

50376

1963

2

THÈSES

50.376

1963

2

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES

de l'Université de LILLE

pour obtenir

le titre de DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ

Mention "SCIENCES"

par

Maurice VANDERSOUPÉL

Licencié ès SCIENCES PHYSIQUES

PREMIERE THESE

ETUDE DES ORIENTATIONS CRISTALLINES DE TUBES FILES A CHAUD
EN ACIER FERRITIQUE et AUSTENITIQUE

INFLUENCE DE TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES TEXTURES
DES TUBES BRUTS DE FILAGE

DEUXIEME THESE

PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE

Soutenues le



MM.

1963 devant la COMMISSION d'EXAMEN

Président

Examineurs

FACULTE DES SCIENCES DE LILLE

Doyens Honoraires : MM. H. LEFEBVRE , P. PRUVOST

Professeurs Honoraires : MM. ARNOULD , BEGHIN , BROCHARD , CAU ,
CHAPELON , CHAUDRON , DORDONNIER , DEHEUVELS ,
DEHORNE , DOLLE , FLEURY , P. GERMAIN ,
KOURGANOFF , LAMOTTE , LELONG , Mme LELONG ,
MM. MAZET , A. MICHEL , NORMANT , PARISELLE ,
PASCAL , PAUTHENIER , ROIG , ROSEAU , ROUBINE ,
WIEMANN , ZAMANSKY .

Doyen : M. PARREAU , Professeur de Mathématiques

Assesseur : M. DURCHON , Professeur de Zoologie

Professeurs : MM. BERKER , Mécanique des Fluides
BONNEMAN-BERIA , Chimie et Physico chimie industrielles
BONTE , Géologie appliquée
Melle CHAMFY , Mathématiques
MM. CORSIN , Paléobotanique
DECUYPER , Mathématiques
DEFRETIN , Biologie maritime
N..... Analyse supérieure et calcul des probabilités
DEHORS , Physique industrielle
DELATTRE , Géologie
DELEAU , Géologie
DESCOMBES , Calcul différentiel et intégral
GABILLARD , Radioélectricité et Electronique
GERMAIN , Chimie générale et chimie organique
GLACET , Chimie
HEIM de BALSAC , Zoologie
HEUBEL , Chimie minérale
HOCQUETTE , Botanique générale et appliquée
KAMPE DE FERIET , Mécanique des Fluides
LEBEGUE , Botanique
LEBRUN , Radioélectricité et électronique
LEFEBVRE , Chimie appliquée
LUCQUIN , Chimie minérale
MARION , Chimie
Melle MARQUET , Mathématiques
MM. MARTINOT-LAGARDE , Mécanique des Fluides
MONTREUIL , Chimie Biologique
PEREZ , Physique
PHAM MAU QUAN , Mécanique rationnelle et expérimentale
POITOU , Algèbre supérieure
ROUELLE , Professeur de Physique et Electricité
industrielles
SAVARD , Chimie générale
TILLIEU , Physique
TRIDOT , Chimie
VIVIER , Zoologie
WATERLOI , Géologie et Minéralogie
WERTHEIMER , Physique

Maitres de Conférences

MM. AVARQUES , détaché à l'énergie atomique
BACCHUS , Astronomie
BECART , Physique
BOILLET , Physique
BOUISSET , Physiologie animale
BOURIQUET , Botanique
CELET , Géologie
DELHAYE , Chimie
CONTIER , Mécanique des Fluides
HENNEQUIN , Physique
HERZ , Mathématiques
HUARD DE LA MARRÉ , Calcul numérique
LAGOMBE , Mathématiques
Meile LENOBLE , Physique
MM. LINDER , Botanique
MAUREL , Chimie
MENNESSIER , Géologie
MONTARIOI , Chimie
Meile NAZE , Mathématiques
MM. POLVECHE , Géologie
POUZET , Mathématiques
PROUVOST , Géologie
SCHALLER , Zoologie
SCHILTZ , Physique

Chargés d'enseignement

Meile GOUSSELAND , Physique
MM. LIEBAERT , Radioélectricité

Secrétaire

Mme BOUCHEZ

A V A N T - P R O P O S

Je remercie la Société VALLOUREC en la personne de Monsieur HYVERT, Directeur du Centre d'Etudes, de m'avoir permis d'utiliser les appareils nécessaires à l'étude des textures de tubes d'acier filés à chaud, objet de cette thèse.

Je remercie également toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide.

Qu'il me soit permis d'offrir à Messieurs les Professeurs, Membres de la Commission d'Examen et tout particulièrement à Monsieur le Professeur MARION, pour ses encouragements, ses conseils et le temps qu'il a bien voulu me consacrer au cours de ce travail, le témoignage de ma profonde reconnaissance. J'ai été extrêmement sensible à leur grande bienveillance et ne saurais oublier quelle faveur ils ont accordée à cette étude en acceptant de la juger et de lui apporter leur caution.

A MA FEMME,

A CEUX QUI FURENT MES MAITRES.

TABLE DES MATIERES

PREMIERE PARTIE

BIBLIOGRAPHIE

- 2 - RESUME DES CONNAISSANCES ACTUELLES SUR LES TEXTURES DES METAUX CUBIQUES CENTRES ET CUBIQUES A FACES CENTREES
 - Textures d'écrouissage
 - Textures de recuit
- METHODES D'ETUDE DES ORIENTATIONS PREFERENTIELLES
 - Orientation des propriétés mécaniques
 - Orientation des propriétés magnétiques
 - Orientation des propriétés électriques
 - Orientation des thermiques et thermoélectriques
 - Orientation des figures de corrosion
 - Méthodes radiocristallographiques
 - Méthodes annexes
- PRINCIPES DE FABRICATION DES TUBES FILES A LA PRESSE

DEUXIEME PARTIE

ETUDE EXPERIMENTALE

- But de l'étude
- Echantillonnage
- Préparation des échantillons
- Essais préliminaires

ACIERS FERRITIQUES

CHAPITRE 1 : ACIER FERRITIQUE à 24 % DE CHROME

- INTRODUCTION
- ETUDE DE L'ACIER BRUT DE FILAGE
 - Micrographies
 - Diagrammes de Laüe
 - Figures de corrosion (méthode et processus d'attaque)
 - Cassures par choc
- ETUDE DE L'ACIER TRAITÉ THERMIQUEMENT ENTRE 500 et 1.200°C
 - Diagrammes de Laüe
 - Figures de corrosion
- CONCLUSIONS

CHAPITRE 2 : ACIER SEMI-FERRITIQUE à 13 % DE CHROME

- INTRODUCTION
- ETUDE DE L'ACIER BRUT DE FILAGE
 - Micrographies
 - Diagrammes de Laüe
 - Figures de corrosion (partie martensitique, partie ferritique)
 - Cassures par évasement
- ETUDE DE L'ACIER TRAITE THERMIQUEMENT ENTRE 500 et 1.200°C
 - Diagrammes de Laüe
 - Figures de corrosion
- CONCLUSIONS

ACIERS AUSTENITIQUES 18-10

CHAPITRE 1 : ACIER AUSTENITIQUE 18-10 (tube 63 x 9)

- INTRODUCTION
- ETUDE DE L'ACIER BRUT DE FILAGE
 - Micrographies (fibrage mécanique, macles)
 - Diagrammes de Laüe
 - Lignes de glissement
 - Figures de corrosion
 - Essais d'évasement
- CONCLUSIONS

CHAPITRE 2 : ACIER AUSTENITIQUE 18-10 (tube 40 x 2)

- INTRODUCTION
- ETUDE DE L'ACIER BRUT DE FILAGE
 - Micrographies
 - Diagrammes de Laüe
 - Figures de corrosion
- ETUDE DE L'ACIER TRAITE à 1075°C 30 minutes et REFROIDI A L'AIR
 - Micrographies
 - Diagrammes de Laüe
 - Figures de corrosion
- CONCLUSIONS

TROISIEME PARTIE

RESULTATS DE L'ETUDE
CONCLUSIONS GENERALES

PREMIERE PARTIE

BIBLIOGRAPHIE

RESUME DES CONNAISSANCES SUR LES TEXTURES D'ECROUISSAGE ET DE RECUIT
DES METAUX DE RESEAUX CUBIQUES CENTRES ET CUBIQUES
A FACES CENTREES

(TEXTURES D'ECROUISSAGE -

On sait que lorsqu'on déforme un métal par travail mécanique, certains axes du réseau cristallin du métal tendent à s'orienter suivant certaines directions plus ou moins définies, en général parallèlement aux directions principales d'écoulement. Suivant le "taux de travail" imposé au métal, on obtient des orientations plus ou moins marquées.

On appelle "texture de déformation" l'orientation préférentielle du métal après déformation. Cette texture de déformation est d'ailleurs caractéristique du matériau, de son type de réseau cristallin et du mode de transformation qu'on lui a appliqué.

Quand un métal possède une texture, ses propriétés physiques sont "dirigées", le métal est anisotrope. Cette anisotropie est quelquefois recherchée, d'autre fois, au contraire, on cherche à l'éliminer soit par des traitements thermiques appropriés, soit par des traitements mécaniques. Elle ne disparaît en général pas complètement et même, d'autres textures peuvent prendre naissance.

Nous décrirons succinctement les textures de déformation connues produites par l'étirage des fils, le mandrinage, le filage de barres et la compression. Ces déformations ont une direction principale, on dit qu'elles sont uniaxes : nous rappellerons qu'une texture s'exprime en utilisant les indices de MILLER à l'aide d'un plan (h, k, l) parallèle à une certaine surface repérée dans l'échantillon servant aux essais, et d'une direction $[u, v, w]$ parallèle à l'un des axes principaux de déformation : on l'écrit $(h, k, l) [u, v, w]$. Dans le cas où seul un axe est parallèle à une direction principale de déformation, on dit qu'on a une texture $[u, v, w]$. Nous étudierons d'abord ces dernières dans ce qui suit.

Les fils métalliques étirés à froid dont le réseau est cubique centré, ont une texture simple $[110]$; ceux dont le réseau

est cubique à faces centrées possèdent en général une texture double $[111]$ et $[100]$. Ces textures sont vérifiées pour les fils de fer (cubique centré), d'aluminium, de cuivre, d'or, d'argent, et de laiton (Zn \angle 10 %) (cubiques à faces centrées).

Les barres filées, de réseau cubique, ont en général les mêmes textures que les fils étirés.

Les cylindres laminés et mandrinés ont, en leur centre, les mêmes textures que ceux formés par tréfilage. Il faut toutefois noter que l'écart à l'orientation préférentielle au centre est d'autant plus important que l'on s'éloigne de l'axe du cylindre.

Les textures précédentes sont définies à l'aide d'une ou de deux directions $[u, v, w]$.

LEBER a réussi, dans un fil de fer, à mettre en évidence une "texture cylindrique" définie par les indices (100) . $[110]$, le plan (100) étant parallèle à la surface du fil, la direction $[110]$ à l'axe du fil. D'après cet auteur, les textures cylindriques ne pourraient exister dans des fils faits dans du métal cubique à faces centrées. (Transaction ASM 1962 - vol. 53, p. 708).

Nous citerons encore les textures de laminage des tôles: les tôles des métaux cubiques centrés ont en général la texture (100) . $[110]$ et les tôles des métaux cubiques à faces centrées la texture complexe (110) . $[112] + (112)$. $[111]$.

Les textures de compression des métaux cubiques à faces centrées sont du type $[110]$ et celles des métaux cubiques centrés du type $[111] + [100]$.

TEXTURE DE RECUIT -

Après recristallisation d'un métal on s'aperçoit que les textures peuvent être identiques aux textures de déformation d'où elles proviennent ou être totalement différentes, ou encore être totalement disparues, le métal dans ce dernier cas devenant alors isotrope en ce qui concerne les orientations.

La grande importance des textures pour certaines utilisations des métaux a rendu nécessaire l'étude des traitements thermiques à leur faire pour connaître les orientations résiduelles après ces traitements. On doit signaler que ces traitements ne sont pas toujours efficaces et qu'il est nécessaire quelquefois d'effectuer divers cycles de laminage, par exemple simples ou croisés, et de recuits.

Les aciers, le fer et les alliages ferritiques ont des textures de recristallisation complexes. La texture principale est définie par les notations :

$$(100)// P.L. [110] \angle 15^\circ D.L$$

ce qui signifie que le plan (100) est parallèle au plan de laminage PL et l'axe [110] à 15° au plus de la direction de laminage DL.

MÉTHODES D'ÉTUDE DES ORIENTATIONS PRÉFÉRENTIELLES

La majeure partie des phénomènes physiques peut servir à mettre en évidence l'anisotropie des matériaux. Suivant le corps étudié, certaines méthodes physiques ou chimiques permettent avec une efficacité plus ou moins grande, de mettre ces textures en relief. La littérature nous en donne de nombreux exemples.

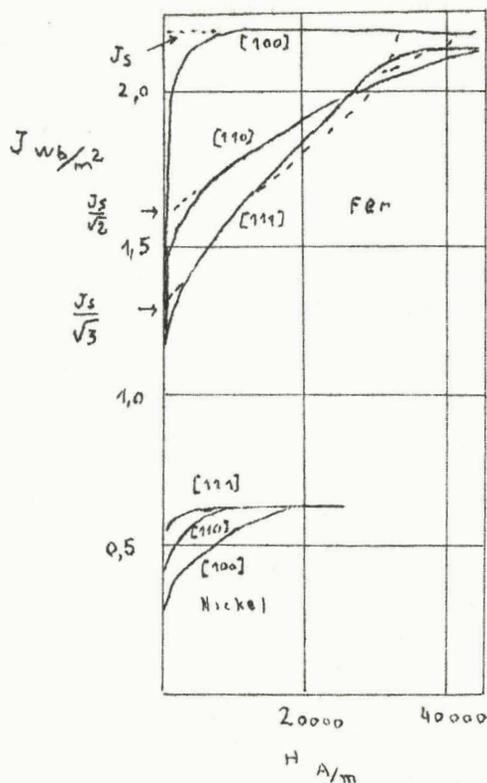
Toutes les propriétés physiques d'un corps ne sont pas, en général, affectées simultanément du fait de l'existence d'une anisotropie cristalline, mais l'existence d'une anisotropie cristalline est en général la cause d'une anisotropie marquée de quelques unes de ces propriétés physiques. Parmi ces dernières, citons les effets mécaniques, électriques, magnétiques, thermiques. Une autre méthode de mise en évidence d'une anisotropie cristalline est l'utilisation des figures d'attaque ou de corrosion combinée aux méthodes radio-cristallographiques (figures de pôles, diagrammes de Laue). Les observations de Mathewson, Schmid et Gough [1], ont conduit à connaître la cristallographie des macles pour les principaux types de réseaux ; les glissements dans les métaux dont aussi cristallographiquement connus : ces deux derniers phénomènes peuvent donner des indications sur l'orientation des mailles cristallines. Nous passerons rapidement en revue ces différents procédés de mise en évidence des orientations cristallines.

ORIENTATION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES -

Les propriétés mécaniques orientées des métaux polycristallins peuvent être dues aux orientations préférentielles ou à diverses causes telles que l'allongement des grains suivant une certaine direction, la présence d'inclusions allongées, des ségrégations...

C'est l'anisotropie provenant du "fibrage cristallographique" ou orientation préférentielle des cristaux qui nous intéresse principalement.

Pour mettre en évidence ces propriétés, on peut utiliser des essais de traction, de torsion, d'emboutissage, de vibrations de plaques saupoudrées de sable fin.... [1]



courbes d'aimantation
de monocristaux de fer
et de nickel

(les courbes en pointillé
sont théoriques)

(Extrait de "Alliages magnétiques
& ferrites, M.G. SAY, DUNOD 1956)

Figure 1

ORIENTATION DES PROPRIETES MAGNETIQUES -

La figure ci-dessus, classique, montre la plus ou moins grande rapidité avec laquelle, pour un champ magnétique donné on sature une direction privilégiée d'un cristal de fer ou de nickel.

La méthode du couple magnétique est intéressante car elle révèle, pour les substances ferromagnétiques, l'anisotropie du métal. Par exemple, pour les cristaux cubiques centrés, si la direction du champ magnétique n'est pas parallèle à l'axe [100] on obtient un couple qu'on met en évidence à l'aide d'un fil de torsion. Pour les métaux cubiques à faces centrées, c'est la direction [111] qui s'aimante le plus facilement [1].

ORIENTATION DES PROPRIETES ELECTRIQUES -

La résistivité électrique est anisotrope pour les métaux à faible degré de symétrie. Elle ne varie pas avec l'orientation des cristaux cubiques dont la symétrie est relativement plus importante [1].

ORIENTATION DES PROPRIETES THERMIQUES & THERMOELECTRIQUES -

La résistance spécifique à la transmission de la chaleur,

le coefficient de dilatation thermique, la force thermoélectrique ou la force électromotrice par rapport à un cristal de comparaison peuvent servir à la mise en évidence des propriétés anisotropes, mais ne sont pas utilisables pour les cristaux cubiques pour lesquels ces propriétés sont isotropes [1].

ORIENTATION DES FIGURES DE CORROSION -

Cette méthode, extrêmement intéressante bien qu'en général peu précise, consiste à soumettre l'échantillon à l'action sélective d'un agent de corrosion. On met ainsi en évidence l'orientation des plans cristallins ou "facettes", ou l'intersection de ces facettes avec le plan de l'échantillon. L'intérêt de cette méthode réside dans le fait qu'on accède au coeur du grain et que les orientations de grains voisins se mettent facilement en évidence.

La difficulté de ce procédé consiste à choisir un réactif chimique, liquide ou gazeux, ou une attaque électrochimique, tel qu'un seul ensemble de plans cristallographiques soit mis en relief. Ainsi pour le fer, une attaque avec des solutions aqueuses d'acides nitrique, chlorhydrique, citrique, tartrique ou oxalique, ou avec une solution alcoolique d'acide nitrique développe les plans (100) du cube élémentaire. D'après Coulomb, une solution à 10% de brome dans l'éthanol développe les faces (III), une attaque au chlorure cuivreux ammoniacal à 0.5 % met en évidence les facettes (110).

Dans cette technique, il faut éviter les réactifs développant plusieurs systèmes de plans cristallographiques ; il est nécessaire que l'attaque des divers plans se fasse avec des vitesses différentes assez importantes.

Nous noterons avec Portevin et Bastien que les figures de corrosion ont les mêmes éléments de symétrie que le cristal attaqué.

Les attaques qui donnent des figures de corrosion modifient la forme des cavités et figures préexistantes pour tendre vers la forme des figures d'attaque du grain où elles se trouvent. Ceci est extrêmement important pour réaliser des figures de corrosion, car cela implique qu'on doit souvent effectuer une pré-attaque du métal où les points de corrosion seront les germes d'une seconde attaque développant les figures de corrosion exploitables en cristallographie. Dans cette méthode, il faut se méfier des produits de réaction qui cristallisent et s'orientent à la surface de l'échantillon : OSMOND et CARTAUD [11] ont appelé ces produits des "figures de syncristallisation", à ne pas confondre avec les figures de corrosion. Les figures de syncristallisation s'éliminent facilement par brossage ou essuyage énergique, alors que les figures de corrosion ne s'effacent

pas. Comme exemple, on peut citer les figures de syncristallisation formées par l'oxyde magnétique sur des échantillons de fer Armco ou de fer électrolytique chauffés à l'air sous faible pression (CARPENTER et Miss ELAM). [1], [6], [7], [11].

MISE EN EVIDENCE DES ORIENTATION par les METHODES RADIOCRISTALLOGRAPHIQUES -

Les méthodes radiocristallographiques sont actuellement les plus précises pour déterminer les orientations préférentielles des corps polycristallins.

Les techniques peuvent se diviser en deux parties :

- 1°/ les méthodes utilisant un rayonnement monochromatique
- 2°/ les méthodes utilisant un rayonnement polychromatique

Ces deux méthodes sont très peu différentes dans leur principe. On envoie un faisceau de rayons X sur un échantillon fixe et on recueille sur un cliché photographique les taches dues aux réflexions sur les plans cristallographiques.

Dans les méthodes d'obtention des figures de poles par rayonnement monochromatique, l'échantillon est fixe ou lentement variable pour chaque pose ; dans le premier de ces deux cas, on fait tourner l'échantillon par petits bonds angulaires de manière à enregistrer les taches produites par les plans satisfaisant à la relation de Bragg. On obtient ainsi sur le film des zones de densité photographique plus ou moins intense.

Dans les méthodes utilisant un rayonnement polychromatique, l'échantillon reste constamment fixe pendant la prise de tout le cliché. Les plans cristallins ne réfléchissent que les rayonnements dont les longueurs d'onde satisfont à la relation de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Cette dernière méthode est connue sous le nom de méthode de Laue, nous la rappellerons plus précisément car nous l'utiliserons dans une partie de notre étude.

LA METHODE DE LAUE -

La méthode de Laue consiste à recueillir sur une pellicule photographique les traces des rayons réfléchis par les divers plans cristallographiques du matériau dont on désire connaître les orientations cristallines. On peut distinguer : la méthode des dia-

grammes par transmission et la méthode des diagrammes en retour. Dans le premier cas, le faisceau de rayons X frappe un échantillon mince, perpendiculaire au faisceau de rayons X ; dans la traversée de la matière, tous les plans satisfaisant à la relation de Bragg

$$n\lambda = 2d \sin \vartheta$$

réfléchissent le rayonnement sur le trajet duquel est placée une pellicule photographique. La difficulté de la méthode tient en la préparation des échantillons. Les traces des différentes réflexions enregistrées sur la pellicule se groupent sur des courbes qui sont des ellipses passant par le centre du diagramme. Chaque ellipse est alors caractéristique d'un même angle ϑ pour des plans différemment orientés dits plans en zone mais passant tous par un même axe appelé axe de zone (CZ sur la figure 2).

La détermination des indices des taches est facilitée en utilisant un système de projection, tel par exemple que la projection stéréographique que nous utiliserons, ou, la projection gnomonique. Il faut encore noter que le diagramme obtenu possède la même symétrie que l'axe du cristal qui est parallèle au rayonnement incident.

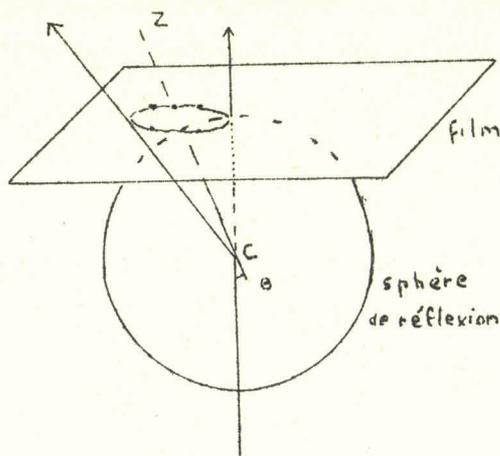


Figure 2

Dans le cas où l'on utilise le diagramme en retour, le faisceau de rayons X ne traverse pas l'échantillon qui peut être épais. On recueille les rayons réfléchis sur une pellicule photographique située entre la source de rayons X et l'échantillon. La relation de Bragg est toujours satisfaisante. Les traces des différentes réflexions se groupent alors sur des hyperboles qui permettent de déterminer les plans en zone et d'indexer par projection stéréographique les différentes taches.

La projection stéréographique conservant les angles permet à l'aide d'un réseau de Wulff de déterminer les angles entre les points transformés des taches du diagramme. Ces angles sont répertoriés dans la littérature et ont été calculés pour des cristaux de réseau cristallin défini. Le schéma suivant montre la projection stéréographique d'une tache F du film.

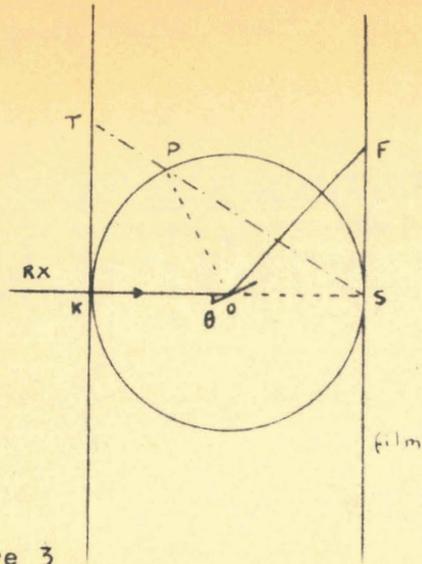


Figure 3

P est le point où la normale du plan du métal attaqué sous l'angle θ coupe la sphère de référence dont le rayon est égal à la distance échantillon - film,

T représente la projection de la tache F.

On montre facilement que :

$$TK = 2 FS \frac{\cos \theta}{\operatorname{tg} 2\theta (1 + \sin \theta)}$$

Dans cette formule, le chiffre 2 n'est qu'un coefficient de proportionnalité, aussi peut-on écrire :

$$TK = k. FS \frac{\cos \theta}{\operatorname{tg} 2\theta (1 + \sin \theta)}$$

où k est un coefficient quelconque.

Cette formule permet de construire des réglottes qui facilitent la projection stéréographique.

