

50376

98

99

# INFLUENCE CONJOINTE DE L'AZOTE ET DE LA TAILLE DE GRAIN SUR LA PLASTICITE MONOTONE DES ACIERS

### **INOXYDABLES AUSTENITIQUES Z2 CND17-12**

Abdel Hamid SOUSSAN



Soutenance de thèse de Docteur Ingénieur prévue le 7 juillet 1989

Lille 1



### TABLE DES MATIERES

- T -

INTRODUCTION
CHAPITRE I: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE
A- Influence de la taille de grain sur les propriétés9
mécaniques des polycristaux.
I- Introduction - Relation de HALL-PETCH
II- Modèles basés sur l'empilement des dislocations14 aux joints de grains
III- Modèles basés sur les theories d'écrouissage
IV- Modèles basés sur la générations de dislocations39
à partir des joints de grains
V- Conclusion
B- Influence de la teneur en Azote sur les propriétés43
des aciers inoxydables austénitiques.
I- Rôle de l'Azote sur la stabilité de l'austénite45
II- Rôle de l'Azote sur le durcissement des aciers47
inoxydables austénitiques
III- Influence de l'Azote sur les propriétés en traction49
monotone des aciers inoxydables austénitiques
C- Influence conjointe de la teneur en Azote et
de la taille de grain. Conclusion.
I- Modèle de NORSTROM
II- Conclusion
References bibliographiques
WE INTERVIEW



CHAPITRE II:	ETUDE EXPERIMENTALE
A- Matéria	ux étudiés et dispositif expérimental71
I-	Matériaux étudiés
II-	Programme des essais80
III-	Dispositif expérimental81
IV-	Gestion numérique et graphique des résultats
B- Résulta	ts expérimentaux
I- (	Courbes de traction monotone - Ecrouissage monotone90
II- '	Tableaux de résultats106
III-	Courbes déduites de ces tableaux
Referen	ces bibliographiques153
CHAPITRE III:	DISCUSSION ET INTERPRETATION
I- (	Caractéristiques de traction monotone et
II-	Influence de la teneur en Azote
III-	Influence de la taille de grain
IV-	Influence de la vitesse de déformation et
37 1	de la temperature
γ- <u>,</u>	
VI- /	Analyse des factes de rupture par microscopie électronique à balayage
Referen	ces bibliographiques
CONCLUSIONS	
ANNEXE	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •

2 -

## INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques classiques ont une importance technologique incontestée, pour leur excellente résistance-à la corrosion à haute température, et leur bonne résistance mécanique.

L'addition d'Azote en solution solide leur confère des propriétés spécifiques très intéressantes pour ce type d'aciers: il accroît la stabilité du réseau cubique à faces centrées, il augmente la résistance à la corrosion par piqûres, à la corrosion intergranulaire, et à la fissuration par corrosion sous contrainte. D'un point de vue mécanique, l'Azote améliore la résistance au fluage et conserve la haute tenacité des aciers inoxydables austénitiques. Mais surtout, la présence d'Azote en solution solide assure un fort durcissement de la matrice, et accroît donc la limite d'élasticité et la contrainte d'écoulement. Des résultats antérieurs ont montré qu'il existait un effet de durcissement combiné: durcissement par solution solide interstitielle - durcissement par affinage du grain. Néanmoins cette interaction n'a été analysée que sur la limite d'élasticité des aciers Z2 CND 17-12 (AISI 316L), à vitesse de déformation imposée; de plus l'interprétation des diverses composantes de durcissement nous a paru très insuffisante.

C'est pourquoi, en collaboration avec le centre de recherche UNIREC (USINOR SACILOR) à Unieux nous avons entrepris d'étudier l'influence conjointe de l'Azote et de la taille de grain sur les limites d'élasticité et contraintes d'écoulement d'aciers inoxydables austénitiques type Z2 CND 17-12, et l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur cette influence. Cette étude s'appuie sur des connaissances déjà acquises au sein du Laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université de Lille I concernant ces mêmes aciers, et prolonge ces connaissances.

Le premier chapitre de cette thèse est consacré à une étude bibliographique en trois parties A, B et C.

La partie A présente les différents modèles existants pour le durcissement par affinage du grain des polycristaux, en corrélation avec leurs modes de déformation et les sous-structures de dislocations associées. La partie B expose les connaissances actuelles concernant le durcissement par solution solide interstitielle d'Azote des aciers inoxydables austénitiques. Enfin la partie C fait le point des premiers résultats rencontrés dans la littérature concernant l'effet conjoint Azote - taille de grain sur le durcissement des aciers inoxydables austénitiques, pour conclure en la nécessité d'une étude plus approfondie sur ce sujet. Le second chapitre comporte deux parties A et B. La partie A décrit les matériaux étudiés, le programme d'essais, les moyens mis en oeuvre et le dispositif expérimental. La partie B présente les résultats expérimentaux et leur mode d'exploitation.

Le troisième chapitre consiste en la discussion et l'interprétation des résultats expérimentaux, pour aboutir à la proposition d'un modèle.

Enfin nous avons confondu dans un même chapitre les conclusions du chapitre III et les conclusions générales de notre travail.

### CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

. • • . 

### INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES POLYCRISTAUX

- A -

9



#### I- INTRODUCTION - RELATION DE HALL-PETCH

La déformation macroscopique à froid d'un monocristal est gouvernée par le glissement des dislocations sur un ou plusieurs plans, leur multiplication, leurs interactions mutuelles et avec les défauts ponctuels, si la température est suffisamment basse, et leur annihilation, soit à la surface de l'échantillon, soit par réaction entre deux dislocations parallèles de vecteurs de BURGERS opposés. La limite élastique et le durcissement sont essentiellement contrôlés par les interactions entre dislocations et entre dislocations et défauts ponctuels.

La présence de joints de grains dans les polycristaux entraîne un fort effet de durcissement. Ce dernier est dû à la difficulté de propager l'écoulement plastique d'un grain à l'autre. Il dépend par conséquent fortement du nombre de systèmes de glissement disponibles et de la possibilité de glissement dévié, dans la structure cristalline.

La différence de comportement plastique entre les monocristaux et les polycristaux a, depuis longtemps, été imputée à l'existence d'une interaction joints de grains-dislocations. Les joints ont tout d'abord été considérés comme "passifs", servant uniquement d'obstacles au mouvement des dislocations ; puis vers les années soixante, comme "actifs", c'est à dire pouvant aussi jouer le rôle de sources et de puits de dislocations.

L'étude des effets produits par l'introduction des joints de grains doit tenir compte des paramètres qui caractérisent les grains : orientation, taille de grain, forme, microstructure, texture..., et de ceux qui caractérisent les joints: désorientation de part et d'autre, joint général ou joint spécial, densité et caractéristiques des dislocations intrinsèques et extrinsèques dans chaque joint..., De plus, il ne pourrait s'agir que d'une étude statistique, car les valeurs de ces paramètres varient d'un grain à l'autre et d'un joint à l'autre dans le polycristal. Durant les cinquante dernières années, la majeure partie des travaux expérimentaux et théoriques a porté sur l'interprétation de la relation contrainte-déformation et sur le développement de la texture pendant la déformation à froid. Toutefois dans les vingt dernières années, de nombreuses études expérimentales et théoriques ont porté sur l'effet de la taille de grain (paramètre facile à mesurer) sur les propriétés mécaniques, en particulier sur la limite d'élasticité et (ou) la contrainte d'écoulement des polycristaux. Elles ont tenté d'interpréter la forme de la loi phénoménologique établie expérimentalement entre la contrainte d'écoulement et la taille de grain :

(1) 
$$\sigma_{Y,F} = \sigma_0(\epsilon) + k(\epsilon) d^{-r}$$

οù σ<sub>Y,F</sub> représente la limite d'élasticité (σ<sub>Y</sub>: yield stress ) ou la contrainte d'écoulement (σ<sub>F</sub>: flow stress ),
 σ<sub>0</sub>(∈) et k(∈) sont des fonctions de la déformation ∈ ,
 [σ<sub>0</sub>(∈) représente la contrainte de frottement de réseau du matériau supposé être un monocristal ],
 n est une constante.

HALL et PETCH [1,2] ont proposé la valeur n=1/2 d'où la "relation de HALL-PETCH" (fig.I-1):

(2) 
$$\sigma_{Y,F} = \sigma_0 + k.d^{-1/2}$$

Plusieurs autres études expérimentales et théoriques ont conduit à une relation du même type. Citons par exemple, en ce qui concerne les matériaux cubiques à faces centrées, les travaux de: J.C.M.LI et Y.T.CHOU [3]; CUTUMBA RAO, TAPLIN et RAMA RAO [4] sur les aciers austénitiques au Cr-Mn-N ; L.A.NORSTRôM [5] et [6] sur l'acier inoxydable austénitique type AISI 316L; SHAN-LE WANG et L.E.MURR [7] sur le Nickel(99,99%), le Cuivre(99,99%), et le Laiton (70/30)...

Toutefois, l'exposant n ne prend pas la valeur 1/2 pour tous les métaux et alliages. Par exemple, E.M.SCHULSON, T.P.WEIHS, D.V.VIENS et I.BAKER ont mis expérimentalement en évidence la valeur n = 0,8 pour

l'alliage NisAl [8]; L.R.MORRIS, H.SANG et D.M.MOORE [9] la valeur n = 1 pour l'alliage Al-6%Ni.

En définitif, nous pouvons retenir que la plupart des résultats expérimentaux publiés peuvent être approchés avec des valeurs de n comprises entre 1/3 et 1.



$$\sigma_{\rm F} = \sigma_{\rm 0} + {\rm kd}^{-1/2}$$

 $\sigma_{F}$ : FLOW STRESS  $\sigma_{o}$ : FRICTIONAL STRESS k : HALL-PETCH SLOPE d : GRAIN SIZE

#### Fig.I-1: Relation de HALL-PETCH.

L'expérience montre que la fonction  $\sigma_0(\epsilon)$  est toujours croissante et qu'elle a en général une forme parabolique ; pourtant dans certains cas il existe une relation linéaire entre  $\sigma_0$  et  $\epsilon$ . En revanche la variation de la fonction  $k(\epsilon)$  est plus complexe; tous les cas ont été rencontrés : croissance, décroissance, constance, variation non monotone [10].

Pour l'interprétation de la relation (1), plusieurs modèles ont été proposés, tenant compte des microstructures de déformation du matériau [10] et [11]. Ils peuvent être classés en quatre grandes catégories: 1 - Les modèles qui considèrent le joint comme un obstacle sur lequel les dislocations viennent s'empiler.

2 - Ceux qui évaluent le durcissement produit par les dislocations dans l'espace limité du grain.

3 - Ceux qui divisent l'espace du grain en deux zones, auxquelles s'applique la loi des mélanges (d'une part la zone voisine du joint, d'autre part la zone intérieure).

4 - Ceux qui considèrent que les joints jouent le rôle de sources de dislocations au cours de la déformation du polycristal.

Nous présentons maintenant brièvement chacun de ces modèles.

II-MODELES BASES SUR L'EMPILEMENT DES DISLOCATIONS AUX JOINTS DE GRAINS

Le mécanisme original proposé par HALL considère le joint comme un obstacle sur lequel les dislocations viennent s'empiler. LI et CHOU [3] ont envisagé différents types d'empilements de dislocations susceptibles de se développer dans les grains et de s'empiler sur les joints: empilements dans un ou plusieurs plans, bloqués d'un seul ou des deux côtés, empilements circulaires, dans un milieu homogéne ou hétérogène, isotrope ou anisotrope. L'étude a été faite en considérant des distributions discrètes ou continues de dislocations. Elle considère que la limite d'élasticité d'un polycristal est atteinte dès que la contrainte en tête de l'empilement,  $\sigma_t$  est supérieure à une valeur critique  $\sigma_c$  à partir de laquelle le glissement se propage dans le grain adjacent non encore déformé.

II - 1) Cas d'un empilement plan de dislocations, de même plan de glissement et de même vecteur de BURGERS, bloqué d'un seul côté.

- I4 -



Fig.I-2: Empilement de dislocations contre un joint de grain.

II-1-1) Empilement de dislocations discrètes (fig.I-2)

ESHELBY, FRANK et NABARRO [11] ont donné une solution exacte pour l'empilement de dislocations vis, coins, ou mixtes, dans un milieu isotrope ou anisotrope. Le plan de glissement est xOz et toutes les dislocations sont parallèles à Oz. A l'équilibre la force exercée sur chaque dislocation est nulle; la contrainte en tête d'empilement  $\sigma_t$ est alors:

$$(3) \qquad \sigma_t = p.\sigma_a$$

où  $\sigma_{\mathbf{a}}$  est la contrainte appliquée et où le nombre de dislocations p est relié à la longueur de l'empilement l, et à la contrainte appliquée par la relation:

$$(4) p = 1\sigma_e/2A$$

où A est un facteur dépendant de la rigidité du milieu et de la nature des dislocations constituant l'empilement.

(5) 
$$A = \frac{\mu b}{2\pi(1 - \sqrt{2})} [\sin^2 \Phi + (1 - \sqrt{2})\cos^2 \Phi]$$

- I5 -

pour un milieu isotrope; et pour un milieu anisotrope:

(6) 
$$A = \frac{b}{-\pi} (K_{c} \sin^2 \Phi + K_{v} \cos^2 \Phi)$$
$$\frac{2\pi}{2\pi}$$

Φ représente l'angle entre la ligne de dislocation et le vecteur de BURGERS;
μ est le module de cisaillement;
ψ le coefficient de Poisson;
b le vecteur de BURGERS;
K<sub>v</sub> et K<sub>c</sub> sont les coefficients de rigidité du milieu anisotrope relatifs respectivement à un empilement de dislocations vis

(  $K_v$  ) et à un empilement de dislocations coins (  $K_c$  ).

La contrainte appliquée est définie par:

(7) 
$$\sigma_{\mathbf{a}} = \sigma_{\mathbf{x}\mathbf{y}} \sin \Phi + \sigma_{\mathbf{y}\mathbf{z}} \cos \Phi$$

Le glissement se propagera dans le grain adjacent, lorsque  $\sigma_t$  aura atteint la contrainte critique  $\sigma_c$ , c'est à dire pour la contrainte appliquée:

(8) 
$$\sigma_{e} = \sqrt{2.A.\sigma_{c}} 1^{-1/2}$$

En tenant compte de la contrainte de frottement du réseau  $\sigma_0$ , et en assimilant la longueur de l'empilement l à la taille de grain d, on obtient:

(9) 
$$\sigma_{Y} = \sigma_{0} + k.d^{-1/2}$$

avec  $k = \sqrt{2 A \sigma_c}$ .

II-1-2) Empilement constitué d'une ditribution continue de dislocations

Si on considère, non pas une distribution discrète de dislocations ayant le même vecteur de BURGERS, mais une distribution continue de dislocations, ayant chacune un vecteur de BURGERS infinitésimal. En utilisant le même critère de limite d'élasticité:  $\sigma_t = \sigma_c$  en tête d'emémpilement, on arrive à la même équation (9) [3].

II-1-3) Effet d'un champ de contraintes non uniforme.

CHOU et LOUAT [12] ont examiné l'effet d'un champ de contraintes non uniforme sur une distribution continue de dislocations. Ils obtiennent l'équation:

(10) 
$$\sigma_{\rm Y} = \sigma_0 + \frac{\sqrt{8.A.\sigma_{\rm c}}}{\lambda + 2} 1^{-1/2}$$

pour une répartition de contraintes définie par:

(11) 
$$\sigma_{e}(t) = \sigma_{*} (1 + \lambda t / 1)$$

où  $\lambda$  est une constante(fig.I-3). Le coefficient k de HALL-PETCH est alors:





L'équation (10) se réduit bien à l'équation (**9**) lorsque  $\lambda = 0$ , mais dans (10), co et cy dépendent de l; la loi de HALL-PETCH n'est alors pas valable. Ce qui veut dire que dans le cas des matériaux écrouis il faut tenir compte d'abord de l'écrouissage, donc des contraintes internes qui en découlent par suite de leur répartition uniforme. Dans ce cas là, la loi de HALL-PETCH n'est peut être pas valable.

Les effets d'une distribution non uniforme de contraintes sur la distribution de dislocations et sur la concentration de contraintes ont été discutés par YOKOBORI et ICHIKAWA [13], CHAUDHARI et SCATTERGOOD [14], et par E.SMITH [15].

II-1-4) Empilement de dislocations dissociées

L'effet de l'énergie de faute d'empilement ou de la largeur de dissociation des dislocations partielles sur les propriétés des empilements a été étudié par LI [16]. Les positions d'équilibre de toutes les dislocations partielles sont déterminées numériquement comme on pouvait le prévoir. La largeur de faute d'empilement est minimale au voisinage de la tête d'empilement et augmente au fur et à mesure qu'on s'en éloigne. Cependant la concentration de contrainte en tête d'empilement et le nombre de dislocations par unité de longueur d'empilement sont indépendants de l'énergie de faute d'empilement. Ce résultat était prévisible du fait que les résultats obtenus dans le cas d'une distribution continue étaient identiques à ceux obtenus dans le cas d'une distribution discrète.

II-1-5) Effets dynamiques créant des empilements de dislocations

Vu l'effet important de la contrainte sur la mobilité des dislocations, ROSENFIELD et HAHN [17] ont montré que le temps de formation de l'empilement dépend du paramètre:

- I8 -

(13) 
$$\beta = \mu \left( \frac{\partial \text{Lnv}}{\partial \text{Lno}} \right)$$

où v est la vitesse des dislocations et  $\mu$  le module de cisaillement. En supposant que  $\beta$  est indépendant de la contrainte, le calcul numérique du temps pour que la contrainte en tête d'empilement atteigne la moitié de la valeur d'équilibre donne:

(14) 
$$t_{1/2} / t_0 = \exp(0,75 \ 10^{-4} \beta)$$

où to est le temps nécessaire dans le cas où  $\beta = 0$ .

Ces effets dynamiques influent sans aucun doute sur les valeurs de la contrainte d'écoulement à différentes vitesses, et sur le retard eventuel à l'écoulement.

II-2) Empilement bloqué des deux côtés

II-2-1) Cas d'une distribution continue de dislocations

On peut supposer qu'il y a deux émissions de dislocations diamétralement opposées (fig.I-4) dans le grain . LEIBFRIED [18] , HEAD et LOUAT [19], ont donné une solution au calcul des positions d'équilibre, dans le cas d'une distribution continue de dislocations. La fonction de distribution est :

(15) 
$$f(x) = \frac{x \sigma_a}{\sqrt{a^2 - x^2} \pi A}$$

Fig.I-4: Empilement bloqué des deux côtés.



- I9 -

En utilisant le calcul de l'énergie de déformation élastique emmagasinée dans un tel empilement, LEIBFRIED [18], HEAD et LOUAT [19] obtiennent:

(16) 
$$\sigma_t = \frac{(\sigma_a)^2 \cdot a}{4 \cdot A} = \frac{\pi}{4} n \cdot \sigma_a$$

C'est à dire à la limite de l'écoulement (  $\sigma_t = \sigma_c$  );

(17) 
$$\sigma_{Y} = \sigma_{0} + 2 \int 2.A.\sigma_{c} l^{-1/2}$$

avec 1 = 2 a

Le coefficient k de HALL-PETCH obtenu est le double de celui obtenu pour un empilement bloqué d'un seul côté.

II-2-2) Cas d'une distribution discrète de dislocations

ARMSTRONG et al [20] ont donné une solution numérique, dans le cas d'une distribution discrète de dislocations. Ils montrent que l'on peut étendre la relation de HALL-PETCH à des petites tailles de grains, avec seulement quelques dislocations par grain.

II-3) Empilement de boucles circulaires concentriques de dislocations

II-3-1) Distribution continue de boucles

L'équilibre d'une distribution continue de boucles de dislocations, dans un grain circulaire de rayon a peut être obtenu à partir de l'étude du déplacement de fissures circulaires dans un milieu isotrope. La fonction de distribution est:

(18) 
$$f(r) = \frac{8\sigma_{a}(1 - \psi)}{\min(2 - \psi)} \frac{r}{\sqrt{a^{2} - r^{2}}}$$

Et le nombre total de boucles est:

(19) 
$$n = \int_{0}^{a} f(r) dr = \frac{8a\sigma_{a}(1 - \psi)}{\pi \mu b(2 - \psi)}$$

Du calcul de l'énergie de déformation de l'empilement, on déduit la contrainte moyenne en tête d'empilement.

(20) 
$$\sigma_{t} = \frac{4a(\sigma_{e})^{2}(1-\dot{\mathbf{v}})}{\operatorname{mub}(2-\dot{\mathbf{v}})} = \frac{1}{2} n\sigma_{e}$$

qui conduit, à la limite de l'écoulement (  $\sigma_t = \sigma_c$  ), à la relation:

(21) 
$$\sigma_{\rm Y} = \sigma_0 + \int_{-\frac{1}{2(1-\dot{\bf y})\sigma_c}}^{-\frac{1}{2}} 1^{-1/2}$$

où 1 = 2 a .

On voit que le coefficient de HALL-PETCH est égal à  $\pi$  fois celui d'un empilement bloqué d'un seul côté.

#### II-3-2) Distribution discrète de boucles de dislocations

LI et LIU ont étudié numériquement le cas d'une distribution discrète de boucles de dislocations. Les résultats sont proches de ceux obtenus pour une distribution continue, la légère différence provenant du fait que la tention de ligne des dislocations n'est pas prise en compte dans le cas de la distribution continue alors qu'elle l'est dans l'autre cas [21].

II-4) Empilement dans plusieurs plans parallèles, bloqués d'un seul côté II-4-1) Distribution continue de murs de dislocations coin

C'est le cas où les dislocations sont arrangées dans des plans superposés (fig.I-5) ; les résultats sont alors modifiés à cause des interactions mutuelles.

YOKOBORI et ICHIKAWA [22] donnent une solution numérique à ce problème. Le rapport des coefficients de HALL-PETCH: k1 relatif à un empilement dans un seul plan et k1 relatif à des empilements dans i plans parallèles, est alors:

(22) 
$$\frac{k_1}{k_1} = \sqrt{\frac{n_1}{n_1}}$$

où ni est le nombre de dislocations dans le cas d'empilement dans un seul plan, et ni le nombre de dislocations par plan dans le cas d'empilements dans plusieurs plans.

II- 4-2) Distribution continue de murs de dislocations vis

Dans ce cas , la fonction de distribution est donnée par LOUAT [23]:

(23) 
$$f(x) = \frac{2\sigma_{e}}{\mu b} (\operatorname{sech}^{-1}) \left[ \frac{\sinh[\pi(1-x)/h]}{\sinh(\pi x/h)} \right]^{1/2}$$

le nombre de dislocations par plan est:

(24) 
$$n = \int_{0}^{1} f(x) dx = \frac{2\sigma_{eh}}{\mu b} \frac{\pi l}{2h}$$

la relation de HALL-PETCH s'écrit:

(25)

$$\sigma_{\rm Y} = \sigma_0 + \sqrt{\mu b l \sigma_c} / 2h^2 l^{-1/2}$$



Fig.I-5: Effet d'un empilement dans plusieurs plans sur le coefficient de HALL-PETCH.

Pour que la relation de HALL-PETCH soit verifiée il faut que l/h soit constant. Si h ne dépend pas de l , la relation de HALL-PETCH n'est plus valable. Ceci introduit un doute sur l'application de la loi de HALL-PETCH dans ce cas particulier.

Le rapport entre ki et ki (fig.I-5) est donné par:

(26) 
$$\frac{k_1}{k_1} = \sqrt{\frac{\pi l}{2h}} \frac{\pi l}{\cosh(\frac{\pi l}{2h})}$$

- 24 -



Fig.I-6: positions d'équilibre pour un empilement de 20 murs de dislocations coin.



Fig.I-7: contrainte pour le maintien d'un empilement de n murs de dislocations coin.

- 25 -

II-4-3) Distribution discrète de murs de dislocations coin

La figure I-6 montre les positions d'équilibre pour un empilement de 20 murs de dislocations coin en fonction du rapport l/h. On voit que la distribution devient de plus en plus uniforme lorsque l/h augmente.

La figure I-7 représente l'évolution de la contrainte nécessaire au maintien de l'équilibre de n murs de dislocations coin. Lorsque  $n \longrightarrow \infty$  les résultats sont en accord avec ceux de YOKOBORI et ICHIKAWA [22] pour une distribution continue.

