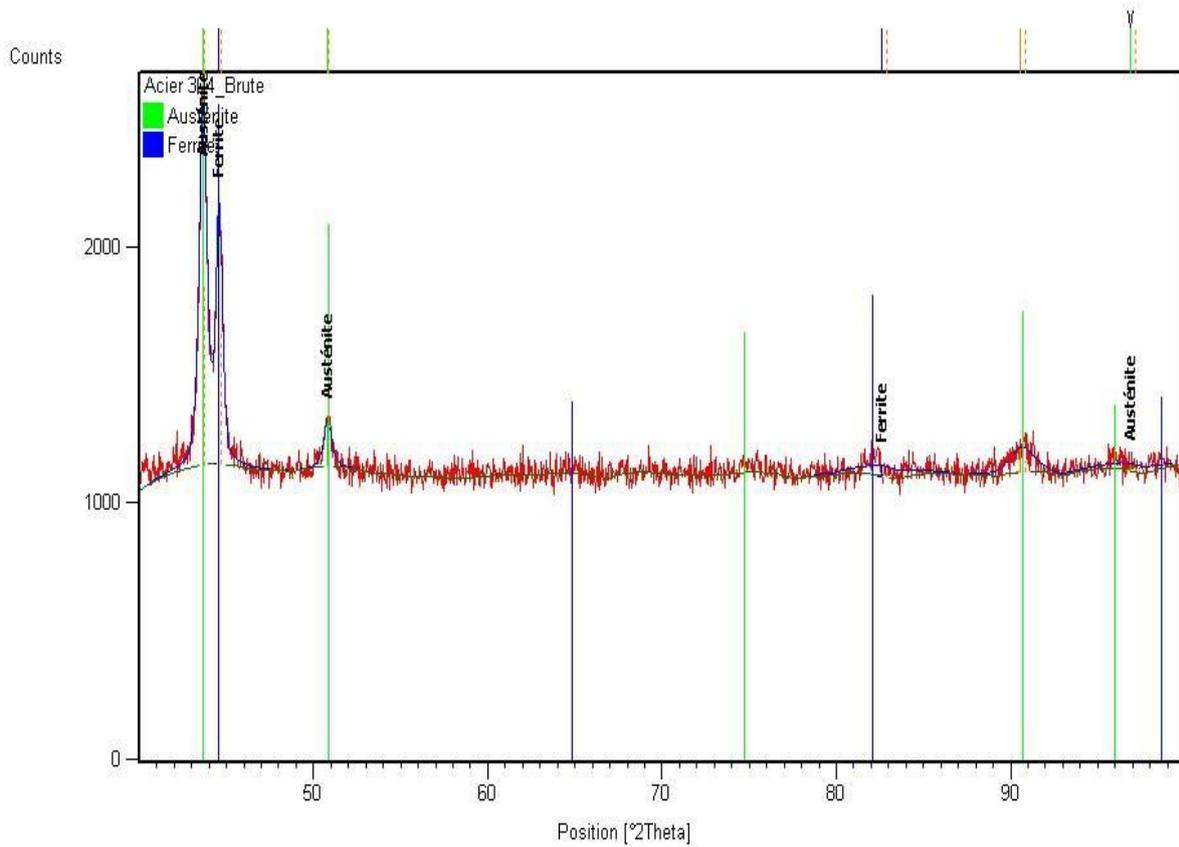


Figure 6.4 : Raies de diffraction pour l'acier 304 à l'état de réception

Tableau 6.1.: Données numériques des Raies de diffraction du 304 à l'état de réception

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6352	1408.80	0.5239	2.07263	100.00	1	1	1	646.94
44.5516	1033.45	0.4108	2.03210	73.36	1	1	0	370.72
50.7629	176.25	0.5178	1.79707	12.51	2	0	0	84.00
82.6311	40.53	3.6310	1.16676	2.88	2	1	1	125.41
96.8395	28.24	3.7363	1.02977	2.00	2	2	2	90.15

6.2.2. Acier AISI 304 à l'état homogénéisé

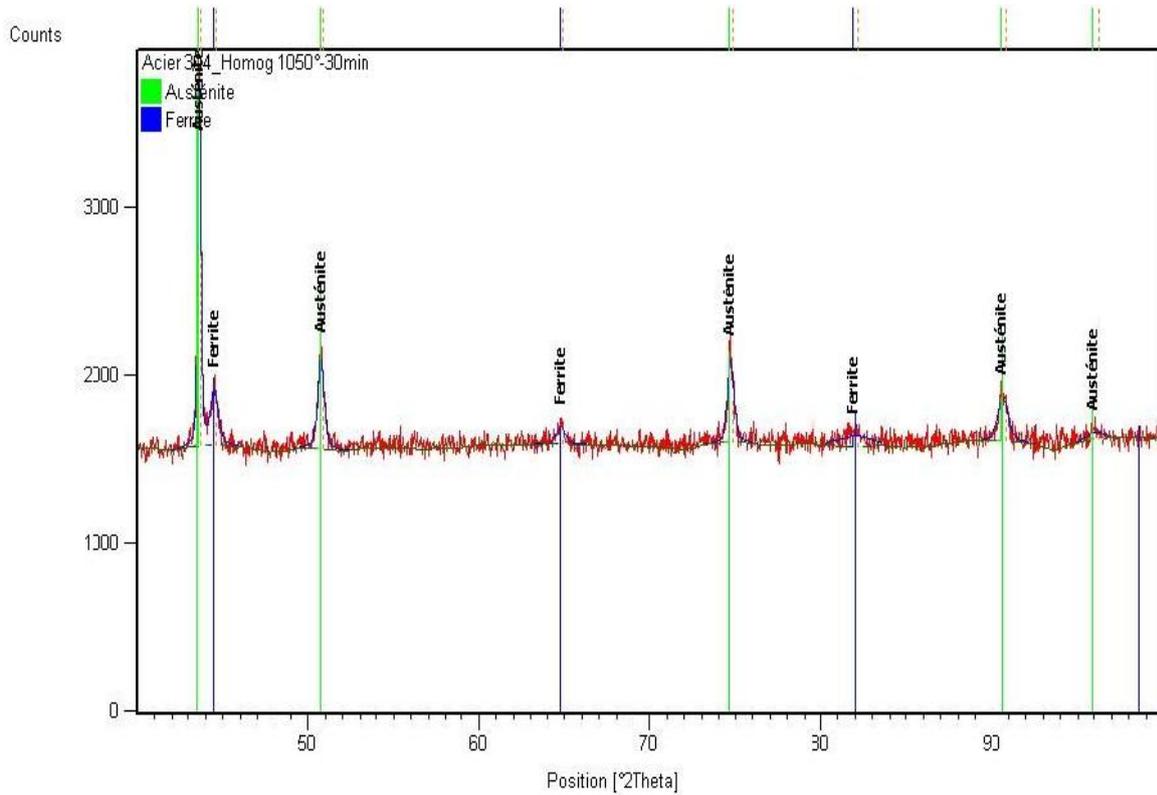


Figure 6.5 : Raies de diffraction pour l'acier 304 homogénéisé.

Tableau 6.2 : Données numériques des Raies de diffraction du 304 homogénéisé

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6124	2248.96	0.1575	2.07366	100.00	1	1	1	404.63
44.4751	332.21	0.5246	2.03542	14.77	1	1	0	150.39
50.6989	556.26	0.4005	1.79918	24.73	2	0	0	209.88
64.7367	101.78	0.5422	1.43884	4.53	2	0	0	51.86
74.6791	502.56	0.3458	1.26999	22.35	2	2	0	185.35
81.8744	62.84	2.3205	1.17561	2.79	2	1	1	125.17
90.5869	255.04	0.5901	1.08383	11.34	3	1	1	152.05
95.9291	40.33	1.2298	1.03712	1.79	2	2	2	45.08

