

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

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

***.UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF DE M'SILA  
FACULTE DES SCIENCES ET SCIENCES DE L'INGENIEUR  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE***

*N°d'ordre :.....*

*Série :.....*

***MEMOIRE PRESENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MAGISTER  
EN PHYSIQUE ET CHIMIE DES MATERIAUX***

***OPTION :***

***PHYSIQUE DES MATERIAUX***

***PAR***

***MANARI ABDELMALEK***

***THEME :***

**RELATION ENTRE ECROUISSAGE, CONTRAINTES RESIDUELLES  
ET TENUE A LA CORROSION SOUS CONTRAINTES D'UN ACIER  
INOXYDABLE AUSTENO-FERRITIQUE.**

**Soutenu le : 06-07-2004.**

**Devant le jury composé de:**

**Président : Bouaouadja Nouredine Professeur à l'université de SETIF**

**Rapporteur : Farsi Chaouki                      MACC Université de M'sila.**

**Examineur : Merrouche Abdallah Maître de conférence Université de M'sila.**

**Examineur : Benarioua Younès              Maître de conférence Université de M'sila.**

**Examineur : Ouali Ameer                      MACC Université de M'sila.**

## ملخص

في هذه الدراسة، نحلل العلاقة بين التطرق والاجهادات الداخلية أو المفتعلة ومقاومة الصدأ تحت تأثير الاجهادات بالنسبة للفولاذ الغير قابل للصدأ المكون من عنصرين (أوستنيت + فيريت). ويتم تعيين الحالة الميكانيكية على سطح العينات عن طريق استعمال الأشعة السينية. تجارب الصدأ المحققة تحت تأثير قوة الشد المسلطة على العينات تدل على حد أدنى من التشقق ولكنه معتبر على مستوى الاجهادات الداخلية وبدرجة أقل بالنسبة للتطرق المحصل عليه بتسليط قوة شد مسبقة. بالعكس من ذلك، فإنه في حالة تجارب الصدأ تحت تأثير الاجهادات الداخلية الناتجة عن الانحناء المسلط على عينات تكون مشوهة مسبقا بواسطة الشد، نجد حدا أكبر من الأول يمكن أن يصل إلى 150 Mpa. في هذه الحالة فإن نسبة التطرق تعتبر عنصرا هاما، وحسب الحد المحصل عليه يكون التأثير إما إيجابيا أو سلبيا.

## SUMMARY

In this study, we analyze the relations between work hardening, the residual stresses or applied and susceptibility to stress corrosion of a two-phase stainless steel (austeno-ferritic). The mechanical state on the surface of the samples is carefully defined by diffraction of x-rays the tests of corrosion carried out under uniaxial load of traction applied, reveal a critical point of cracking very low but sensitive to the level of the initial residual stresses and little to the initial work hardening obtained by preliminary traction. On the other hand, in the case of the tests of stress corrosion residual obtained by elastoplastic inflection on samples deformed beforehand by traction, one finds a threshold definitely higher, always higher than 150 Mpa. In this case the rate of work hardening is an extremely significant factor; according to the level the effect reaches can be beneficial or harmful.

## RESUME

Dans cette étude, nous analysons les relations entre l'écrouissage, les contraintes résiduelles ou appliquées et la susceptibilité à la corrosion sous contraintes d'un acier inoxydable biphasé (austéno-ferritique). L'état mécanique à la surface des échantillons est soigneusement défini par diffraction des rayons X. Les essais de corrosion effectués sous charge uniaxiale de traction appliquée, révèlent un seuil critique de fissuration très bas mais sensible au niveau des contraintes résiduelles initiales et peu à l'écrouissage initial obtenu par traction préalable. En revanche, dans le cas des essais de corrosion sous contraintes résiduelles obtenues par flexion élastoplastique sur des échantillons déformés préalablement par traction, on trouve un seuil nettement plus élevé, toujours supérieur à 150 Mpa. Dans ce cas le taux d'écrouissage est un facteur extrêmement important, selon le niveau atteint l'effet peut être bénéfique ou néfaste.

## **REMERCIEMENTS**

Les travaux présentés dans ce modeste mémoire ont été réalisés sous la direction de Mr : FARSI Chaouki que je tiens à remercier vivement pour tous les conseils et toute l'aide qu'il m'a fournie.

Les expérimentations ont été effectuées au laboratoire de microstructure et mécanique des matériaux LM3 de l'école normale supérieure des arts et métiers de Paris dirigé par M : Jean Louis LEBRUN , je le remercie beaucoup pour l'aide qu'il m'a apportée dans l'accomplissement de ce travail.

Monsieur Bouaouadja Nouredine, professeur à l'université de Setif a accepté d'honorer par sa présence le jury de soutenance comme président, je voudrais le remercier de tout mon cœur.

Je voudrais également remercier Mrs : Benarioua Younès et Ouali Ameer pour avoir accepté de juger ce travail entant qu'examineurs.

Je tiens, enfin, à remercier tous les enseignants de l'université de M'sila qui n'ont ménagé aucun effort pour nous faire profiter au maximum de leur savoir dans les domaines qui sont les leurs, je citerais à cette occasion le défunt Mr : Brahimi Brahim , que Dieu aie son âme, ainsi que Mrs : Latteli H'mida, Merrouche Abdallah, Bouarissa Nadir, Rouina Fayçal et Taibi Amar.

Je remercie finalement tous ceux ou celles qui ont bien voulu m'apporter leur aide précieuse dans la réalisation de ce travail.

Abdelmalek MANARI.

## **DEDICACES**

Je dédie ce modeste travail :

- A la mémoire de mon très cher regretté père décédé avant que je ne puisse terminer.
- A ma mère qui a tant souffert pour voir ses enfants heureux.
- A ma petite famille et mes enfants pour lesquels je souhaite bonheur et prospérité.

Abdelmalek MANARI.



**SOMMAIRE**

|  | <b>Page</b> |
|--|-------------|
| Introduction   | 01          |
| <b>Partiel : Approche théorique.</b>                                       | <b>03</b>   |
| Chapitre I : Généralités sur les aciers                                    | 03          |
| I.1. Classification industrielle des aciers.                               | 03          |
| I.1.1 Remarque sur l'emploi des aciers inoxydables.                        | 06          |
| Chapitre II : La corrosion sous contraintes.                               | 07          |
| II.1. Mécanismes de la corrosion sous contraintes                          | 07          |
| 1. Hypothèse de la diminution de l'énergie superficielle                   | 08          |
| 2. Hypothèse de la fragilisation par l'hydrogène.                          | 08          |
| 3. Hypothèse de la dissolution anodique par microdéformation.              | 08          |
| II.2. Les milieux d'essais.  | 10          |
| a) Influence de la concentration en chlorures                              | 10          |
| b) Influence de la température.  | 14          |
| c) Influence de l'hydrogène.   | 15          |
| d) Influence de l'oxygène.   | 16          |
| e) Influence des inhibiteurs.  | 17          |
| f) Influence du PH.  | 17          |
| g) Influence de la pression.   | 18          |
| II.3. Paramètres liés au matériau.   | 19          |
| 1) Composition chimique de l'acier   | 19          |
| 2) Influence de la structure.  | 22          |
| 3) Influence de l'état de surface.   | 24          |
| II.4. Différents types d'essais de corrosion.                              | 24          |
| II.4.1. Essai de corrosion sous contraintes résiduelles.                   | 24          |
| II.4.2. Essai de corrosion sous contraintes appliquées.                    | 26          |
| II.4.3. Importance de l'état mécanique initial de la surface du matériau   | 27          |
| II.4.4. Définition de l'état mécanique d'un matériau                       | 27          |
| II.4.5. Effet des contraintes résiduelles macroscopiques sur la c.s.c.     | 28          |
| II.4.6. Influence de la stabilité sous déformation des inox austénitiques. | 31          |
| <b>Partie 2 : Recherche expérimentale</b>                                  |             |
| Chapitre III : Matériau étudié.  | 35          |
| III.1. Propriétés chimiques  | 35          |
| III.2. Propriétés mécaniques   | 36          |
| III.3. Le phénomène d'écrouissage  | 39          |
| Propriétés du matériau écroui  | 39          |
| III.4. Etude micrographique.   | 43          |
| III.4.1. Interprétation des micrographies.                                 | 47          |
| III.4.2. Polissage électrolytique  | 47          |
| III.4.3. Elaboration des éprouvettes.                                      | 47          |
| III.4.4. Dosage de phases.   | 48          |
| Commentaires des résultats.  | 49          |

---

|  |    |
|--|----|
| Chapitre IV : Contraintes résiduelles : Aspects macro et microscopiques. | 58 |
| IV.1. Diffraction des rayons X   | 61 |
| Loi de Bragg   | 62 |
| IV.2. Influence de la structure du polycristal sur la DRX                | 63 |
| IV.3. Principe de détermination des contraintes résiduelles par DRX      | 65 |
| IV.4. Influence des trois ordres de contraintes sur la DRX.              | 66 |
| Chapitre V : Constantes élastiques radiocristallographiques CER          | 68 |
| V.1. Mesure des CER  | 71 |
| V.2. Calcul des CER  | 73 |
| Chapitre VI : Essai de corrosion sous contraintes                        | 77 |
| VI.1. Milieu d'essai.  | 77 |
| VI.2. Principe de l'essai.   | 77 |
| VI.3. Résultats de l'essai   | 77 |
| Conclusion   | 80 |
| Bibliographie  | 82 |

## INTRODUCTION

Ces dernières années, nous assistons à un essor rapide de nouveaux matériaux, tant dans les secteurs de pointe que dans les industries plus classiques. Ces nouveaux matériaux et nouvelles nuances doivent répondre à des sollicitations de plus en plus ardues et précises. La connaissance de leurs caractéristiques est donc une étape essentielle dans la démarche de développement.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont des nuances déjà connues des métallurgistes mais leur étude est toujours en cours à cause des difficultés liées à leur structure biphasée. En effet, les caractéristiques mécaniques des systèmes biphasés dépendent, fondamentalement, de la concentration relative des phases, de leur distribution et de leurs propriétés physico-chimiques individuelles. Cependant les interactions entre les phases restent encore mal cernées. Donc, le développement de ces matériaux, conditionné par une meilleure connaissance de leurs caractéristiques, passe obligatoirement par la mise en œuvre de méthodes expérimentales adaptées. La connaissance de l'état mécanique (écrouissage, contraintes résiduelles de chaque phase, permettrait alors de les maîtriser en jouant sur les paramètres de mise en forme.

La corrosion sous contraintes des aciers inoxydables évoque d'abord la fissuration transgranulaire de certaines nuances d'aciers austénitiques inoxydables (18% de Cr et 8 à 11% de Ni), mais ce phénomène affecte toutes les classes de nuances martensitique, austénitique, ferritique et austéno-ferritique même si leur structure duplex offre à ses dernières des comportements spécifiques et souvent des qualités particulières de résistance.

De plus, la connaissance des contraintes résiduelles est importante dans l'utilisation des matériaux car elles influent considérablement sur les conditions de leur utilisation. La détermination de ces contraintes résiduelles par la méthode de diffraction des rayons X est devenue une technique bien maîtrisée mais son application à l'étude des matériaux biphasés reste encore plus ou moins difficile.

Dans cette étude, on se propose d'observer le comportement d'un acier austéno-ferritique dans un milieu chloruré puisque c'est dans ce type de milieu que la majorité des cas de fissuration d'aciers inoxydables en service se produit. Le développement de l'industrie nucléaire électrogène a aussi mis en évidence d'autres formes de fissuration d'aciers inox même dans des milieux neutres, très peu chargé de soluté, voire dans de l'eau réputée pure. L'objectif final de l'étude est d'arriver à déduire une relation entre l'écrouissage et les contraintes résiduelles, d'une part, et la tenue à la corrosion sous contraintes, d'autre part.

Ce travail sera présenté en quatre parties principales :

La première partie sera consacrée à l'approche théorique du mécanisme de corrosion sous contraintes des aciers inoxydables en général et de l'acier austéno-ferritique en particulier.

Dans la deuxième partie, nous présenterons le matériau étudié, son historique, ses caractéristiques, les domaines de son utilisation et les problèmes liés à l'élaboration des éprouvettes pour les essais.

La troisième partie concernera le déroulement des manipulations et les méthodes utilisées pour mesurer le dosage de phase, les constantes élastiques radio cristallographiques (CER) et les contraintes résiduelles et/ou appliquées avant et après l'essai de corrosion.

La dernière partie sera réservée à la présentation des résultats obtenus et leur discussion pour en tirer, enfin, les conclusions.

## **Chapitre I –GENERALITE SUR LES ACIERS.**

### **I-1)- Classification de aciers :**

La classification industrielle des aciers se fait d'après leur usage, et à l'intérieur d'un groupe d'usage déterminé, on distingue plusieurs nuances d'après leur composition chimique. Les aciéries fabriquent environ 400 nuances d'aciers différents, la plupart étant des aciers alliés et il existe plus de 3000 marques commerciales.

La grande majorité des aciers rentre dans la classification suivante basée sur l'usage. Certains types d'aciers appartiennent à plusieurs catégories à la fois.

### **A) Aciers de construction :**

#### a) Aciers d'usage général :

1. aciers au carbone
2. aciers alliés trempant ordinaires
3. aciers alliés autotrempants

#### b) Aciers d'usage particulier :

1. aciers inoxydables
2. aciers pour usage à chaud
3. aciers de cémentation
4. aciers de nitruration
5. aciers pour résistances électriques
6. aciers à roulements
7. aciers à haute limite élastique
8. aciers à aimants
9. Aciers pour tôles magnétiques.

### **B) Aciers à outils :**

On distingue quatre classes (NF A 35-590) :

1. aciers non alliés pour travail à froid
2. aciers alliés pour le travail à froid
3. aciers alliés pour le travail à chaud
4. aciers rapides.

### **I-2)-Les aciers au nickel-chrome :**

L'addition de chrome dans un acier au nickel a pour effet d'augmenter sa charge de rupture en diminuant peu sa résilience, de le rendre plus homogène, et parfois inoxydable et surtout d'accroître sa trempabilité.

La constitution des aciers Nickel-Chrome recuits est représentée par la figure(I.1) :

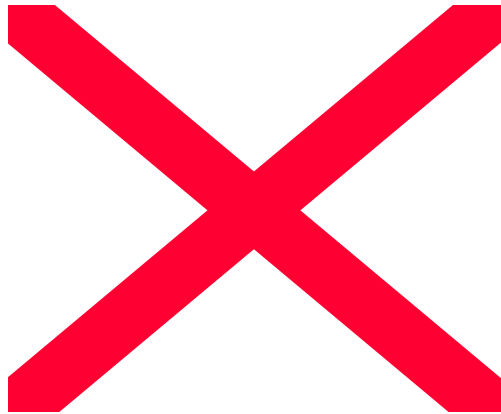


Figure (I.1) : Constitution des aciers Ni-Cr.

Elle tient compte de tous les éléments en admettant des équivalences entre le nickel et les éléments  $\gamma$ -gènes, et entre le chrome et les éléments  $\alpha$ -gènes :

- Nickel équivalent =  $Ni + 30C + 30N + 0.5Mn$ .
- Chrome équivalent =  $Cr + Mo + 1.5Si + 0.5Nb$ .

Ces aciers sont extrêmement employés et comportent plusieurs types. Dans les aciers pour construction (automobile, aviation), le titre en chrome varie entre 0.8 et 2, et celui du nickel varie de 1 à 4 ; ils sont utilisés après trempe (0.2 à 0.45 C) ou après cémentation (0.07 à 0.23 C)

Les aciers autotrepnants (engrenages, projectiles, blindages, canons) contiennent de 4 à 6% de Nickel, de 1.5 à 3 % de chrome et de 0.1 à 0.4 de carbone. Les aciers inoxydables les plus utilisés dans l'industrie chimique et l'ornementation sont du type 18-10 (17 à 19 % de Cr, 8 à 12 % de Ni) ; ils sont austénitiques. On utilise des aciers réfractaires austénitiques 18-10, 25-13, 25-20 et 18-36 (le premier nombre donne la teneur en Cr et le second celle en Ni) pouvant contenir jusqu'à 2.5 % de Si.

Souvent les aciers Ni-Cr contiennent 0.15 à 0.3% de molybdène dont le rôle essentiel, d'une façon générale, est de diminuer la fragilité de revenu. Pour les aciers, la solution consiste en général à incorporer des proportions suffisantes de chrome qui entre en solution dans le fer, et forme une couche superficielle d'oxyde compacte et adhérente, suffisamment imperméable pour rendre le métal pratiquement inattaquable ; il est alors dit : « **inoxydable** ».

Les aciers inoxydables sont martensitique, ferritiques ou austénitiques, conformément à la règle de l'homogénéité. Ils contiennent parfois des doses importantes de nickel dont l'effet contrebalançant celui du chrome permet l'obtention

d'un état austénitique, ils peuvent être additionnés en plus faible quantité à d'autres éléments (Mo, Ti, Nb, Cu) dont le rôle est d'augmenter la résistance à la corrosion dans certains cas particuliers.

Parmi les aciers au Cr-Ni, l'acier 18-10 est le plus couramment utilisé de tous les aciers inoxydables (industrie chimique, alimentation, ameublement, éviers, ustensiles de cuisine, décoration), le chrome confère l'inoxidabilité et le nickel, tout en augmentant la résistance à la corrosion pour les milieux non oxydants a pour principal effet d'obtenir un état austénitique homogène après trempe à 1100°C dans l'eau ou l'huile. Dans cet état, l'alliage présente la meilleure ductilité possible et une résistance chimique élevée à de nombreux réactifs, notamment, il résiste indéfiniment à l'eau de mer.

Un inconvénient de l'acier courant à 0.10% de C est qu'il est à la limite des austénites stables et laisse donc déposer du carbure de chrome  $Cr_{23}C_6$  aux contours des grains par chauffage entre 500 et 850°C, en particulier quand on veut le souder. Le carbone et le chrome nécessaires à la formation d'une particule de carbure sont empruntés aux parties adjacentes de l'austénite ; chaque particule de carbure est donc entourée d'une austénite pauvre en chrome qui ne résiste plus à l'attaque chimique (si  $Cr < 12\%$  ; le métal subit alors la corrosion inter granulaire).

On peut remédier à cet inconvénient par deux procédés :

- Diminuer la teneur en carbone du métal, avec  $C = 0.02\%$ , l'acier 18-10 est sensible à la corrosion inter granulaire mais cette teneur est difficile à réaliser.
- Ajouter du titane ou du niobium, éléments très avides du carbone qui le précipitent sous forme de carbures et empêchent ainsi la formation de carbure de chrome.

Les aciers chrome nickel 18-10 au molybdène (2 à 3) résistent encore mieux à certains agents chimiques.

Enfin, les aciers austéno-ferritiques , objet de notre étude, dont la composition moyenne est 20 Cr, 8 Ni, 2 Mo, 1.5 Cu présentent une constitution à deux phases , ils résistent particulièrement bien à la corrosion sous tension et en milieu sulfurique.

Pour répondre à des conditions de corrosion très sévères dans certaines industries chimiques, on utilise des aciers austénitiques fortement alliés. A titre d'exemple, la composition de l'acier français le plus allié est :

**20 Cr - 25 Ni – 4.5 Mo – 1.5 Cu.**

## **Remarques sur l'emploi des aciers inoxydables :**

Une excellente tenue aux agents atmosphériques nécessite un fini poussé obtenu par un laminage convenable ou par polissage électrolytique.

La passivation se réalise automatiquement par l'oxygène de l'air, mais elle est effectuée plus efficacement par un lavage à l'acide nitrique dilué. Parfois, on effectue une décontamination à l'acide nitrique, afin de dissoudre les particules ferreuses fixées en surface par les outils.

## Chapitre II - La corrosion sous contraintes :

Par corrosion, on entend la réaction de certains matériaux métalliques avec leur environnement qui provoque une altération sensible du dit matériau et qui peut conduire à une atteinte aux fonctions soit d'un élément de construction, soit d'un système complet de construction.

Les milieux qui provoquent la corrosion sont de différentes natures, il s'agit essentiellement de :

- Gaz portés à haute température.
- Sels et métaux fondus.
- Milieux liquides.

Les aciers inoxydables, comme leur nom l'indique, montrent dans de telles conditions une bonne résistance à la corrosion uniforme dite «généralisée», grâce à une couche passive qui peut se former à leur surface dans certains milieux. Par contre, ces mêmes aciers sont sensibles à toutes les autres formes de corrosion dites «localisées » (par piqûres, inter granulaire, sous contraintes et caverneuse).

Le phénomène de corrosion sous contraintes transgranulaire appelé : « fissuration par corrosion sous tension », est le plus dangereux puisqu'il se propage en profondeur par cheminement le long des joints des cristaux et peut entraîner la rupture des pièces même si elles ne sont soumises qu'à de faibles contraintes normales dans les milieux considérés comme peu agressifs. Lorsqu'un matériau travaille dans des conditions où il est sensible à la corrosion sous contrainte, sa résistance dépendra de certains paramètres. C'est ainsi qu'il convient de prendre en compte :

- la structure et la microstructure du matériau.
- Les conditions électrochimiques du milieu (potentiel, PH).
- Les efforts mécaniques appliqués et donc le type de sollicitations et les contraintes résiduelles.

### **II-1)-Facteurs et mécanismes intervenant dans un essai de c.s.c des aciers inoxydables :**

#### **Mécanismes de la c.s.c :**

Il n'existe pas encore de théorie complète faisant l'unanimité pour expliquer la c.s.c dans tous ses détails. Dans le cas des aciers inoxydables nous pouvons retenir les trois principales hypothèses suivantes :

### **1)- Hypothèse de la «diminution de l'énergie superficielle par adsorption des ions chlorurés » «stress adsorption cracking ».**

Selon cette hypothèse qui est due à UHLIG (1), la formation de fissures est attribuée à la diminution de l'énergie superficielle par l'adsorption de certains ions de propriétés particulières tels que les ions chlorures  $Cl^-$ . Cette adsorption se produit à un potentiel déterminé, sur les défauts du réseau, à des endroits de l'échantillon où la contrainte est maximale.

### **2)- Hypothèse de « la fragilisation par l'hydrogène » :**

Cette hypothèse qui a été adoptée par certains auteurs (2), (3) et (4), pour expliquer la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables fait appel à la fragilisation du métal par l'hydrogène. Selon ce modèle, l'hydrogène peut diffuser directement dans le réseau austénitique et exercer une action fragilisante (2) et (3) dans les zones fortement contraintes ou indirectement en fragilisant de la martensite formée soit par écrouissage de l'austénite (5) (cas des aciers austénitiques métastables type 18-08 (304 AISI), soit par introduction d'hydrogène dans le réseau (6).

### **3)- Hypothèse de la « dissolution anodique par microdéformation et rupture du film passif »:**

Dans ce modèle, dont l'idée principale a été émise par LOGAN dès 1952 (7), la contrainte provoque l'émergence des lignes de glissement à la surface du métal et produit ainsi une rupture locale du film passif par une « microdéformation » (8) (9). Cela implique une dissolution anodique qui peut déclencher la c.s.c.

Pour certains auteurs (10), la dissolution anodique est favorisée par la contrainte et la fissuration est continue. Mais, pour la plupart des auteurs (11) (12), la propagation des fissures est, à l'échelle microscopique, un phénomène discontinu qui fait intervenir une compétition entre la vitesse de fluage, engendrant la rupture du film passif par l'émergence des plans de glissement, et la vitesse de repassivation du métal.

CHARBONNIER (8) résume les trois cas de figure qui peuvent se présenter et qui sont schématisés à la figure(I.2) :

a)- la repassivation s'effectue plus lentement que la dissolution anodique. Dans ce cas le fluage va provoquer l'extension des zones dépassivées et la corrosion va affecter une surface de plus en plus grande du métal (corrosion généralisée). Ce cas de figure n'est pas le plus dangereux.

b)- la repassivation est plus rapide que la vitesse de dissolution due à l'émergence des plans de glissement : aucune corrosion n'est alors à craindre, même si elle a été amorcée accidentellement.

c)- les vitesses de repassivation et de dissolution anodique sont comparables. La corrosion localisée est alors importante et la fissuration peut, dans certains cas, être accompagnée par l'apparition de «tunnels» dans le métal, comme SWANN l'a

montré (12), figure (I.3) pour des aciers austénitiques, mais cette morphologie particulière de la corrosion n'est pas indispensable au mécanisme de dissolution par micro fluage (11).

C'est de loin la dernière hypothèse qui recueille le plus de suffrages parmi les auteurs bien qu'elle n'explique pas tous les faits expérimentaux observés tel que le mode de fissuration, généralement transgranulaire, qui peut être parfois inter granulaire.

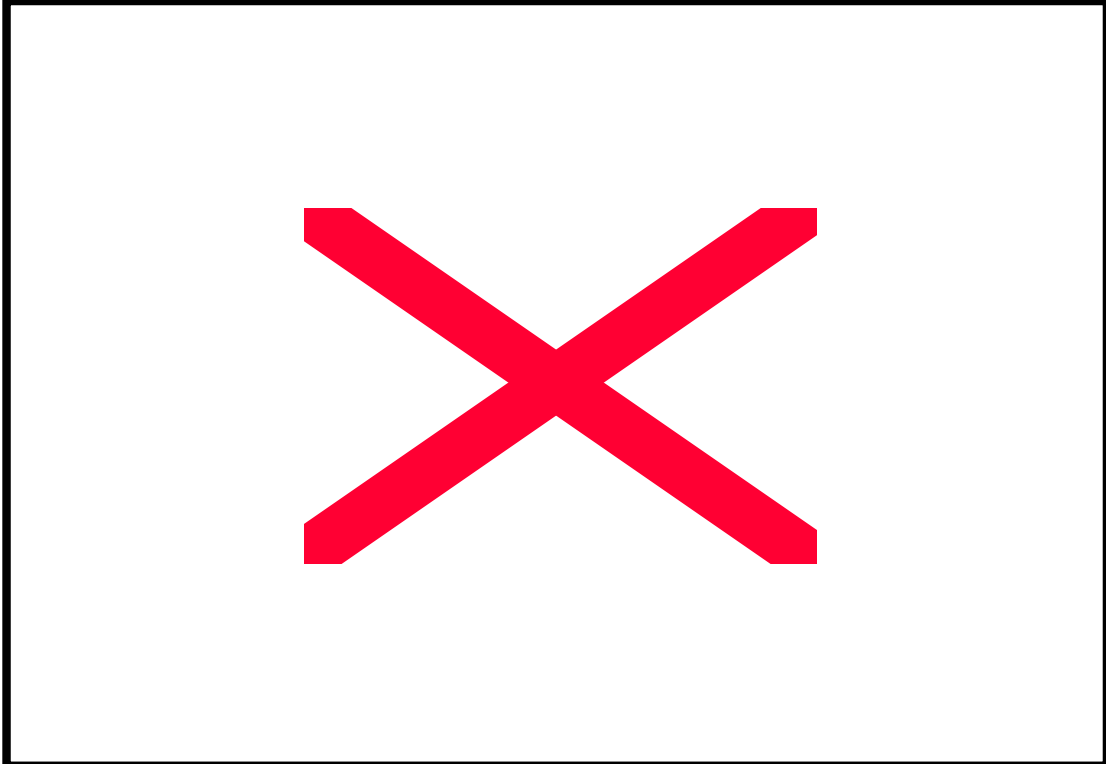


Figure (II.1) : Représentation schématique de la compétition entre la vitesse de dissolution due aux micros déformation et la vitesse de repassivation. D'après (9)



Figure (II.2) : Formation de tunnels pendant la fissuration par c.s.c des aciers inoxydables (8).  
a) Représentation schématique illustrant les hypothèses de SWANN et EMBURY (12).  
b) Vue au microscope à balayage d'une surface de rupture.

## **I1-2)- Les milieux d'essais :**

Pour l'étude de la c.s.c des aciers inoxydables, nous distinguerons deux types de milieux corrosifs :

**-Les milieux dilués :** Ce sont souvent des solutions de chlorure de sodium, quelquefois additionnées d'oxygène ou d'acide. Les essais sont, dans ce cas, de longue durée mais se rapprochent des conditions réelles d'utilisation des matériaux.

**- Les milieux concentrés :** Il s'agit, la plupart du temps, de chlorure de Li, Na, Ca ou Mg. Ces milieux sont très agressifs à forte concentration (exemple : solution à 60% de  $MgCl_2$  hydraté et acidifié avec l'acide chlorhydrique) et permettent des essais de courte durée : La rupture peut alors intervenir en quelques heures, même sous de faibles contraintes. Cependant, les résultats de tels essais (recherche de seuils de non fissuration) ne sont pas toujours non reproductibles et ils sont difficiles à transporter aux conditions normales d'utilisation des aciers (13). Les résultats les plus reproductible sont obtenus avec des solutions de  $CaCl_2$  et  $MgCl_2$  (14). Ce dernier milieu est le plus agressif et le plus couramment utilisé.

### **a) Influence de la concentration en chlorures :**

L'ion  $Cl^-$  joue un rôle important dans le mécanisme de la corrosion sous contraintes (15) et sa concentration influe sur le temps de rupture ( $t_r$ ), figure (II. 4). Mais, il est difficile d'établir un seuil critique en concentration à cause de l'influence des autres paramètres tel que la teneur en oxydant (oxygène par exemple). En effet, dans certains cas, la c.s.c a lieu avec des teneurs en chlorures de quelques  $10^{-6}$  (en masse). Ceci ne veut pas dire que localement, il n'y ait pas des concentrations plus élevées.

Les essais dans le  $MgCl_2$  sont généralement effectués à la température d'ébullition qui dépend de la concentration en  $Cl^-$ , figure (II. 5).



Figure (II.3): Evolution du temps de rupture en fonction de la concentration (traduite par la température d'ébullition) d'une solution de  $MgCl_2$ , à ébullition pour un acier type 17-12 Mo (316 AISI) d'après (16).

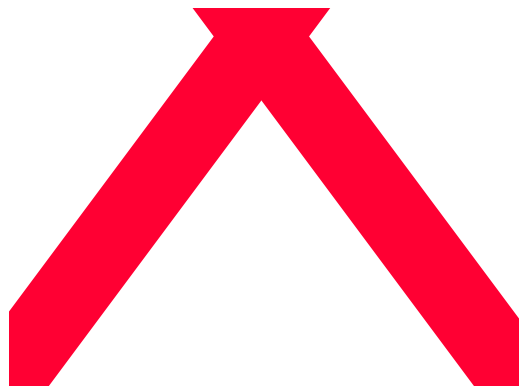


Figure (II.4): Evolution du temps de rupture en fonction de la concentration (traduite par la température d'ébullition) d'une solution de  $NaCl_2$ , à ébullition pour un acier type 17-12 Mo (316 AISI) d'après (17).

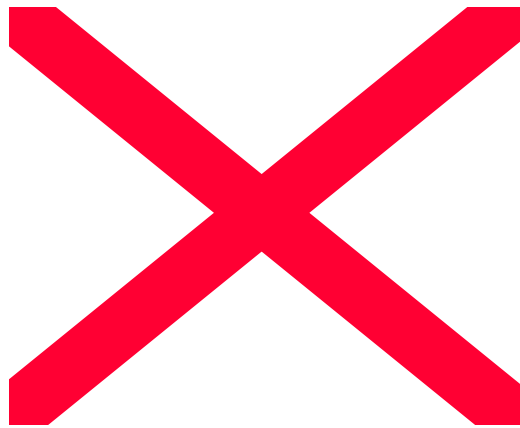


Figure (II.5) : Evolution du temps de rupture de différents aciers en fonction de la concentration de solutions de  $MgCl_2$  à ébullition, d'après (18),  $\sigma = 150$  Mpa pour l'acier 22 Cr-14Ni- 2Mo et 300 Mpa pour les autres aciers.