II-4-4) Distribution discrète de murs de dislocations vis

Une solution numérique [24] existe pour détérminer les positions d'équilibre dans un tel cas (fig.I-8). On voit que lorsque l/h augmente les dislocations sont concentrées de plus en plus en tête de l'empilement. La contrainte nécéssaire pour le maintien de l'empilement est représentée sur la figure 9. Lorsque n ----> la contrainte est la même que celle obtenue dans le cas d'une distribution continue.



Fig).I-8: Positions d'équilibre dans un empilement de 20 murs de dislocations vis.



Fig.I-9: Contrainte pour le maintien d'un empilement de n murs de dislocations vis.

II-5) Empilements dans plusieurs plans, bloqués des deux côtés

II-5-1) Distribution continue de murs de dislocations vis

C'est le cas de plusieurs plans superposés distants de h, avec des empilements bloqués des deux côtés, entre x = -a et x = a. LOUAT [23] a donné la solution suivante pour la fonction de distribution:

(27) 
$$f(x) = \frac{2\sigma_{a}}{\mu b} \frac{\sin(\pi x/h)}{[\sinh^{2}(\pi a/h) - \sinh^{2}(\pi x/h)]^{1/2}}$$

Le nombre de dislocations par plan est:

(28) 
$$n = 2 \int_{0}^{a} f(x) dx = \frac{2\sigma_{a}h}{\pi \mu b} \operatorname{Arctg}(\sinh \frac{\pi a}{h})$$

- 26 -

- 27 -

On voit que n décroît lorsque h décroît et que le coefficient de HALL-PETCH décroît quand a/h croît.

II-5-2) Distribution continue de murs de dislocations coin

En faisant un développement en série, SMITH [25] arrive au résultat suivant pour la fonction de distribution:

(29) 
$$f(x) = \frac{2\sigma_{a}(1-b)}{\mu b} \cdot \frac{x}{\sqrt{a^{2}-x^{2}}} \cdot (1+\frac{\pi^{2}a^{2}}{6h^{2}}+\ldots)$$

et:

(30) 
$$n = 2 \int_{0}^{\infty} f(x) dx = \frac{2a(1 - \psi)\sigma_{e}}{\mu b} (1 + \frac{\pi^{2}a^{2}}{6h^{2}} + ...)$$

Dans ce cas, on voit que n croît lorsque h décroît, contrairement au cas des dislocations vis. Et le coefficient de HALL-PETCH décroît quand a/h croît.

II-6) Conclusions

les modèles basés sur la théorie des empilements de dislocations ne peuvent être appliqués que pour les métaux ou alliages dont la microstructure permet la formation d'empilements: énergie de faute d'empilement faible, dislocations fortement dissociées, précipités ordonnés et cohérents avec la matrice par exemple. Ces modèles s'appliquent à la limite d'élasticité, mais pas à la contrainte d'écoulement: oo et k y gardent des valeurs constantes.

Avant d'aborder d'autres modèles, citons quelques faits expérimentaux remarquables concernant l'application des modèles basés sur la théorie des empilements. a) Manque d'observation d'empilements plans dans les métaux purs; seuls les alliages à faible énergie de faute d'empilement, où les dislocations sont fortement dissociées, où les précipités sont cohérents avec la matrice (par exemple les aciers doux [1]) présentent de tels empilements. Pourtant la loi de HALL-PETCH est valable aussi bien pour les métaux purs que pour les alliages.

b) KU, Mc EVILY et JOHNSON [26] ont examiné le coefficient k de HALL-PETCH dans le cuivre et ses alliages en fonction de l'énergie de faute d'empilement; ils observent que k  $\pm$  0 même en l'absence d'empilements, et que k augmente en présence d'empilements.

c) WORTHINGTON et SMITH [27], dans leurs travaux sur le Fe à 3 % de Silicium, ont observé que les dislocations sont émises à partir des joints de grains, à contrainte très inférieure à la limite d'élasticité, sans l'aide d'empilements; et que cette contrainte ne dépend pas de la taille de grain. Conformement au modèle original de HALL, le rôle des empilements est de créer une concentration de contrainte aux joints de grains pour activer les sources de dislocations. Si ces sources de dislocations peuvent être activées sans empilements et à des contraintes inférieures à la limite d'élasticité, la présence des empilements n'est plus indispensable. D'où l'idée de chercher d'autres théories pour expliquer la relation de HALL-PETCH.

III- MODELES BASES SUR LES THEORIES DE L'ECROUISSAGE

III-1) Modèle de LI et CHOU

Les "modèles d'écrouissage "s'appliquent à la contrainte d'écoulement, mais pas à la limite d'élasticité. JOHNSON [28] fut le premier à suggérer que le terme kd<sup>-1/2</sup> de la relation de HALL-PETCH pourrait être dû à l'écrouissage. Les modèles d'écrouissage se fondent sur le fait expérimentalement reconnu que la contrainte ( $\sigma_{\mathbf{a}} - \sigma_{\mathbf{0}}$ ) est proportionnelle à la racine carrée de la densité de dislocations  $\varrho$ . suivant la relation:

(31) 
$$\sigma_{e} - \sigma_{o} = aub_{e} e^{-i\omega t}$$

où: a est une constante voisine de 0,4;

p la densité des dislocations;

 $\mu$  le module de cisaillement;

b le vecteur de BURGERS.

En admettant que le libre parcours moyen des dislocations lors du glissement est proportionnel à la taille de grain:

(32)  $\overline{x} = \beta d$ la déformation étant définie par: (33)  $\epsilon = \rho b \overline{x}$ il s'en suit:

(34)  $\sigma_{\mathbf{a}} = \sigma_{\mathbf{b}} + \alpha \mu \mathbf{b} \in \beta \mathbf{b} d^{-1/2}$ 

Ce modèle suppose que  $\sigma_0$  est indépendante de  $\epsilon$  et que la loi d'écrouissage est de type parabolique. Néanmoins ces conditions ne sont observées que dans un nombre limité de matériaux, par exemple le niobium (CONRAD, FEUERSTEIN et RICE [29,30]) et le molybdène [10]. En régle genérale la valeur de  $\sigma_0$  croît avec  $\epsilon$ , alors que la dépendance de k avec  $\epsilon$  est variable. Les résultats de ARMSTRONG et al [31] montrent que k augmente très vite après l'écoulement plastique et devient constant au delà de 20% de déformation, dans le Fe, le laiton et le zinc. L'effet de la déformation plastique sur le coefficient k a été discuté par LI à l'aide d'une équation cinétique définissant la densité de dislocations. Avec restauration, k diminue quand  $\epsilon$  augmente et  $\sigma_0$ peut augmenter, selon les vitesses relatives de restauration et d'écrouissage; alors que sans restauration, k augmente avec la déformation et  $\sigma_0$  reste inchangé.

III-2) Modèle de ASHBY

Dans les polycristaux ( matériaux plastiquement non homogènes), lors de la déformation plastique, des dislocations sont emmagasinées

- 29 -

pour accommoder les gradients de déformation au voisinage des joints, et permettre ainsi une déformation compatible entre grains. ASHBY [32] a repris le modèle précédent et l'a modifié en considérant deux types de populations de dislocations : les dislocations " géométriquement nécessaires" à la compatibilité des déformations entre grains adjacents (densité  $\rho_{e_{i}}$ ) et les dislocations "statistiquement stockées" pour assurer la déformation du grain (densité  $\rho_{e_{i}}$ ); ces dernières sont responsables des trois stades classiques d'écrouissage.Les dislocations "nécessaires géométriquement" contrôlent l'écrouissage du polycristal lorsque leur densité excède celle des dislocations "statistiquement stockées". Elles contribuent à l'écrouissage de deux façons: en créant des obstacles aux glissements et en générant une contrainte de rappel de longueur d'onde égale à la taille de grain. La densité de dislocations  $\rho_{e_{i}}$  et  $\rho_{e_{i}}$ .

ASHBY suppose pour les polycristaux que la densité  $\rho_s$  dépend de la déformation et du parcours moyen des dislocations  $\lambda_s$ , conformément à la relation:

$$(35) \qquad \mathbf{\rho}_{\mathbf{s}} = \epsilon / b \lambda_{\mathbf{s}}$$

tandis que la densité  $\rho_{\epsilon}$ , dépend de  $\epsilon$  et d suivant la relation:

$$\mathbf{p}_{\mathbf{G}} = \epsilon / 4bd$$

Pour les petites déformations ( $\langle 2\% \rangle$  et pour des valeurs raisonnables du libre parcours moyen  $\lambda_{G}$ (quelques  $\mu$ ), alors  $\rho_{S} << \rho_{G}$  et:

(37) 
$$\sigma_{\mathbf{F}} = \sigma_0 + \alpha_3 G_0 b_{\mathbf{E}}^2 d^{-1/2}$$

où as est une constante.

Comme ASHBY, THOMPSON et BASKES [33] ont montré au départ que les densités  $\mathbf{e}_{6}$  et  $\mathbf{e}_{5}$  étaient uniformes: mais dans un travail récent [34] ils admettent que les dislocations apparaissent en deux régions différentes du grain. Les observation en microscopie électronique, par exemple sur le Nickel et sur des aciers austéno-férritiques [35,36] montrent en effet que la densité des dislocations est plus forte au voisinage des joints de grains qu'à l'interieur, ce qui confirme la génération au voisinage des joints, de dislocations nécessaires géométriquement pour assurer la compatibilité des déformations entre grains (fig.I-10 et I-11).



Fig.I-10: Déformation d'un polycristal.

b- Incompatibilité des déformations entre grains

c-d- Introduction de dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la compatibilité des déformations entre grains



Fig.I-11: Zone des dislocations géométriquement nécessaires et zone de dislocations statistiquement stockées.

Soit  $S_v$  la surface des joints de grains par unité de volume ( $S_v$  proportionnel à 1/d ), paramètre stéréologique représentant la taille de grain tridimensionnel; et soit W l'épaisseur de la zone dans laquelle sont stockées les dislocations géométriquement nécessaires. Leur densité moyenne dans le grain est alors:

(38) 
$$\mathbf{\rho}_{\mathbf{G}} = \mathbf{\rho}_{\mathbf{G}}^{\mathbf{F}} \cdot \mathbf{S}_{\mathbf{v}} \cdot \mathbf{W}$$

où  $\mathfrak{g}_{\mathfrak{G}}^{*}$  est la densité locale,  $\mathfrak{g}_{\mathfrak{G}}^{*}$  ne dépendant pas de d. DOLLAR et al [37] proposent pour  $\mathfrak{g}_{\mathfrak{G}}^{*}$  et W les valeurs suivantes:

(39)  $Q^* = K_1 \in 0, 5$  et  $W = K_2 \in 0, 5$ 

où K1 et K2 sont des constantes. Il s'en suit:

$$(40) \qquad \mathbf{p} = \mathbf{KSve}$$

où K est une constante.

Cette équation est compatible avec l'équation (36), mais l'interprétation physique en est différente. Par ailleur, ces mêmes auteurs définissent la densité des dislocations statistiquement stockées, par la relation:

$$(41) \qquad \qquad \mathbf{p}_{\mathbf{s}} = \mathbf{K}_{\mathbf{4}} \in \mathbf{n} \qquad \mathbf{n} > 1$$

où K4 est une constante.

MARGOLIN et STANESCU [38] montrent sur l'alliage Ti-Mn que les bandes de glissement se créent aux joints de grains; ceci indique que, initialement ,  $e_{\rm q} > e_{\rm s}$ . Mais  $e_{\rm q}$  étant la densité moyenne dans le grain , et  $de_{\rm q}/d\epsilon$  étant inférieur à  $de_{\rm s}/d\epsilon$ , il s'en suit très rapidement, que  $e_{\rm s} < e_{\rm s}$ , approximativement dès que  $\epsilon = 1\%$  [39].

En faisant un développement limité, on peut écrire:

(42) 
$$(\mathbf{e}_{a} + \mathbf{e}_{a})^{1/2} = (\mathbf{e}_{a})^{1/2} (1 + \frac{\mathbf{e}_{a}}{2\mathbf{e}_{s}} - \frac{\mathbf{e}_{a}^{2}}{8\mathbf{e}_{s}^{2}} + \frac{\mathbf{e}_{a}^{3}}{\lambda 6\mathbf{e}_{s}^{3}} - \dots)$$

Au premier ordre nous avons:

(43) 
$$(\rho_{\sigma} + \rho_{\pi})^{1/2} = \rho_{s}^{1/2} (1 + \frac{\ell_{c}}{\ell_{s}})$$

d'où, en utilisant la relation (32):

(44) 
$$\sigma_{F} = \sigma_{0} + \alpha_{H}b\rho_{1/2}^{1/2} + \alpha_{H}b\frac{\rho_{0}}{2\rho_{1/2}^{1/2}}$$

on en déduit:

(45) 
$$\sigma_F = \sigma_0 + A_1 \epsilon^{n/2} + A_2 \epsilon^{(1-n/2)} S_v$$

avec: 
$$A_1 = \alpha \mu b(K_4)^{1/2}$$
 et  $A_2 = \alpha \mu b \frac{K}{2(K_4)^{1/2}}$ 

soit:

$$(46) \qquad \sigma_F = \sigma_1 + K_1 S_V$$

où  $\sigma_1$  croît avec  $\in$ , tandis que la valeur de K<sub>1</sub>: croît pour 1 < n < 2; est constante pour n = 2; et décroît pour n > 2, ceci lorsque  $\in$  croît.

Pour  $\rho_{\sigma} < \rho_{\Xi}$  on a donc une relation en d<sup>-1</sup> ( S<sub>v</sub> proportionnel à 1/d ) entre o<sub>F</sub> et d. On peut écrire la relation (45) sous la forme suivante:

(47) 
$$\sigma_F = \sigma_0 + \Delta \sigma_{IN} + \Delta \sigma_{JG}$$

où  $\Delta \sigma_{IN}$  est l'incrément de  $\sigma_F$  du à l'écrouissage de l'intérieur du grain et  $\Delta \sigma_{JO}$  est l'incrément de  $\sigma_F$  du à l'écrouissage au voisinage des joints de grains. Entre  $\Delta \sigma_{IN}$  et  $\Delta \sigma_{JO}$  existe la relation:

(48) 
$$\frac{\Delta \sigma_{JG}}{\Delta \sigma_{IN}} \alpha \in 1^{-n} S_{V}$$

Etant donné que n > 1 la proportion d'écrouissage au voisinage des joints de grains diminue lorsque ∈ augmente.

III-3) Modèle composite

Dans ce modèle on suggère que la déformation plastique d'un polycristal se fait en trois étapes:

a) génération d'une concentration de contrainte locale aux joints de grains due à la différence de réponse élastique entre les grains adjacents: c'est l'incompatibilité élastique.

b) les dislocations nécessaires géométriquement se créent pour accommoder cette concentration de contrainte: c'est le début de la microplasticité. Le joint de grain écroui a une contrainte d'écoulement  $\sigma_{FJG}$ , et le coeur du grain une contrainte d'écoulement  $\sigma_{FIN}$  ( $\sigma_{FJG}$ > $\sigma_{FIN}$ ). Lorsque la contrainte appliquée  $\sigma_{e}$  croît, le polycristal se comporte comme un matériau composite, constitué d'un réseau continu de joints de grains, et discontinu de coeurs de grains. Les joints de grain écrouis jouent le rôle de matière de renforcement protègent les coeurs des grains. Bien que  $\sigma_{e}$  >  $\sigma_{FIN}$  la déformation plastique au coeurs des grains est empêchée: c'est l'incompatibilité plastique.

c) lorsque la contrainte appliquée  $\sigma_{e}$  est telle que la contrainte aux joints de grains atteint la limite d'écoulement  $\sigma_{FJG}$ , la déformation plastique reprend aux joints, puis se propage dans le coeur du grain: c'est le début de la macroplasticité.

Après une certaine déformation plastique, les densités de dislocations dans les coeurs et dans les joints de grains deviennent les mêmes. L'incompatibilité plastique disparaît; et on a: (fig.I-12) [40]

(49)  $\sigma_{a} = \sigma_{FJG} = \sigma_{FIN}$ 

Qualitativement, un polycristal à gros grains n'est pas bien protégé par le film écroui des joints de grains (mauvais renforcement) et a par suite, une limite d'élasticité faible; ceci est en accord avec la relation quantitative entre le diamètre du grain et la limite d'élasticité ou la contrainte d'écoulement.



Fig.I-12: Différents stades de déformation plastique: -(a,b) Ecoulement plastique localisé au voisinage du joint de grain (microplasticité).

-(c,d) Voisinage de joint de grain écroui protégeant le coeur du grain.

-(e,f) Macroplasticité.

Pour la plupart des cas simples où les fibres de renforcement sont continues et parallèles à l'axe de traction, et en supposant que les constantes élastiques sont les mêmes pour les fibres et pour la matrice, la loi des mélanges est utilisée pour la limite d'écoulement.

(50) 
$$\sigma_F = V_{F}\sigma_{FF} + V_{M}\sigma_{FM}$$

où:

OF est la contrainte d'écoulement du matériau; OFF la contrainte d'écoulement des fibres; OFM la contrainte d'écoulement de la matrice; VF et VM sont les fractions volumiques respectives des fibres et de la matrice.

Dans le cas des fibres continues où les fractions volumiques deviennent égales aux fractions de surface, MARGOLIN et STANESCU [38] appliquent la loi des mélanges au polycristal considéré comme un matériau composite constitué d'une couche de joints de grains d'épaisseur t et de coeurs de grains de diamètre d - 2t, d étant la taille de grain. Dans une section droite, soient AIN et AJG les fractions de surface de coeurs de grains et de joints de grains respectivement. La contrainte d'écoulement dans le grain est alors:

(51) 
$$\sigma_F = A_{IG} \sigma_{FIG} + A_{JG} \sigma_{FJG}$$

(52)

OFIG et OFJG étant respectivement les valeurs des contraintes d'écoulement dans les coeurs des grains et dans les voisinages des joints de grains.

Reprenons l'analyse proposée par SCHEIL [41]. Supposons le matériau composé de grains sphériques de même diamètre d, avec une épaisseur t de couche écrouie au joint (Fig.I-13). Les sections droites S1, S2, S3, S4, S5, présentent diverses proportions entre les aires des coeurs des grains et celles des joints. La probabilité p de couper une sphère de diamètre d par un cercle de diamètre compris entre  $\delta$  et d est donnée par:

$$p(d,\delta) = \frac{\sqrt{(d/2)^2 - (\delta/2)^2}}{d/2}$$

Et la probabilité de couper une sphère de diamètre 
$$d$$
 par un cercle de diamètre compris entre  $\delta_1$  et  $\delta_2$  est donnée par:



Fig.I-13: probabilité d'intersection d'un plan avec une sphère
- 37 -

(53) 
$$p(\delta_1, \delta_2) = \frac{\int (d^2 - \delta_1^2) - \int (d^2 - \delta_2^2)}{d}$$

On peut alors définir le diamètre moyen des cercles de coupure par une section plane par:

(54) 
$$d = \frac{\int_{0}^{d/2} \frac{d^2}{(\frac{d^2}{4} - y^2)^{1/2}} dy}{\int_{0}^{1/2} \frac{d^2}{4}} = \frac{\pi}{4} d$$

De la même manière l'épaisseur moyenne de la couche écrouie aux joints, coupée par une section droite est définie par:

$$\overline{t} = \frac{d - 2t}{d} \frac{\int_{0}^{(d-2t)/2} \left[ \frac{d^{2}}{(\frac{d}{4} - y^{2})^{1/2}} - \left[ (\frac{d - 2t}{2})^{2} - y^{2} \right]^{1/2} \right] dy}{\int_{0}^{(d-2t)/2} dy} + \frac{2t}{d} \frac{\int_{0}^{d/2} \frac{d^{2}}{(\frac{d}{2} - y^{2})^{1/2} dy}}{\int_{0}^{d/2} \frac{d^{2}}{(\frac{d}{2} - y^{2})^{1/2} dy}}{\int_{(d-2t)/2}^{d/2} \frac{dy}{dy}}$$

qui donne approximativement:

 $\overline{t}$  = 1,8 t pour t << d, et:  $\overline{t}$  =  $\pi d/2$  pour t = d/2.

On en déduit, en supposant un diamètre moyen de grain d et une épaisseur moyenne de couches de joints écrouies  $\tilde{t}$ , la fraction de surface d'une section droite occupée par les coeurs de grain Arg, et celle occupée par la couche de joints écrouie Arg :

(56) Are = 
$$\frac{(\pi/4)[(d-2t)^2]}{(\pi/4) d^2} = 1 - 4 \frac{t}{d} + 4 \frac{t^2}{d^2}$$

(57) Are = 
$$\frac{(\pi/4)[d^2 - (d - 2t)^2]}{(\pi/4) d^2} = 4 \frac{t}{d} - 4 \frac{t^2}{d^2}$$

d'où la contrainte d'écoulement:

(58) 
$$\sigma_F = \sigma_{FIG} + 4(\sigma_{FJG} - \sigma_{FIG}) - 4(\sigma_{FJG} - \sigma_{FIG}) - \frac{1}{d^2}$$

ou

(59) 
$$\sigma_F = \sigma_{FIG} + 8(\sigma_{FJG} - \sigma_{FIG}) - - 16(\sigma_{FJG} - \sigma_{FIG}) - d d^2$$

avec: 
$$t = 1,57t (\approx -t) et d = -d$$
  
2 4

Il faut en effet se rappeler que:  $t \approx 1,8 t$  pour t << d, et  $t \approx 0,8 t$ pour t = d/2. MARGOLIN et STANESCU ont pris t = 1,57 t [38], qui correspond à une

épaisseur raisonnable de couches de joints écrouies. Ils supposent d'autre part que:

(60) 
$$t = k d^{1/2}$$

expression qui signifie physiquement qu'à petite taille de grain, t augmente rapidement avec le diamètre de grain, tandis que la dépendance est faible à grande taille de grain. En substituant la relation (60) dans (59) on obtient:

(61) 
$$\sigma_F = \sigma_{FIG} + 8k(\sigma_{FJG} - \sigma_{FIG})d^{-1/2} - 16k^2(\sigma_{FJG} - \sigma_{FIG})d^{-1}$$

Cette dernière relation prédit une dépendance en  $d^{-1/2}$  pour les grandes tailles de grains (terme en  $d^{-1/2}$  prépondérant) et une dépendance en  $d^{-1}$  pour les petites tailles de grains (terme en  $d^{-1}$  prépondérant).

Les résultats expérimentaux obtenus par THOMPSON [42],[43] sur le nickel, ANDERSON [44] et ABRAHAMSON [45] vérifient très correctement ce modèle sur une grande plage de tailles de grain (Fig.I-14).

- 38 -



Fig.I-14: Comparaison du modèle de l'équation (61) avec les résultats expérimentaux obtenus par THOMPSON (1975 - 1977) pour le nickel

## IV- MODELES BASES SUR LA GENERATION DE DISLOCATIONS A PARTIR DES JOINTS DE GRAINS

La quatrième approche de la loi de HALL-PETCH rend compte du fait que les joints de grains sont souvent des sources de dislocations [3]. Il est supposé que la capacité des joints à émettre des dislocations peut dépendre de leur structure et de leur composition, mais est indépendante de la taille de grain. LI et CHOU [3], désignent par m la longueur totale de dislocations émises par unité de surface de joint de grain, au début de la déformation; la densité de dislocations dans un grain sphérique est alors:

(62) 
$$\rho = \frac{1}{2} \pi d^2 \frac{m}{(\pi/6)d^3} = \frac{3m}{d}$$

et la contrainte limite d'écoulement:

(63) 
$$\sigma = \sigma_0 + \alpha \mu b \sqrt{3m'} d^{-1/2}$$

Ce modèle est confirmé - par l'observation expérimentale de joints qui jouent le rôle de sources de dislocations [46], plus particulièrement lorsqu'ils présentent des crans [47],

- 39 -

- et par l'effet d'une trempe ou d'un recuit sur la stabilité des crans aux joints.