6.2.3. Acier AISI 304 détensionné à 400°C

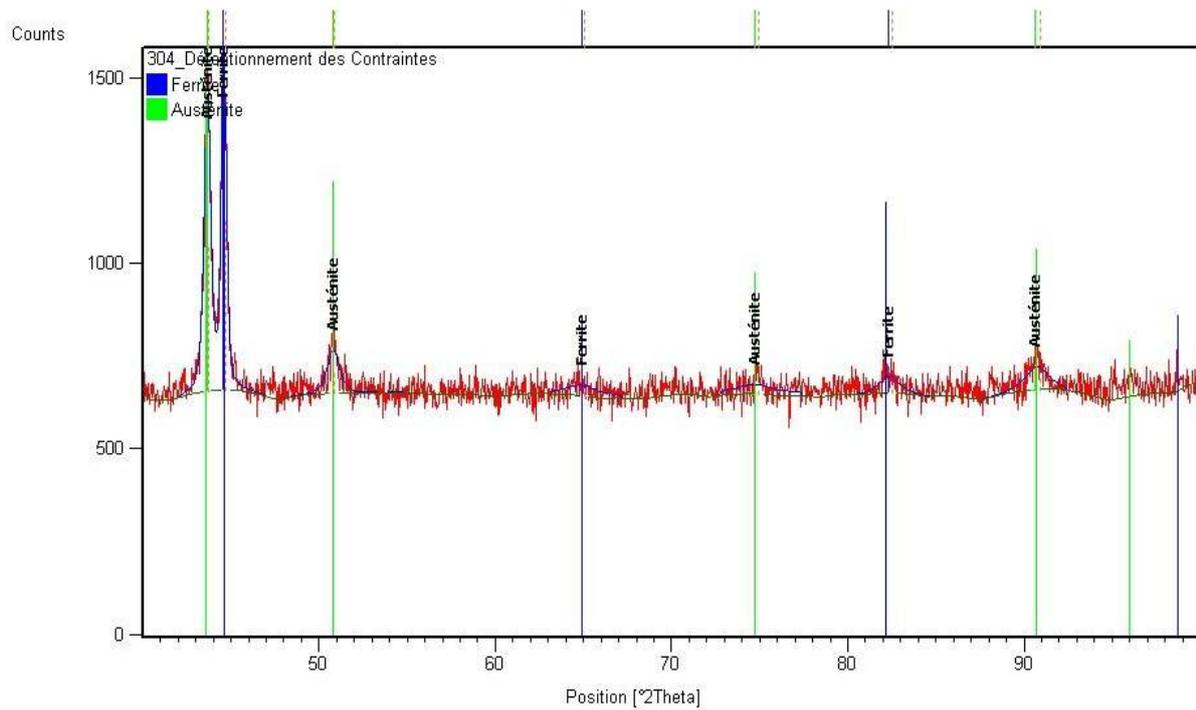


Figure 6.6 : Raies de diffraction pour l'acier 304 détensionné à 400°C

Tableau 6.3 : Données numériques des Raies de diffraction du 304 détensionné à 400°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6360	795.47	0.4336	2.07259	85.99	1	1	1	308.12
44.5600	925.04	0.3158	2.03174	100.00	1	1	0	271.61
50.7648	117.38	0.8488	1.79700	12.69	2	0	0	86.73
64.8880	28.77	2.7458	1.43585	3.11	2	0	0	67.21
74.7372	23.53	3.7876	1.26915	2.54	2	2	0	75.72
82.2959	43.60	1.3375	1.17066	4.71	2	1	1	51.39
90.6354	62.24	1.5309	1.08338	6.73	3	1	1	84.06

6.2.4. Acier AISI 304 détensionné à 900°C

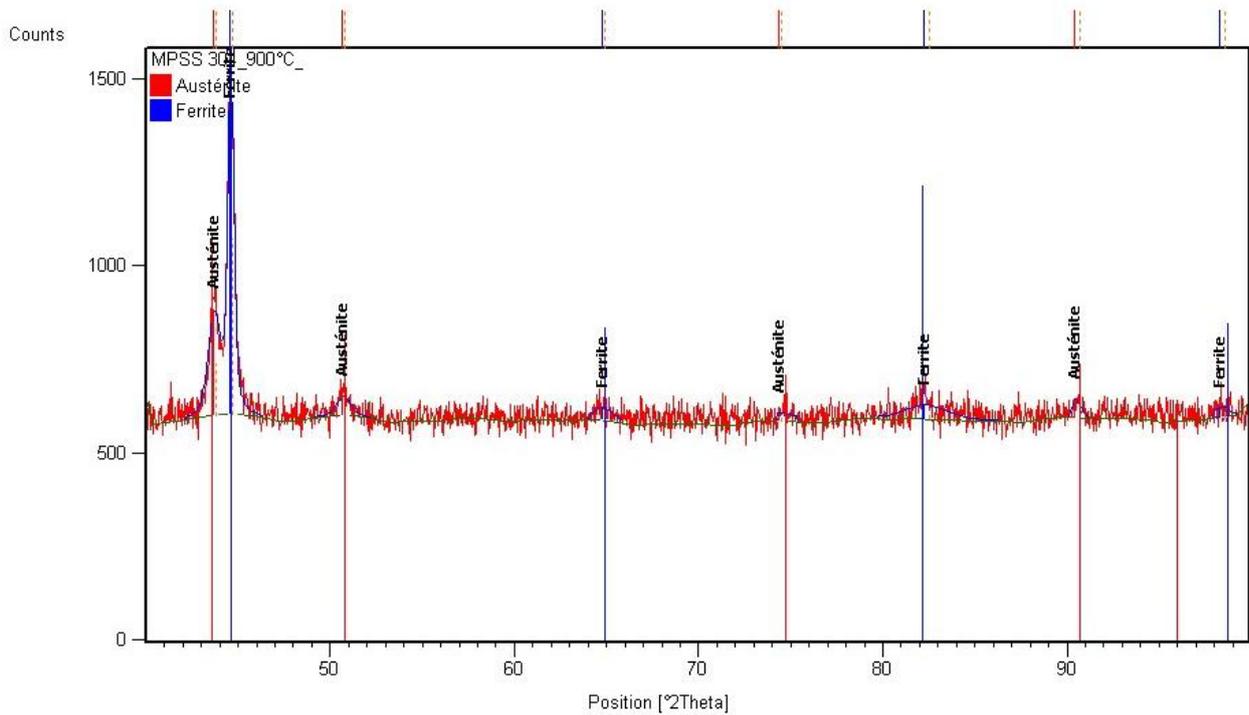


Figure 6.7 : Raies de diffraction pour l'acier 304 détensionné à 900°C

Tableau 6.4 : Données numériques des Raies de diffraction du 304 détensionné à 900°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6789	283.93	0.7869	2.07066	30.03	1	1	1	182.46
44.5728	945.63	0.3729	2.03119	100.00	1	1	0	317.82
50.6716	53.36	0.8907	1.80009	5.64	2	0	0	41.28
64.7375	35.42	1.2939	1.43883	3.75	2	0	0	39.70
74.3200	21.00	4.0000	1.27524	2.22	2	2	0	74.61
82.2575	39.40	2.8116	1.17111	4.17	2	1	1	94.68
90.4416	50.29	0.3958	1.08519	5.32	3	1	1	21.99
98.2668	27.46	0.8355	1.01860	2.90	2	2	0	22.23

6.3. Calcul des déformations

L'état du matériau sans contrainte est désigné par la distance interréticulaire des plans $\{hkl\}$ par d_0 , ou par la position du sommet des pics de diffraction θ_0 . Sous l'effet de la déformation élastique, la distance entre plans va prendre une valeur d et une nouvelle position du pic θ . en utilisation les équations (4-1), (4-2) et (4-3) nous obtenons les différentes déformations pour différents plans, reportées sur le tableau 6.5, qui récapitule les différents résultats pour l'échantillon homogénéisé à 1050°C et relaxé pour une température de 400°C ; et le tableau 6.6 donne les déformations pour l'échantillon homogénéisé à 1050°C ayant subi un traitement de détensionnement à 900°C pour un maintien de 3 heures.

Tableau 6.5 : Déformations de l'AISI 304 (entre 400°C et 1050°C)

Différents traitements thermique		Calcul des déformations		
Pos. [°2Th.] 400°C	Pos. [°2Th.] 1050°C	$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}$	$\varepsilon = \ln \left(\frac{\sin(\theta_0)}{\sin \theta} \right)$	$\varepsilon = 1 - \frac{\sin \theta}{\sin \theta_0}$
43.6360	43.6124	-0.000541	0.000432	0.000432
44.5600	44.4751	-0.001905	0.001507	0.001506
50.7648	50.6989	-0.001298	0.000940	0.000940
64.8880	64.7367	-0.002332	0.001242	0.001241
74.7372	74.6791	-0.000777	0.000277	0.000277
82.2959	81.8744	-0.005122	0.001023	0.001022
90.6354	90.5869	-0.000535	-0.000009	-0.000009

Nous remarquons sur ces deux tableaux, la similitude des résultats pour la mesure des déformations sous le formalisme rationnelle et son approximation. Le signe négatif signifie une compression, l'autre une traction ; la différenciation entre la déformation conventionnelle est due à la non uniformité des distances interréticulaire. Pour la suite des calculs nous nous baserons sur les positions des pics de diffraction.

Tableau 6.6 : Déformations de l'AISI 304 (entre 900°C et 1050°C)

Différents traitements thermique		Calcul de la déformation		
Pos. [°2Th.] 900°C	Pos. [°2Th.] 1100°C	$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}$	$\varepsilon = \ln\left(\frac{\sin(\theta_0)}{\sin\theta}\right)$	$\varepsilon = 1 - \frac{\sin\theta}{\sin\theta_0}$
43.6789	43.6124	-0.00152	0.001217	0.001216
44.5728	44.4751	-0.00219	0.001734	0.001732
50.6716	50.6989	0.00054	-0.000390	-0.000390
64.7375	64.7367	-0.00001	0.000007	0.000007
74.3200	74.6791	0.00483	-0.001738	-0.001740
82.2575	81.8744	-0.00466	0.000932	0.000931
90.4416	90.5869	0.00161	0.000023	0.000023

Ainsi sur la figure 6.8, qui représente la superposition des trois raies de diffraction de l'AISI 304, nous observons les différentes positions, dues aux déformations du réseau cristallin, qui mettent en exergue l'existence des contraintes résiduelles.