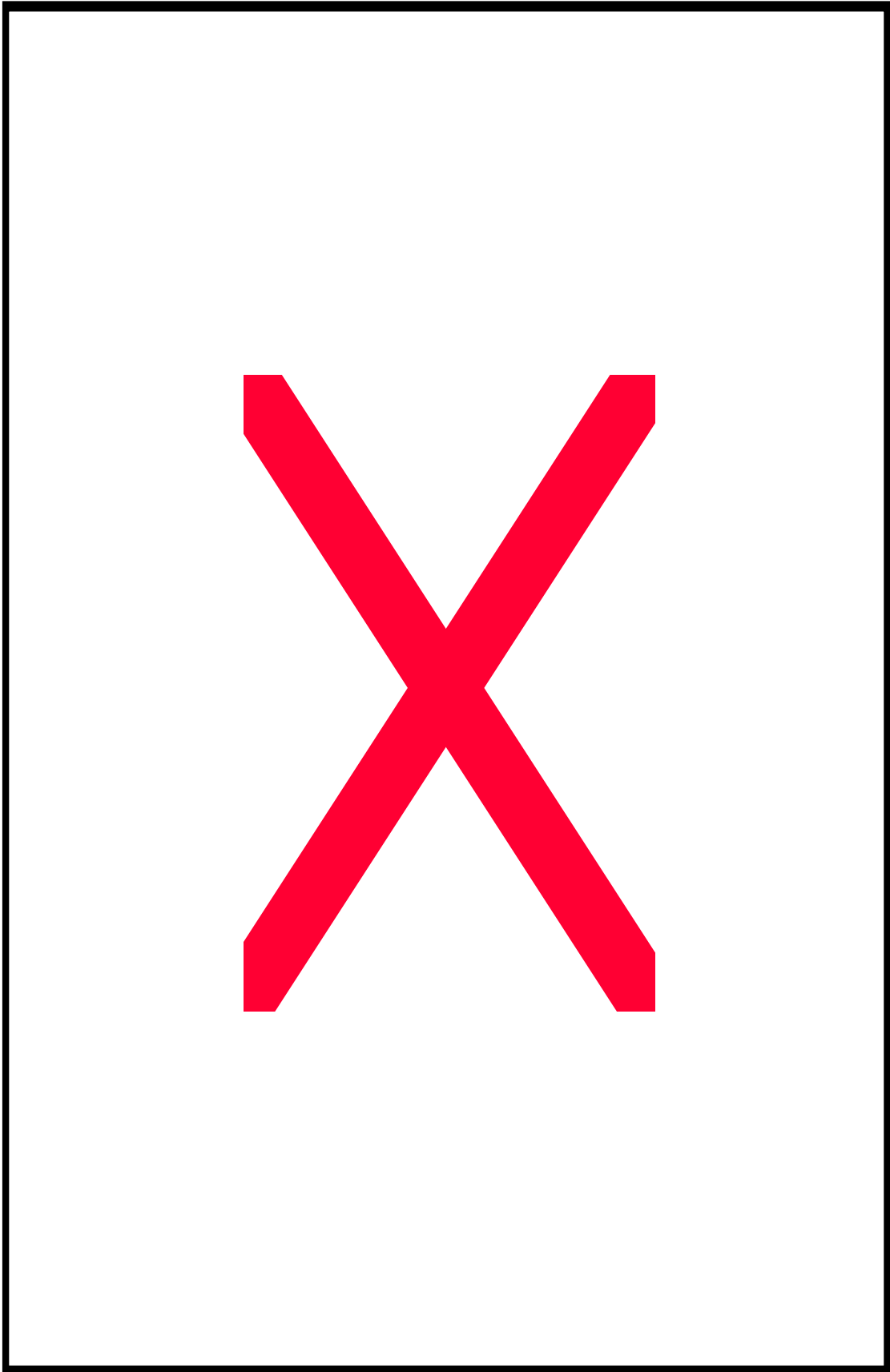


Figure (II.6) : Diagramme de fusion et d'ébullition du système  $MgCl_2 - H_2O$  d'après (19) et (20).

**b) –Influence de la température :**

La durée de vie des éprouvettes, lors des essais dans des solutions chlorurées, diminue considérablement quand la température augmente. Certains auteurs (10), (21) et (22) lient le temps de rupture  $t_r$  à la température T selon une loi du type :

$$t_r = A \cdot \exp \frac{B}{T}$$

Figures :II-8 et II-9.

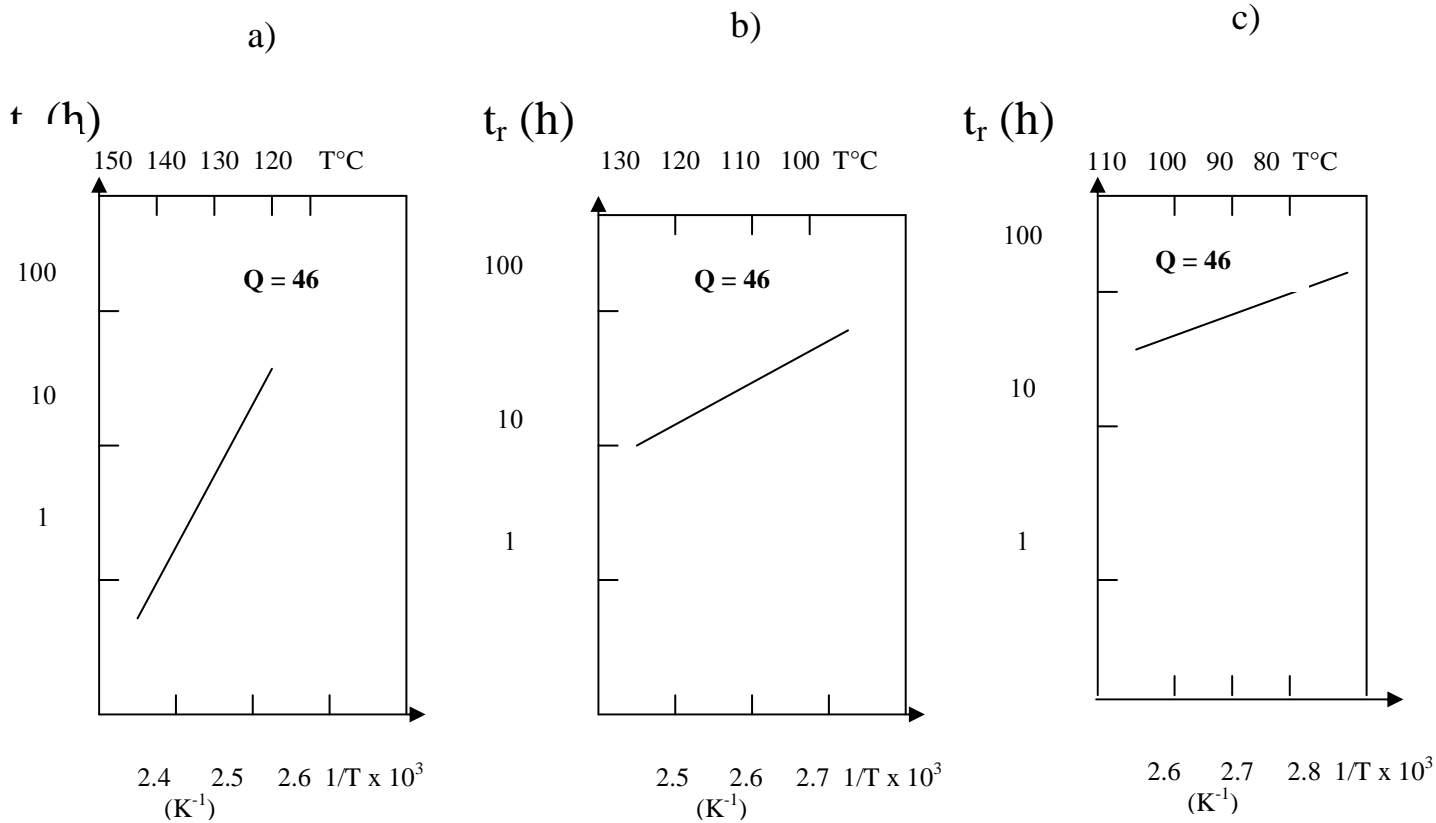


Figure (II.7) : Effet de la température sur le temps de rupture  $t_r$  d'u acier Z6C 18-10 e foctio de la concentration en  $Mg Cl_2$ .

$Q$  = énergie d'activation apparente ( $Kcal.mole^{-1}$ ) d'après (21).

a)-  $Mg Cl_2$  42% en poids,  $T_{eb} = 142^{\circ}C$

b)-  $Mg Cl_2$  35% en poids,  $T_{eb} = 125^{\circ}C$

c)-  $Mg Cl_2$  24% en poids,  $T_{eb} = 110^{\circ}C$

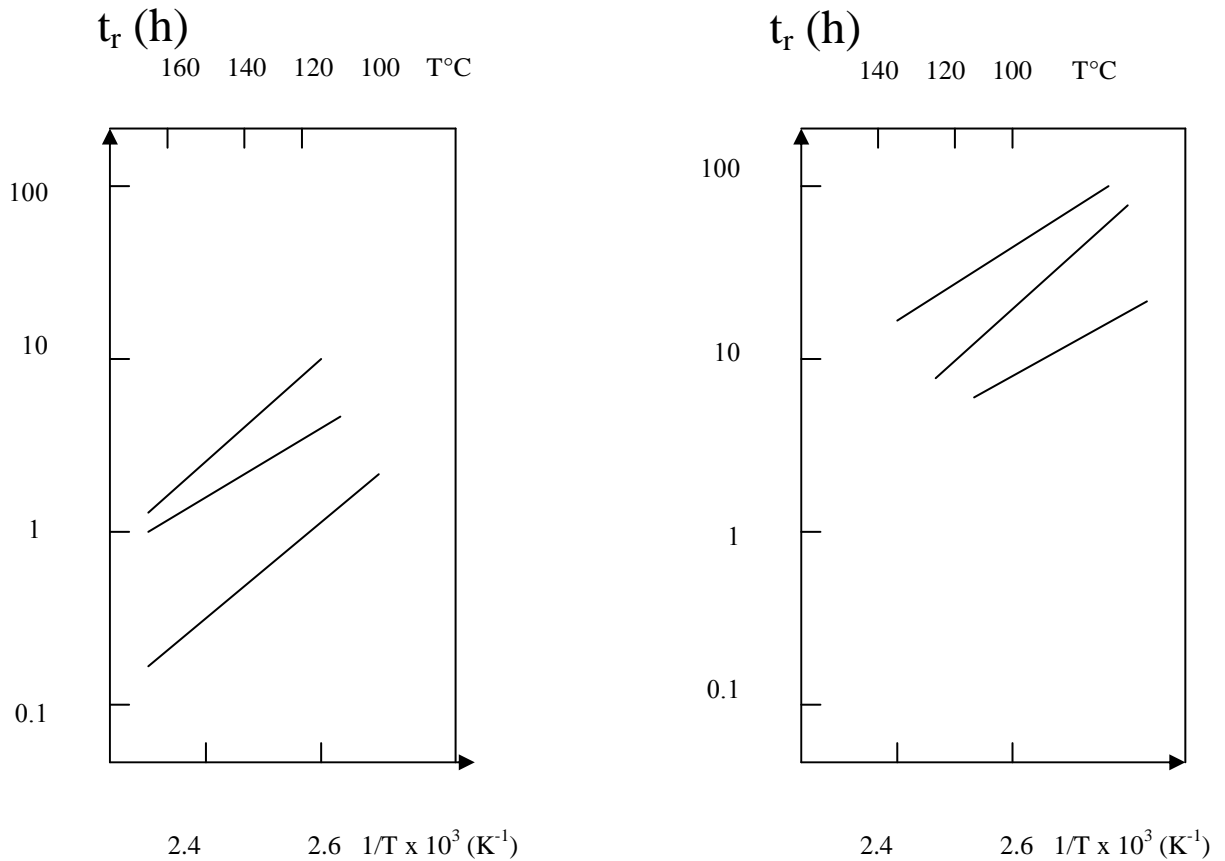


Figure (II.8): Effet de la température sur le temps de rupture  $t_r$ , le temps d'incubation  $t_i$  et le temps de propagation  $t_p$  pour un acier Z6 CN 18-8.

$Q$  = énergie d'activation apparente ( $\text{Kcal} \cdot \text{mole}^{-1}$ ) d'après (22).

a)-  $\text{MgCl}_2$  44% en poids,  $T_{\text{éb}} = 154^\circ\text{C}$

b)-  $\text{MgCl}_2$  33% en poids,  $T_{\text{éb}} = 123^\circ\text{C}$

Notons que dans les conditions industrielles, la fissuration par c.s.c des aciers inoxydables austénitiques a souvent lieu à des températures supérieures à  $70^\circ\text{C}$  (15).

### c)-Influence de l'hydrogène :

L'hydrogène joue un rôle très important dans le cas des aciers à hautes caractéristiques mécaniques ( $Re \geq 1200 \text{ Mpa}$ ) (23) où le modèle de fragilisation par l'hydrogène est généralement admis pour expliquer le mécanisme de la c.s.c.

Plusieurs théories ont été avancées dans le cas des aciers martensitiques et ferritiques : adsorption et/ou diffusion de l'hydrogène sous forme atomique, précipitation sous forme moléculaire (24).

Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques «métastables» de type Z2 CN 18-10 (AISI 304L), certains auteurs (25) ont basé leurs explications sur la transformation de l'austénite en martensite.

Mais, dans le cas de aciers inoxydables austénitiques « stables » type Z2 CND 17-12 (AISI 304 L ), le rôle de l'hydrogène est généralement jugé secondaire.

**d)- Influence de l'oxygène :**

L'oxygène est considéré comme un puissant élément d'activation. En effet, dans certains cas, l'absence totale d'oxygène permet d'éviter la fissuration (Figure 9). Certains auteurs (15) étendent cette proposition à la plupart des oxydants.

L'augmentation de la teneur en oxygène diminue fortement la teneur critique en «chlorures » (figure 9).

Le rôle de l'oxygène est donc important dans le cas des solutions chlorurés dilués mais dans le cas des fortes concentrations en chlorure, son action devient controversée (27).

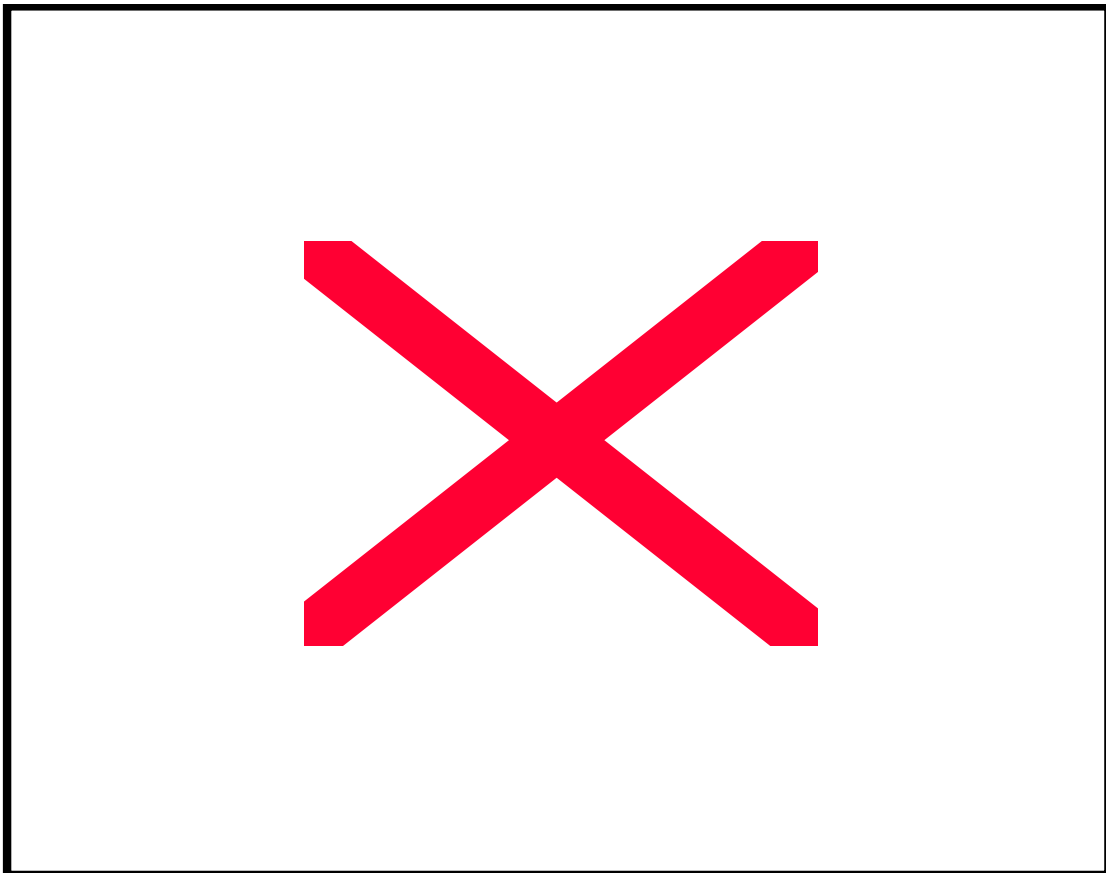


Figure (II.9): Influence de l'oxygène sur le temps de rupture d'un acier 18-10 dans  $MgCl_2$  38% à ébullition, en fonction du PH mesuré à cette température : l'acidité est contrôlée par addition d'HCL ou de  $Mg(OH)_2$ ,  $\sigma = 270$  Mpa.

a)- Sans barbotage d' $O_2$ .

b)- avec barbotage d' $O_2$ . d'après (26)

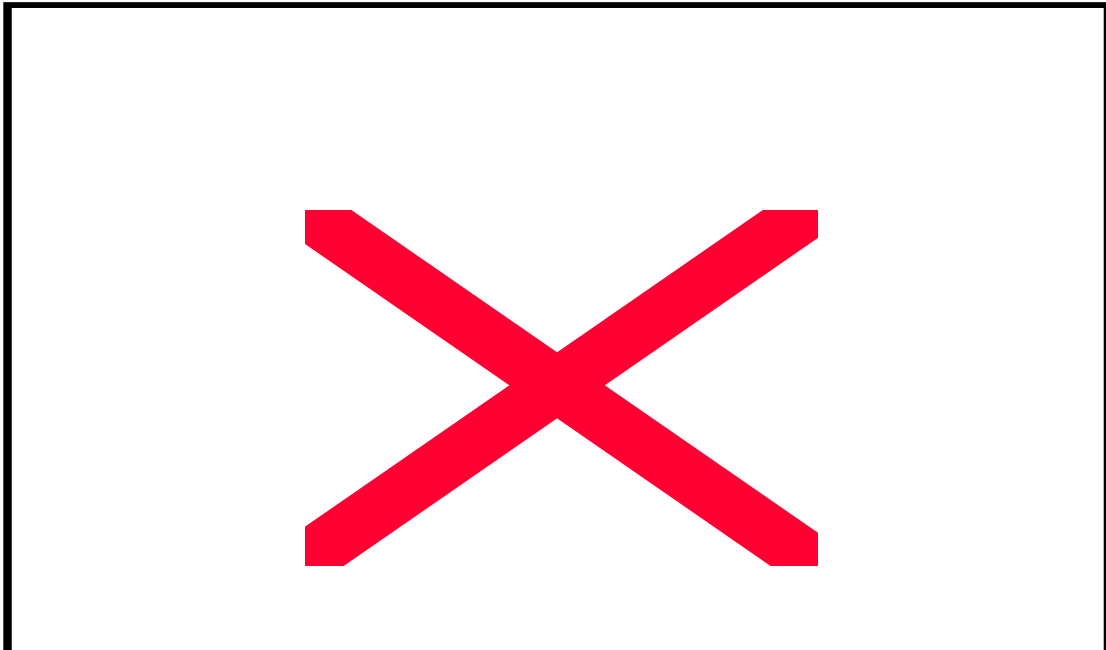


Figure (II.10) : Abaissement de la concentration critique en Cl<sup>-</sup> en présence d'oxygène pour un acier de type 18-10 (AISI 304) d'après (27).

#### **e)- Influence des inhibiteurs :**

Les inhibiteurs sont des éléments qui, additionnés en faible quantité au milieu corrosif, permettent d'empêcher complètement ou partiellement la fissuration du métal.

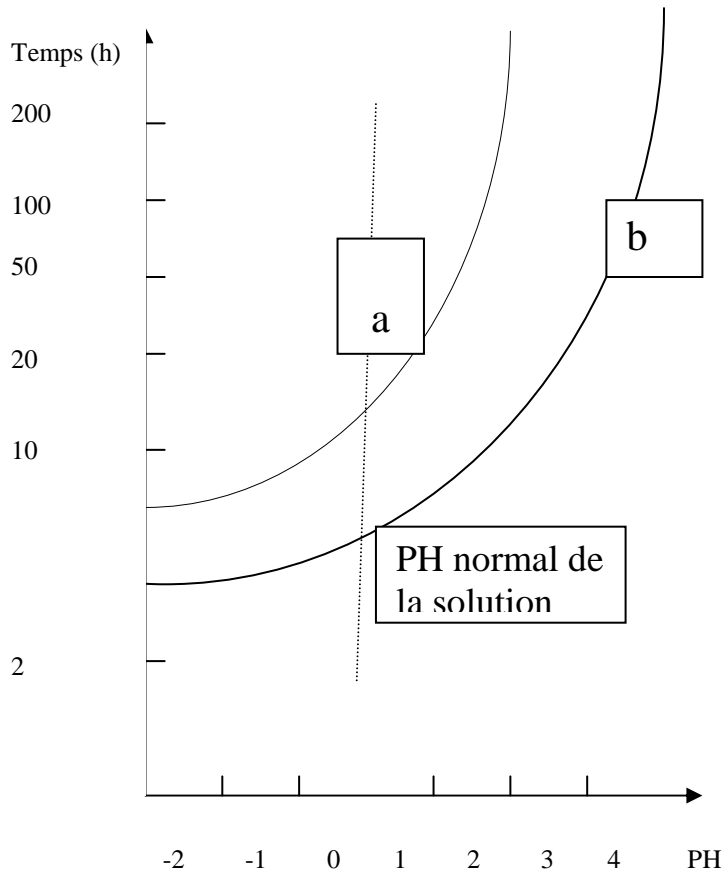
L'action des inhibiteurs a été étudiée sous divers aspects (28) et (29) :

- Elimination des espèces réductibles ;
- Changement de la cinétique des réactions anodiques ;
- Prévention de l'adsorption des espèces agressives ;
- Changement de la cinétique de passivation des films protecteurs ;...(30).

Les inhibiteurs sont souvent des acétates ou des iodures (31).

#### **f)-Influence du PH :**

De nombreux auteurs (21), (26), (32) et (33) ont étudié le rôle du PH lors d'essais de c.s.c. Ils ont montré que le temps de rupture diminue avec l'acidité de la solution (figures 8 et 10). Mais, c'est surtout le temps d'incubation qui est réduit lors d'une diminution du PH (32) et (33). L'augmentation de l'acidité accroît les possibilités d'amorçage des fissures (33) et (34). D'après BAKER (32), cet amorçage est provoqué par le développement local de piqûres ou crevasses, dans lesquelles le PH est bas, qui peuvent aussi agir comme des zones de concentration de contraintes.



Figure(II.11): Influence du PH, mesuré à 134°C, sur le temps de rupture de deux aciers 18-10 dans le  $MgCl_2$  à 38% en poids à l'ébullition, sans barbotage d'oxygène.

a)- acier à 0.09 % de C.

b)- acier à 0.01 % de C.

L'acidité est contrôlée par addition d'HCl ou de  $Mg(OH)_2$  ( $\sigma = 270$  Mpa) (26).

### g)-Influence de la pression :

Lors d'un essai de c.s.c dans le  $MgCl_2$  à 154°C, les réactions d'hydrolyse de  $MgCl_2$  de type :  $Mg^{2+} + 2H_2O \leftrightarrow Mg(OH)_2 + 2H^+$ , tendent à acidifier la solution. Une augmentation de la pression peut jouer sur la réaction :  $H^+ + Cl^- \leftrightarrow HCl \uparrow$  et limiter la baisse de l'acidité. Dans le cas d'essais sous pression importante (100 bars) (35), on ajoute généralement de l'acide chlorhydrique pour rétablir un PH permettant la fissuration.

## II-3) - Paramètres liés au matériau :

Le matériau intervient par sa composition, sa microstructure et surtout par son état de surface (nature et caractéristiques physico-chimiques de la couche passive, état géométrique de la surface et état mécanique des couches superficielles).

### 1)-Composition chimique de l'acier :

Chaque élément d'addition a un effet qui dépend de la nature du milieu, de son interaction avec les autres constituants et d'une manière générale de toutes les conditions d'essai. C'est ainsi que les opinions divergent sur le rôle de la plupart des constituants. Nous distinguons particulièrement, les résultats qui concernent les alliages de haute pureté (A.H.P) de ceux qui concernent les alliages commerciaux.

#### a)-Influence de la pureté :

La pureté du métal améliore nettement son comportement, comme l'ont montré certains auteurs (36) , (37) , (38) et (39), dans le cas des alliages austénitiques type 18-10 dans  $MgCl_2$  bouillant.

#### b)-Influence du carbone :

Le carbone est sans effet dans un alliage de haute pureté . Pour les aciers commerciaux son influence est assez controversée. D'après certains auteurs (40), l'augmentation de la teneur en carbone contribue à l'amélioration de la tenue des aciers inoxydables à la c.s.c. Pour d'autres, la susceptibilité à la c.s.c augmente avec la teneur en carbone dans un intervalle usuel (0.01 à 0.06%), puis diminue et l'immunité est obtenue à 0.1%.

Par ailleurs, dans le cas des aciers inoxydables austénitiques où la fissuration par c.s.c est généralement transgranulaire, nous pouvons penser que le rôle du carbone est négligeable. En effet, d'après certains auteurs (41), le carbone agit peu dans le domaine des teneurs usuelles.

#### c)-Influence du bore :

D'après certains auteurs (15), le bore a un comportement analogue à celui du carbone.

#### d)- Influence du molybdène :

Il est admis que le molybdène accroît la vitesse de repassivation et améliore ainsi la tenue des films passifs à la corrosion par piqûres (42). Dans le cas de la c.s.c, le rôle du molybdène n'est pas encore précisé. Il semble avoir un effet particulièrement défavorable sur les alliages de haute pureté (43) et (44). Son influence dépend du milieu en améliorant la tenue à la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables austénitiques dans les solutions chlorurées diluées. En revanche, dans le cas des solutions concentrées de  $MgCl_2$ , le molybdène semble néfaste au moins pour les faibles teneurs en éléments d'addition (jusqu'à 4%) (45). Certains auteurs (46) attribuent cet effet nocif au fait que le molybdène diminue l'énergie de faute d'empilement.

Par ailleurs, dans d'autres travaux, il a été constaté que l'acier type 17-12 au Mo (316 AISI) est plus résistant à la corrosion sous contraintes que celui de type 18-

10 (304 ou 304 L AISI) sans Mo, aussi bien dans les milieux chlorurés dilués que dans les solutions concentrées de  $MgCl_2$  (47).

Le rôle du molybdène est donc très important mais reste controversé.

**e) Influence du Silicium :**

Comme pour le molybdène, l'action du Silicium est aussi controversée. Une teneur en silicium relativement élevée (3 à 4%) est favorable à la tenue à la c.s.c d'un acier inoxydable austénitique dans une solution de  $MgCl_2$  à 44% (48). Mais, dans les milieux chlorurés dilués, le silicium a un effet négligeable ou même néfaste.

**f) Influence du manganèse :**

Le manganèse semble sans effet sur les A.H.P, au moins avec des teneurs inférieures à 4% (43). Mais, associé à l'azote ou au molybdène, il devient néfaste.

**g) Influence de l'azote :**

L'azote est souvent considéré comme un élément néfaste (49), (50) et (51) (Figure II.12).

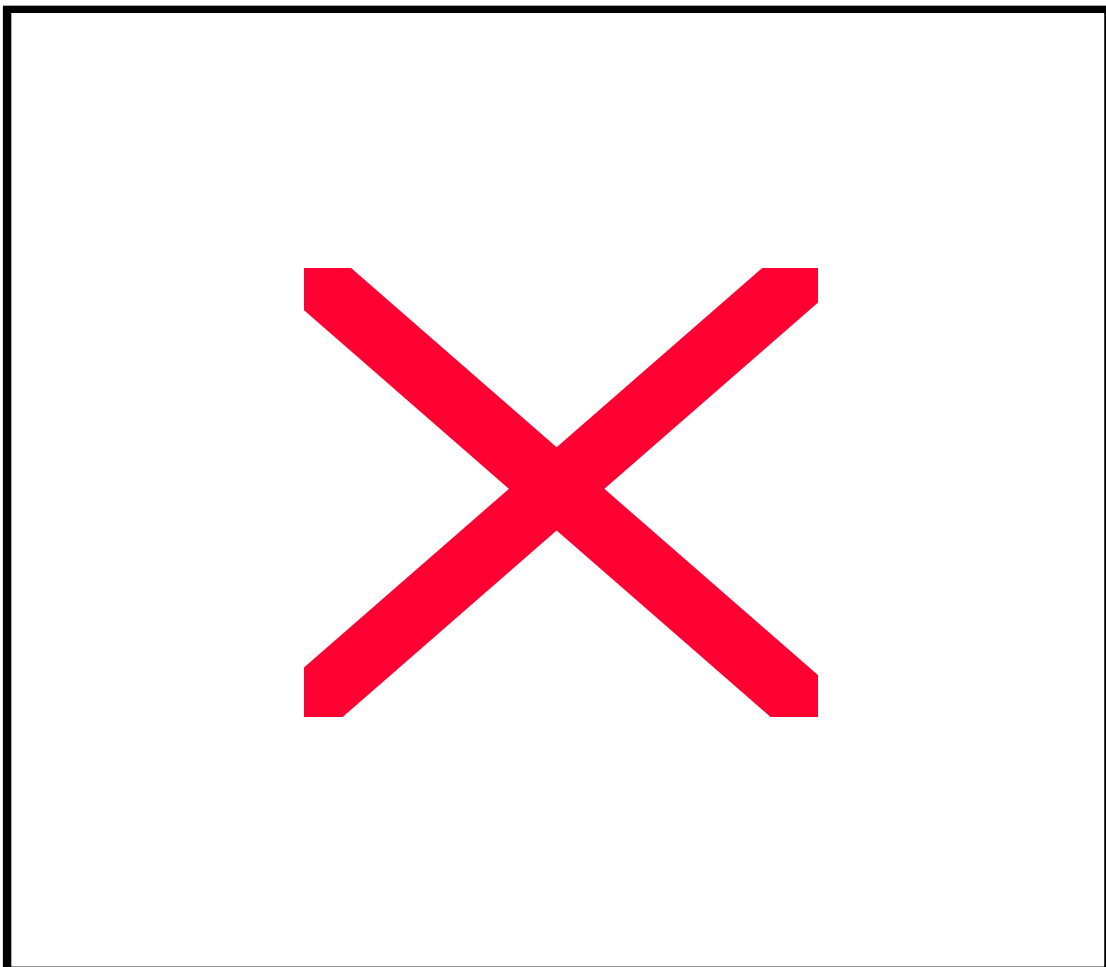


Figure (II.12): Influence de l'azote sur la durée de vie d'un alliage à 19% Cr-20%Ni à bas carbone en milieu  $MgCl_2$  (d'après (51)).

**h)-Influence du phosphore :**

Une teneur de 0.1% en phosphore peut engendrer une sensibilisation d'un A.H.P. Mais , dans le cas des aciers industriels où la teneur en phosphore est de l'ordre de 0.02%, cet élément n'a pas d'effet important.

**i)-Influence du nickel :**

COPSON (52) a montré que le nickel est particulièrement néfaste pour des teneurs comprises entre 5 et 10%, en traçant une courbe enveloppe des ruptures par c.s.c pour un alliage Fe-18Cr dans le  $MgCl_2$  44% à 154°C.