Le développement de se modèle nécessiterait de prendre en compte les interactions dislocatios de réseau/joints, qui peuvent se manifester de différentes manières [10],[48]:

a) le joint peut être un obstacle au déplacement des dislocations de réseau (dislocations extrinsèques); dans ce cas les dislocations émises par une source placée à l'intérieur du grain viennent s'empiler contre le joint.

b) le joint peut produire des dislocations de réseau, et agit ainsi,
comme source sous l'effet de la contrainte appliquée. Les vecteurs de
BURGERS des dislocations concernées sont reliés par:

(64) 
$$\sum_{i} b(J) = b(R) + \sum_{i} b(J)$$

 $b^{(R)}$  désigne le vecteur de BURGERS d'une dislocation de réseau (dislocation extrinsèque), et  $b_{(J)}$  celui d'une dislocation de joint (dislocation intrinsèque). Cette relation exprime le fait que sous l'effet de la contrainte appliquée, l'association et la réaction des dislocations de joints ( $b^{(J)}$ ) constituent le mécanisme de source de dislocations de réseau ( $b^{(R)}$ ) dans le joint; il peut rester des dislocations de joint résiduelles ( $b^{(J)}_{(R)}$ ).

c) le joint peut fonctionner comme puits de dislocations, c'est-à-dire peut absorber des dislocations de réseau. Cette absorption peut se produire avec réaction avec les dislocations de joints:

$$(65) \qquad \qquad b(R) = \sum b(J)$$

ou sans réaction avec les dislocations de joints:

$$b(R) + \sum_{i} b(J) = \sum_{i} b(J)$$

d) le joint peut transmettre le glissement entre grains adjacents en fonctionnant comme puits pour les dislocations du premier grain et comme source pour les dislocations du second. La réaction entre dislocations s'écrit:

(67) 
$$b^{(R)} + \sum_{i} b^{(J)} = b^{(R)} + \sum_{k} b^{(J)}$$

**\_** 40 **\_** 

Les observations expérimentales faites par FORWOOD et al [49], sur un échantillon d'acier inoxydable austénitique 18-8 légèrement déformé; KURZYDLOWSKY et al [46] sur une lame d'acier inoxydable austénitique déformée in-situ dans le microscope électronique; et par JACQUES et al [50] sur des échantillons bicristallins de silicium, confirment l'existence des interactions dislocations de réseau-joints pendant la déformation plastique, et l'équation (67) de réaction entre dislocations

#### V- CONCLUSION

La déformation plastique à froid d'un polycristal, est contrôlée d'une part par les caractéristiques du matériau, et d'autre part par celle des joints. Les métallurgistes ont essentiellement analysé l'effet de la taille de grain sur les propriétés mécaniques et ont proposé un certain nombre de modèles, que nous venons d'exposer, modèles qui rendent compte des résultats expérimentaux. Cependant il apparait que seule une meilleure connaissance des interactions entre les dislocations de réseau et le joint, permettra de mieux comprendre les mécanismes incriminés aux joints de grains. Dans ce domaine, l'apport des observations in situ, au cours de la déformation, est essentiel pour comprendre ces mécanismes et pour parvenir à une meilleure modélisation. Malheureusement ces observations sont encore très difficiles à mettre en œuvre et sont limitées, aujourd'hui encore à des cas bien particulièrs.



# - B -

## INFLUENCE DE LA TENEUR EN AZOTE

SUR LES PROPRIETES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

. 

Les aciers inoxydables austénitiques classiques sont des aciers au Chrome (16 - 26%) leur conférant le caractère d'inoxydabilité et au Nickel (6 - 22%) leur conférant la structure austénitique. Cette structure, obtenue par trempe sévère après austénitisation vers 1050 °C -1200 °C, n'est pas parfaitement stable vis-à-vis des transformations de phases et présente des caractéristiques mécaniques relativement faibles. L'adjonction d'Azote, comme nous allons le voir, permet à la fois de stabiliser et de durcir ces aciers.

I- ROLE DE L'AZOTE SUR LA STABILITE DE L'AUSTENITE

- Stabilité vis-à-vis de la formation de ferrite.

La stabilité de l'austénite vis-à-vis de la formation de ferrite est essentiellement due au Nickel; mais la possibilité de remplacer cet élément coûteux par d'autres éléments gammagènes est un objectif fréquent. L'addition d'Azote joue ce rôle. L'effet gammagène de l'Azote est 25 fois plus important que celui du Nickel [51]. Si la solubilité de l'Azote dans l'austénite est limitée, elle peut être accrue par addition de Manganèse.

Le diagramme de SCHAEFFLER (fig.I-15) évalue le taux de ferrite d'un acier soudé en fonction des équivalents Chrome et Nickel [52]:

 $Cr_{eq} = (Cr) + (Mo) + 1,5(Si) + 0,5(Nb)$ 

 $Ni_{eq} = (Ni) + 0,5(Mn) + 30(C)$ 

Ce diagramme a été modifié par DELONG en présence d'Azote (fig.I-16) à l'aide de l'équivalent Nickel [53]:

 $Ni_{eq} = (Ni) + 0,5(Mn) + 30(C) + 30(N)$ 

On y observe le fort rôle stabilisant de l'Azote.

- 46 -



Fig.I-15: Diagramme de SCHAEFFLER définissant la teneur en ferrite δ d'un acier inoxydable austénitique soudé.



Fig.I-16: Diagramme de DELONG : Diagramme de SCHAEFFLER modifié en présence d'Azote.

- Stabilité de l'austénite vis-à-vis de la formation de martensite.

L'austénite peut être déstabilisée par la formation de martensite. La stabilité aux basses températures correspond à un abaissement de la température de début de transformation martensitique Ms. La stabilité sous déformation plastique est améliorée par un abaissement de la température Ma. L'effet des éléments d'alliage (en % pondéral) sur ces températures apparaît dans les formules proposées par PICKERING [54]:

$$Ms(^{\circ}C) = 502 - 810(C) - 1230(N) - 13(Mn) - 30(Ni)$$
  
- 12(Cr) - 54(Cu) - 46(Mo)

$$M_{d \ni 0}(^{\circ}C) = 497 - 462(C + N) - 9,2(Si) - 8,1(Mn)$$
  
- 13,7(Cr) - 20(Ni) -18,5(Mo)

Maso représente la température à laquelle apparaît 50% de martensite sous une déformation vraie de 30%.

On remarque le fort effet stabilisant de l'Azote. La martensite peut être induite par déformation, particulièrement dans le cas des matériaux à faible énergie de faute d'empilement [55].

-La déstabilisation de l'austénite peut également être causée par précipitation due au maintien à haute température (500 - 800°C) [56]. Cette précipitation est contrôlée par la composition chimique de l'acier [57],[58]. Il est montré que dans certains cas, l'Azote à forte teneur ralentit la précipitation des carbures M23Ce [57,58,59], et entraîne la précipitation de nitrures de Chrome Cr2N (fig.I-17)[60]. Pourtant dans un travail récent [64], il est montré que l'Azote à forte teneur favorise la précipitation des carbures aux joints de grains à la température de 600 °C.



Fig.I-17: Précitation du nitrure de Chrome Cr2N en fonction de la durée de recuit isotherme à 650 °C dans un acier Z2 CND 17-12

## II- ROLE DE L'AZOTE SUR LE DURCISSEMENT DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Les aciers inoxydables austénitiques ont de faibles caractéristiques mécaniques, mais présentent une forte ductilité et un fort écrouissage. Néanmoins, par addition d'Azote, et par affinage de grain, il est possible d'augmenter fortement leurs propriétés mécaniques.

II-1) Durcissement du à la présence d'Azote interstitiel

Le durcissement de l'austénite par solution solide est particulièrement important pour des solutions solides interstitielles d'Azote, de Carbone ou de Bore. L'Azote a l'effet de durcissement le plus important comme le montre la figure I-18 [54]. L'Azote interstitiel dilate le réseau cubique à faces centrées de la maille austénitique (fig.I-19) [56]. L'augmentation du paramètre de maille de l'austénite a été évaluée à 0,03 A/% pds d'Azote.Le durcissement par solution solide interstitielle d'Azote résulte essentiellement des interactions fortes entre les interstitiels et le coeur des dislocations (effet d'ancrage)[56].



Fig. I-18: Effet de durcissement par solution solide

II-2) Durcissement par précipitation de nitrures

La précipitation intergranulaire est un mode de durcissement important pour les aciers inoxydables austénitiques. Il s'agit de créer de fins précipités, le plus souvent à base de C, N et B, répartis le plus uniformément possible dans la matrice, afin de servir d'obstacles durs au mouvement des dislocations. La combinaison de l'azote avec des éléments nitrurigènes (Mo, V, Nb, Ti ) assure une telle fonction [62].



Fig.I-19: Azote interstitiel dans la maille CFC de l'austénite

### III- INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LES PROPRIETES EN TRACTION MONOTONE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Le comportement en traction monotone d'un matériau est fondamentalement gouverné par la structure, les éléments d'alliage, la taille et la texture des grains pour les polycristaux, et par les conditions d'essais: température et vitesse de déformation.

Les aciers inoxydables austénitiques ont une bonne résistance à la corrosion, mais ils possèdent malheureusement des caractéristiques mécaniques relativement faibles. Pour améliorer celles-ci les sidérurgistes introduisent des éléments interstitiels, en particulier de l'Azote, élément qui joue un rôle très important sur les propriétés des aciers inoxydables austénitiques, tant en traction monotone que sous d'autres modes de sollicitations (rupture par choc, fluage, fatigue, ...) [61,62]. Nous parlerons dans cette étude plus particulièrement de l'influence de la teneur en Azote sur les caractéristiques de traction monotone.

III-1) Influence de la teneur en Azote sur la limite d'élasticité et la résistance à la rupture

En modifiant certaines caractéristiques microscopiques responsables des propriétés mécaniques (dilatation du réseau cfc de l'austénite, abaissement de l'énergie de faute d'empilement favorisant le

- 49 -

glissement plan [61] (figure I-20)), l'Azote accroît la limite d'élasticité, quelque soit la température (figures: I-21,22, et 23), mais d'autant plus que la température est basse. Elle accroît par ailleurs également la résistance à la rupture.







Fig.I-21: Variation de la limite d'élasticité avec la température (a) aciers 304L (Z2 CND 17-12) allié à l'Azote (b) aciers 316L (Z2 CND 17-12) allié à l'Azote d'après [63]

- 50 -



Fig.I-22: Variation de la limite d'élasticité des aciers AISI 316L (Z2 CND 17-12) chargés en Azote (a) variation avec la température (b) variation avec la teneur en Azote d'après [5]



Fig.I-23: Variation des caractéristiques de traction monotone des aciers 316 à l'Azote en fonction de leur teneur en Azote d'après [64]

- 5I -

Les figures I-22 et 23 montrent que l'augmentation de la teneur en Azote provoque une augmentation linéaire de la limite d'élasticité à 0,2%, évaluée par PICKERING [65] à environ 500 MPa/%pds d'Azote. PICKERING [65] propose en effet la prédiction empirique suivante pour l'augmentation de σ0,2 dans les aciers inoxydables austénitiques:

 $\sigma_{D,2}(MPa) = 68 + 492(\%N) + 354(\%C) + 20(\%Si) + 14(\%Mo) + 18(\%V)$  $+ 4,4(\%W) + 40(\%Nb) + 26(\%Ti) + 12(\%Al) + 2,4(\%\delta) + 7 d^{-1/2}$ 

où les teneurs en éléments s'expriment en pourcentages pondéraux, δ% est la teneur en ferrite δ, et d la taille de grain exprimée en mm. Cette relation est obtenue par régressions linéaires sur un grand nombre d'aciers.

III-2) Influence de la teneur en Azote sur la ductilité et les paramètres d'écrouissage des aciers inoxydables austénitiques

Le durcissement par addition d'Azote s'accompagne d'une perte de ductilité (figure:I-23).

L'étude de la courbe d'écrouissage  $\sigma_v = K \in_{pvn}$ , dans le domaine de déformation  $0,1 < \in_{pv} < 3\%$  [64], a montré que le coefficient d'écrouissage K augmente avec la teneur en Azote, tandis que l'exposant d'écrouissage n diminue (figure I-24). L'augmentation du coefficient d'écrouissage K traduit l'accroissement de la limite d'élasticité avec la teneur en Azote; la diminution de l'exposant d'écrouissage n traduit la diminution des contraintes à longue portée exercées sur les dislocations, diminution due à l'effet d'ancrage sur les solutés [64].

- 52 -



Fig.I-24: Evolutions du coefficient **K** (a), et de l'exposant n (b) d'écrouissage en fonction de la teneur en Azote d'après [64]



# INFLUENCE CONJOINTE DE LA TENEUR EN AZOTE ET DE LA TAILLE DE GRAIN CONCLUSION

- C -

- 55

• . . • • . · · · · · ·

.

#### I- MODELE DE NORSTROM

L'influence conjointe de la teneur en Azote et de la taille de grain sur la contrainte d'écoulement des aciers inoxydables austénitiques type 316L a été analysée par NORSTROM en 1977, dans le domaine de températures 20 - 600 °C. Il étudie d'une part l'influence de la taille de grain seule sur la contrainte d'écoulement [6], et d'autre part l'influence combinée de l'Azote et de la taille de grain sur la limite d'élasticité à 0,2 % [5]. Il montre qu'à température ambiante, la limite d'élasticité et la contrainte d'écoulement de l'acier 316 L augmentent lorsque la taille de grain décroît, suivant une loi du type HALL-PETCH où le coefficient de HALL-PETCH varie linéairement avec la racine carrée de la déformation plastique. Et dans des aciers semblables contenant de l'Azote (0,05; 0,11; 0,18 % poids d'Azote respectivement), il décompose la limite d'élasticité à 0,2 % en quatre termes:

$$R_{0,2x} = \sigma_0 + \sigma_{N1} + \sigma_{Nd} + \sigma_{d1}$$

où:

-σο représente la limite d'élasticité du monocristal de base, en l' absence d'Azote,

-oni est la contribution due au durcissement par solution solide d'Azote dans un grain de dimensions infinies,

-ona est la contribution de l'Azote allié à l'affinage du grain (contrainte d'intéraction),

-oai est la contribution due au durcissement par affinage du grain, en l'absence d'Azote.

Il obtient la relation empirique suivante, dans le domaine de températures 20 - 600 °C:

 $R_{0,2x} = 15 + \frac{33000}{T} + \frac{1690 - T}{65(\frac{1}{T})(2N)^{1/2}} + \frac{17 + 78(2N)}{1}d^{-1/2}$ 

où Ro,2x s'exprime en MPa;

T est la température absolue en K;

%N la teneur massique en Azote;

d la taille de grain en mm.

On retrouve un durcissement thermique par solution solide (en  $(%N)^{1/2}$ ), un durcissement athermique par affinage du grain (en  $d^{-1/2}$ ) et un durcissement athermique d'interaction (en  $(%N)d^{-1/2}$ ). Des résultats ultérieurs à ceux de NORSTROM [64],[66], montrent que les relations de PICKERING et de NORSTROM ne sont pas parfaitement vérifiées sur d'autres matériaux type 316L.

Sur une étude portant sur cinq aciers type 316L diversement chargés en Azote (0,013 % < xN < 0,062 %), VARIN et KURZYDLOWSKI [66] montrent que les modèles de PICKERING et de NORSTROM surévaluent la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2x}$ , celui de PICKERING étant le moins bon (fig.I-25); ils montrent d'autre part que l'effet des macles est négligeable c'est à dire que le coefficient k de HALL - PETCH est indépendant du nombre de macles par grain (fig.I-26).





Sur une étude portant sur huit aciers type 316L dont certains beaucoup plus chargés en Azote que ceux de VARIN (0,03 % <  $\times$ N < 0,25 %) S.DEGALLAIX [64] montre que le modèle de PICKERING sous-estime de 25 % environ la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2x}$ , bien que les durcissements dus à l'Azote soient très comparables (493 MPa /  $\times$  pds N pour S.DEGALLAIX, 527 MPa /  $\times$  pds N pour PICKERING), et que le modèle de NORSTROM sousestime également  $\sigma_{0,2x}$ , mais nettement moins que celui de PICKERING. De plus cette sous-estimation s'atténue lorsque la teneur en Azote augmente (15% à 0,03  $\times$ N et 4% à 0,25  $\times$ N).



Fig.I-26: Effet du nombre de macles par grain sur le coefficient k de HALL-PETCH

Mais la linéarité de la variation de  $\sigma_{0,2x}$  avec la teneur en Azote est confirmée par ces différents auteurs. Il faut remarquer que la relation de NORSTROM conduit à une variation quasiment linéaire de  $\sigma_{0,2x}$  en fonction de la teneur en Azote.

Néanmoins, les modèles proposés jusqu'ici présentent certains défauts. Le modèle de PICKERING est le résultat d'un ajustement par régression linéaire, et ne consiste en aucun cas en une loi phénoménologique. Le modèle de NORSTROM, de nature plus phénoménologique, mériterait néanmoins une interprétation physique plus approfondie des mécanismes mis en jeu: mécanismes activés thermiquement et mécanismes non activés thermiquement. De plus l'influence de la vitesse de déformation n'est pas prise en compte, et surtout ce modèle ne s'applique qu'à la limite d'élasticité; il serait particulièrement intéressant de l'élargir aux contraintes d'écoulement.

Enfin les résultats expérimentaux de la bibliographie montrent une divergence par rapport à ces modèles.

- 59 -

.

.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

е - ч

•

•

· · ·

.

[1] E.O. HALL : Proc. Phys. Soc. (London), Vol.64B, (1951). p.747.

- [2] N.J. PETCH : J. Iron Steel Inst., Vol.174, (1953), p.25.
- [3] J.C.M. LI et Y.T. CHOU : " the role of dislocations in the Flow Stress Grain Size relationships ", Met. Trans., Vol.1, (May 1970), pp.1145-1159.
- [4] V. KUTUMBA RAO, D.M.R. TAPLIN et P. RAMA RAO : " the grain size dependence of flow and fracture in Cr-Mn-N austenitic steel from 300 to 1300K ", Met. Trans., Vol.6A, (January 1975), p.77.
- [5] L.-A. NORSTRÖM : " the influence of nitrogen and grain size on yield strength in type AISI 316 L austenitic stainless steel ", Metal science, (June 1977), p.208.
- [6] L.-A. NORSTROM : " influence of grain size on flow stress in an austenitic stainless steel ", Scand. J. Metallurgy, Vol.6, (1977), pp.145-150.
- [7] SHAN-LE-WANG et L.E. MURR : "effect of prestrain and stackingfault energy on the application of the HALL-PETCH relation in fcc metals and alloys ", Metallography, Vol.13, (1980), pp.203-224.
- [8] E.M. SCHULSON, T.P. WEIHS, D.V. VIENS et I. BAKER : " the effect of grain size on the yield strength of NiaAl ", Acta Met., Vol.33, (September 1985), pp.1587-1591.
- [9] L.R. MORRIS, H. SANG et D.M. MOORE : " the effect of grain size on the yield strength of a wrought Al-6%Ni alloy ", ICSMA, Nancy, (1976), pp.131-135.
- [10] G. CHAMPIER : " joint et plasticité à froid ", Ecole d'été de métallurgie physique : " les joints de grains dans les matériaux", (20-28 sept 1984), pp.351-360.

- 63 -

- [11] J.D. ESHELBY , F.C. FRANK et F.R.N. NABARRO : Phil. Mag. , Vol.42, (1951), p.351.
- [12] Y.T. CHOU et N. LOUAT : J. Appl. Phys., Vol.33, (1962), p.3312.
- [13] T. YOKOBORI et M. ICHIKAWA : J. Phys. Soc. Japan, Vol.19, (1964), p.2337.
- [14] P. CHAUDHARI et R.O. SCATTERGOOD : " on the pile-up model for yielding ", Acta Met., Vol.14, (1966), pp.685-686.
- [15] E. SMITH : "yielding ahead of a pile-up subject to a non-uniform shear stress ", Acta Met., Vol.15, (July 1967), pp.1193-1195.
- [16] J.C.M. LI : Phil. Mag., Vol.19, (1969), p.189.
- [17] A.R. ROSENFIELD et G.T. HAHN : " linear arrays of moving dislocations piling-up against an obstacle ", Acta Met., Vol.16, (1968), P.755.
- [18] G. LEIBFRIED : Z. Phys., Vol.130, (1951), p.214.
- [19] A.K. HEAD et N. LOUAT : Austr. J. Phys., Vol.8, (1955), p.1.
- [20] R.V. ARMSTRONG, Y.T. CHOU, R.M. FISHER et N. LOUAT : Phil. Mag., Vol.14, (1966), p.943.
- [21] J.C.M. LI et G.C.T. LIU : " circular dislocation pile-up: strength of ultra fine polycristalline agregates ", Phil. Mag., Vol.15, (1967), p.1059.
- [22] T. YOKOBORI et M. ICHIKAWA : Repts. Res. Inst. Strength Fracture Mater., Tohoku Univ., Vol.3, (1967), pp.1-14.
- [23] N. LOUAT : " the distribution of dislocations in stacked linear arrays ", Phil. Mag., Vol.8, (1963), pp.1219-1224.

[24] J.C.M. LI, Résultats non publiés, (cité par [3]).

- [25] E. SMITH : Proc. Roy. Soc., Vol.282A, (1964), p.422.
- [26] R.C. KU, A.J. Mc EVILY et T.L. JOHNSON : Ford scientific laboratory report, impublished (cité par [33]).
- [27] P.J. WORTHINGTON et E. SMITH : " the formation of slip bands in polycristalline 3% Silicon Iron in the pre-yield microstrain region ", Acta Met., Vol.12, (1964), p.1277.
- [28] A.A. JOHNSON : " the ductile-brittle transition in body-centred cubic transition metals ", Phil. Mag., Vol.7, (1962), pp.177-196.
- [29] H.C. CONRAD, S. FEUERSTEIN et L. RICE : Mater. Sci. Ing. , Vol.2, (1967), p.157.
- [30] H.C. CONRAD, S. FEUERSTEIN et L. RICE : Trans. Japan Inst. Metals, Vol.9 suppl., (1968), p.481.
- [31] R. ARMSTRONG, I. CODD, R.M. DOUTHWAITE et N.J. PETCH : Phil. Mag., Vol.7, (1962), p.45.
- [32] M.F. ASHBY : " the deformation of plastically non-homogenious materials ", Phil. Mag., Vol.21, (1970), pp.399-424.
- [33] A.W. THOMPSON et M.I. BASKES : " the influence of grain size on the work hardening of face-centred cubic polycristals ", Phil. Mag., Vol.28, (1973), pp.301-308.
- [34] A.W. THOMPSON, M.I. BASKES ET W.F. FLANAGAN : " the dependence of polycristal work hardening on grain size ", Acta Met., Vol.21, (july 1973), pp.1017-1028.
- [35] M. DOLLAR et S. GORCZYCA : Proc. 6th Polish conference on electron microscopy, IMZ, Krynica (1981), p.115.

[36] T.L. LIN et D. Mc LEAN : Met. Sci. J., Vol.2, (1968), p.108.

- [37] M. DOLLAR et S. GORCZYCA : " the effect of grain size on polycristal hardening ", Scripta Met., Vol.16, (August 1982), pp.901-906.
- [38] H. MARGOLIN et M.S. STANESCU : Acta Met., Vol.23, (1975), P.1411.
- [39] M. DOLLAR et S. GORCZYCA : " a new approch to flow stress-grain size relationship ", Proc. Riso. International Symposium on deformation of polycristals, Riso National Laboratory, (1981), p.163.
- [40] M.A. MEYERS et E. ASHWORTH : Phil. Mag., Vol. 46, (May 1982), pp.737-759.
- [41] F.B. PICKERING : " the basis of quantitative metallography ", Ins. of metallurgical technicians, monograph n°1, (1976), pp.1-38.
- [42] A.A.W. THOMPSON : " yielding in Nickel as a fonction of grain cell size ", Acta Met., Vol.23, (1975), p.1337.
- [43] A.A.W. THOMPSON : Acta Met., Vol.25, (1977), p.83.
- [44] E. ANDERSON, D.L.W. KING et J. SPREADBOROUGH : " the relationship between lower yield stress and grain size in Armco Iron ", Trans. Metal. Soc. AIME, Vol.242, (1968), pp.115-119.
- [45] E.P. ABRAHAMSON : II, in surfaces and interfaces, II, physical and mechanical properties, (Ed. J.J. BURKE, N.L. READ et V. WEISS), Syracuse Univ. Press, New York, (1968), p.262.
- [46] K.J. KURZYDLOWSKI, R.A. VARIN et W. ZIELINSKI : " in situ investigation of the early stages of plastic deformation in an austenitic stainless steel ", Acta Met., Vol.32, (1984), pp.71-78.
- [47] L.E. MURR : " some observations of grain bondary ledges and ledges as dislocation sources in metals and alloys", Met. Trans., Vol.6A, (March 1975), pp.505-513.