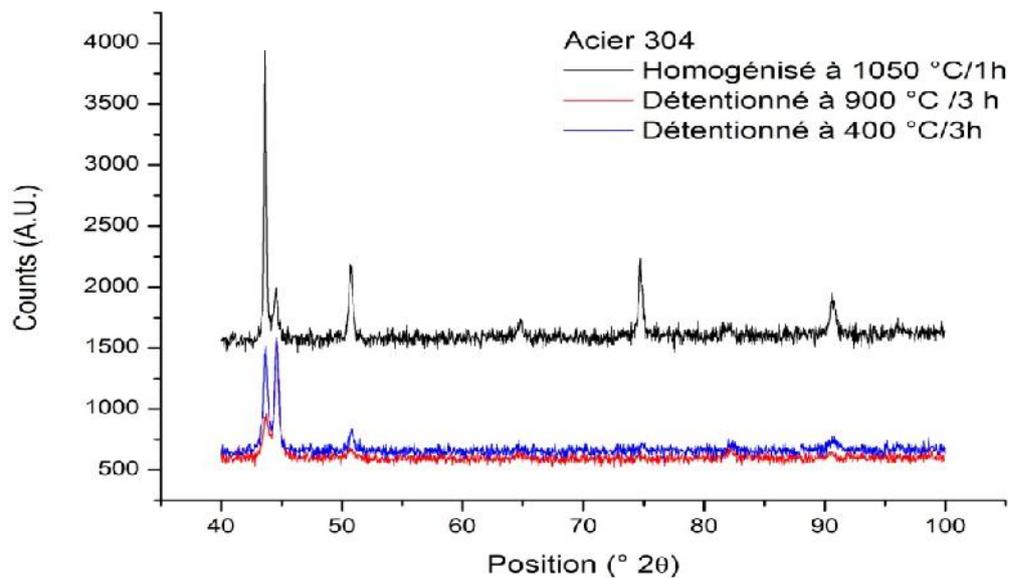


Figure 6.8: Superposition des raies de diffraction pour l'AISI 304

Le premier renseignement est que le traitement de relaxations des contraintes effectué à 900°C donne des meilleurs résultats, nous remarquons un écart significatif des sommets des pics.

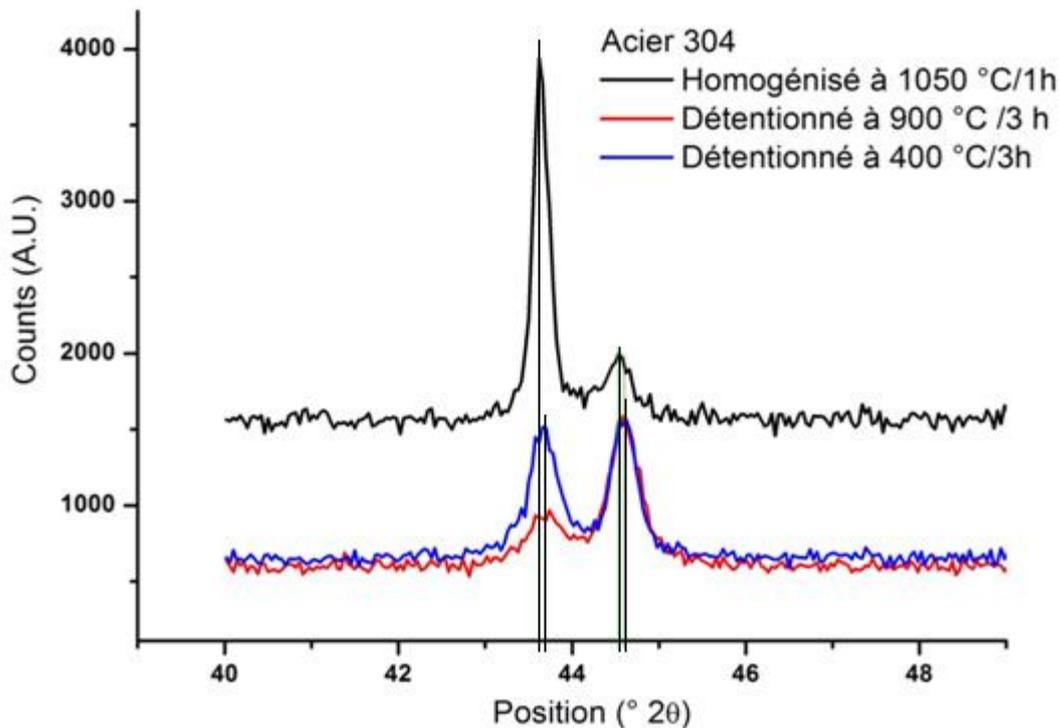


Figure 6.9 : Agrandissement de la position 40° à 48°

En faisant un zoom sur la figure 6.8 (fig.6.9), nous obtenons un léger décalage de la position angulaire du premier pic, décalage vers la gauche de 0.0236° de la position initiale 43.6360 °2θ à 43.6124 °2θ, signifiant l'existence d'une contrainte et un décalage vers la droite 44.4751 °2θ à 44.5600 °2θ.

6.4. Analyse par DRX acier AISI 321

6.4.1. Acier AISI 321 à l'état de réception

Pour l'acier AISI 321, nous pouvons dire qu'avant la diffraction, notre échantillon est de matrice essentiellement austénitique. La figure 6.10, montre les pics de diffraction de l'austénite.

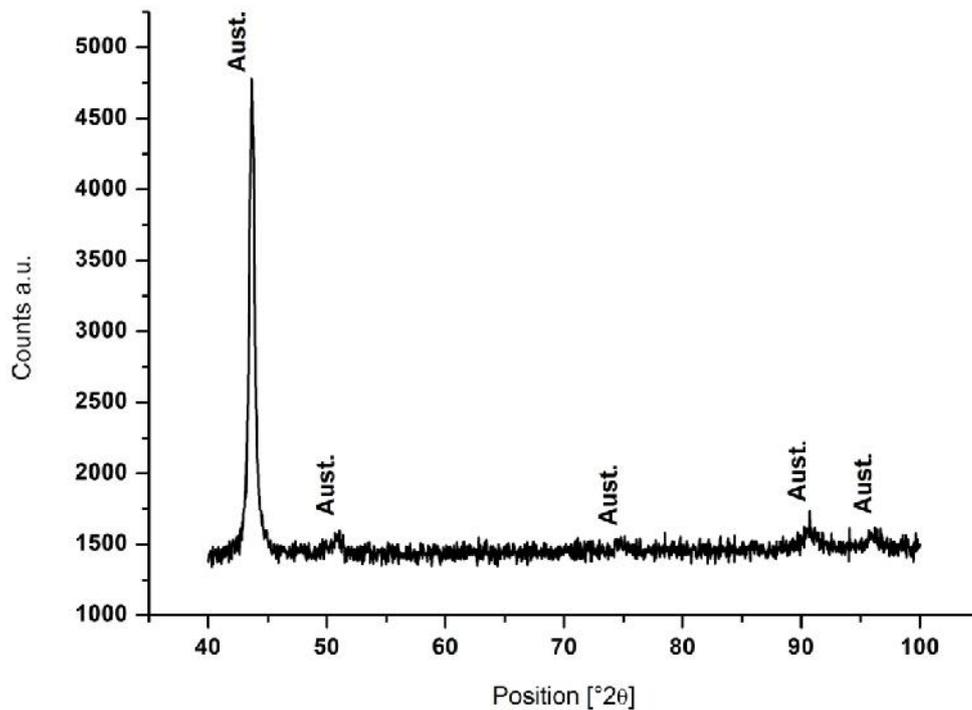


Figure 6.10 : Raies de diffraction de l'acier 321 à l'état de réception

Les différentes données du diffractogramme (Position, Intensité, largeur à mi-hauteur,...) sont listées dans le tableau 6.7.

Tableau 6.7 : Données des raies de diffraction de la figure 6.8

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6370	3337.17	0.4868	2.07255	100.00	1	1	1	1452.70
50.7943	100.83	1.1101	1.79603	3.02	2	0	0	96.36
74.6878	57.56	1.6531	1.26987	1.72	2	2	0	82.54
90.7047	91.35	1.5889	1.08273	2.74	3	1	1	127.76
96.5014	32.88	3.9902	1.03248	0.99	2	2	2	111.97

6.4.2. Acier AISI 321 à l'état homogénéisé

Les premiers échantillons ont subi un traitement d'homogénéisation à une température de 1050°C pendant 60 mn suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau) la diffraction de cette échantillon a donné lieu a la figure 6.11.

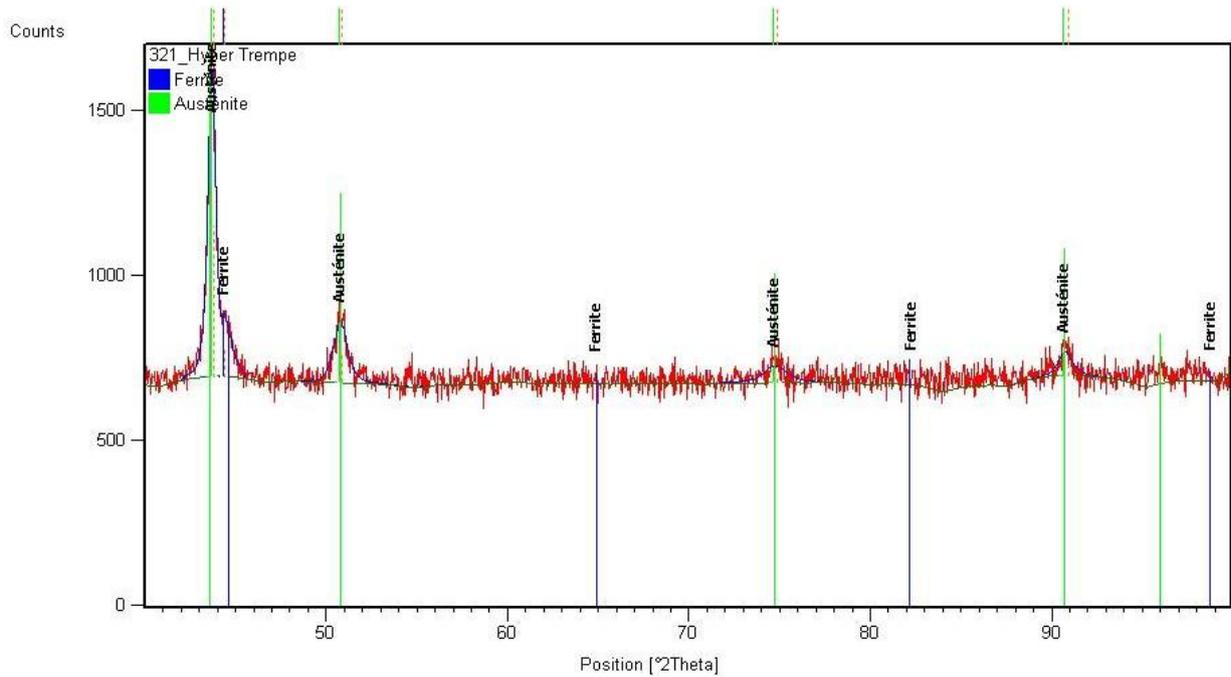


Figure 6.11 : Raies de diffraction de l'acier 321 homogénéisé.