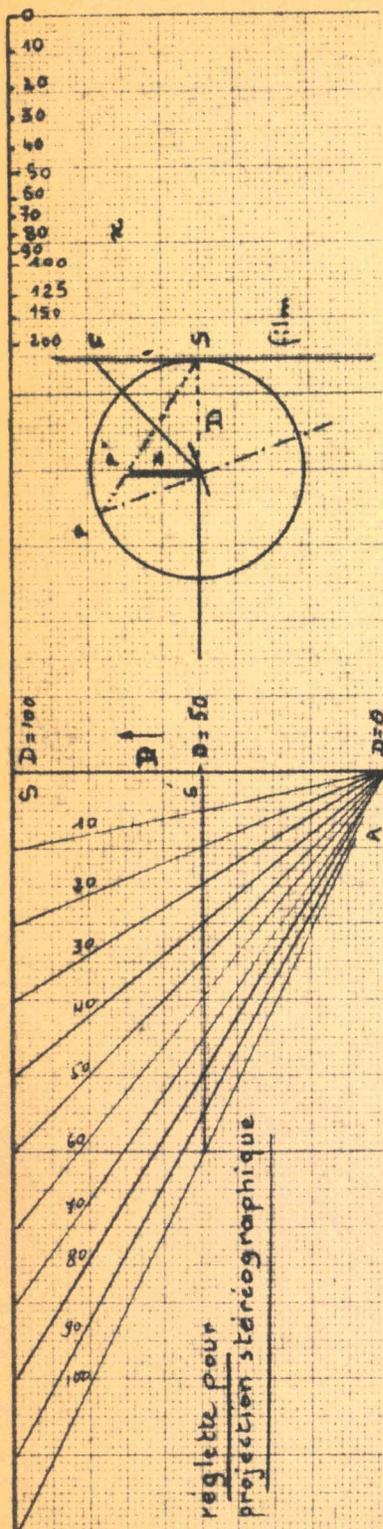
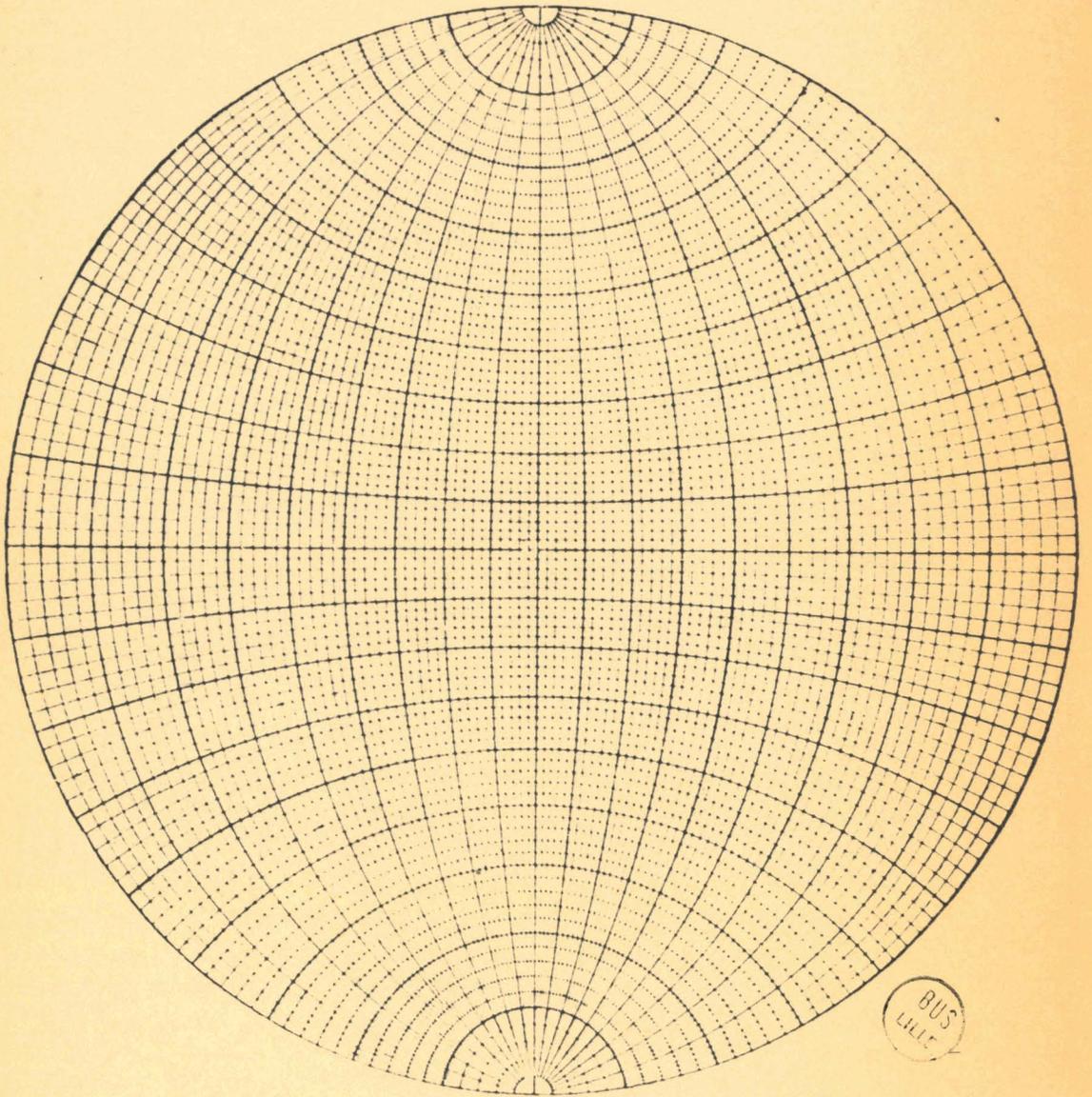


Figure 4 :

Schéma d'une réglette utilisée pour la projection stéréographique d'un diagramme de Laüe.

Ce modèle permet d'utiliser une chambre de Laüe dont la distance D entre le film et l'échantillon est quelconque et d'effectuer la projection stéréographique pour utiliser un réseau de Wülff de 10 cm de rayon.

Par exemple, pour un diamètre donné $D = 50$, on trace une droite parallèle au bord de la réglette. Cette droite intercepte le faisceau de droites issues de A, chaque droite de ce faisceau caractérisant une valeur de SF , c'est-à-dire de la distance d'une tache de Laüe au centre S du cliché, la projection stéréographique de F est alors affichée devant la graduation correspondante x, ici à la partie supérieure de la réglette.



Réseau stéréographique de WULF, gradué de 2° en 2°.

METHODES ANNEXES -

La micrographie met facilement en évidence les macles et glissements dans les métaux. Nous savons d'après Barrett [1] que les macles sont cristallographiquement bien définies.

- Les métaux cubiques centrés ont des plans de macles (112)
- Les métaux cubiques à faces centrées ont des plans de macles (111)

Il en est de même des plans de glissement qui, en général, sont des plans de densité atomique la plus grande ; pour les basses températures :

- Les métaux cubiques à faces centrées ont des plans de glissement (111), la direction de glissement étant $[10\bar{1}]$.

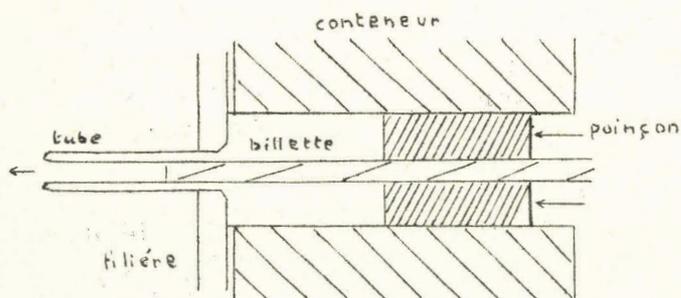
- Les métaux cubiques centrés ont toujours la direction $[111]$ comme direction de glissement, mais des plans de glissement variables d'un métal à l'autre. Pour le fer, on a les trois systèmes de glissement suivant :

(110) .	$[111]$
(112) .	$[111]$
(123) .	$[111]$

Les résultats précédents peuvent servir à confirmer une texture quelconque ; dans le cas d'une texture très marquée, ils sont quelquefois suffisants pour la déterminer.

PRINCIPE DE LA FABRICATION DE TUBES FILÉS A LA PRESSE

La fabrication de tubes filés à chaud à la presse est relativement simple : elle consiste essentiellement à placer une billette de métal à transformer dans un récipient cylindrique résistant aux températures élevées utilisées, appelé conteneur.



PRINCIPE DU FILAGE DES TUBES

A l'une des extrémités du conteneur se trouve le piston appelé aussi fouloir ou poinçon, qui, en comprimant la billette chaude, forcera le métal à s'écouler par l'autre extrémité du conteneur où se trouve la filière permettant ainsi d'obtenir le profil convenable.

Dans le cas de la fabrication de tubes, la billette cylindrique est percée en son centre où est introduit une barre appelée aiguille qui permet l'obtention du tube.

Dans la méthode de fabrication des tubes que nous allons étudier, la lubrification était, lors de l'écoulement du métal par la filière, assurée par de la poudre de verre qui devenant fluide à la température de travail lubrifie les parois et isole la billette des parois des outillages. Ce procédé de filage au verre est connue sous le nom de procédé Ugine-Séjournet.

Les tubes étudiés ci-après ont été filés à la presse de 1.500 T ; les billettes avaient un diamètre de 140 mm avant filage.

PRINCIPALES APPLICATIONS DU FILAGE -

Au cours des dernières années le filage de l'acier s'est surtout développé dans les domaines suivants :

- a) tubes d'acier inoxydable
- b) tubes profilés
- c) profils en aciers ordinaires

- d) ébauches de profils en aciers ordinaires et alliés
- e) profils pour anneaux de réacteurs
- f) dégrossissage de lingots d'aciérie
- g) tubes en acier ordinaire

Actuellement c'est dans le domaine des alliages ou métaux spéciaux, des aciers difficilement forgeables que le procédé de filage au verre se développe.

Nous ne nous étendrons pas davantage sur ce procédé de travail des métaux. Les renseignements concernant cette technique ont été exposés dans les publications référencées [13] , [14] et [15]

DEUXIEME PARTIE

ETUDE EXPERIMENTALE

BUT DE L'ETUDE -

Malgré les recherches bibliographiques que nous avons effectuées pour connaître les orientations qui prennent naissance dans les aciers filés à chaud sous forme de tubes ou "extrudés" nous n'avons absolument rien trouvé. Nous avons donc pensé qu'une étude des orientations préférentielles dans les tubes filés serait d'un intérêt certain. L'intérêt de ce genre d'étude étant bien connu en ce qui concerne les produits laminés, dont l'utilisation peut dépendre justement des orientations cristallines. Les études des textures des tôles pour transformateurs ont conduit à modifier le processus de laminage pour améliorer les systèmes d'obtention des textures désirées : actuellement, de nombreux transformateurs sont par exemple construits avec des tôles au silicium "à grains orientés" : il s'agit de tôles possédant une texture de croissance exagérée (110) [100] dite texture de Goss.

Notre but a donc été de déterminer les textures de tubes bruts de filage en aciers ferritique, semi-ferritique et austénitique et de suivre l'évolution de ces textures à la suite de traitements thermiques échelonnés en température, quand l'acier possède une texture initiale.

Les principales méthodes utilisées sont la diffraction par rayons X (méthode de Laüe) et la méthode de mise en évidence des textures par des figures de corrosion. Dans cette dernière technique, nous avons pu mettre au point divers procédés intéressants par leur simplicité et leur rapidité.

ECHANTILLONNAGE -

L'étude expérimentale a porté sur des échantillons prélevés dans des tubes en acier ferritique, semi ferritique et austénitique.

Nous disposons des tubes suivants :

- 1 tube en acier ferritique à 24 % de chrome
- 1 tube en acier semi ferritique à 13 % de chrome
- 2 tubes en acier austénitique du type 18-10

Nous donnerons les diagrammes radiocristallographiques de Seemann Bohlin de ces aciers, ainsi que celui du fer à la fin de ce chapitre.

TABLEAU DES CARACTERISTIQUES DES ACIERS

	ACIER	FERRITIQUE	SEMI FERRITIQUE	AUSTE- NITIQUE	AUSTE- NITIQUE
COMPOSITION	C	0.120	0.100	0.029	0.050
	Si	1.91	1.840	0.598	0.380
	Mn	1.570	0.570	1.310	0.560
	Ni	0.38	0.17	9.86	10.60
	Cr	24.	13.21	17.57	18.10
	S	0.006	0.005	0.007	0.006
	P	0.024	0.017	0.012	0.011
ROND D'ORIGINE	Diamètre en m/m	140	140	140	140
	Temps de filage	ambiante	ambiante	ambiante puis 1.150 1.200°	1150-1200°
	Diam. perçage	20 mm	20 mm	20 mm puis 66-68 mm	20 mm
TUBE F I N I	Pression de filage	1.500 T.	1.500 T.	1.500 T.	1.500 T.
	Temps de filage	1130-1180°	1100-1150°	1180-1230°	1180-1230°
	Diam. extérieur	35 mm	38 mm	63 mm	40 mm
	Epaisseur	2.5 mm	2.5 mm	9 mm	2 mm
	Dureté Vickers	238	359	-	-

Le taux de filage est déterminé par le rapport :

$$\frac{S_1 - S}{S_0}$$

où S_0 est la section du cylindre juste avant le filage

Les durestés Vickers ont été effectuées au poids de 5 Kgs

PREPARATION DES ECHANTILLONS -

Nous indiquerons sommairement la préparation des échantillons pour les diagrammes de Laüe par transmission et pour microphotographies.

Echantillons pour diagramme de Laüe par transmission

La méthode de Laüe par transmission n'est applicable que lorsque le faisceau de rayons X ne traverse pas une épaisseur de métal trop importante, donc trop absorbante. Après quelques essais préliminaires, nous avons décidé d'utiliser des échantillons plans de 0,1 mm d'épaisseur environ, d'une hauteur de l'ordre de 10 mm et de largeur dépendant du tube et du point de prélèvement. Pour obtenir ces faibles épaisseurs, nous procédons d'abord à un polissage mécanique en mandrin en usant à la fois mandrin et échantillon, ceci jusqu'au polissage à l'alumine.

La direction du plan examiné de l'échantillon par rapport à l'axe et la surface de chaque tube n'a présenté pour l'obtenir aucune difficulté technique, si ce n'est un grand soin dans le premier polissage mécanique. Un retournement de l'échantillon dans le mandrin suivi d'un polissage sur la seconde face jusqu'à l'obtention de l'épaisseur désirées s'est avéré relativement simple.

Chaque polissage mécanique a été suivi d'un polissage électrolytique au bain de Jacquet vieilli mais non usé de composition :

1.000 cc d'acide acétique pur cristallisable

50 cc d'acide perchlorique.

Echantillons pour microphotographies

Le polissage en est classique et se termine toujours par un polissage électrolytique avant attaque par le réactif choisi. Avant chaque attaque, l'état de surface des échantillons a été vérifié au microscope.

Nous indiquerons les divers réactifs utilisés au fur et à mesure de l'étude pour chaque cas particulier rencontré.

Nous avons vérifié que nous avons bien des figures de corrosion et non des figures de syncristallisation par essuyage au tampon ouate et brossage sous l'eau. Nous n'avons jamais réussi à effacer les figures qui sont donc bien des figures de corrosion caractéristiques de l'état cristallin des métaux étudiés.

Nous avons cherché à utiliser des réactifs d'attaque n'impliquant pratiquement aucune attaque électrolytique, le polissage au bain de Jacquet mis à part, aucune attaque à chaud. Ceci offre un intérêt certain du point de vue manipulation.

TERMINOLOGIE DES ECHANTILLONS -

Nous appelons échantillon circonférenciel, un échantillon dont la surface est parallèle à la surface du tube, échantillon radial un échantillon dont le plan de la surface passe par l'axe du tube et échantillon en section un échantillon dont le plan est perpendiculaire à l'axe du tube.

ESSAIS PRELIMINAIRES -

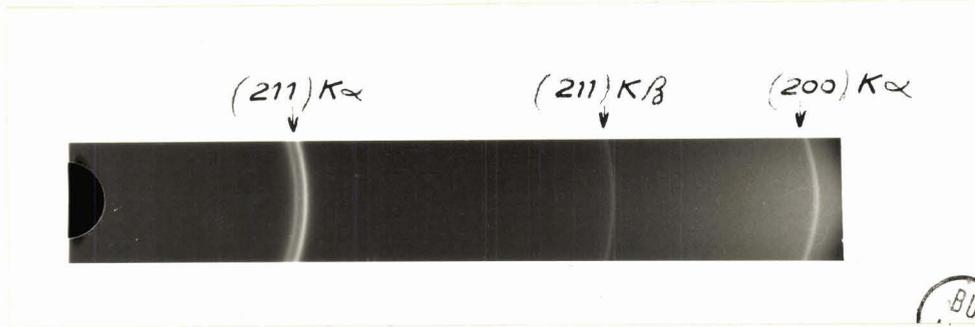
Nous avons d'abord effectué des diagrammes radiocristallographiques de Seemann Bohlin sur le fer, l'acier à 24 % de Cr et l'acier à 13 % de Cr de manière à montrer leur caractère ferritique ou semi ferritique (ferritique - martensitique). Nous donnons ces diagrammes ci-après.

Des dilatométries avec l'appareil Chevenard, vitesse 300° par heure, sur chacun des aciers à 24 % de Cr et 13 % de Cr, nous ont indiqué les points de transformation. Nous n'avons effectué aucune dilatométrie sur les aciers austénitiques qui ne présentent entre 0 et 1000 - 1.100° aucun point de transformation.

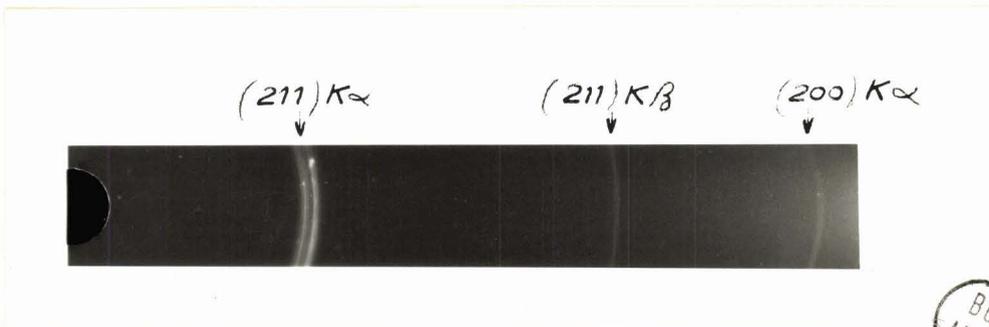
Nous donnons encore ci-après le diagramme Fe-Cr relevé dans "Métals Handbook" [16] et un diagramme montrant l'influence du carbone sur les diagrammes précédents [17] .

Figure 5 - DIAGRAMMES de SEEMANN - BOHLIN - ECHANTILLONS BRUTS DE FILAGE

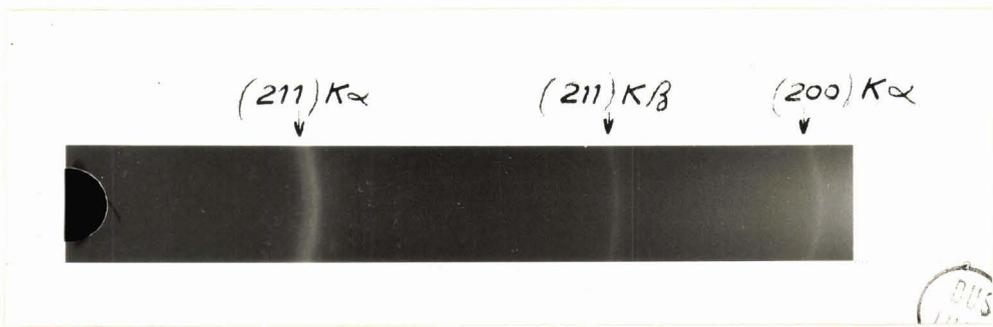
(Anticathode de chrome, rayonnement non filtré)



FER

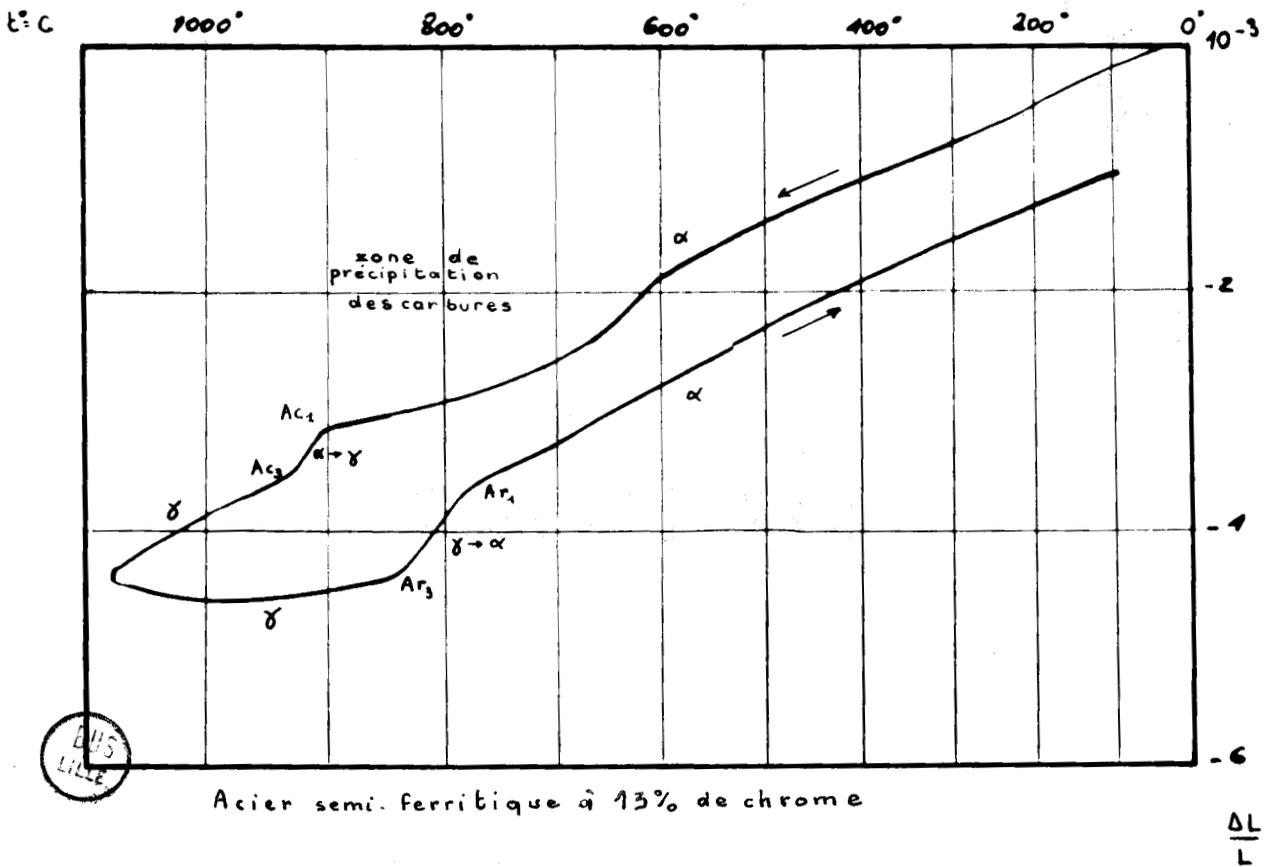
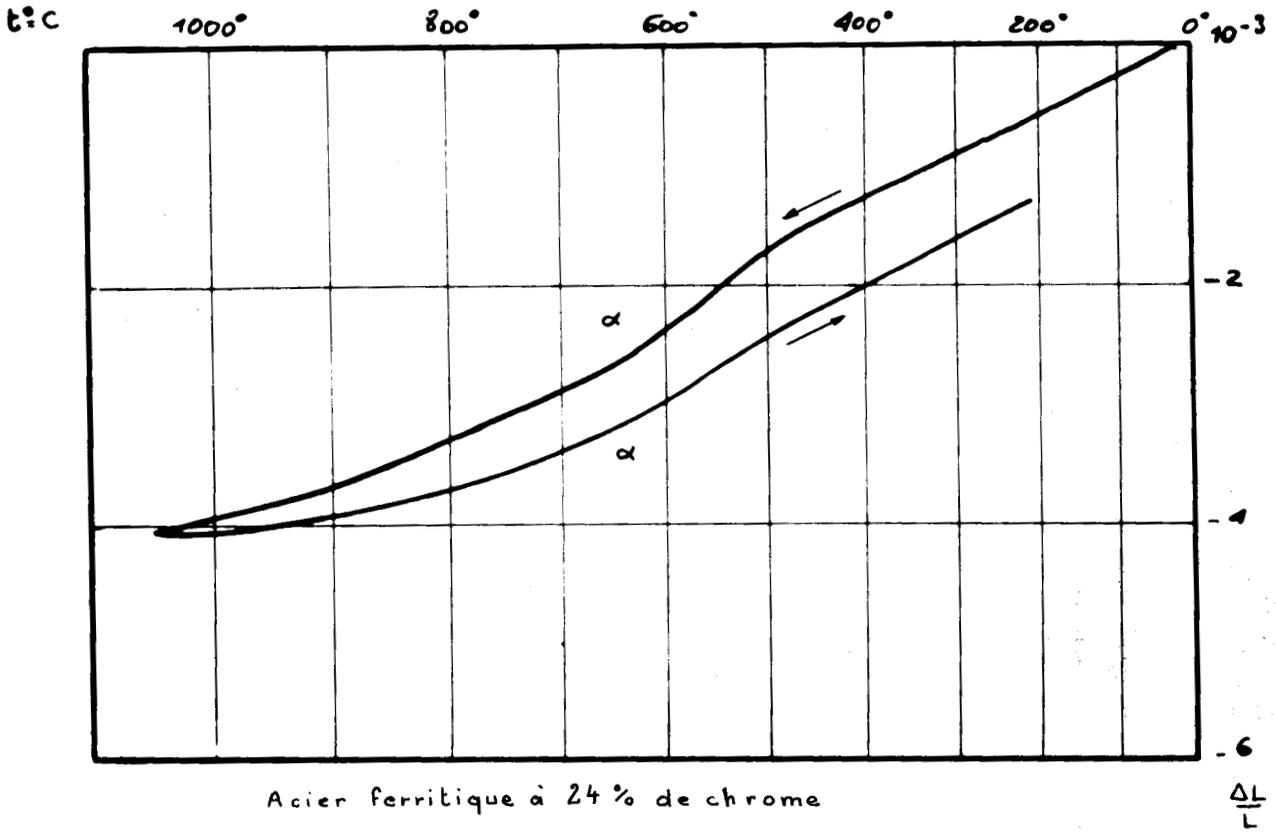


ACIER FERRITIQUE
à 24% de chrome



ACIER SEMI-FERRITIQUE
à 13 % de chrome

Figure 6 - COURBES DILATOMETRIQUES



EDS
LILLE

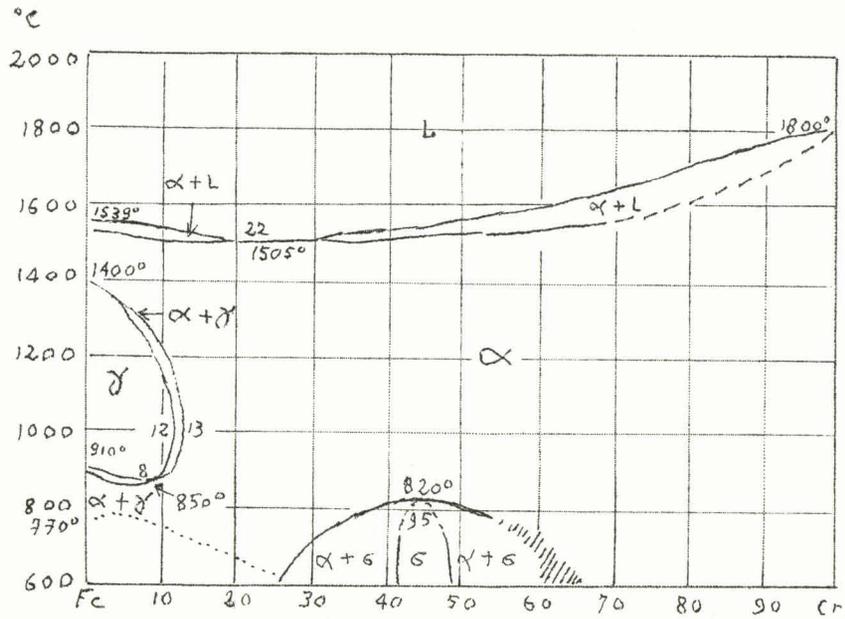


Figure 7

Diagramme Fe - Cr

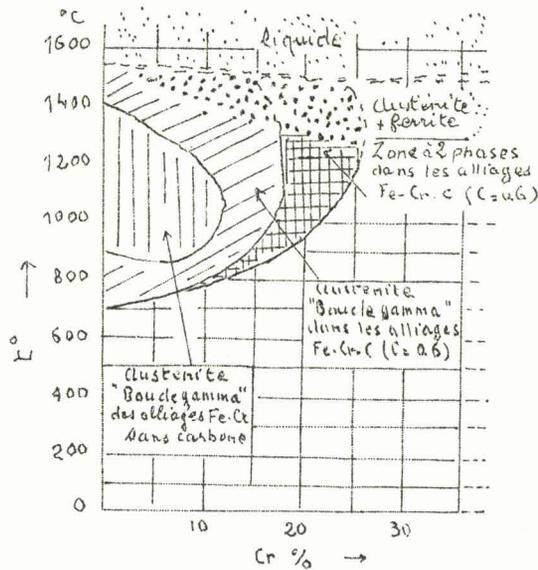
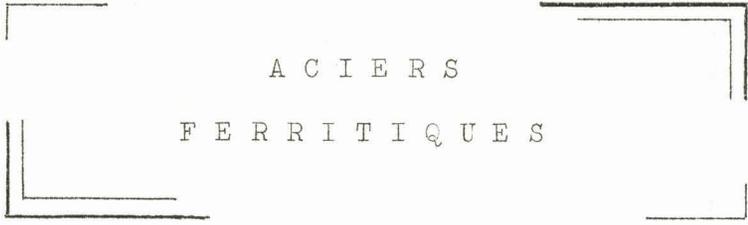


Figure 8

Influence de C dans les alliages Fe - Cr



A C I E R S

F E R R I T I Q U E S

CHAPITRE I

ACIER FERRITIQUE à 24 % DE CHROME

I N T R O D U C T I O N

Nous commencerons notre étude des textures sur des tubes filés à chaud en acier ferritique contenant 24 % de chrome. La composition exacte de cet acier a été donné précédemment.