- [48] M.W. GRABSCKI : "effet de la structure des joints de grains sur la déformation plastique des polycristaux ", Matériaux et techniques, (Aoùt-Sept 1985), pp.E97-E108.
- [49] C.T. FORWOOD et L.M. CLAREBROUGH : Phil. Mag, Vol.44A, (1981),p.31
  - [50] a) A. JACQUES, J.P. MICHEL et A. GEORGE : Proc. XI th Conf. on Applied crystallography, Kozubnik, (sept 1984).
    - b) A. JACQUES : thèse I.N.P de Lorraine, Nancy, (30 Mai 1984).
    - c) A. JACQUES, E. MARLIERE, J. P. MICHEL et A. GEORGE : Proc. Yamada conference IX on dislocations in solids, Tokyo (27-31 August 1984).
  - [51] T. MASUMOTO et Y. IMAI : " structural diagrams and tensile properties of the 18% Cr-Fe-Ni-N quaternary system alloys ", J. Jpn. Inst. Metals, (July 1969), pp.1364-1371.
  - [52] A.L. SCHAEFFLER : " constitution diagram for stainless steel weld metal ", Met. Progr., Vol.56, (1949), pp.680 et 680 B.
  - [53] W.T. DELONG, G.A. OSTROM et E.R. SZUMACHOWSKI : " measurement and calculation of ferrite in stainless steel weld metal ", Weld J:, Vol.35, (1956), pp.526S-532S.
  - [54] F.B. PICKERING : " physical metallurgy and the design of steels ", Applied Science Publishers LDT, London, (1978).
  - [55] G.B. OLSON et M. COHEN : " kinetics of strain-induced martensitic nucleation ", Met. Trans., Vol.6A, (Avril 1975), pp.791-795.
  - [56] S. DEGALLAIX et J. FOCT : " l'Azote dans les aciers inoxydables austénitiques: influence sur les caractéristiques métallurgiques " Memoires et études scientifiques de la revue de métallurgie, (Dec 1987), pp.645-653.
  - [57] B. WEISS et R. STICKLER : " phases instabilities during high temperatures exposure of 316 austenitic stainless steel", Met. Trans. Vol.3, (Avril 1972), pp.851-866.

- [58] H. TUMA, V. LANDA et K. LOBEL : " changements de phases par maintien isotherme de longue durée dans les aciers austénitiques du type 16Cr-14Ni-2,5Mo en fonction de la teneur en Azote jusqu'à 0,2% ", Mem. Scien. de la Revue de Métallurgie, (Mai 1981), p.255.
- [59] MALLICK : " phase identification in nitrogen stainless steels ", Mat. Sc. Thesis, University of Newcostale upon tyne, (May 1981).
- [60] T. TANAKA, M. KIKUCHI et R. TANAKA : " electron microscopic observation of Cr2N precipitated in 25%Cr-28%Ni-2%Mo austenitic steels containing nitrogen ", J. Jpn. Ins. Metals, (1977), pp.1145-1153.
- [61] S. DEGALLAIX et J. FOCT : " l'Azote dans les aciers inoxydables austénitiques , partie II , influence sur les caractéristiques mécaniques ", Mem. Scien. de la Revue de Métallurgie, (Fev 1987), pp.111-123.
- [62] S. DEGALLAIX, J.B. VOGT et J. FOCT : " influence de la teneur en Azote interstitiel sur le comportement en fatigue oligocyclique d' aciers inoxydables austénitiques ", Mém. Scien. de la Revue de Métallurgie, (Novembre 1983), pp.619-633.
- [63] J. BOURRAT, J. DEMESTRE, A. MERCIER et G. REMY : " aciers inoxydables austénitiques à limite élastique améliorée ", Revue de Métallurgie, (Décembre 1967), pp.1095-1114.
- [64] S. DEGALLAIX : thèse d'état, Université de Lille I, (1986).
- [65] J.O. NILSON et T. THORVALDSSON : " the influence of nitrogen on microstructure and strength of high-alloy austenitic stainless steel ", Scand. J. of Metallurgy, Vol.15, (1985), pp.83-89.
- [66] R.A. VARIN et K.J. KURZYDLOWSKI : "the effects of nitrogen content and twin boundaries on the yield strength of various commercial heats of type 316 austenitic stainless steel ", Mat. Sci. Ing. A, Vol.101, (1988), pp.221-226.

# CHAPITRE 2

ETUDE EXPERIMENTALE

Α

## MATERIAUX ETUDIES & DISPOSITIF EXPERIMENTAL

. . -• •
### I- MATERIAUX ETUDIES

Les matériaux étudiés nous ont été fournis par UNIREC (centre de recherche Usinor à UNIEUX ). Il s'agit de quatre coulées expérimentales élaborées à UNIREC en Avril 1986 et forgées avec un taux de corroyage de 1,4 à 1150 °C afin d'obtenir des barreaux forgés en carrés de 30 x 30 mm<sup>2</sup> ayant une très petite taille de grains.

## I-1) Designation et identification

Les matériaux étudiés dans ce travail sont des aciers du type Z2 CND 17-12 selon la norme AFNOR ou 316L - 316LN selon la norme AISI. Ils appartiennent à la famille des aciers inoxydables austénitiques 18-12. Leurs caractéristiques d'identification et d'élaboration sont définies dans le tableau II-1:

Repère	AFNOR	AISI	Coulée	Produit	Dimension
0	Z2 CND 17-11	316 L	KP 200	Coulée Ondaine UNIREC	<b>⊈</b> 30 mm
1	Z2 CND 17-12	316 L	KP 201	Coulée ondaine UNIREC	<b>p∕i</b> 30 mm
2	Z2 CND 17-13 à l'Azote	316 LN	KP 202	Coulée ondaine UNIREC	<b>⊈</b> 30 mm
3	Z2 CND 17-12 à l'Azote	316 LN	KP 203	Coulée ondaine UNIREC	<b>⊈</b> 1 30 mm

Tableau II-1: Désignation et caractéristiques d'élaboration des matériaux étudiés.

Nous désignerons, dans la suite du texte, chaque matériau par son chiffre repère.

I-2) Compositions chimiques

Les compositions chimiques des aciers étudiés sont données dans le tableau II-2 en % poids.

Acier	С	N	Ni	Cr	Мо	Mn	Si	Р	S	Al	B
0	0,024	0,033	13,58	17,40	2,14	1,60	0,53	0,010	0,013	0,006	0,25
1	0,018	0,077	13,56	17,14	2,07	1,65	0,58	0,010	0,013	0,009	0,30
2	0,016	0,135	13,69	17,32	2,11	1,65	0,56	<0,01	0,013	0,006	0,31
3	0,023	0,235	13,69	17,22	2,22	1,58	0,53	<0,01	0,012	0,007	0,18

Tableau II-2: Compositions chimiques des aciers étudiés, en % poids

I-3) Traitements thermiques

Afin d'étudier l'influence de la taille de grain austénitique sur le comportement mécanique de chacun des quatre aciers, nous avons réalisé différents traitements thermiques de croissance de grain. Les traitements thermiques des aciers à 0,135 et 0,235 % d'Azote ayant abouti à une trop faible différence entre les deux plus petites tailles de grains, un autre traitement thermique a été décidé afin d'obtenir, pour les essais à chaud (300 et 600 °C), des tailles de grain bien différentes. Ces traitements sont présentés dans le tableau II-3. Ils sont tous suivis d'une trempe à l'eau, pour assurer une mise en solution solide interstitielle de l'Azote et du Carbone dans la matrice austénitique.

	Tomnáratura	Traitement thermique pour l'obtention de					
Acier d'essai		Petite taille	Moyenne taille	Grosse taille			
en °C		de grain	de grain	de grain			
0	20	Hypertrempe	2h à 1200°C	2h à 1300°C			
	300	"	"	"			
	600	''	"	"			
1	20	Hypertrempe	2h à 1200°C	2h à 1300°C			
	300	"	"	"			
	600	"	"	"			
2	20	Hypertrempe	45mn à 1200°C	2h à 1300°C			
	300	''	2h à 1200°C	"			
	600	''	<i>"</i>	"			
3	20	Hypertrempe	45mn à 1200°C	2h à 1300°C			
	300	"	2h à 1200°C	<i>I'</i>			
	600	"	<i>n</i>	<i>I</i> /			

Tableau II-3: Traitements thermiques de croissance de grain

L'hypertrempe correspond à une trempe à l'eau après un maintien de une heure à la température de 1100°C.

Tous les traitements ont été effectués avant usinage des éprouvettes. Le calcul des équivalents Chrome et Nickel, le premier proposé par SCHAEFFLER [2] et le second par DELONG [I] en présence d'Azote :

$$Ni_{eq} = (Ni) + 30(C) + 30(N) + 0,5(Mn)$$

$$Cr_{eq} = (Cr) + (Mo) + 1,5(Si) + 0,5(Nb)$$

indique que le taux de ferrite est nul dans la matrice austénitique, comme le montre le diagramme de la figure II-1.



Fig.II-1: Diagramme de SCHAEFFLER modifié par DELONG en présence d'Azote: teneur en ferrite ô des aciers étudiés

#### I-4) Microstructures

Après polissage mécanique jusqu'à une pâte diamant de granulométrie 1 µm, les structures sont révélées chimiquement à l'eau Régale ( 1vol HCl; 2vol HNO3; 2vol H2O ). Les micrographies obtenues sont présentées sur les planches II-1, II-2,

I-4-a) Mesure de la taille de grain par la méthode d'interception linéaire

La méthode d'interception linéaire est la plus couramment utilisée pour la détermination de la grosseur de grain, en particulier en

- 75 -





45 mn à 1200 °C

Planche II-1: Microstructures après traitements thermiques

- 76 -



120 mn à 1300 °C

Planche II-2: Microstructures après traitements thermiques

recherche métallurgique: elle est en effet plus facile à utiliser que la méthode de comptage présentée par la norme AFNOR A 04-102, qui consiste à compter le nombre de grains sur une surface donnée. C'est la raison pour laquelle nous l'avons adoptée dans cette étude. Cette methode consiste à compter le nombre de joints de grains N qui coupent une ligne de longueur L<sub>1</sub>. Le diamètre moyen des grains est alors donné par [3]:

$$d = L_1 / N G$$

G étant le grossissement photographique,

G tient compte des grossissements -de l'objectif du microscope

-de l'objectif de l'appareil photo

-du tirage sur papier par rapport au négatif.

Pour chaque échantillon, plusieurs photos sont prises à des endroits distincts; sur chacune d'elles, le comptage des grains a été fait à des endroits différents, pour une meilleure précision.

Il faut néanmoins remarquer, comme l'a montré la figure I-13, que les diamètres mesurés ne sont pas égaux aux diamètres réels des grains, mais la plupart du temps inférieur. Si on assimile les grains à des sphères de même diamètre d, la probabilité de les couper suivant un cercle de diamètre  $\delta$  tel que  $0<\delta<d$ , est donnée par [3]:

$$p(d,\delta) = \frac{\sqrt{(d/2)^2 - (\delta/2)^2}}{d/2}$$

de la même façon, la probabilité d'avoir un diamètre mesuré compris entre  $\delta_1$  et  $\delta_2$  (  $0 < \delta_1, \delta_2 < d$  ) est définie par:

$$p(\delta_1, \delta_2) = \frac{\sqrt{(d^2 - \delta_1^2)^2 - \sqrt{(d^2 - \delta_2^2)^2}}}{d}$$

dans le cas général, le diamètre moyen mesuré est:(cf chap.I-A \$ III-3)

$$\overline{d} = \pi . d/4$$
 d'où  $d = 4 . d/\pi$ 

d étant le diamètre moyen réel et d le diamètre moyen mesuré, mais cette théorie suppose que les grains sont sphériques et de taille identique, deux hypothèses loin de la réalité. Les grains d'austénite sont des polyèdres; lors de leur croissance les plus petits disparaissent au profit des plus gros. De plus l'opération de forgeage est susceptible de donner une certaine texture à la structure cristalline. Ceci amène une distribution et de forme de grains qu'il conviendrait de decrire dans le détail. Etant donné les moyens dont nous disposons, nous nous contenterons de la taille de grain moyenne obtenue par la méthode d'interception lineaire, dans des sections droites des barreaux forgés.

Le second problème important est celui de la prise en compte des macles, considérant que les joints de macles jouent le même rôle de barière sévère au mouvement des dislocations que les joints de grains. Pourtant d'autres auteurs soulignent que les macles de recuit sont des obstacles doux au glissement des dislocations et justifient ainsi le fait de ne pas en tenir compte.

Récemment, VARIN et KURZYDLOWSKI [4], ont montré que le nombre de macles par grain, dans des aciers AISI 316 (Z2 CND 17 12) n'a aucune influence sur le coefficient k de HALL-PETCH. Nous l'admettrons donc également, justifiant ainsi nos corrélations entre contraintes d'écoulements et tailles de grain mesurées. Néanmoins, à titre indicatif, nous avons donné, dans la tableau II-4,les "tailles de grains" d\* compte tenu des joints de macles, à côté des tailles de grains austénitiques d, utilisé pour la suite.

Acier		Petite taille en µm	Moyenne taille en µm	Moyenne taille en µm	grosse taille en μm
0	d d*	31 27		84 55	309 180
1	d d*	48 44		64 51	275 179
2	d d*	60 40	80 50	100 71	314 209
3	d d*	58 38	73 60	124 74	266 184

Tableau II-4: Tailles de grain en µm obtenues après traitements thermiques de croissance de grain et mesurées par la méthode d'interception linéaire.

## II- PROGRAMME DES ESSAIS

Le présent travail a pour but d'étudier les effets des paramètres intrinsèques: taille de grain austénitique et teneur en Azote interstitiel, sur le comportement en traction monotone des aciers inoxydables austénitiques 316 L et 316 LN. Et étant donné les conditions réelles variées d'utilisation de ces aciers, nous nous proposons d'analyser l'influence des paramètres extrinsèques: température et vitesse de déformation, sur les effets précédents.

II-1) Paramètres intrinsèques

Les quatre teneurs pondérales en Azote étudiées notées X1, i représentant le repère de l'acier sont les suivantes:

Acier	· 0	1	2	3
%pds(N)	0,033	0,077	0,135	0,235

Pour chaque acier, trois tailles de grain ont été obtenues et étudiées, comme l'indique le tableau II-4.

II-2) Paramètres extrinsèques

Ce type d'aciers étant utilisé dans des surgénérateurs à des températures pouvant atteindre 600 °C, il est intéressant de les caractériser dans un domaine de température inférieure ou égale à 600 °C.

Nous avons choisi trois températures d'essais: la température ambiante, 300 °C, et 600 °C.

Les caractéristiques de traction monotone dépendant fortement de la vitesse de déformation, cinq vitesses de déformation totale  $\dot{\epsilon}_{tj}$  ont été choisies:  $\dot{\epsilon}_{ti} = 8 \ 10^{-5} \ s^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon}_{ti} = 4 \ 10^{-4} \ s^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon}_{ti} = 10^{-3} \ s^{-1}$ .

Ces conditions d'essais ont été réalisées pour chacune des trois tailles de grain, et pour chaque acier; soit un total de 60 essais de traction monotone par température.

## III- DISPOSITIF EXPERIMENTAL

## III-1) Machine d'essais

Nous avons réalisé les essais en traction monotone sur une machine hydraulique servocontrolée, type INSTRON 1342, de capacité maximale 100 KN. Cette machine peut être asservie soit en charge, soit en déplacement du verin, soit en déformation.

Comme l'indique la figure II-2, les éprouvettes sont fixées aux mors(1) grâce à deux noix (2) bloquées par des écrous (3). L'alignement des têtes d'éprouvettes avec l'axe de traction du verin est assuré par un ancrage du mors (1) du bas dans du métal de Wood (alliage à faible température de fusion (72 °C) composé de: 50% Bi, 25% Pb, 12,5% Sn, et 12,5% Cd) (figure II-3). Le métal de Wood est chauffé lors du montage des éprouvettes puis refroidi lorsque l'alignement est réalisé



Fig.II-2: amarrage des éprouvettes



Fig.II-3: ancrage de la barre d'amarrage inférieure par métal de Wood III-2) Eprouvette de traction utilisée

A température ambiante, nous avons utilisé des éprouvettes cylindriques de révolution à têtes lisses, de base de mesure longitudinale 25 mm et de diamètre utile 10 mm (figure II-4).

Aux températures de 300 et 600 °C, nous avons utilisé des éprouvettes identiques mais avec collerettes, destinées à la fixation des tiges d'extensométrie (figure II-5).

Il est à noter que les dimensions de nos éprouvettes, ayant un rapport longueur utile  $L_0$  / section utile So inferieur à celui des normes AFNOR, nos résultats ne sont pas comparables à des essais industriels normalisés. Néanmoins, la comparaison est valable entre nos essais à toutes les températures.

## III-3) Dispositif de chauffage

Pour la réalisation des essais à 300 et 600 °C, les éprouvettes sont chauffées à l'aide d'un four à résistances cylindrique ouvrant MAYES à trois zones de chauffe, afin de minimiser le gradient de

- 82 -



Fig.II-4: éprouvette de traction utilisée à température ambiante



Fig.II-5: éprouvette de traction utilisée pour les essais à chaud

température le long du fût utile de l'éprouvette. La régulation du four se fait à l'aide d'un thermocouple Chromel/Alumel placé à 1 cm de l'éprouvette. Un second thermocouple Chromel/Alumel de mesure de la température est fixé au milieu de la partie utile de l'éprouvette à l'aide d'un cordon d'amiante. l'utilisation du four a nécessité un réglage préalable des trois zones de chauffe, de la pente de montée en température ainsi que de l'amplitude des oscillations autour de la température de consigne. III-4) Système de refroidissement

Pour éviter un endommagement de la cellule de charge lors des essais à 300 et 600 °C, nous avons monté un serpentin en cuivre, dans lequel circule de l'eau, ainsi qu'une protection thermique (plaque d'amiante et laine de quartz) entre la cellule de charge et le four. Par ailleurs un second serpentin assure le refroidissement du métal de Wood, pour éviter un fluage éventuel de celui-ci, et le refroidissement de la barre d'amarrage inférieure. Ce dernier refroidissement est indispensable, même pour les essais à température ambiante.

III-5) Asservissement en déformation - Mesure des déformations

Les essais sont réalisés en deux étapes: On asservit tout d'abord la machine en déformation totale:

-jusqu'à 5% de déformation pour les essais à 20 °C, déformation mesurée à l'aide d'un capteur à lames et jauges de déformation, sur une longueur utile de 25 mm, sur le fût de l'éprouvette.

-jusqu'à 10% de déformation pour les essais à 300 et 600 °C, déformation mesurée à l'aide d'un capteur LVDT repérant le déplacement relatif des extrémités des tiges de renvoi situées à l'extérieur du four, c'est à dire la déformation entre collerettes.

Les essais sont alors interrompus en déplacement imposé (ce qui entraîne inévitablement une légère relaxation), puis poursuivis jusqu'à rupture complète de l'éprouvette, par asservissement en déplacement du vérin. Celui-ci est mesuré par un capteur LVDT. La vitesse de déplacement du vérin est calculée de manière à obtenir la même vitesse de déformation totale  $\in_t$  que dans la première étape.

III-6) Enregistrement des courbes de traction

L'enregistrement des courbes de traction se fait sur deux enregistreurs:

-un enregistreur X(t) à deux voies sur lequel sont enregistrées la charge indiquée par la cellule de charge, et la température relevée en surface de l'éprouvette, en fonction du temps. -une table traçante X,Y sur laquelle sont enregistrées les courbes de traction monotone: charge en fonction de la déformation (capteur à lames), ou du déplacement (capteur LVDT).

La figure II-6 représente une photographie du montage de traction à chaud.



Fig.II-6: photographie du montage de traction à chaud

III-7) Dépouillement des essais de traction monotone

Les essais ont été réalisés en deux phases:

\* au cours de la première phase, les essais sont pilotés en déformation totale imposée jusqu'à  $\epsilon_t=5\%$  à 20 °C, jusqu'à  $\epsilon_t=10\%$  à 300 et 600 °C. La courbe contrainte - déformation de l'éprouvette est obtenue par dépouillement classique de l'enregistrement direct charge F - déformation  $\epsilon_t$ , la déformation étant exactement mesurée sur la partie utile de l'éprouvette.

\* la seconde phase est asservie en déplacement du vérin, jusqu'à rupture. Pour exploiter les enregistrements charge-déplacement du vérin nous avons du tenir compte des allongements de la machine et des parties I et II des têtes d'amarrage de l'éprouvette ( voir fig.II-4) . Nous avons alors procédé comme suit:

- par des essais sur éprouvette massive de diamètre uniforme d = 15 mm en acier 35 CD4 à 20 °C ( $R_{\bullet}$  = 835 MPa, E = 213 10<sup>+3</sup> N/mm)

en acier REX 734 à 300 et 600 °C (  $E=179 \ 10^3 \text{N/mm}$  et  $E=145 \ 10^3 \text{N/mm}$  resp) nous calculons la rigidité de la machine d'essais aux différentes vitesses de déformation et températures utilisées, pour acceder à l'allongement elastique machine  $\Delta L_M$  en fonction de la charge.

- nous calculons ensuite en fonction de la charge, les déformations des parties I et II de l'éprouvette supposées cylindriques de diamètre respectifs 15 et 12,5 mm,en utilisant les courbes contrainte - déformation obtenues dans la première phase. Nous en déduisons les allongements  $\Delta$  LI de la partie I et  $\Delta$  LII de la partie II sous la charge F.

- nous définissons alors l'allongement  $\Delta$  Lo de la partie cylindrique uniforme de l'éprouvette (Lo = 32,5 mm).

 $\Delta L_{0} = \Delta L_{v} - (\Delta L_{M} + 2\Delta L_{I} + 2\Delta L_{II})$ 

et en déduisons la déformation:

 $\epsilon_t = \Delta Lo / Lo$ 

Nous obtenons alors la courbe  $\sigma - \epsilon_t$  relative à cette seconde phase. NB: La présence de collerettes pour les éprouvettes destinées aux essais à 300 et 600 °C est la cause d'une réduction de la ductilité, réduction qui empêche la comparaison directe entre les ductilités obtenues à 20 °C (sur des éprouvettes sans collerettes) et les essais à 300 et 600 °C (sur éprouvettes avec collerettes). IV- GESTION NUMERIQUE ET GRAPHIQUE DES RESULTATS

IV-1) Caractéristiques exploitées

Des différents enregistrements, il est possible de déduire de nombreuses caractéristiques du matériau. Les différentes caractéristiques exploitées sont schématiquement définies sur la figure II-7. Conformément è la figure II-7-a, on définit:

-les contraintes d'écoulement, correspondant respectivement à 0,1%, 0,2%, 1%, 2%, 3%, 4%, et 5% de déformation plastique.

-la résistance à la rupture  $R_m$ , correspondant à la charge maximale atteinte.

-l'allongement ou ductilité à la rupture A%.

A partir des données expérimentales, il est possible de calculer la droite d'écrouissage  $\log(\sigma_v) = n \cdot \log(\epsilon_{pv}) + \log(K)$ , (fig:II-7-b) qui nous permet de caractériser l'écrouissage du matériau par le coefficient d'écrouissage K, et l'exposant d'écrouissage n.

Ce sont donc environ 1980 données qu'il est nécessaire de traiter, données définissant 10 caractéristiques:  $\sigma_{0,1}$ ,  $\sigma_{0,2}$ ,  $\sigma_{1}$ ,  $\sigma_{2}$ ,  $\sigma_{3}$ ,  $\sigma_{4}$ ,  $\sigma_{5}$ ,  $R_{m}$ , A%, K, et n, fonctions de quatre paramètres : température, % Azote, vitesse de déformation, et taille de grain. D'où un très grand nombre de courbes et de tableaux.

IV-2) Système informatique utilisé

Dans le but d'une plus grande efficacité, il nous est apparu nécessaire de faire l'acquisition de deux logiciels: MULTIPLAN 3.00 et CHART 2.00.

MULTIPLAN 3.00 est un tableur permettant la gestion de tous les résultats.

CHART 2.00 est un logiciel de graphisme permettant les représentations graphiques.