Nous remarquons la présence d'un pic de ferrite à la position 44.3189 °2θ du plan (110), comme indiqué dans le tableau 6.8.

Tableau 6.8 : Données des raies de diffraction de l'acier 321 homogénéisé.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6682	920.29	0.5266	2.07114	100.00	1	1	1	431.58
44.3189	191.53	0.9530	2.04223	20.81	1	1	0	156.99
50.7527	187.13	0.8752	1.79740	20.33	2	0	0	142.39
74.6606	49.03	1.6423	1.27026	5.33	2	2	0	69.62
90.6596	70.45	0.8126	1.08315	7.66	3	1	1	54.43

6.4.3. Acier AISI 321 détensionné à 400°C

Le traitement de relaxation des contraintes s'est opéré à 400°C pour un maintien de 3 heures suivi d'un refroidissement lent (à l'air), la figure 6.12 représente la diffraction de cet échantillon.

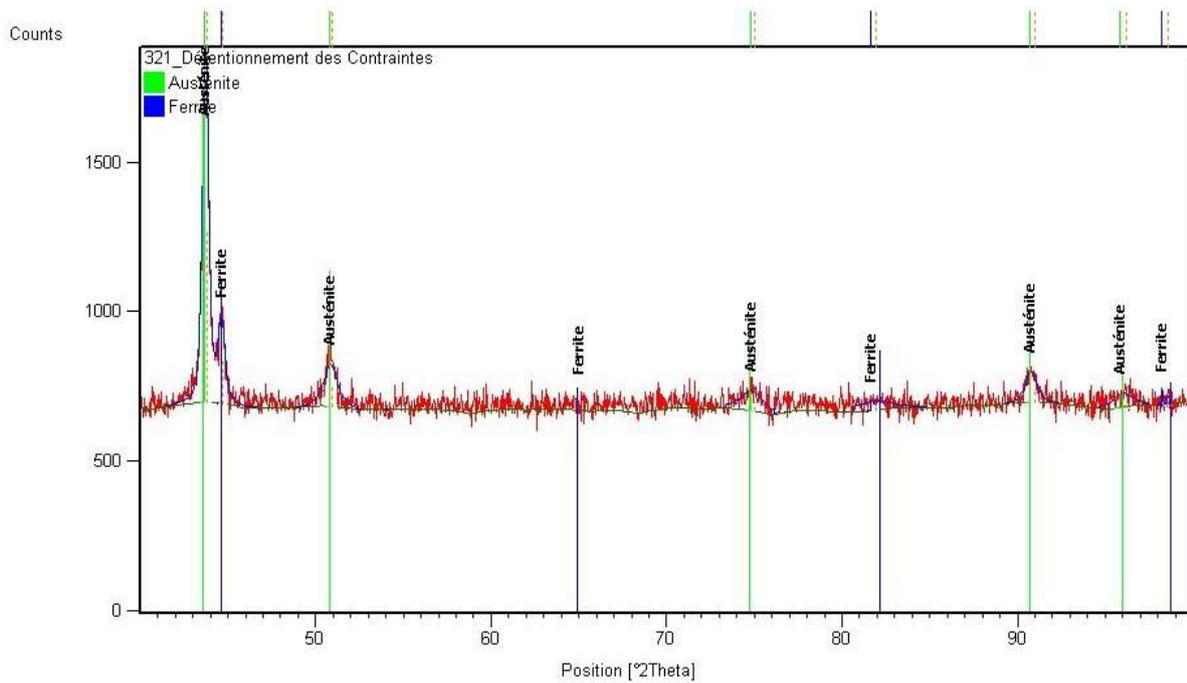


Figure 6.12 : Raies de diffraction de l'acier 321 relaxé à 400°C

Le tableau 6.9, ci-dessous, donne toutes les informations qui peuvent être obtenues de ce dernier diffractogramme.

Tableau 6.9 : Données des raies de diffraction de l'acier 321 détensionné à 400°C.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6941	1173.38	0.3960	2.06997	100.00	1	1	1	425.15
44.5933	292.39	0.4577	2.03030	24.92	1	1	0	110.87
50.8029	140.11	0.9224	1.79575	11.94	2	0	0	112.01
74.7673	65.75	1.6348	1.26871	5.60	2	2	0	92.93
81.6676	32.28	2.4077	1.17807	2.75	2	1	1	66.64
90.6978	98.96	0.6784	1.08279	8.43	3	1	1	65.95
95.8515	45.77	1.3426	1.03775	3.90	2	2	2	55.32
98.2394	48.35	0.0704	1.01881	4.12	2	2	0	6.30

6.4.4. Acier AISI 321 détensionné à 900°C

Le deuxième traitement de détensionnement qui a eu lieu à 900°C pour les mêmes durées de maintien et de refroidissement, a donné le graphique de la figure 6.13, les données sont portées sur le tableau 6.10.

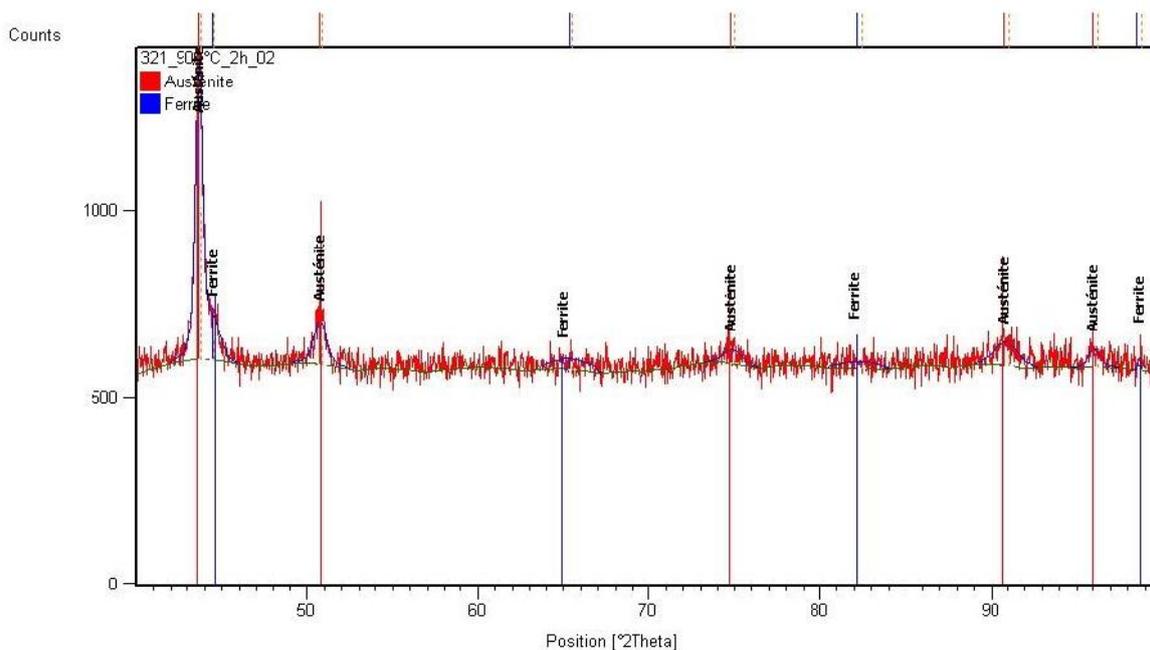


Figure 6.13 : Raies de diffraction de l'acier 321 relaxé à 900°C

Tableau 6.10 : Données des raies de diffraction de l'acier 321 détente à 900°C.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	h	k	l	Area [cts*°2Th.]
43.6789	283.93	0.7869	2.07066	30.03	1	1	1	182.46
44.5728	945.63	0.3729	2.03119	100.00	1	1	0	317.82
50.6716	53.36	0.8907	1.80009	5.64	2	0	0	41.28
64.7375	35.42	1.2939	1.43883	3.75	2	0	0	39.70
74.3200	21.00	4.0000	1.27524	2.22	2	2	0	74.61
82.2575	39.40	2.8116	1.17111	4.17	2	1	1	94.68
90.4416	50.29	0.3958	1.08519	5.32	3	1	1	21.99
98.2668	27.46	0.8355	1.01860	2.90	2	2	0	22.23

6.5. Calcul des déformations

Avant d'entamer le calcul des déformations, il faut souligner les différents paramètres obtenus par la diffraction en ce qui concerne l'acier AISI 321, le profil des pics de diffraction a subi un traitement de lissage par la fonction profil Pseudo Voigt, le traitement du bruit de fond par une fonction polynomiale. Le tableau 6.11, résume les différentes informations contenues dans les rapports de diffraction pour chaque acier diffracté.

Tableau 6.11 : Paramètres de diffraction des aciers AISI 321.