Notre étude se subdivise en deux parties, dans lesquelles les méthodes utilisées pour mettre en évidence les textures sont semblables.

La première partie étudie, dans les tubes à l'état brut de filage, les textures et précise les méthodes utilisées ainsi que l'évolution et la mise au point des méthodes particulières d'obtention des figures de corrosion. Dans ce premier paragraphe, nous utilisons des micrographies classiques pour faire apparaître le fibrage mécanique quasi-macroscopique des tubes filés à chaud, les diagrammes radiocristallographiques de Laüe par transmission et les figures de corrosion. Nous donnons également un essai de choc confirmant l'existence des textures. Nous croyons intéressant dans ce début d'étude de donner intégralement les diverses techniques d'attaque conduisant à la production de figures de corrosion plus ou moins exploitables, qui nous ont permis d'aboutir à une technique rapide et simple d'attaque que nous utiliserons dans la suite de l'étude des échantillons de cet acier ayant subi des traitements thermiques.

Bien que le cliché dilatométrique ne présente aucune singularité, nous pensons qu'il est intéressant de traiter thermiquement cet acier d'une part pour vérifier les textures, d'autre part pour montrer que la méthode d'obtention des figures de corrosion utilisée est valable quelque soit la température à laquelle les échantillons ont été traités.

La seconde partie de l'étude de l'acier ferritique à 24 % consiste donc à étudier les textures d'échantillons traités thermiquement de 500 à 1200° à l'aide des diagrammes de Laüe par transmission et des figures de corrosion.

Nous verrons que cet acier filé à chaud, à partir des billettes, à 1150° + 30° pour aboutir au tube, possède une texture stable qui se décompose en une texture principale et en une texture secondaire mise surtout, pour cette dernière, en évidence à l'aide des figures de corrosion.

ACIER FERRITIQUE A 24 % DE CHROME
BRUT DE FILAGE

MICROGRAPHIES DE L'ACIER à 24 % Cr, BRUT DE FILAGE -

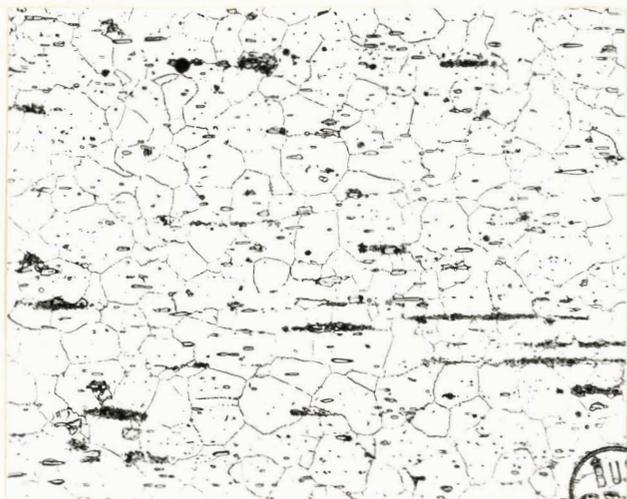
Les micrographies de cet acier ont été obtenues après attaque au réactif italien dont la position est la suivante :

- 1 g.5 d'acide picrique
- 10 cc d'acide chlorhydrique concentré 12 N
- 6 cc d'acide acétique
- 100 cc d'alcool éthylique

La durée de l'attaque est de 5" à la température de 55°C. Les micrographies mettent nettement en évidence une "macrotexture", un fibrage mécanique dont la direction importante est parallèle à la direction de filage, donc à l'axe du tube. On y distingue en particulier des carbures de chrome coalescés très allongés suivant les génératrices du tube d'origine. Ces carbures apparaissent circulaires pour l'échantillon en section.

Nous indiquons la direction de l'axe de filage par la notation DF.

Les micrographies sont "piquées" par le bain de Jacquet ce type d'acier est en effet très facilement sujet à ce phénomène quand le polissage dépasse quelques secondes.



Des précipités noirs qui suivent sensiblement des points de grains parallèles à la direction de filage apparaissent sur la micrographie à G x 100 (fig.9)

Figure 9 - G x 100

Echantillon circonférentiel
DF
→



Figure 10 - G x 600

Ces précipités sont détaillés sur la micrographie à G x 600 (figure 10)

Il s'agit vraisemblablement de martensite provenant de grains austénitiques à haute température.

DIAGRAMMES DE LAUE DE L'ACIER à 24 % Cr BRUT DE FILAGE -

Les diagrammes de Laue se présentent sous l'aspect de taches groupées en certaines zones du cliché.

L'étude de ces diagrammes et de leur projection stéréographique permet de se rendre compte qu'il existe dans le tube étudié une orientation préférentielle avec une certaine dispersion autour de cette direction principale.

La texture développée par le filage du tube est une texture

$$(100) \quad [011]$$

avec une dispersion de 6° autour de l'axe $[011]$ de 8° autour de l'axe $[001]$ pour la plupart des grains. Toutefois, quelques plans (011) peuvent prendre des orientations différentes de 45° de la direction de filage.

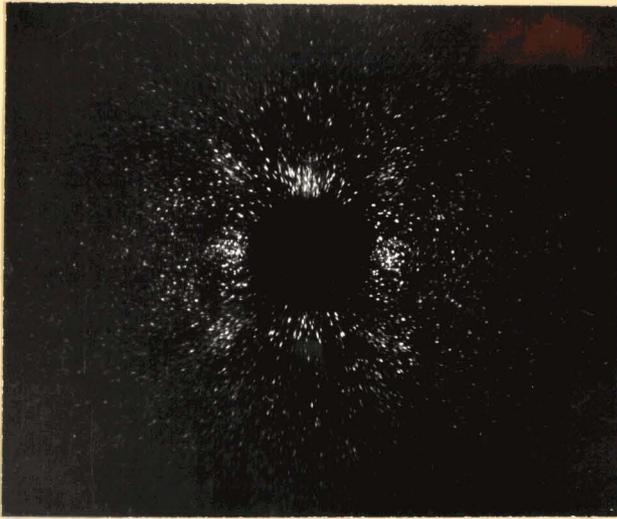
Les clichés de Laue obtenus sur des échantillons circonconférentiels montrent une symétrie d'ordre 4, donc un plan (100) est perpendiculaire au rayonnement incident, c'est à dire que ce plan (100) est parallèle à la surface du tube.

Les clichés de Laue obtenus sur des échantillons radiaux possèdent une symétrie d'ordre 2, ce qui indique qu'un axe du type $[110]$ est parallèle au rayonnement incident, donc que des plans du type (100) font un angle de 45° avec le plan de l'échantillon radial.

Nous donnons ci-après les diagrammes de Laüé obtenus avec une chambre dont la distance film - échantillon est de 50 mm. La tache centrale du film est piégée à l'aide d'une pastille de plomb. Le spectre utilisé est donné par une anticathode de molybdène.

Les deux clichés suivants ont été obtenus pour les caractéristiques :

haute tension : 40 KV
débit électronique : 7 mA
temps de pose : 2 heures



↑ DF

Figure 11

Echantillon circonférenciel



Figure 12

Echantillon radial



↑ DF



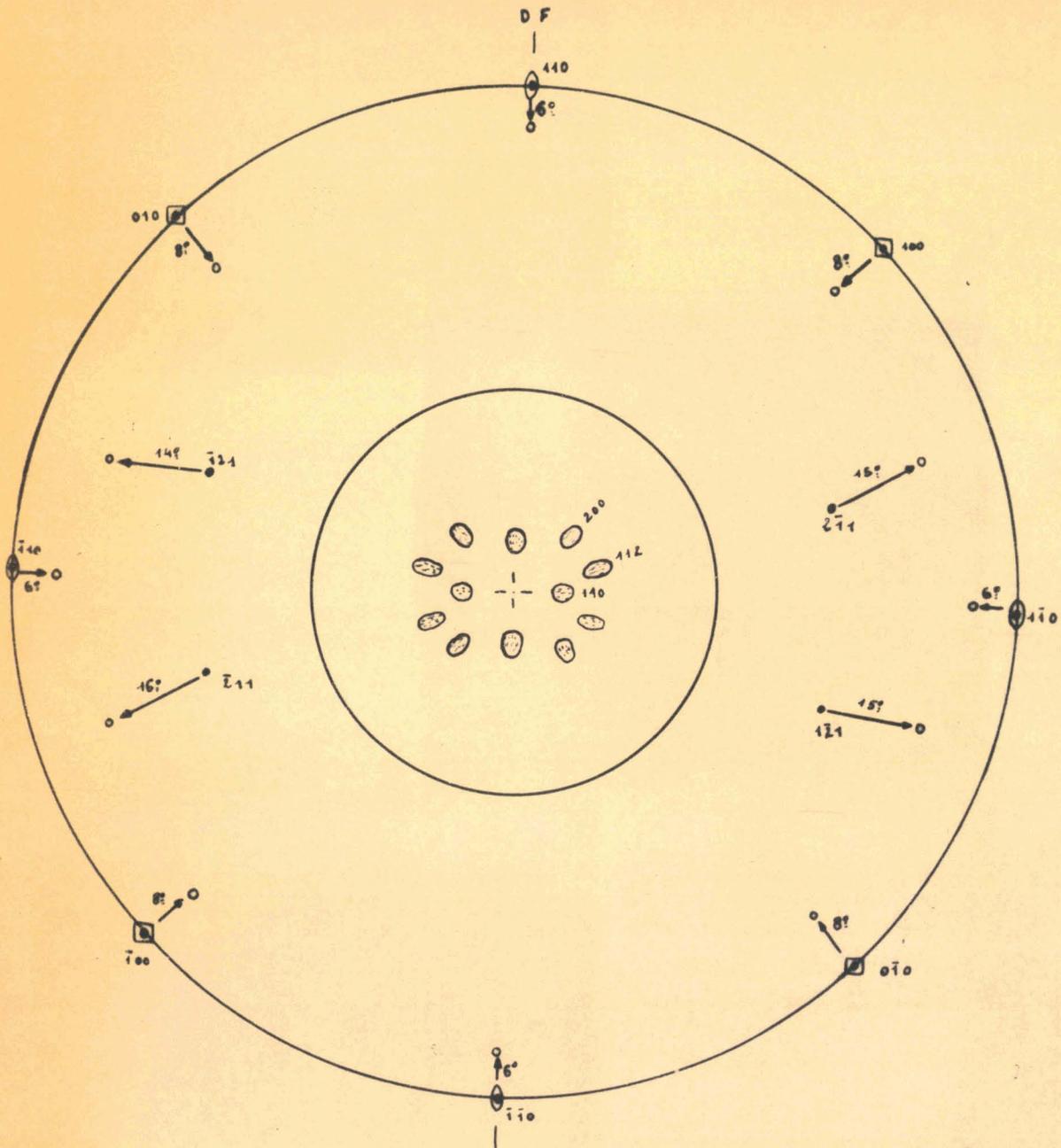


Fig.13 : Projection stéréographique
Echantillon circulaire

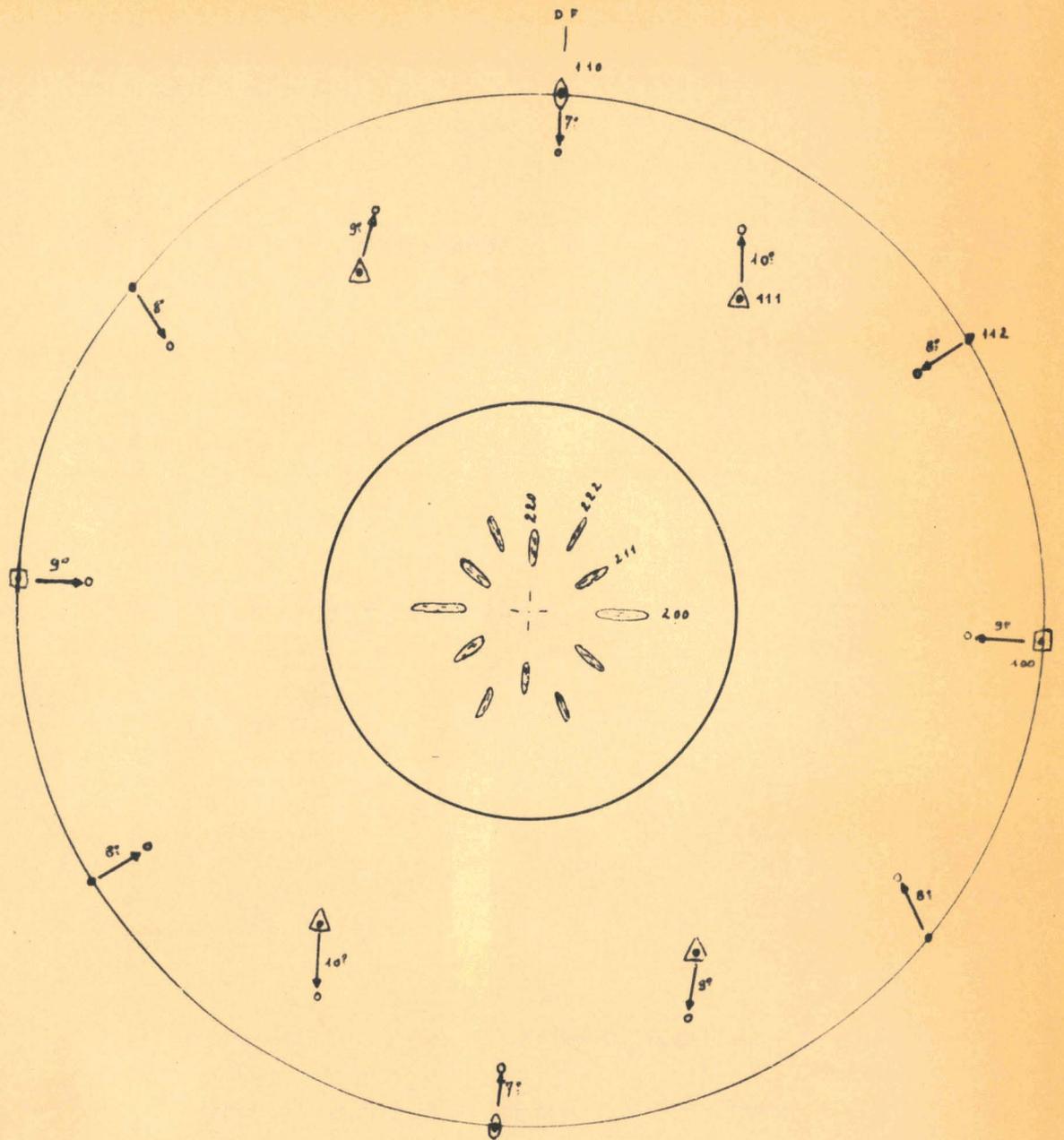


Fig.14 : Projection stéréographique
Echantillon radial

FIGURES DE CORROSION DE L'ACIER à 24 % de C BRUT DE FILAGE -

Nous avons éprouvé lors de nos premiers essais des difficultés à mettre en évidence que le métal possédait une orientation préférentielle par les figures de corrosion, les premiers réactifs donnant des figures de corrosion qui ne nous satisfont pas.

Après quelques tentatives, nous avons utilisé, pour l'acier à 24 % les réactifs micrographiques suivants :

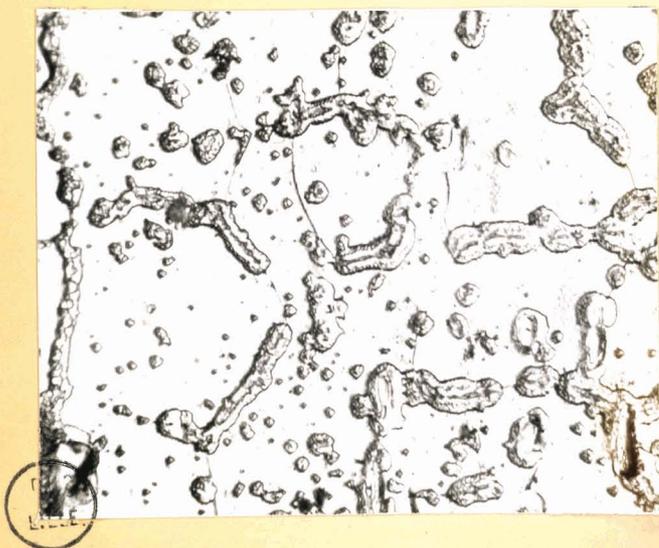
Réactif italien : 1 g.5 acide picrique
10 cc HCL concentré 12N
6 cc acide acétique
100 cc alcool éthylique

Réactif de Marble : 40 g. sulfate de cuivre
200 cc HCL concentré 12 N
200 cc d'eau distillée

Tous les échantillons ont d'abord subi un polissage électrolytique de 5" au bain de Jacquet.

Nous donnons dans ce qui suit les différentes attaques que nous avons mis au point lors de notre recherche. Ces différentes attaques peuvent en effet être exploitées pour mettre au point d'autres méthodes d'obtention de figures de corrosion.

Attaque par le réactif de Marble - 60 secondes
Echantillon circonférentiel



↑
DF



↑
DF

Fig. 15 - G x 600 - Lumière rasante

Fig. 16 - G x 600 - Lumière normale

Figures 15 et 16 - Attaque de 60 secondes par le réactif de Marble

Ces micrographies résultent d'un premier essai d'obtention de figures de corrosion sur l'acier ferritique à 24 % de chrome. Elles ont été respectivement obtenues en éclairage rasant et en éclairage normal.

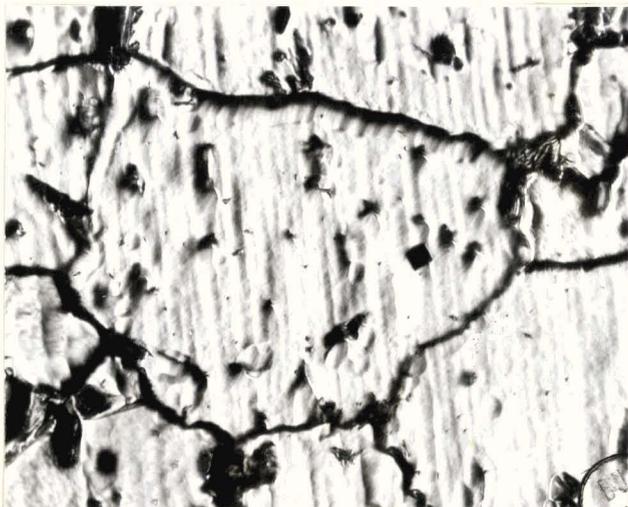
Le réactif de Marble, dont la composition a été définie précédemment, est un réactif assez vif. Quelques essais préliminaires m'avaient montré que la corrosion qu'il provoquait sur notre acier était quasiment ponctuelle, ceci m'a donc conduit à tenter une première attaque par ce réactif.

L'attaque dure 60 secondes. Elle met en évidence les plans d'indices (100) comme le montrent les micrographies, où ces plans apparaissent en relief quand on utilise l'éclairage rasant. Toutefois les contours des figures de corrosion se détachent plus nettement en éclairage normal avec mise au point sur la surface de l'échantillon.

L'utilisation du réactif de Marble pour des attaques de 60 secondes est certes exploitable ; dans notre cas la texture apparaît comme étant du type (100) [011] ce qui est en accord avec l'étude par les diagrammes de Laüe, mais il est nécessaire dans ce cas de prendre deux clichés micrographiques, l'un en lumière rasante, l'autre en lumière normale.

Aussi avons-nous préféré chercher d'autres procédés utilisant toutefois comme attaque de base, celle du réactif de Marble.

Attaque au réactif de Marble en 2 temps - Echantillon circonférenciel



↑
DF

Après un polissage au bain de Jacquet, une première attaque de 2 minutes par le réactif de Marble est suivie après rinçage à l'eau et séchage des échantillons par une seconde attaque de 1 minute par le même réactif.

Nous avons travaillé uniquement en lumière rasante : les microphotographies nous permettent de voir qu'apparaissent déjà des figures de corrosion exploitables, les unes en creux, les

Figure 17 - G x 600

autres en relief. Ces figures de corrosion carrées correspondent encore à des plans d'indices (100). De plus, "des bandes d'attaque" très marquées et sensiblement parallèles à l'axe du tube montrent la texture du métal.

Cette attaque ne nous satisfait pas encore, aussi avons-nous décidé d'essayer des "attaques combinées" utilisant plusieurs réactifs successifs, les uns "sensibilisant" la surface de l'échantillon, les autres donnant les figures de corrosion. Après plusieurs échecs, nous avons réussi à sentir une méthode qui nous servira aussi pour l'étude des échantillons traités thermiquement.

Attques combinées - Echantillon circonférenciel (Fig. 18)



Réactif italien 5 sec. à 55°
Bain de Jacquet 5 "
Réactif de Marble 60 sec.

↑
DF

Ce procédé ne nous a donné des résultats exploitables qu'en lumière normale. Les contours des figures obtenues commencent à être géométriquement bien définis. Nous avons de ce fait, procédé à partir de la méthode précédente, à une nouvelle série d'attaques.

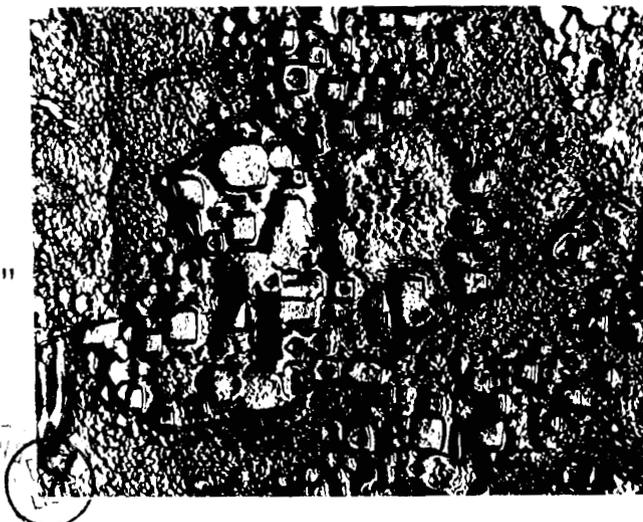
Figure 18 - G x 600

Attques combinées - Echantillon radial (fig. 19)

Bain de Jacquet : 5"
Réactif italien : 5" à 55°
Bain de Jacquet : 5"
Réactif de Marble : 3 minutes

Les microphotographies obtenues montrent de très nettes figures donnant des plans d'indices (100). Toutefois le métal est très largement "piqué" ce qui ne nous a nullement satisfait.

Nous avons donc décidé de supprimer l'attaque intermédiaire au bain de Jacquet, et de reprendre un temps d'attaque de 60" au réactif de Marble

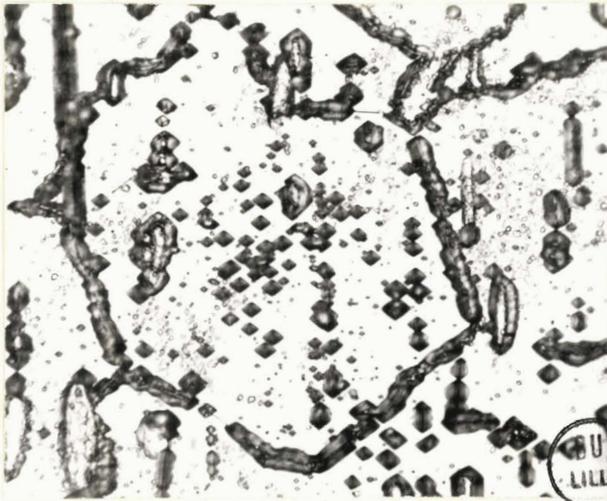


↑
DF

Figure 19 - G x 600

Attaques combinées -

Bain de Jacquet : 5"
Réactif italien : 5" à 55°
Réactif de Marble : 60"



↑
DF

Figure 20 - G x 600

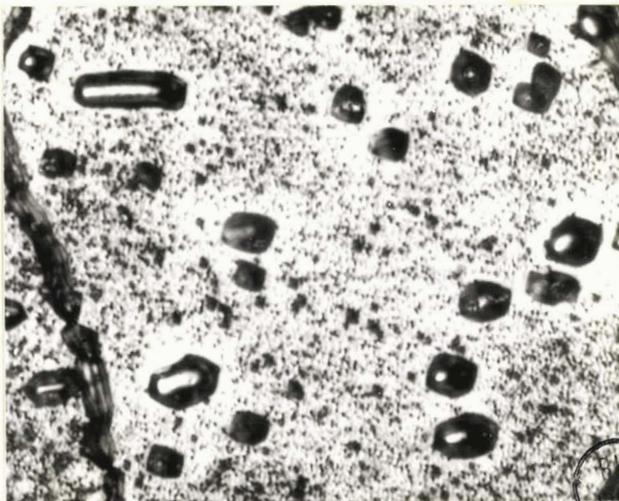
Echantillon radial



↑
DF

Figure 21 - G x 600

Echantillon circonférenciel



↑
rayon du
tube

Figure 22 - G x 1000

lumière rasante

Echantillon dont la surface est située sur une hélice faisant 45° avec une génératrice du tube.

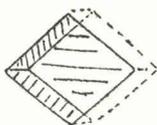
Figures 20 à 22 : Bain de Jacquet : 5"
 Réactif italien : 5"
 Réactif de Marble : 60"

Les micrographies obtenues par cette attaque montrent des figures de corrosion dont la définition est très fine. Sur les échantillons circonférenciels apparaissent des figures carrées dont l'orientation principale est du type (100) . [011]. Sur les échantillons radiaux, des losanges de corrosion permettent d'observer la textures du métal. Nous donnons plus loin les mécanismes présumés de ce type d'attaque.

L'aspect large des joints de grains provient de l'attaque par le réactif italien qui met facilement en évidence les joints de grain.

L'attaque utilisée permet facilement de mettre en évidence la symétrie des figures obtenues. Les losanges sont en effet striés parallèlement à la direction de filage, avec une strie renforcée suivant la plus petite diagonale : les carrés montrent leurs diagonales perpendiculaires. Nous avons donc des figures de symétrie respective 2 et 4.

La difficulté de ce type d'attaque réside dans le premier polissage électrolytique au bain de Jacquet. Il est en effet nécessaire que ce dernier soit vieilli mais non usé par le passage d'un courant électrique trop important. Nous nous sommes rendus compte de l'effet du premier polissage quand nous avons cherché à effectuer les microphotographies des échantillons dont les plans sont parallèles à une hélice faisant 45° avec l'axe du tube, comme le montre d'ailleurs la figure 22 où le bain de Jacquet avait auparavant été soumis à une intensité électrique trop importante. L'aspect de cette dernière micrographie est presque celui d'une corrosion généralisée incontrôlée. Nous distinguons sur ce dernier cliché la répartition normale des textures mises en évidence précédemment mais l'aspect des figures de corrosion n'est que peu exploitable du fait que le plan de l'échantillon est assez noirci par la corrosion qui s'y développe. Nous arrivons cependant à distinguer des formes cubiques où trois faces apparaissent comme le montre le schéma suivant



Nous avons, à la suite de cette mise au point, pour les essais sur les échantillons, traités thermiquement de l'acier ferritique à 24 % de chrome, décidé d'effectuer ce mode d'attaque sur les échantillons circonférenciels et radiaux qui, du point de vue découpe des surfaces, sont plus facilement obtenus.

Nous remarquerons encore sur ces micrographies que la densité des figures de corrosion est plus importante au centre du grain que près du joint de grain.