Ces deux logiciels sont utilisés sur IBM XT et la représentation graphique se fait sur table traçante HP 7475 A connectée par l'intermédiaire d'une carte asynchrone type RS 232.

## \*Intérêt du logiciel MULTIPLAN

MULTIPLAN est un tableur 4095 lignes x 255 colonnes permettant de créer des tableaux et de gérer simplement des tableaux complexes de résultats. Dans notre cas, il nous permet de définir les 10 caractéristiques expérimentales en fonction de chacun des paramètres.

## \*Intérêt du logiciel CHART

CHART est un logiciel qui permet de créer toute sorte de graphisme. Il permet de transcrire sous forme graphique simple et explicite une très grande quantité de données. CHART offre de grandes possibilités de formatage et de modifications pour créer le graphisme "sur mesure".

L'association des deux logiciels MULTIPLAN et CHART, est donc un outil très performant pour la gestion du grand nombre de valeurs dont nous disposons et leur représentation graphique.



Fig.II-7: caractéristiques de traction monotone exploitées

- 88 -



# RESULTATS EXPERIMENTAUX



Pour ne pas alourdir la lecture de ce chapitre, seuls quelques tableaux de résultats apparaitront ici, tandis que l'ensemble des tablaux est reporté en annexe.

## I- COURBE DE TRACTION MONOTONE - ECROUISSAGE MONOTONE

Les courbes enregistrées au cours des essais de traction monotone, ou courbes conventionnelles, sont définies sur les figures II-8, II-9, et II-10.

Les figures II-8 concernent les essais à 20 °C. Les figures II-8-i (i = a,b,c,d ou e) sont respectivement relatives aux cinq vitesses  $\dot{\epsilon}_j$  (j = 1 à 5); sur chacune, sont définies les courbes conventionnelles de traction des aciers 1-2-3 et 4; les courbes relatives aux trois tailles de grains étudiées pour chaque acier sont superposées sur un même diagramme.

Les mêmes présentations de courbes sont adoptées, pour les figures II-9 et II-10 à 300 et 600 °C respectivement.

De ces courbes, ont été tirées les lois d'écrouissage monotone  $\sigma_{\mathbf{v}} = \mathbf{K} \cdot \boldsymbol{\epsilon}_{\mathbf{pv}}^{\mathbf{n}}$  où  $\sigma_{\mathbf{v}}$  représente la contrainte vraie exprimée en MPa et  $\boldsymbol{\epsilon}_{\mathbf{pv}}$  représente la déformation plastique en %. Ces lois sont définies dans le domaine des déformations plastiques vraies 0,1 <  $\boldsymbol{\epsilon}_{\mathbf{pv}}$  < 5 %, où les déformations sont mesurées expérimentalement par un extensomètre fixé à l'éprouvette. Les lois sont obtenues par lissage des points expérimentaux log  $\sigma_{\mathbf{v}}$  - log  $\boldsymbol{\epsilon}_{\mathbf{pv}}$ , par la méthode des moindres carrés. Ces points expérimentaux, sont définis sur les mêmes figures II-8; 9 et 10, en vis à vis des courbes conventionnelles de traction monotone.

La	numérotation	des	figures	II-8-9	et	10	est	définie	ci-d	lessous
----	--------------	-----	---------	--------	----	----	-----	---------	------	---------

Vitesse	20 °C	300 °C	600 °C
ė₁ = 8.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	II-8-a	II-9-a	II-10-a
$\dot{\epsilon}_2 = 4.10^{-4} \text{ s}^{-1}$	II-8-b	II-9-b	II-10-b
€3 = 1.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	II-8-c	II-9-c	II-10-c
ė₄ = 4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	II-8-d	II-9-d	II-10-d
$\dot{\epsilon}_5 = 1.10^{-2} \text{ s}^{-1}$	II-8-e	II-9-e	II-10-е





Fig.II-8-a



Fig.II-8-b

- 93 -

- 94 -



Fig.II-8-c

1000 Contrainte vraie = f (Déformation vraie) or (MPa) E=4.10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> 200 <u>T=20 c</u> Vitesse : 4.10-3 s-1 800 Acier à 0,033 % azote T = 20 °C S 600 1.01.1 e n .... 400 31 N P 84 d a 200 o d = 309 ٤, ٣/٥ . 100 80 60 20 40 0 10 1 0, 1 Epsilon pv (X) 1000 Contrainte vraie = f (Déformation vraie) Vitesse : 4.10-3 s-1 or(MPa) έ=4 10<sup>-3</sup>-1 1 2 0 2 0 3 2 7 3 2 7 Acier à 0.077 % azote T = 20 °C 800 201 T=20 c S ± eu+t é té t t t tu tet t 0 c0 0 0 000 0 000 0 600 n \* \* H P 400 + d = 48 µm а d = 64 / 200 d = 275 " 100 L 0, 1 Et [% 1 10 80 0 20 40 60 Epsilon pv (X) 1000 Contrainte vraie = f (Déformation vraie) o-(MPa) Vitesse : 4.10-3 s-1 Ê=410<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> 1 60 2 80 3 87 Acier à 0,135 % azote T = 20 °C 800 202 T=20°c S 600 e ñ N P 400 d = 60 µm а = 80 đ . 200 A - 314 -E+0%) 100 L 0, 1 ٤O 1 80 60 20 40 Û Epsilon pv (X) 1000 Contrainte vraie = f (Déformation vraie) Vitesse : 4.10-3 s-1 or (MPa) É = 4 10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> 203 1 50 2 73 3 266 Acier à 0,235 % azote T = 20 °C 800 T=20°c S 600 ž • ٩ e N d = 58 ym N P 400 d = 73 + a d = 265 . 200 E, P/. 100 L 80 t 10

Fig.II-8-d

Epsilon pv (X)

60

40

20

0

- 95 -

- 96 -



Fig.II-8-e

1000 Contrainte vraie - 1 (Deformation vraie) (MPa) - 31 µm d E= 8 10-5-1 Vitesse : 8.10-5 s-1 121 800 200 Acier à 0.033 % azote - 84 đ T= 300 °C T = 300 °C - 309 " 4 S 600 a n 400 NP 200 E, P/2 0 100 -60 80 40 20 0 8 10 Epsilon pv (I) 1000 Contrainte vraie = f (Déformation vraie) Vitesse : 8.10-5 s-1 Acier à 0.077 X azote d = 48 µm (MPa) E=8 10-5.5-1 1 48 2 64 3 275 800 = 64 d 201 T = 300 °C T= 300 °C d = 275 " 0 S 600 8 n 400 H P a 200 E. 1% 100 40 60 80 0, 1 1 10 20 0 Epsilon pv (X) 1000 Contrainte vraie = f (Déformation vraie) (MPa) đ = 50 µm Vitesse : 8.10-5 s-1 Ê=8 10-5.5-1 800 Acier 0, 135 % azote 2 100 202 T=300°C 100 . T = 300 °C - 314 . S đ 600 e n 400 Pa 200 E(%) 100 0 20 40 60 80 0. 1 1 10 Epsilon pv (X) 1000 Contrainte vraie - f (Déformation vraie) d = 58 jun Vitesse : 8.10-5 s-1 (MPa) E=8 10-5.5-1 150 800 Acier à 0,235 % azote - 124 đ 203 T = 300 °C T=300°C d = 266 a S 600 e 400 H P 8 200 E,( %) 100 -80 1 10 0 20 . 40 60 Epsilon pv (I)

Fig.II-9-a

- 97 -

- 98 -



Fig.II-9-b

- 99 -



Fig.II-9-c

- IOO -



Fig.II-9-d

- IOI -



Fig.II-9-e

1000 Contrainte vraie - 1 (Delormation vraie) UIMP31 Vilesse : 8.10-5 s-1 1 31 E=8 10-5.5-1 000 Acier à 0.033 X azote T = 600 °C 200 T=600 C S 600 ٠. ŧ 8 n 100 400 н Р - 31 Jun . 84 . 200 - 309 • đ ٤,١٪ ) 10 L 0, 1 80 60 10 40 1 ٥ 20 . Epsilon pv [1] 1000 Contrainte vraie - f (Déformation vraie) Vitesse : 8.10-5 s-1 (HPal Acier à 0.077 X azote E=8 10-5.5-1 1 48 2 64 3 275 800 201 T = 600 °C . . . . . . T=600 °C S . ۳. ٦ 600 e N 100 = 48 µm X P đ 400 - 64 a : - 275 đ 200 Ę(Z) 10 10 ı 60 Epsilon pv (X) 80 0 20 40 1000 Contrainte vraie - f (Déformation vraie) Vitesse : 8.10-5 s-1 O IMPal έ=8 10<sup>−5</sup>.s<sup>−1</sup> 1 60 2 100 800 Acier 0, 135 % azote 202 T = 600 °C T=600 °C S 600 e n 100 d = 60 µm H P 400 - 100 đ a . d = 314 200 ٤,(٪) 10 10 1 0, 1 0 20 40 60 80 Epsilon pv (I) 1000 Contrainte vraie - f (Déformation vraie) Vitesse : 8.10-5 s-1 O(MPa) 150 E=8 10-5.5-1 Acier à 0,235 % azote 800 203 T = 600 °C T=600 °C S 600 ŧ n 100 d - 58 µm н Р 400 - 124 đ a - 266 đ 200  $\mathcal{E}_{i}(Z)$ 10 10 ı 0, 1 20 40 80 80 0 Epsilon pv (X)

Fig.II-10-a

- IO3 -



Fig.II-10-b

- I04 -



Fig.II-10-c

- I05 -



Fig.II-10-d

- IO6 **-**



Fig.II-10-e

II- TABLEAUX DE RESULTATS

Les paramètres exploités, définis sur les figures III-7 a et b, ont été rentrés dans le tableur MULTIPLAN. Les tableaux de résultats suivants ont alors été construits:

a) Caractéristiques mécaniques en fonction de la teneur en Azote

Vitesse	20 °C	300 °C	600 °C
$\dot{\epsilon}_1 = 8.10^{-5} \text{ s}^{-1}$	II-5-a	II-6-a	II-7-a
€2 = 4.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	II-5-b	II-6-b	II-7-b
é₃ = 1.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	II-5-c	II-6-c	II-7-c
€4 = 4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	II-5-d	II-6-d	II-7-d
€5 = 1.10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup>	II-5-e	II-6-e	II-7-e

La numérotation des tableaux est définie ci-dessous.

Dans chacun de ces tableaux, on voit apparaître, successivement pour les trois tailles de grains étudiées: petite, moyenne et grosse, la variation des caractéristiques mécaniques en fonction de la teneur en Azote.

b) Caractéristiques mécaniques en fonction de la taille de grain

La numérotation des tableaux est définie ci-dessous.

Vitesse	20 °C	300 °C	600 °C
έı	II-8-a	II-9-a	II-10-a
é2	II-8-b	II-9-b	II-10-b
éз	II-8-c	II-9-c	II-10-c
Ė4	II-8-d	II-9-d	II-10-d
É5	II-8-e	II-9-e	II-10-e

Dans chacun de ces tableaux, on voit apparaître, successivement

pour les quatre teneurs en Azote étudiées, la variation des caractéristiques mécaniques en fonction de la taille de grain.

c) Caractéristiques mécaniques en fonction de la vitesse de déformation

% Azote	20 °C	300 °C	600 °C
$X_1 = 0,033$	II-11-a	II-12-a	II-13-a
$X_2 = 0,077$	II-11-b	II-12-b	II-13-b
Xa = 0,135	II-11-c	II-12-c	II-13-c
$X_4 = 0,235$	II-11-d	II-12-d	II-13-d

La numérotation des tableaux est définie ci-dessous.

Dans chacun de ces tableaux, on voit apparaître, successivement pour chaque taille de grain étudiée: petite moyenne et grosse, la variation des caractéristiques mécaniques en fonction de la vitesse de déformation.

Seuls sont présentés ici les tableaux II-5-a; II-9-a et II-13-a, à titre d'exemple. On trouvera l'ensemble des tableaux en annexe, comme convenu préalablement.
## RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE

TEMPERATURE AMBIANTE

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

### E:8.10-5 s-1

### Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0,2%(MPa)$	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0.03	272	286	328	354	376	395
0.077	251	266,4	306	327	354	374
0.135	261	279	353	350	373	394
0,235	324	341	384	415	44Q	462
	Rm(MPa)	Α%	רו	K(MPa)		
	553	64,3	0,119	330		
	570	72	0,126	308		
	599	70,4	0,13	325		
	683	63,7	0,115	389		

## €:8.10-5 s-1

Moyenne taille de grains

						•
% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	217,3	232	272	297	320	338
0,077	248	265	302	327	351	371
0,135	263	277	318	345	367	390
0,235	325,4	345	394	419	442	462
-	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	528,3	84,4	0,137	276		
	572	81,4	0,123	307		
	597	72,8	0,123	322		
	678	68,8	0,076	378		

## E:8.10-5 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	00,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	o1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	206	217	252	272	290	307
0,077	259	241	278	278	315	330
0,135	266	280,5	315	336	352	368
0,235	274	291,4	339	361	379	397
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	507	92,2	0,122	255		
	523	80,5	0,114	279		
	570	79	0,098	318		
	628	73,4	0,105	339		

Tableau II-5-a: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote a T = 20 °C

REBULTATS A: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

			€:8.10-5 s	-1			
			Azote : 0,	03 %			
ci e 8 3	en ⊬m 31 34 307	σ0,1%(MPa) 200 116,2 108,7	σ0,2%(MPa) 212,5 131,1 118,7	σ1%(MPa) 244 175 149,2	σ2%(MPa) 266,4 195,6 164,7	σ3%(MPa) 288,3 213,6 178,1	σ4%(MFa) 307 231,2 192,1
		<b>6</b> 5%(MPa) 322,8 249 205,8	Rm(MPa) 455 431 394,9	A% 43,6 46 47,4	n 0,125 0,186 0,163	K(MPa) 250,8 176,3 150,9	
			€:8.10-5	5-1			
			Azote : 0,	077 %			
de 2 2	en µm 48 54 275	σ0,1%(MPa) 148,6 139,5 111,2	σ0,2%(MPa) · 161,1 152 123,7	σ1%(MPa) 205 199 155,2	σ2%(MPa) 227,8 226,1 172,4	σ3%(MPa) 246,7 247,9 185,9	σ4%(MPa) 265,5 268,1 199,9
		<b>0</b> 5%(MPa) 284,1 287,5 213,7	Rm(MPa) 459,6 468,7 417,2	A% 45,7 43,5 48,4	n 0,145 0,176 0,165	K(MPa) 208 205,2 160	
		•	€:8.10-5	5-1			
			Azote : 0,	135 %	·		
d e 6 1 3	en µm 50 100 314	σ0,1%(MPa) 168,6 160 116,2	σ0,2%(MPa) 176,1 170 127,4	σ1%(MPa) 212,7 210,1 157	σ2%(MPa) 235,1 232,5 172,4	σ3%(MPa) 254 250,5 184,2	σ4%(MPa) 272 269,3 196
		<b>0</b> 5%(MPa) 291,6 287,8 207,2	Rm(MPa) 487,1 489,6 437,2	A% 47,8 47,1 56,4	n 0,144 0,152 0,147	K(MPa) 218,2 213,9 158,6	
			€:8.10-5 s	5-1	·		
			Azote : 0,	235 %			
d e 1 2	en Jem 58 124 266	σ0,1%(MPa) 194,8 163,6 141,1	σ0,2%(MPa) 211 178,6 158,6	σ1%(MPa) 262,4 222,5 187,7	σ2%(MPa) 289,4 241,6 200,9	σ3%(MPa) 311,7 259 213,1	σ4%(MPa) 333,2 275,3 226,1
		<b>0</b> 5%(MPa) 354 292 242,8	Rm(MPa) 585,8 553,3 496	A% 48,3 51,4 54,7	n 0,153 0,15 0,136	K(MPa) 265,5 177,9 187	

Tableau II-9-a: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

à T = 300 °C

-

TEMPERATURE: 600 °C

.

.

•

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

#### Petite taille de grains

É en s-1	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MFa)	σ4%(MPa)
8E-05	100	113,7	152	179,1	204,7	224,1
0,0004	107,4	121,2	164,3	191,6	215,5	238,4
0,001	120	131,1	175	202,8	558,5	249,8
0,004	96,2	108,7	151,3	180,5	203,2	225,1
0,01	114,3	123,1	155	184	209,3	234
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	•
	245,8	341	47,6	0,236	157,2	
	258,8	374,7	41,2	0,217	170,5	
	271,1	390,3	41,6	0,226	178,8	
	246,6	374,7	38,7	0,244	156,4	
	251,5	360	40,4	0,221	163,6	

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

## Moyenne taille de grains

É en s-1	σ0,1%(MPa	$\sigma_{0,2%}(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	83,7	94,3	126,5	148,4	167	185,7
0,0004	92,4	106,2	148,5	172,7	194,8	212
0,001	93,7	108,7	145,4	167,4	187	205
0,004	<b>78,7</b>	111,2	146,3	167,6	178	205,4
0,01	92,4	108,7	138,6	160,3	178,8	198,7
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	203,5	329,1	46,6	0,232	130,8	
	232,3	367,2	42,8	0,228	152,1	
	225,4	363,5	43,1	0,217	149	
	220,1	364,7	44,1	0,201	149,6	
	215,6	354,7	37,1	0,212	143,2	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

Grosse taille de grains

€ en s−1	00,1%(MPa)	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	76,2	87,4	113	128	141,1	153,6
0,0004	73,7	83,7	107	123,1	138	151 + 7
0,001	71,2	87,4	122,3	138,5	152,5	167,1
0,004	82,4	90,6	115	129,5	142,1	155,2
0,01	76,2	85	109,2	124,4	138,8	153,2
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	n	K(MPa)	
	167,3	293,5	48,8	0,189	116	
	164,4	304,8	49,5	0,206	110,4	
	181	312,3	43,2	0,208	123,4	
	168,3	321	43,3	0,18	118,1	
	168	324,8	43,7	0,199	72,8	

Tableau II-13-a: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation acier "0" à T = 600 °C Grâce aux logiciels MULTIPLAN et CHART, un certain nombre de courbes ont été tracées à partir des tableaux précédents.

a) Contraintes d'écoulement en fonction de la teneur en Azote

NB: Le paramètre  $\sigma_{5x}$  n'a pas été considéré à 20 °C, étant donné que les essais à l'ambiante ont été pilotés avec un extensomètre jusqu'à 5% de déformation totale seulement.

Vitesse	20 °C	300 °C	500 °C
é1	II-11-a	· II-12-a	II-13-a
é2	II-11-b	II-12-b	II-13-b
éз	II-11-c	II-12-c	II-13-c
é4	II-11-d	II-12-d	II-13-d
és	II-11-e	II-12-e	II-13-e

La numérotation des figures est définie ci-dessous.

Sur chacune de ces figures, on voit apparaître, successivement pour chaque taille de grain: petite, moyenne et grosse, la variation des contraintes d'écoulement en fonction de la teneur en Azote, en diagramme bilinéaire.

b) Contraintes d'écoulement en fonction de la taille de grain

Vitesse	20 °C	300 °C	600 °C
έı	II-14-a	II-15-a	II-16-a
€2	II-14-b	II-15-b	II-16-b
ėз	II-14-c	II-15-c	II-16-c
é4	II-14-d	II-15-d	II-16-d
És	II-14-e	II-15-e	II-16-e

La numérotation des figures est définie ci-dessous.

Sur chacune de ces figures, on voit apparaître, successivement pour chaque teneur en Azote, la variation des contraintes d'écoulement en fonction de l'inverse de la racine carrée de la taille de grain. c) Contraintes d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation

% Azote	20 °C	300 °C	600 °C
Xı	II-17-a	II-18-a	II-19-a
X2	II-17-b	II-18-b	II-19-b
Хз	II-17-c	II-18-c	II-19-c
X4	II-17-d	II-18-d	II-19-d

La numérotation des figures est définie ci-dessous.

Sur chacune de ces figures, on voit apparaître, successivement pour chaque taille de grain étudiée, la variation des contraintes d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation, en diagramme semi-logarithmique.

L'ensemble de ces courbes est présenté ici, et sera discuté dans le chapitre III.

- II4 -



Fig.II-ll-a

- 115 -



Fig.II-11-b



T = 20 °C 265 microm. < d < 314 microm. Vitesse : 1.10-3 s-1 100 0,05 0,1 0,15 0,2 0,25 X azote

Fig.II-ll-c

- II6 -



- II7 -

% azote

Fig.II-11-d

.



Fig.II-ll-e

- II8 -



Fig.II-12-a



-119







I20





Fig.II-13-a



1 122

t



- I23 -





. 124



**-** I25 **-**

F16. [[-]4-A



Fig.II-14-b

**1**26

I

• 1



**-** I27 **-**

FIG. II-14-C



- I28 -



:

- I29 -

FIG. II-14-E



- I30 -

FIG.II-J5-A



:

- I3I -



FIG.II-I5-c



Fig.II-15-d

I33 -

1



**-** I34 **-**

FIG, II-15-E



FIG. II-16-A

1



**-** I36 **-**

Fig. II-16-b



FIG.II-16-c

I37

I







: •

Fig. II-16-e

- I39 -



Fig.II-17-a







Fig.II-17-b



Fig.II-17-c

**-** I43 **-**





Fig.II-17-d

- 144 -



Fig.II-18-a
**-** I45 **-**



Fig.II-18-b

- I46 -



Fig.II-18-c

.

- 147 -



Fig.II-18-d



Fig.II-19-a

**-** I49 **-**



Fig.II-19-b

- I50 -



Fig.II-19-c







Fig.II-19-d

• . . . . .

> • •

#### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] W.T. DELONG, G.A. OSTROM et E.R. SZUMACHOWSKI : " measurement and calculation of ferrite in stainless steel weld metal ", Weld J., Vol.35, (1956), pp.526S-532S.
- [2] A.L. SCHAEFFLER : " constitution diagram for stainless steel weld metal ", Met. Progr., Vol.56, (1949), pp.680 et 680 B.
- [3] F.B. PICKERING : " the basis of quantitative metallography ", Ins. of metallurgical technicians, monograph n°1, (1976), pp.1-38.
- [4] R.A. VARIN et K.J. KURZYDLOWSKI : "the effects of nitrogen content and twin boundaries on the yield strength of various commercial heats of type 316 austenitic stainless steel ", Mat. Sci. Ing. A, Vol.101, (1988), pp.221-226.

• . . -

.

# CHAPITRE 3

# DISCUSSION & INTERPRETATION



Les courbes conventionnelles de traction monotone (fig: II-8-9 et 10), présentent globalement, les caractéristiques suivantes:

- quelle que soit la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_{t}$ , la limite d'élasticité R<sub>e</sub> et la résistance à la rupture R<sub>m</sub> augmentent lorsque la teneur en Azote augmente, au détriment de la ductilité à rupture A%, à 20 °C, mais sans réduction de ductilité notable à haute température (300 et 600 °C)

- quel que soit l'acier et quelle que soit la vitesse de déformation, la limite d'élasticité R<sub>e</sub> et la résistance à la rupture R<sub>m</sub> augmentent lorsque la taille de grain diminue, au détriment de la ductilité quelle que soit la température. Il semble que cette réduction de ductilité est plus intense à faible teneur en Azote, à 20 °C, ce qui n'apparait pas de manière évidente à 300 et 600 °C.

Ces caractéristiques sont conformes à un durcissement par solution solide interstitielle, et à un durcissement par affinage du grain. Ces durcissements seront étudiés, chiffrés et interprètés un peu plus loin dans ce chapitre.

Les courbes d'écrouissage monotone (fig:II-8-9 et 10), log  $\sigma_v$  log  $\epsilon_{pv}$  ne peuvent pas être ajustées par des droites en diagrammes bilogarithmiques. Ceci signifie que le modèle dit de LUDWIK [1] ou dit de HOLLOMON [2]:

# $\sigma_{\mathbf{v}} = \mathbb{K}.(\epsilon_{\mathbf{pv}})^n$

n'est pas vérifié dans le domaine de déformation plastique analysé ici:  $0,1' \leqslant \epsilon_{PV} \leqslant 5 \%$ . Il s'agit en réalité de courbes dont la concavité est dirigée vers le haut.