Considération Générale	Profile fonction			Pseudo Voigt		
	Background			Polynomial		
321 hypertrempe						
paramètres de la maille	paramètres de la Ferrite			paramètres de l'Austénite		
	a [Å]	b [Å]	c [Å]	a [Å]	b [Å]	c [Å]
	2.870500	2.870500	2.870500	3.593	3.593	3.593
	α [°]	β [°]	γ [°]	α [°]	β [°]	γ [°]
90	90	90	90	90	90	
Détensionnement à 400°C						
paramètres de la maille	paramètres de la Ferrite			paramètres de l'Austénite		
	a [Å]	b [Å]	c [Å]	a [Å]	b [Å]	c [Å]
	2.887	2.887	2.887	3.597	3.597	3.597
	α [°]	β [°]	γ [°]	α [°]	β [°]	γ [°]
90	90	90	90	90	90	
Détensionnement à 900°C						
Lattice parameters	paramètres de la Ferrite			paramètres de l'Austénite		
	a [Å]	b [Å]	c [Å]	a [Å]	b [Å]	c [Å]
				3.587	3.587	3.587
	α [°]	β [°]	γ [°]	α [°]	β [°]	γ [°]
90	90	90	90	90	90	

6.5.1. Comparaison des différentes raies de diffraction

Sur la figure ci-dessous (fig. 6.14), nous pouvons remarquer la diminution des tailles des pics (en intensité), un très léger décalage de la position des pics en (2θ) et finalement une superposition presque « parfaite » des raies des traitements d'homogénéisation et de détente à 400°C.

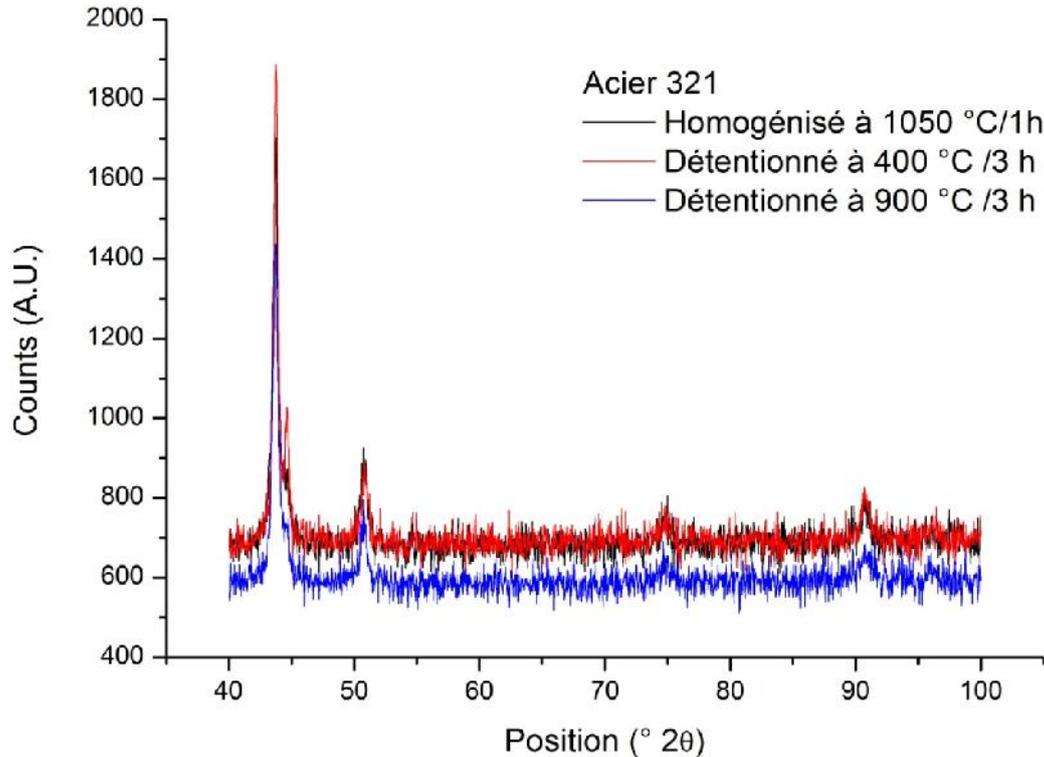


Figure 6.14 : Superposition des raies de diffraction de l'acier AISI 321.

Pour permettre de distinguer la différenciation en position ($^{\circ}2\theta$), un agrandissement de la position angulaire de 40 à 48 ($^{\circ}2\theta$) est représenté dans la figure 6.15. Le tableau 6.12 correspondant à la position 43.6 pour l'acier 321 avec les différents traitements thermiques, considérant que l'état sans contrainte, à 400°C prenait la valeur 43.6941 [$^{\circ}2\theta$], la nouvelle valeur est de 43.6682 [$^{\circ}2\theta$], c'est-à-dire un décalage de 0.0259 [$^{\circ}2\theta$], et un décalage de 0.0107 [$^{\circ}2\theta$] pour la température de 900°C.

Tableau 6.12 : Données des raies de diffraction à la position 43.6 [$^{\circ}2\theta$].

Température T.T [°C]	Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	h	k	l	Area [cts* $^{\circ}2\theta$.]
1050	43.6682	920.29	0.5266	2.07114	1	1	1	431.58
400	43.6941	1173.38	0.3960	2.06997	1	1	1	425.15
900	43.6789	283.93	0.7869	2.07066	1	1	1	182.46

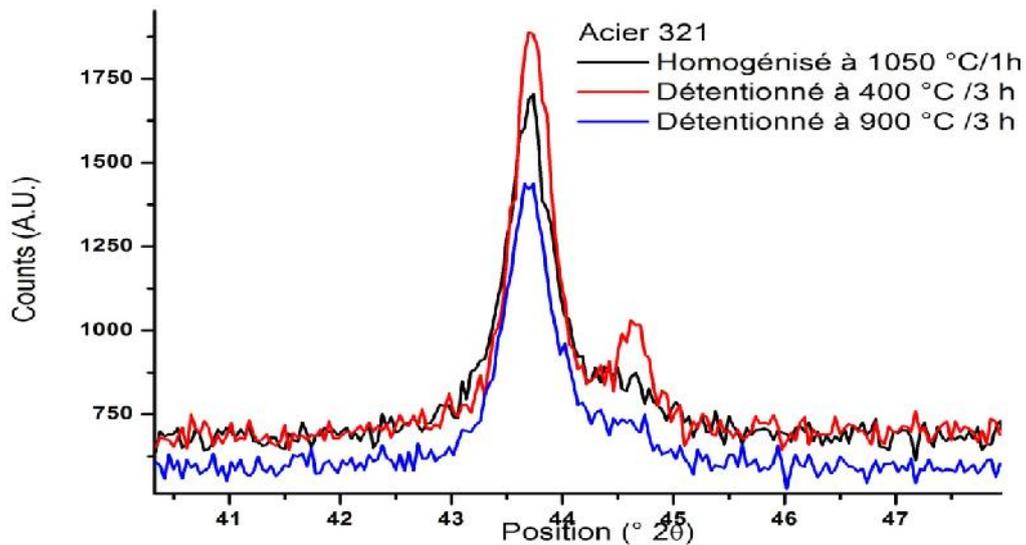


Figure 6.15 : Agrandissement de la position 40-48 ($^{\circ}2\theta$)

6.5.2. Estimation de la déformation

Pour le pic représentatif du plan (111) et en employant la formule (1-7), pour le calcul de la déformation linéarisée en 2θ , on obtient les valeurs récapitulées dans le tableau 6.13.

Tableau 6.13 : Estimation des déformations à la position $43.6^{\circ}2\theta$.

Température T.T [°C]	Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Δ [$^{\circ}2\theta$.]	ε	h	k	l
1050	43.6682	-	-	1	1	1
400	43.6941	- 0.0259	0.00471749	1	1	1
900	43.6789	-0.0107	0.00194831	1	1	1

De la même manière et pour les différentes positions angulaires on pourra trouver les différentes déformations apparues à chaque position.

Le tableau 6.14 donne les différentes déformations calculées pour les différentes raies de diffraction. Il faut souligner que nous avons considéré deux états libre de contrainte à 400°C et 900°C , et un état avec contrainte celui de 1050°C .

Tableau 6.14 : Déformations pour les différentes positions °θ.

Position. [°θ]			Δ [°θ]		ε	
1050	400	900	400-1050	900-1050	400-1050	900-1050
43.6682	43.6941	43.6789	-0.0259	-0.0107	0.00471	0.00195
44.3189	44.5933	44.5728	-0.2744	-0.2539	0.05063	0.04685
50.7527	50.8029	50.6716	-0.0502	0.0811	0.01047	-0.01691
74.6606	74.7673	74.3200	-0.1067	0.3406	0.03081	-0.09834
90.6596	90.6978	90.4416	-0.0382	0.2180	0.01278	-0.07296

6.5.3. Evaluation des contraintes

Malgré la diversité des calculs les résultats sont presque proche les uns des autres. Considérons que l'élément infinitésimal de la matière se déforme de manière linéaire, dans ce cas on peut employer la loi de Hooke qui relie la déformation à la contrainte par l'équation suivante :

$$\sigma = E \varepsilon \quad (6-1)$$

où E est le module de young du matériau étudié, dans notre cas E=200 Gpa, ainsi le tableau 6.15 donne la conversion des différentes déformations en contraintes.

Tableau 6.15: Déformations et contraintes de l'AISI 321.