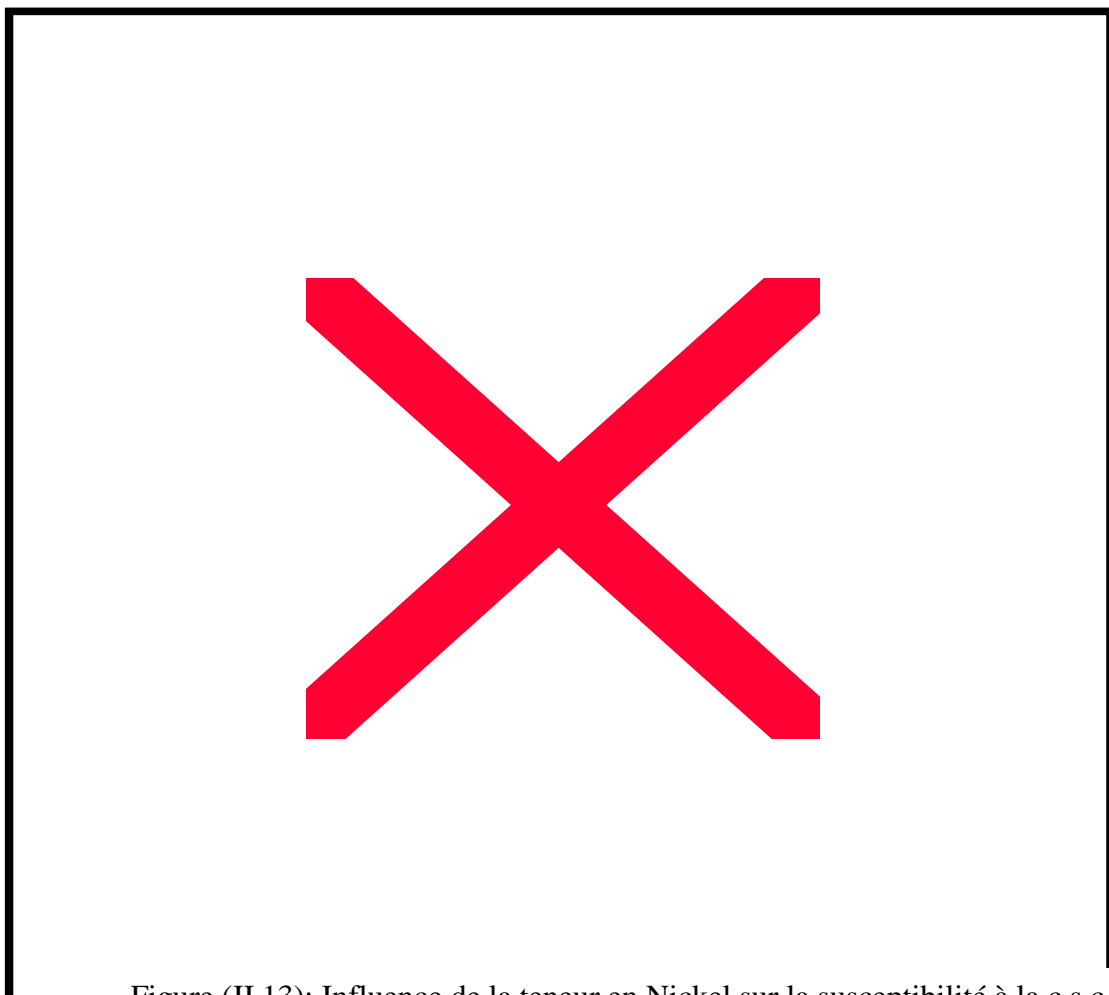
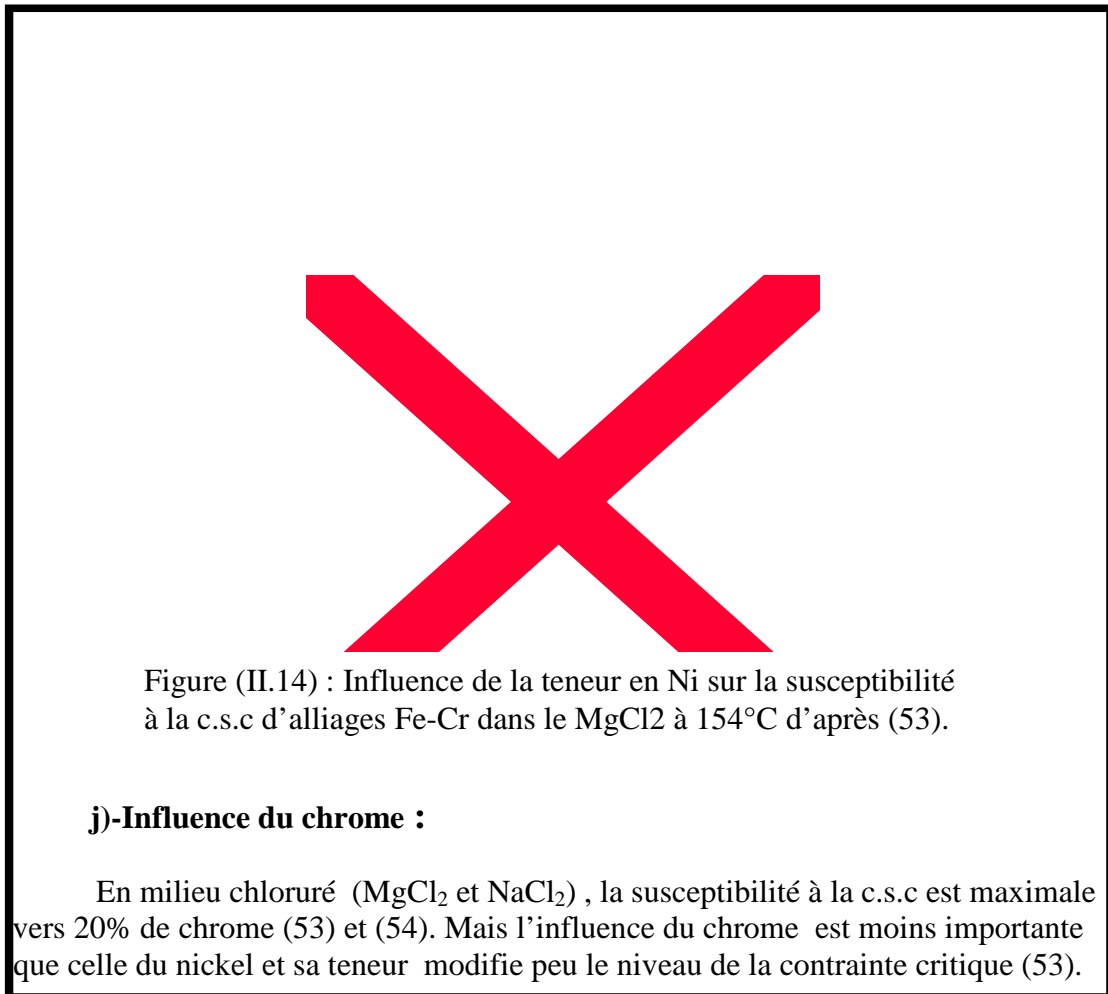


Figure (II.13): Influence de la teneur en Nickel sur la susceptibilité à la c.s.c d'alliages Fe, Cr 18% dans le  $MgCl_2$  44% à 154°C (d'après (52)).

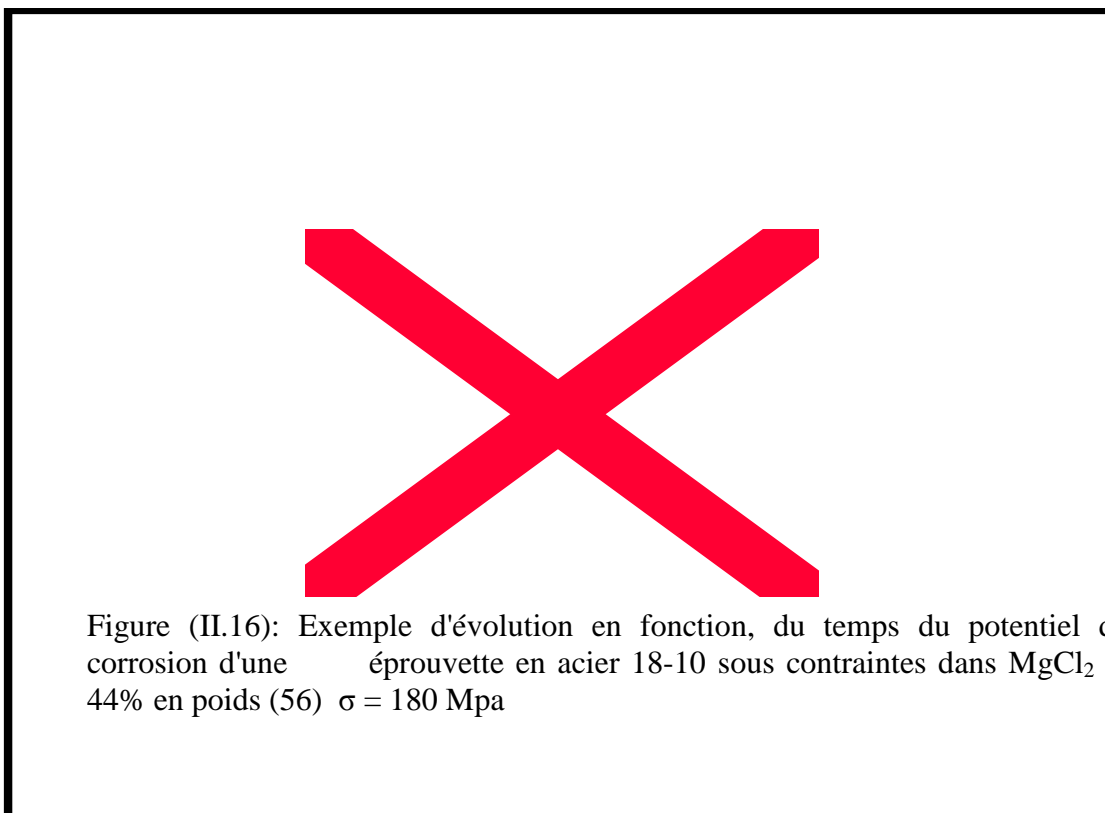
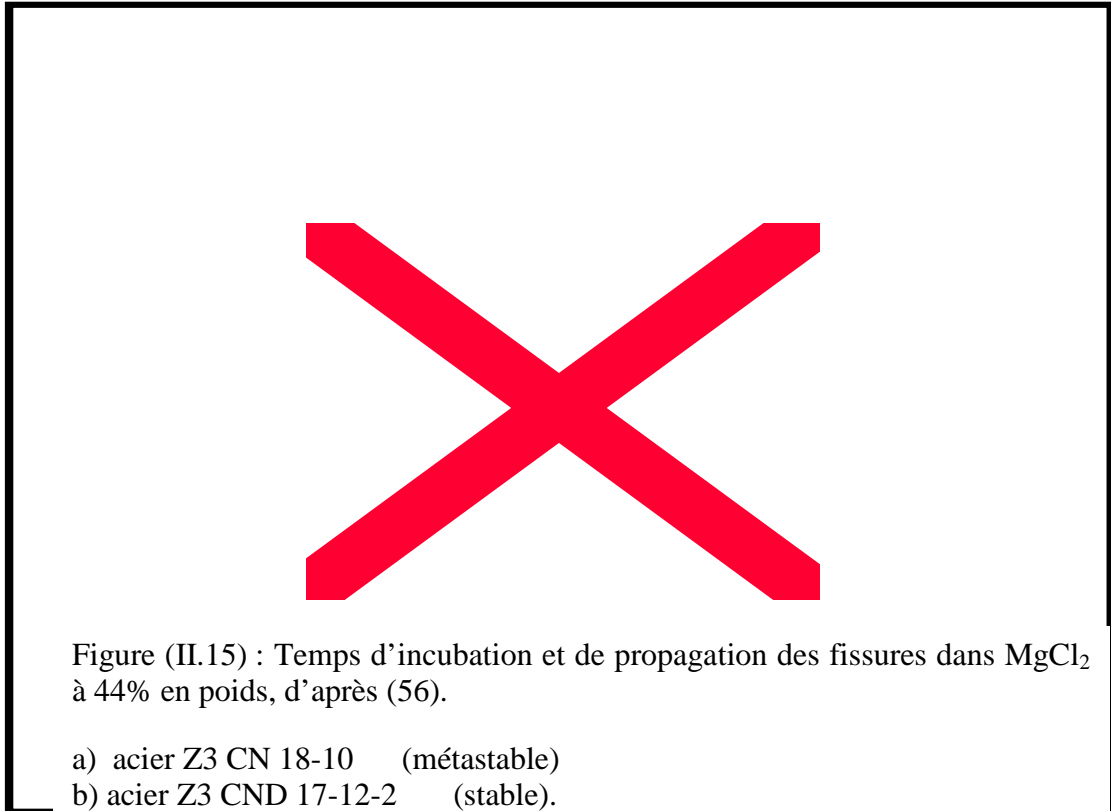
DENARD (53) a établi des seuils critiques en contraintes pour de différentes teneurs en Nickel (fig : II.14). Il montre ainsi, que « la contrainte critique » augmente avec la teneur en nickel pour les taux compris entre 8 et 50%.



## 2)-Influence de la structure :

Le comportement d'un alliage varie beaucoup avec son état structural. Les aciers inoxydables au chrome et nickel à structure biphasée austénite et ferrite, ont généralement une bonne résistance : la ferrite est beaucoup moins sensible que l'austénite à la fissuration par c.s.c (15).

La présence de la martensite en quantité suffisante améliore la tenue à la corrosion sous contraintes dans le MgCl<sub>2</sub>, des aciers inoxydables austénitiques (métastables 18-8) de pureté élevée (55). La stabilité de l'austénite joue un rôle important sur les temps d'incubation et de propagation (figure : 14). Ces deux périodes peuvent être bien distinguées à l'aide d'un suivi de potentiel (fig:II.16).



### **3)-Influence de l'état de surface:**

La surface doit être caractérisée sous plusieurs aspects :

- état et propriétés physico-chimiques de la couche superficielle (oxydes, composition chimique, phases...).
  - Etat géométrique.
  - Etat mécanique : macroscopique (macrocontraintes) et microscopique (microdéformations ou écrouissage).
- a) Le premier aspect a fait l'objet de nombreuses études et intervient comme dans tous les autres types de corrosion (57), (58), (59) et (60)
- b) L'état géométrique ne semble pas avoir un effet direct sur la c.s.c. Mais nous savons qu'un accident de forme engendre d'abord une concentration de contraintes et par la suite favorise un amorçage de la fissuration. Le rôle de l'état géométrique de la surface dépend donc, d'abord, de la présence des contraintes. Par ailleurs on peut penser que cet état peut avoir un effet important dans les concentrations locales en certains éléments du milieu corrosif et notamment en chlorures.
- c) Certaines études récentes (61), (62) et (63) ont mis en évidence l'importance de l'état mécanique de la surface du matériau dans le phénomène de la c.s.c. Mais, la plupart du temps, cet aspect a été négligé malgré son importance. C'est pourquoi, lors de cette étude, nous attacherons une importance particulière au rôle de l'état mécanique de la surface du matériau (§..).

### **II-4) - Différents types d'essais de corrosion sous contraintes :**

On distingue deux types d'essais :

- Dans le premier cas les contraintes sont uniquement résiduelles et il n'y a aucune sollicitation extérieure.
- Dans le second cas, des contraintes extérieures sont appliquées sur l'échantillon par différents moyens et sont «éventuellement» superposées aux contraintes résiduelles existant dans le matériau.

#### **II-4-1)-Essai de corrosion sous contraintes résiduelles :**

Les contraintes résiduelles traduisent l'hétérogénéité de la déformation plastique dans le matériau. Elles sont généralement dues au mode d'élaboration du matériau et à sa mise en œuvre (traitement thermique, laminage, usinage, grenailage, sablage, etc...). Dans de tels cas, Elles sont difficiles à calculer. On peut citer les travaux de Y.NAKAGANA et al. (64) qui ont étudié l'influence de divers modes

d'usinage sur les contraintes résiduelles et la susceptibilité à la c.s.c. d'un acier de type 18-8 (cf § :1.3.2).

Les essais de corrosion sous contraintes résiduelles nécessitent des moyens simplifiés (figure) (65) et (66), mais la difficulté principale de tels essais réside dans la détermination des contraintes résiduelles. Le calcul de ces contraintes est souvent impossible, sauf dans certains cas particuliers de déformations élastoplastiques simples (par exemple flexion ou torsion) où on peut connaître parfaitement le comportement mécanique du matériau.

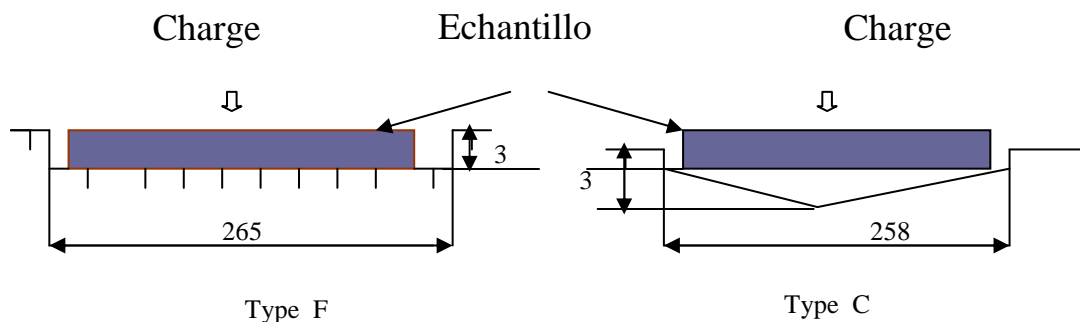


Figure (II.17): Deux types de montages d'échantillon pour obtenir différentes contraintes résiduelles d'après (65).

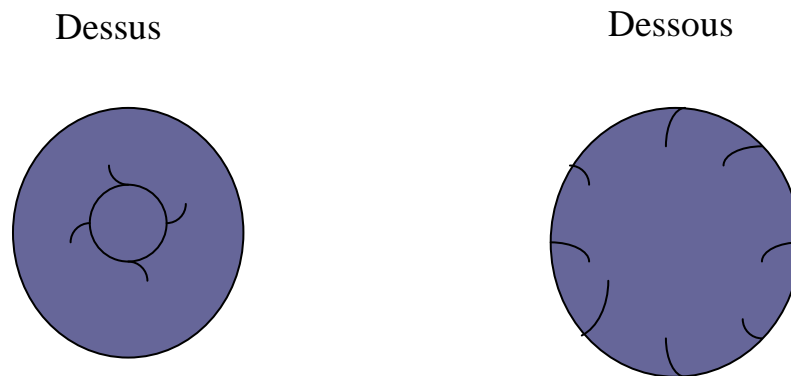


Figure (II.18): Esquisse des fissures par c.s.c sur les deux faces d'échantillons après immersion dans du  $MgCl_2$  bouillant à  $153^\circ C$ , d'après (65).

## II-4-2)-Essais de corrosion sous contraintes appliquées :

Dans ce cas les dispositifs sont généralement plus complexes. En effet, il faut prévoir un appareillage permettant de maintenir une contrainte appliquée lors de l'essai.

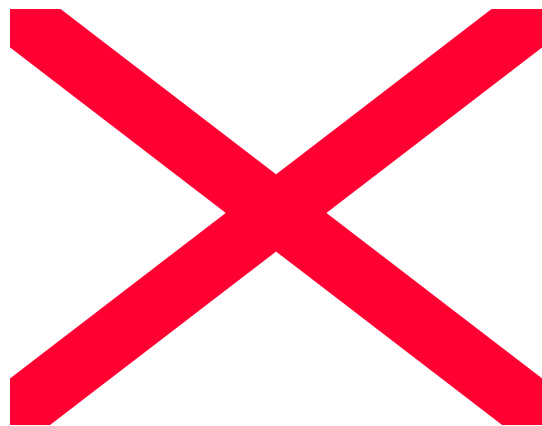
Selon le cas, on utilise des dispositifs simples de petites tailles que l'on immerge dans le réactif corrosif (fig : II.20), où l'on utilise des dispositifs extérieurs à la cellule (67). La flexion et la traction sont les modes de déformations les plus fréquents, mais on peut utiliser parfois la torsion ou d'autres sollicitations ou simplement des essais sous pression (35).

La plupart des essais ont été effectués sous charge ou déformation constante et les éprouvettes sont souvent massives et lisses. Dans le cas des études plus fondamentales entreprises pour la compréhension du mécanisme de fissuration par c.s.c, on impose souvent la vitesse de déformation (68), ou de mise en charge : les éprouvettes pouvant être massives ou fines (fils (69) ou lames minces (61)), lisses ou entaillées (70).



Figure (II.19): Essais à déformation imposée de flexion, éprouvette en U ou en lames.

Flexion 4 points.  
Dispositif plus précis



Essais à déformation  
imposée de traction

Anneau dynamométrique  
(précis)

Figure (I-20) : Essais à déformation imposée en traction, anneau dynamométrique  
Dispositif à immerger dans le milieu corrosif.

C'est ce deuxième essai qui a été utilisé par la plupart des spécialistes de la corrosion sous contraintes. Le premier type d'essai a été souvent négligé, probablement à cause du manque de moyens pour déterminer l'état des contraintes résiduelles à la surface des matériaux étudiés. Dans une certaine mesure, nous pouvons remettre en cause beaucoup de résultats provenant d'essais de corrosion sous contraintes appliquées où les auteurs ne tiennent pas compte des contraintes résiduelles de tension ou de compression pouvant exister dans le métal à l'état initial.

### **II-4-3) - Importance de l'état mécanique initial de la surface du matériau lors d'un essai de c.s.c :**

De nombreux spécialistes se sont intéressés à l'influence d'une contrainte appliquée sur le comportement du matériau lors de la c.s.c. Mais, c'est surtout le comportement chimique ou électrochimique qui a été le plus étudié (70) (72). Ainsi dans la plupart des travaux effectués, on ne tient pas compte des contraintes résiduelles qui peuvent se superposer aux contraintes appliquées. De ce fait, les opinions divergent, en ce qui concerne par exemple, la contrainte critique de « non fissuration ». Pour une même nuance d'acier : Z2 CND 17-12 (AISI 316L), cette limite est située, selon les auteurs et leurs procédures d'essais, entre 80 et 150 Mpa.

Certains auteurs (73) situent cette limite à 70% de la limite d'élasticité du matériau, d'une manière expérimentale ou par corrélation à la « limite de non fluage ». D'autres utilisent ce critère de contrainte limite, déterminé généralement par des essais de corrosion sous contrainte appliquée (des essais souvent sous charge uniaxiale constante de traction), pour évaluer les contraintes résiduelles à la surface du matériau (test destructif du MgCl<sub>2</sub> à 154°C pendant 24h) (74) (75). Mais, pour d'autres spécialistes cette limite n'existe pas.

Nous nous intéresserons tout particulièrement, à l'influence de l'état mécanique initial de la surface du matériau et nous tenterons, par la suite, de choisir un mode optimal d'élaboration des éprouvettes et d'établir une procédure expérimentale la plus rigoureuse possible.

### **II-4-4) - Définition de l'état mécanique d'un matériau :**

L'état mécanique d'un matériau est défini par les contraintes résiduelles existant à toutes les échelles dans ce matériau. On définit, habituellement, trois échelles de contraintes (figure 19) (76) (77).

- **Les contraintes d'ordre III** apparaissent du fait de l'accommodation des déformations à l'intérieur d'un grain, au niveau du cristal, par les sous-joints, les bandes de glissement, les écheveaux de dislocations, les cellules, les empilements et les dislocations individuelles.
- **Les contraintes d'ordre II** apparaissent **au niveau du grain**, du fait de l'accommodation des déformations résultant des désorientations cristallines entre grains. Elles sont uniformes à l'intérieur d'un grain et sont égales à la moyenne des contraintes d'ordre III.

- **Les contraintes d'ordre I** sont constantes sur un grand nombre de grains et sont égales à la moyenne des contraintes d'ordre II. Ce sont les **contraintes macroscopiques** ou macrocontraintes mesurées par le mécanicien.
- **Les contraintes d'ordre II et III** sont encore appelées micro contraintes. Elles caractérisent essentiellement la déformation plastique ou «écrouissage» du matériau.

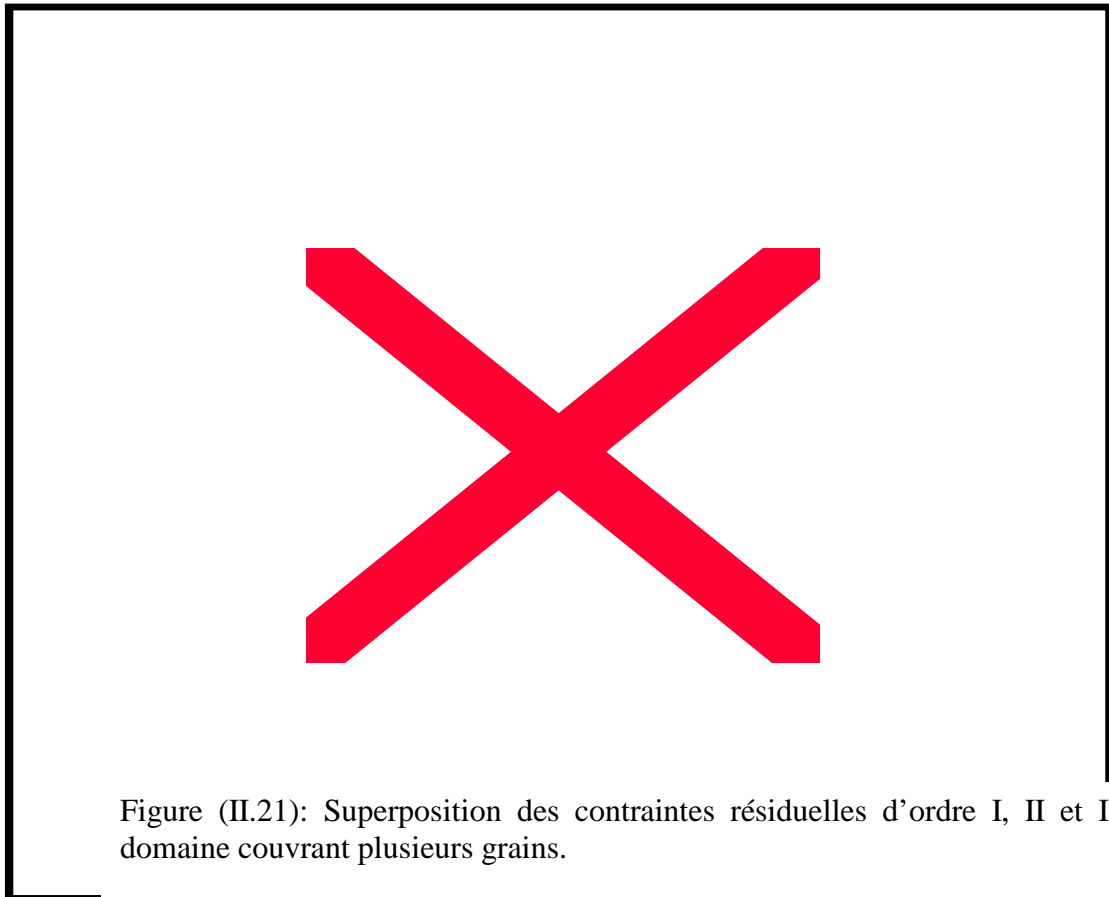


Figure (II.21): Superposition des contraintes résiduelles d'ordre I, II et III dans un domaine couvrant plusieurs grains.

#### **II-4-5) - Effet des contraintes résiduelles macroscopiques sur la corrosion sous contraintes.**

Les contraintes résiduelles de tension à la surface de l'échantillon diminuent la résistance à la corrosion. Elles sont dues soit à l'usinage (fraisage, tournage, rectification (64)), soit à certaines opérations de mise en forme par déformation plastique (exemple : cintrage des tubes d'échangeurs (78)). En milieu corrosif (en présence d'ions chlorures), lorsqu'elles sont suffisamment élevées, ces contraintes peuvent entraîner une fissuration rapide de la surface du métal, même en l'absence de toute sollicitation extérieure (79).

Nous avons déjà cité ci-dessus les travaux effectués par Y. NAKAGAWA et al. (64), concernant l'influence des divers modes d'usinage sur les contraintes résiduelles et la susceptibilité à la corrosion sous contraintes d'un acier de type 18 Cr - 8 Ni. Les échantillons sont des tubes ( $\text{Ø}_{\text{ext}} = 60.5 \text{ mm}$ ,  $e = 3.9 \text{ mm}$ ) dont les surfaces ont été obtenues par tournage, rectification ou polissage manuel. Ces tubes sont plongés dans une solution à 42 % de  $\text{MgCl}_2$  bouillant. Les résultats montrent que la longueur des fissures de corrosion est en relation directe avec le signe et le niveau des contraintes résiduelles, une corrélation étant même obtenue entre longueur maximale des fissures et la profondeur affectée par la contrainte de traction (tableau).

Inversement, les contraintes résiduelles de compression contribuent à améliorer la tenue à la corrosion sous contraintes. Cette propriété est d'ailleurs utilisée sur le plan industriel dans les traitements mécaniques de surface tels que le grenailage et la sablage qui introduisent des contraintes résiduelles de compression intenses et retardent ainsi et même empêchent l'amorçage et la propagation des fissures (80) (81) (82) (83).

**Tableau (II.1) : Effets de divers modes d'usinage sur l'état mécanique à la surface d'échantillon en acier type 18-8 d'après (64).**

| Conditions d'usinage      | Contraintes résiduelles en surface en (Mpa) | Profondeur affectée ( $\mu\text{m}$ ). | Longueur maximale des fissures) $\mu\text{m}$ ). |
|---------------------------|---|--|--|
| Tournage grossier         | 580 +                                       | 150                                    | 150  |
| Tournage fin              | 480 +                                       | 40                                     | 50   |
| Tournage + polissage      | 310 -                                       | 30                                     | 00   |
| Rectification grossière   | 420 +                                       | 270                                    | 500  |
| Rectification douce       | 210 +                                       | 100                                    | 120  |
| Rectification + polissage | 240 -                                       | 150                                    | 00   |

#### II-4-6) – Effet de microdéformations initiales sur la corrosion

L'effet d'une déformation plastique préalable sur la c.s.c est encore très controversé.

Pour un grand nombre de chercheurs, l'écrouissage diminue la résistance à la c.s.c des aciers inoxydables austénitiques, ceci au moins pour des déformations inférieures à 20% environ (9) (84) à (87). K.Kamachi et S.Ohbayachi (61) montrent, à partir de l'analyse de la forme des pics de diffraction des rayons X et par des observations au microscope électronique à transmission que la déformation plastique est indispensable pour la fissuration du matériau par c.s.c.

- les premières fissures apparaissent lorsque l'énergie élastique emmagasinée atteint un seuil critique (figure II.22).

- La largeur à mi-hauteur des pics de diffraction qui est caractéristique de l'état des «microdéformations» augmente jusqu'à la rupture et la courbe :  $b/B = f(\log T/T_r)$  la figure II-23 présente un point anguleux qui correspond au moment d'apparition des premières fissures.