En 1947, LOW et GAROFALO [3] ont mis en évidence que la relation de LUDWIK ne constitue pas une modèlisation adéquate de l'écoulement plastique des aciers inoxydables austénitiques type 18-8, suggérant que cette déviation à la relation de LUDWIK résulte d'un changement de phase durant la déformation, possible dans ces aciers relativement instables ( apparition de martensite à haute déformation ). Néanmoins des études ultérieures [4,6], ont montré que cette déviation est observée dans toutes les structures métalliques à basse énergie de faute d'empilement, même lorsqu'elles ne présentent pas de changement de de phase au cours de la déformation. LUDWIGSON [4] en 1971 montre que le modèle de LUDWIK est applicable à l'écoulement plastique des aciers inoxydables austénitiques stables 18-12, dans le domaine de température 0 - 100 °C, mais seulement au delà de 10 % de déformation plastique. En deça, il propose un modèle de LUDWIK modifié:

$$\sigma_{\mathbf{v}} = K_1(\epsilon_{\mathbf{pv}})^{n_1} + \delta$$

où  $\delta = \exp(k_2 + n_2.\epsilon_{pv})$  constitue la déviation (toujours positive) au modèle de LUDWIK à bas niveau de déformation.

Il montre la même chose à température ambiante sur d'autres matériaux CFC (autres aciers inoxydables austénitiques,au Manganèse et à l'Azote, laiton, Argent, Cuivre, Aluminium, Nickel).

A partir de ces résultats, il suggère que le modèle de LUDWIK n'est applicable qu'à haut niveau de déformation, dans les matériaux CFC à faible énergie de faute d'empilement, en particulier dans les aciers inoxydables austénitiques; une forte déformation correspond alors à une déformation plastique répartie de manière homogène dans la matrice CFC. Il montre que la déformation minimale ∈L à partir de laquelle le modèle de LUDWIK est applicable décroit avec l'augmentation de la température et de l'énergie de faute d'empilement (cf ultérieurement le travail de SIVAPRASAD et al [5]). Il attribue alors cette transition à un changement de mode de glissement des dislocations: d'un mode de glissement essentiellement plan à bas niveau de déformation, à un multimode de glissement (présence en particulier de glissement dévié) correspondant à la présence de cellules de dislocations, à haut niveau de déformation. D'où l'influence de l'énergie de faute d'empilement et de la température sur cette déformation de transition. En ce qui concerne les aciers inoxydables austénitiques stables, les suggestions de LUDWIGSON sont confirmées par les observations microstructurales effectuées ultérieurement par DONADILLE et al [7], sur un acier

**-** 158 **-**

Z2 CND 17 12. Ces derniers ont mis en évidence, par microscopie électronique en transmission, la transition d'un mode de glissement plan à un mode de multiglissement dont le glissement dévié conduisant à la formation de cellules de dislocations, à une déformation monotone de  $\pm 10$  %, comparable par ailleurs à une déformation cyclique de  $\pm 3$  %.

1981, MANNAN et al [6] proposent de confirmer les résultats En de LUDWIGSON sur les aciers inoxydables austénitiques type 316 à température ambiante, et d'étudier en particulier l'influence de la taille de grain (dans le domaine 25 - 650 µm) sur cette transition. Il montre que la déformation de transition ∈L augmente avec la taille de grain. En reprenant les suggestions de LUDWIGSON, il interprète ses résultats à partir des divers types d'arrangements de dislocations rencontrés au cours de la déformation d'un polycristal, arrangements nécessaires à la compatibilité des déformations entre grains. En effet dans un polycristal dont les grains sont orientés au hasard, la compatibilité des déformations aux joints de grains impose un multiglissement au voisinage des joints, tandis que le glissement reste relativement simple au centre des grains. Conformément au modèle de ASHBY d'écrouissage des polycristaux (cf chap.I.A. \$ III-2), les zones de multiglissement sont les régions où apparaissent les dislocations "géométriquement nécessaires". Les zones de glissement simple sont les régions où apparaissent les dislocations "statistiquement stockées". Le volume occupé par les zones de multiglissement augmente avec la croissance de la déformation et avec la décroissance de la taille de grain. A un certain niveau de déformation, ces zones occupent la totalité du volume des grains; ce niveau de déformation décroit lorsque la taille de grain diminue. La déformation de transition EL correspondrait alors à la déformation à partir de laquelle le multiglissement devient prédominant, ou, suivant le modèle de ASHBY, à la déformation à partir de laquelle la densité des dislocations "géométriquement nécessaires" contrôle l'écrouissage du polycristal.

Préalablement à l'étude des quatre aciers 1-2-3-4, constituant l'essentiel de ce travail, nous avons tenté, sur des résultats de traction monotone d'aciers A,B,C, et D du même type 316L - 316LN, c'est à dire inoxydables austénitiques stables, (cf tableau de composition

III-1 ), une approche comparable à celles de LUDWIGSON dans le domaine de déformation 0,0015 <  $\epsilon_{pv}$  < 0,2 , pour des essais réalisés à température ambiante, en déformation totale imposée à la vitesse de:  $\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Acier	С	N	Ni	Cr	Мо	Mn	Si
A	0,020	0,029	11,50	16,90	2,02	1,66	0,51
В	0,026	0,080	11,54	17,10	2,19	1,54	0,62
С	0,014	0,120	13,13	18,84	3,35	1,72	0,38
D	0,024	0,250	12,98	17,01	2,62	1,59	0,65

Tableau III-1: compositions chimiques des aciers A,B,C,D en % poids

Les points expérimentaux  $\sigma_v - \epsilon_{pv}$  ont été reportés en diagrammes bilogarithmiques (figure III-1). On constate que ces points expérimentaux peuvent très correctement être lissés par deux droites, avec un petit domaine transitoire autour de leur point d'intersection, situé aux environs de  $\epsilon_{pv} = 3\%$ . Pourtant nous utiliserons l'approche de LUDWIGSON, à savoir le modèle de LUDWIK modifié, présenté auparavant. La droite de LUDWIK est celle correspondant aux hauts niveaux de déformation. La partie bas niveaux de déformation est définie par sa déviation ô à la droite de LUDWIK (figure III-2). Autrement dit,

> $\sigma_v = K_1 \cdot \epsilon_{pv}^{n4}$  à hauts niveaux de déformation  $\sigma_v = K_1 \cdot \epsilon_{pv}^{n4} + \delta$  à bas niveaux de déformation

Le logarithme de la déviation  $\delta$  est tracé en fonction de la déformation plastique vraie, sur la figure III-3. On constate que les points expérimentaux peuvent correctement être lissés par une droite, excepté dans le domaine de transition. En deça de ce domaine, on peut exprimer  $\delta$ sous la forme:

$$\delta = \exp(k_2 + n_2 \epsilon_{pv}) = K_2 \cdot \exp(n_2 \epsilon_{pv})$$

La déformation de transition est définie comme la déformation  $\in_L$  à laquelle  $\delta$  devient négligeable par rapport au terme de LUDWIK; par convention, nous prendrons:



**-** I6I **-**



**-** 162 **-**



pour les quatre aciers A, B, C et D

**-** 163 **-**

**-** I64 **-**

$$\frac{K_{2}.\exp(n_{2}\in L}{K_{1}.\in L} = 0,005$$

Nous lui associerons la contrainte de transition or définie par:

$$\sigma_L = K_1 \cdot \in_L^{\mathcal{M}}$$

Les paramètres K1, k2, les exposants n1 et n2, et les déformation  $\in$ L et contrainte  $\sigma$ L de transition sont définis dans le tableau III-2.

Acier	K1(MPa)	nı	kz	-n2	€L	OL(MPa)	LEV(MPa)
A	1161	0,348	5,006	56,986	0,073	467	149
В	1182	0,357	5,093	79,307	0,055	420	163
С	1302	Ò,353	5,264	68,096	0,064	494	193
D	1513	0,349	5,419	65,172	0,067	589	226

Tableau III-2: Paramètres de l'équation de LUDWIK modifiée

L'examen de ces résultats amène les conclusions suivantes:

- le coefficient d'écrouissage K1 augmente à peu près linéairement avec la teneur en Azote. Il représente la capacité de l'austénite à durcir sous l'action de la déformation, capacité sur laquelle les éléments durcissants, Carbone et Azote essentiellement, ont un rôle considérable par création de contraintes à courte portée.

- l'exposant n1, en revanche, est indépendant de la teneur en Azote. Il exprime l'intensité du durcissement de l'austénite du à la déformation, c'est à dire l'intensité de son écrouissage. Cet exposant est indépendant de la teneur en Azote. Ceci est cohérent avec le fait que l'écrouissage à haut niveau de déformation est essentiellement fonction des contraintes à longue portée, c'est à dire de la structure cellulaire des dislocations, tandis que les interstitiels créent essentiellement des contraintes à courte portée, sans effet sur n1.

- le paramètre kz repésente le logarithme du terme δ correspondant à l'apparition de la déformation plastique macroscopique; ce paramètre permet d'accéder à une "limite d'élasticité vraie" (LEV) définie par:

 $LEV = exp(k_2)$ 

cette limite d'élasticité vraie est définie également dans le tableau III-2. C'est la résultante de contraintes à courte portée, les contraintes à longues portée étant alors négligeables. Le paramètre k2 augmente par conséquent logiquement avec la teneur en Azote interstitiel.

- le terme négatif n<sub>2</sub>, caractérise le taux d'annihilation des contraintes à courtes distance, en fonction de la déformation. l'annihilation apparaît à d'autant plus faible déformation que -n<sub>2</sub> est élevé. Ce coefficient -n<sub>2</sub>, excepté pour l'acier à faible teneur en Azote (%N =0,03), diminue lorsque la teneur en Azote croît. Ceci signifie que les contraintes à courte portée agissent jusqu'à plus haute déformation lorsque la teneur en Azote augmente.

- l'augmentation de la déformation ∈L avec la teneur en Azote confirme le résultat précédent, toujours excepté l'acier A.

- enfin toujours pour les aciers B,C et D or augmente conjointement à €r et n2 lorsque la teneur en Azote augmente.

N.B: le défaut de comportement de l'acier A par rapport aux trois autres aciers est difficilement explicable. Si les aciers B,C et D ont des tailles de grain très voisines ( 135  $\mu$ m, 110  $\mu$ m et 100  $\mu$ m respectivement), l'acier A a une taille de grain nettement plus faible (45  $\mu$ m). Or MANNAN [6] a montré que les paramètres de transitions  $\epsilon_L$  et  $\sigma_L$  augmentent avec l'augmentation de la taille de grain, ce qui est contraire à ce que nous observons.

Les trois aciers B,C et D présentent des résultats cohérents avec les modèles proposés précédement. Il a été clairement montré que:

i- L'Azote favorise le glissement plan des dislocations, en repoussant l'apparition du multiglissement et du glissement dévié à plus haute température et à plus forte déformation plastique [8,9,10], bien que l'origine de cet effet ne soit pas encore clair. Les résultats de STOLTZ et al [8] semblent montrer à l'évidence que la présence d'Azote abaisse l'énergie de faute d'empilement des aciers inoxydables austénitiques. Pourtant les mesures d'énergie de faute d'empilement effectuées par TAILLARD [11], sur les aciers B et D présentement étudiés, conduisent à des valeurs très voisines ( $24 \pm 3 \text{ mJm}^{-2}$  pour l'acier B,  $23 \pm 5 \text{ mJm}^{-2}$  pour l'acier D). Le glissement planaire plus facile en présence d'Azote s'expliquerait plutot par un ordre à courte distance, conséquence de la forte affinité Chrome-Azote [12,13]. Pourtant l'existance de cet ordre à courte distance n'a pas non plus été observé expérimentalement dans ces aciers. ii- Au début de la déformation plastique,les premières dislocations qui apparaissent sont les dislocations "statistiquement stockées", réparties uniformément dans la matrice. Elles subissent des contraintes à courte portée dues aux obstacles à courte distance, c'est à dire essentiellement aux interstitiels d'Azote et de Carbone. Le glissement des dislocations est alors essentiellement plan.

iii- Lorsque le niveau de déformation plastique augmente, les dislocations "géométriquement nécéssaires" aux compatibilités des déformations entre grains apparaissent au voisinage des joints de grains, et occupent, progressivement un volume croissant lorsque la déformation augmente. Ces dislocations créent des contraintes à longue portée. La densité des dislocations augmentant, la glissement tend à devenir de plus en plus complexe.

iv- A haut niveau de déformation, le rôle des dislocations "statistiquement stockées" devient negligeable. La déformation est essentiellement contrôlée par les dislocations "géométriquement nécessaires". Le glissement multiple est alors le plus répandu. Les sousstructures de dislocations (murs, cellules) exercent des contraintes à longue portée sur les dislocations mobiles.

#### II- INFLUENCE DE LA TENEURE EN AZOTE

Les courbes des fig.II-11-12-13 montrent une variation quasiment linéaire des contraintes d'écoulement avec la teneur en Azote.

$$\sigma_{e} = A + B(\%N)$$

Les coefficients de correlation obtenus, moyennés sur les contraintes d'écoulement  $\sigma_{\epsilon}$  sont définies dans les tableaux III-3-a-b-c relatifs respectivement aux trois températures 20 - 300 - 600 °C.

Ces coefficients de corrélation r sont excellents à 20 °C, excepté à la faible vitesse de déformation et la plus petite taille de grain. Ils restent très satisfaisants ailleurs. - I67 -

Tableau III-3-a T = 20 °C	d (m)	8.10-5,1	4.10-4,1	10-3 s <sup>1</sup>	4.10-3,1	10-2 <sub>5</sub> 1
	50	0,820	0,988	0,969 '	0,990	0,991
	75	0,989	0,988	0,966	0,980	0,981
	290	0,964	0,992	0,991	0,995	0,999

Tableau III-3-b T = 300 °C

$d(\mu m)$	Étl	Ét2	Ét3	Ėt4	ét5
67	0,984	0,978	0,946	0,980	0,848
290	0,931	0,920	0,984	0,853	0,890

Tableau III-3-c T = 600 °C

έt (s <sup>-1</sup> ) (μm)	Étl	Ét2	Ét3	€t4	Ét5
67	0,813	0,959	0,981	0,915	0,802
290	0,946	0,966	0,992	0,980	0,977

Tableau III-3: coefficients de corrélation relatifs à la variation linéaire des paramètres  $\sigma_{e}$  avec la teneur en Azote  $\sigma_e = A + B(\%N)$ 

La linéarité de σ∈ avec la teneur en Azote est confirmée, dans différents aciers inoxydables austénitiques stables, à de nombreuses températures par les résultats de différents auteurs [14,15,16,17]. La figure III-4 définit le durcissement de solution solide des aciers inoxydables austénitiques 18-10 exprimé par l'accroissement de la limite d'élasticité ou.2x(%N) pour 0,1 % pds N, en fonction de la température; ces résultats tirés de la littérature, sont donnés par SANDSTROM [15].

Cette linéarité sera intégrée dans le modèle proposé plus loin. Elle s'explique par le modèle de FRIEDEL, conformément au travail de S.DEGALLAIX [14]. Le durcissement par solution solide interstitielle est provoqué par intéractions directes entre dislocations et solutés: par frottement dans les solutions solides CC, par effet d'ancrage dans les solutions solides CFC. cet effet d'ancrage est du aux intéractions des solutés avec le coeur des dislocations, essentiellement par effet de taille. Cet effet de taille est étroitement relié à la dilatation du réseau CFC autour de l'atome interstitiel d'Azote:

$$\eta = \frac{\left| \Delta \right|}{R} = \frac{2(r_N + r_{F_{\bullet}}) + a}{a}$$

- I68 **-**

où:  $\eta$  représente le facteur de taille correspondant à la dilatation locale du réseau autour de l'interstitiel,

rn rayon atomique de l'Azote,

rre rayon atomique du Fer,

et a le paramètre de maille.

dans le modèle atomique des sphères dures adjacentes (fig: I-19). On obtient la limite d'élasticité à OK du monocristal:

$$\tau = \frac{1}{4} \mu.\eta.c$$

avec: µ le module de cisaillement,

n le facteur de taille,

c la concentration atomique en interstitiels.

et la cission critique à toute température:

$$\tau = \tau_1 + \tau^* = \frac{\mu}{4} (\eta c)^{4/3} + \frac{1}{4} \mu \eta c$$

où  $\tau_1$  représente les contraintes d'interaction dislocations-interstitiels délocalisées, de type athermique, tandis que  $\tau^*$  représente les contrainte à courte distance coeurs des dislocations - interstitiels, de type activé thermiquement.

La variation de  $\tau$  avec la concentration c en Azote est ainsi quasiment linéaire.



Fig.III-4: durcissement de solution solide d'aciers type 18-10 en fonction de la température d'après [15]

- 169 - .

# III- INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN

Les courbes des figures: II-14-15-16 montrent une variation globalement linéaire des contraintes d'écoulement  $\sigma_{\epsilon}$  avec d<sup>-1/2</sup>, c'est à dire que la loi de HALL-PETCH:

 $\sigma = \sigma \sigma + k.d^{-1/2}$ 

s'applique correctement aux aciers étudiés. Les coefficients de corrélation obtenus, moyennés sur les contraintes d'écoulement  $\sigma_e$  sont définis dans les tableaux III-4-a-b-c relatifs respectivement aux trois températures 20 - 300 - 600 °C.

N .E.F.	Ét1	Ét2	Ét3	Ét4	Ét5
Xı	0,986	0,951	0,962	0,821	0,863
X2	0,992	0,882	0,984	0,997	0,997
Хэ	0,926	0,996	0,934	0,930	0,847
Xa	0,968	0,986	0,925	0,887	0,898

Tabl	eau	II	I-4-a
Т	=	20	°C

%N Ét	Ét1	Ét2	Ét3	Ét4	Ét5
Xı	0,979	0,981	0,998	0,939	0,978
X2	0,983	0,957	0,961	0,994	0,827
Хэ	0,942	0,985	0,915	0,873	0,988
X4	0,999	0,902	0,963	0,980	0,963

Tab]	lea	u	II	I-4-	b
Т	Ξ	30	00	°C	

%N Ét	Étl	Ét2	Ét3	Ėt4	Ét5
Xı	0,996	0,955	0,952	0,878	0,987
X2	0,814	0,780	0,930	0,960	0,414
Хэ	0,885	0,902	0,975	0,995	0,833
X4	0,929	0,873	0,963	0,948	0,712

Tableau III-4-a T = 600 °C

Tableau III-4: coefficients de corrélation relatifs à la variation linéaire des paramètres  $\sigma_{\epsilon}$  avec  $d^{-1/2}$ .

 $\sigma_{\rm e}=\sigma_0+\,\rm kd^{-1/2}$ 

Ces coefficients de corrélation r sont très bons dans l'ensemble, à 20 et 300 °C. Ils le sont néanmoins un peu moins à 600 °C.

Ces résultats sont conformes à ceux obtenus par KUTUMBA RAO et al [18], NORSTROM [16] et SANDSTROM et al [15]. Le travail de KUTUMBA RAO porte sur des aciers austénitiques au Cr-Mn-N, et montre la variation en  $d^{-1/2}$  dans le domaine de taille de grain où n'apparait pas de seconde phase ( d > 32 µm ), sur la même plage de température (20  $\leq$  T  $\leq$ 600 °C) (figure:III-5). Le travail de NORSTROM porte sur les aciers type 316L, toujours dans le domaine 20  $\leq$  T  $\leq$  600 °C (figure:III-6), celui de SANDSTROM traite des aciers type 18-8.



Fig.III-5: contraintes d'écoulement en fonction de la taille de grain dans des aciers au Cr-Mn-N d'après [18]



Il faut tout d'abord préciser que notre domaine d'étude en températures et vitesses de déformation recouvre le domaine d'existence de l'effet PORTEVIN-LE CHATELIER (PLC). Le domaine de recouvrement est défini pour chaque taille de grain et chaque teneur en Azote, sur la figure III-8. On remarque sur cette figure que l'effet PLC n'existe jamais à température ambiante; que sa limite d'existence se situe en deçà d'une vitesse voisine de  $\dot{\epsilon}_t = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à 300 °C, tandis qu'il existe à toutes les vitesses Et étudiées à 600 °C, excepté dans l'acier 4 (0,235 XN) où il n'apparaît plus à  $\epsilon_t = 10^{-2}$  s<sup>-1</sup>. L'effet de la taille de grain, sur ce domaine d'existence n'est pas évident. Tout ceci explique les difficultés que nous avons eues à analyser l'influenla vitesse de déformation sur les contraintes d'écoulement. En ce de effet, le domaine d'existence de l'effet PLC est un domaine dans lequel apparaissent des instabilités mécaniques au cours de la déformation, Dans ce domaine, les effets de température et de vitesse de déformation s'inversent, comme l'indique la figure III-7. Il s'avère que notre choix des trois températures d'essais, guidé par le domaine d'utilisation des aciers type 316L (20 < T < 600 °C), et de vitesse de déformation, ne circonscrit pas suffisamment le domaine de l'effet PLC. C'est ce qui explique que nous obtenons des variations complexes des contraintes d'écoulement avec la vitesse de déformation (cf figures II-17, 18, et 19 du chapitre II-B \$ III-c). Ces variations sont non monotones mais néanmoins relativement faibles; cette propriété est caractéristique des métaux CFC.



Fig.III-7: variations du coefficient k de HALL-PETCH avec la la température dans un acier inoxydable au Cr-Mn-N d'après [18]

- 172 -



FIG-III-8 : Domaine d'existence de l'effet PORTEVIN-LECHATELIER

#### Y- MODELES PROPOSES

La recherche d'un modèle unique définissant la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2x}$  et les contraintes d'écoulement  $\sigma_{e}$  s'est avérée peu fructueuse, les coefficients de corrélation obtenus étant peu satisfaisants.

Nous nous sommes alors orienté vers deux modèles:

 - un modèle définissant les limites d'élasticité σ<sub>0,2x</sub> en fonction de XN, T, et d

- un modèle définissant les contraintes d'écoulement  $\sigma_{\epsilon}$  (0,01<  $\epsilon$  <0,04) en fonction de %N, T,  $\epsilon$ , et d.

La même approche a été utilisée pour définir ces deux modèles. Nous exposerons en détail l'approche ayant abouti au modèle de  $\sigma_{e}$  et nous contenterons de donner le résultat de celle ayant abouti au modèle de  $\sigma_{0,2x}$ .

#### V-1) Approche proposée

Devant la difficulté rencontrée vis à vis de l'influence de la vitesse de déformation, nous nous limiterons à une modèlisation des contraintes d'écoulement à vitesse de déformation totale imposée. Notre choix c'est porté sur la vitesse:

$$\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

étant donnés les résultats rencontrés dans la littérature, concernant des essais effectués à des vitesses voisines,  $(4.10^{-3} \text{ s}^{-1} \text{ pour S.DEGAL-}$ LAIX [14],  $\approx 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour NORSTROM et KUTUMBA RAO [16,18],  $3.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour VARIN [19]), et l'effet de la vitesse étant relativement faible.

Notre relation de départ est la loi de HALL-PETCH:

$$\sigma_e \approx \sigma_0 + k d^{-1/2}$$

où  $\sigma_{\epsilon}$  désigne la contrainte d'écoulement correspondant à la déformation plastique  $\epsilon_{PV}$  désignée ici simplement par  $\epsilon$  (  $0,01\epsilon\epsilon_{4}0,04$  ).

Nous étudierons séparément les variations de:

k en fonction de la teneur en Azote, de la température et de la déformation  $\in$ .

 $\sigma_0$  en fonction de la température, de la teneur en Azote, et de la déformation ∈.

Dans cette étude, ∈ s'exprimera en vraie grandeur, T en Kelvin, N en %pds d'Azote, d en mm et σ∈ en MPa.

V-1-a) Etude du coefficient k

Nous avons tenté conjointement une analyse des variations de k en fonction de (%N) et en fonction (%N)1/2.

Comme le montrent la figure III-9 relative aux températures 20 et 600 °C, ces deux types de variation sont voisins. Seuls les légèrement meilleurs coefficients de corrélation en (%N), et la constatation préalable d'une linéarité des contraintes d'écoulement avec la teneur en Azote, nous font préférer une variation linéaire de k:

$$k(\epsilon, N, T) = a(\epsilon, T) + b(\epsilon, T)(%N)$$

Les lois linéaires obtenues sont définies, ainsi que leurs coefficients de corrélation, dans le tableau III-5.