FIGURES DE CORROSION MISES EN EVIDENCE PAR L'ATTAQUE AU REACTIF ITALIEN SUIVIE DE L'ATTAQUE AU REACTIF DE MARBLE 60" -

On sait que les figures de corrosion ont leur symétrie régie par la symétrie de la face attaquée, c'est-à-dire que les éléments déterminant la symétrie sont les plans et axes de symétrie du cristal normaux à la face attaquée.

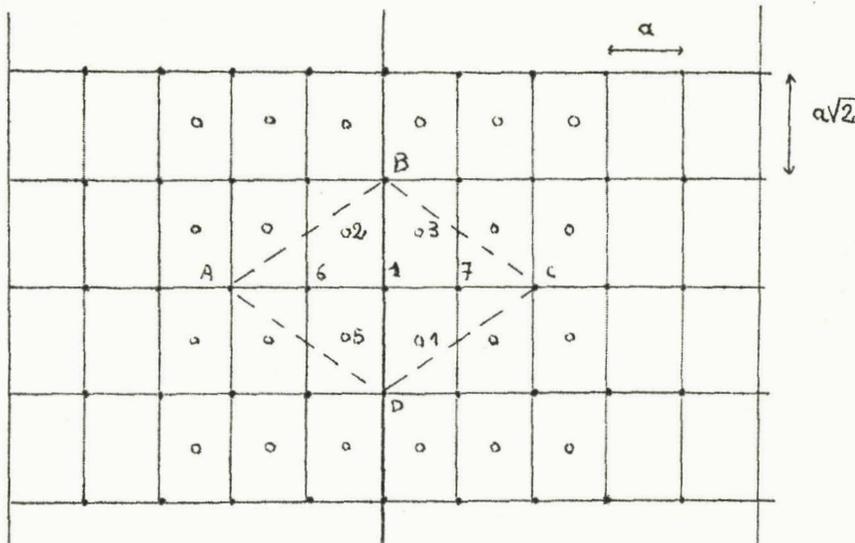
Les figures obtenues pour notre acier ferritique à 24 % de chrome présentent pour les échantillons circonférenciels, des formes carrées donc de symétrie 4 et pour les échantillons radiaux des formes en losange dont la plus petite diagonale est parallèle à la direction du filage, donc à l'axe du tube, de symétrie 2. Ceci signifie donc que les cubes élémentaires ont une face parallèle à la surface du tube et que cette face possède une diagonale parallèle à l'axe du tube.

MECANISME D'ATTAQUE -

Pour expliquer pourquoi les figures de corrosion sur les échantillons radiaux sont des losanges, nous nous placerons d'un point de vue cinétique, à l'échelon du cristal élémentaire.

Pour cela, nous schématiserons le réseau cristallin et expliciterons les distances interatomiques des atomes.

Nous appellerons a le paramètre cristallin de la maille cubique centrée élémentaire et nous projèterons le réseau sur le plan de l'échantillon radial.



Les angles aux sommets des losanges sont de 70° et 110° environ.

On a donc la tangente de la moitié de l'angle le plus petit qui vaut

$$\text{tg } 35^\circ = 0,700 \text{ env.}$$

Sur le schéma ci-contre :

$$\text{tg } \widehat{BCA} = \frac{\sqrt{2}}{2} = 0.707$$

- Atome aux sommets de la maille
- Atome au centre de la maille

Nous donnons maintenant les distances entre les atomes du réseau, en prenant l'atome 1 comme origine.

1 - 2 1 - 3 1 - 4 1 - 5	$a \frac{\sqrt{3}}{4}$
1 - 6 1 - 7	a
1 - 1' 1 - B 1 - D	$a \sqrt{2}$

L'atome repéré 1' est situé immédiatement au-dessous de l'atome 1.

Supposons que l'atome 1 soit le premier atome attaqué. Ses plus proches voisins sont 2, 3, 4, 5. Si on admet que les vitesses de corrosion suivant les différents axes cristallographiques sont voisines, les atomes 2, 3, 4, 5 seront les premiers attaqués après l'atome 1, puis ce seront les atomes B, D et 1'. Avant que ces derniers ne soient attaqués, nous voyons que les losanges tracés en pointillé sur le schéma sont semblables aux figures de corrosion expérimentales.

Raisonnons sur la surface de l'échantillon.

Les vitesses de propagation de la corrosion à partir d'un centre ou germe provenant de la première attaque au réactif italien étant supposées constantes, la corrosion se manifestera $\sqrt{2}$ fois moins vite suivant un axe parallèle à DF que suivant l'axe diamétral qui lui est perpendiculaire. Autrement dit la forme des figures de corrosion ne dépendra que des distances interatomiques. Ceci peut éventuellement montrer que les vitesses de corrosion, pour notre système d'attaque, sont sensiblement les mêmes suivant les axes du type [100] et [110] car les losanges restent pour chaque échantillon semblables à eux-mêmes.

Notre attaque se propage suivant les axes cristallographiques, elle progresse à partir d'un centre suivant les différents vecteurs reliant les atomes.

Figure 23 - $\text{SO}_4 \text{H}^2$ à 5 % - 2 heures
Echantillon circonférenciel

Nous avons effectué cette attaque après l'étude de

l'acier semi-ferritique à 13 % de chrome où nous l'avions mis au point. Elle ne nous sert que de confirmation à l'attaque combinée par le réactif italien et le réactif de Marble, tout en nous permettant d'avoir une attaque donnant des résultats positifs sur des aciers contenant un pourcentage différent de chrome, aciers ferritiques ou à tendance ferritique.

Les figures obtenues mettent bien en évidence la prédominance de l'acier à 24 % de chrome à posséder des plans (100) parallèle à la surface du tube. Nous avons d'ailleurs trouvé par observation au microscope que la texture était principalement du type (100). [011]. Nous y trouvons également des grains à texture cubique (100) [010] mais en moins grand nombre.

La figure 23 offre en effet en plus de cette mise en évidence de texture d'autres aspects intéressants. La micrographie a été prise à cheval sur plusieurs grains adjacents de manière à montrer la rotation des plans cristallographiques pour passer de l'orientation cristalline dans un grain à l'orientation cristalline dans le grain voisin. Nous voyons apparaître sur ce cliché les orientations déjà détectées :

(100) [011] et (100) [010]

Nous trouvons encore sur la figure 23 des plans en rotation au voisinage du joint de grains, entre le grain montrant des figures triangulaires et le grain situé à la partie supérieure droite du cliché.



Figure 23

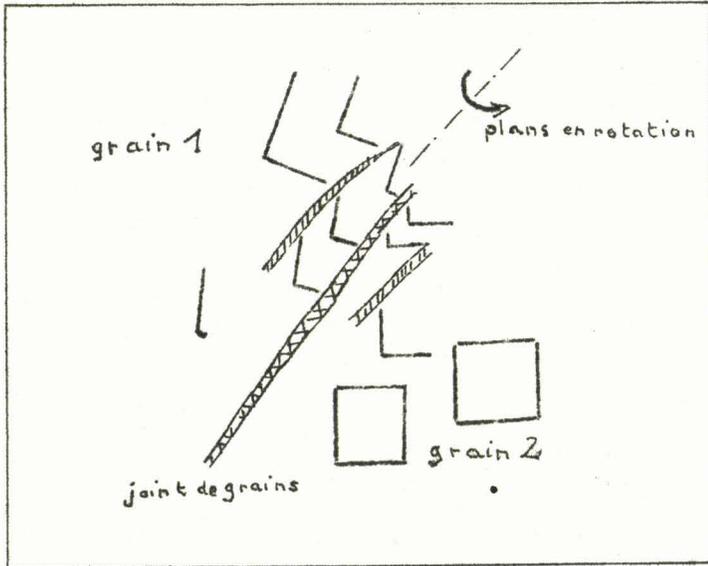
↑
DF

G x 1000

Echantillon
circonférenciel

Nous avons schématisé ci-après la rotation des plans cristallographiques pour passer du grain 1 au grain 2. La rotation semble se faire en deux temps. En allant du grain 1 au grain 2, on

trouvera d'abord une première ligne de dislocation à faible désorientation, puis on traverse le joint de grains proprement dit après lequel l'orientation des plans cristallins devient très proche de celle du grain 2.



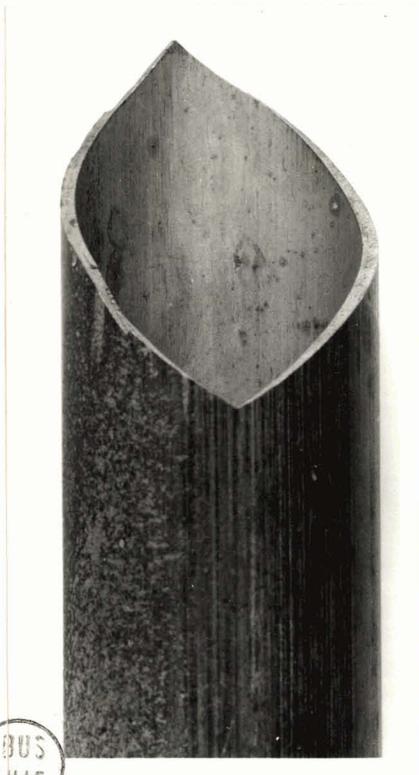
La rotation est de 24° environ entre les grains 1 et 2.

Les deux bandes hachurées, situées de part et d'autre du joint de grains sont des sous joints de grains. On y remarque une légère désorientation des plans adjacents.

Figure 24

CASSURE OBTENUE PAR CHOC OU EVASEMENT SUR UN TUBE BRUT DE FILAGE DE L'ACIER à 24 % de CHROME -

Divers essais de rupture, tels qu'évasement, choc, nous ont montré que le métal se cassait suivant des hélices faisant un angle de 45° avec les génératrices du tube.



La photographie ci-contre montre ce fait après un choc sur une génératrice de tube.

L'angle aigu supérieur est de $90^\circ \pm 10^\circ$, l'angle inférieur de $110^\circ \pm 10^\circ$. Ce genre de cassure nous a conduits à penser que le métal est anisotrope ; la symétrie presque parfaite de la photographie ci-contre est sans doute due à une rupture suivant des plans cristallins identiques.

Des essais d'évasement sur une machine Amsler de 10 T avec un cône de 60° ont donné des cassures hélicoïdales faisant un angle de 45° avec les génératrices du tube.

Ce type d'essai est très simple.

Fig. 25



ACIER FERRITIQUE A 24 % DE CHROME
TRAITE ENTRE 500 et 1.200°C

Nous avons traité thermiquement l'acier à 24% de chrome à des températures échelonnées de 500 à 1.200° de 100 en 100 degrés. Les échantillons ont été ensuite refroidis à l'air. Ces traitements ont été effectués au four Adamel.

La précision est de l'ordre de 30 secondes sur les temps.

Ces différents échantillons ont ensuite été passés aux rayons X pour obtenir les diagrammes de Laue et aux attaques permettant d'étudier les textures par les figures de corrosion.

DIAGRAMMES DE LAUE SUR LES ECHANTILLONS CIRCONFERENCELS -

Conditions de l'essai :

Haute tension : 40 KV
Débit électronique : 7 mA
Temps de pose : 2 h.

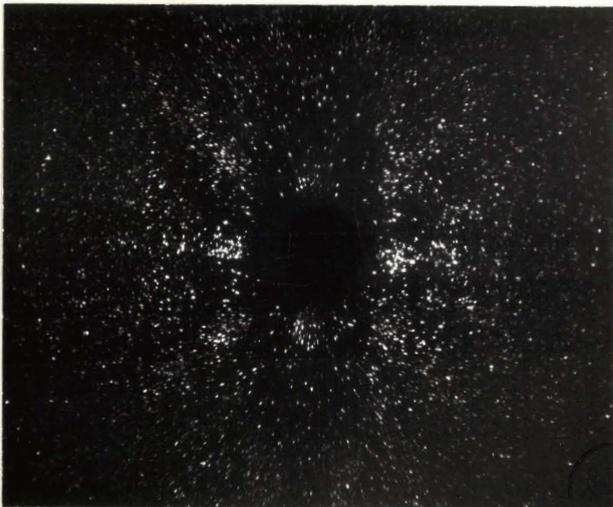


fig.26 - Echantillon traité à 900° C



Fig.27 - Echantillon traité à 1200°C

Les diagrammes de Laüe obtenus pour les échantillons traités pendant 30 minutes à 900 et 1200° ne montrent aucune variation marquée de texture, qui reste de la forme, pour le plus grand nombre de grains :

(100) [011]

Les taches plus larges du diagramme de la figure 25 correspondent à un grossissement du grain : ceci est en accord avec les résultats de l'étude par les figures de corrosion.

Nous avons toujours une répartition des pôles [011] qui s'étalent jusqu'à environ 40 à 45° de part et d'autre de la direction de filage.

Le diagramme de Laüe de l'échantillon traité à 1200°C montre une tendance plus grande des grains à posséder la texture (100) [011] ce qui pourrait être un indice de recristallisation.

ETUDE PAR LES FIGURES DE CORROSION -

Les figures d'attaque ont été obtenues par la méthode exposée précédemment :

Bain de Jacquet : 5"
Réactif italien : 5" à 55°
Réactif de Marble : 60"

Les essais suivants ont été menés de manière rigoureusement identique. Les divers échantillons ont été attaqués au réactif de Marble neuf de manière à ne pas utiliser de bain pollué.

Les micrographies des différents échantillons ne montrent aucune évolution de la texture initiale du métal. Nous retrouvons la texture (100) [011] avec des variations d'orientation des plans (011) d'environ 45° de part et d'autre de la direction de filage.

Nous remarquons sur les micrographies que les échantillons traités aux températures de 700 - 800 et 900° montrent des joints de grains très "minces". Ceci est vraisemblablement lié à la précipitation des carbures dans cette zone de température. Les figures de corrosion ont été obtenues sur les échantillons circonférentiels et radiaux.

ECHANTILLONS TRAITES THERMIQUEMENT



Fig.28 : G x 600 - Ech. circonfer. traité à 500°C



Fig.29 : G x 600 - Echant. radial traité à 500°C

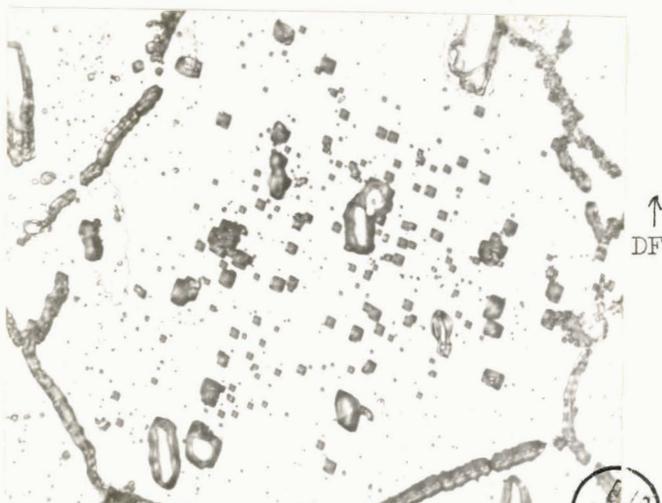


Fig.30 : G x 600 - Ech. circonfer. traité à 600°C

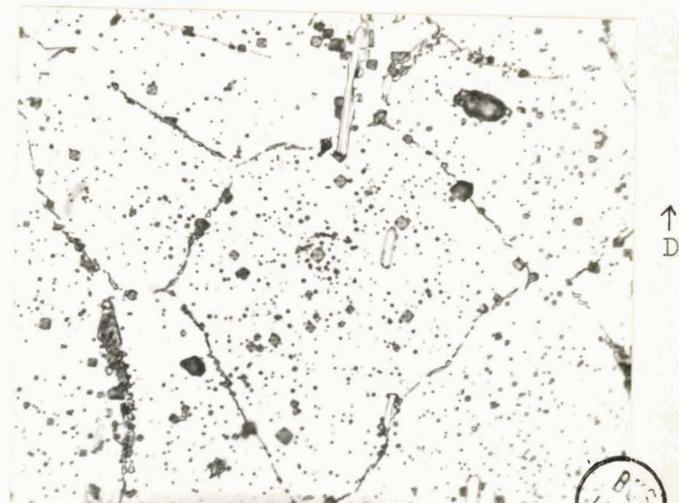


Fig.31 : G x 600 - Ech. circonfer. traité à 700°C



Fig.32 : G x 600 - Ech. Circonfér. traité à 800°C



Fig.33 : G x 600 - Echant. radial traité à 800°C

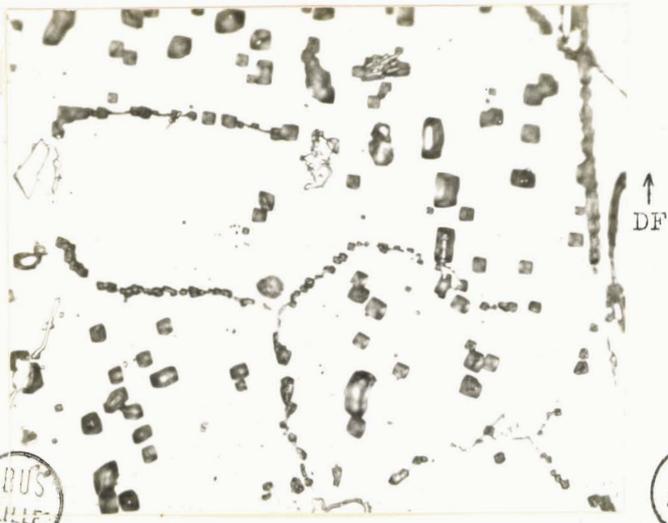


Fig. 34 : G x 600 - Ech. circonf.
traité à 900°C

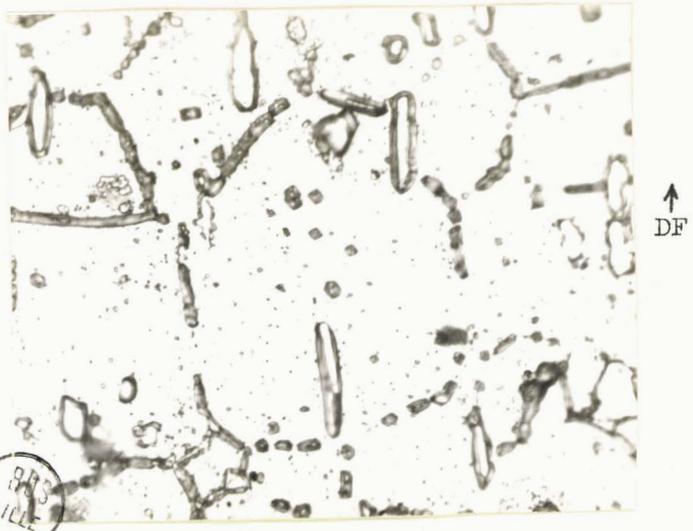


Fig. 35 : Echantil. circonférenciel
traité à 1.000°C



Fig. 36 : Echant. circonférenciel
traité à 1.100°C



Fig. 37 : G x 600 - Ech. circonf.
traité à 1.200°C

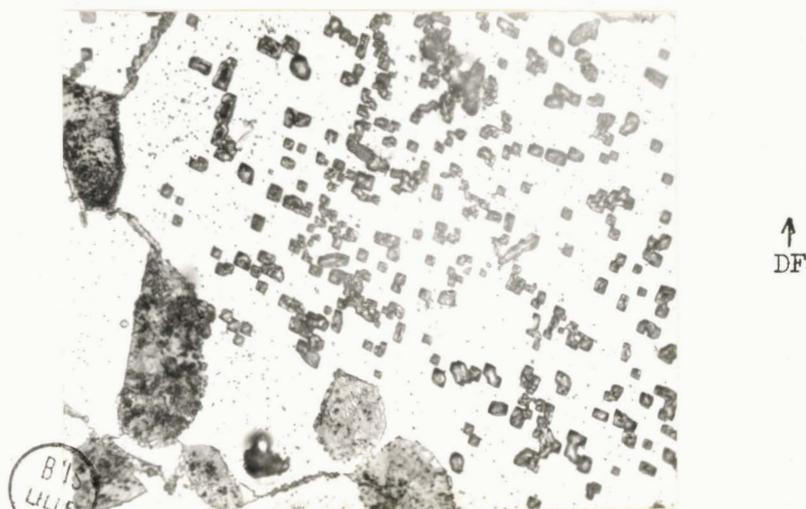


Fig. 38 : G x 600 - Ech. circonf.
traité à 1.200°C

ETUDE des MICROGRAPHIES DES FIGURES DE CORROSION OBTENUES POUR LES ECHANTILLONS TRAITES A DES TEMPERATURES S'ECHELONNANT DE 500° à 1200°C

- Echantillons traités à 500°C : fig. 28 et 29

Les micrographies obtenues montrent les textures (100) $[011]$ et (100) $[010]$. Cette dernière texture correspond à un cube dont un plan (011) a tourné à 45° par rapport à l'axe du tube.

Nous remarquons que les joints de grains n'ont pas été totalement attaqués, certains de ces joints montrent un aspect filiforme ponctué quelquefois par des figures de corrosion. Au voisinage de ces joints filiformes, ils ne se trouvent que peu ou pas de figures d'attaque, lesquelles se groupent surtout vers le centre du grain. Cette observation a déjà été faite pour les échantillons bruts de filage. La figure 29 montre un alignement de figures de corrosion sur un trait résiduel de polissage. Ceci nous permet donc de dire que les figures de corrosion sont, soit alignées suivant des courbes et à ce moment on a affaire à un joint ou à un trait ou défaut long de polissage, soit individuelles et à ce moment elles se situent au coeur du grain.

L'observation attentive des figures ponctuées des micrographies montrent qu'elles sont de la même forme que les figures plus importantes, donc carrées pour les échantillons circonférenciels et en losange pour les échantillons radiaux.

- Echantillons traités à 600°C : fig. 30

Nous pouvons reprendre toutes les observations faites pour les échantillons traités à 500°C.

Toutefois la texture (100) $[011]$ est plus nette, que ce soit pour les échantillons circonférenciels ou les échantillons radiaux. Quelques grains montrent encore la texture extrême (100) $[010]$.

- Echantillons traités à 700°C : fig. 31

La texture n'évolue pas, elle reste du type (100) $[011]$ pour la majorité des grains.

La seule différence d'aspect des micrographies réside dans le fait que les joints de grains sont moins attaqués que précédemment. Nous pensons que ceci est lié à la dissolution des carbures qui commence vers cette température.

- Echantillons traités à 800°C : Fig. 32 - 33

Les figures de corrosion de cet échantillon mettent toujours en évidence la texture principale (100). $[011]$ et on y voit

également des grains de texture (100) [010]

Comme pour les échantillons traités à 700°C les joints de grains sont très étroits, peu marqués.

La figure 33 met également en évidence les textures (100) [011] + (100) [010]. On y distingue aussi un grain qui présente des losanges de corrosion à petite diagonale perpendiculaire à la direction de filage donc de texture (110). [001].

- Echantillons traités à 900°C : Fig. 34

La texture est encore ici du type (100) . [011] avec quelques grains de texture (100) . [010]

Les joints de grains encore minces commencent à être attaqués plus fortement que pour les échantillons ayant subi les traitements à 700° et 800°.

- Echantillons traités à 1.000°C : Fig. 35

Ces micrographies mettent toujours en évidence les mêmes textures (100) . [011] + (100) . [010].

Les joints de grains apparaissent ici sensiblement identiques en largeur que ceux des échantillons bruts de filage et traités à 500 et 600°.

- Echantillons traités à 1.100°C : Fig. 36

Les figures de corrosion sont ténues sur les échantillons circonférenciels et radiaux.

Nous y retrouvons toujours la même texture (100). [011] + (100) . [010]. Les joints de grains sont redevenus pratiquement normaux. Nous voyons, à ce stade, des plages blanches, mal définies en contour, que nous pensons être des grains d'austénite résiduelle formée à cette température.

- Echantillons traités à 1.200°C : Fig. 37 - 38

La texture n'évolue toujours pas, malgré un grossissement accentué des grains, elle est du type (100). [011] + (100) . [010]. Nous voyons apparaître aux joints de grains des taches foncées ponctuées, alors que certains joints des grains disparaissent. Ceci est particulièrement visible sur la figure 38. Ces amas proviennent vraisemblablement du rassemblement lors du déplacement du joint des précipités qui s'y trouvent.

La figure 37 montre des grains d'austénite résiduelle due à la température élevée de traitement.

Nous avons fait des diagrammes radiocristallographiques de Seemann Bohlin sur cet échantillon traité à 1.200°C pour tenter de trouver les raies de l'austénite mais le faible pourcentage de cette dernière par rapport à la matière ferritique ne permet pas d'en obtenir le spectre caractéristique.

Il faut noter que l'observation au microscope optique des échantillons montre une tendance du métal à posséder un nombre de grains de texture (100). [011] plus important. Nous avons déjà fait cette observation sur les diagrammes de Laüe.

CONCLUSIONS DE L'ETUDE DE L'ACIER
FERRITIQUE A 24% DE CHROME

L'étude précédente nous a permis de mettre en évidence la texture de tubes en acier ferritique à 24% de chrome filés à chaud par le procédé de filage au verre et de nous rendre compte de la parfaite stabilité de cette orientation préférentielle après des traitements thermiques de 30 minutes échelonnés de 500° C à 1200° C.

La texture principale est du type texture cylindrique c'est-à-dire :

$$(100) . [011]$$

Le plan (100) étant parallèle à la surface du tube, la direction [011] parallèle à l'axe du tube. C'est ce qui apparaît sur les diagrammes de Laue de manière statistique. Ceci montre en particulier en accord avec Barrett (1) qu'ils existent dans la déformation des efforts importants de compression suivant les rayons du tube.

La texture précédente est accompagnée d'une texture que nous avons appelé texture secondaire mise en évidence surtout par la méthode de figures de corrosion; cette texture secondaire est du type cubique.

$$(100) . [010]$$

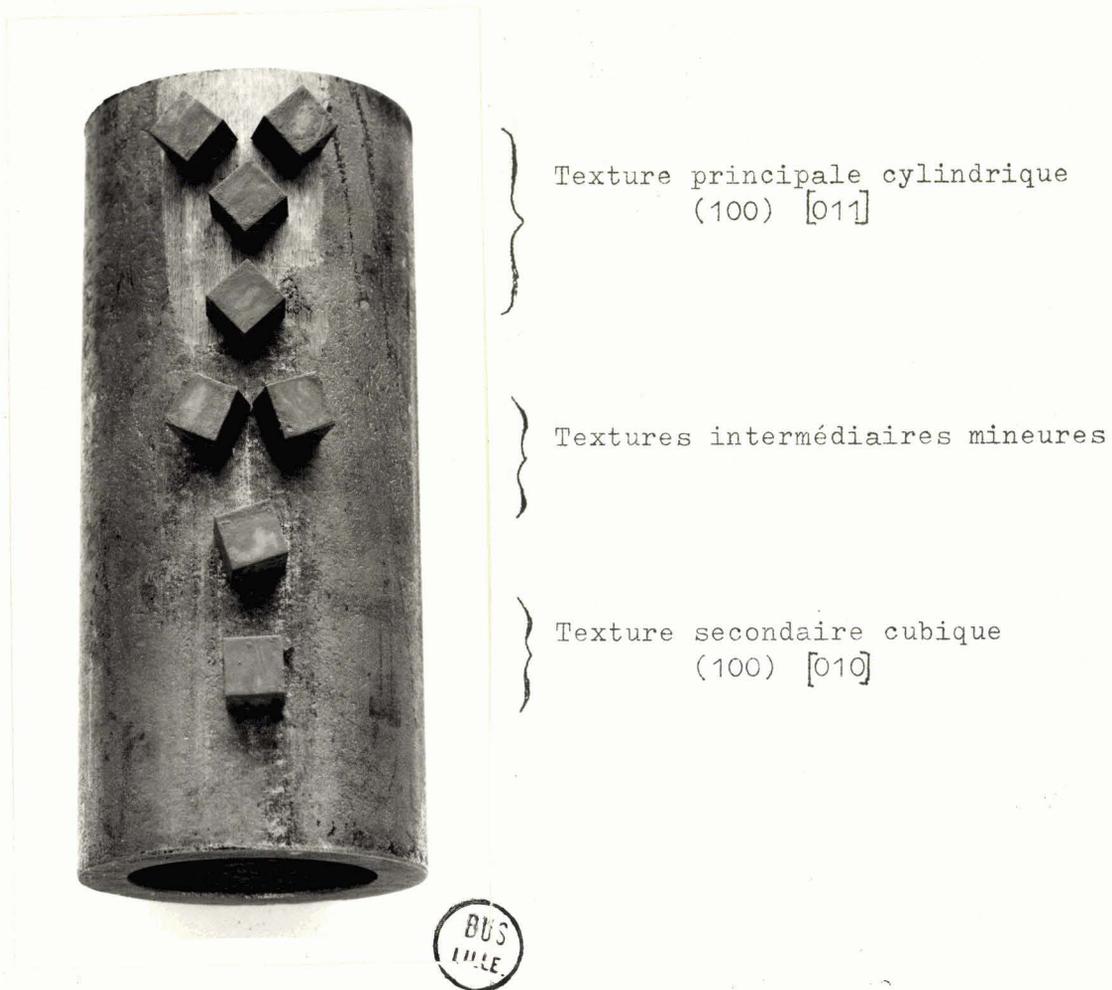
Cette texture secondaire semble d'ailleurs s'atténuer pour des températures de traitement de l'ordre de 1200° C.