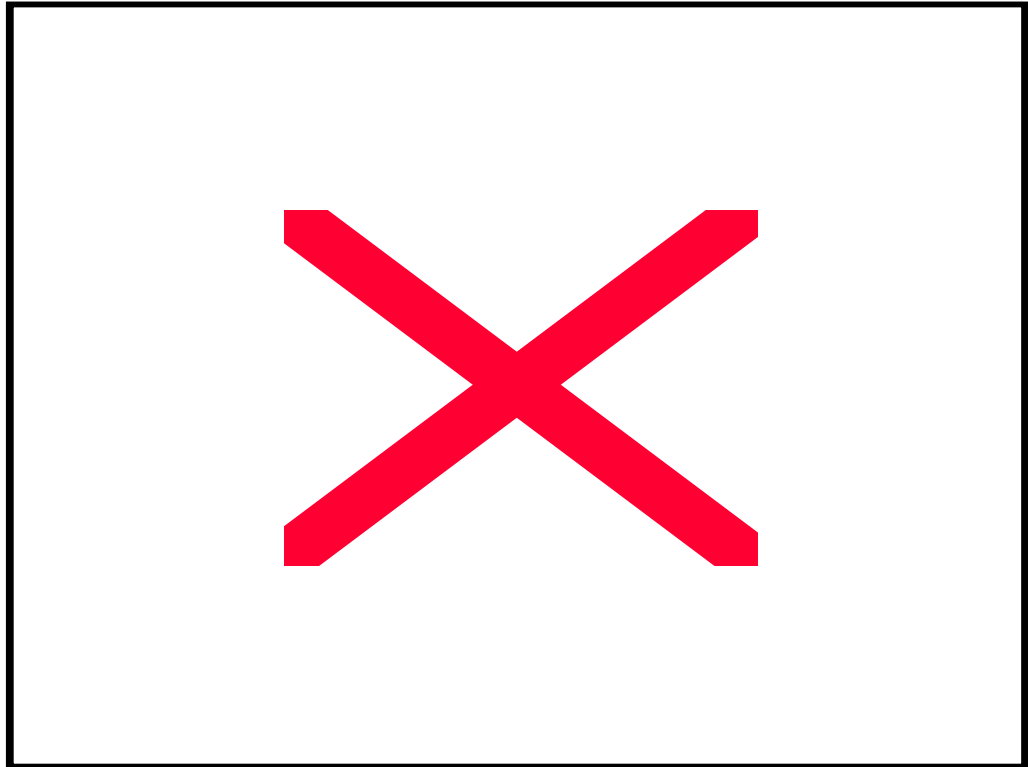


Figure (II.22) : Energie élastique emmagasinée en fonction du temps jusqu'à ce que les premières fissures soient détectées (d'après K.Kamachi et al. (61)).

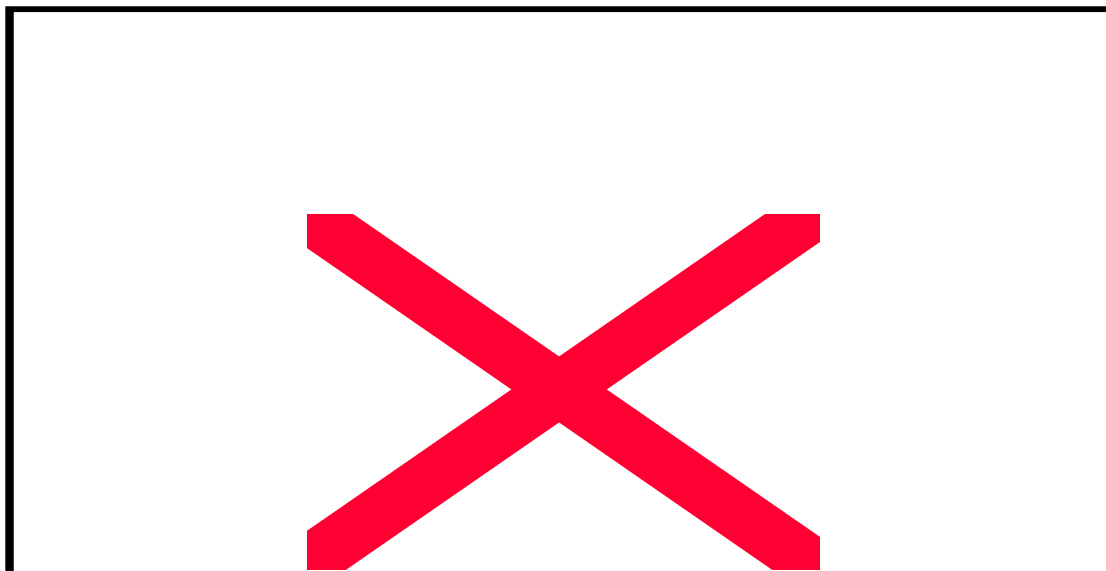


Figure (II.23):  $b/B = f(\log T/T_r)$  pour deux aciers différents d'après K.Kamachi et al. (61).

T : temps d'immersion dans  $MgCl_2$

Tr : temps à rupture

b : largeur de pic de diffraction X

B : largeur de départ.

D'autres auteurs indiquent le contraire (9) (88), mais dans ce cas l'effet bénéfique pour la tenue à la c.s.c. constaté pourrait ne pas être attribué à l'écroutissage même, mais aux contraintes résiduelles de compression créées par le mode de déformation plastique (étirage, laminage à froid, emboutissage) qui empêchent ou retardent la c.s.c. (89).

#### **II-4-7) - Influence de la stabilité sous déformation des aciers inoxydables austénitiques :**

La divergence constatée dans les résultats du précédent est attribuée non seulement à la procédure d'essai mais aussi au comportement différent des aciers étudiés :

##### **a) Cas des aciers inoxydables austénitiques stables vis-à-vis de la déformation plastique :**

Dans ce cas l'écroutissage est à priori néfaste puisqu'il engendre une augmentation de la densité de dislocations qui sont, par leur émergence à la surface du métal, la cause de la rupture du film passif (mécanisme de STAEHLE (11) (90).

Mais, il reste à vérifier l'effet des grandes déformations plastiques (>15%) qui provoquent un arrangement des dislocations en cellules (91).

En effet, d'après certains chercheurs (11) (92), un arrangement des dislocations en « cellules » orientées au hasard améliore la tenue des aciers inoxydables austénitiques à la corrosion sous contraintes, contrairement au cas d'un arrangement selon des plans de glissement d'orientation bien déterminée (92). Par ailleurs, il est admis que le nickel limite l'effet néfaste de l'écroutissage.

##### **b) Cas des aciers inoxydables austénitiques métastables vis-à-vis de la déformation plastique :**

Certains auteurs (UCHIDA et al. (94)) n'ont effectué des essais que sur des aciers sans molybdène (type 18-8) qui sont instables vis-à-vis de la déformation plastique. L'amélioration observée de la résistance à la c.s.c. de tels aciers peut alors s'expliquer par la formation de martensite de déformation (phase résistante à la c.s.c.) (55) (figure II.24 et II.25) et par l'introduction, dans la phase austénitique, de contraintes résiduelles de compression. PITOIS (55) montre que dans le cas d'alliages plus ou moins stables le déplacement du seuil de fissuration sous l'effet d'un écroutissage est lié uniquement à la formation de martensite de déformation.

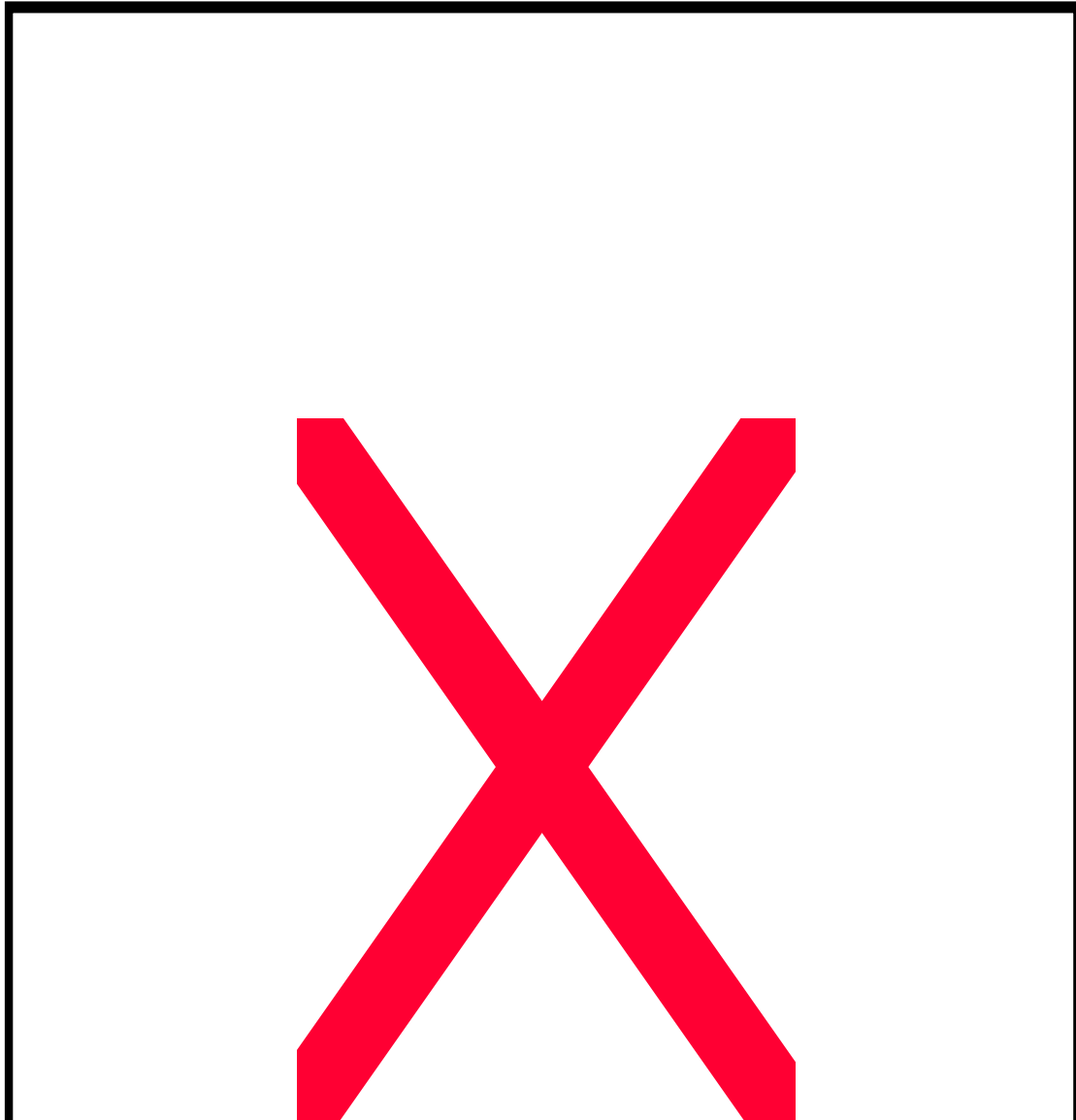


Figure (II.24): Courbes d'évolution de la réponse magnétique (a) et du seuil de fissuration en 24H (b), en fonction du taux d'écroutissage par traction, d'après (55).

- 1) Z2 CND 17-12- coulée 1118
- 2) Z2 CN 18-10- Coulée 00234-« A »
- 3) Z2 CN 18-10- coulée 1428 « B »
- 4) Z2 CN 18-10- coulée X- « B »

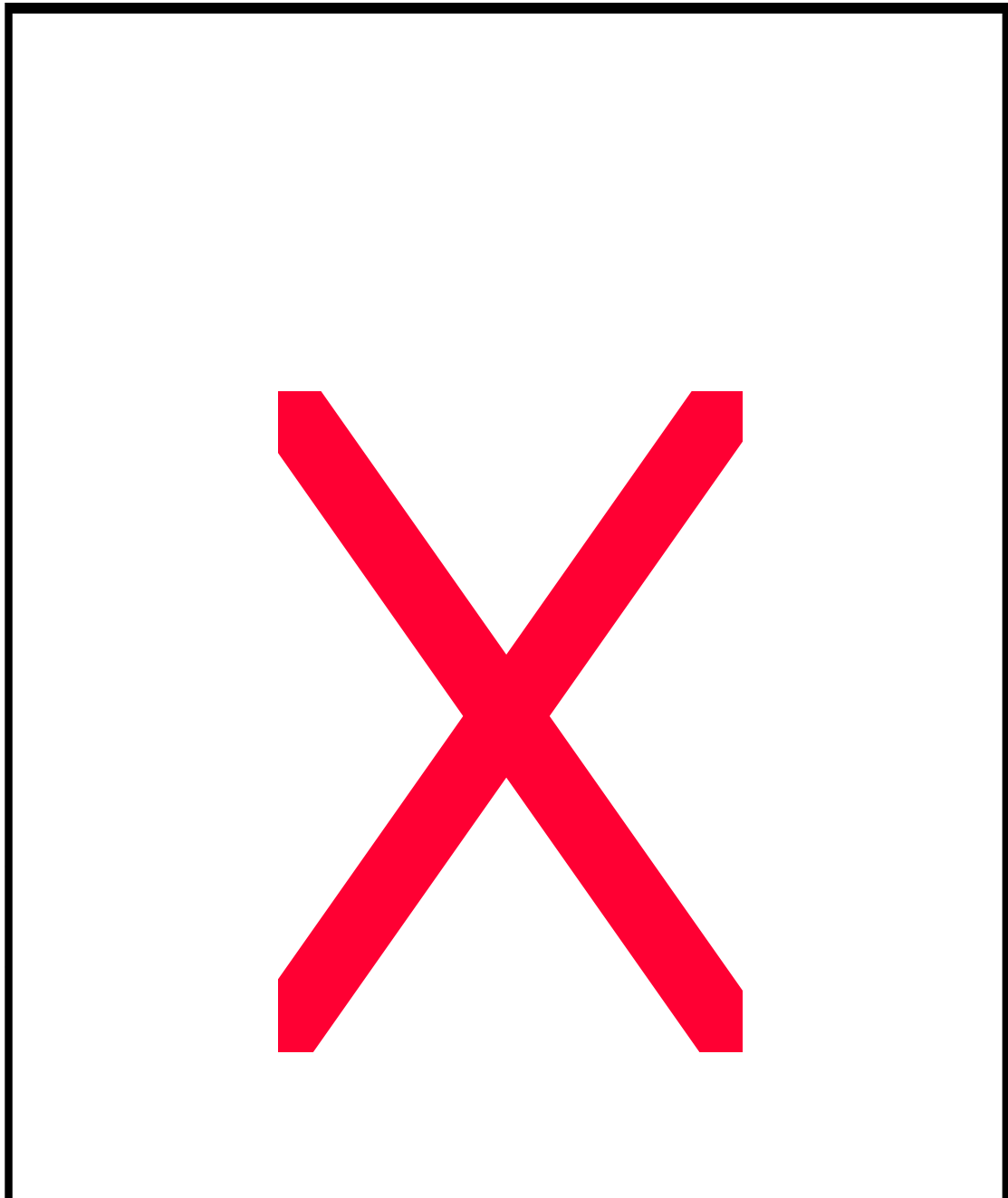


Figure (II.25): Courbes de fissuration (contraintes/temps à rupture) obtenues sur éprouvettes de traction préécrouies, d'après (55). Acier Z2 CN 18-10- coulée 1428- origine B- milieu  $MgCl_2$  à  $154^\circ C$ .

- 1- Etat hyperecreuvé à  $1050^\circ C$ - Ecrouissage 0%.
- 2- Etat hyperecreuvé à  $1050^\circ C$ - Ecrouissage 5%.
- 3- Etat hyperecreuvé à  $1050^\circ C$ - Ecrouissage 10%.
- 4- Etat hyperecreuvé à  $1050^\circ C$ - Ecrouissage 18%.

Sous l'effet de l'érouissage, l'austénite se transforme donc partiellement en martensite (figure: II.24) qui est une phase plus résistante à la c.s.c. et ceci pour deux raisons (8) (92) d'après DESETRET (93) et CHARBONNIER (7).

- à charge égale, la structure martensitique est sollicitée à plus faible proportion de la limite d'élasticité.
- La martensite se dissout préférentiellement et protège l'austénite cathodiquement (71).

En résumé, il est donc important, lors d'une étude de la c.s.c., de distinguer :

1°) - d'une part, les effets de l'érouissage de ceux ces contraintes résiduelles qu'il peut engendrer.

2°) – et d'autre part, le cas des aciers inoxydables stables vis-à-vis de la déformation plastique de celui des métastables.

## Chapitre III : MATERIAU ETUDIE

Le matériau étudié est un acier inoxydable austéno-ferritique de type UR45 fabriqué en coulée continue, laminé à chaud, avec une hypertrempe à 1050°C afin d'éviter la précipitation d'autres phases (carbures de chrome), il est fourni sous forme de tôle de 7 mm d'épaisseur.

### III-1) - PROPRIETES CHIMIQUES

Les éléments présents (en pourcentage massique) dans la nuance sont donnés dans le tableau suivant :

| C     | Mn   | Si    | S     | P     | Ni   | Cr   | Mo   | Cu    |
|-------|------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|
| 0.023 | 1.72 | 0.419 | 0.001 | 0.019 | 5.74 | 22.2 | 2.76 | 0.075 |

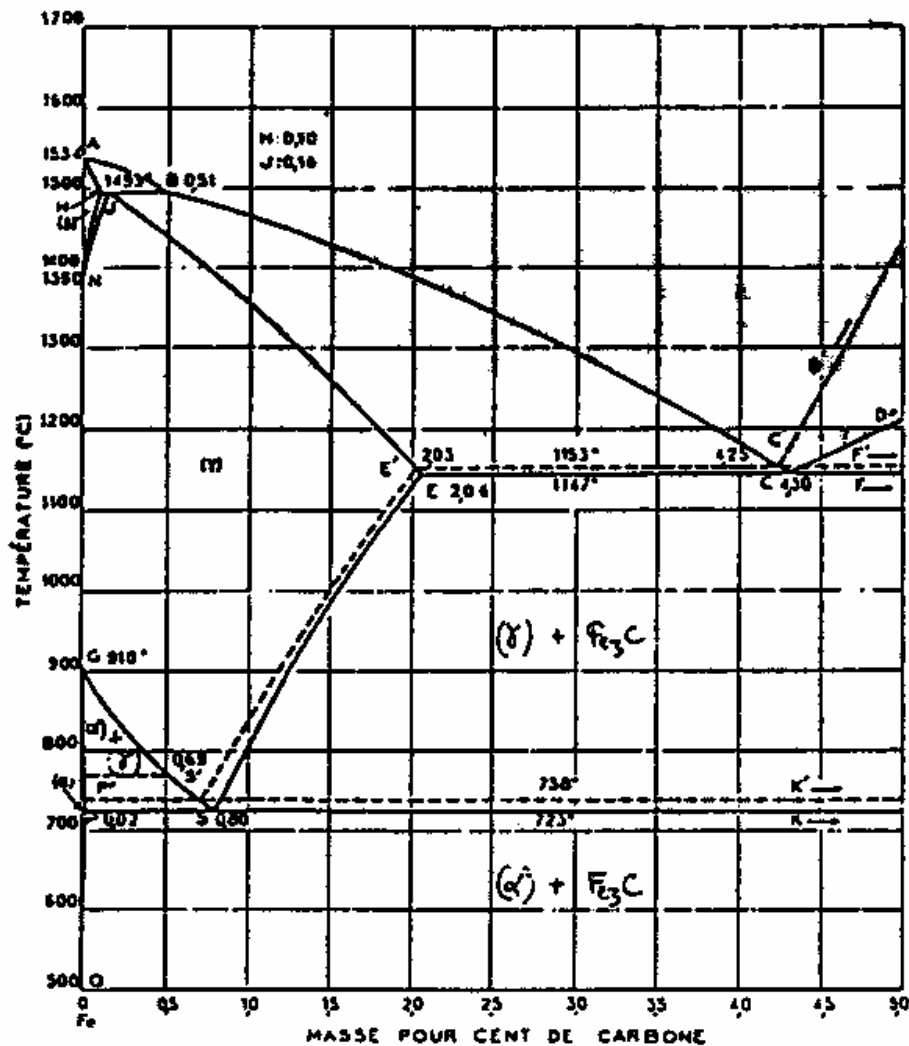


Figure (III .1) : Diagramme d'équilibre Fe-C

$\gamma$  : Austénite (CFC)

$\delta$  : Ferrite haute température (CC)

$Fe_3C$  : Cémentite (orthorhombique)

$\alpha$  : Ferrite basse température (CC)

C'est un acier inoxydable assez complexe dont la constitution dépend des proportions relatives en éléments  $\alpha$ -gènes et  $\gamma$ -gènes. Les domaines d'existence des différentes phases deviennent des volumes et leur représentation est difficile et le plus souvent schématique.

On préfère utiliser des représentations basées sur la notion de Nickel et de Chrome équivalent. Parmi celles-ci, le diagramme de Pryce et Andrews est valable pour les aciers laminés.

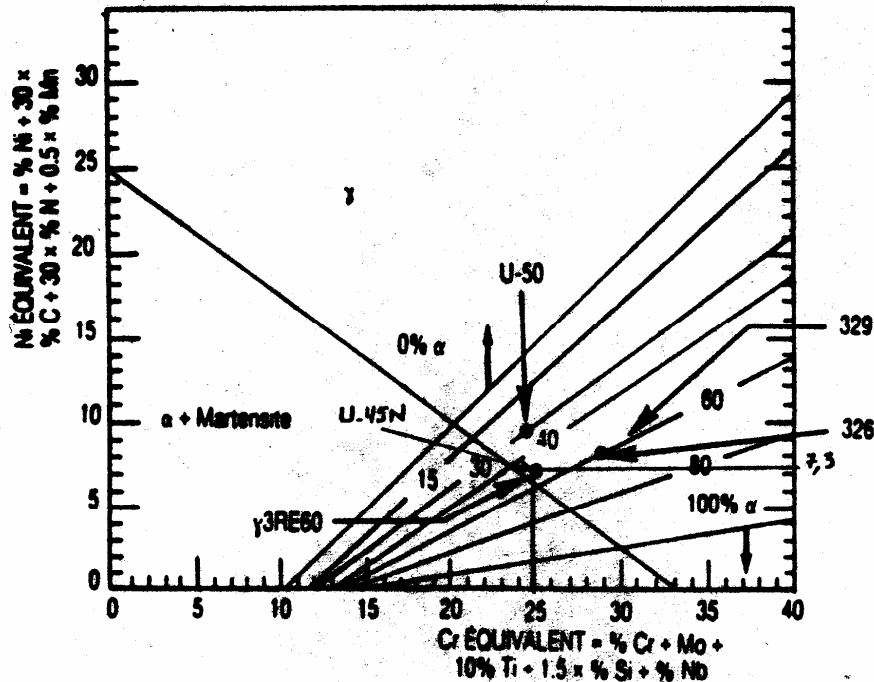


Figure (III.2): Diagramme de Pryce et Andrews pour les aciers laminés.

Dans ce cas, on a :

Equivalent Nickel :  $(Ni) = (\%Ni) + 0.5(\%Mn) + 30(\%C) + 30(\%N)$ .

Equivalent Chrome :  $(Cr) = (\%Cr) + (\%Mo) + 1.5(\%Si) + 10(\%Ti) + (\%Nb)$

Pour notre matériau, le calcul donne :  $(Ni) = 7.29$  et  $(Cr) = 25.02$ .

On doit donc s'attendre à une proportion approximative de 40% à 60% de ferrite.

### III-2)-PROPRIETES MECANQUES :

Les aciers austéno-ferritiques combinent les propriétés des aciers ferritiques et celles des aciers austéno-ferritiques (Rousseau 1987).

La limite élastique de ces aciers (400 à 500 Mpa) et la résistance à la traction sont 2 à 3 fois plus élevées que celles des aciers austénitiques ou ferritiques et leur allongement plus faible (0.2%) mais néanmoins acceptable. Leur ténacité, intermédiaire de celle des aciers ferritiques et des aciers austénitiques, est contrôlée par la teneur en phase ferritique. La ténacité maximale est obtenue par un refroidissement rapide à partir de la température d'hypertrempe.

Le traitement thermique des aciers austéno-ferritiques a pour but, non seulement de mettre en solution les précipitations, mais aussi de répartir les quantités de phase. Par la

distribution quantitative des phases et par la composition chimique, les propriétés des aciers austéno-ferritiques peuvent être influencées d'une façon considérable.

L'avantage effectif de résistance par rapport aux aciers austénitiques et ferritiques se maintient aux hautes températures. Il existe des variantes des aciers austéno-ferritiques stabilisées par le niobium ou le titane, ainsi que des nuances dérivées à teneur élevée en azote, ces derniers offrent des valeurs de résistance les plus élevées.

La norme NFA36-219 définit cinq nuances à bas carbone ( $C = 0.03\%$ ) présentant toutes des additions d'azote :

1 nuance au Cr.Ni : Z2CN233.4AZ

2 nuances au Cr.Ni.Mo : Z2CND22.6AZ et Z2CND25.7AZ

2 nuances au Cr.Ni.Mo avec addition de Cu (1 à 2%) : Z2CNDU22.7 et Z2CNDU25.7.

(Ces nuances présentent des valeurs de limite d'élasticité entre 400 et 500 N/mm<sup>2</sup>. Elles sont, d'autre part, définies, outre les caractéristiques chimiques et mécaniques classiques, par des valeurs de résilience en long et en travers.)

Ces aciers présentent des tenues à la corrosion générale et par piqûres supérieures ou égales à celles des aciers austénitiques classiques du fait de leur structure biphasée, ils ont une résistance à la corrosion sous tension dans les milieux chlorurés nettement supérieure.

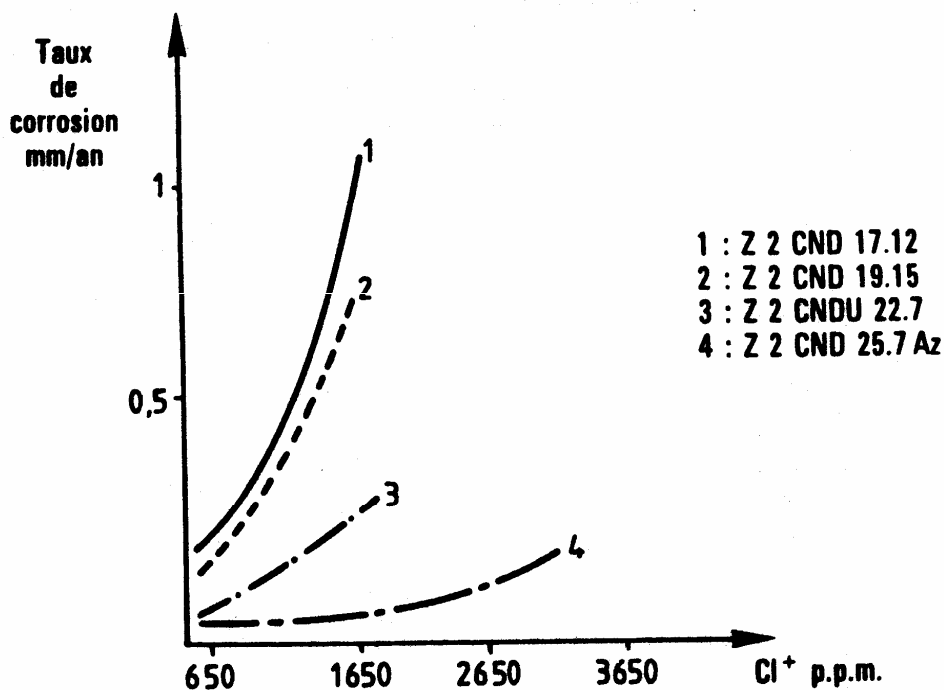


Figure (III.3): Tenue à la corrosion dans l'acide phosphorique

En général, la tenue à la corrosion des aciers austéno-ferritiques dépend de leur teneur en Cr, Mo et Ni.

Toutefois, leur utilisation, du fait de leur structure biphasée, est limitée au domaine de température de  $-20^{\circ}\text{C}$  à  $300^{\circ}\text{C}$ . En dessous, les valeurs de résilience chutent et on risque des ruptures fragiles. Au dessus, on risque des précipitations (phénomène chimique par suite duquel un corps se sépare du liquide où il était dissous) qui entraînent des modifications structurales affectant leur comportement.

### III-3-LE PHENOMENE D'ECROUISSAGE:

Le laminage de l'acier s'effectue le plus commodément au dessus de 900°C, mais il donne des tôles d'épaisseur irrégulière et plus ou moins oxydées superficiellement, aussi bien qu'il soit plus coûteux, a-t-on recours au laminage à froid pour les produits minces.

Lors du travail à froid, la constitution ne subit pas de changement, la structure est d'abord déformée par allongement de ses éléments dans le sens de l'étirage : on dit que le métal est écroui, puis elle devient imperceptible au microscope : chaque grain est formé d'un grand nombre de cristallites d'orientations très peu différentes, et il y a alors dispersion des cristallites. La déformation du grain s'accroît d'autant plus que la température est plus basse.

#### a) Propriétés de l'acier écroui :

L'écrouissage correspond à la déformation permanente du métal. Si on augmente la charge à partir de O' (figure : 5), le point figuratif décrit sensiblement la droite O'R', on revient en O' ; le métal se comporte donc élastiquement de O' à R'. Si on dépasse la charge correspondant à R', le point décrit la courbe R'S. La masse volumique du métal écroui étant peu différente de celle du métal initial, l'allongement permanent entraîne une diminution de section ; l'écrouissage du métal entraîne donc l'augmentation des caractéristiques E (Module d'élasticité) et R (limite de rupture ou résistance à la traction) et la diminution de A (allongement en %).

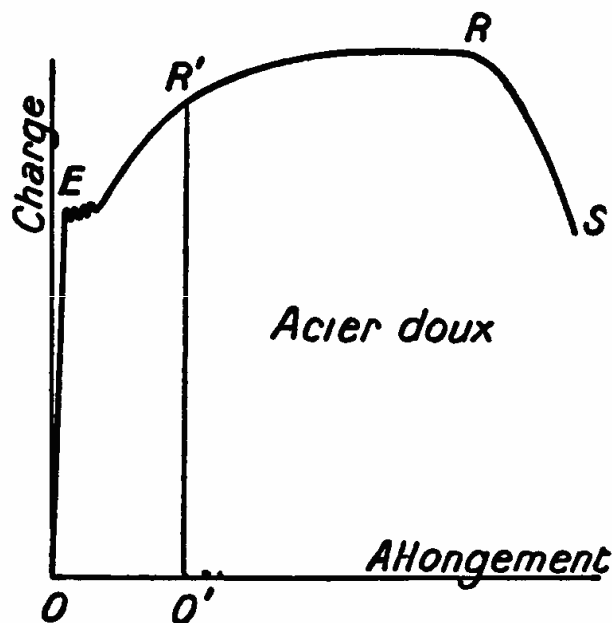


Figure III -4 : Courbe de traction d'un acier doux.

En considérant d'autres essais, on se rend compte que la dureté H croît et que la résilience décroît, le métal est plus fragile.

Quand on déforme de plus en plus le métal, la fragilité devient si grande qu'il sera nécessaire de lui faire subir **un recuit** afin de pouvoir continuer le travail.

En effet, le métal écroui est un agrégat de cristallites de tailles variées et plus ou moins désorientées entre eux. Le recuit conduit à l'apparition de d'un nouvel édifice cristallin. Pratiquement, le recuit diminue la fragilité et redonne au métal sa capacité de déformation ; il augmente les caractéristiques de ductilité A et K, mais les caractéristiques de résistance sont sensiblement abaissées.

On distingue trois stades successifs dans le recuit après écrouissage :

**1° - Restauration** : Les cristallites possèdent des défauts internes (lacunes et dislocations) et des contraintes. Un recuit peu poussé entraîne de légers déplacements pour les atomes, et par suite fait disparaître partiellement ces défauts et contraintes sans qu'il y ait modification apparente de l'architecture cristalline. Si le recuit se borne à ce rôle, il porte le nom de **recuit de restauration**. Les propriétés mécaniques ne sont que partiellement restaurées.

**2° - Recristallisation** : Elle a pour but de remplacer la structure distordue ou écrouie par une nouvelle structure à grains reformés. L'écrouissage commence à disparaître à une température dépendant du métal, et d'autant plus basse que l'écrouissage est plus grand (de l'ordre de 200°C pour un acier ordinaire). Un nouvel édifice cristallin se forme par germination et croissance : des germes apparaissent, puis se développent aux dépens de la masse écrouie et s'y substituent.