. €	T(°C)	$k(\epsilon,N,T) = a(\epsilon,T) + b(\epsilon,T)$	r
	20	10,2 + 23,2 (%N)	0,845
0,01	300	8,5 + 73,7 (%N)	0,755
	600	7,5 + 80,9 (%N)	0,952
	20	11,9 + 38,7 (%N)	0,978
0,02	300	11,1 + 76,7 (%N)	0,754
	600	10,7 + 85,8 (%N)	0,972
	-20	14,1 + 43,5 (%N)	0,970
0,03	300	13,2 + 79,9 (%N)	0,755
	600	12,7 + 95,9 (%N)	0,988
	20	15,0 + 51,3 (%N)	0,993
0,04	300	14,8 + 89,6 (%N)	0,792
	600	14,3 + 100,0 (%N)	0,992

Tableau III-5: variations du coefficient k de HALL-PETCH avec la teneur en Azote



- I75 -

On observe que le terme  $a(\in,T)$ , dans l'ensemble, à chaque niveau de déformation, varie très peu avec la température. En revanche le terme  $b(\in,T)$  augmente fortement avec la température. On obtient une bonne corrélation sous la forme:

$$b(\epsilon,T) = b_1(\epsilon) + \frac{b_2(\epsilon)}{T}$$

Les lois obtenues ainsi que leurs coefficients de corrélation sont définis dans le tableau 111-6.

E	$b(\epsilon,T) = b_1(\epsilon) + b_2(\epsilon) / T$	r
0,01	115 - 26486 / T	0,990
0,02	112 - 21205 / T	0,997
0,03	121 - 22833 / T	0,999
0,04	126 - 21797 / T	0,999

Tableau 111-6: variations du terme  $b(\in,T)$  avec la température

On obtient alors les quatre lois définies dans le tableau III-7.

€	$k(\epsilon, N, T) = a(\epsilon) + [b_1(\epsilon) + b_2(\epsilon) / T](%N)$
0,01	8,73 + [115 - 26486 / T](%N)
0,02	11,23 + [112 - 21205 / T](%N)
0,03	13,33 + [121 - 22833 / T](%N)
0,04	14,70 + [126 - 21797 / T](%N)

Tableau lll-7: lois de variation de k( $\in$ ,N,T) avec la température et la teneur en Azote

On constate que le terme  $a(\in)$  augmente avec la déformation plastique  $\in$ , tandis que les termes  $b_1(\in)$  et  $b_2(\in)$  sont quasiment indépendants de  $\in$ . On obtient une excellente corrélation en  $\in 1/2$ :

$$a(\epsilon) = a_1 + a_2 \epsilon^{1/2}$$

avec un coefficient de corrélation r = 0,999.

-,-10 -

En moyennant les termes  $b_1(\epsilon)$  et  $b_2(\epsilon)$ , on obtient la loi:

 $k(\epsilon, N, T) = 2,71 + 60,44 \epsilon^{1/2} + [119 - 23080/T](%N)$ 

V-1-b) Etude du terme σo

Nous avons abordé ce terme par sa variation en fonction de la température T. La figure III-10 présente de très bonnes relations linéaires entre co et l'inverse de la température absolue.

 $\sigma_0(\epsilon, N, T) = c(\epsilon, T) + d(\epsilon, T) / T$ 

Les lois obtenues et les coefficients de corrélation correspondants sont définis dans le tableau III-8.

E	%N	$\sigma_0(\epsilon, N, T) = c(\epsilon, N) + d(\epsilon, N)/T$	r
0,01	0,033	28,8 + 62906/T	0,998
	0,077	21,7 + 74221/T	0,993
	0,135	-3,1 + 93479/T	0,993
	0,235	-19,4 + 110113/T	0,986
0.02	0,033	32,0 + 76077/T	0,999
	0,077	29,3 + 75517/T	0,994
0,02	0,135	8,1 + 93220/T	0,991
	0,235	-16,3 + 112319/T	0,982
0,03	0,033	37,5 + 70685/T	0,999
	0,077	37,1 + 76556/T	0,995
	0,135	20,6 + 92358/T	0,989
	0,235	-15,9 + 116079/T	0,990
	0,033	48,0 + 71248/T	0,999
0,04	0,077	45,6 + 77764/T	0,994
	0,135	38,8 + 87043/T	0,987
	0,235	-14,2 + 118108/T	0,989

Tableau III-8: variations de  $\sigma_0(\in, \mathbb{N}, \mathbb{T})$  avec 1/T



- I78 -

On observe que le terme  $c(\in,N)$  diminue lorsque la teneur en Azote augmente, tandis que le terme  $d(\in,N)$  augmente. On obtient de bonnes corrélations sous la forme:

et 
$$c(\epsilon, N) = c_1(\epsilon) + c_2(\epsilon)(N)$$
$$d(\epsilon, N) = d_1(\epsilon) + d_2(\epsilon)(N)$$

Les lois obtenues ainsi que leurs coefficients de corrélation sont donnés dans la tableau III-9.

e	$c(\epsilon, \mathbb{N}) = c_1(\epsilon) + c_2(\epsilon)(\mathbb{N})$	r
0,01	37,0 - 250,0 (%N)	0,979
0,02	43,7 - 253,5 (%N)	0,987
0,03	53,3 - 279,0 (%N)	0,971
0,04	67,3 - 314,3 (%N)	0,933

		A REAL PROPERTY AND A REAL
e	$d(\epsilon,N) = d_1(\epsilon) + d_2(\epsilon)(N)$	r
0,01	56839 + 235175(%N)	0,988
0,02	59960 + 226739(%N)	0,995
0,03	61145 + 231457(%N)	0,996
0,04	60489 + 233760(%N)	0,984

Tableau III-9-b

Tableau III-9-a

Tableau 111-9: variations de  $c(\in, \mathbb{N})$  et  $d(\in, \mathbb{N})$  avec (%N)

On constate que les variations des termes  $c_1(\epsilon)$  et  $c_2(\epsilon)$  sont pratiquement linéaires avec  $\epsilon$ . La variation du terme  $d_1(\epsilon)$  est meilleure en  $\epsilon^{1/2}$  tandis que le terme  $d_2(\epsilon)$  ne présente pas de variation sensible avec  $\epsilon$ . Dans le tableau III-10 nous définissons les lois de variation de  $c_1(\epsilon)$   $c_2(\epsilon)$  et  $d_1(\epsilon)$  ainsi que les coefficients de corrélation associés, et la valeur moyenne du terme d2.

	r
$c_1(\epsilon) = 25,2 + 1005(\epsilon)$	0,987
c₂(€) = -219,6 - 2184(€)	0,950
$d_1(\epsilon) = 53661 + 38705(\epsilon)^{1/2}$	0,873
dz = 232033	

Tableau III-10: variations de  $c_1(\epsilon)$ ,  $c_2(\epsilon)$  et  $d_1(\epsilon)$  avec  $\epsilon$ 

d'où la variation de  $\sigma_0(\in, \mathbb{N}, \mathbb{T})$ :

$$\sigma_{0}(\epsilon, N, T) = 25, 2 + 1005(\epsilon) + [-219, 6 - 2184(\epsilon)](\%N) + \frac{53661 + 38705(\epsilon)^{1/2} + 232033(\%N)}{T}$$

V-2) Modèles proposés

V-2-a) Modèle de la contrainte d'écoulement

Nous aboutissons donc au modèle suivant:  $\sigma_{\rm e}$  =  $\sigma_{\rm O}$  + k d^{-1/2} où:

 $\sigma_{0}(\epsilon, N, T) = 25, 2 + 1005(\epsilon) + \frac{53661 + 38705(\epsilon)^{1/2}}{T} + \{ -[219, 6 + 2185(\epsilon)] + \frac{232035}{T} \}(2N)$ 

et  $k(\epsilon, N, T) = 2,71 + 60,45(\epsilon)^{1/2} + [119 - \frac{23080}{T}](%N)$ 

V-2-b) Modèle de limite d'élasticité

Pour la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2x}$  nous aboutissons au modèle suivant:  $\sigma_{0,2x} = \sigma_0 + k d^{-1/2}$ où:

$$\sigma_0(N,T) = 17,4 + \frac{55694}{T} + [\frac{161231}{T} - 156](2N)$$

et

$$k(N,T) = 4,27 + [102 - \frac{16447}{T}](%N)$$

### V-3) Interprétation des modèles

Nous voyons ainsi apparaître dans les deux modèles quatre termes que l'on peut mettre sous la forme:

 $\sigma_{\epsilon} = \sigma_{00} + \sigma_{1N} + \sigma_{1d} + \sigma_{Nd}$
où:  $\sigma_{OO}$  représente la contrainte de frottement de l'austénite de base monocristalline, en l'absence d'Azote, incluant la contribution des dislocations.

 $\sigma_{1N}$  est la contribution à la contrainte d'écoulement due au durcissement par solution solide d'Azote d'un grain qui aurait des dimensions infinies.

ou est la contribution à la contrainte d'écoulement due au durcissement par affinage du grain, en l'absence d'Azote.

OND est la contribution à la contrainte d'écoulement due au durcissement par affinage du grain, via la teneur en Azote. Autrement dit, la contribution de l'Azote à la contrainte d'écoulement

s'exprime par:

### $\sigma_N = \sigma_{1N} + \sigma_{Nd}$

et celle de la taille de grain s'exprime par:

### $\sigma_d = \sigma_{1d} + \sigma_{Nd}$

le terme ond représente l'interaction durcissante Azote - taille de grain.

Bien que n'étant pas identiques, les deux modèles présentent néanmoins des termes parfaitement analogues au point de vue formes et signes. Aussi l'interprétation de chacun des quatre termes de contrainte sera valable pour les deux modèles, avec intervention supplémentaire de la variable déformation pour le modèle de contrainte d'écoulement.

V-3-a) Analyse du terme  $\sigma_{OO}(\epsilon,T) = 25,2 + 1005(\epsilon) + \frac{53660 + 38705(\epsilon)^{1/2}}{T}$ 

ou 
$$\sigma_{OO}(T) = 17,4 + \frac{55694}{T}$$

Ce terme, qui représente la contrainte de frottement du monocristal de l'austénite de base en l'absence d'Azote, comporte une composante athermique (linéaire en  $\epsilon$ ), et une composante thermique (linéaire en  $\epsilon^{1/2}$ ). C'est donc une fonction parabolique croissante de la déformation à une température T, le nombre d'obstacles augmentant logiquement avec la déformation plastique. C'est une fonction décroissante de la température, le franchissement des obstacles étant bien sûr facilité par une augmentation de température (activation thermique). V-3-b) Analyse du terme  $\sigma_{iN}(\epsilon,T) = \{\frac{232035}{T} - [219,6 + 2185(\epsilon)]\}(%N)$ 

ou 
$$\sigma_{1N}(T) = \begin{bmatrix} \frac{161231}{T} - 156 \end{bmatrix}$$
 (%N)

Ce terme, toujours positif, est proportionnel à la teneur en Azote. Il comporte une composante thermique (indépendante de la déformation) et une composante athermique négative, (linéaire en  $\epsilon$ ). C'est par conséquent une fonction décroissante de la température et de la déformation. La décroissance avec la température s'explique toujours logiquement par la plus grande facilité du franchissement des obstacles à haute température.

La décroissance avec la déformation peut s'expliquer par le fait qu'au cours de la déformation plastique, les obstacles deviennent essentiellement les dislocations dont la densité s'accroît fortement. L'influence de l'Azote devient progressivement négligeable par rapport à celle des dislocations. Ceci est à rapprocher de l'étude du paragraphe I de ce chapitre. Nous y avons montré que les courbes d'écrouissage des aciers 316L présentaient, à basse déformation, un durcissement fonction de la teneur en Azote, tandis qu'à forte déformation (  $\epsilon > 5-7 \%$  ), l'influence de la teneur en Azote était négligeable ( exposant n1 d'écrouissage constant ).

Dans le domaine températures - déformations étudié, ce terme correspond toujours à un durcissement linéaire du à l'Azote, d'autant plus important que la température est faible et que ∈ est faible également.

# V-3-c) Analyse du terme $\sigma_{1d}(\epsilon) = [2,71 + 60,5(\epsilon)^{1/2}] d^{-1/2}$ ou $\sigma_{1d} = 4,27 d^{-1/2}$

Ce terme est proportionnel à  $d^{-1/2}$ , (et varie linéairement avec  $\in^{1/2}$ ). Il représente le durcissement du à l'affinage du grain en l'absence d'Azote. Ce durcissement athermique (est une fonction parabolique croissante de la déformation). l'augmentation du coefficient de HALL-PETCH avec  $\in^{1/2}$  a été observée sur de nombreux métaux et alliages CFC, à basse comme à haute énergie de faute d'empilement au moins dans un domaine de déformation allant de 0 à quelques pourcents. D'après la littérature, ce terme passe par un maximum, pour décroître ensuite à haut niveau de déformation [19,20] (fig.III-11 et 12).



Fig.III-11: variations du coefficient de HALL-PETCH avec €1/2 pour le cuivre (a) et l'aluminium (b)



Fig.III-12: variation du coefficient de HALL-PETCH avec €1/2 pour un acier inoxydable austénitique

V-3-d) Analyse du terme  $\sigma_{Nd}(T) = [119 - \frac{23080}{T}](%N).d^{-1/2}$ 

ou  $\sigma_{Nd}(T) = [102 - \frac{16447}{T}](%N).d^{-1/2}$ 

Ce terme (positif dans notre domaine d'étude) est proportionnel à  $d^{-1/2}$  et à la teneur en Azote; il décroît linéairement en 1/T et est indépendant de la déformation  $\in$ . Nous pensons que l'effet de durcissement par affinage du grain, via la teneur en Azote, est essentiellement lié à l'effet de l'Azote sur le mode de glissement des dislocations. Cet effet augmente avec la teneur en Azote, c'est à dire lorsque le glissement des dislocations est essentiellement plan et le glissement dévié reporté à plus haut niveau de déformation. Il semble donc, comme le disent UGGOWITZER et HARZENMOSER [21], que plus le glissement est

- 183 -

plan, plus les joints de grains constituent des obstacles efficaces au mouvement des dislocations. Ce comportement est à rapprocher du comportement à la déformation des alliages CFC. Sous environ 10% de déformation monotone, dans les alliages à forte EFE tel le Nickel, il se forme des cellules de dislocations; dans les alliages à faible EFE, tels le laiton, les aciers inoxydables austénitiques, on observe essentiellement des empilements et des arrangements irréguliers de dislocations, mais peu de cellules, encore mal formées. Les cellules résultent du glissement dévié des dislocations vis; or ce mécanisme, comme le mécanisme d'intersection de dislocations quelconques, est plus aisé lorsque l'EFE est forte [22].

De plus, à haute EFE, qui favorise le glissement dévié, le caractère plus homogène et isotrope de la déformation des grains permet d'assurer la compatibilité intergranulaire [23]. On peut concevoir que le franchissement d'un joint de grain soit également favorisé par une forte EFE, donc en présence de glissement dévié facile, c'est à dire ici à faible teneur en Azote.

Le phénomène de glissement dévié est un phénomène activé thermiquement; le mode III d'écrouissage parabolique des monocristaux CFC (essentiellement lié à l'apparition du glissement dévié) apparaît beaucoup plus vite à haute température (fig.III-13 [25]). L'effet de la température sur le terme de durcissement  $\sigma_{Nd}(T)$  devrait alors être négatif. De nombreux auteurs observent en effet une décroissance du coefficient k lorsque la température augmente (fig.III-14). Pourtant, plusieurs auteurs rencontrent une variation non monotone du coefficient k de la loi de HALL-PETCH, dans le domaine de température où le phénomène PLC apparaît (fig.III-8) (inversion de l'effet de la température et de la vitesse de déformation dans ce domaine) [18,24]. On rejoint la remarque faite précédemment concernant notre choix de températures, qui ne circonscrit pas suffisamment le domaine d'existence de l'effet PLC.

La proportionnalité des deux termes de durcissement par affinage du grain en  $d^{-1/2}$  est conforme à plusieurs modèles: modèles d'empilements plans, modèles d'écrouissage, modèle de la double distribution des dislocations de ASHBY (cf.chap.I.A \$.I-II-III). Nous ne pouvons conclure à l'adéquation de l'un des modèles plutôt que l'autre; seule une étude des sous-structures de dislocations par microscopie électronique en transmission aurait pu, peut-être, nous permettre de trancher.







Fig.III-14: variations du coefficient k de HALL-PETCH avec la température d'après [21]

# <u>V-4) Validation des modèles proposés, comparaison avec</u> les modèles de la littérature

Les figures III-15 et III-16 comparent respectivement les contraintes d'écoulement  $\sigma_{e}$  et les limites d'élasticité  $\sigma_{0,2x}$  expérimentales aux contraintes d'écoulement et limites d'élasticité calculées par les modèles proposés. Ces figures regroupent respectivement 144 et 36 points expérimentaux.

Les figures III-17 et III-18 comparent les limites d'élasticité expérimentales  $\sigma_{0,2x}$  à celles calculées respectivement par le modèle de PICKERING (caractéristiques à 20 °C seulement) et par le modèle de NORSTROM.











Fig.III-17: comparaison entre les limites d'élasticité expérimentales et les limites d'élasticité calculées par les modèles de PICKERING (a) et de NORSTROM (b)

L'analyse statistique des rapports  $R = \sigma_{cal}/\sigma_{exp}$  conduit aux résultats consignés dans le tableau III-11, à savoir que 95% des rapports sont situés dans l'intervalle de confiance I défini dans ce tableau.

La corrélation des valeurs de limites d'élasticité calculées par le modèle de PICKERING avec les valeurs expérimentales n'est pas très bonne. Celle avec valeurs calculées par le modèle de NORSTROM est nettement meilleure, mais néanmoins moins bonne que celle relative à notre modèle.

Modèle	Intervalle de confiance
Modèle proposé pour σ∈	0,9018 < R < 1,1098
Modèle proposé pour σo,2x	0,8967 < R < 1,1170
Mœdèle de PICKERING	0,8302 < R < 0,9614
Modèle de NORSTROM	0,8311 < R < 1,1126

Tableau III-11: intervalles de confiance pour les modèles proposés et ceux de la littérature

🛏 I88 -

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 189 -

· ·

.

- [1] P. LUDWIK : "elemente der technologischen mechanik", Springer-Verlag, OHG, Berlin, (1909), p.32.
- [2] J.H. HOLLOMAN : Trans. AIME, Vol.162, (1945), p.268.
- [3] J.R. LOW et F. GAROFALO : Proc. Soc. Stress Anal., Vol.4, (1947), p.16.
- [4] D.C. LUDWIGSON : "modified stress-strain relation for FCC metals and alloys", Met. Trans., Vol.2, (october 1971), pp.2825-2828.
- [5] P.V. SIVAPRASAD, S. VENKADESAN, S. VENUGOPAL et V. SEETHARAMAN : " applicability of LUDWIGSON's equation for describing the tensile flow behaviour of warm rolled type 316 stainless steel ", Scripta Met., Vol.20, (1986), pp.603-604.
- [6] S.L. MANNAN, K.G. SAMUEL et P.RODRIGUEZ : " stress-strain relation for 316 stainless steel at 300K ", Scripta Met., Vol.16, (1982), pp.255-257.
- [7] C. DONADILLE, L. ESSADIQI, M. PERNOT, R.PENELLE et P. LACOMBE : "investigation by high voltage electron microscopy of the microstructural evolution of a 316L stainless steel during monotonic and /or cyclic uniaxial loading at room temperature ", ICSMA 5, Vol.2, (august 1979), pp.1107-1112.
- [8] R.E. STOLTZ et J.B. VANDER SANDE : " the effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe-Ni-Cr-Mo steels ", Met. Trans., Vol. 11A, (1980), pp. 1033-1037.
- [9] J.O. NILSSON : " the effect of slip behaviour on the low cycle fatigue behaviour of two austenitic stainless steels ", Scripta Met., vol. 17, (1983), pp.593-596.
- [10] S. DEGALLAIX , R. TAILLARD , J. FOCT: " role of nitogen interstitials in plastic fatigue of austenitic stainless steels", communication à "Fatigue 84", Birmingham sept 84, Conference Proceedings, pp.49-59.

- [11] R. TAILLARD et J. FOCT : " mechanisms of the action of nitrogen interstitials upon low cycle fatigue behaviour of 316 stainless steels ", HNS, (1988) Lille, pp.387-391.
- [12] G. THOMAS : " the effect of schort-range order on stacking fault energy and dislocation arrangements in FCC solid solutions", Acta. Met., vol.11, (1963), pp.1369-1371.
- [13] B.C. ODEGARD, A.J. WEST et J.A. BROOKS : " effect of hydrogen on behaviour of materials ", A. W. THOMPSON and I. M. BERSTEIN eds , AIME, New York, (1976), p.116.
- [14] S. DEGALLAIX : "role de l'Azote interstitiel et combiné sur le comportement en plasticité cyclique et monotone d'aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12 (AISI 316L-316LN) ", thèse d'état, Université de Lille I, (1986).
- [15] R. SANDSTROM and H. BERGQUIST : "strengthening of nitrogen alloyed austenitic stainless steels ", ICSMA Nancy, (1976), p.281.
- [16] L.-A. NOSTROM : " the influence of nitrogen and grain size on yield strength in type AISI 316L austenitic stainless steel ", metal science, Vol.6, (june 1977), pp.208-212.
- [17] M. L. G. BYRNES, M. GRUJICIC et W. S. OWEN : " nitrogen strengthening of a stable astenitic stainless steel", Acta. Met., Vol.35, (1987),pp. 1853-1862.
- [18] V. KUTUMBA RAO , D. M. R. TAPLIN et P. RAMA RAO : " the grain size dpendence of flow and fracture in à Cr-Mn-N austenitic steel from 300 to 1300K ", Met. Trans., Vol.6A, (January 1975), pp.77-86.
- [19] NIELS HANSEN : T.N. BAKER ed., Applied science publishers, London, (1983), "flow stress and grain size dependence of non - ferrous metals and alloys ", Chap.15, pp.311-350.
- [20] L.-A. NORSTROM : " influence of grain size on flow stress in an austenitic stainless steel ", Scand. J. metallurgy, Vol.6, (1977), pp.145-150

- [21] P.J. UGGOWITZER et M. HARZENMOSER : " strengthening of austenitic stainless steels by nitrogen ", HNS, (1988), Lille, pp.174-179.
- [22] P. COULOUMB : "défauts d'empilement dans les métaux et alliages cubiques à faces centrées ", Cercle d'études des métaux, (22 sept 1966), pp.1-23.
- [23] J. L. STRUDEL: " influence de l'energie de défaut d'empilement sur les propriétés mécaniques d'alliages industriels ", J. Microsc. Spectrosc. Electron., Vol.3, (1978), pp.337-356.
- [24] D. J. DINGLEY and D. Mc LEAN : " components of the flow stress of Iron ", Acta Met., Vol.15, (1967), p.885.
- [25] P. HAASEN : Phil. Mag., Vol.3, (1958), p.384.

• 

# CONCLUSIONS

,

. 44 . *\**\_\_\_\_\_, . 

~

Etant donnée l'importance de l'adjonction d'interstitiels et de l'affinage du grain en tant que modes de durcissement des aciers austénitiques, nous avons choisi d'étudier l'effet combiné de l'Azote interstitiel et de la taille de grain sur la plasticité monotone de quatre aciers inoxydables austénitiques type Z2 CND 17-12, dont les teneurs en Azote couvrent la plage 0,033 - 0,235 % pds. Des traitements thermiques appropriés ont conduit à trois tailles de grain par acier, de 30 à 300  $\mu$ m. Des essais de traction monotone ont été réalisés à diverses vitesses de déformation totale (dans le domaine  $10^{-2} - 8.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>) et à diverses températures (20 - 300 - 600°C).

Le grand nombre de résultats expérimentaux a été géré grâce au logiciel tableur MULTIPLAN et les courbes ont été tracées grâce au logiciel graphique CHART.

Les courbes d'écrouissage monotone peuvent être modélisées par l'équation de LUDWIK modifiée, et peuvent alors être correctement interprétées à partir du rôle de l'Azote sur le mode de glissement des dislocations.