Le fibrage mécanique se conserve malgré les traitements thermiques effectués. En particulier, les microphotographies montrent que les carbures de chrome coalescés restent allongés et parallèles à la direction de filage. Nous pensons que ce sont ces derniers, plus durs que la ferrite qui les environne qui obligent celle-ci à s'écouler irrégulièrement et permettent d'obtenir avec la texture principale cylindrique une texture secondaire cubique.

L'utilisation de la méthode des figures de corrosion nous a permis de mettre au point divers procédés d'attaque que nous croyons intéressants pour la mise en évidence des orientations de produits mécaniquement traités de cet acier, à froid ou à chaud, ou tout au moins pour un contrôle rapide des orientations dans des produits manufacturés. Le procédé utilisé est d'autant plus intéressant qu'il est valable pour un large éventail de températures.

Ci-après, en résumé de cette étude, nous avons reproduit une photographie schématique de l'orientation des mailles cristallines élémentaires dans la paroi du tube examiné.

Figure 39 : Schéma de la position des mailles cubiques dans le tube



CHAPITRE II

ACIER SEMI-FERRITIQUE à 13 % DE CHROME

I N T R O D U C T I O N

Comme précédemment, nous diviserons l'étude de cet acier semi-ferritique à 13 % de chrome, dont la composition est donnée au début de l'étude expérimentale, en deux parties.

La première partie étudie les textures des échantillons de tubes bruts de filage, précise les méthodes utilisées. Le fibrage mécanique est mis en évidence par des méthodes micrographiques classiques. Les diagrammes de Laüé ne présentent aucune difficulté : l'obtention des figures d'attaque est pour cet acier plus délicate car il apparaît comme se composant de bandes de martensite et de bandes de ferrite. Nous avons donc été conduit à effectuer l'attaque micrographique en deux temps : d'abord faire apparaître l'orientation préférentielle dans la martensite puis la mise en évidence par de véritables figures de corrosion de la ferrite orientée.

Des essais d'évasement nous ont permis d'obtenir des ruptures hélicoïdales dans le corps du tube faisant un angle de 45° avec les génératrices du tube. Le cliché dilatométrique de cet acier montre des points de transformation. Nous avons donc décidé d'effectuer dans la seconde partie de l'étude, des traitements thermiques de cet acier jusque 1.200°C .

Nous avons pu montrer que les méthodes d'attaque donnant des figures de corrosion sont valables quelque soit la température de traitement. Certains clichés montrent de plus que la texture est consécutive à une rotation du réseau cristallin, les glissements successifs des plans cristallographiques permettant d'aboutir à la texture cylindrique caractéristique de ces tubes filés à chaud. Ces clichés affirment l'idée que les textures résultent de glissements par rotation du réseau (Barrett : Structure des métaux (1)).

ACIER SEMI-FERRITIQUE à 13 % DE CHROME
BRUT DE FILAGE

MICROGRAPHIES DE L'ACIER à 13 % BRUT DE FILAGE -

Comme pour l'acier à 24 % de chrome le "fibrage mécanique" apparaît sur les micrographies. Les grains sont allongés dans la direction de filage et forment des bandes alternées de ferrite et de martensite.

La méthode d'attaque est la suivante :

- polissage électrolytique au bain de Jacquet 5"
- attaque au réactif italien 5" à 55°

Les piqures qui apparaissent sur les micrographies sont dues au polissage électrolytique. Ce type d'acier est extrêmement sensible à ce phénomène. Aussi n'avons-nous fait ce polissage que pour éliminer les rayures du polissage mécanique avec pour unique souci la mise en évidence du fibrage mécanique.



Figure 40 : G x 100

Echantillon circonférenciel

→
DF



DIAGRAMMES DE LAUE DE L'ACIER à 13 % Cr, BRUT DE FILAGE -

Les taches obtenues sur les clichés de Laue sont très caractéristiques d'une orientation préférentielle.

L'étude des projections stéréographiques montre que la dispersion des orientations est bien moins importante que pour l'acier ferritique à 24 % de chrome.

Les clichés d'échantillons circonférenciels montrent une symétrie d'ordre 4, ceux d'échantillons radiaux une symétrie d'ordre 2. Ces éléments sont suffisants pour déterminer grossièrement comment se place la maille élémentaire du réseau cristallin dans le tube.

La projection stéréographique montre que les orientations sont très groupées, les plans (100) ont une dispersion inférieure à 16° , les plans (110) ont une dispersion inférieure à 10° .

La texture, comme pour l'acier à 24 % de chrome, est encore une texture cylindrique du type

$$(100). [011]$$

L'aspect diffus des taches provient de la martensite qui possède une microstructure très fine. Nous pensons que les taches ponctuées qui parsèment les plages diffuses proviennent de la ferrité. L'aspect des diagrammes obtenus pour l'acier à 24 % de chrome nous incline à admettre cette hypothèse.

Les conditions d'essais sont :

Haute tension : 40 KV
Débit électronique : 7 mA
Pose : 2 h.30

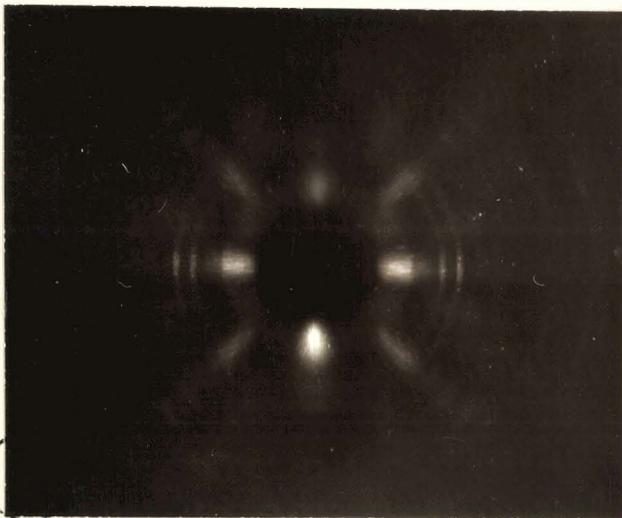


Fig.41 : Echant. Circonférenciel
Symétrie d'ordre 4

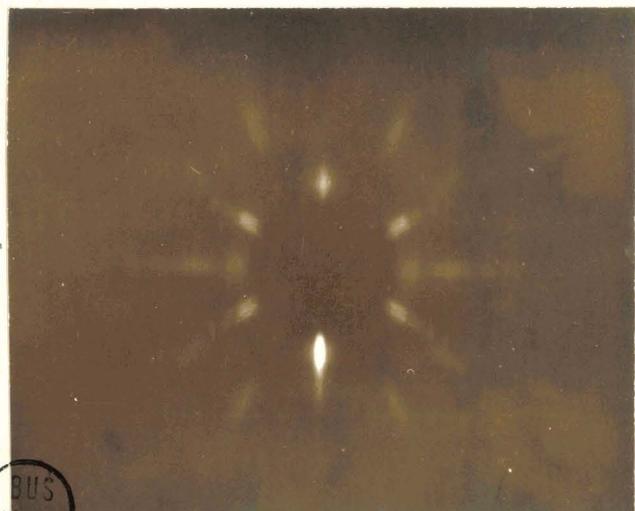


Fig.42 : Echantillon radial
Symétrie d'ordre 2

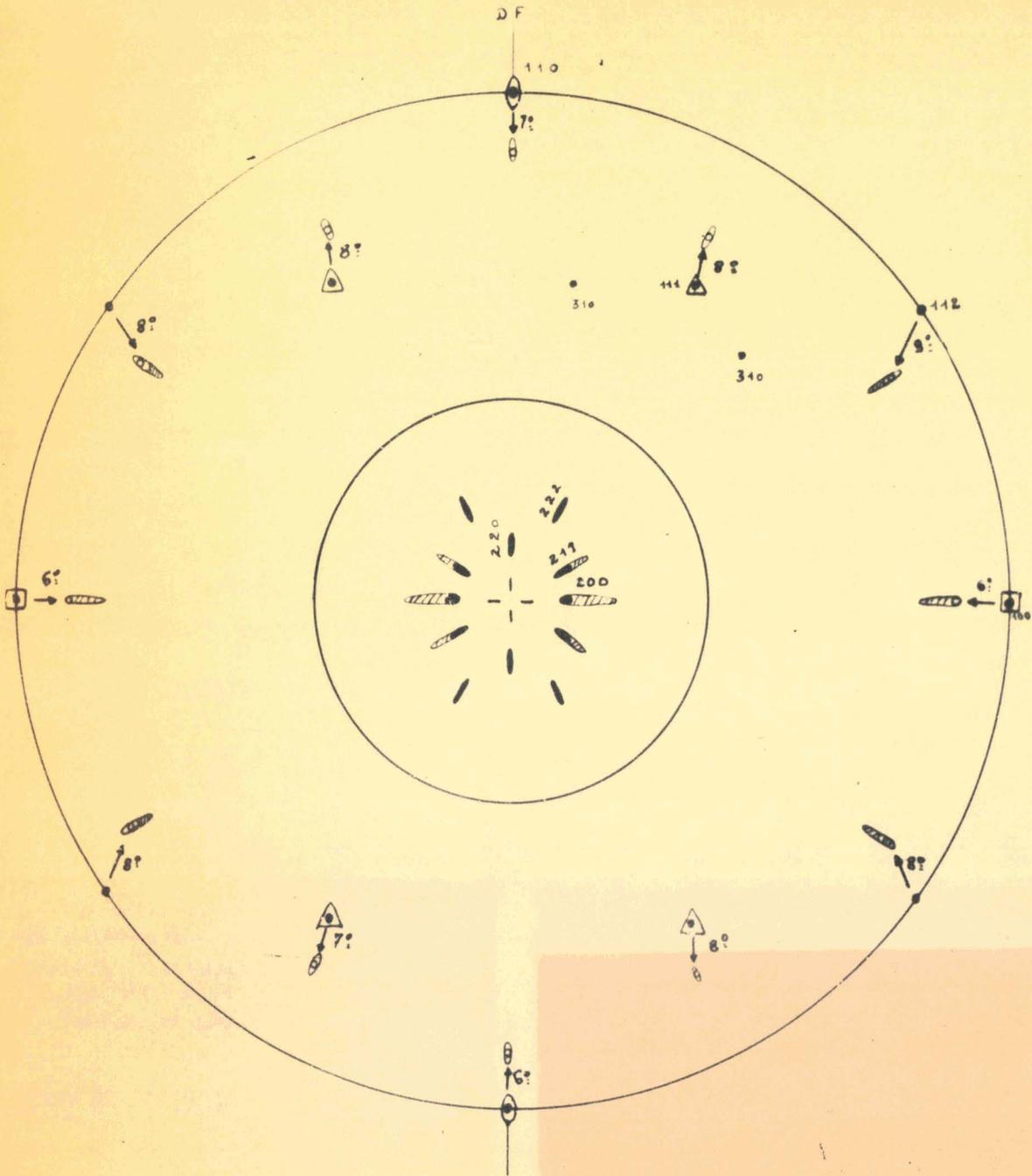


Fig.44 : Projection stéréographique

Echantillon radial

ETUDE PAR LES FIGURES DE CORROSION -

L'attaque de cet acier nous a, au début des essais, été très difficile. En effet la présence de grains "martensitiques" et "ferritiques" ne permettait pas d'observer avec un seul réactif les orientations de l'acier.

Nous avons donc effectué une attaque en 2 temps :

- attaque de la partie martensitique
- attaque de la partie ferritique

Les grains martensitiques ont été attaqués pour les échantillons bruts de filage par 3 procédés :

- solution diluée 2N d'acide nitrique : 5 minutes à froid
- solution concentrée 12N d'acide chlorydrique : 1 mn à froid
- réactif de Marble : 30 secondes à froid.

Les grains de ferrite ont été attaqués par l'acide sulfurique dilué à 5 % pendant 2 heures. L'attaque pour $SO_4^2H^2 - 5\%$ commence à être exploitable au bout de 30 minutes. Nous avons effectué des essais de 30 minutes, 1 heure et 2 heures. Il s'est avéré que deux heures d'attaque permettaient une plus nette découpe des figures de corrosion. Dans cette attaque il est nécessaire avant séchage, de nettoyer sous l'eau l'échantillon avec un tampon de ouate pour enlever le dépôt noirâtre provenant de l'attaque.

Dans cette étude nous n'avons effectué que des attaques sur des échantillons circonférenciels. Les micrographies sont prises en lumière rasante.

- Partie martensitique

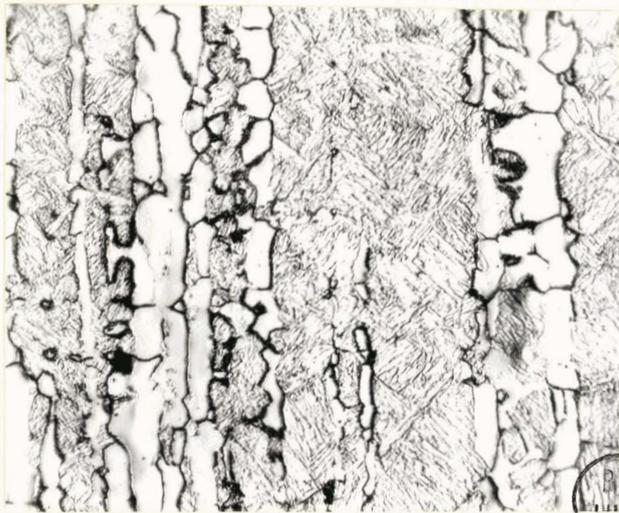
L'attaque à l'acide nitrique 2N pendant 5 minutes met en évidence l'inclinaison des aiguilles martensitiques à 45° de la direction de filage, ce qui correspond à des directions $[100]$ en utilisant les résultats de l'étude par les diagrammes de Laüe.



Ce genre d'attaque passive toutefois rapidement l'échantillon, aussi ne l'avons nous plus utilisée dans la suite.

Fig.45 : G x 600 -Attaque $NO_3^3H, 2N$
5 minutes

Figure 46 : L'acide chlorhydrique concentré (12N) met avec netteté en évidence l'inclinaison des aiguilles de martensite à 45° de la direction de filage.



↑
DF

Toutefois nous ne sommes pas maître de l'attaque, des essais successifs nous ont conduits à l'abandonner, des temps d'attaques identiques ne donnant pas forcément la même précision des orientations, à cause de la rigueur de l'attaque.

Fig.46 : G x 600 - Attaque H Cl, 12N
60 secondes

Fig.47 : Le réactif de Marble nous a, après une attaque de 30 secondes, permis de retrouver les directions $[100]$ de la martensite, inclinées à 45° par rapport à la direction de filage.

Nous n'avons pas réussi à trouver une technique d'attaque permettant d'obtenir le type "classique" de figures de corrosion en ce qui concerne la partie martensitique de l'acier à 13 % de chrome.

↑
DF

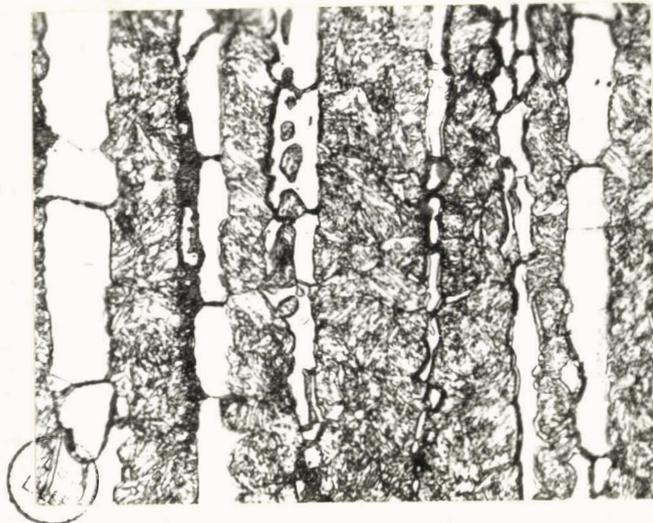


Fig.47 : G x 600 - attaque réactif de Marble 30 sec.

- Partie ferritique

Les grains de ferrite sont très facilement attaqués et donnent des figures de corrosion exploitables quand on utilise l'at-

taque par l'acide sulfurique dilué à 5 % pendant 2 heures.

La figure 48 met bien en évidence les plans cristallographiques (100). On y observe des carrés à coins tronqués caractéristiques de la ferrite, dont un plan (100) est parallèle à la surface du tube et un axe [011] est parallèle à la direction de filage. Autrement dit, on retrouve la texture unique :



DF

(100) [011]

La figure montre même un "carré" de corrosion noir en creux.

Figure 48 : G x 600

CASSURE OBTENUE PAR CHOC OU EVASEMENT SUR UN TUBE BRUT DE FILAGE DE L'ACIER à 13 % de CHROME -

Par choc, nous n'avons pas réussi à produire de cassures telles que celles obtenues sur l'acier à 24 % de chrome.

Par évaseement à la machine Amsler de 10 T. avec un cône de 45°, nous avons retrouvé les cassures définies ci-dessus. Toutefois, nous avons remarqué qu'en général, elles débutent par une amorce plus ou moins longue parallèle à l'axe du tube, puis en un point donné du tube, elles s'écartent et suivent une hélice comme le montrent les schémas suivants :

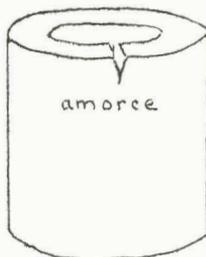


Figure 49

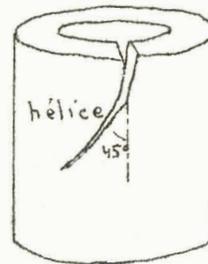


Figure 50

ACIER SEMI-FERRITIQUE A 13 % DE CHROME
TRAITE ENTRE 500 et 1200°●

L'acier à 13 % de chrome a subi pendant 30 minutes les traitements thermiques suivants :

500°, 600°, 700°, 800°, 850°, 900°, 920°, 950°, 1000°, 1100°, 1200°.

Ces traitements ont été suivis d'un refroidissement à l'air calme.

Précision sur les températures : 3 à 4°

Précision sur les temps : 30 secondes

Comme pour les échantillons de tubes bruts de filage, nous avons utilisé les rayons X et les mêmes méthodes micrographiques de mise en évidence des textures.

DIAGRAMME DE LAUE -

Conditions des essais :

Haute tension	40 kV
Débit électronique	7 mA
Temps de pose	2 heures

Les diagrammes de Laue obtenus sur les échantillons traités à 850°, 1000° et 1200° ne montrent aucune évolution de la texture (100) [011] .

Nous trouvons toujours les mêmes taches diffuses dues à la martensite parsemées de points blancs, traces de réflexions sur les plans cristallographiques de la ferrite.

Le nombre plus ou moins important d'anneaux de diffrac-

tion obtenus sur ces clichés tient en partie au fait que l'épaisseur des échantillons n'est pas constante d'un échantillon à l'autre.

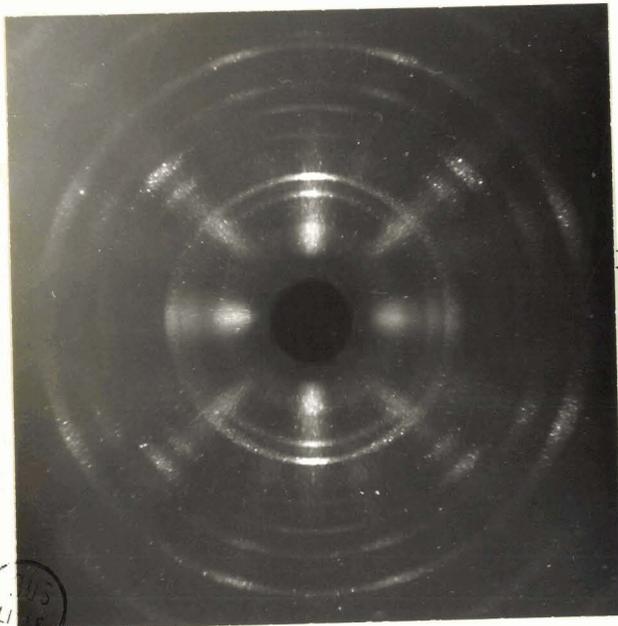


Fig.51 : Echantillon traité à 850°

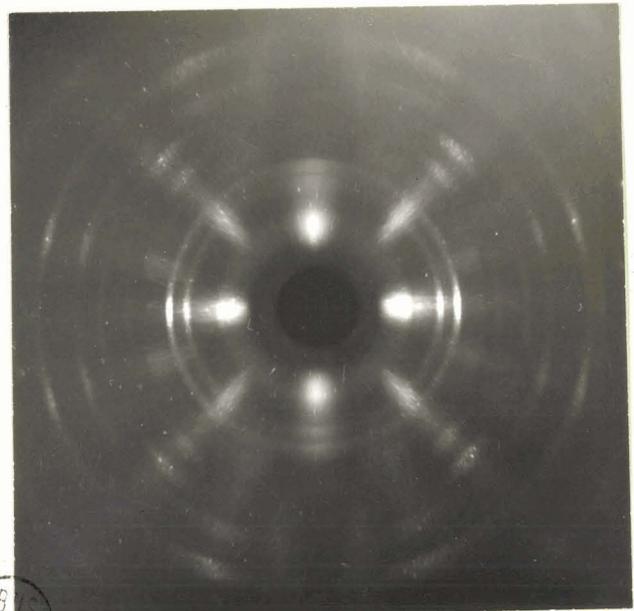


Fig.52 : Echantillon traité à 1.000°

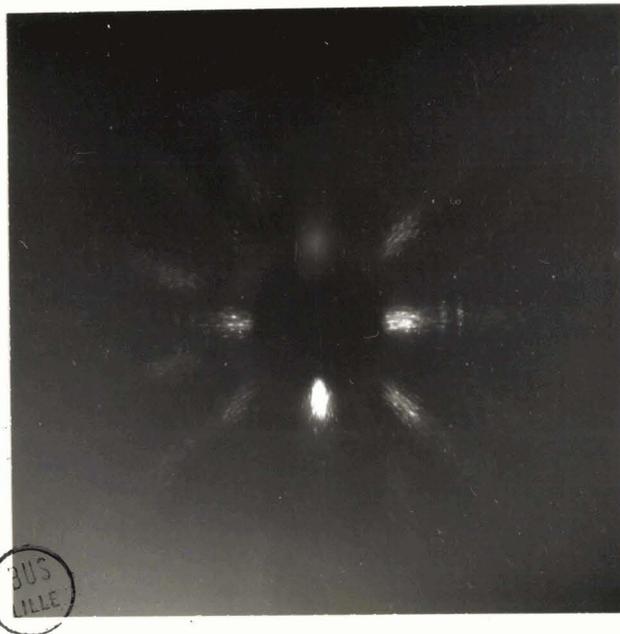


Fig.53 : Echantillon traité à 1.000°C

ETUDE PAR LES FIGURES DE CORROSION -

Comme précédemment sur les échantillons des tubes bruts de filage, nous avons utilisé le réactif de Marble pour étudier la partie martensitique et l'acide sulfurique à 5 % pour la partie ferritique de l'acier.

Ces essais ont été menés de manière rigoureusement identiques : tous les échantillons sont circonférenciels.

Nous avons classé les microphotographies obtenues sur les bandes martensitiques dans le paragraphe des figures de corrosion, bien qu'à proprement parlé nous n'avons pas affaire à ces figures, pour alléger la présentation.