**3° - Grossissement du grain** : Quand la recristallisation est terminée, ou bien encore si l'on élève d'avantage la température, le grain tend à grossir. Le recuit industriel de recristallisation est généralement conduit de façon à terminer la recristallisation, tout en limitant la grosseur du grain. Il est effectué au dessus d'une température dépendant de la nuance de l'acier et de son degré d'écrouissage (de l'ordre de 600°C pour l'acier au carbone).

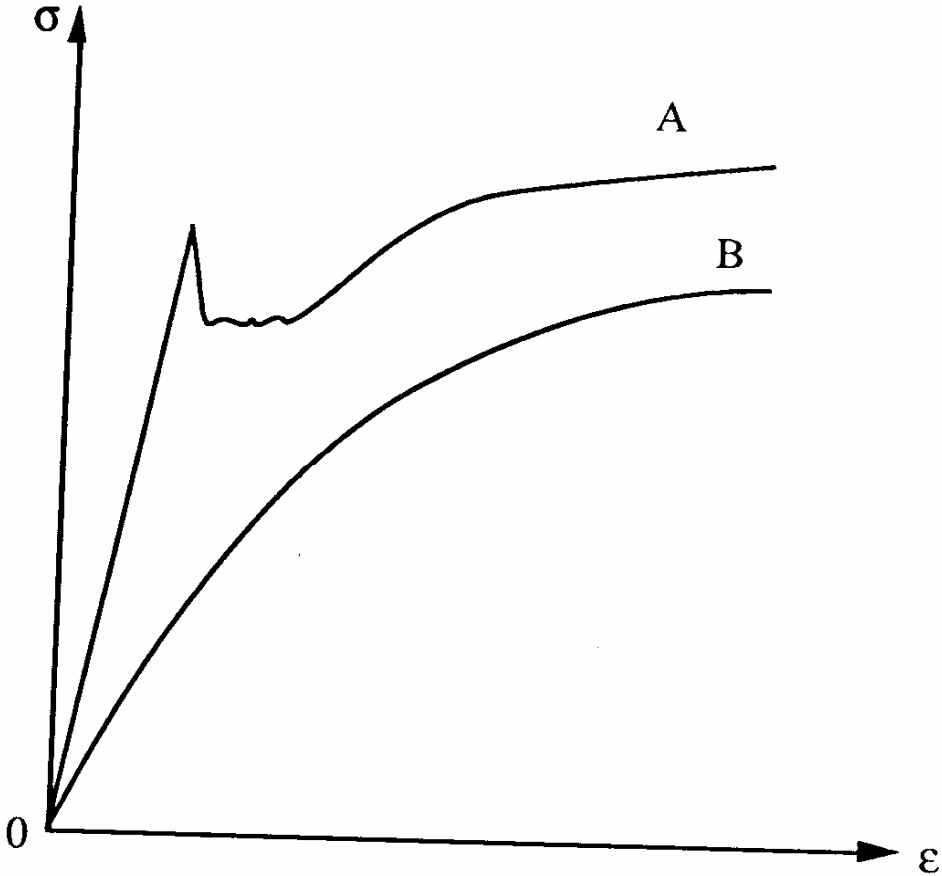


Figure III.5 : Courbes d'écouissage d'après (96).

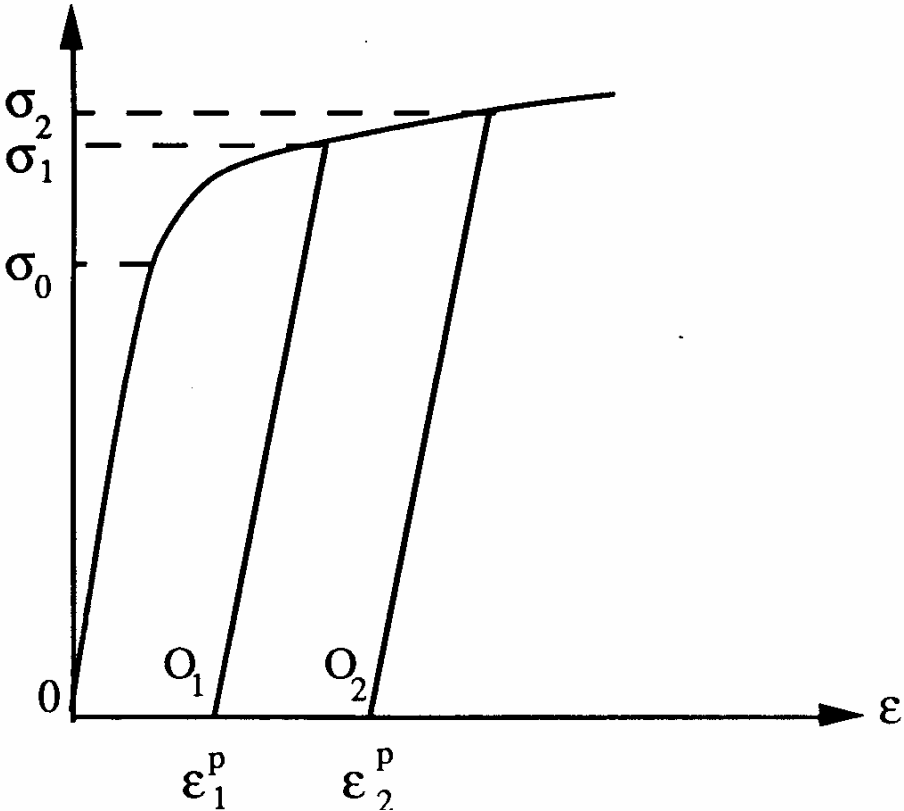


Figure III-6: Courbes d'écrouissage avec alternance charges – décharges.

### III-4)-ETUDE MICROGRAPHIQUE :

Afin d'observer la texture du matériau, des micrographies ont été réalisées suivant trois directions différentes. Chaque face a été polie mécaniquement (papier et diamant) puis polie électrolytiquement à l'acide sulfurique  $H_2SO_4$  afin de révéler la phase ferritique. Un premier essai à l'aide d'une attaque électrolytique à  $H_2SO_4$  pendant 1, 2 et 3mn, avec une intensité de 75 mV n'a pas permis d'obtenir un contraste suffisant.

Après un nouveau polissage, une attaque au murakam bouillant pendant 3 mn a permis d'obtenir un contraste suffisant pour des photographies. Le murakam est une solution composée de 10g de ferricyanure de potassium, de 10g de soude caustique et de 100 cl d'eau. Bouillant, il colore la ferrite en rouge brun après quelques minutes.

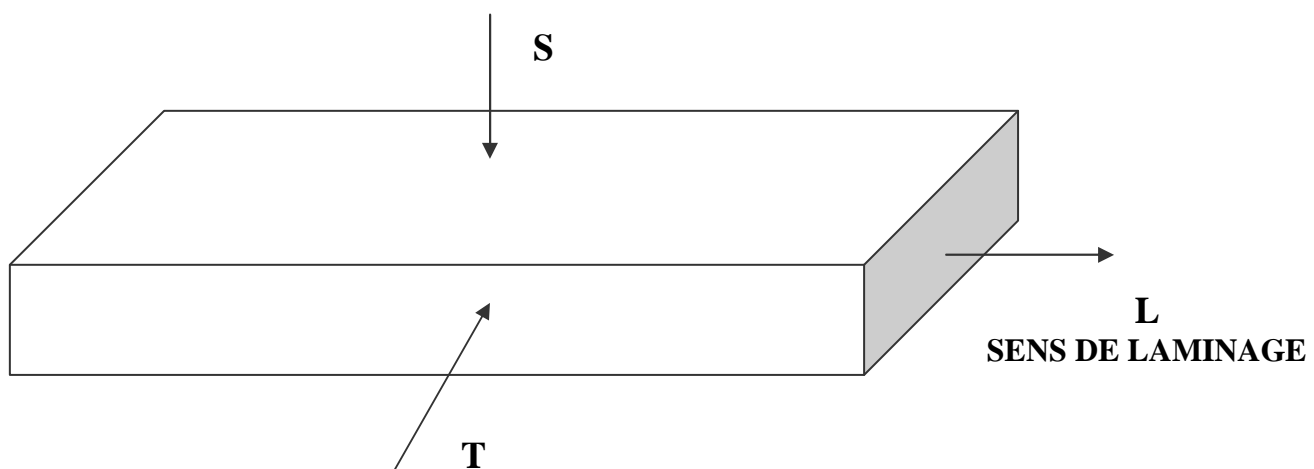


Figure III- 7 : Ebauche d'éprouvette pour essai de traction ou de flexion.



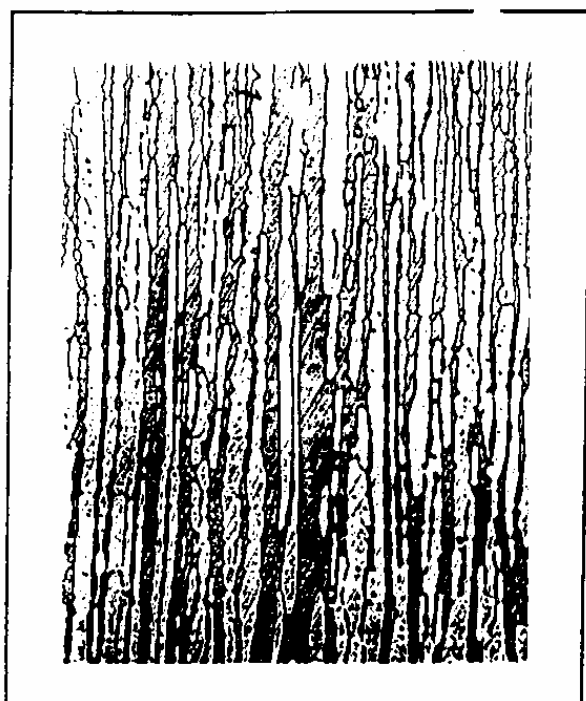
Vue suivant S à cœur

X 400



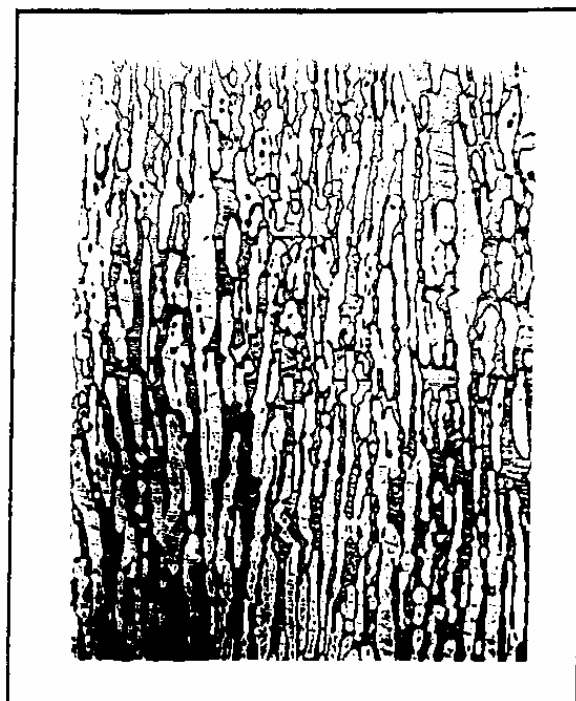
Vue suivant S en peau

X 400



Vue suivant T

X 400



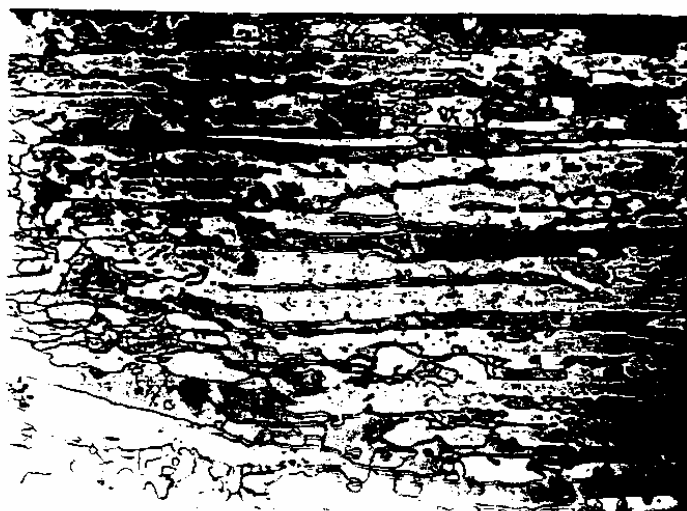
Vue suivant L

X 400

# LAMINAGE

- Attaque à l'acide  
Oxalique 10%
- Austénite en blanc
- Agrandissement X 200

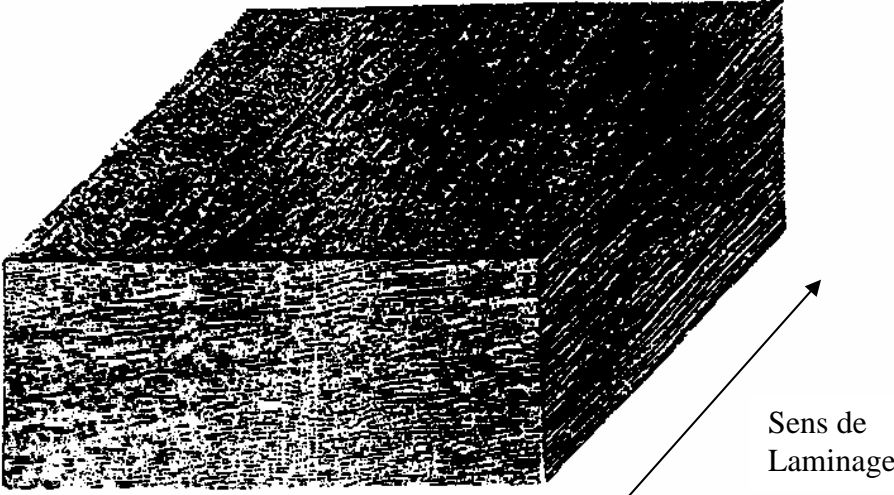
0%



40%

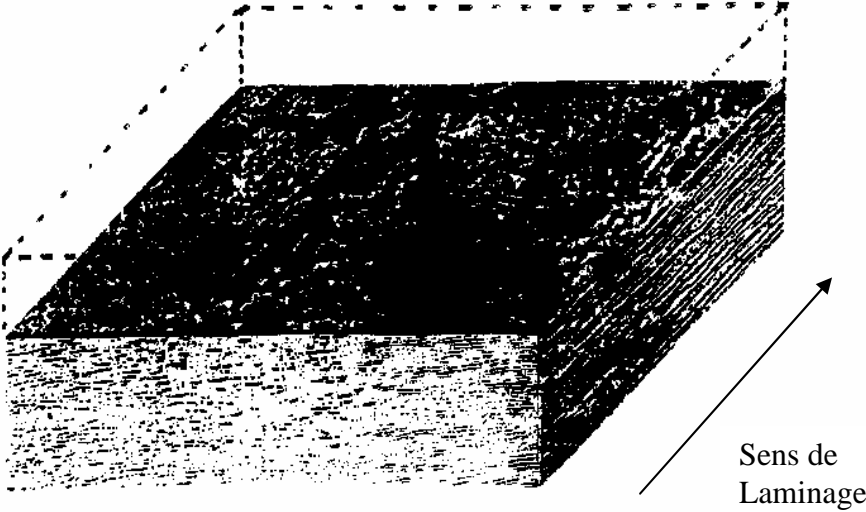
80%





Aspect en peau X100

**Noir : Ferrite**  
**Blanc : Austénite**



Aspect à coeur X100

### **III-4-1)-INTERPRETATION DES MICROGRAPHIES:**

Suivant la direction L de laminage, on remarque une très forte orientation de texture, les zones de ferrite et d'austenite s'alternent très régulièrement, les couches sont très fines. Suivant la direction T, l'orientation de la texture est très marquée, mais les couches sont moins fines.

Suivant la direction S, l'orientation est encore sensible, mais le mélange de phases est beaucoup moins homogène. Au cœur la matière est très peu homogène et très peu orientée. En conclusion, toutes les micrographies révèlent une texture de laminage feuilletée. La forte hétérogénéité constatée suivant la direction S, qui est la direction d'utilisation des rayons X, aura d'importantes conséquences sur l'optimisation des conditions de diffraction.

### **III-4-2)-POLISSAGE ELECTROLYTIQUE :**

Pour nos mesures de diffraction de rayons X, il est nécessaire de préparer l'état de surface des éprouvettes afin de ne pas mesurer les contraintes résiduelles d'usinage mais celles imposées par le montage de flexion 4 points. Pour déterminer l'épaisseur de la couche affectée par usinage et vérifier l'efficacité de cette dernière opération, il faut effectuer une analyse par DRX, de la distribution en profondeur des contraintes résiduelles et de l'érouissage sur une éprouvette brute d'usinage.

Ces mesures montrent que d'une part, la couche érouie par usinage est importante (0.3 mm), d'autre part, on peut avoir des contraintes résiduelles élevées sur les éprouvettes brutes d'usinage.

### **III-4-2-1)-CONDITIONS DE POLISSAGE :**

La solution est composée de :

10% d'acide perchlorique.

90% d'éther monobutylique.

L'intensité de courant est limitée à 2 A et un système de refroidissement à l'eau permet de maintenir une température constamment inférieure à 25°C. Les éprouvettes doivent être préalablement nettoyées à l'eau et à l'éthanol puis dégraissés à l'acétone. L'opération est interrompue toutes les 10 minutes pour nettoyer les éprouvettes à l'eau et les sécher à l'air, ceci permet un meilleur polissage.

### **III-5)-ELABORATION DES EPROUVETTES :**

La tôle fournie, d'épaisseur égale à 7 mm, est laminée à des taux différents : 0, 20, 40, 60 et 80%. A partir des bouts de tôle, on découpe des éprouvettes parallépipédique aux dimensions d'ébauche, puis on les ramène par usinage, aux dimensions finales : 110 x 15 x 1.5 en mm (Fig : III.8).

Pour obtenir des éprouvettes de faible épaisseur, nous avons procédé au fraisage des ébauches de 0 et 40 % de laminage. Ensuite pour enlever la couche érouie par usinage, nous avons utilisé le polissage électrolytique dans une solution composée de 10% d'acide perchlorique et de 90% d'éther.

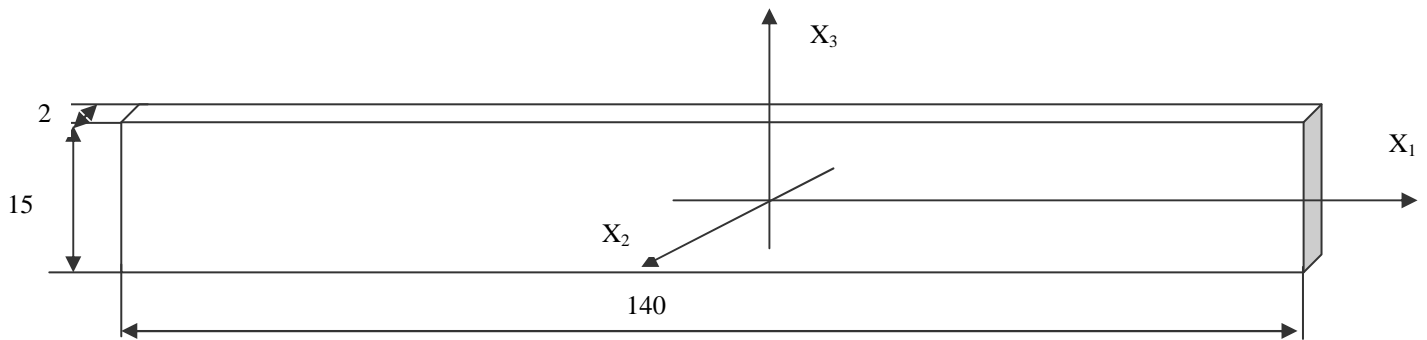


Figure III-8: Eprouvette préparée pour les essais de traction ou de flexion  
Dimensions en mm,  $X_1$ ,  $X_2$ ,  $X_3$  : repère liés à l'éprouvette.

### III-5-1)-DOSAGE DE PHASE :

Le diagramme de diffraction de l'austéno-ferritique présente de pics des deux phases. Il est possible de doser ces dernières par les méthodes classiques de radiocristallographie mais l'utilisation des pics superposés apporte une information supplémentaire et donc une meilleure précision.

La méthode itérative (Giammei et al. 1967), tenant compte du recouvrement de pics et atténuant les effets dus aux textures, est basée sur le calcul du facteur  $R$  et la mesure de intensités  $I$  des pics de diffraction des phases en présence. En effet, l'intensité  $I$  d'un pic de diffraction s'écrit:

$$I = K \cdot R$$

$K$ - Constante de l'appareillage.

$R$ - facteur dépendant de la structure, du facteur de Lorentz polarisation, du volume élémentaire, du coefficient d'absorption de la phase considérée, de la multiplicité de la famille de plans diffractant et d'un facteur de température.

Cette méthode utilise le plus grand nombre des pics afin d'extraire les moyennes des intensités  $I$  et des facteurs  $R$ . On effectue des mesures sur un grand nombre de directions  $\Phi\Psi$  afin d'intégrer dans le calcul la texture qui se développe dans chaque phase. On réalise ainsi une moyenne sur la figure de pôles (en pratique pour  $\Psi = 0$  à  $70^\circ$ ).

Ces moyennes sont ensuite injectées dans le calcul de la fraction volumique de la phase:

$$F\alpha = \frac{(I_{\alpha m} \cdot R_{\alpha m})}{(I_{\gamma n} \cdot R_{\alpha n})} - 1$$

Les mesures sont menées avec les paramètres suivants:

Un balayage en  $\theta$  de  $30$  à  $82^\circ$  avec un pas de  $0.15^\circ$ .

Un balayage en  $\Psi$  de  $0$  à  $70^\circ$  avec un pas de  $3.60^\circ$ .

Un balayage en  $\Phi$  de  $0$  à  $360^\circ$  avec un pas de  $4.50^\circ$ .

Un temps d'intégration de 17 secondes par pas en 20.

Les résultats du calcul de fraction volumique pour les différents taux de laminage sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau III-1 : Fraction volumique pour différents taux de laminage.

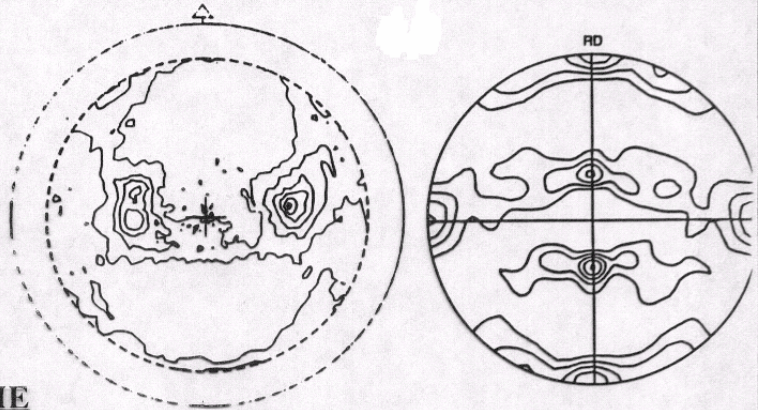
| Taux de laminage % | $F_{\alpha}$ en % | $f_{\gamma}$ en % |
|--------------------|-------------------|-------------------|
| 0                  | 47.97             | 52.03             |
| 20                 | 59.66             | 40.34             |
| 40                 | 59.31             | 40.69             |
| 60                 | 58.87             | 41.13             |
| 80                 | 62.44             | 37.56             |

### **Commentaires des résultats:**

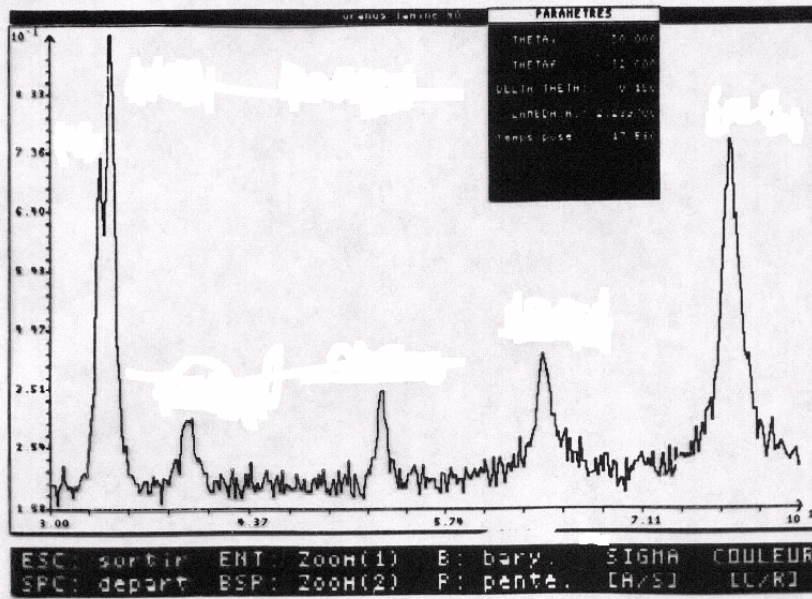
Vu la précision de cette méthode de calcul (environ 2 à 3%), on peut admettre que les valeurs obtenues sont assez cohérentes et ne révèlent donc aucune transformation à froid lors du laminage. Seul l'échantillon à 0% de laminage a une proportion différente. On peut expliquer ce résultat par le fait qu'une partie de l'intensité diffractée (relativement plus importante que pour les autres taux de laminage), se situe dans la partie inexplorée ( $\Psi = 70$  à  $90^\circ$ ) de la figure de pôles (figures 3, 3', 4 et 4'). De plus, un effet de surface (dû au balayage ou au décapage effectué après le laminage à chaud) peut expliquer cette différence.

**DOSAGE**

**FIGURE DE POLES**



**DIFFRACTOGRAMME**

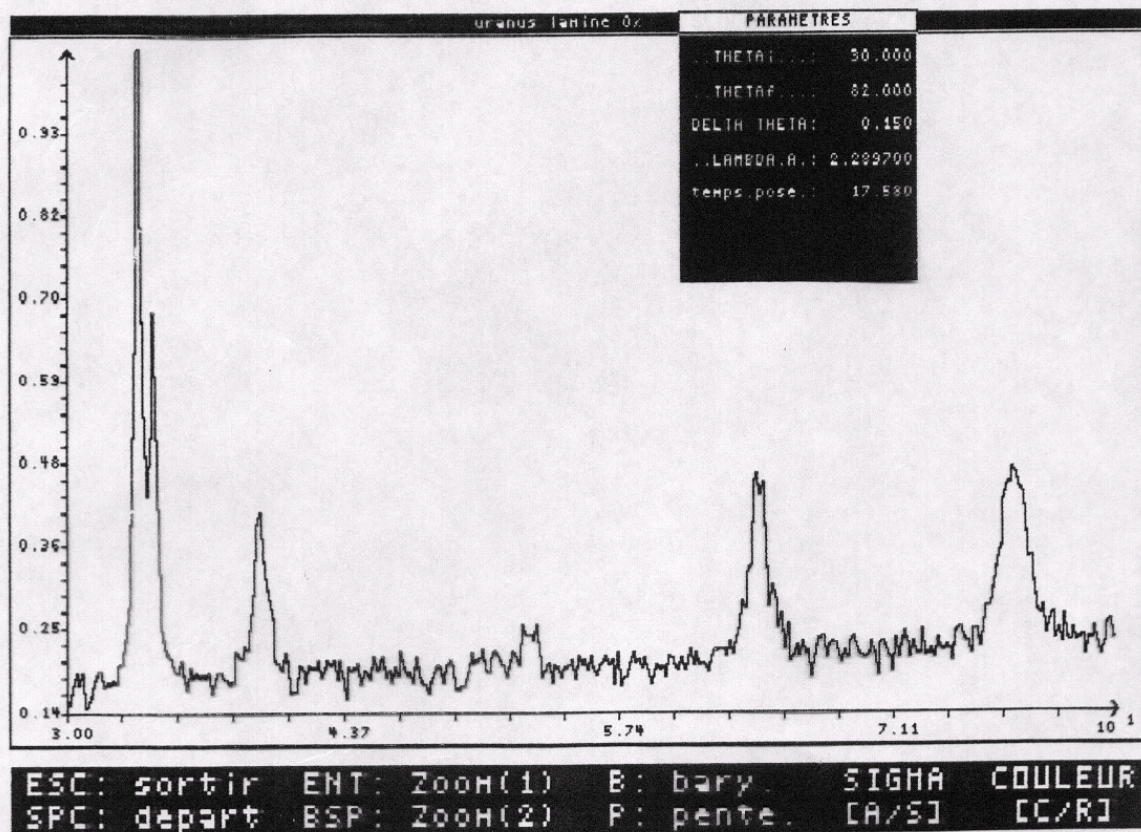


**RESULTATS**

| Taux de laminage | $f\alpha$ % | $f\gamma$ % |
|------------------|-------------|-------------|
| 0%               | 47,97       | 52,03       |
| 20%              | 59,66       | 40,34       |
| 40%              | 59,31       | 40,69       |
| 60%              | 58,87       | 41,13       |
| 80%              | 62,44       | 37,56       |

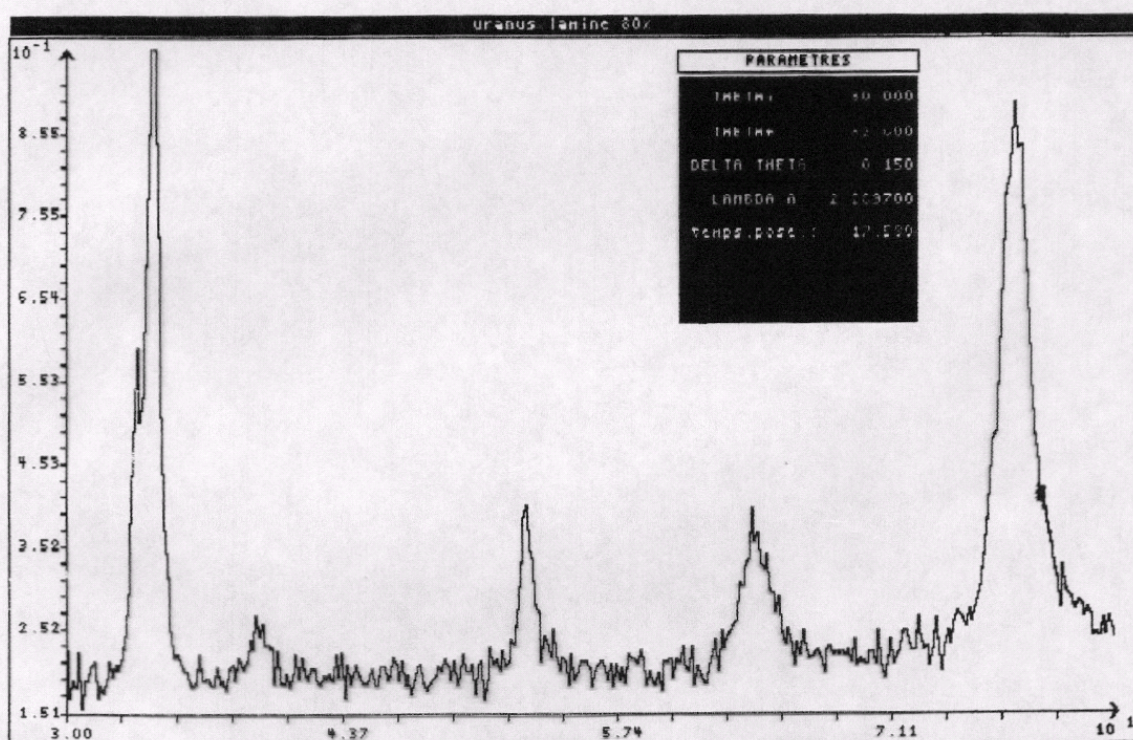
Analyse de l'échantillon : uranus lamine 0%

| Barycentre (theta) | d.(barycentre) (Å) | Intensite integree |
|--------------------|--------------------|--------------------|
| 33.7532            | 2.0605             | 4.5765             |
| 39.4985            | 1.7999             | 1.3327             |
| 52.4193            | 1.4446             | 0.2388             |
| 64.3706            | 1.2698             | 2.2056             |
| 76.8507            | 1.1757             | 2.4297             |