Position. [°θ]			ε		σ[Gpa]	
1050	400	900	400-1050	900-1050	400-1050	900-1050
43.6682	43.6941	43.6789	0.0000823	0.0000340	0.943	0.390
44.3189	44.5933	44.5728	0.0008837	0.0008177	10.126	9.370
50.7527	50.8029	50.6716	0.0001826	-0.0002951	2.093	-3.381
74.6606	74.7673	74.3200	0.0005377	-0.0500049	6.161	-19.668
90.6596	90.6978	90.4416	0.0002231	-0.0490763	2.557	-14.591

6.6. Détermination des contraintes par diffraction neutronique

En ce qui concerne la diffraction neutronique, le système implanté autour du réacteur Es-salam est dédié à l'expérimentation des poudres, pour ce faire nous avons changé le porte échantillon de manière à ce qu'il supporte l'échantillon exposé aux rayonnements neutronique.

La superposition des raies de diffraction, conduite sur l'acier AISI 321, a donné lieu au graphique représenté sur la figure 6.16.

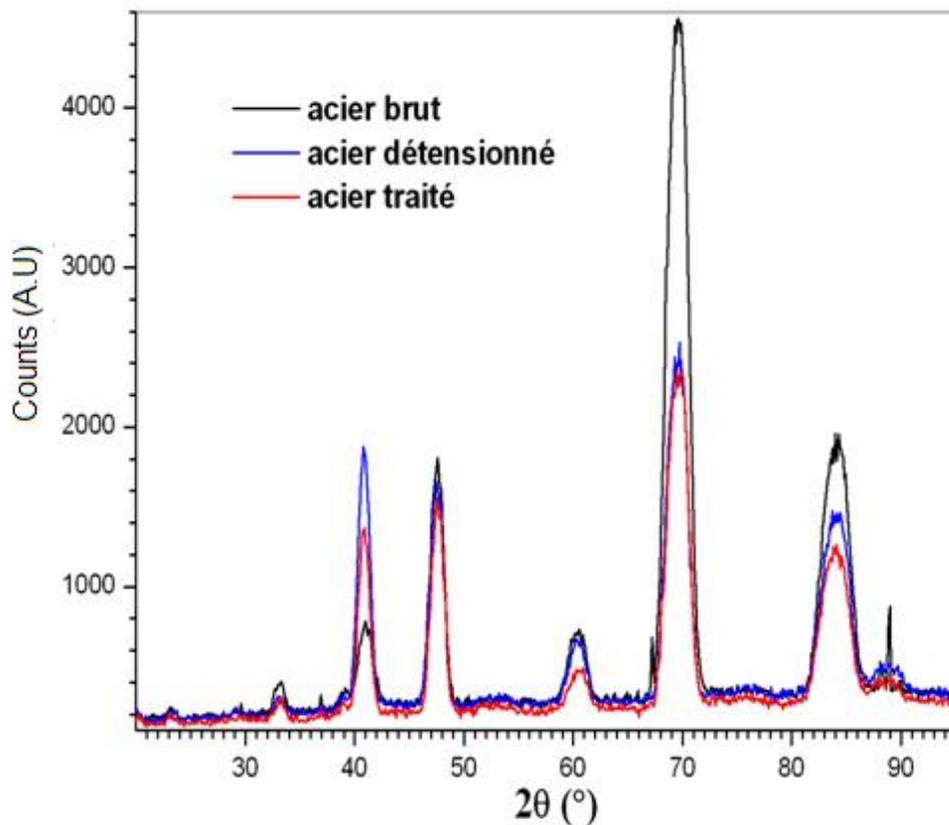


Figure 6.16 : Raies de diffraction neutronique de l'acier AISI 321

Les diffractogrammes obtenus ne présentent aucune indication, pour cette raison nous avons calculés les différents paramètres nécessaires à la détermination des déformations.

La taille des cristallites se déduit par la relation de scherrer. [37,38] :

$$D_{hkl} = \frac{k\lambda}{w_t \cos\theta} \quad (6-2)$$

Le calcul des largeurs à mi-hauteur, la détermination des sommets des pics, la détermination des $\Delta\theta$ s'est faite avec un logiciel d'utilitaire graphique.

6.6.1 Standard et résolution instrumentale

L'élargissement instrumental a été évalué sur une poudre témoin (standard) libre de toute contrainte. Ces largeurs sont conformes aux largeurs instrumentales attendues compte tenu de l'excellente résolution en énergie du faisceau et de la configuration goniométrique adoptée. Comme décrit au paragraphe 5.5 et en utilisant les équations 5.18 – 5.21, et à partir de la diffraction neutronique du standard, utilisé pour comparaison, nous avons calculés les différents paramètres, résumé dans le tableau 6.16, dont la représentation graphique a donné lieu au graphe 6.17.

Tableau 6.16 : Paramètres de la résolution instrumentale du standard

Model	Polynomial		
Adj. R-Square	0.9779583		
		Value	Standard Error
Standard	Intercept	0.87320393	0.589780902
	B1	0.75885162	1.74459429
	B2	3.22900823	1.134153709

On a ainsi ,

$$FWHM^2 = 3.22901\tan^2 + 0.75885\tan + 0.87320 \quad (6-3)$$

Le profil d'une raie de diffraction est le produit de convolution d'un effet instrumental et de deux effets liés au matériau : la taille finie des grains et l'existence de micro déformatins. La largeur de raie résultante peut s'exprimer à partir des largeurs de raies liées à chaque effet individuel [35, 38]. Dans le cas gaussien :

$$FWHM^2_{réslt} = FWHM^2_{instr} + FWHM^2_{grain} + FWHM^2_{\epsilon} \quad (6-4)$$

Dans cette relation :

$FWHM^2_{réslt}$ est la largeur à mi-hauteur de la raie considérée.

$FWHM^2_{instr}$ est la largeur à mi-hauteur du profil instrumental ; il se mesure sur le standard.

$FWHM^2_{\text{grain}}$ est la largeur à mi-hauteur d'une raie ou la seule cause d'élargissement est la taille des grains. Elle est donnée par la formule de Scherrer (Eq. 6-2).

$FWHM^2_{\text{déf}}$ est la largeur à mi-hauteur d'une raie dont l'élargissement est uniquement dû aux micro déformations. Elle s'évalue en dérivant la loi de Bragg (Eq.5-1).

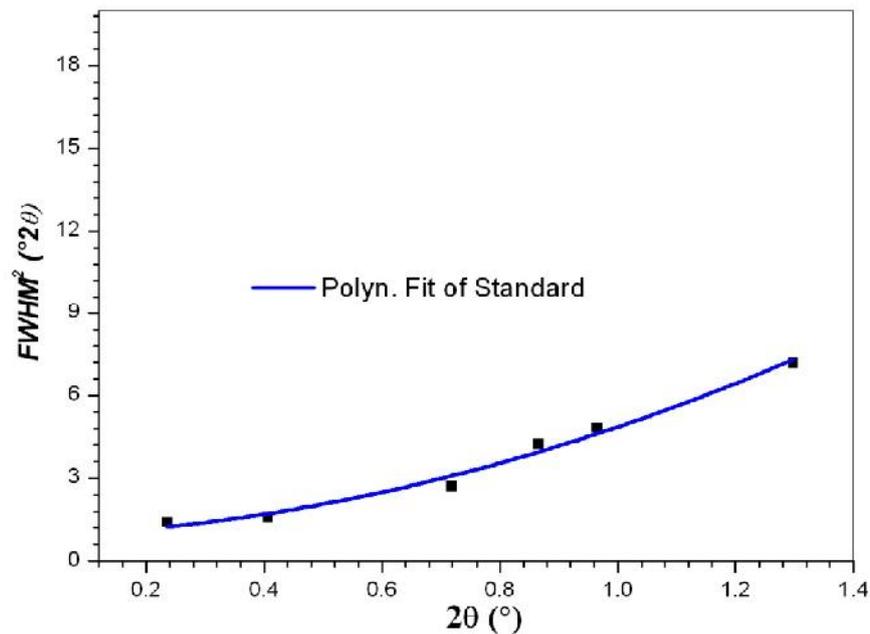


Figure 6.17 : Résolution instrumentale du standard

Des différents calculs faits sur les différents échantillons, nous avons obtenu le tableau 6.17, qui résume les différentes valeurs calculées pour les trois échantillons.

Tableau 6.17 : Largeurs à mi-hauteur et positions angulaires des échantillons

A l'état de réception		Hypertrempe		Détensionnement	
FWHM²	Position °2θ	FWHM²	Position °2θ	FWHM²	Position °2θ
0.37388	2.20558	0.37238	1.52204	0.37254	1.39814
0.44043	1.8851	0.44016	1.89236	0.44096	1.79512
0.5817	3.43146	0.5818	3.52039	0.58328	3.46995
0.69439	4.65947	0.69412	4.55374	0.69484	4.52345
0.90083	7.98616	0.89985	8.05629	0.89984	9.29311
		0.98628	22.32638	0.37254	1.39814

La détermination des différents paramètres s'est faite après un lissage expérimental suivant une Gaussienne des différents spectres de diffraction des neutrons.