- Partie martensitique



Fig.54 : G x 600 - Echantillon traité à 600°C

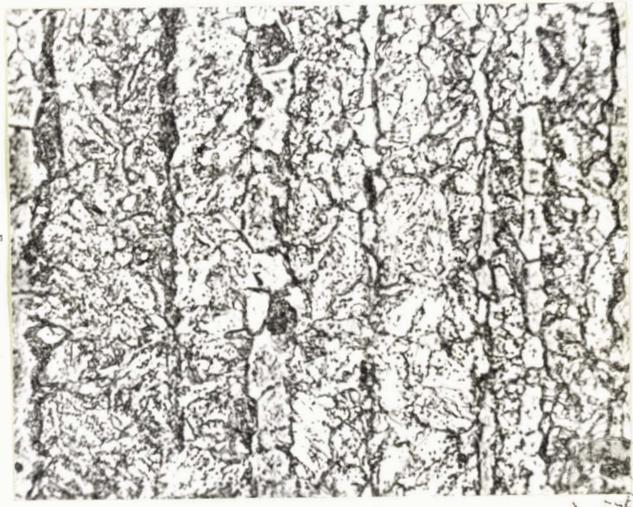


Fig.55 : G x 600 - Echantillon traité à 850°C

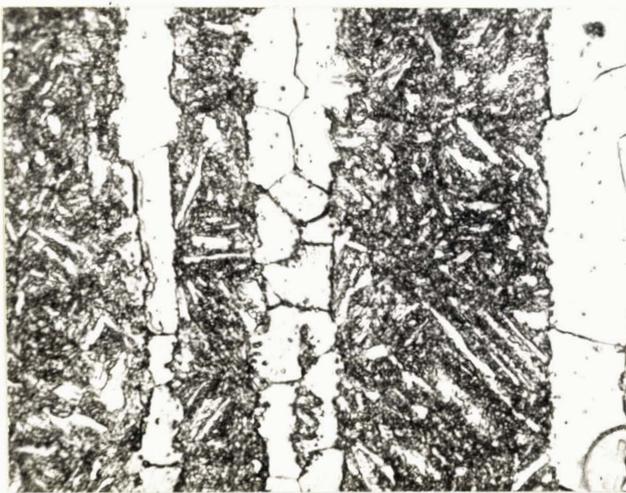


Fig.56 : G x 600 - Echantillon traité à 950°C

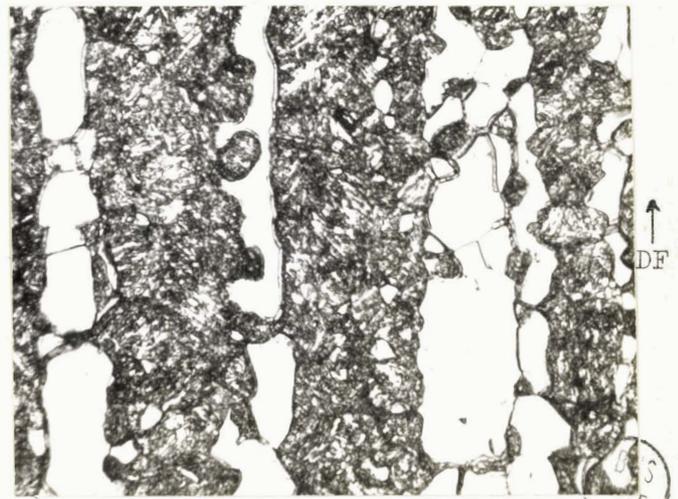


Fig.57 : G x 600 - Echantillon traité à 1,000°C

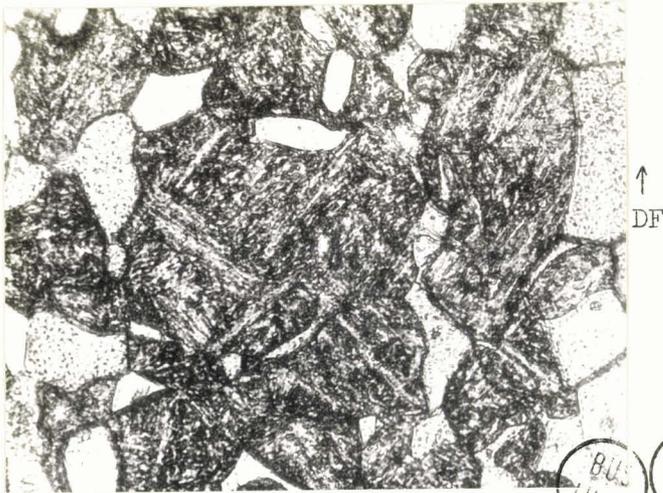


Fig.58 : G x 600 - Echantillon traité à 1.100° C

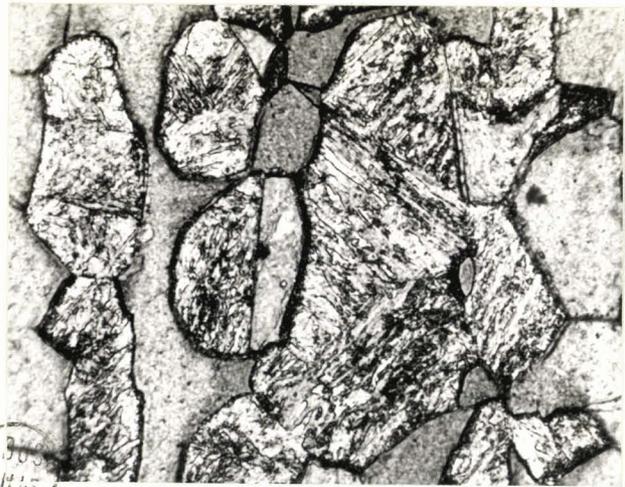


Fig.59 : G x 600 - Echantillon traité à 1.200° C

Les attaques des divers échantillons par le réactif de Marble font apparaître nettement, comme pour l'échantillon brut de filage, l'inclinaison à 45° de la direction de filage, et parallèle à la surface du tube, des aiguilles de martensite ; pour tous les échantillons traités entre 700° et 920° où les carbures précipitent l'orientation des aiguilles est moins nette et quelquefois disparaît totalement micrographiquement. Ceci n'est d'ailleurs guère gênant car pour les températures supérieures à 920° nous voyons réapparaître l'orientation des aiguilles de martensite : il n'y a donc aucune raison pour que la texture existante disparaisse pour réapparaître ensuite avec netteté.

Nous remarquerons encore que le fibrage mécanique disparaît presque totalement vers 1100°, les grains respectifs de ferrite et de martensite ne se trouvent plus alignés suivant des bandes parallèles comme pour les échantillons bruts de filage et traités jusque 1000° où commence cette transformation. Ceci tient au fait que la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ au chauffage fait évoluer la structure du métal.

La micrographie figure 58 de l'échantillon traité à 1.100° fait apparaître des grains d'austénite résiduelle en plus des grains de ferrite et de martensite.

La micrographie figure 59 de l'échantillon traité à 1.200° en plus des aiguilles de martensite inclinée de 45° par rapport aux génératrices du tube, montre au centre du cliché un grain coupé par une droite à la gauche de laquelle on a de la martensite à la droite de laquelle on a de l'austénite : je pense que nous assistons à un phénomène de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Des diagrammes radiocristallographiques par la méthode de Seemann Bohlin ne nous ont pas permis d'identifier l'austénite résiduelle.

- Partie ferritique



Fig.60 : G x 600 - Echantillon traité à 500°C



Fig.61 : G x 600 - Echantillon traité à 600°C



Fig.62 : G x 600 - Echantillon traité à 700°C



Fig.63 : G x 600 - Echantillon traité à 800°C



Fig.64 : G x 600 - Echantillon traité à 850°C

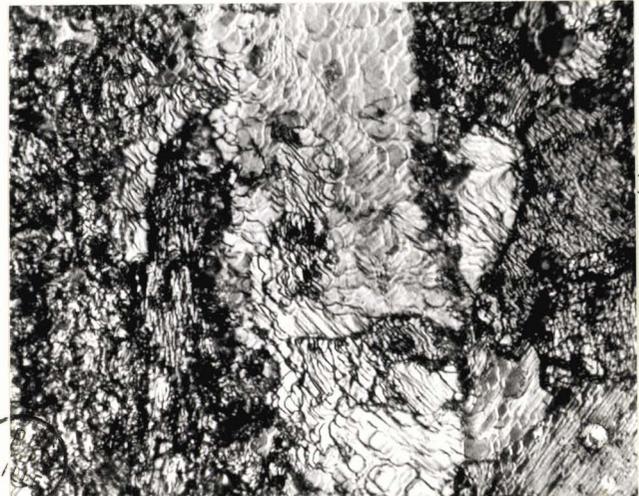


Fig.65 : G x 600 - Echantillon traité à 900°C



Fig.66 : G x 600 - Echantillon traité à 920°C



Fig.67 : G x 600 - Echantillon traité à 950°C



↑
DP

Fig.68 : G x 3000 - Traitement à 1.000°

LILLÉ



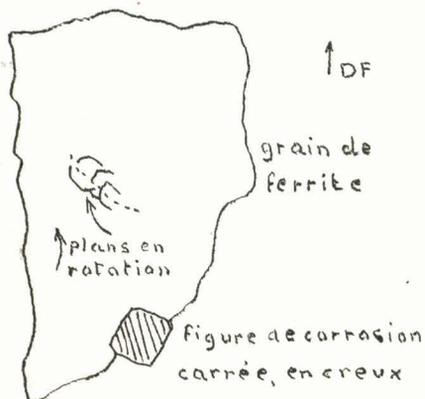
Fig.69 : G x 600 - Echantillon traité à 1.100°C



Fig.70 : G x 600 - Echantillon traité à 1.200°C

Tous les clichés obtenus sur la partie ferritique des échantillons traités entre 500 et 1.200° mettent nettement en évidence la texture (100) [011] du métal filé à chaud que nous avons appelée texture cylindrique, avec Leber [5]. Nous obtenons d'ailleurs sur ces échantillons des formes de corrosion caractéristiques de la ferrite, c'est-à-dire des carrés à coins tronqués. Sur certaines micrographies apparaissent même des figures creuses et sombres, carrés de corrosion (fig. 60, 62) dues vraisemblablement à une attaque locale plus poussée d'une "impureté" que nous ne définirons pas plus précisément.

La figure 60 montre deux empilements de plans cristallins d'indice (100) en glissement - rotation et d'une dislocation qui apparaît sur le schéma 71 suivant.



Nous appelons glissement - rotation le mouvement d'un ensemble de plans de même orientation mais glissant l'un sur l'autre suivant une courbe non rectiligne.

La figure 62 montre aussi un ensemble de plans cristallins dans la ferrite en glissement - rotation, et, même il semble qu'il y ait une rotation pure peu marquée.

Figure 71

A 800 et 920°, (fig. 63 à 66), les figures de corrosion sont beaucoup moins nettes : nous avons déjà fait cette remarque dans l'étude de la partie martensitique de ce métal et avons relié ce phénomène à la précipitation des carbures.

La figure 64 montre un joint entre grains ferritiques ayant la forme d'un zig-zag ; les figures de corrosion sont légèrement désorientées l'une par rapport à l'autre de part et d'autre de ce joint. Ceci est en accord avec les clichés de Laue sur les faibles désorientations des plans de mêmes indices.

Les figures 69 et 70 des échantillons traités à 1.100° et 1.200° montrent une transformation, un grossissement du grain : ce fait a déjà été observé sur la partie martensitique. Nous pouvons toutefois en plus observer qu'à 1.100°C le fibrage mécanique disparaît quasiment. Nous commenterons maintenant plus particulièrement la figure 68 obtenue sur un échantillon traité à 1.000°C, car les renseignements qu'elle donne sur la texture du métal sont fondamentaux.

Etude particulière de la figure 68 :

Ce cliché a été pris au grossissement 1.000, et agrandi à 3.000.

En plus de la texture très nette (100) . [011], nous voyons en plein coeur du grain situé au centre du cliché apparaître un ensemble de plans en glissement-rotation et en rotation pure. Un carré de corrosion désorienté de 45° par rapport à la texture (100) . [011] de la majorité des figures de corrosion et situé près d'une découpe carrée C très nette, prolonge l'ensemble des plans en glissement-rotation. Nous avons affaire en ce point à une rotation pure. Un autre ensemble de plans en glissement-rotation apparaît à la partie supérieure de la microphotographie.

Nous schématiserons nos observations sur la figure 72 :
A, F, G et H sont des figures de corrosion d'orientation (100) . [010]
c'est-à-dire de texture cubique.

B, plans en glissement-rotation, de texture (100) [011]

C, limite de la découpe nette d'orientation (100) |011|

D D'E lignes courbes presque circulaires, vraisemblablement liées à la rotation des plans cristallins, donc à la texture.

Nous pouvons compter 16 figures de corrosion empilées, en glissement-rotation aboutissant à la figure de corrosion repérée A. Des courbes similaires à D, D' et E apparaissent au voisinage de G et H.

Dans aucun autre échantillon nous n'avons remarqué ce phénomène.

Nous pensons que cette "anomalie" de l'orientation des plans cristallographiques est un résidu orienté du métal d'origine : autrement dit, avant le filage à chaud, l'orientation dans le grain photographié était de la forme $(100). [010]$ du type cubique.

Après le travail du métal et le formage à chaud en tube, les plans cristallins ont tourné en glissant les uns sur les autres pour aboutir à la texture $(100). [011]$ décelée dans notre étude. Ceci est en accord avec la théorie de Barrett :

Barrett pense que l'on peut expliquer toutes les textures des métaux cubiques en faisant appel à une rotation du réseau due au glissement $[1]$.

Nos micrographies sont en accord avec cette hypothèse. La rotation se fait autour d'un axe d'indice $[100]$.

Nous admettons que le phénomène de glissement-rotation mis en évidence est un stade intermédiaire entre l'état du métal avant filage et l'état du métal qui précède la texture idéale $(100). [011]$.

Les plans de glissement sont ici du type (100) , autrement dit, dans le grain considéré, la texture idéale $(100). [011]$ est le résultat d'une série de glissements successifs aboutissant à une rotation. Nous avons pu mettre ainsi en évidence un système de glissement de l'acier à 13 % de chrome. C'est un cas simple ; en général les systèmes de glissement sont difficiles à mettre en relief car ils sont nombreux.

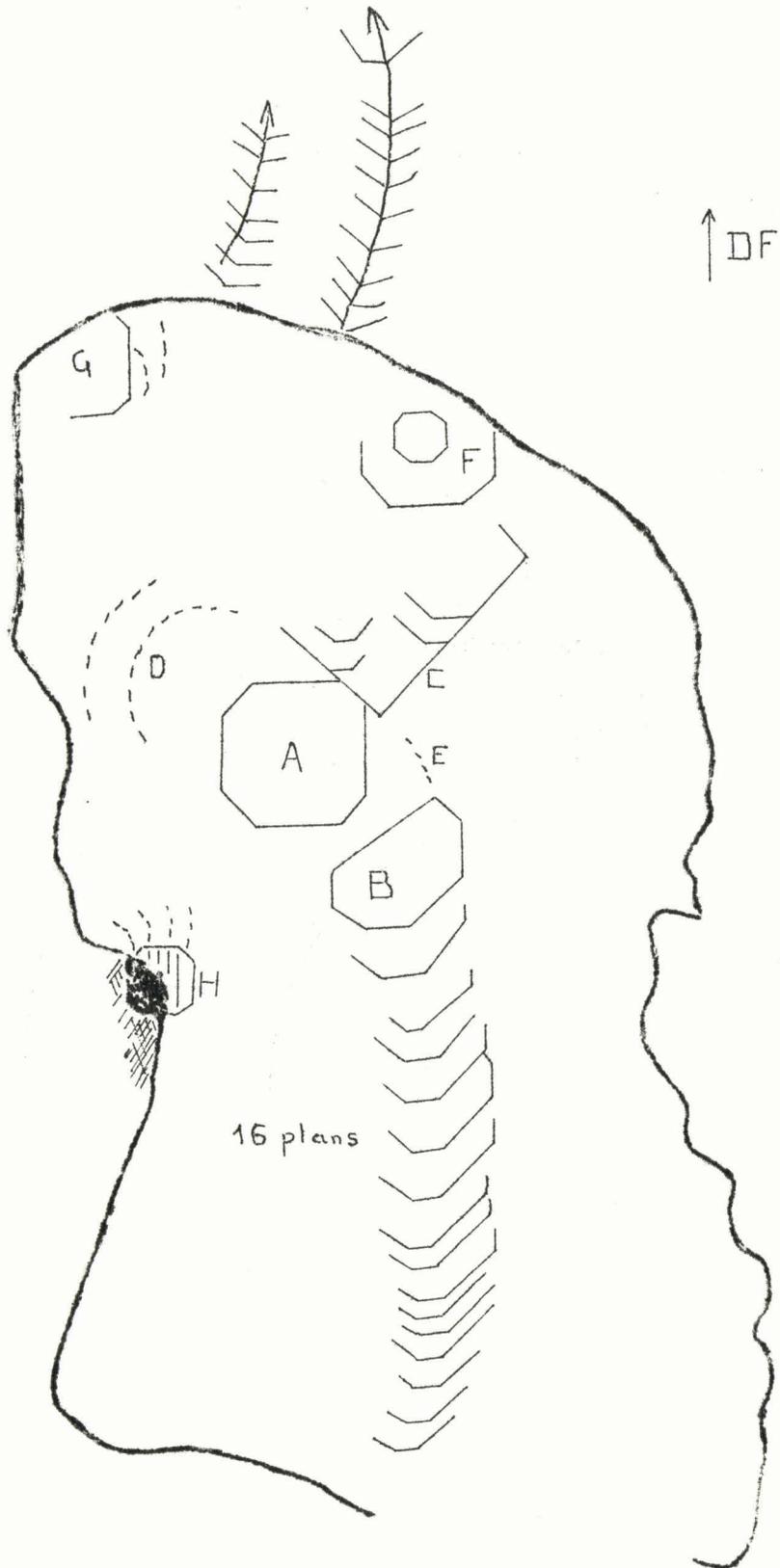


Figure 72

La figure suivante montre, dans l'épaisseur de la paroi du tube, la rotation des plans cristallographiques. Nous avons repris les rotations A et B de la figure 72. Il faut considérer la figure suivante comme la projection sur une section du tube des diverses figures de corrosion obtenue.

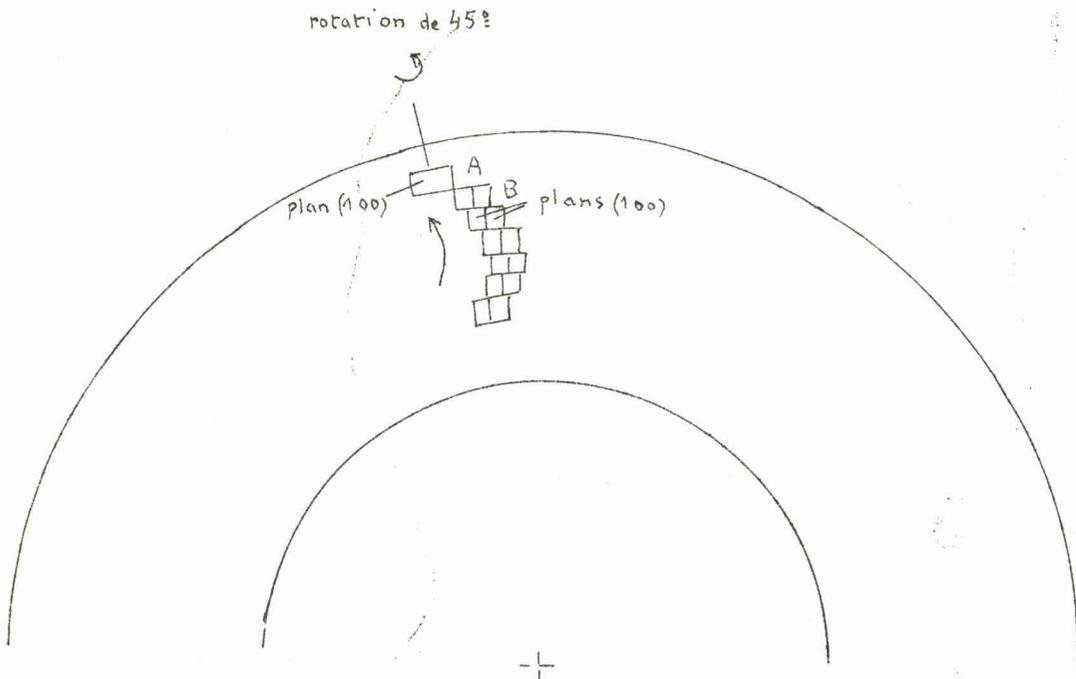


Figure 73

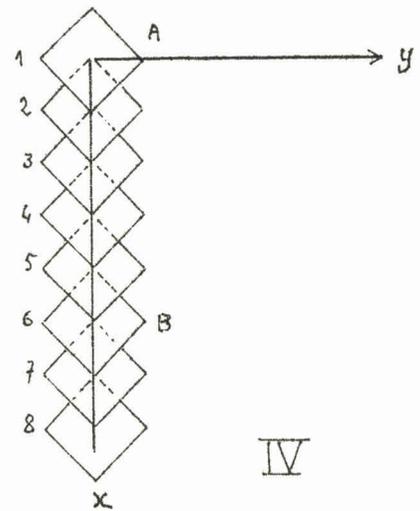
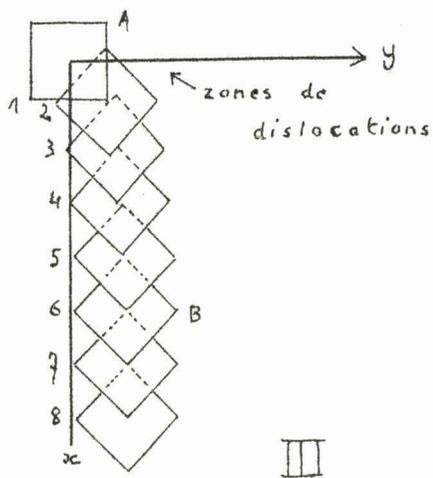
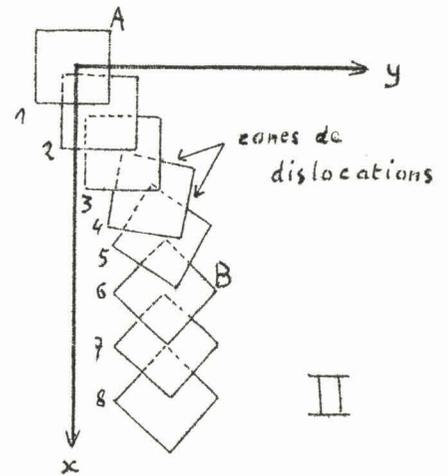
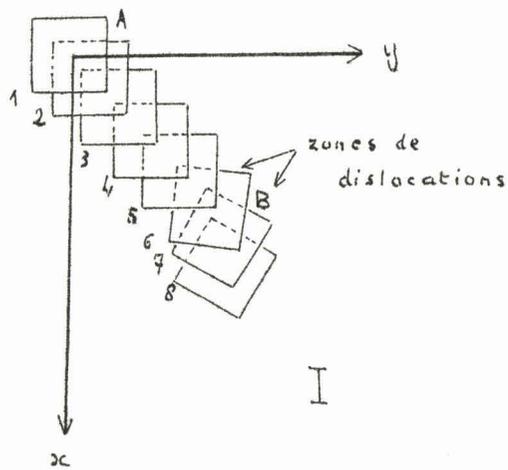


Schéma de la formation de la texture (100) [110]

à partir de l'orientation initiale (100) [010]

CONCLUSIONS DE L'ETUDE DE L'ACIER
SEMI - FERRITIQUE 13 % DE CHROME

L'étude de l'acier semi-ferritique à 13 % de chrome montre que, comme pour l'acier ferritique étudié précédemment, il possède la texture cylindrique (100). [011] après filage à chaud sous forme de tube et que cette texture est parfaitement stable malgré des traitements thermiques échelonnés de 500 à 1200°.

Alors que pour l'acier à 24 % de chrome la texture cylindrique était accompagnée d'une texture cubique secondaire assez importante, ici la texture est presque idéale. L'étude des échantillons traités thermiquement nous a permis de mettre en évidence des séquelles de la texture d'origine, avant filage ainsi que la production de la texture idéale à l'aide de rotations du réseau dues aux glissements. Ce cas, extrêmement rare, est une confirmation des idées exprimées par Barrett (1).

Dans cet acier, nous n'avons pas trouvé de carbures de chrome coalescés comme pour l'acier à 24 % de chrome. Nous pensons que cette coalescence de carbures est un obstacle pour l'obtention d'une orientation préférentielle très marquée. La comparaison des textures des deux aciers ferritiques permet de pencher vers cette idée.

La texture obtenue permet de savoir comment se répartissent les efforts : radialement nous avons affaire à des efforts de compression.

De plus si la texture cristallographique est stable après traitement thermique, il n'en est pas de même du fibrage mécanique qui disparaît vers 1.100°C, température pour laquelle, après refroidissement, les bandes de ferrite et de martensite se désagrègent avec grossissement du grain.

La méthode d'obtention des figures de corrosion à base d'acide sulfurique est très intéressante, car elle s'applique non seulement à cet acier après les traitements à chaud, mais aussi à l'acier étudié précédemment.

Nous donnons ci-après une photographie schématique de la texture (100). [011] de l'acier semi-ferritique à 13 % de chrome. La disposition des cubes montre que l'une des diagonales de ces derniers est parallèle à l'axe du tube, un plan d'indice (100) étant parallèle à la surface du tube.



Figure 74

Schéma de la position des mailles cubiques
dans le tube



A C I E R S

A U S T E N I T I Q U E S 18 - 10

CHAPITRE I

ACIER AUSTENITIQUE 18-10 (tube 63 x 9)

I N T R O D U C T I O N

Nous abordons maintenant le second type de tubes d'acier étudiés : ceux en acier austénitique du type 18-10.

Nous commencerons par étudier un tube de diamètre 63 mm et d'épaisseur 9 mm.

Les aciers austénitiques ne possèdent pas de clichés dilatométriques montrant des points particuliers de transformation. Aussi avons-nous décidé de ne pas effectuer sur ce tube d'acier dont la composition a été donnée au début de l'étude expérimentale un traitement d'homogénéisation car nous n'avons pas trouvé de texture nette due au filage à chaud sur les tubes bruts de filage.

Nous rappellerons que ce type d'acier ne durcit pas à la trempe. Le traitement d'homogénéisation de la structure austénitique se fait à 1.000-1050°C avec refroidissement à l'air ou à l'eau suivant les épaisseurs des échantillons traités.

L'hypertrempe à 1.050° est nécessaire à l'obtention de la résistance chimique maximum : les aciéristes le conseillent après chaque déformation à chaud ou à froid du métal s'il y a un écrouissage notable.

Sur le tube de 63 mm x 9 mm, nous avons utilisé les méthodes suivantes :

- attaques micrographiques mettant en évidence le fibrage mécanique, les macles, les plans de glissement.
- diagrammes de Laue par rayons X.
- figures de corrosion par une attaque à base d'acide chlorhydrique et d'eau oxygénée.

ETUDE DE L'ACIER 18-10
BRUT DE FILAGE

ETUDE MICROGRAPHIQUE -

Les micrographies donnent simultanément la structure et les macles. La distribution de ces dernières est isotrope. Il apparaît toutefois une "macrotexture" ou "fibrage mécanique".

Réactif d'attaque :

eau régale : 1 volume acide nitrique
2 volumes acide chlorhydrique
3 volumes de glycérine

attaque électrochimique :
30" sous 6 volts

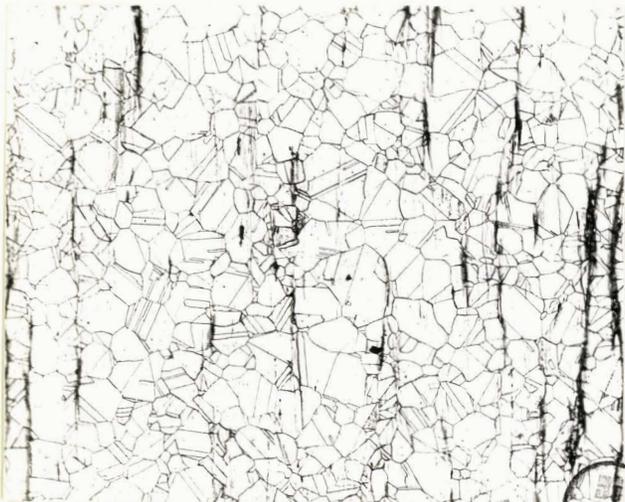


Fig.75 :G x 100-Echantillon radial

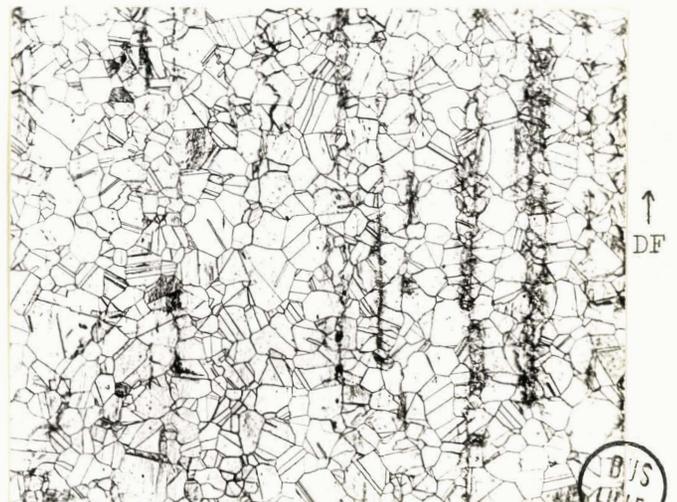


Fig.76 :Gr x 100-Echantillon circonférenciel

Les trainées noirâtres qui apparaissent sur les micrographies ne sont pas dues à un mauvais polissage. Nous ne nous les expliquons pas. Nous pensons qu'elles dépendent du procédé de travail du métal.

DIAGRAMMES DE LAUE DE L'ACIER 18-10 -

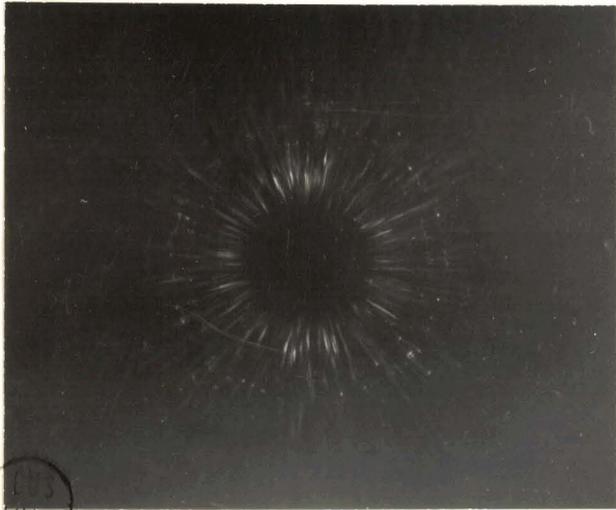
Cet acier donne des clichés de Laue montrant une répartition aléatoire des orientations.