Analyse de l'échantillon : uranus lamine 80%

| Barycentre (theta) | d.(barycentre) (Å) | Intensite integree |
|--------------------|--------------------|--------------------|
| 34.0970            | 2.0422             | 5.5713             |
| 39.2357            | 1.8100             | 0.3766             |
| 52.7892            | 1.4375             | 0.9905             |
| 64.2495            | 1.2711             | 2.1425             |
| 77.2034            | 1.1740             | 8.7730             |



ESC: sortir ENT: Zoom(1) B: bary. SIGMA COULEUR  
 SPC: depart BSP: Zoom(2) P: pente. [A/S] [C/R]

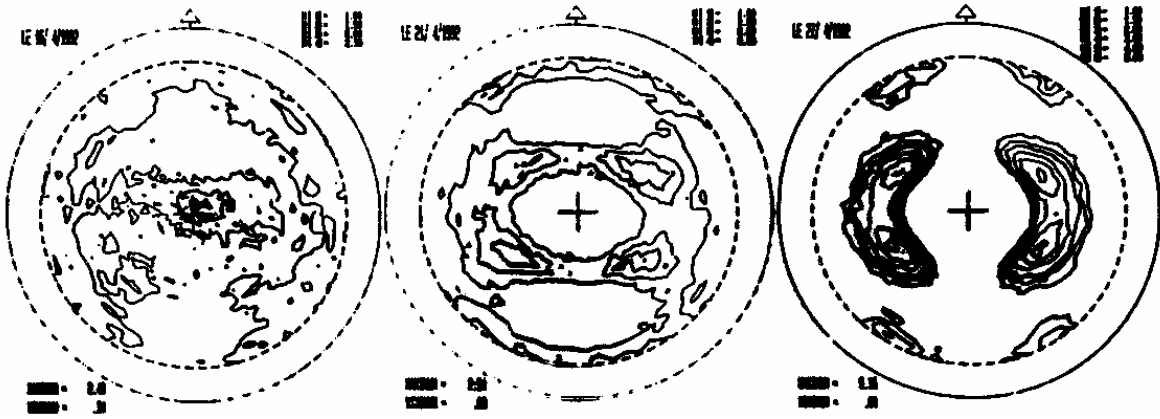


Figure III-9: Figures de pôles expérimentales (200) (0% ,40% et 80% )

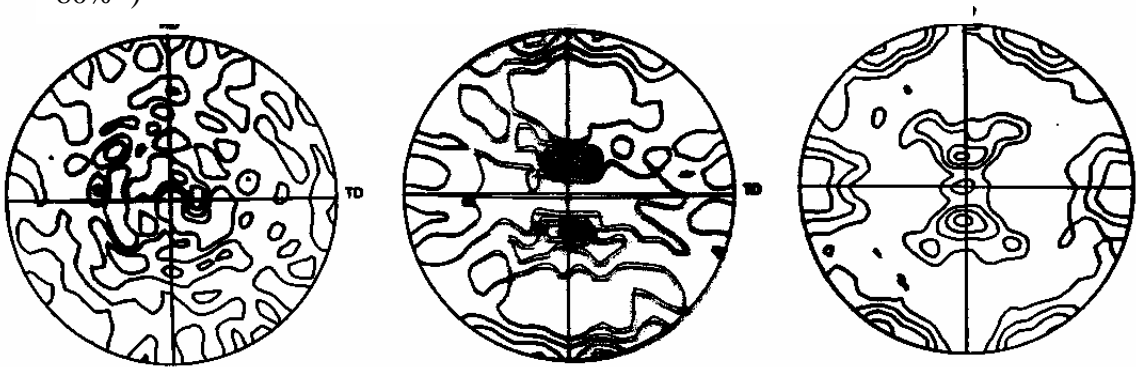


Figure III -10: Figures de pôles expérimentales (111) recalculées (0%,40% et 80%)

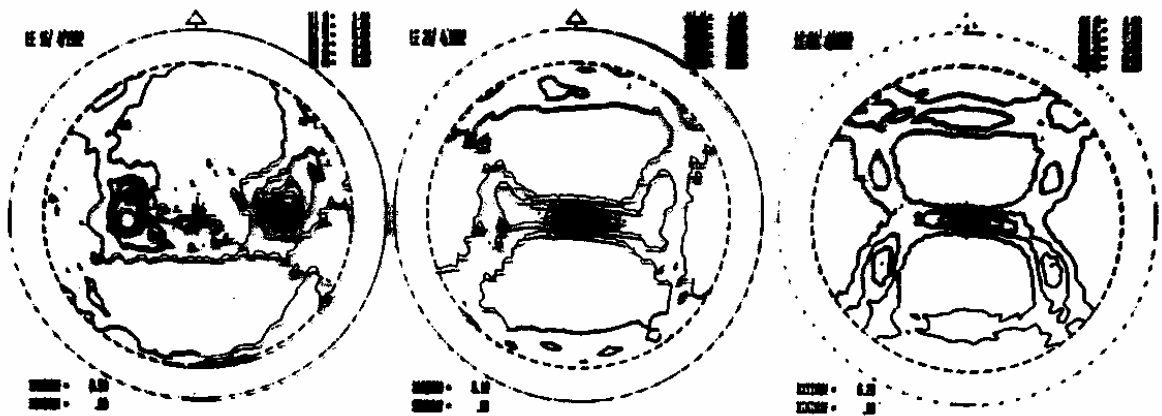


Fig. III -11 : Figures de pôles expérimentales (200) (0% ,40% et 80%)

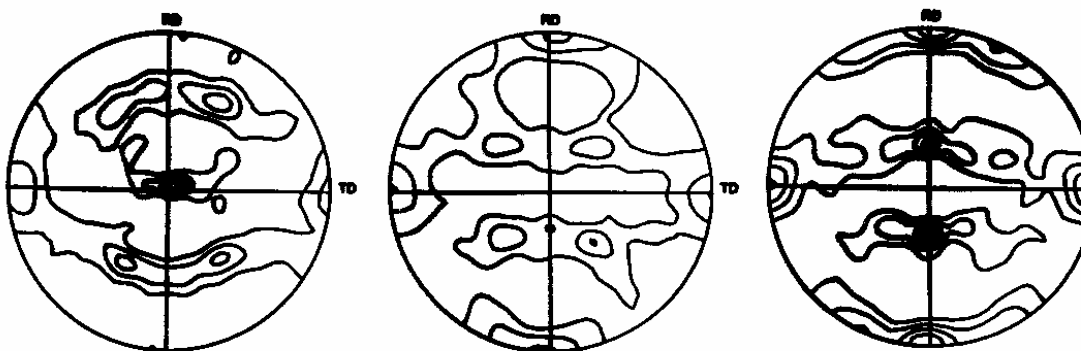


Figure III -12 : Figures de pôles expérimentales (220) recalculées (0% ,40% et 80%)



Nous avons fait subir au matériau un laminage à froid à différents taux. C'est une opération qui nécessite quelques précautions. Le laminage dépend, en effet, de la nature du matériau, mais varie, en importance, avec les caractéristiques techniques:

- Rayon des rouleaux, leur vitesse, leur graissage.
- Importance des passes.
- Retournement éventuel du barreau après chaque passe.

Du point de vue morphologique, les micrographies montrent bien l'effet du laminage sur l'orientation et la forme des grains, ainsi que l'existence d'orientation préférentielles et la présence de grains equiaxes dans l'échantillon de 0% de laminage.

La texture est l'orientation relative des grains du matériau polycristallin suivant certaines directions préférentielles. Elle est décrite par la fonction de distribution d'orientation (FDO). Celle-ci est, dans le cas des matériaux biphasés et plus généralement celui des multiphasés (Bunge 1985), définie par:

$$dV_i / V_i = f_i(\mathbf{g}) \cdot d\mathbf{g} \quad \text{avec } \mathbf{g} = (\Phi_1, \Phi, \Phi_2)$$

fraction volumique relative aux cristallites de la phase  $i$ , d'orientation  $\mathbf{g} = (\Phi_1, \Phi, \Phi_2)$  définie par les angles d'Euler  $\Phi_1, \Phi, \Phi_2$  (convention Bunge) donnant l'orientation du repère cristallographique par rapport au repère de l'échantillon RD, TD et ND (direction de laminage, direction transverse et normale).

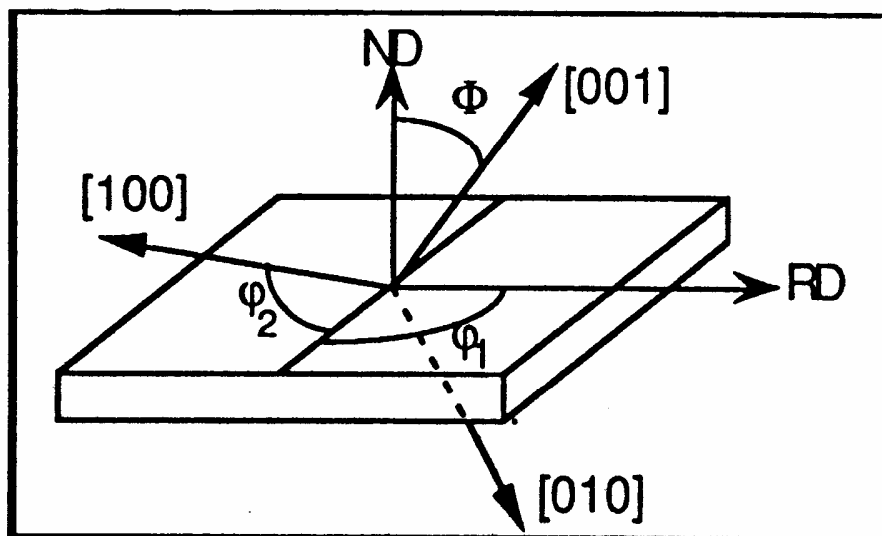


Figure III -13 : Analyse tridimensionnelle de texture.

La texture cristallographique n'inclut pas les informations de répartition, de taille, de morphologie des cristallites, de corrélations d'orientation...

L'analyse tridimensionnelle de texture permet d'obtenir la FDO à travers la séquence suivante:

**Matériau → Diffraction RX → figures de pôles → FDO**

La diffraction des rayons X sur goniomètre permet l'évaluation des intensités relatives diffractées dans les directions  $\Phi$  et  $\Psi$  : ces intensités sont représentées suivant des courbes de niveau sur une projection stéréographique : c'est la figure de pôles (FP).

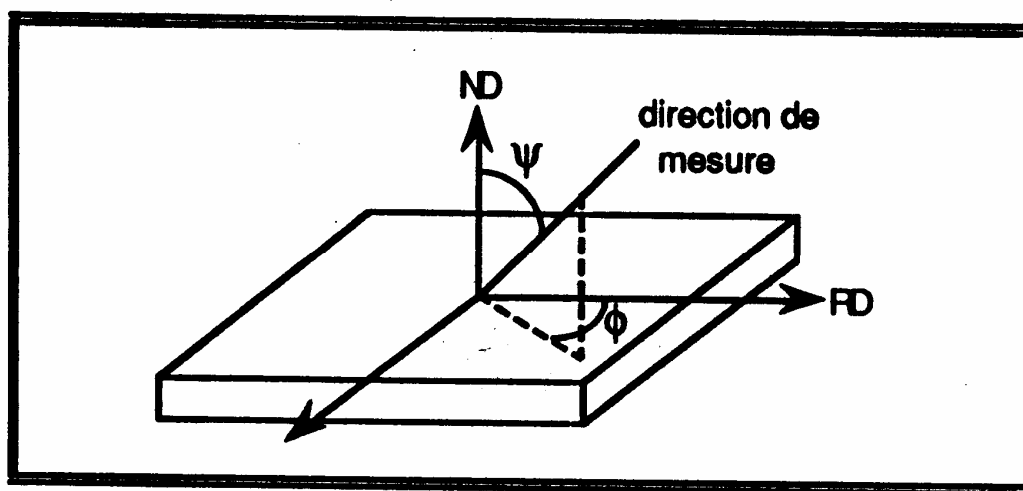


Fig. III -14: Mesure de intensités relatives diffractées dans les directions  $\Phi$  et  $\Psi$

Elle correspond en fait à une fonction de distribution  $p$  d'une seule direction  $y$  (normale au plan  $hkl$  diffractant) (Bunge 1983)

$$dv_i/v_i = 1/4\pi \cdot P_{hkl}^i(y) \cdot dy ; \quad y = (\Phi, \Psi).$$

La figure de pôles ne tient pas compte d'une possible rotation  $u$  autour de cette normale, la FP est donc une intégrale de la FDO :

$$P_{hkl}^i(y) = 1/4\pi \int_{hkl} \perp y f_i(g) \cdot du.$$

La FDO peut être calculée en résolvant cette équation. Le traitement mathématique le plus utilisé est la méthode harmonique dans laquelle les  $P_{hkl}^i(y)$  et la FDO sont développés en série de fonctions harmoniques.

Les systèmes biphasés sont étudiés en considérant une FDO par phase avec les particularités suivantes :

Absorption des rayons X ; cela n'a pas d'influence dans notre étude car les deux phases sont composées de fer avec du chrome en solution solide.

Anisotropie d'absorption; c'est surtout le cas des eutectiques et eutectoides.

Superposition de pics; on doit en tenir compte vu le recouvrement des pics des plans  $(110)\alpha$  et  $(111)\gamma$ .

La FDO est généralement représentée dans l'espace d'Euler par des courbes de niveau.

### Chapitre IV: CONTRAINTES RESIDUELLES. ASPECT MACROSCOPIQUE ET MICROSCOPIQUE.

Les contraintes résiduelles sont des contraintes multiaxiales statiques qui existent dans un système isolé non à aucune force ni moment extérieur et qui se trouvent en équilibre mécanique. Dans chaque section il y a une répartition de ces contraintes qui résulte de l'état d'équilibre entre la partie « source » des contraintes résiduelles (avec une fonction de distribution bien définie) et le reste de la section. La figure : représente la répartition des contraintes résiduelles dans une section, dans le cas où la source des contraintes a pour origine l'allongement par déformation plastique des couches superficielles (par exemple : par grenailage, galetage, polissage...).

Couche déformée plastiquement = source de contrainte

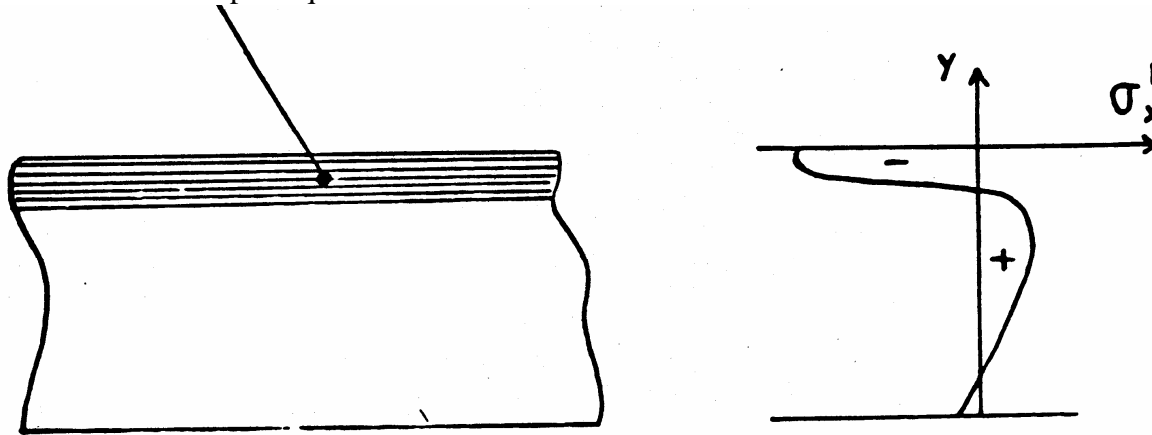


Figure (IV.1): Contraintes résiduelles après allongement des couches superficielles

A cause du caractère poly cristallin et hétérogène des matériaux métalliques, les sources de contraintes peuvent provenir de déformations aux échelles macro, micro, ou submicroscopique.

En effet, un matériau cristallin est constitué de phases, qui elles mêmes sont formées de grains. Chaque grain est un monocristal qui peut être considéré – dans un modèle simple – comme divisé en petits domaines séparés par un réseau de dislocations. Chaque domaine est constitué par un empilement régulier d'atomes, qui peut être défini par un ensemble de mailles cristallines identiques. Une telle division en fonction de l'échelle d'observation est représentée sur la figure, avec dans chaque cas les paramètres influençant la diffraction des rayons X.

Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, on peut mettre en évidence des contraintes résiduelles ayant pour origine des déformations assurant la continuité du matériau, par exemple autour des défauts ponctuels, des dislocations, des joints de grains, des joints d'interphase, au niveau des grains, des phases et enfin de la pièce elle-même. Une

classification de ces éléments en trois ordres liés à l'échelle à laquelle on considère le matériau a été proposée il y a quelques années (MACHERAUCH, WOHLFAHRT et WOLFSTIEG 1973), définition reprise depuis et explicitée dans de nombreux articles (KLOOS 1981, HALK 1981, HALK 1983) :

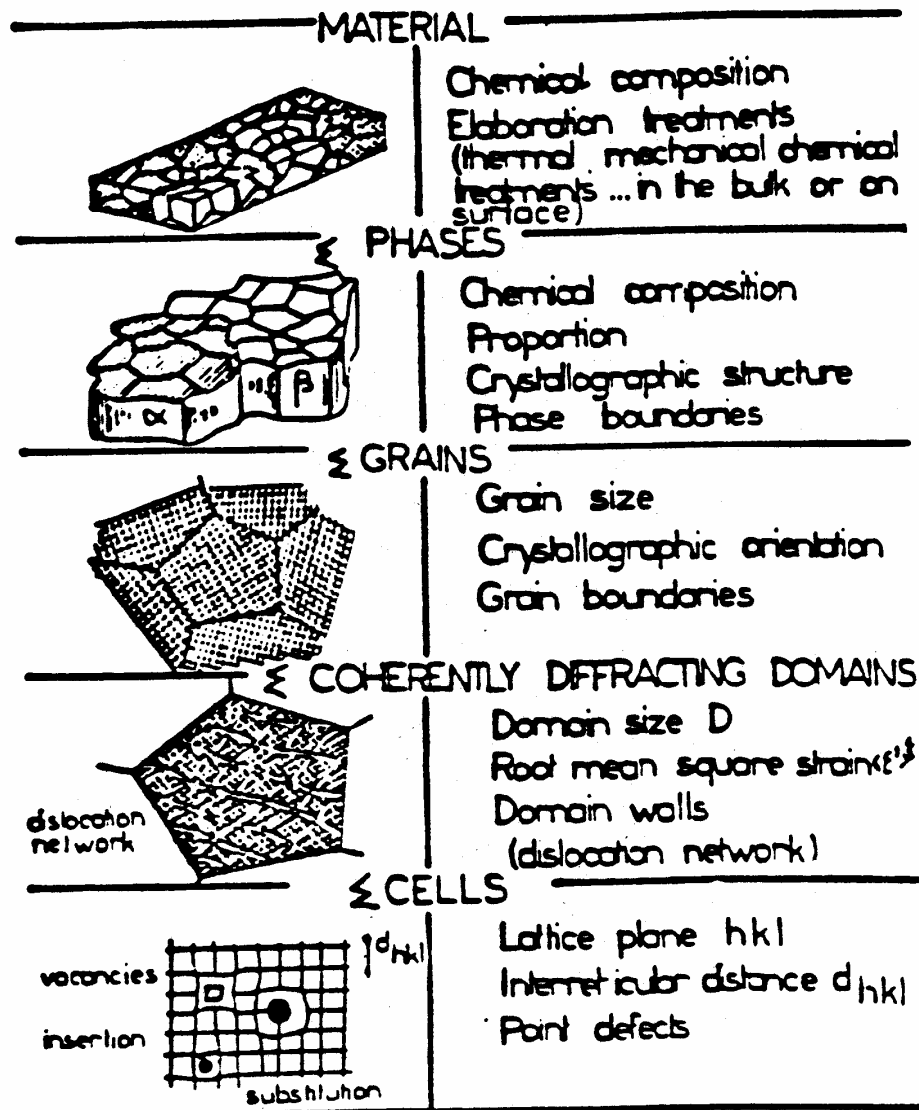


Figure IV-2 : Représentation schématisée de la microstructure d'un matériau métallique à différentes échelles. Paramètres influençant la diffraction des rayons X.

Les contraintes résiduelles du 1<sup>er</sup> ordre ( $\sigma^I$ ) sont homogènes sur un très grand domaine du matériau (plusieurs grains : donc quelques dixièmes de millimètres). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section, et les moments liés à ces forces sont nuls autour de tout axe. Des variations dimensionnelles macroscopiques résultent toujours d'une modification de l'équilibre des forces et des moments liés à ces contraintes  $\sigma^I$ .

Les contraintes résiduelles de 2<sup>ème</sup> ordre ( $\sigma^{II}$ ) sont homogènes sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase : donc échelle de quelques dizaines de micromètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans un assez grand

nombre de grains. Les variations dimensionnelles macroscopiques peuvent résulter d'une modification de cet équilibre.

Les contraintes résiduelles du 3<sup>ème</sup> ordre ( $\sigma^{III}$ ) sont homogènes sur les plus petits domaines du matériau (quelques distances inter atomiques : donc échelle 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 contraintes résiduelles résulte de la superposition des contraintes d'ordre 1, 2 et 3 comme cela est schématisé sur la figure : dans le cas d'un matériau monphasé.

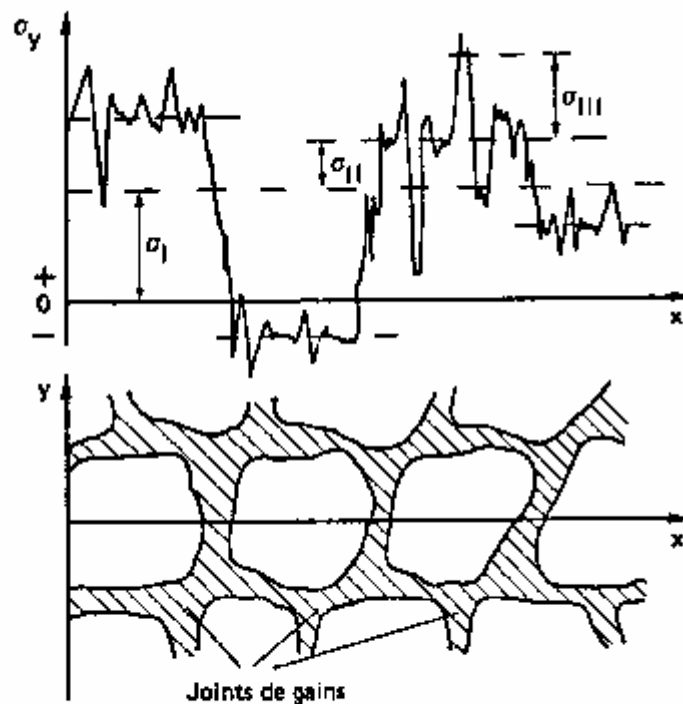


Figure IV-3 : Superposition des contraintes résiduelles d'ordre I, II et III dans un domaine couvrant plusieurs grains.

Sur ce schéma, la courbe de contraintes est représentée par la contrainte dans la direction Y en fonction de l'abscisse X traversant plusieurs grains.

**Les contraintes d'ordre I** s'étendent par définition sur plusieurs grains et correspondent à une valeur moyenne sur le matériau.

**Les contraintes d'ordre II** s'étendent sur un grain et peuvent être considérées comme des variations de contrainte autour de la valeur moyenne représentée par  $\sigma^I$ .

De même, **les contraintes d'ordre III** oscillent autour de la valeur moyenne des contraintes dans un grain, de telle sorte qu'elles correspondent à la variation locale de la somme des contraintes d'ordre I et II. On peut donc écrire que la contrainte  $\sigma^R$  en un point est égale à:

$$\sigma^R = \sigma^I + \sigma^{II} + \sigma^{III}.$$

Avec :  $\sigma^I = \left( \frac{\int \sigma^R dA}{dA} \right)$  plusieurs grains.  $dA$ : élément de surface.

$$\sigma^{II} = \left( \frac{\int \sigma^R dA}{dA} \right) - \sigma^I. \quad \text{Un grain}$$

$$\sigma^{III} = \sigma^R - (\sigma^I + \sigma^{II}). \quad \text{Un point}$$

Cette définition proposée pour les contraintes a un aspect théorique mais elle permet de montrer que **toute hétérogénéité de déformation introduite à toute échelle de la structure entraîne l'existence de contraintes résiduelles.**

#### IV-1)- DIFFRACTION DES RAYONS X

Nous avons rappelé ci-dessus qu'un matériau métallique est en général un polycristal formé d'une multitude de grains, chacun d'entre eux étant en fait un monocristal constitué d'un empilement régulier d'atomes métalliques. Cet empilement peut être décrit par des ensembles de plans cristallins définis par une distance interréticulaire  $d_{hkl}$  en fonction des indices de MILLER  $hkl$ . Cette distance est facilement mesurable par diffraction des rayons X grâce à la loi de BRAGG (Figure IV-3a).

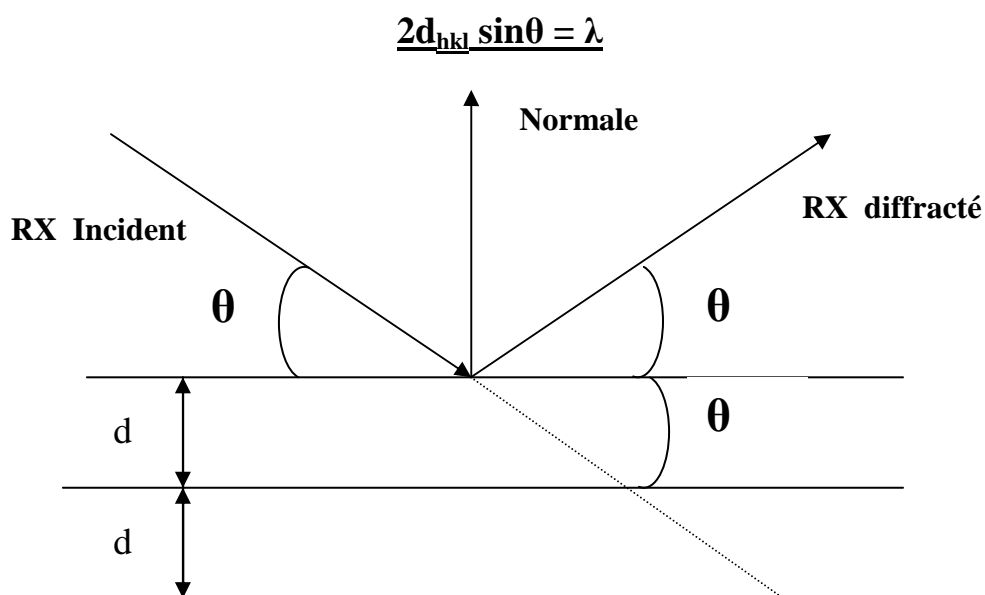


Figure IV-3a : Schéma de principe de diffraction des rayons X.

**Loi de Bragg :**

La condition de diffraction peut s'obtenir en considérant des plans parallèles qui par les nœuds du réseau cristallin et en supposant que l'onde incidente est réfléchi (plutôt que diffusée) sur ces plans. Les plans parallèles de ce type s'appellent des plans réticulaires. Dans l'espace direct où les vecteurs de base sont  $a$ ,  $b$  et  $c$  et les coordonnées sont  $x$ ,  $y$  et  $z$  ; l'équation des plans réticulaires d'une famille s'écrit :

$$hx + ky + lz = n$$

Où  $h$ ,  $k$  et  $l$  sont des entiers que l'on appelle : indices de Miller de la famille de plans, tandis que  $n$  est un entier qui varie d'un plan à un autre de la famille (figure IV-4 : d'après (96)).

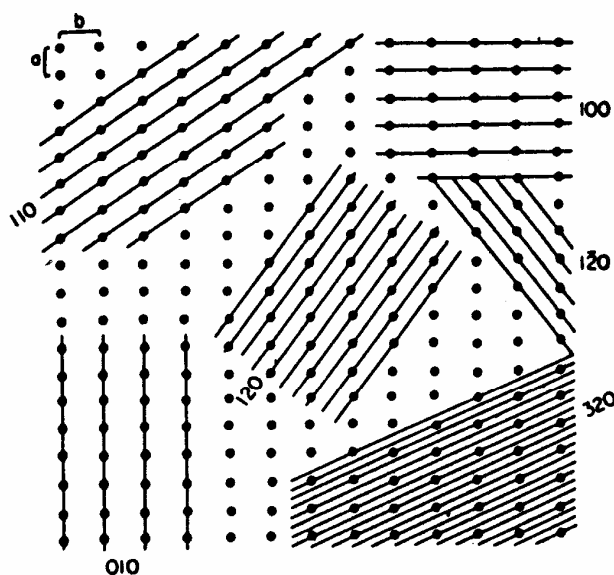


Figure IV-4 : Familles de plans réticulaires. Les indices de Miller correspondants sont indiqués. La distance entre deux plans successifs est une caractéristique de la famille.

Quand on décrit le phénomène de diffraction par un cristal de cette manière, la condition de diffraction veut que les ondes réfléchies sur les plans réticulaires successifs d'une même famille interfèrent de façon constructive. Or, les ondes réfléchies en A et B (figure IV-4) ont entre elles une différence de marche.

$$HB + BK = 2AB \sin\theta = 2d \sin\theta$$

En appelant  $d$  la distance entre les deux plans réticulaires et  $\theta$  l'angle d'incidence. La condition de diffraction exige que cette différence de marche soit un multiple entier de la longueur d'onde. D'où la loi de Bragg:

$$\underline{2d \sin\theta = n \lambda}$$

Elle affirme qu'on ne peut observer la diffraction d'une onde plane monochromatique par un cristal que s'il y a dans le réseau cristallin une famille de plans réticulaires distants de  $d$  et faisant avec le faisceau incident un angle  $\theta$  tel que le rapport:  $2d \cdot \sin\theta / \lambda$  soit entier.

$\theta$ : angle de Bragg       $\lambda$  : longueur d'onde monochromatique des rayons X

Il faut noter que si l'on sait mesurer l'angle  $\theta$ ,  $\lambda$  étant connu, on a accès à  $d$ . Dans le cas d'un matériau polycristallin constitué d'un très grand nombre de grains vis-à-vis de la dimension du faisceau incident, ces grains étant orientés au hasard, il y aura toujours une famille de plans  $hkl$  donnant lieu à diffraction : on obtient donc simultanément tous les faisceaux susceptible de diffracter et ces faisceaux forment des cônes de demi-angle au sommet  $2\theta$  (un cône par famille  $hkl$ ).

La mesure des angles  $\theta$  sera faite en détectant la position des faisceaux diffractés soit par un film soit par un compteur placé sur un diffractomètre. Le film permet une visualisation qualitative de l'intensité diffractée dans tout l'espace tandis que le diffractomètre autorise les mesures quantitatives et automatisées de position et d'intensité (figure 8 ). Doc.ENSAM (bleu)

#### **IV-1)-Influence de la structure du polycristal sur la diffraction :**

Indépendamment de la déformation du réseau cristallin dont la mesure permettra la détermination des contraintes, deux autres facteurs liés à la présence de grains dans le polycristal agissent sur la diffraction :

**Le facteur de taille** se manifeste par deux effets suivant la dimension des grains par rapport à celle du faisceau de rayons X./

- Le passage d'un diagramme de raies continues à des raies ponctuées, puis d'un diagramme de taches lorsque la taille de grain augmente (fig : 09)

- L'élargissement des raies de diffraction lorsque la taille diminue : en fait, chaque grain peut être subdivisé en cristallites appelés domaines cohérents de diffraction, légèrement désorientés et ce sont ces domaines qui ont un effet d'élargissement lorsque leur taille est inférieure à 100 nm.