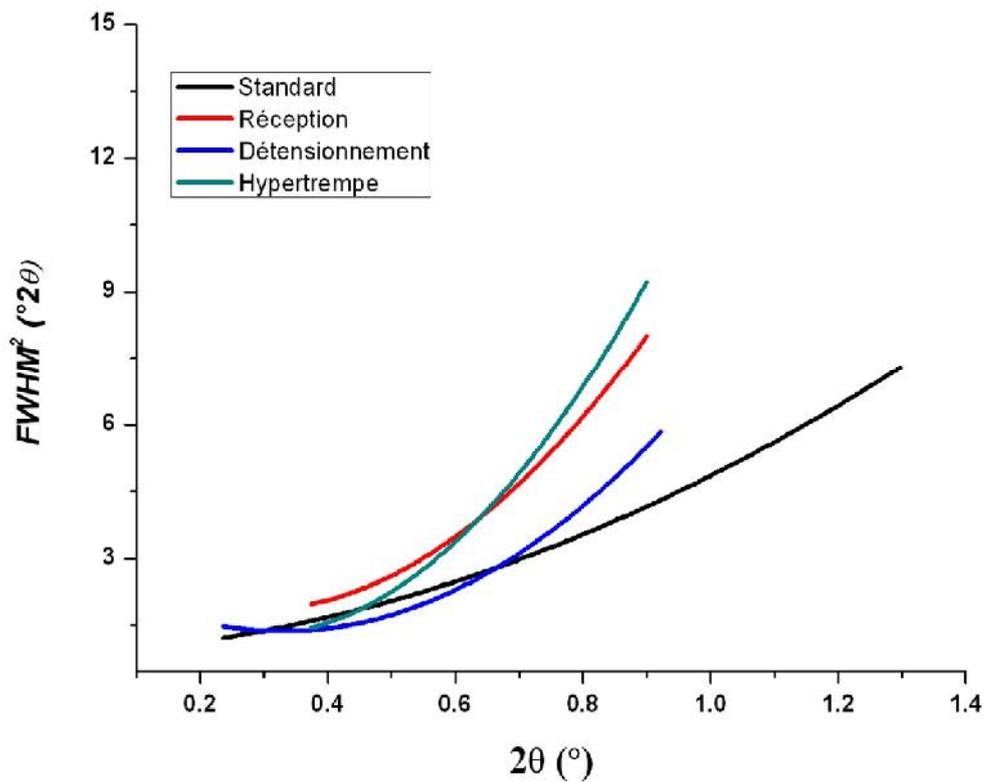


Figure 6.18 : Comparaison Standard - échantillons

La figure 6.18 représente la comparaison des différents échantillons diffractés avec le standard. Nous remarquons que le traitement de relaxation des contraintes a eu un effet de rapprochement des deux courbes : standard et échantillon relaxé.

6.7. Calcul des déformations

La détermination d'un sommet ne peut se faire qu'après un lissage du pic de diffraction. Prenons comme exemple de calcul la position $84 (^\circ 2\theta)$, un fit du pic de cette position, pour l'ensemble des échantillons nous donne la figure 6.19

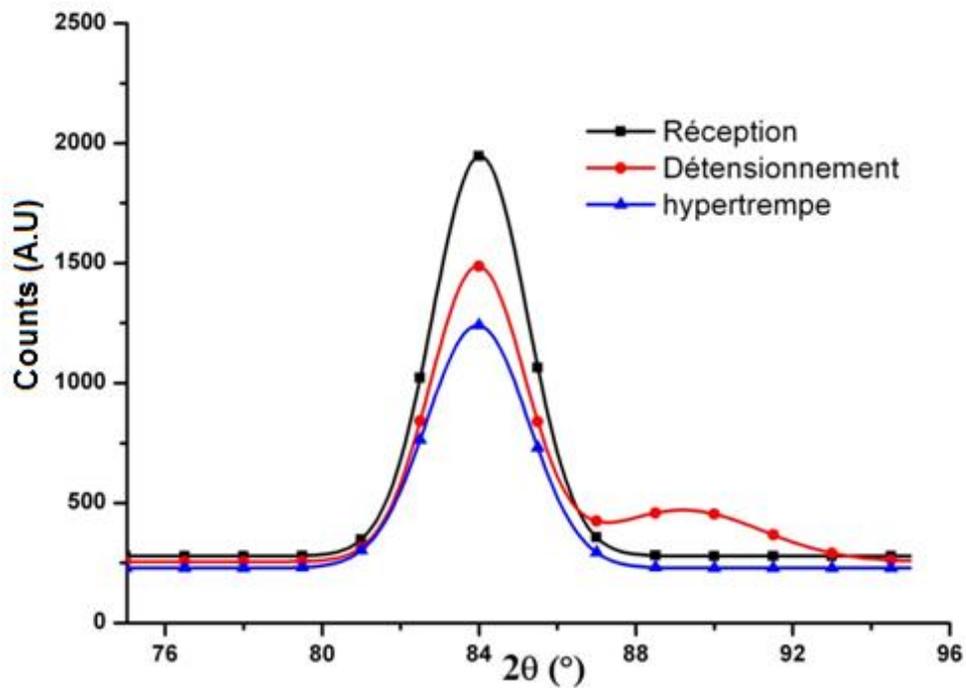


Figure 6.19 : Raie de diffraction par SDN de l'AISI 321- position 84 ($^{\circ}2\theta$),

Cette raie de diffraction (fig. 6.19) nous donne les valeurs récapitulées dans le tableau 6.18 ci-dessus.

Tableau 6.18 : Données de la raie de diffraction à la position 84($^{\circ}2\theta$)

	Réception	Hypertrempe	Détensionné
FWHM ²	7.98616	9.29312	8.05629
Position ($^{\circ}2\theta$)	84.02722	83.98445	83.96499

En négligeons l'effet de la taille des grains, la largeur à mi-hauteur, dont l'effet de l'élargissement est dû au micro déformations, est calculée à partir de l'Eq. 6-4.

On trouve que $FWHM_{\epsilon} = 1.95168^{\circ}$, pour le matériau à l'état de réception à la position $2\theta = 84.02722^{\circ}$.

Or $FWHM_{d\acute{e}f} = 2 \epsilon \tan(\theta)$, ϵ est la valeur à mi-hauteur de la distribution des micro déformations autour d'une valeur moyenne.

Il s'ensuit que $\epsilon = 4.33305$

Sur le tableau 6.19, nous présentons les différentes déformations calculées pour la même position angulaire.

Tableau 6.19 : Déformation de la raie de diffraction-position 84(°2 θ)

Température T.T [°C]	Pos. [°2Th.]	Δ [°2Th.]	$\varepsilon = -\frac{1}{2} \cot \theta$	2θ
1050	83.98445			
900	83.96499	0.01946	-0.00945857	

La déformation calculée pour cette position est $\varepsilon_{2\theta} = -0.0095$, et il est de même pour les autres positions angulaires.

Rappelons que lors du lissage nous avons perdu les données sur le pic 1 et le pic 7, ceci est le résultat de la surface qui a été tronquée par la ligne de base.

Le tableau 6.20 regroupera les calculs des déformations sur l'ensemble des pics des raies de diffraction neutronique sur l'AISI 321.

Tableau 6.20 : Déformations des raies de diffraction de l'AISI 321.

Pic	Position 2 (°)		FWHM ² _{réslt}		FWHM ² _{instr}		ε	
	900 °C	1050°C	900 °C	1050°C	900 °C	1050°C	900 °C	1050°C
2	40.84851	40.86448	1.52204	1.39814	1.60353	1.60404	--	--
3	47.51437	47.59143	1.89236	1.79512	1.83281	1.83570	0.00472	--
4	60.38202	60.50792	3.52039	3.46995	2.40771	2.41436	0.06675	0.06317
5	69.53033	69.58619	4.55374	4.52345	2.95566	2.95945	0.08037	0.07857
6	83.96499	83.98445	8.05629	9.29311	4.17068	4.17270	0.15073	0.19856

Nous remarquons, que pour une raie donnée, par exemple au pic N°6 qui correspond à la position angulaire 83° 2 θ , la déformation a chuté de 0.19856 à une valeur de 0.15073. Ce qui indique que le traitement de détensionnement a eu un effet de relaxation de contrainte. Le problème majeur rencontré est la non disponibilité d'une banque de données (PDF) pour l'identification des phases pour

pouvoir se prononcer sur la microstructure et pouvoir analyser cette redistribution des déformations (ou de contraintes résiduelles). Nous n'avons pas pu calculer cette déformation pour les raies représentées par le pic 2 et le pic 3 (pour le traitement d'hypertrempe, cet échec était prévisible, vu la fig. 6.18 théoriquement les courbes devaient se trouver au dessus de celle du standard, ceci est dû principalement à la conjugaison de plusieurs sources d'erreurs : instrumentale, erreur lors du fitting de la courbe par une équation polynomiale, erreur lors du lissage par une fonction gaussienne et probablement au volume irradié, qui pouvait varier légèrement d'un échantillon à un autre (problème de positionnement sur la table d'irradiation).

6.8. Calcul des contraintes

Le calcul des contraintes est obtenu par la formule généralisée de Hooke, qui fait intervenir le module de Young et le coefficient de poisson. Le tableau 6.21 synthétisera les valeurs des contraintes calculées pour chaque position angulaire qui caractérise un pic de diffraction.

Tableau 6.21 : Contraintes des raies de diffraction de l'AISI 321

Pic	ε		σ [Gpa]	
	900°C	1050°C	900°C	1050°C
2	--	--	--	--
3	0.00472	--	0.92561	--
4	0.06675	0.06317	13.08449	12.38185
5	0.08037	0.07857	15.75176	15.39982
6	0.15073	0.19856	29.54283	38.91790

Sachant que la diffraction neutronique nous offre la possibilité de voir au cœur de l'échantillon, le volume irradié par le faisceau neutronique, présente un état de contrainte résiduelle élevé. Cet état est dû à la faible conductivité thermique et au grand coefficient d'expansion thermique. Le traitement thermique d'hypertrempe réalisé à 1050°C pour un maintien de 2 heures a conduit à un grossissement excessif de la taille des grains (fig. 6.2).