L'épaisseur du tube (9 mm) nous a entraîné à effectuer des diagrammes en différents points de l'épaisseur. Tous les clichés obtenus sont semblables entre eux.

Ci-après nous donnons trois clichés pris respectivement pour des échantillons circonférenciel, radial et en section.

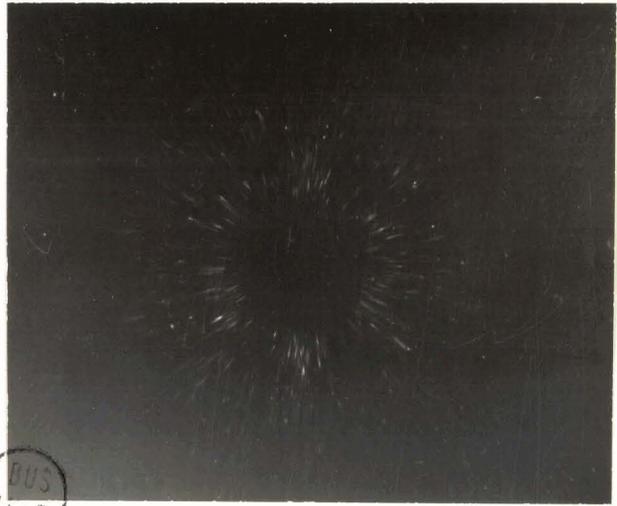
Conditions d'essais :

Haute tension : 40 kV
débit électronique : 6 mA
Temps de pose : 2 h.30



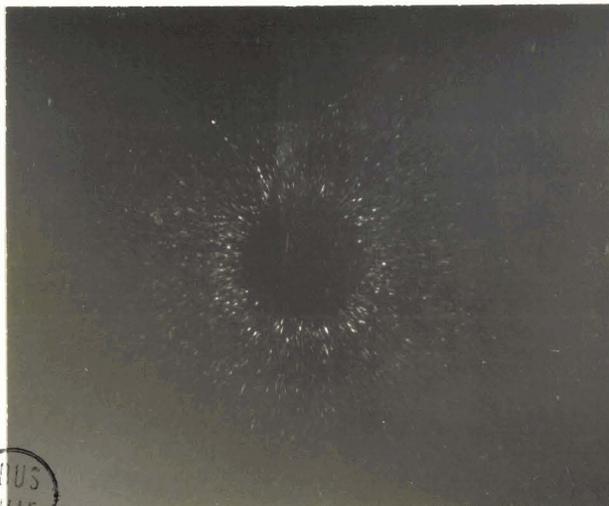
↑
DF

Fig.77 - Echantillon circonférenciel



↑
DF

Fig.78 - Echantillon radial



XDF

Fig.79 - Echantillon en section

Les échantillons circonférenciel et radial montrent un astérisme marqué : cet astérisme est sans doute du à la courbure du réseau cristallin du métal provenant du travail subi. L'échantillon en section donne un diagramme de Laue ponctué caractéristique d'un métal sans tension, sans courbure des plans cristallographiques.

Malgré nos essais en divers points du tube, nous n'avons pas réussi à mettre avec netteté en évidence une texture. Toutefois l'observation des clichés fig. 77 et 78 semble superposer à une orientation aléatoire des mailles cristallines une texture type (110). [001] très faible. En effet les clichés semblent montrer une symétrie d'ordre 2, ce qui indiquerait qu'un axe [110] est parallèle au faisceau de rayons X incident. Ce qui nous incline à penser ceci, c'est l'étude des aciers ferritiques à 24 % de Cr et semi-ferritique à 13 % de Cr qui nous a montré que les efforts de compression étaient radiaux, pour les métaux cubiques à faces centrées [100] est une direction de traction importante, [110] une direction de compression.

ETUDE PAR LES LIGNES DE GLISSEMENT -

La mise en évidence par microphotographie des lignes de glissement est réalisée en attaquant le métal pendant 20 secondes avec de l'acide chlorhydrique concentré 12N. Le cycle de polissage est toujours le même jusqu'au polissage au bain de Jacquet. Entre chaque polissage, nous avons vérifié l'état de surface au microscope. Nous avons travaillé en lumière rasante.

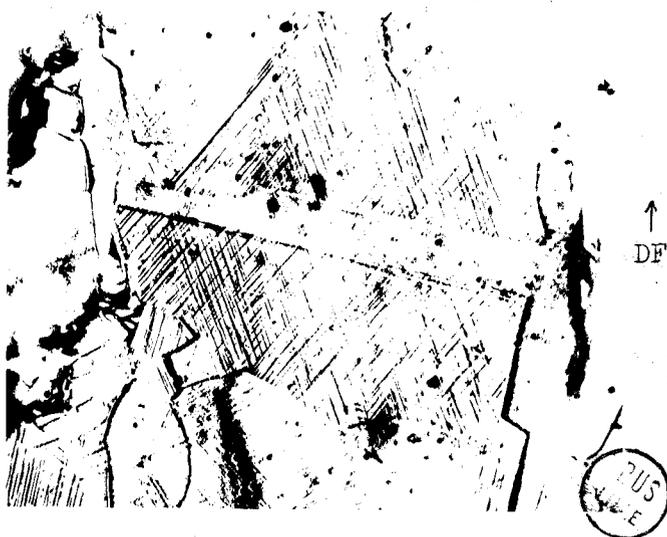


Fig. 80 : G x 600

Echantillon circonférenciel

Les microphotographies des lignes de glissement ne montrent aucune orientation préférentielle, il y a encore isotropie totale de distribution des mailles cristallines. La figure 80 montre un grain traversé par une macelle qui se détache nettement des lignes de glissement voisines.

ETUDE PAR LES FIGURES DE CORROSION -

Nous avons utilisé le réactif d'attaque de Ménascé indiqué dans la Revue de Métallurgie de Novembre 1961.

L'attaque dure 3 heures. Le réactif a la composition suivante :

HCL	0,4 N	} 100 cc de solution S
5cc	H ₂ O ₂ 110 vol.	

Après cette première attaque, on ajoute à la solution S, 5 cc d'acide chlorhydrique et on poursuit l'attaque 15 minutes. Les microphotographies obtenues sont données ci-après mais leurs orientations ne mettent aucune texture cristalline en évidence.

Les microphotographies à G x 100 montrent des alignements en bandes parallèles à la direction de filage des figures de corrosion. Ceci doit être en corrélation avec le fibrage et peut-être les zones noirâtres inexplicables des figures 75 et 76.

Ces derniers résultats montrent que le réactif indiqué peut servir à la fois de détecteur de texture cristallographique et de fibrage mécanique.

Echantillons radiaux :



Figure 81 : G x 100



Figure 82 : G x 600
Un détail de la figure 81

Echantillons circonférenciels :

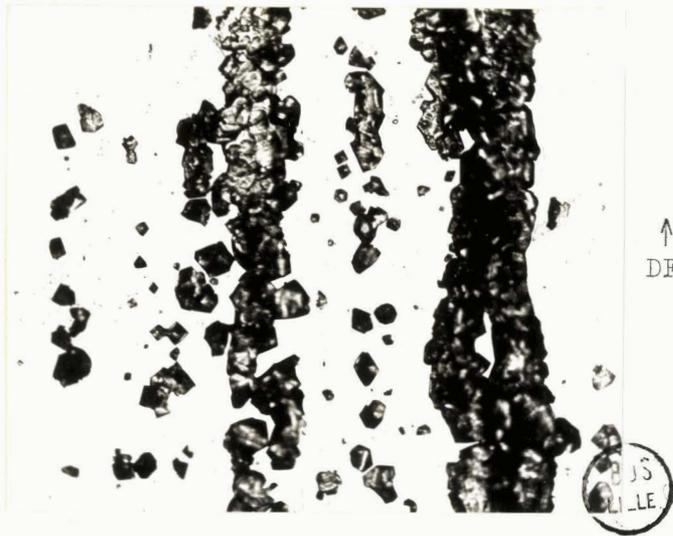


Fig.83 : G x 100

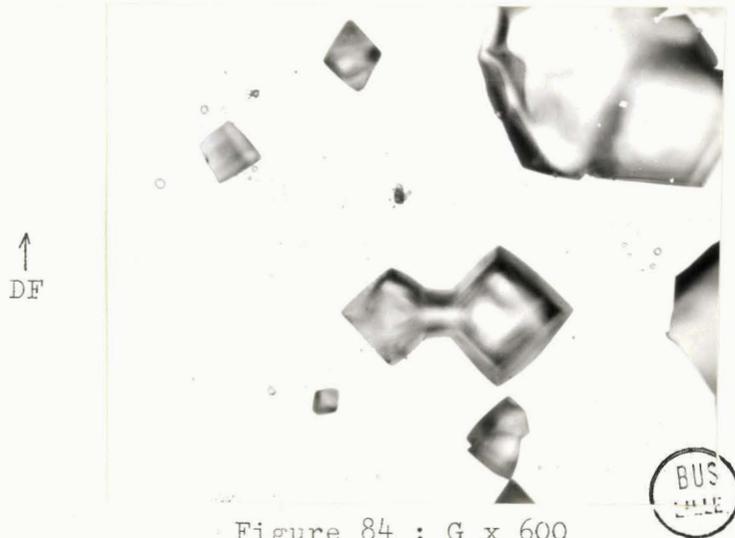


Figure 84 : G x 600

Un détail de la figure 83

CONCLUSIONS DE L'ETUDE DE L'ACIER
AUSTENITIQUE 18-10
Tube \varnothing 63 x 9

Le tube utilisé n'a pas de texture cristallographique nettement décelable. Les diagrammes de Laüe montrent la courbure du réseau du métal, sans orientation privilégiée. Les figures de corrosion, les macles et lignes de glissement sont isotropiquement distribuées et ne mettent aucune texture privilégiée en évidence. Par contre le métal possède encore un "fibrage mécanique" dû au procédé de travail d'obtention du tube.



Il faut noter qu'il doit exister une texture faible (110) . [001] mais nous n'avons pas pu le prouver sur l'échantillon brut de filage. Ce dernier résultat est surtout appuyé sur les conclusions de l'étude des aciers ferritiques en ce qui concerne la répartition des efforts dans le filage à chaud des tubes.

La photographie schématique suivante montre la distribution aléatoire des cubes élémentaires dans le métal.



Figure 85

Orientation quasi aléatoire
dans le tube.

CHAPITRE II

ACIER AUSTENITIQUE 18-10 (tube 40 x 2)

I N T R O D U C T I O N

Comme l'acier austénitique précédent, cet acier 18-10 a été étudié par :

- la micrographie qui montre le fibrage mécanique et les macles.
- les diagrammes de Laue par rayons X,
- les figures de corrosion par la méthode de Ménascé.

Le taux de filage plus important provoque ici l'apparition d'une texture nette qui correspond à la texture soupçonnée lors de l'étude précédente, c'est-à-dire (110) . $[001]$. Nous avons donc poursuivi l'étude de l'évolution des textures en traitant thermiquement des viroles de tubes à 1075°C température d'homogénéisation.

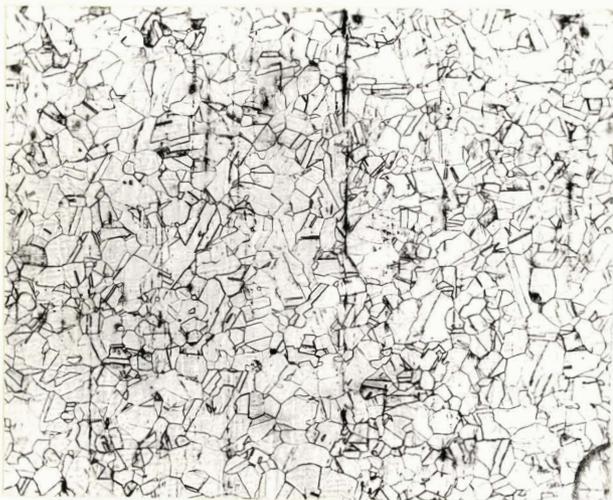
En ce qui concerne les propriétés de trempe et de traitement d'homogénéisation, elles sont identiques à celles de l'acier précédemment étudié, la température d'hypertrempe étant toutefois de $1050-1100^{\circ}\text{C}$.

Le tube d'acier filé à chaud a pour dimensions un diamètre de 40 mm, une épaisseur de 2 mm.

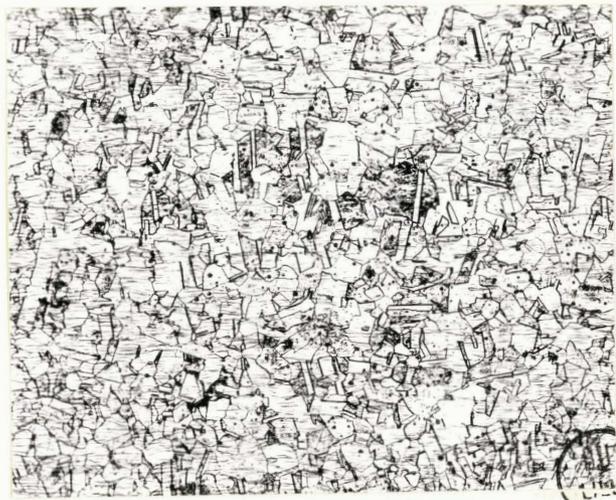
ACIER AUSTENITIQUE 18-10
BRUT DE FILAGE

ETUDE MICROGRAPHIQUE -

Les micrographies mettent en évidence ici encore la structure et les macles. Ces dernières ne sont pas distribuées isotropiquement. On a vu que les métaux cubiques à faces centrées ont des plans de macles (111). Avant de montrer que la texture peut être déterminée par ces photographies, nous rappellerons que le réactif d'attaque micrographique utilisé est l'eau régale, utilisée pour le premier acier austénitique dans les mêmes conditions, c'est -à-dire sous 6 volts pendant 30 secondes.



↑
DF



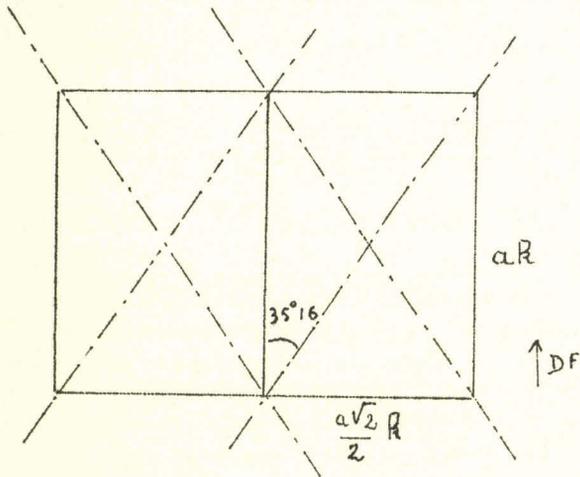
Rayon
du
tube

XDF

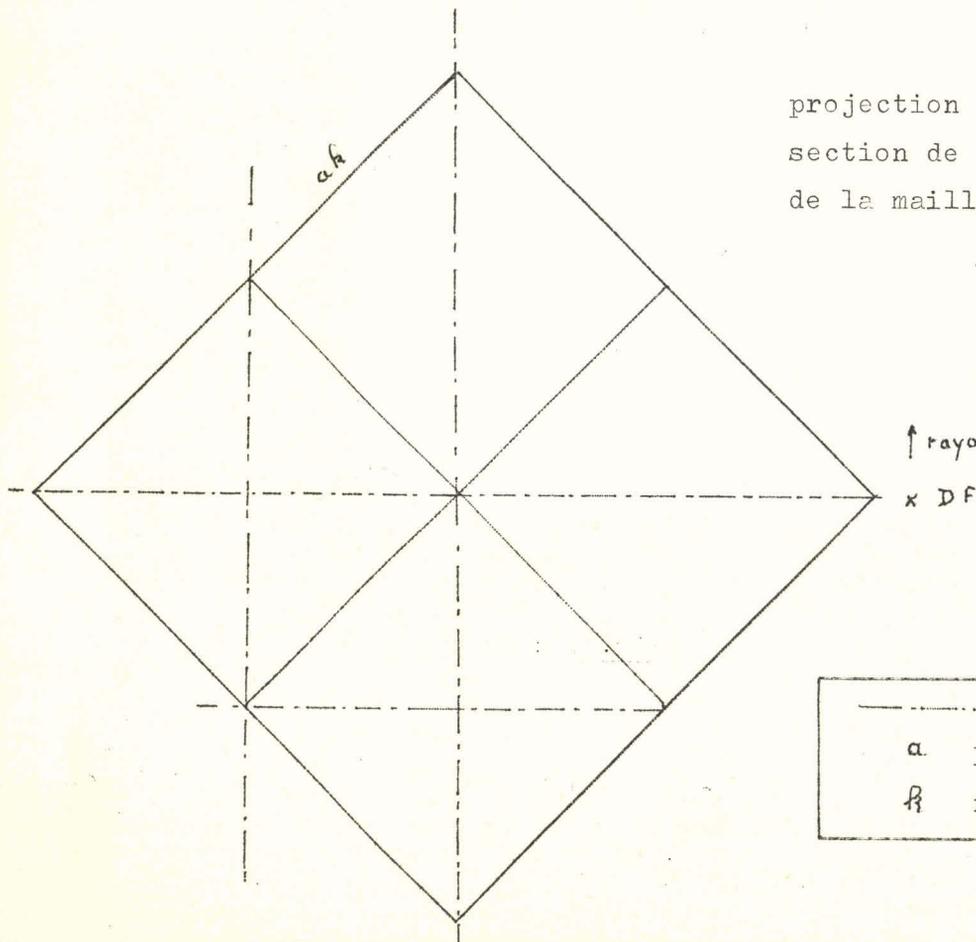
Fig.86: G x 100 - Echantillon
circonférenciel

Fig.87 : G x 100 - Echantillon en
section

Pour expliquer cette texture de macles, nous projette-
rons sur le plan de l'échantillon circonférenciel et de l'échantillon
en section un cube dont le côté est un multiple du paramètre cris-
tallin a de la maille élémentaire. Les macles sont les traces des
plans (111) comme le montre avec clarté le schéma suivant.



projection sur un plan circonférenciel
d'une maille multiple de la maille
élémentaire



projection sur un plan en
section de mailles multiples
de la maille élémentaire

↑ rayon du tube

x DF

— — — — —	traces des macles (111)
a	paramètre de maille
R	nombre entier

Figure 88

Les photomicrographies des échantillons circonférenciels et en section montrent bien les macles dont l'orientation correspond aux lignes alternées de points et de traits du schéma. Ces schémas correspondent à une texture :

$$(110) [001]$$

DIAGRAMMES DE LAUE -

L'aspect ponctué de ce diagramme rappelle les diagrammes obtenus pour l'acier 18-10 étudié précédemment. Nous y remarquons des taches groupées qu'il est aisé d'identifier comme le montre la projection stéréographique suivante. (figure 90)

Cet acier possède une texture que nous indexerons :

$$(110). [001]$$

un plan (110) est parallèle à la surface du tube, une direction [001] parallèle à l'axe du tube. Une telle orientation préférentielle est schématisée sur photo à la fin de l'étude.

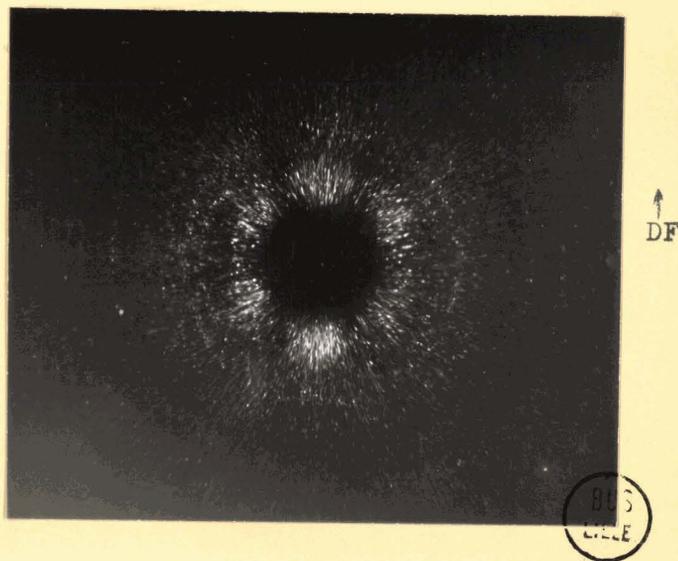


Figure 89

Echantillon circonférenciel

Ce résultat confirme ce que nous présentions dans l'étude de l'acier 18-10 précédent, mais que nous n'avions pas pu montrer. Ceci est dû, sans doute, au moindre taux de filage So - S

So

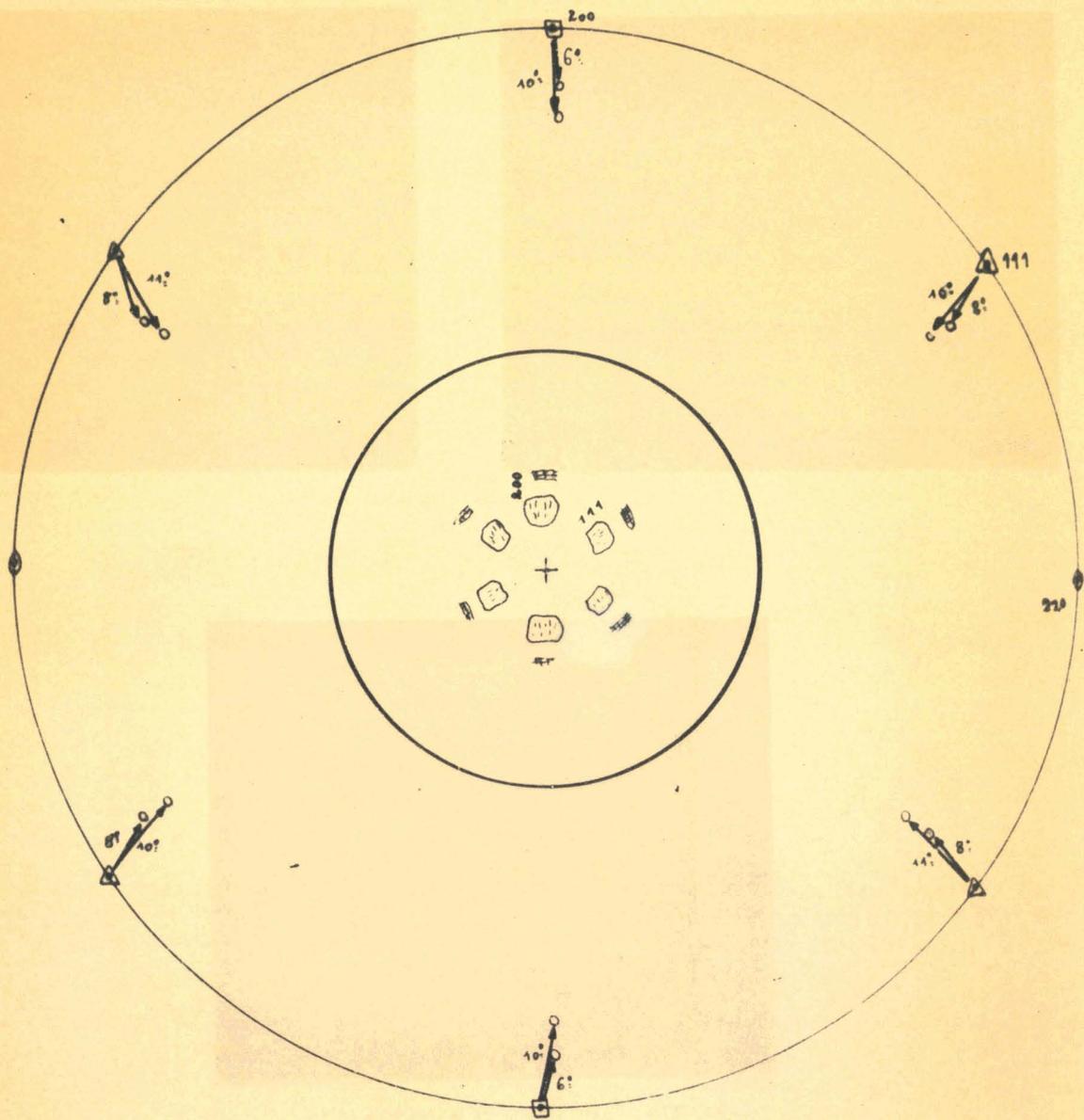


Fig. 90 : Projection stéréographique
Echantillon circonférenciel

ETUDE PAR LES FIGURES DE CORROSION -

Comme pour l'acier 18-10 précédent, nous avons repris le réactif d'attaque indiqué par S. Ménascé [7]



Fig.91 : G x 1000 - Echantillon circonférenciel

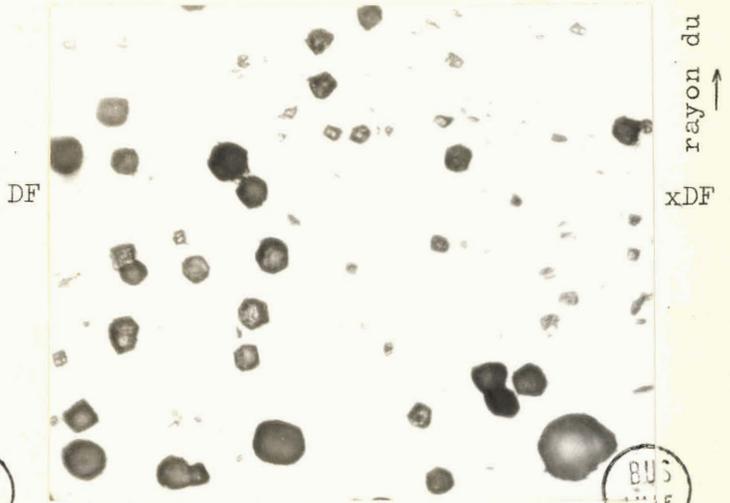


Fig.92 : G x 600 - Echantillon en section

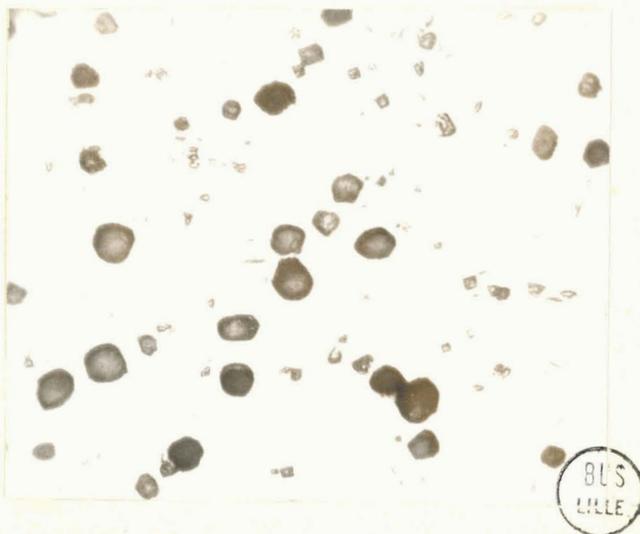


Fig.93 : G x 600 - Echantillon en section

Comme dans l'étude précédente, la mise au point a été faite sur la surface de l'échantillon.