**La formule de SHERRER :  $b = 0.9\lambda/D \cos\theta$** , relie de façon simple la largeur à mi-hauteur  $b$  du pic de diffraction (en radians) à la taille moyenne  $D$  des domaines cohérents.

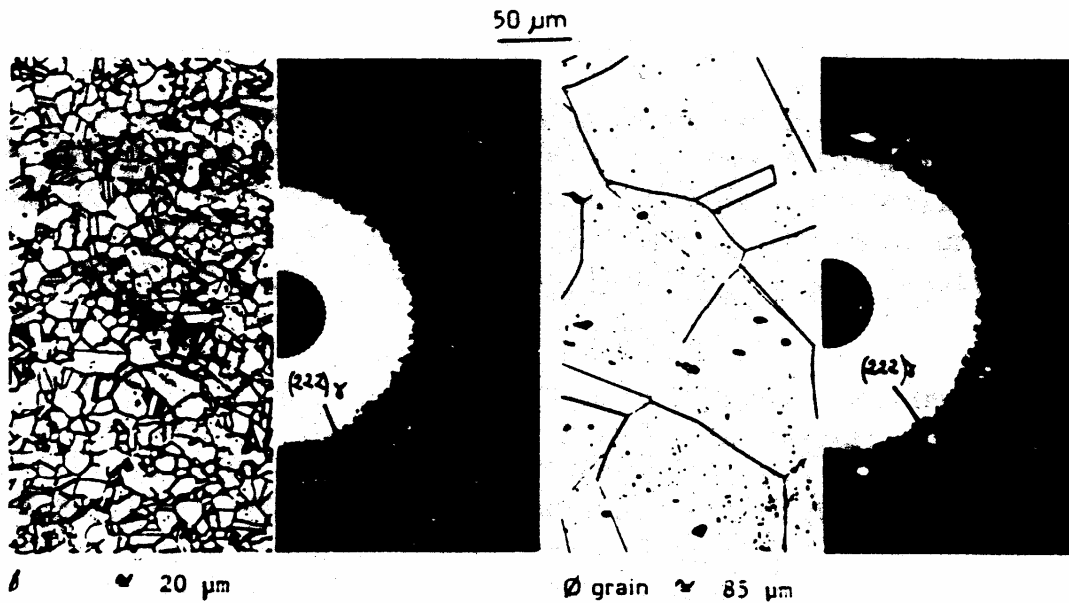


Figure IV-5 : Influence de la taille de grain sur la DRX : cas d'un acier inoxydable austénitique. (SPRAUEL, 1980).

**Le facteur d'orientation** correspond au fait que les grains du polycristal ne sont pas orientés au hasard. Ils possèdent des orientations préférentielles qui forment une texture cristallographique (cf.ch I.IV). Ces orientations préférentielles entraînent, au niveau des anneaux de diffraction, des renforcements et des affaiblissements de l'intensité diffractée.

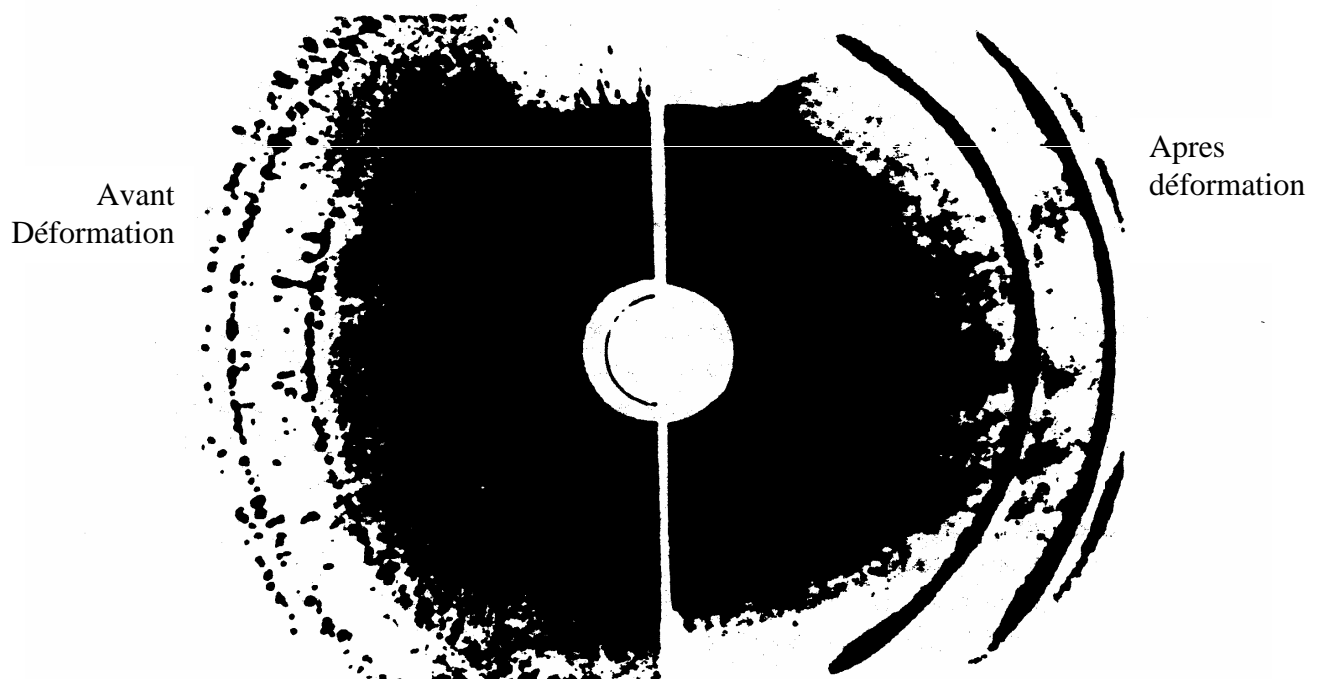


Figure IV-6 : Influence de l'orientation préférentielle des grains sur la DRX : cas du tréfilage des fils d'argent recristallisé (MATHIEU, 1982).

## IV-2)-Principe de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X.

Comme pour toute autre méthode de détermination de contraintes, le principe est de mesurer les déformations et de relier ces déformations aux contraintes par calcul à l'aide des équations de la mécanique des milieux continus. Dans le cas de la diffraction de rayons X, le principe est de prendre comme jauge de déformation la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  d'une famille de plans (hkl). Figure :

$$\varepsilon = -1/2 \cdot \cotg\theta_0 \cdot \Delta 2\theta$$

Du fait de la présence du facteur  $\cotg\theta$  dans la formule précédente, on utilisera dans la pratique les plus grand angles de Bragg ( $2\theta > 140^\circ$ ) pour augmenter la précision.

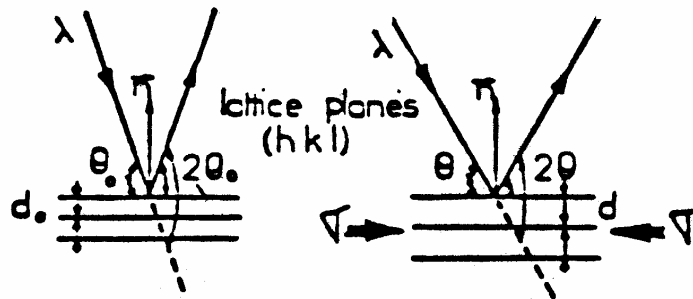


Figure IV-7 : Principe de mesure d'une déformation par DRX.

La déformation peut être observée aux deux échelles macro et microscopiques :

**A l'échelle macroscopique**, cette déformation peut être considérée comme uniforme (valeurs de distances interréticulaire passant de  $d_0$  à  $d$ ) et il y a effectivement dans ce cas simple déplacement du pic de diffraction.

**A l'échelle microscopique**, cette déformation peut ne pas être uniforme (valeurs de distance interréticulaire oscillant autour de  $d_0$ ) et il y a dans ce cas élargissement du pic de diffraction qui peut être caractérisé simplement par la mesure de la largeur à mi-hauteur  $b$  (figure 12b).

Les deux effets micro et macroscopique sont en général superposés.

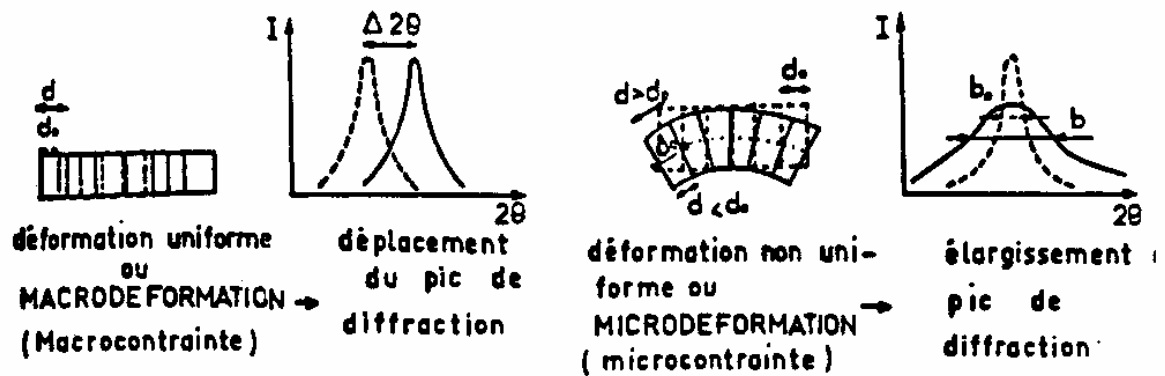


Figure IV-8: Déplacement (a) et élargissement (b) d'un pic de diffraction. Idem.

**Remarques :** L'utilisation de la DRX entraîne les conséquences suivantes :

la méthode ne peut s'appliquer qu'à des matériaux cristallins.

Elle est non destructive.

Elle ne concerne que les couches superficielles du matériau : quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres (tableau IV-1).

**Tableau (IV.1): Profondeur en micromètres produisant 95% de l'intensité diffractée pour différents matériaux et différentes longueurs d'ondes, pour les plans hkl communément utilisés.**

| Longueur d'onde |       | $\lambda_{\text{OK}}$ |      | $\lambda_{\text{CuK}}$ |      | $\lambda_{\text{CoK2}}$ |      | $\lambda_{\text{FeK2}}$ |      | $\lambda_{\text{CrK2}}$ |
|-----------------|-------|-----------------------|------|------------------------|------|-------------------------|------|-------------------------|------|-------------------------|
| Radiations      | 0.071 | nm                    | 0.15 | Nm                     | 0.   | nm                      | 0.19 | Nm                      | 0.22 | nm                      |
|                 | 1     |                       | 4    |                        | 1789 |                         | 3    |                         | 9    |                         |
| Al              |       | -                     | 422  | 106                    | 331  | 73                      | 400  | 57                      | 222  | 37                      |
| Cu              | 844   | 33                    | 420  | 30                     | 400  | 20                      | 222  | 16                      |      | -                       |
| Ni              | 931   | 34                    | 420  | 33                     | -    |                         | 222  | 17                      | 220  | 10                      |
| Fe              | 651   | 49                    |      |                        | 310  | 32                      | 220  | 25                      | 211  | 16                      |
| Ti              |       |                       | 213  | 15                     | 106  | 11                      | 203  | 7                       | 201  | 5                       |

### IV-3-Influence des trois ordres de contraintes sur la DRX :

Dans le cas d'un matériau biphasé à petits grains (anneaux de diffraction, liés à chaque phase, continus), la figure schématise les phénomènes observés :

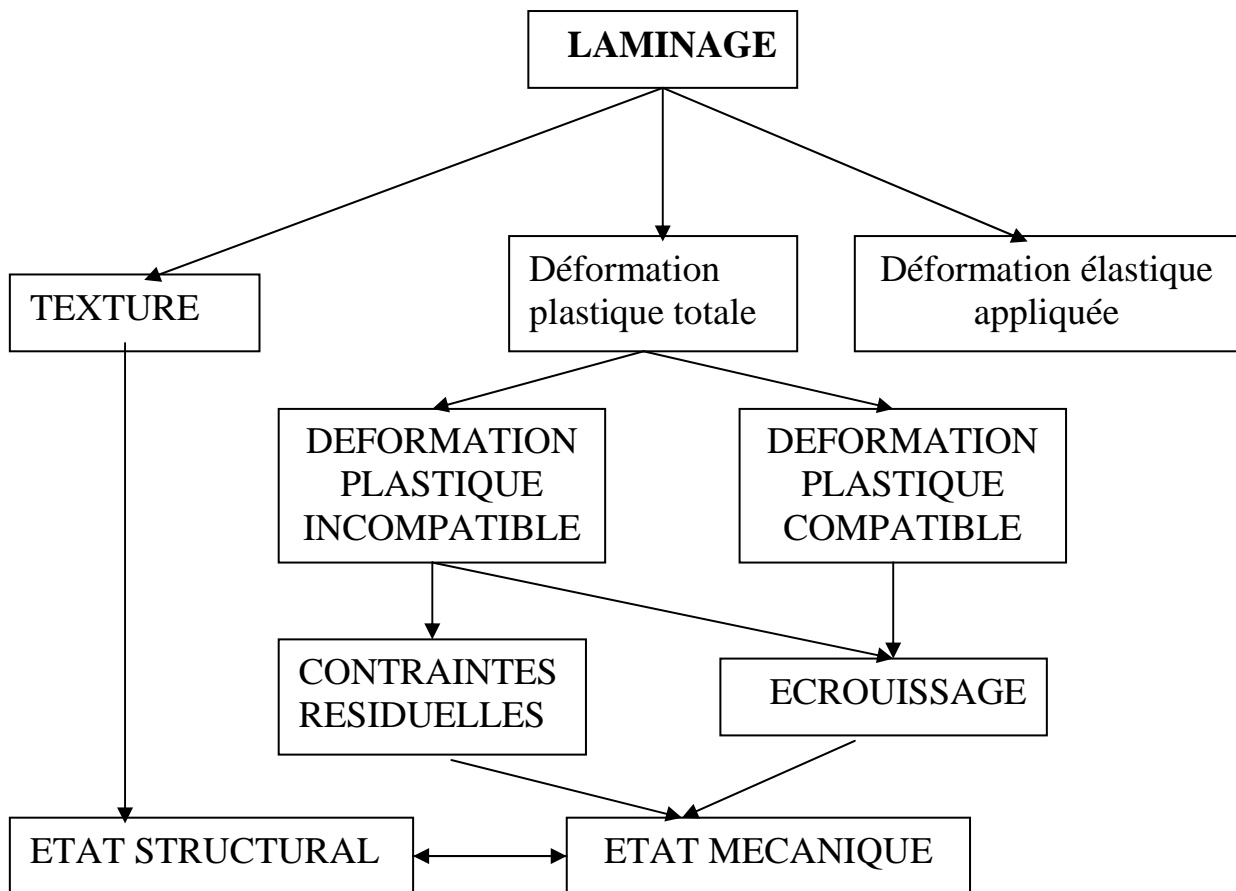
La contrainte résiduelle macroscopique apparaissant à l'échelle du matériau est la contrainte  $\sigma^I$ . Cette contrainte correspond à la moyenne des contraintes apparaissant dans chacune des phases, qui sont, suivant la définition donnée, des contraintes d'ordre II.

Ces contraintes sont de type macroscopique : en effet, au niveau de la diffraction des rayons X, on étudie le déplacement d'un anneau (ou pic) de diffraction correspondant à l'une ou l'autre phase, déplacement qui est obtenu en considérant la variation de  $d_{hkl}$  comme homogène à l'intérieur de la phase  $\alpha$  ou de la phase  $\gamma$ . Le déplacement a pour origine :

la somme :  $\sigma^I + \sigma_\alpha^{IIIM}$  pour la phase  $\alpha$  et la somme :  $\sigma^I + \sigma_\gamma^{IIIM}$  pour la phase  $\gamma$ .  
A l'intérieur de chaque phase, on peut définir les contraintes  $\sigma^{IIIM}$  et  $\sigma^{III}$  dont les effets sur la diffraction sont un élargissement de l'anneau de diffraction.

## CHAPITRE V : CONSTANTES ELASTIQUES RADIOCRISTALLOGRAPHIQUES

Lors de la mise en forme, une texture va apparaître car les grains vont s'orienter suivant des directions privilégiées. De plus, comme les grains vont se déformer les uns par rapport aux autres de façon incompatible, il se crée un champ de contraintes qui s'équilibre dans le volume de la pièce. Ce sont les contraintes résiduelles. La déformation des grains est exprimée par le tenseur  $\beta_{ij}$  qui se décompose en une partie rotation directement liée à la texture, et une déformation pure dont la partie incompatible induit l'apparition de contraintes résiduelles.



### V-1- Méthodologie de détermination des contraintes résiduelles :

L'état de contraintes peut être déterminé en utilisant le réseau cristallin comme jauge de déformation. En effet, sous l'action d'une contrainte, la distance  $d_{\phi\psi}$  (matériau sans contrainte) va varier d'une quantité :

$$\Delta d = d_{\phi\psi} - d_0.$$

La mesure de la déformation résultante est reliée par la loi de BRAGG à la mesure du déplacement  $\Delta 2\theta$  d'une raie de diffraction correspondant à la famille de plans choisis:

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = -1/2 \cdot \cotg \theta_0 \cdot \Delta 2\theta$$

Il suffit ensuite d'établir l'équation associant les déformations  $\varepsilon_{\Phi\Psi}$  mesurées par diffraction de rayons X, au champ de contraintes macroscopiques  $\sigma_{ij}^I$ , décrit dans le référentiel associé à l'échantillon :

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \sum_i \sum_j F_{ij} \sigma_{ij}^I = \mathbf{F} \cdot \boldsymbol{\sigma}^I \dots\dots(2)$$

$F_{ij}$  : sont les constantes élastiques radio cristallographiques (CER) qui dépendent de :

La direction de mesure  $\Phi\Psi$ .

La famille de plans considérés

La morphologie des phases

La fonction de distribution des orientations FDO.

Et d'autres paramètres microstructuraux dont l'influence est mal connue.

En fait, les incompatibilités de déformation plastique des cristallites conduisent aussi à des compensations résiduelles élastiques  $\varepsilon^{\text{II}}$  entre les volumes diffractant et non diffractant. La relation entre la déformation de réseau et la contrainte d'ordre I devient non linéaire :

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \sum_i \sum_j F_{ij} \sigma_{ij}^I + \varepsilon_{\Phi\Psi}^{\text{II}}$$

Les valeurs de  $\varepsilon_{\Phi\Psi}^{\text{II}}$  se compensent sur l'ensemble des cristallites d'une même phase et peuvent être négligées dans le cas d'un monophasé lorsqu'on utilise assez d'angles  $\Phi$  et  $\Psi$  en diffraction X. Par contre, dans le cas des matériaux biphasés ce terme ne peut être négligé.

Si l'on connaît les CER par le calcul ou la mesure, on est alors capable de déterminer le tenseur des contraintes résiduelles à partir de mesures des déplacements de pics.

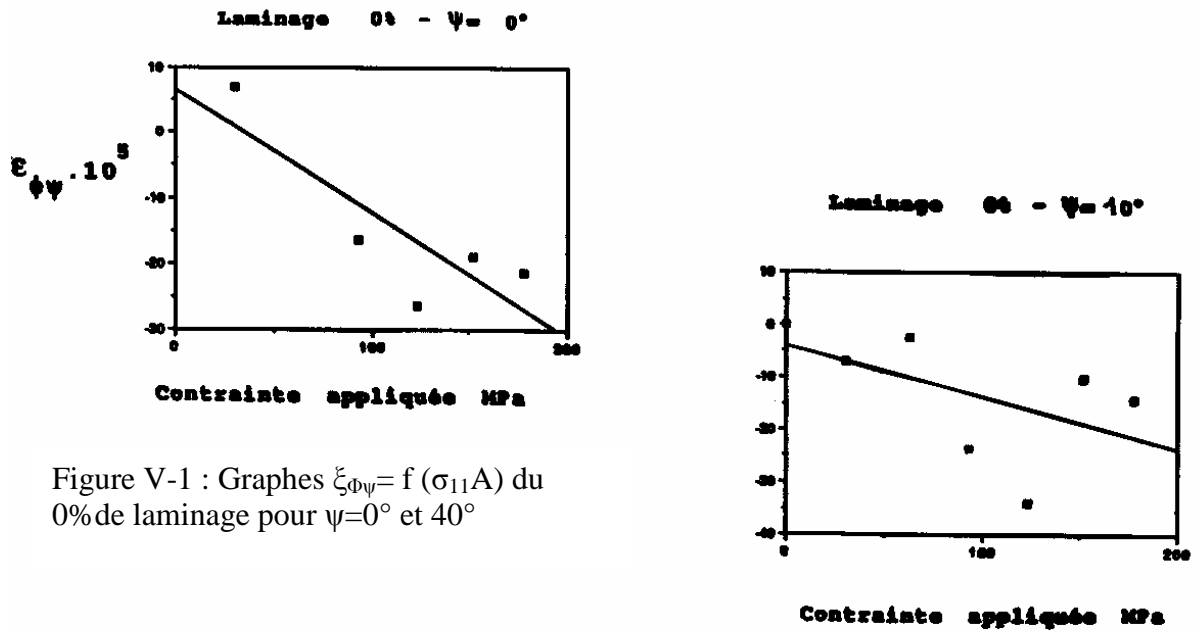


Figure V-1 : Graphes  $\xi_{\phi\psi} = f(\sigma_{11A})$  du 0% de laminage pour  $\psi = 0^\circ$  et  $40^\circ$

PHASE AUSTENITIQUE

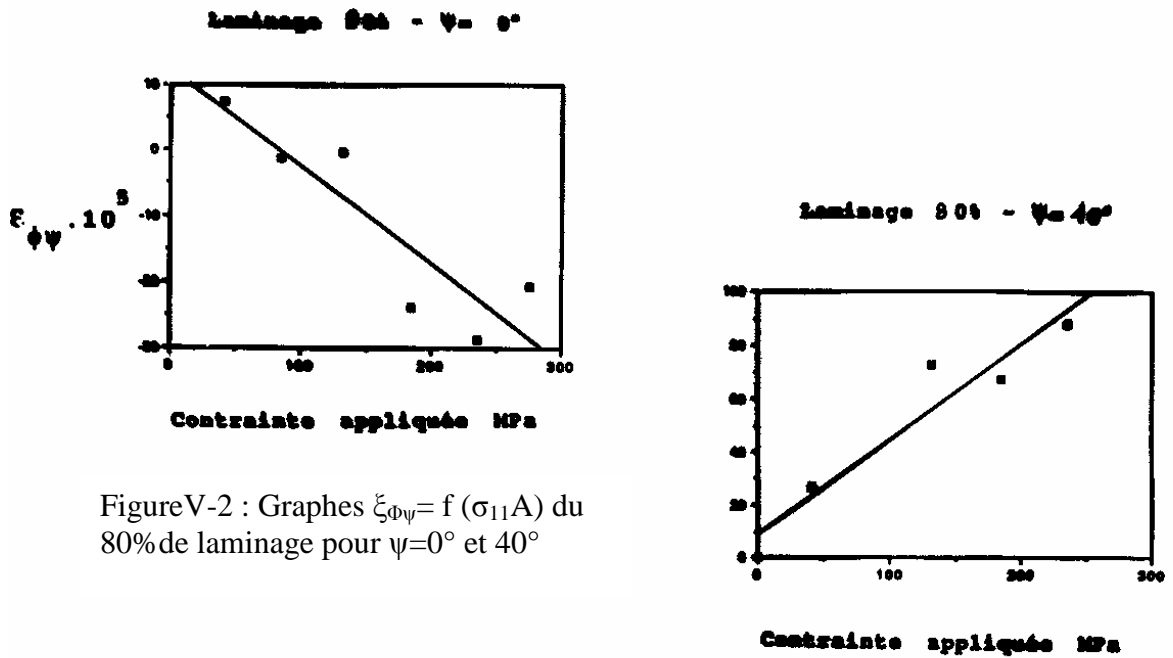


Figure V-2 : Graphes  $\xi_{\phi\psi} = f(\sigma_{11A})$  du 80% de laminage pour  $\psi = 0^\circ$  et  $40^\circ$

## V-2)- MESURE DES CER

La détermination expérimentale des CER est faite en mesurant les variations des  $\varepsilon_{\Phi\Psi}$  à des angles  $\Phi$  et  $\Psi$  donnés, en fonction d'une contrainte appliquée. L'équation (2) devient :

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \mathbf{F} \cdot (\sigma^R + \sigma^A)$$

A  $\Phi$  et  $\Psi$  donnés, pour des variations de contraintes appliquées

$$\sigma_{ij}^{I A} = \sigma_{11}^{I A}$$

on a:

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \mathbf{F}_{11} \sigma_{11}^{I A} + \mathbf{K}.$$

Le graphe  $\varepsilon_{\Phi\Psi} = f(\sigma_{11}^{I A})$  est une droite (domaine élastique) de pente  $F_{11}$  (dans la direction de mesure  $\Phi\Psi$ ). Pour obtenir les autres composantes de  $F_{ij}$ , il suffit de changer la composante  $\sigma_{ij}^{I A}$  de  $\sigma^A$ .

En pratique, il faut mettre en œuvre un montage qui permet de réaliser les conditions de diffraction et de suivi des contraintes, appliquées. Les manipulations sont faites sur un dispositif de flexion quatre points.

Les calculs de RDM aboutissent à l'expression de la contrainte en fonction de la flèche  $h$  :

$$\sigma = \frac{12.E.h.e}{(3L^2 - 4l^2)}$$

Avec : E- module d'élasticité

e- épaisseur du barreau

L- distance entre appuis fixes extrêmes

l- distance entre appui fixe et appui mobile.

Avec un tel montage on obtient un moment de flexion  $M_f$  constant dans la partie centrale de l'éprouvette, d'où la contrainte appliquée  $\sigma^A$  constante en surface (dans la zone utile).

On peut donc, par la mesure de la flèche au comparateur, suivre la déformation que l'on applique. Lors des manipulations nous avons utilisé, pour une meilleure précision, un pont de jauges. Ce dernier donne la déformation des jauges collées parallèlement aux bords de l'éprouvette.

Le dispositif de flexion est ensuite monté en Oméga sur le goniomètre SEIFERT. Nous avons pris six mesures pour la phase ferritique et trois pour la phase austénitique en faisant varier l'angle  $\Psi$  et en gardant le même angle  $\Psi = 0^\circ$ .

Cette série de mesures a été effectuée en décharge pour six niveaux de contrainte dans le domaine élastique. Pour toutes ces mesures nous avons utilisé une anticathode de chrome pour les raisons suivantes:

1. des intensités théoriques suffisantes
2. des grandes valeurs de  $2\theta$  des plans (211) $\alpha$  et (220) $\gamma$ .
3. Peu de fluorescence des éléments fer et chrome.

Les manipulations ont été menées avec un temps d'acquisition de 60 secondes par pic. L'allure des pics peut être observée sur le diagramme donné à titre d'exemple dans le dosage de phase.

L'étude des graphes  $\varepsilon_{\Phi\Psi} = f(\sigma_{11}^A)$  donne les résultats suivants :

Pour la phase ferritique :

| $\Psi$                           | 0°    | 10°   | 20°   | 30°   | 40°  |
|----------------------------------|-------|-------|-------|-------|------|
| $F_{11} \cdot 10^6$ MPA pour 0%  | -1.32 | -0.64 | -0.58 | 0.15  | 0.82 |
| $F_{11} \cdot 10^6$ MPA pour 80% | -1.58 | -0.95 | -0.90 | -0.11 | 0.65 |

Pour la phase austénitique :

| $\Psi$                           | 0°    | 5°    | 10°   |
|----------------------------------|-------|-------|-------|
| $F_{11} \cdot 10^6$ MPA pour 0%  | -1.88 | -2.37 | -0.99 |
| $F_{11} \cdot 10^6$ MPA pour 80% | -1.48 | -0.66 | 3.55  |

Les valeurs de  $F_{11}$  sont du bon ordre de grandeur et ont des évolutions significatives. En effet, malgré le petit nombre de chargements, le faible temps de comptage et le peu de variation de l'angle  $\Psi$  notamment dans la phase austénitique, on peut considérer que ces évolutions sont supérieures à la précision expérimentale.

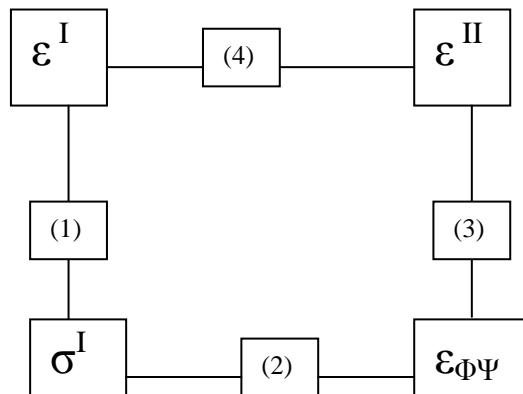
Ces évolutions montrent une dépendance vis à vis de la texture tant au cours du laminage qu'en direction  $\Psi$ .

### V-3)- CALCUL DES CER

Du fait que les déformations mesurées par diffraction des rayons X relèvent de l'ordre II, on écrit:

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \langle \varepsilon^{\text{II}}(\mathbf{g}) \rangle V_{d\Phi\Psi} \dots\dots(3)$$

Moyenne des cristallites constituant la volume diffractant projetée sur la direction de mesure. Les CER peuvent être alors calculées par une séquence faisant intervenir le couplage (4) de la déformation du matériau  $\varepsilon^{\text{I}}$  à la déformation des cristallites  $\varepsilon^{\text{II}}$  (Sprauel et al. 1988).



$$\begin{aligned} \varepsilon^{\text{I}} &= \mathbf{S} \cdot \sigma^{\text{I}} \quad \dots\dots(1) \\ \varepsilon_{\Phi\Psi} &= \mathbf{F} \cdot \sigma^{\text{I}} \quad \dots\dots(2) \\ \varepsilon_{\Phi\Psi} &= \langle \varepsilon^{\text{II}}(\mathbf{g}) \rangle V_{d\Phi\Psi} \quad \dots\dots(3) \\ \varepsilon^{\text{II}}(\mathbf{g}) &= \mathbf{I} + \mathbf{U}(\mathbf{g}) \cdot \varepsilon^{\text{I}} \quad \dots\dots(4) \end{aligned}$$

Le lien entre la texture et les contraintes résiduelles apparaît encore puisque l'on doit prendre en compte la FDO dans chaque étape de calcul. En effet, on a :  $S_{ijkl} = f(\text{FDO})$ ,  $U(\mathbf{g}) = f(\text{FDO})$  et  $\langle \varepsilon^{\text{II}}(\mathbf{g}) \rangle V_{d\Phi\Psi}$  pondérée par la FDO. Le modèle de couplage utilisé est le modèle de Kröner-Eschelby où l'écart par rapport à la moyenne de l'état mécanique de chaque cristallite est décrit par un tenseur de polarisation  $u(\mathbf{g})$  proportionnel à la déformation d'ordre I (Eschelby 1957, Kröner 1958).

$$\varepsilon^{\text{II}}(\mathbf{g}) = [\mathbf{I} + \mathbf{u}(\mathbf{g})] \cdot \varepsilon^{\text{I}}, \quad \mathbf{u}(\mathbf{g}) = [\mathbf{E} \cdot \mathbf{C}(\mathbf{g}) - \mathbf{C} + \mathbf{I}]^{-1} \cdot \mathbf{I}$$

Avec  $\mathbf{E}$  : tenseur d'ordre 4 fonction de  $\mathbf{C}$  (lui-même fonction de la FDO et de  $c(\mathbf{g})$ ), et de la morphologie de l'inclusion en  $\mathbf{I}$ , tenseur identité. Le modèle de l'inclusion proposé par Eschelby considère que la particule est sphérique dans une matrice homogène.