CONCLUSION GENERALE

Le contrôle et l'évaluation non destructifs des contraintes résiduelles sont très demandés dans l'industrie, permettant le contrôle *in situ* des différents composants de l'installation et de la minimisation du risque d'accident. La recherche et l'investigation dans ce domaine étant très compétitives, la technique de diffraction des rayons X ou neutronique tient par sa sensibilité, sa fiabilité une place importante qui la sollicite pour résoudre des problèmes complexes dans toutes les industries. La simplicité de ces techniques et les divers avantages qu'elles offrent dans la détermination des propriétés intrinsèques des matériaux.

En effet, ces techniques font appelle à diverses disciplines, et ainsi la coopération de plusieurs laboratoires de différents domaines. Sans oublier que les travaux de recherche et de développement nécessitent des moyens technologiques très grands. Dans le contrôle par DRX, l'état de surface analysée est très important, une bonne planéité, pénétration des rayons X, enlèvement de la première couche, positionnement de l'échantillon sur la surface de balayage et tant d'autres paramètres à prendre en considération.

L'information contenue dans les pics de diffraction offre la possibilité de déterminer plusieurs paramètres dans le but d'analyser le matériau. L'interprétation du diffractogramme est la plus délicate et difficile dans le sens où il est toujours difficile de relier le signal à un évènement mécanique ou métallurgique.

La diffraction neutronique offre l'avantage d'aller au cœur de l'échantillon, de pouvoir déterminer l'état du matériau à des endroits non accessible aux rayons X. Néanmoins le seul inconvénient est la lourdeur de l'équipement et toutes les dispositions de sûreté qui vont avec.

Dans ce mémoire nous avons pu déterminer les contraintes moyennes, générées par traitement thermique sur l'acier inoxydable austénitique, les valeurs obtenues sont concordantes avec celles obtenues par d'autres chercheurs. Le seul problème posé durant cette étude est l'enlèvement de la couche écroui du matériau, toutes les démarches entreprises pour un enlèvement de la matière par attaque chimique, non pas aboutis, on a procédé un enlèvement par voie mécanique, ce qui a affecté les résultats, une redistribution des contraintes à eu lieu.

Enfin, on peut conclure qu'à travers cette étude, on a montré la pertinence et la complémentarité des techniques de diffractions des rayons X et neutronique, dans l'analyse et l'évaluation des contraintes dans un acier inoxydable austénitique lors d'un chargement thermique. Ces résultats quantitatifs pourraient être bien utiles dans l'étude de la corrosion sous contraintes ou de la fatigue, où la connaissance de l'état vrai des contraintes locales, pour un chargement macroscopique appliqué donné, est indispensable.

Les résultats ainsi trouvés dans la partie de la DRX, montrent la relaxation et la redistribution des contraintes de tension et de compression engendrées par le traitement d'hypertrempe, passant d'une contrainte de compression de -14.591 (GPa) à une tension de 2.557 (GPa), pour une position angulaire donnée, $90^\circ (2\theta)$.

Par contre, pour la partie de la diffraction des neutrons, les résultats indiquent que le traitement thermique de relaxation des contraintes a eu un effet contraire nous remarquons pour la même raie de diffraction une augmentation sensible de la contrainte apparente.

Comme perspective l'acquisition et l'installation sur les équipements (DRX et DN) du système pour analyse des contraintes résiduelles, par la méthode des $\sin^2\psi$, permettra une détermination sélective du tenseur de contrainte. Nous pouvons alors quantifiés ces contraintes et voir leurs influence sur la tenue en service des assemblages soudés ou soumis à des contraintes de service ; température et pression.

REFERENCES

1. Pierre-Jean CUNAT, Aciers inoxydables Propriétés. Résistance à la corrosion, In Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, dossier M4541, 1997.
2. Michael Mcguire, Stainless steels for design engineers, ASM International , p.p 69-70. 2008.
3. Michael F. Asby et David R.H. Jones, Matériaux 2. Microstructure et mise en œuvre , édition Dunod, 1991.
4. LULA, R.A., Stainless Steel, American Society for Metals, 1986.
5. Andre van Bennekom, Frank Wilke, Siegen (D), Comparison between Stabilised and Low Carbon Austenitic Stainless Steels.
6. Quentin AUZOUX, fissuration en relaxation des aciers inoxydables austenitiques - influence de l'érouissage sur l'endommagement intergranulaire, thèse, Ecole des mines de Paris, 2004.
7. MICHAEL McGUIRE, stainless steels for design engineers, ASM International, Materials Park, OH 44073-0002, 2008.
8. Maher Shaira, caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l'acier 304L induite par déformation cyclique, thèse : Institut National des Sciences appliquées de Lyon (INSA).
9. Madeleine Durand-Charre, La microstructure des aciers et des fontes, Genèse et interprétation, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2003.
10. Clément Lemaignan, Science des Matériaux pour le Nucléaire, Génie atomique, EDP

science.

11. Crescent KPODEKON, Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie d'aciers austénitiques de type 304L, thèse, INSA Rouen, 2010.
12. Rho B. S., Hong H. U., Nam S. W, The effect of δ -ferrite on fatigue cracks in 304L steels, *Int. J. Fatigue* 22 , p.p 683–690, 2000.
13. <http://www.iea.org>.
14. J. Ligou, Introduction au génie nucléaire, Ed. Presses Polytechniques et universitaires romande, Lausanne 1997.
15. Jean-Marc Delhaye, Thermohydraulique des réacteurs nucléaires, EDF science 2008.
16. Nordine Kerkar et Philippe Paulin, Exploitation des cœurs REP, EDF Sciences 2008.
17. Nader HADDAR, fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique 304L : simulation de l'amorçage et de la croissance des fissures courtes en fatigue isotherme et anisotherme, thèse, école des mines de Paris, 2003.
18. Tamburini I., Etude bibliographique du dossier fatigue thermique sur les tés RRA , CEA/Cadarache, 2000.
19. Lucien Allais et al, Fissuration en relaxation des jonctions soudées en aciers inoxydables austénitiques, *Mécanique & Industries* 6, 45–54 (2005).
20. Le fonctionnement d'un réacteur, <http://www.cea.fr>.
21. George E. Totten, Steel heat treatment : Metallurgy and technologies, Portland state university, USA, Ed: Taylor and Francis.
22. Sassoulas Hervé, traitements thermiques des aciers inoxydables, In *Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques*, dossier M1155, 1997.
23. Bozidar Liscic, Hans M.Tensi, Lauralise C. F. canale, George E. Totten, *Quenching Theory and technology*, Taylor and Francis group, L.L.C., 2010.
24. Jean BARRALIS, Louis C. et Gérard M., Précontraintes et traitements superficiels, In *Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques*, dossier M1 180, 1997.
25. HACINI Lyès « Etude des effets du martelage répétitif sur les contraintes résiduelles » thèse par articles présentée a l'école de technologie supérieure, p.p 8-9. Montréal 2009.

26. Eddy Romain-Latu, Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-électroniques, thèse : L4INP Grenoble, 2006.
27. E. Macherauch, H. Wohlfahrt and U. Wolfstieg, H.T.M, vol.2 (1981).
28. Abdeljalil NADY, Caractérisation par diffraction des neutrons et rayonnement synchrotron de revêtement épais à base de cobalt obtenu par le procédé plasma à arc transféré, thèse : Université de Reims.
29. M. Zergoug, G. Kamel, N. Boucherou « Mechanical Stress Analysis By Eddy Current Method »The Journal of American Science, 4(4), 2008.
30. Wenjun Huang, Contribution à l'analyse par diffractométrie X des déformations à l'échelle des grains, thèse : Laboratoire d'Ingénierie des matériaux, ENSAM, Paris, 2007.
31. Hamid Bouchaïr, Jean-Pierre Muzeau « Structural design of cold worked austenitic stainless steel » ,Euro inox & Steel construction institute, troisième édition 2006.
32. Manuel François « Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. », IUT de Saint-Nazaire, département Mesures Physiques, 1993.
33. Martin WERY, “ Dégraissage”, In Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, dossier M1450, 1997.
34. ASTM A-262-98 “Standard practices for detecting susceptibility to intergranular attack in austenitic stainless steels”. ASTM, West Conshohocken, USA, 1998.
35. M. hachouf, M. Abbaci, and all, “New determination method of the neutron diffraction system resolution at the Algerian Es-salam research reactor, J Radional Nucl Chem, 2011.
36. ESNOUF Claude, Caractérisation microstructurale des matériaux : Analyse par les rayonnements X et électronique . Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, (METIS Lyon Tech), 2011.
37. I.C. Noyan et J.B. Cohen, Residual stress, Measurement by diffraction and interpretation, New York : Springer-Verlag, 1997.
38. Viktor Hauk, « Structural and Residual Stress Analysis by non destructive Methods Evaluation- Application – Assessment” Elsevier, 1997.
39. Nazrul Islam, Tensors and their applications, édition New age, 2003.

40. V. Moura, Aline Yae Kina "Influence of stabilization heat treatments on microstructure, hardness and intergranular corrosion resistance of the AISI 321 stainless steel" J Mater Sci 43, 536–540, 2008.
41. SPRUIELL J.E., SCOTT J.A., ARY C.S., HARDIN R.L., Microstructural stability of thermal mechanically pretreated type 316 austenitic stainless steel, Metallurgical transactions, p. 1533-1544, 1973.
42. THOMAS R.G., KEOWN S.R., Stress relief of austenitic weldments: microstructural and mechanical property effects, in : Mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperatures, Varese, 1981.