Nous avons pris des micrographies d'un échantillon circonférenciel et d'échantillons en section beaucoup plus intéressants

car les plans d'indice (100) sont parallèles à la surface des échantillons servant aux essais. En concordance avec les résultats de l'analyse par les diagrammes de Laüe, les échantillons radiaux mettent en évidence des carrés dont une diagonale est sensiblement parallèle au rayon du tube.

Toutes les figures de corrosion sont explicables à l'aide d'épures dont nous donnons ci-après quelques exemples. Les désorientations pour le tracé des épures doivent être évidemment choisies à partir des résultats de l'étude radiocristallographique, méthode de base pour la détermination des textures. Ces figures de corrosion possèdent encore la texture

(110). [001]

mise en évidence par les macles et les diagrammes de Laüe.

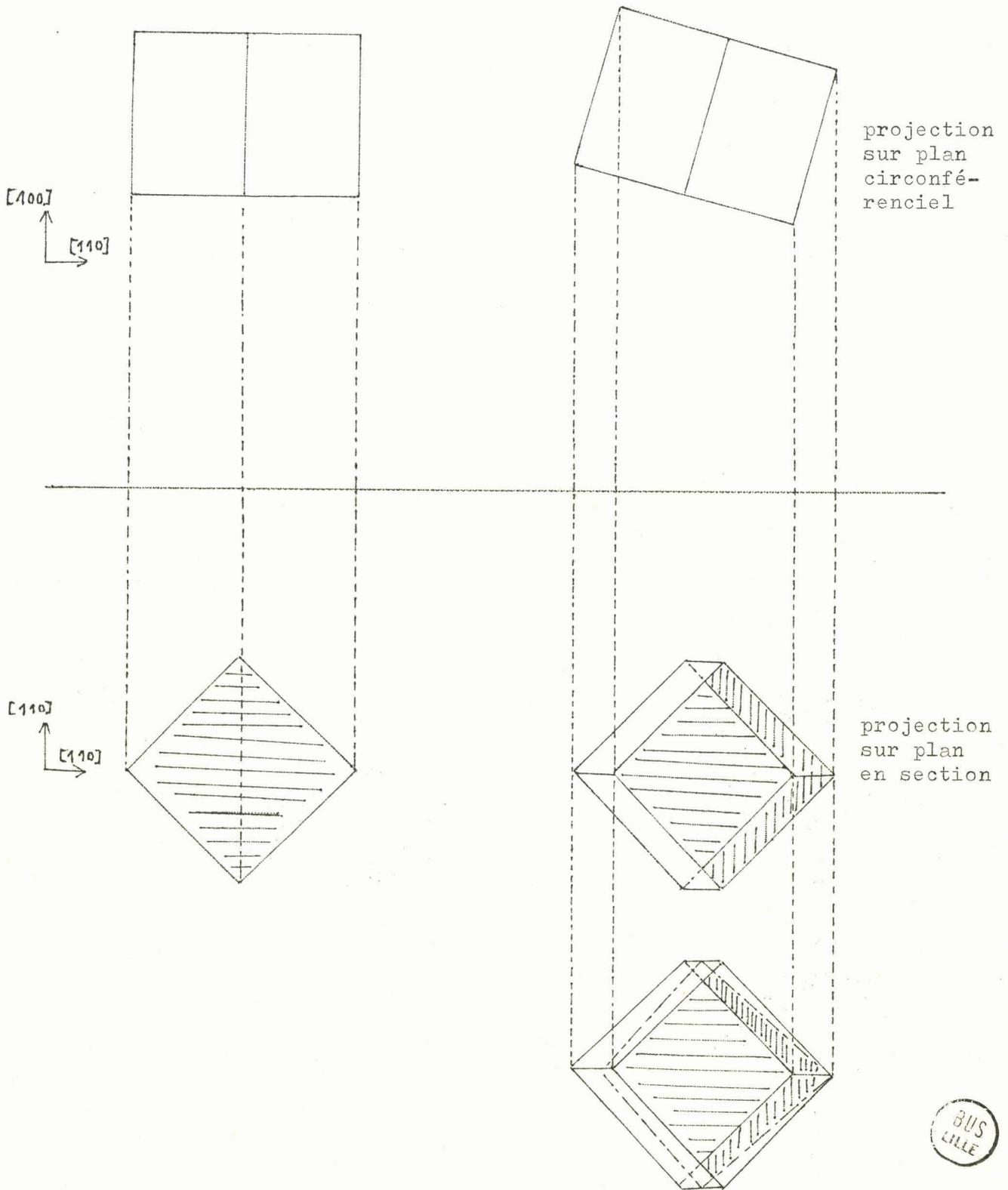


Figure 94



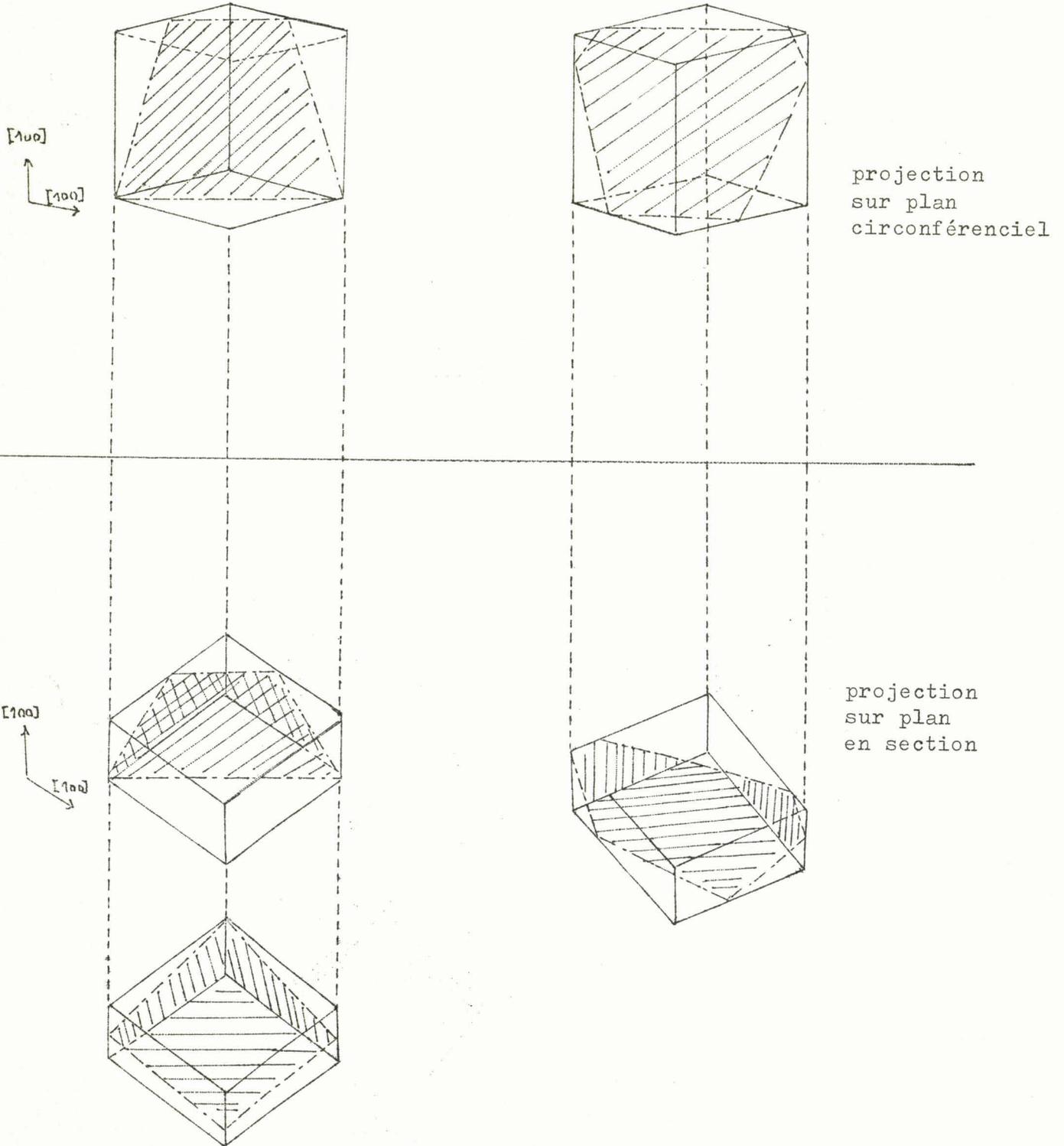


Figure 95

ACIER AUSTENITIQUE 18-10
TRAITE à 1.075°C

ETUDE MICROGRAPHIQUE -

L'attaque est ici faite à l'eau régale dans les mêmes conditions que pour les échantillons bruts de filage.



Fig.96 : G x 100 - Echantillon
circonférentiel

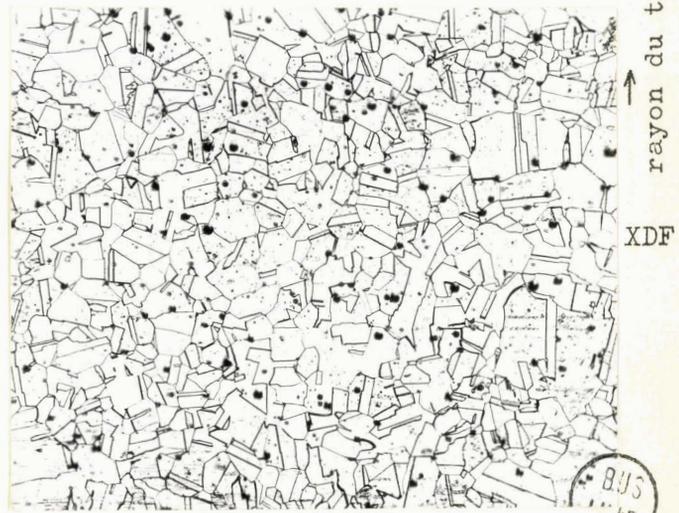


Fig.97 : G x 100 - Echantillon
en section

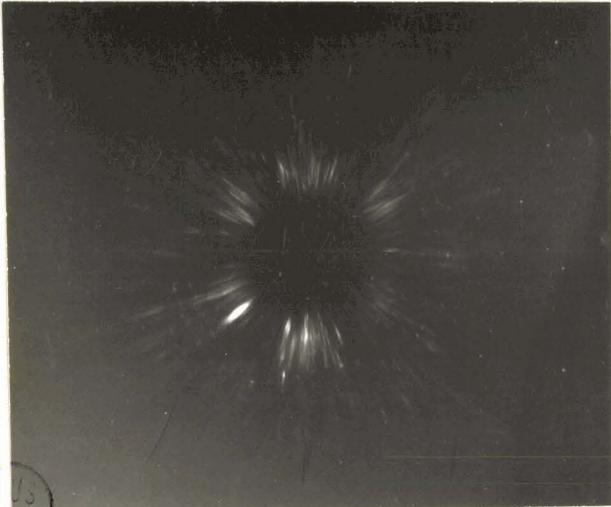
Dans l'ensemble, les macles ont bien des orientations qui confirment l'étude par les diagrammes de Laüe, c'est-à-dire la texture (110) [001]. L'aspect ponctué est dû à la difficulté du polissage électrolytique au bain de Jacquet utilisé après chaque polissage mécanique.

DIAGRAMMES DE LAUE -

L'échantillon traité à 1.075°C montre encore la texture (110) [001] déterminée précédemment. Nous y remarquons toutefois un astérisme plus marqué que pour l'échantillon brut de filage. Par son

aspect, il rappelle (fig. 77) le diagramme de l'échantillon circon-
férenciel prélevé dans le tube 63 x 9.

Si l'on considère les micrographies il est permis de
penser que cet astérisme est dû à la présence de glissements dans le
métal, déformant le réseau à la température de traitement ou peut
être à la naissance des grandes macles observées sur la figure 96.



↑
DF

Fig.98 : Echantillon
circonférenciel

BUS
LILLE

ETUDE PAR LES FIGURES DE CORROSION -

Le réactif et la méthode d'attaque sont ceux de S. Mé-
nascé.



↑
DF

Fig.99 : G x 600 - Echantillon
circonférenciel

BUS
LILLE



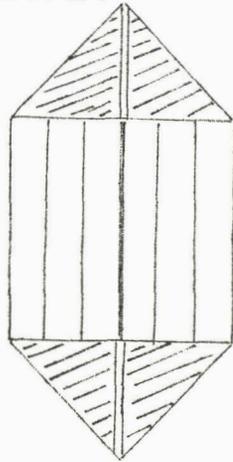
↑ rayon du tube
XDF

Fig.100 : G x 600 - Echantillon
en section

BUS
LILLE

Les échantillons en section ne présentent que peu de difficultés pour résoudre les textures qui nous intéressent. En effet des carrés de corrosion apparaissent avec une tendance à posséder une diagonale dirigée suivant le rayon du tube.

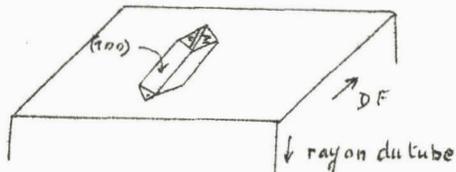
Les échantillons circonférentiels sont moins facilement exploitables. La figure 99 présente une figure de corrosion caractéristique de la texture $(110). [001]$. Elle se présente sous la forme d'un rectangle coiffé de deux triangles comme le schématise la figure ci-dessous.



↑
DF

Figure 101

Projection sur le plan circonférentiel



Vue perspective

CONCLUSIONS DE L'ETUDE DE L'ACIER
AUSTENITIQUE 18-10

Le tube utilisé possède un taux de filage plus élevé que le tube précédemment étudié. Les diagrammes de Laue sont d'une grande netteté en ce qui concerne la définition de la texture. Les micrographies des macles donnent des résultats cohérents avec ceux donnés par les diagrammes de Laue. Les figures de corrosion sont très nettes sur les échantillons en section et encore exploitables sur les échantillons circonférenciels. Les micrographies obtenues après attaque à l'eau régale sous force électromotrice de 6 volts montrent aussi le fibrage mécanique.

Alors que le tube austénitique de diamètre 63 mm, d'épaisseur 9 mm nous avait laissé soupçonner une texture faible du type $(110). [001]$

ce dernier tube de diamètre 40 mm, d'épaisseur 2 mm permet d'affirmer l'existence de cette texture dans ces tubes austénitiques filés à chaud sous forme de tube. Cette texture montre encore que les compressions dans le filage sont radiales au tube. Nous donnons ci-contre pour terminer l'étude de ce type de tube, une photographie schématique de la texture, où nous avons représenté les mailles cubiques par des cubes posés sur le corps du tube.

Texture $(110). [001]$ & ses proches voisins
Text. quelconque



Figure 102



TROISIEME PARTIE

RESULTATS DE L'ETUDE DES TEXTURES DES TUBES D'ACIER
FILES A CHAUD

CONCLUSIONS GENERALES

L'étude expérimentale des aciers ferritiques à 24 % de chrome, semi-ferritique à 13% de chrome et austénitique 18-10 filés à chaud sous forme de tubes, nous a montré que le procédé de formage conduisait pour ces aciers à une texture. En ce qui concerne les aciers ferritiques, la texture est dite cylindrique, nous l'avons notée :

(100) || surface du tube, [011] || axe du tube.

Les tubes en aciers austénitiques ont une texture notée :

(110) || surface du tube, [001] || axe du tube.

Les résultats obtenus pour les tubes austénitiques montrent que le taux de filage, c'est-à-dire le rapport :

$$\frac{S_0 - S}{S_0}$$

où S_0 est la section de la billette d'origine, S la section du tube fini, est un facteur important de l'obtention des textures.

La présence d'un fort pourcentage de chrome provoque l'existence de carbures de chrome durs par rapport à la ferrite et gênants pour la formation d'une texture idéale : c'est ce que montre l'étude des aciers à 24 et 13 % de chrome. Alors que l'acier ferritique à 24 % de chrome, où les micrographies montrent des carbures coalescés allongés, possède un éventail d'orientations allant de la texture cylindrique principale (100). [011] à la texture cubique (100). [001], l'acier ferritique à 13 % de chrome a, à égalité sensible de taux de filage, une texture unique (100) [011] provenant de rotations du réseau dues aux glissements.

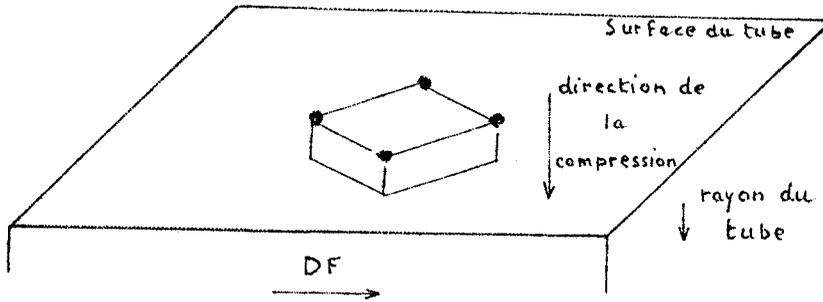
Notre étude montre qu'il n'y a, du point de vue texture, aucune différence entre les textures de tôles d'acier ferritiques laminées, les fils de fer étirés et les textures de tubes filés ou extrudés à chaud, Ceci confirme l'hypothèse de Barrett [1] :

La direction de l'écoulement dans un métal est le facteur principal de la production des textures. Ce dernier résultat permet d'assimiler une tôle d'acier ferritique à un tube de même métal de rayon infini.

De même, l'assimilation est valable encore pour un acier austénitique bien que dans ce dernier type d'acier les tôles laminées ont, en plus de la texture (110) [001] une texture (110). [112] que nous n'avons pas retrouvée sur nos aciers 18-10.

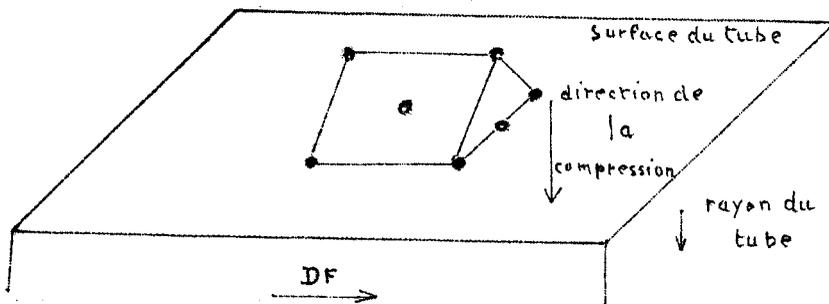
Les résultats obtenus pour les aciers ferritiques affirment l'existence d'une compression radiale, perpendiculaire à

ACIER FERRITIQUE



texture (100) [011]

ACIER AUSTENITIQUE



texture (100) [001]

Figure 103

l'axe du tube fini. En effet, l'axe [100] caractéristique des textures de compression est bien conforme à ce que l'on pouvait escompter obtenir au cours du filage à chaud, à la lumière de nos connaissances sur les textures de compression. Il faut toutefois noter qu'ici, nous n'avons pas pu mettre en évidence un autre axe de compression que l'axe [100] qui, dans les textures de compression des métaux cubiques centrés est moins important que l'axe [111].

En ce qui concerne les aciers austénitiques de maille cubique à faces centrées, l'axe [110], caractéristique des textures de compression, est également radial.

Ces résultats montrent que dans le procédé de filage à chaud de tubes, ce sont les grandeurs des efforts imposés au métal qui sont les principaux facteurs d'obtention des textures. En ceci, nous retrouvons l'idée émise par Léber [5] pour les fils ferritiques :

"La texture cylindrique est le résultat normal des efforts de compression radiaux imposés au métal".

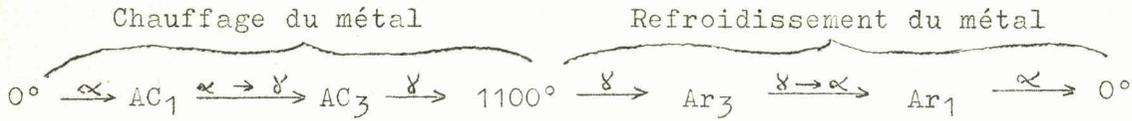
Nous étendrons ce résultat aux tubes filés à chaud en généralisant comme suit :

"Les textures des tubes filés à chaud, en acier ferritique ou austénitique, sont le résultat normal des efforts de compression radiaux imposés au métal".

Nous avons de plus prouvé que les traitements thermiques, tels que nous les avons faits, n'ont pas d'influence détectable sur l'évolution des textures ; même dans les aciers semi-ferritiques où les bandes de martensite, après refroidissement, proviennent de métal austénitique aux environs de 1.000°, il n'a pas été possible de trouver une texture autre que (100) [011] malgré une transformation ($\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$) pendant le traitement thermique de l'acier à 13 % de chrome. Cette transformation est confirmée par les dilatométries obtenues sur des éprouvettes de cet acier.

Si nous parcourons en effet la courbe dilatométrique donnée au début de l'étude expérimentale, de 0 à 1.100°, le métal est d'abord ferritique, de réseau cubique centré : c'est le domaine dénommé phase α par les métallurgistes. Un premier point de transformation (Ac_1) indique le début de la transformation de la phase α en phase γ du type cubique à faces centrées (austénite). Entre le point Ac_1 et le point Ac_3 où il ne reste plus de phase α , c'est le domaine de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ où se trouvent en présence de la ferrite et de l'austénite. Passé le point Ac_3 (vers 930-935°), la phase est uniquement du type γ c'est-à-dire austénitique. Au refroidissement c'est le phénomène inverse qui se produit avec toutefois des températures Ar_3 et Ar_1 inférieures à Ac_3 et Ac_1 .

Nous résumerons ces diverses transformations de la manière suivante :



C'est ce processus que nous appelons de manière symbolique transformation



Nos résultats montrent que le filage de tubes d'acier ferritique donne une texture (100). [011] et celui de tubes d'acier austénitique une texture (110). [001]. Le cas de l'acier à 13 % de chrome est un peu spécial ; à la température de filage de 1100-1150°C, on se trouve dans le domaine α si on se réfère à la dilatométrie de l'acier (fig. 6) et au diagramme Fe-Cr (fig. 7). Nous pensons que c'est ce qui explique la texture (100). [011] de cet acier car nous

avons essayé de trouver la possibilité d'une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ cristallographiquement à l'aide du modèle de Bain, mais nous n'y avons pas réussi.

Nous rappellerons que le modèle de Bain [18] est le suivant :

On déduit l'orientation d'une maille du réseau cubique centré (en traits forts sur la fig. 104) à partir de l'orientation des mailles du réseau cubique à faces centrées (traits fins sur la fig. 104).

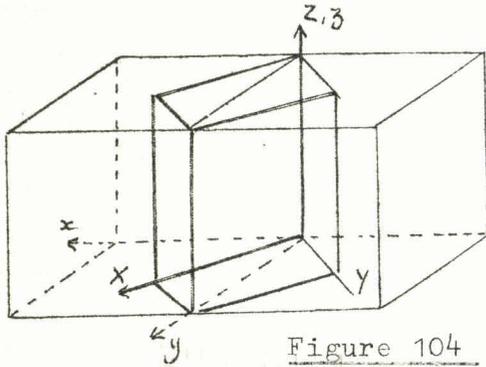


Figure 104

modèle de Bain

Le modèle de bain concerne la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, en particulier la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ e d'écrouissage. On sait en effet que dans les aciers austénitiques du type 18-8 soumis à une déformation plastique à froid, il se forme aux dépens de la phase γ (austénite) une phase α importante appelée phase α e d'écrouissage. Le modèle de bain permet d'expliquer les transformations d'un métal de maille cubique à faces centrées en un métal de maille cubique centrée.

En d'autres termes, il est possible, mais nos moyens ne permettent pas de le vérifier qu'on ait la transformation des textures



suivant le modèle de Bain.

Norton et Hiller [1] ont montré que lorsque des tubes étaient étirés à froid, la texture dépendait des réductions relatives de l'épaisseur de la paroi et de la circonférence, c'est-à-dire de l'importance des contraintes principales. Ils ont montré en particulier que la texture obtenue était une texture de laminage si

L'épaisseur de la paroi était seule réduite. Si l'épaisseur de la paroi et la circonférence du tube étaient réduites simultanément, la texture était identique à une texture de fil. Hibbard sur des tubes en laiton étiré, a pu mettre en évidence les textures fibreuses $[111]$ et $[100]$. Wilson a donné des figures de pôles, tracées pour des tubes de cuivre phosphoreux désoxydé, mettant en évidence les textures fibreuses $[111]$ et $[100]$ mais en plus il a montré qu'il existait une tendance de la direction $[011]$ à devenir radiale dans la texture fibreuse $[100]$: la direction radiale est en effet une direction de compression au cours du laminage. Ce dernier point se vérifie pour notre étude d'acier austénitique : nous avons mis en évidence la texture (110) . $[001]$ de même nature que la texture signalée par Wilson [1] pour des tubes de cuivre étirés. Le cuivre a une maille cristalline cubique à faces centrées comme l'acier 18-10.

Comme Margerand [18] l'a fait pour l'étirage et le tréfilage, nous dirons qu'il est commode de considérer le filage de tubes comme "la résultante de compressions perpendiculaires à l'axe de filage dans des azimuts variés". C'est ce qu'il a appelé un problème de "compression cylindrique". Cette idée est identique à celle émise par Leber et que nous avons citée plus haut.

Ainsi, notre étude montre qu'on peut ramener les textures résultant du procédé de filage de tubes à celles résultant d'une compression radiale, en considérant cette dernière comme suffisamment importante pour provoquer l'apparition de la texture idéale.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1) Ch. BARRETT : Structure des métaux - Dunod 1957
- 2) A. GUINIER : Théorie et technique de la radiocristallographie - Dunod
- 3) KLUG and ALEXANDER : X - Rays diffraction procedures
- 4) CLARK : Les rayons X et leurs applications - Dunod
- 5) LEBER : Transactions A S M 53 - 1961 p.697 et suiv. -
- 6) COULOMB : Bulletin du Cercle d'Etudes des Métaux T VIII n° 7 - Septembre 1961
- 7) S. MENASCE : Corrosion des aciers inoxydables 18 - 8 dans les colutions d'acide chlorhydrique Revue de Métallurgie - Novembre 1961 p 951 et suivantes.
- 8) D^r KONRAD SAGEL : Tabellen zur Röntgenstrukturanalyse 1958
- 9) THIBAUD : Les rayons X - Collection Armand Colin
- 10) FORTEVIN & BASTIEN : Réactifs d'attaque métallographique Dunod 1937 -
- 11) FORTEVIN : Les figures de corrosion en métallographie microscopique - Revue de métallurgie 1923
- 12) TRUSZKOWKI et BOJARSKI : Sur l'anisotropie de l'acier inoxydable 18-8 laminé à froid - Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie - L IX - n° 2 - 1962

- 13) Ingénieurs & Techniciens n° 72 - Décembre 1954
- 14) Mémoires de la Société des Ingénieurs Civils de France, Fascicule 5 - Septembre - Octobre 1956
- 15) Revue de Métallurgie - T L III n° 12 - Décembre 1956 - p. 897
914
- 16) Métaux Handbook
- 17) P. PUEL : Aciers inoxydables au Ni-Cr austénitiques
18-8 - Centre d'information du nickel
- 18) MARGERAND : Etude cristallographique de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$
provoquée par une déformation plastique dans
les aciers 18-8 instables.
(Métaux - mars, avril, mai 1962)



SECONDE THESE

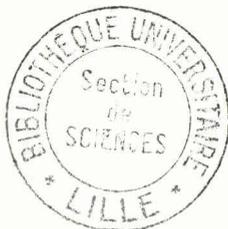
Propositions données par la Faculté

Le Contrôle ultra-sonore des métaux

Vu et approuvé

Lille , le 6 Mars 1963

Le Doyen de la Faculté des Sciences de Lille,



Vu et permis d'imprimer

Lille , le 9 Mars 1963

M. PARREAU

Le Recteur de l'Académie de Lille ,

G. DEBEYRE