On introduit donc, pour chaque phase, les constantes élastiques monocristallines dans la séquence de calcul, dans les mêmes directions que celles de la mesure. Les calculs ont donné les résultats ( $F_{11}$ ) suivants :

- Pour la phase ferritique :

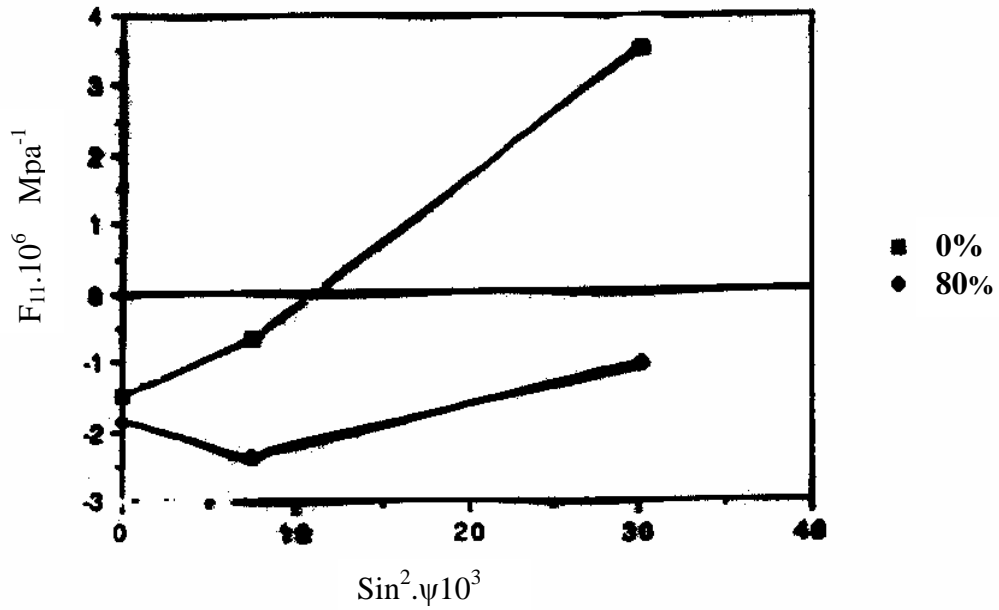
| $\Psi$                         |     | 0°     | 10°    | 20°    | 30°    | 40°   |
|--------------------------------|-----|--------|--------|--------|--------|-------|
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 0%  | -1.559 | -1.440 | -1.050 | -0.172 | 1.107 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 20% | -1.456 | -1.419 | -0.983 | -0.181 | 1.036 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 40% | -1.640 | -1.430 | -0.806 | -0.114 | 0.888 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 60% | -1.565 | -1.282 | -0.615 | 0.013  | 0.883 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 80% | -1.555 | -1.162 | -0.310 | -0.043 | 0.682 |

- Pour la phase austénitique :

| $\Psi$                         |     | 0°     | 5°     | 10°    |
|--------------------------------|-----|--------|--------|--------|
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 0%  | -1.465 | -1.486 | -1.312 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 20% | -1.452 | -1.575 | -0.433 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 40% | -1.426 | -1.722 | -0.635 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 60% | -1.275 | -1.885 | -0.022 |
| $F_{11}.10^6 \text{ MPA}^{-1}$ | 80% | -1.460 | -1.862 | -0.146 |

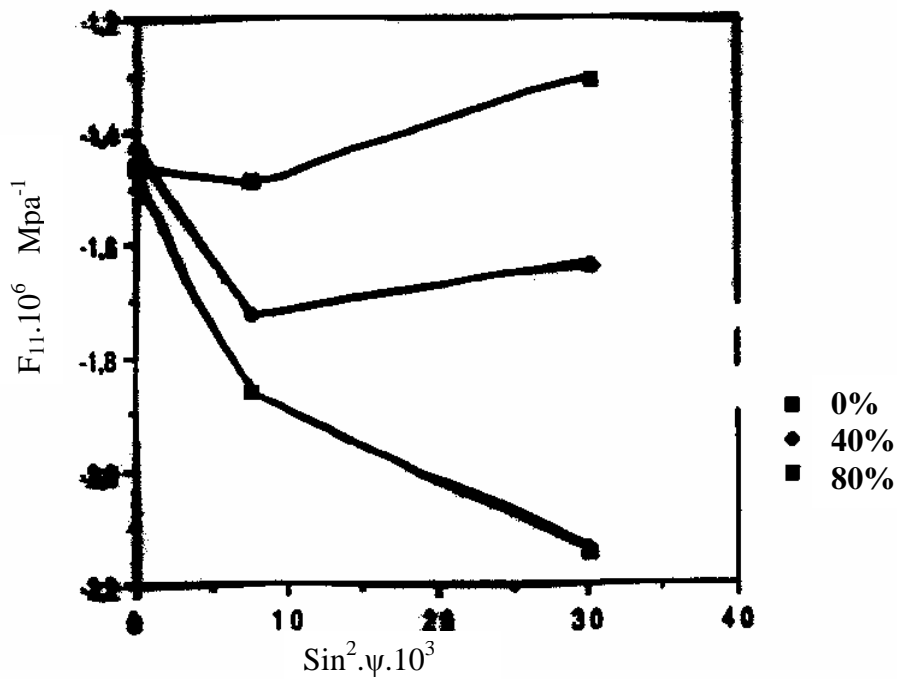
On trouve des valeurs proches de celles mesurées, particulièrement pour  $\Psi = 0^\circ$  et  $\Psi = 40^\circ$ . Bien que les évolutions en fonction de la texture soient les mêmes, les difficultés expérimentales et surtout le manque de précision des valeurs mesurées ne permettent pas d'affirmer la validité de la modélisation.

Mesure



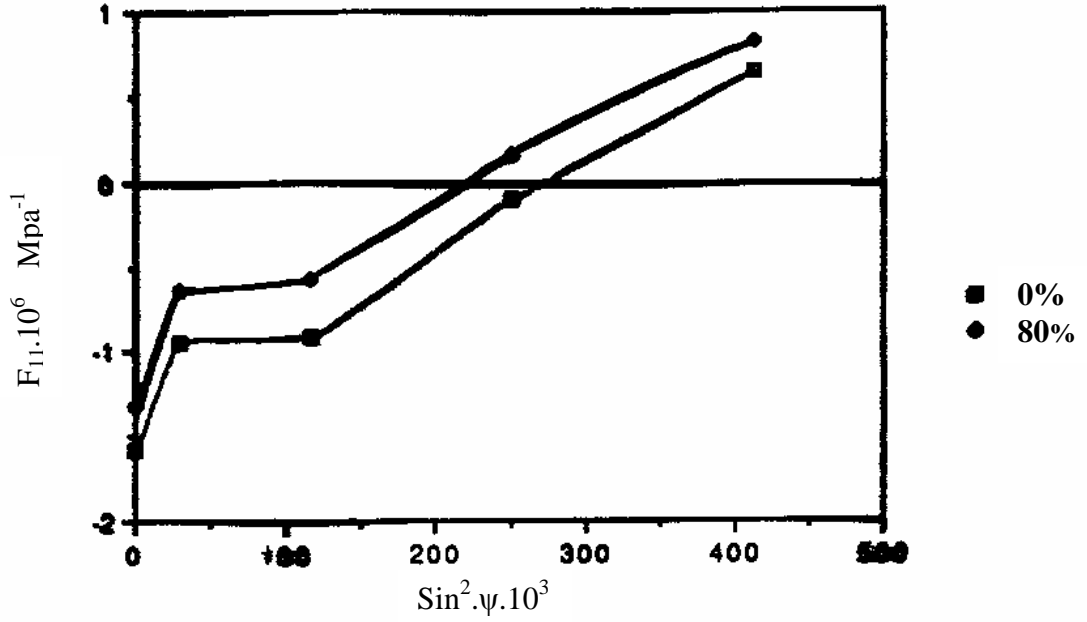
Phase  $\gamma$

Calcul



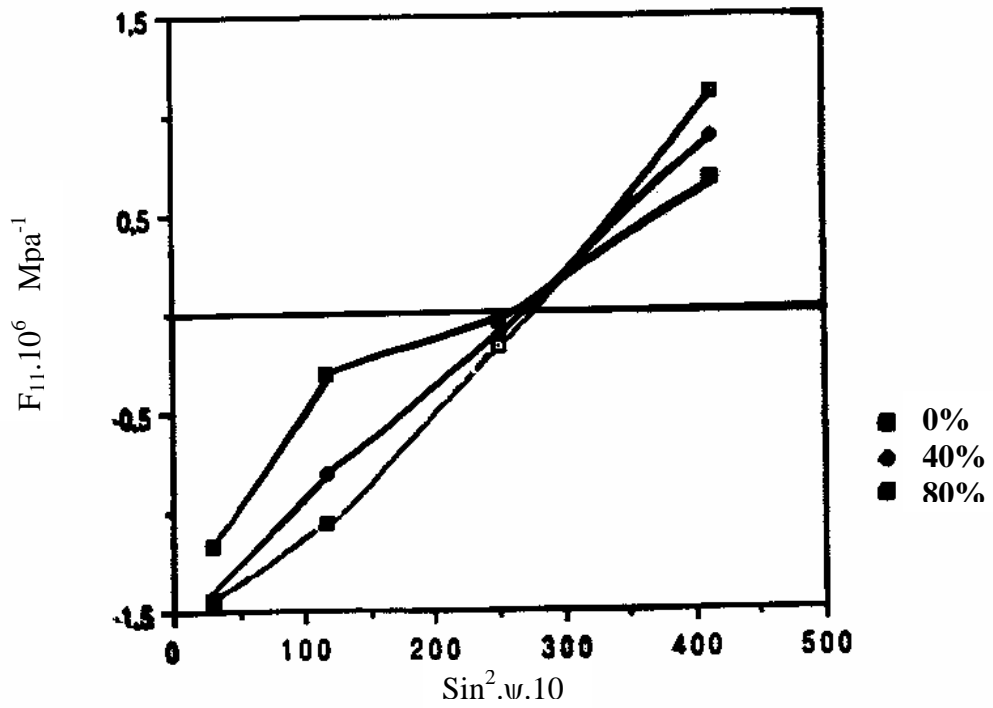
FigureV-3 : Comparaison entre les valeur de CER calculées et celles mesurées pour la phase  $\gamma$  et  $\alpha$ .

Mesure



Phase  $\alpha$

Calcul



## CHAPITRE VI : ESSAI DE CORROSION SOUS CONTRAINTES.

Dans cet essai, nous analysons l'effet des contraintes résiduelles de mise en forme et d'usinage combinées à celles induites par flexion quatre points.

### VI-1)-Milieu d'essai :

Nous avons utilisé comme réactif une solution de chlorure de magnésium  $MgCl_2$  concentrée à 44% à la température d'ébullition de  $154^{\circ}C$ .

Cette solution est très utilisée pour effectuer des essais destructifs sur la susceptibilité à la corrosion des aciers austéno-ferritiques. Elle renseigne sur le niveau et les orientations des contraintes résiduelles, sa forte agressivité permet de faire des essais de courte durée.

Dans notre cas, l'échantillon a été maintenu dans la solution pendant 48 heures.

### VI-2)-Principe de l'essai :

Nous avons réalisé un seul type d'essai, c'est l'essai de corrosion sous contraintes résiduelles. Cet essai consiste à mettre l'échantillon, préalablement déformé par flexion quatre points introduisant des contraintes résiduelles après relâchement, dans une solution de  $MgCl_2$  bouillante à  $154^{\circ}C$  pendant une période de 48 heures.

### VI-3)-Résultats de l'essai :

D'une manière générale, les fissures sur les éprouvettes ne sont remarquables qu'à partir d'un certain niveau de contraintes élevé (150 Mpa). Les fissures sont généralement très fines et tran  
Tableau II : Profondeur en micromètres produisant 95% de l'intensité diffractée pour différents matériaux et différentes longueurs d'ondes, pour les plans hkl communément utilisés.  
sgranulaires.

A titre d'exemple, nous exposons dans ce qui suit, une image sur la fissuration par c.s.c résiduelles d'une éprouvette étirée à 15% et fléchi à 2%, maintenue pendant 20 heures dans  $MgCl_2$  concentré à 44% et à une température de  $154^{\circ}C$ . (Thèse : C.Braham).

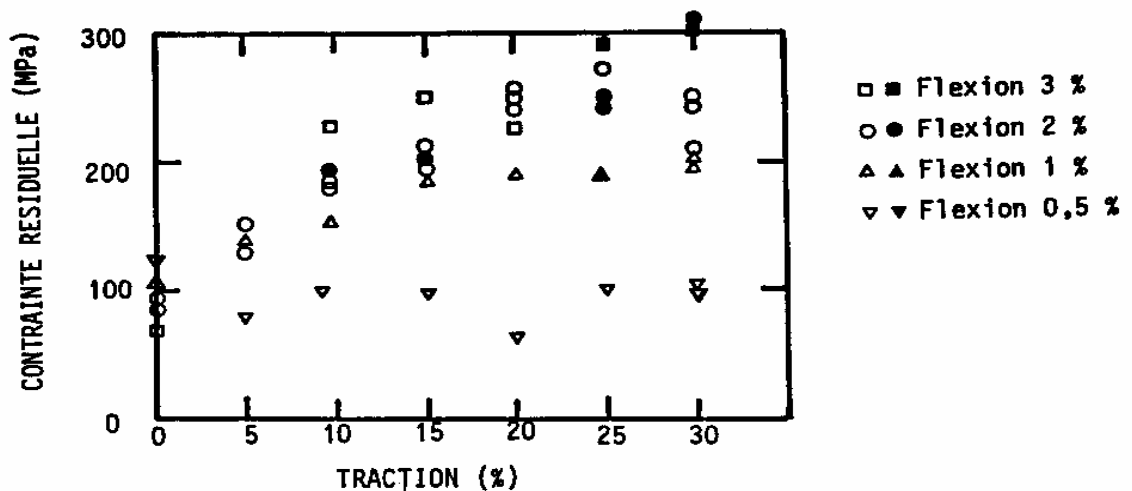


Figure VI-1 Essai de corrosion ou contraintes résiduelles créées par flexion 4 pts après relâchement.

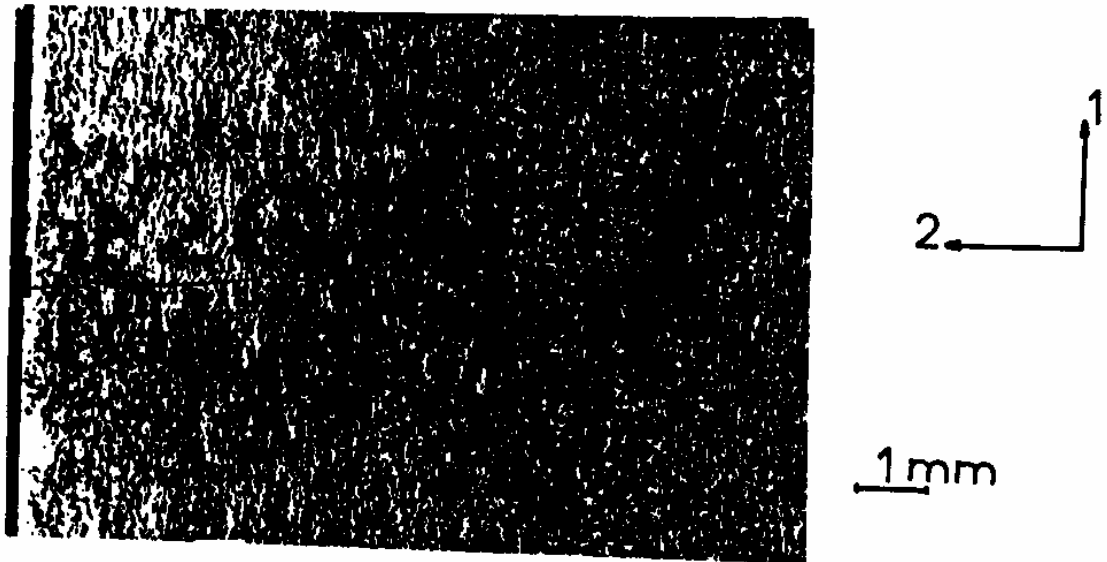


Figure VI-2: Fissuration par corrosion sous contraintes d'une éprouvette étirée à 15% et fléchie 2 % 20H, dans  $\text{MgCl}_2$  44% à 154.

Dans notre cas, l'observation microscopique de l'échantillon Uranus 0% ne révèle pas un résultat évident de fissuration.

Par rapport au niveau de contraintes résiduelles mesurées sur l'échantillon Uranus 0%, avant l'essai de corrosion, le résultat n'est pas surprenant.

En effet, le résultat de calcul des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X donne un niveau de contraintes de 73 Mpa, ce qui représente à peine 50% du niveau requis (150 Mpa).

Tenseur de contraintes en Mpa :

|            |             |           |
|------------|-------------|-----------|
| 73 +/- 38  | -27 +/- 20  | -17 +/- 8 |
| -27 +/- 20 | -102 +/- 34 | 10 +/- 9  |
| -17 +/- 8  | 10 +/- 9    | 0 +/- 19  |

Contraintes principales en Mpa :

$$\sigma_1 = 77$$

$$\sigma_2 = -106$$

$$\sigma_3 = 8$$

Contrainte équivalente en Mpa:  $\sigma_{eq} = 163$ .

Nous remarquons que le niveau de contraintes résiduelles obtenu en flexion 4 points , après relâchement, n'est pas élevé pour les raisons suivantes :

Dimensions des éprouvettes insuffisantes

Dimensions du dispositif de flexion réduites.

A cet effet, il serait préférable de prendre un dispositif de flexion et des éprouvettes avec des dimensions plus importantes.

## CONCLUSION

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés exclusivement à l'influence de l'aspect mécanique superficiel d'un acier inoxydable austéno-ferritique stable vis-à-vis de la déformation plastique, sur sa susceptibilité à la corrosion sous contraintes en milieu chloruré.

Après avoir montré par la recherche bibliographique que l'état mécanique de la surface du matériau a été souvent mal défini, voire négligé, nous avons indiqué qu'il est nécessaire de le caractériser à la fois à l'échelle macroscopique (macrocontraintes) et à l'échelle microscopique (microdéformations ou écrouissage).

En effet, il faut bien séparer les deux aspects de la déformation plastique :

- d'une part, il y a modification de la microstructure du matériau.
- d'autre part, il y a possibilité d'apparition de contraintes résiduelles macroscopiques.

Pour cela, nous avons utilisé la technique de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X.. Tout d'abord, nous avons été obligés d'adapter cette méthode au cas des aciers inoxydables austéno-ferritiques car ces derniers présentent des difficultés à cause de leur composition et de leur structure biphasée d'une part et de leur comportement mécanique, d'autre part.

Néanmoins, cette méthode nous a permis :

- d'optimiser le mode d'élaboration des éprouvettes.
- de définir parfaitement l'état mécanique initial du matériau après un écrouissage initial.
- de suivre l'évolution de cet état tout le long du protocole d'essais (avant, pendant et après l'essai de corrosion).

Les essais de corrosion ont été effectués sous contraintes appliquées de traction (charge constante ) ou sous contraintes résiduelles engendrées par une flexion élastoplastique initiale. Les résultats montrent sans ambiguïté que dans le premier cas les essais ont mis en évidence un seuil très faible de non-fissuration de l'ordre de 80 Mpa et qu'une prédéformation par traction a peu d'influence sur ce seuil.

Dans le second cas, les essais sous contraintes résiduelles révèlent, au contraire, un seuil de non-fissuration plus élevé (150 Mpa).

En outre, l'écrouissage paraît néfaste à des taux faibles puisqu'il provoque une augmentation de la densité des dislocations avec arrangement coplanaire, par contre, il serait bénéfique au delà de 25% de déformation avec un arrangement des dislocations en cellules.

Par ailleurs, les essais sans sollicitations extérieures, sur des éprouvettes brutes d'usinages (par tournage ou fraisage), montrent que la fissuration par c.s.c. est prévisible grâce à la détermination du tenseur complet de contraintes par diffraction des rayons x.. On trouve une corrélation entre les directions des contraintes principales de tension et l'orientation des fissures obtenues.

Enfin, les essais sous charge appliquée constante de traction, sur des éprouvettes brutes de tournage (superposition des contraintes appliquées et résiduelles, montrent que les résultats sont bien influencés par les contraintes résiduelles, en ce qui concerne les seuils apparemment observés.

A la lumière de ces résultats, nous pensons que la méthode utilisée, qui lie la technique de diffraction des rayons X et des critères tenant compte de la combinaison – contrainte, écrouissage et milieu- peut être directement applicable sur des pièces mécaniques. En effet, cela est envisageable grâce au développement d'appareils «in-situ» qui permettent le contrôle de l'état mécanique des pièces avant leur mise en service et même en cours de fonctionnement.

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) H.H. UHLIG, J.P. SAVA - Corrosion science, (1965), p.2
- (2) M.B. WHITEMAN, A.B. TROIANO – Corrosion, (1965), p.53
- (3) J.H. SHIVELY, R.F. HEHEMANN, A.R. TROIANO – Corrosion, (1966), p.253
- (4) M.L. METHA, J. BURKE – Corrosion, (1975), p.108
- (5) C. EDELEANU – J.I.S.I., (1953), p.140
- (6) S.S. BIRLEY, D. TROMANS – Corrosion, (1971), p.63
- (7) M.L LOGAN, J. Res. Nat. Bur. Std, (1952), p.99
- (8) J.C. CHARBONNIER – Mém. Sci. Rev. Mét., Mars (1981), p.121
- (9) A. DESESTRET – La métallurgie, (1977), p.177
- (10) T.P HOAR, J.G. HINES, J.I.S.I, (1956), p.124
- (11) R.W. STAEHLE – Stress corrosion cracking of the Fe – Cr - Ni alloy system. The theory of stress corrosion cracking in alloys – Ed. J.C. SCULLY, (1971), p.223
- (12) P.R. SWANN, J.D. EMBURY –High strength materials – Ed. ZACKEY, Wiley, New-York, (1965), p .327
- (13) D. DESZJARDINS, M. HELIE, M. PUIGGALI, M.C PETIT, J.C. CHARBONNIER, T. JOSSIC – Mém. Sci. Rev. Mét., Juin (1984), p.315
- (14) A.DESESTRET, F.GAUTHEY, J.L.RANVIER, J.C. COLSON – Mém .Sci. Rev. Mét., Juin (1977), p.393.
- (15) V. SIHAL, A. DESESTRET, G.H. WAGNER –Mét.Cor. Ind. (1970), p.41.
- (16) J.E. TRUMAN –Iron and steel Institute, London, publication 117, (1969), p.101.
- (17) M. KOWADAZ, T. KUD –Trans. Jap. Inst. Mét. Vol.16,(1975), p. 385.
- (18) NAOYAI ITO et al.- Proc . of the 5<sup>th</sup> International Congress on métalic corrosion, Ed. N.A.C.E, (1974), p.401.
- (19) P. PASCAL – Nouveau traité de chimie minérale, Ed. Masson, (1958), T.IV, p.173
- (20) T.B. CASALE – Corrosion, (1968), p.314.
- (21) K.C. THOMAS et al.- Corrosion , (1964), p.83.
- (22) H. KIHIL – Corrosion, (1967) , p.39.
- (23) J.C. CHARBONNIER, H. MARGOT – MARETTE, - Méthodes d'essais de c.s.c, Firminy 19-22 septembre (1978).
- (24) A.S. TETELMAN – Proceeding of conference : Fundamentalk aspects of stress corrosion cracking, NACE (1969), p.446.
- (25) R.J. ASARO, A.J. WEST, W.A. TILLER – Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of iron base alloys, NACE (1977) , p.1115.
- (26) H. WIEGAND et al. – Metalloberflache, (1968), p.353.
- (27) RANVIER, thèse de 3ème cycle, Dijon, Centre de recherche d'Unieux, Juin (1976).
- (28) Corrosion inhibitors, Ed. C.C. Nathan, NACE (1973).
- (29) J.L. PINARD – Thèse de doctorat –es- sciences, Paris VI (1974).
- (30) J.K. PAZRK, Thèse de docteur ingénieur, Université de Nantes (1983).

- (31) H.H. UHLIG, E. COOK – J. Electrochem. Soc., (1969), p.173.
- (32) H.K. BAKER et al. – Corrosion ; (1976), p.420.
- (33) J.M. SILCOCK – Br. Corrosion. J., (1979), p.206.
- (34) S. BARNATT, D. VAN ROYEN – J. Electrochem. Soc., (1961) p.222.
- (35) D. NOEL – Rapport EDF, Décembre (1982).
- (36) J. MONTUELLE, M. DA CUHNA-BELO – Corrosion, traitements, protection et finition, Avril (1971).
- (37) J. MONTUELLE, M. DA CUHNA-BELO, J.M. GRAS – C.R. Acad. Sc. Paris, Décembre (1973).
- (38) J. MONTUELLE, G. CHAUDRON, M. CUHNA BELO – Influence de la pureté et de la structure des inox 18-10 sur leur susceptibilité à la corrosion sous contraintes , 8ème colloque de métallurgie.
- (39) J. MONTUELLE, B. RONDOT, M. CUHNA BELO – Etude de la corrosion par piqûres et de la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables de haute pureté.
- (40) Premier, deuxième et troisième congrès international de la corrosion métallique, Londres (1961), Ed. Butterworth, Londres (1962), New York (1963), Moscou (1966).
- (41) J.C. CHARBONNIER – Rapport IRSID n° RE 588, Octobre (1979).
- (42) J.C. CHARBONNIER – Métaux, corrosion, industrie, uin (1975), p.598.
- (43) M. CUHNA BELO, J. MONTUELLE – Corrosion, (1972), p.105.
- (44) B. RONDOT, M. CUHNA BELO, J. MONTUELLE –Mém. Sc. Rev. Mét. (1972), p.807.
- (45) M. KOWAKA, H. FUJIKAWA – The sumitome search, (1972), p.10.
- (46) T.EVANS, D. BURR, J. BRIT – Corrosion, (1966), p.192.
- (47) G. ITO, T. ISHIHARA, Y. SHIMIZU – Trans. Of Nat 1. Research institute for metals, (1967), p.27.
- (48) A. DESESTRET – Formage et traitement des métaux, (1971), p.37.
- (49) H. UHLIG – Corrosion and corrosion control, 2<sup>nd</sup> Ed ., (1971).
- (50) F.S. LANG – Corrosion, (1962), p.3787.
- (51) UEDA, SUNAI, ABO, MUTA – Proceedings at the fifth international congress on metallic corrosion, Tokyo (1974) Ed. Nace, p. 401.
- (52) H.R. COPSON – Physical métallurgy of the stress corrosion fracture interscience publishing, New York, (1959).
- (53) DENARD – Corrosion, (1960), p.350.
- (54) R.V. FARRAR – Corrosion, (1970), p. 451.
- (55) G. PITOIS – Mémoire CNAM, Juin (1982).
- (56) D. DESJARDINS et al. – Corrosion Science, (1980), p. 177 .
- (57) G. BLANC – Compte rendu de fin d'études DGRST, Aout (1979).
- (58) M. CUHNA BELO, B. RONDOT, F.PONS, J. LE HERICY, J.P. LANGERON –J. Electrochem. Soc. 51977), p. 1319.
- (59) MASAHIRIO SEO, NORIO SATO – Corrosion Engineering, (1978), p. 172.
- (60) R. BERNERON, J.C. CHARBONNIER, R.NAMDAR-IRANI, J. MANENC – Rapport d'études IRSID , Juin 1978.
- (61) R. KAMACHI, S. OHBAYASHI – International conference on mechanic behaviour of materials, Kyots (1971), p.265.
- (62) R OLTRA – Thèse de doctorat es- sciences, Dijon (1984).
- (63) JM SRAUEL, J. LEDION, C.BRAHAM, Mém. Sc. Rev. Mét, Novembre (1983), p.609.

- (64) Y. NAKAGAWA, K. USAMI, A. MINATO, T. TAMAMURA, R. SASAKI, A. NARUSE – International conference of materials, Cambridge (1979), p.603.
- (65) M. TAKANO, H. TAKAKU – Corrosion, Nace, Vol 37, Mars (1981), p.143.
- (66) M. ANASTASSIOU, J.P. BONNAFE – Mémoire ENSAM, Paris, Juin (1981).
- (67) M. HELIE – Thèse de 3ème cycle, Bordeaux, (1982).
- (68) R. OLTRA, A. DESESTRET, J.C. COLSON, Mém. Sc. Rev. Mét. Novembre (1980), p.1003..
- (69) M.C. PETIT, D. DESJARDINS, B ; DARIEUTORT – Mém. Sc. Rev. Mét. Avril (1976), p.241.
- (70) J. PAGETTI, J.P. RIMBERT, J.P. BESSON – Mém. Sc. Rev. Mét. , Février (1977), p.291.
- (71) J.C. CHARBONNIER – Mém. Sc. Rev. Mét. Février (1981), p.65.
- (72) J.J. PAUTHE, D. DESJARDINS, M.C. PETIT – Mém. Sc. Rev. Mét. Mai (1980), p.649.
- (73) R.M. LATANISION, R.M. STAEHLE – Fundamental aspects of stress corrosion cracking, Ed. Nace, Houston (1969).
- (74) D. PARIS, F. TERNON – Rapport E.D.F., Juillet (1980).
- (75) F. TERNON – Rapport E.D.F., Aout (1982).
- (76) E. MACHERAUCH, H. WOLFAHRT, U. WOLFSTIEG – H.T.M. (1973), p.201.
- (77) U. WOLFSTIEG – H.T.M., (1974), p.175.
- (78) P. BERGE, J.R. DONATI, F. de KEROULAS, D. PARIS, F. TERNON – 19ème journées des aciers spéciaux, Saint Etienne, (1980).
- (79) P. VIDAL – Rapport E.D.F, Avril (1984).
- (80) M.O. SPEIDEL - First international conference on shott. Peening, Paris (1981).
- (81) A. NIKI-LARI, M. MENIEL, M. BERANGER – Cetim informations, décembre (1982), p. 77.
- (82) A. COULON, C. LEMONIE, Y. VERDIER, B. VITTEMAN – 1ère conférence internationale sur le grenailage de précontrainte, Paris Septembre (1981), p. 509.
- (83) W.H. FRISKE – Rockwell int. corp, Septembre (1975).
- (84) D.J. GREELY, U.J. RUSSO, R.K. SAXER, J.R. MYERS – Corrosion, (1963), p. 327.
- (85) H.P. HAWKES, P.H. BECK, M.J. FONTANA – Corrosion, (1963), p.247.
- (86) E.R. BURKHART, J.R. MYERS, R.K. SAXER – Corrosion, (1966), p.21.

- (87) R.W.COCHRAN, R.W.STAEHLE – Corrosion, (1968), p.369.
- (88) H.L.LOGAN, M.J. Mc BEE – The stress corrosion of metals , New York, (1966).
- (89) J.HOCHMANN, J.BOURRAT – Corrosion et anti-corrosion, (1965), p.299.
- (90) R.W.STAEHLE – Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of iron base alloy, Nace, (1977).
- (91) M. DA. CUHNA BELO, G. PITOIS, G.ZACHARIE – Communication E.D.F. N°117, Juin (1984).
- (92) A. DESESTRET – Formage et traitement des métaux, Mars (1971).
- (93) H.J. ROCHA –Tech. Mitt.Krupp. Forschungsber, (1942).
- (94) C.CHAUSSIN, G HILLY – Métallurgie Tome 1 : Alliages métalliques, Edition : Dunod, Paris, Septembre (1986), p. 164.
- (95) D.FRANCOIS, A PINEAU, A ZAOUI – Comportement mécanique des matériaux, Edition : Hermès, Paris (1991), p. 165.
- (96) JOEL JANIN – Méthodes biophysiques pour l'étude des macromolécules, Edition : Hermann, Paris (1985), p. 40.