Les caractéristiques de traction monotone (limites d'élasticité et contraintes d'écoulement à 1, 2, 3 et 4% de déformation plastique) ont été analysées en fonction des différents paramètres: teneur en Azote, taille de grain, température, déformation plastique. Le durcissement par solution solide interstitielle d'Azote est linéaire avec la teneur en Azote, conformément au modèle de FRIEDEL d'interactions fortes dislocations-interstitiels. Le durcissement par affinage du grain répond à la loi de HALL-PETCH:

## $\sigma_{e} = \sigma_{0} + kd^{-1/2}$

pour la limite d'élasticité comme pour la contrainte d'écoulement, conformément aux modèles de durcissement par affinage du grain (modèles d'empilements, modèles d'écrouissage, modèles composites de la double population de dislocations).

Les influences de la température et de la vitesse de déformation sont complexes, le domaine de l'effet PLC étant mal circonscrit.

Les limites d'élasticité et contraintes d'écoulement à la vitesse 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> ont été décomposées en quatre contributions:

- 197 -

de tout Azote, qui correspond à une contrainte de frottement, fonction de la température,

- un durcissement par solution solide interstitielle d'Azote, indépendant de la taille de gain, également fonction de la température,

un durcissement par affinage du gain, indépendant de la teneur en Azote et athermique,

- et enfin un durcissement d'interaction Azote - taille de grain, fonction de la température.

Les trois premières composantes sont fonction du taux de déformation, tandis que le terme d'interaction en est indépendant. Ce terme d'interaction semble essentiellement être lié à l'influence de l'Azote sur le mode de glissement des dislocations.

L'expression de ces différentes contributions a été obtenue par régressions linéaires. Il existe une excellente adéquation entre les contraintes calculées par le modèle proposé et les valeurs expérimentales. L'apport essentiel de ce modèle, par rapport aux modèles rencontrés dans la littérature, est l'introduction du paramètre déformation, qui permet de l'appliquer au matériau écroui, condition d'utilisation très courante pour les aciers inoxydables austénitiques.

D'autres résultats expérimentaux de cette étude mériteraient d'être analysés en détail, en particulier les caractéristiques de résistance et d'allongement à la rupture, qui n'ont pas été abordées ici. Il en est de même du problème de l'effet Portevin-Le Chatelier, effet qui joue un rôle important dans les mécanismes de durcissement. Enfin plusieurs points de cette étude pourraient peut-être être éclaircis à la lumière d'une étude des sous-structures de déformation par microscopie électronique en transmission.

En conclusion, ce travail confirme le rôle important que joue l'Azote dans les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques, tant par son influence en tant qu'interstitiel durcissant, que par son influence sur les modes de déformation, c'est à dire vis à vis de la plasticité et de ses conséquences.



# annexe

- 199 -



# RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE

TEMPERATURE AMBIANTE

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

# €:8.10-5 ∈-1

# Petite taille de grains

% AZOTE 0,03 0,077	cO,1%(MPa) 272 251	σ0,2%(MPa) 286 266,4	σ1%(MPa) 328 306	σ2%(MPa) 354 329	σ3%(MPa) 376 354 •	σ4%(MPa) 395 374
0,135	261	279	353	350	373	374
0,235	324	341	384	415	440	462
•	Rm(MPa)	A%	п	K(MPa)		
	553	64,3	0,119	330		
	570	72	0,126	308		
	599	70,4	0,13	325		
	-683	63,7	0,115	389		

## €:8.10-5 s-1

		Moyenne	taille de	grains		
% A2DTE 0,03 0,077 0,135 0,235	σ0,1%(MPa) 217,3 248 263 325,4	σ0,2%(MPa) 232 262 277 345	σ1%(MPa) 272 302 318 394	σ2%(MPa) 297 327 345 419	σ3%(MPa) 320 351 367 442	σ4%(MPa) 338 371 390 462
•	Rm(MPa) 528,3 572 597 678	A% 84,4 81,4 72,8 48,8	n 0,137 0,123 0,123 0,096	K(MPa) 276 307 322 398		

# €:8.10-5 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	206	217	252	272	290	307
0,077	226	241	278	298	315	330
0,135	266	280,5	315	336	352	368
0,235	274	291,4	339	361	379	397
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	507	92,2	0,122	255		
	523	80,6	0,114	279	19 - C C C C C C C C	
	570	79	0,078	318		
	628	73,4	0,105	339		

Tableau II-5-a: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

.

E:4.10-4 s-1

# Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	263,3	285	323	347	370	386
0,077	273	291	330	356	375	395
0,135	288	307	361	388	412	433
0,235	328	349,8	402	433	456	478
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	577,8	71,4	0,114	326		
•	587,4	71,4	0,108	336		
	629,2	62,5	0,115	365		
	705,2	58,3	0,112	405		

E	:	4		1	Ō	-4	5		1
---	---	---	--	---	---	----	---	--	---

Moyenne taille de grains

AZOTE	σ0,1%(MPa)	0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	202,3	215	263	291	312	330
0,077	235	250	-295	321	345	365
0,135	278,5	293,5	338	365	370	411
0,235	318,5	336	383	409	431,6	452
	Rm(MPa)	A%	ירז	K(MPa)		
	540	51	0,152	265		
	578,8	77,2	0,098	312		
	624,5	71,8	0,12	342		•
	704,5	69,6	0,106	386		

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ <b>3%(M</b> Pa)	σ4%(MPa)
о,оз	190,5	206	252	284	304	322
0,077	220	237,3	281	305	321	338
0,135	237	254,3	301	319	336	351
0,235	287,5	307	354	373,3	386,5	405
	Rm(MPa)	A%	п	K(MPa)		
	537,7	85,4	0,134	264		
	554,8	85	0,119	283		
	575,8	81,8	0,102	305		
	647	72,9	0,095	353		

Tableau II-5-b: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:1.10-3 s-1

# Petite taille de grains

% AZOTE	00,1%(MPa)00,2%(MPa)		σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	264,2	283,4	321,3	345,5	367,3	385,3
0,077	270	287,4	330	357	380,3	400
0,135	277,6	298,7	349	377	397,3	417
0,235	337	354	406	436,4	459,4	480
	Rm(MPa)	A%	٦	K(MPa)		
	560	68,8	0,11	326		
	573	64,5	0,12	335		
	605,5	59,9	0,118	350		
	685	55,7	0,107	410		

# E:1.10-3 s-1

Moyenne taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	r0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	202,3	217,3	261	287,4	308	327,2
0,077	255	270	314	340	362,4	381,4
0,135	291	307	350	376	399	420
0,235	318,6	339,4	391	417,4	440	460
	Rm(MPa) 536 572 620 679,5	A% 83 70 64,2 62	n 0,145 0,124 0,111 0,106	K(MPa) 265 317 354 393		

# €:1.10-3 s-1

Grosse taille de grains

AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	196,1	212,3	249,2	271,5	289,4	305
0,077	235	250	288,5	309	327	344
0,135	255,3	271,2	312	329,3	345,2	358
0,235	301	326,5	383	404	421,5	438
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	498,4	77,3	0,148	248		
	552	75,3	0,118	289		
	568,3	71,3	0,098	312		
	659,5	64,6	0,086	385		

Tableau II-5-c: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:4.10-3 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	01%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	σ4%(MPa)
0,03	242	261,6	308	335	358	380
0,077	256	278	324	353	378	397
0,135	305,3	322,8	372	400	426	445
0,235	,235 337 358,1	358,1	421	453	477	499
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	545	58,7	0,128	312		
	567,7	58,8	0,128	329		
	610,7	50,1	0,115	375		
	695	48,8	0,112	424		

Moyenne taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	σ4%(MPa)
0,03	252	265	306	331	351	368
0,077	255	275	350	346	369	388
0,135	287,4	302	348	374	396	417
0,235	358,1	377,6	434,5	461	483	503
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		·
	537	72,4	0,11	311		
	556	51,3	0,122	323		
	607	61,4	0,119	350		
	694,4	53,6	0,094	437		

€:4.10-3 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0,2\%$ (MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	205	222,3	257	278	296	312
0,077	245	259,8	297	316,5	333	349
0,135	267	287,5	337	355	371	388
0,235	312,5	333,3	392	412	430	445
	Rm(MPa)	A%	rı	K(MPa)		
	488,4	67,1	0,125	260		
	528	67,6	0,107	298		
	575,8	62,7	0,097	336		
	654,5	59,2	0,094	390		

Tableau II-5-d: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:1.10-2 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	or0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	275	288	319	345	367	385
0,077	312	327	347	371	392	412
0,135	353	368,3	374,2	398	418,4	438,6
0,235	378,3	411,4	425	453	476	497,5
	Rm(MPa) 539 566,1 600 677,7	A% 53,6 56,2 54,7 50,3	n 0,132 0,102 0,086 0,095	K(MPa) 319 352 382 428		

€:1.10-2 5-1

Moyenne taille de grains

% AZDTE 0.03	σ0,1%(MPa) 277.3	σ0,2%(MPa) 292	σ1%(MPa) 313	σ2%(MPa) 332	σ3%(MPa) 353	σ4%(MPa) 369
0,077	308	323	333	356	376	395
0,135	305	318,6	363,3	387	407	426
0,235	371	374,7	432	457	477	498
	Rm(MPa)	A%	'n	K(MPa)		
2 ·	530	71,9	0,099	316		
	564,5	61,6	0,099	339		
	609,5	56,5	0,088	370		
	695,7	56,2	0,087	436		

# E:1.10-2 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3¼(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	251,2	268,6	275	295	311	326
0,077	278,3	295,6	299	318	335	347,4
0,135	313,7	328	329	346	360	374
0,235	363	379,7	380	399	411	427
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	495	69,8	0,113	277		
	528,3	68,6	0,1	301		
	560	67,5	0,083	330		
	597	56,8	0,069	383		

Tableau II-5-e: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

RESULTATS A 300 °C

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

# €:8.10-5 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σO,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	200	212,5	244	266,4	288,3	307
0,077	148,6	161,1	205	227,8	246,7	265,5
0,135	168,6	176,1	212,7	235,1	254	272
0,235	194,8	211	262,4	289,4	311,7	333,2
	σ5%(MPa) 322,8 284,1 291,6 354	Rm(MPa) 455 459,6 487,1 585,8	A% 43,6 45,7 47,8 48,3	n 0,125 0,145 0,144 0,153	K(MPa) 250,8 208 218,2 265,5	

### . €:8.10-5 s-1

Moyenne taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	116,2	131,1	175	195,6	213,6	231,2
0,077	139,5	152	199	226,1	247,9	268,1
0,135	160	170	210,1	232,5	250,5	269,3
0,235	163,6	178,6	222,5	241,6	259	275,3
	σ5%(MPa) 249 287,5 287,8 292	Rm(MPa) 431 468,7 489,6 553,3	A% 46 43,5 47,1 51,4	n 0,186 0,176 0,152 0,15	K(MPa) 176,3 205,2 213,9 177,9	

# €:8.10-5 s-1

Grosse taille de grains

4 AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	108,7	118,7	149,2	164,7	178,1	192,1
0,077	111,2	123,7	155,2	172,4	185,9	199,9
0,135	116,2	127,4	157	172,4	184,2	196
0,235	141,1	158,6	187,7	200,9	213,1	226,1
	σ5%(MPa) 205,8 213,7 209,2 242,8	Rm(MPa) 394,9 417,2 437,2 496	A% 49,4 48,4 56,4 54,7	n 0,163 0,165 0,147 0,136	K(MPa) 150,9 160 158,6 187	

Tableau II-6-a: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

E:4.10-4 s-1 Petite taille de grains  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa) σ4%(MPa)  $\sigma_{0,1}(MPa)\sigma_{0,2}(MPa) \sigma_{1}(MPa)$ % AZOTE 287,8 212,4 241 265,3 152,4 166,1 0,03 232,3 251,5 190,1 213,1 152,4 0,077 140 270,7 251 205 228,7 153,6 163,6 0,135 236,6 304,7 285,6 263,6 0,235 171,1 186,1 K(MPa) 05%(MPa) Rm(MPa) A% n 0,179 218,5 308,7 449,7 44,3 0,17 194,6 270,2 447,1 45,8 480,9 210,2 45,8 0,163 288 47,5 0,168 238,9 324,7 552 €:4.10-4 ⊆-1 Moyenne taille de grains 04%(MPa) σ0,1%(MPa)σ0,2%(MPa) σ1%(MPa)  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa) % AZOTE 212,4 232,3 250,5 149,5 190,6 0,03 135 237,2 260,9 192,2 217 0,077 133,6 148,6 237,7 146,1 182,8 503 221,8 0,135 136,1 0,235 233,2 254 270,8 287,8 175 189,8 K(MPa)  $\sigma 5\%$ (MPa) Rm(MPa) Α% Π 41,2 193,9 269,6 429,7 0,17 443,4 280,8 48,3 0,178 197,9 0,163 254,5 462,1 49,6 210,3 0,138 335 53,6 303,6 542,1

### E:4.10-4 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	o3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	112,4	123,7	152,8	169,9	185	198,6
0,077	117,4	130	160,8	179,4	192,9	207,6
0,135	123,7	136,1	165	179,4	191,5	203,3
0,235	166.1	179.9	217.5	243,2	257,2	270,4
.,	σ5%(MPa) 213 222,3 215,7 283,4	Rm(MPa) 394,7 413,4 433,4 523,3	A% 47,6 47,7 51,8 51,3	n 0,176 0,161 0,139 0,137	K(MPa) 154 163,5 166,1 221,5	

Tableau II-6-b: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

à T = 300 °C

TEMPERATURE: 300 °C

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

E:1.10-3 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	143,6	163,6	206,6	234,5	257,8	280,5
0,077	142,4	156,1	199,8	221,5	240,5	258,9
0,135	206,1	211,1	241,9	265	287	304,8
0,235	202,3	217,3	263,6	289,4	310,4	330,1
	$\sigma 5\%$ (MPa)	Rm(MPa)	A%	רו	K(MPa)	
	300,8	433	41	0,172	214,2	
	277,2	443,4	48,2	0,161	203,5	
	321,2	481	45,8	0,114	250,9	
	350	567	50,6	0,15	265,5	

# €:1.10-3 s-1

		Moyenne	taille de	grains		
% AZDTE 0,03 0,077 0,135 0,235	σ0,1%(MPa) 122,4 138,2 141,1 163.6	σ0,2%(MPa) 134,9 154,6 151,1	c1%(MPa) 172,9 198,5 187 217	σ2%(MPa) 195,1 224,5 205,9 234 7	σ3%(MPa) 214,9 247,2 223,1 253,9	σ4%(MPa) 235,1 268,7 239,8 249,1
0,200	σ5%(MPa) 254,5 290,1 256,2 285,4	Rm(MPa) 432,2 448,6 457,1 514,6	A% 42,7 44,9 51,7 54	n 0,189 0,182 0,155 0,143	K(MPa) 176,7 203,8 189,9 218,6	LU / g 1

### . €:1.10-3 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	107,4	121,2	153,1	170,2	185,5	199,1
0,077	121,2	133,6	165,2	181,3	195	208,8
0,135	130	141,1	171	185,2	178,8	211,7
0,235	171,1	174,9	193,2	207,2	220,2	233,4
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	п	K(MPa)	
	214,4	388,4	49,3	0,168	155,6	
	222,3	413,4	54	0,152	166,9	
	225	432,2	53,8	0,139	172,5	
	246,2	499,5	54,4	0,095	199	

Tableau II-6-c: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

a T = 300 °C

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

# €:4.10-3 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	150	167,4	212,6	241,1	265,5	287,8
0,077	158,6	168,7	213	236,3	257,5	278,5
0,135	178,6	186,1	221,7	244,2	264,9	284,5
0,235	224,8	237,3	266,6	289,5	309,8	328,6
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	n	K(MPa)	
	307,8	431	41,4	0,173	219,5	
•	298,1	456	43,2	0,159	218	
	303,4	487,1	47	0,14	227,9	
	347,4	553,3	46,3	0,115	274,1	

# E:4.10-3 s-1

Moyenne taille de grains

% AZOTE	σO,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	) c1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	121,1	131,1	166,6	187,6	206,3	224,6
0,077	153,3	166	206,3	230,8	251,3	271,7
0,135	156,1	163,6	198,1	217,1	239,2	258,2
0,235	188,6	198,6	241	261,2	278,6	293,7
	σ5%(MPa) 242,9 291,6 274 309,8	Rm(MPa) 409,7 437,3 471 534,6	A% 43,4 45,5 46,8 49,2	n 0,178 0,152 0,15 0,125	K(MPa) 171,2 213,5 203,6 243,9	

### E:4.10-3 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	o1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	121,2	131,1	163	181,1	196,7	212,3
0,077	128,7	138,6	170,4	186,4	201,4	215,6
0,135	156,1	166,1	196,6	213,1	229	243,4
0,235	151,1	163,6	199,8	215	228,4	238,6
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	228,4	398,4	47,5	0,163	166,2	
	230	411	50,6	0,147	173,1	
	258,5	456	50,3	0,126	200,5	
	253	490,9	55,6	0,124	200,8	

Tableau II-6-d: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

a T = 300 °C

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:1.10-2 5-1

## Petite taille de grains

% AZOTE	$\sigma O, 1\%$ (MPa)	$\sigma 0,2%(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\% (MPa)$	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
о,оз	166	176	210,8	240,4	263,2	283
0,077	162,4	172,4	211	234,6	254,9	274,7
0,135	192	197,3	209,4	230	249,1	268,1
0,235	192,3	218,6	266,3	291,9	310,6	332,5
	05%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	n	K(MPa)	
	303,7	420	42,9	0,159	220,6	
	293,8	447,1	48,2	0,155	216,7	
	286,4	459,6	48,3	0,181	207,5	
	352,7	552	47,1	0,137	270,5	

# E:1.10-2 s-1

		Møyenne	taille de	grains		
% AZOTE	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	ơ3¼(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	136,1	146,1	176,8	198,5	219,5	240,4
0,077	182,2	192,3	227,8	251,8	276,3	295
0,135	161,1	171,1	198,7	218,3	235,7	253
0,235	194,8	204,8	235,7	255,7	272,7	289,8
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	259,5	403,4	37,4	0,169	184	
	315,4	450	45,9	0,139	235	
	27Ó	457,1	48,4	0,127	206	
	305,2	530,8	53,6	0,116	241	

# €:1.10-2 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
о,оз	130	141,1	169,1	185,8	202,1	215,5
0,077	138,6	148,6	180,6	196,9	211,9	226,6
0,135	141,1	151,1	175,6	190	202,5	215,1
0,235	152,4	178	212,9	231,6	245,8	260,2
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	229,6	398,4	48,8	0,146	172,4	
	241,6	414,1	47,9	0,139	183,6	
	227	427,2	52,3	0,119	178,7	
	274,6	509,6	53,7	0,149	211,8	

Tableau II-6-e: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

0à T = 300 °C

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:8.10-5 5-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	$\sigma$ 4%(MPa)
0,03	100	113,7	152	179,1	204,7	224,1
0.077	112,4	125,5	160	183,8	202,8	222,9
0.135	118,6	128,6	161,3	182,7	202,8	219,9
0,235	135	153,6	199,3	220,4	239,3	257,4
	05%(MPa)	Rm(MPa)	A%	ריו	K(MPa)	
	245.8	341	47,6	0,236	157,2	
*	241,6	367,2	47,3	0,193	165,6	
	237,3	386	45,9	0,175	167,4	
	275	463,4	47,2	0,174	200,2	

€:8.10-5 s-1

.

Moyenne taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0, 2%$ (MPa)	$\sigma_1$ %(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	σ4%(MPa)
0,03	83,7	94,3	126,5	148,4	167	185,7
0,077	112,4	132,4	179,3	204,1	225,1	245,1
0,135	122,4	133,6	162	180,2	197,1	211,4
0,235	125	143,6	180,6	197	212,8	227
	$\sigma 5\%(MPa)$	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	203,5	329,1	46,6	0,232	130,8	
	265,6	381,6	52	0,199	182,8	
	228	389,7	49,9	0,154	167	
	242,2	431	50,7	0,149	182,4	
	-					

€:8.10-5 s-1

		Grosse	taille de	grains		
% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	0 01%(MPa)	o2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	76,2	87,4	113	128	141,1	153,6
0,077	96,3	119,5	143,1	156,7	169,2	181
0,135	111,2	122,4	145	160	173,5	187,8
0,235	137,4	148.6	171	182,1	192,6	202,8
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	n	K(MPa)	
	167,3	293,5	48,8	0,189	116	
	193,1	371,2	54,1	0,185	140,6	
	201,9	374,1	51,7	0,159	147,8	
	213,7	401,6	50,8	0,109	172,6	

Tableau II-7-a: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote à T = 600 °C

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:4.10-4 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(M₽a)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	107,4	121,2	164,3	191,6	215,5	238,4
0,077	103,7	116,2	154,5	177,3	197,8	218,3
0,135	123	135,5	177	199,7	218,4	236,7
0,235	160	186,1	255,6	278,3	299,3	317,6
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	258,8	374,7	41,2	0,217	170,5	
	235,3	371	45,7	0,204	159,3	
	255,8	414,7	44,3	0,18	178,5	
	335,2	491	49,2	0,198	245,6	

Ē		1.	1	$\sim$	 <i></i>	·	ŧ
۳.	ä	4	1	v	 - 55		L

Moyenne taille de grains

% AZOTE	$\sigma 0, 1\%$ (MPa)	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	92,4	106,2	148,5	172,7	194,8	212
0,077	103,7	126,2	177,5	201,1	221	240,7
0,135	101,2	115,5	155,6	175,3	191,6	210,1
0,235	110,8	126,7	169,7	186,8	201,3	212,7
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	п	K(MPa)	
	232,3	367,2	42,8	0,228	152,1	
	259,4	387,2	48	0,208	178,6	
	225,7	398,4	50,5	0,197	151,1	
	229	412,2	47,4	0,166	169	

€:4.10-4 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	73,7	83,7	107	123,1	138	151,7
0,077	90	106,2	141,5	156,9	170,3	182,4
0,135	110	121,2	146,6	163,7	176,1	190,3
0,235	133,6	143,6	182	189,2	201,7	216
	$\sigma$ 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	'n	K(MPa)	
	164,4	304,8	49,5	0,206	110,4	
	195,8	347,2	54,9	0,171	142,8	
	204,1	383,5	52,2	0,154	150,4	
	226,5	418,4	44.8	0,129	178.2	

Tableau II-7-b: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

a T = 600 °C

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:1.10-3 s-1

Petite taille de grains

% AZOTE	0.1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	o2%(MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	σ4%(MPa)
0.03	120	131,1	175	202,8	228,2	249,8
0.077	106,2	118,7	164,8	191,5	214,6	237,7
0.135	130	141,1	180,2	203,4	223,2	245,4
0,235	152,4	172,4	213,3	242,2	261,4	280,1
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	271,1	390,3	41,6	0,226	178,8	
	257.4	408,4	45,1	0,219	169,8	
	263,3	428,4	45,3	0,178	185,7	
	298,4	476	51,9	0,155	252	

€:1.10-3 s-1

Moyenne taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	oi%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	93,7	108,7	145,4	167,4	187	205
0,077	106,2	128,7	175	197,5	217,7	236,4
0,135	110	126,8	171	192	210	226,5
0,235	134,9	161,1	211.3	229,6	244.5	261
, , <b>, , , , , , , , , , , , , , , , , </b>	σ5%(MPa) 225,4 254,7 245 275,3	Rm(MPa) 363,5 387,2 419,7 449,7	A% 43,1 48,7 52,6 52,1	n 0,217 0,191 0,186 0,149	K(MPa) 149 178 172,9 211,1	

E:1.10-3 s-1

Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0.1%(MPa)	$\sigma 0.2\%$ (MFa)	c1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0.03	71.2	87.4	122,3	138,5	152,5	167,1
0.077	90	106.2	138,3	152,8	166,4	178
0,135	106,2	118,7	150	166,1	180,2	194,2
0,235	146,1	158,6	192,1	209,7	225,4	239,7
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	181	312,3	43,2	0,208	123,4	
	191,6	349,7	51,8	0,165	140,2	•
	208,4	395,3	49,3	0,16	152,8	
	253,2	431,5	38,4	0,123	197	

Tableau II-7-c: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

à T = 600 °C

# CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

€:4.10-3 s-1

Petite taille de grains

$\sigma 0,1\%$ (MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma \Im % (MPa)$	σ4%(MPa)
96,2	108,7	151,3	180,5	203,2	225,1
117,4	128,7	168,6	192,3	213,6	235
128	138,6	179,6	202,6	222,3	242,3
158,6	174,7	255	245,5	266	285,2
σ5%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	רו	K(MPa)	
246,6	374,7	38,7	0,244	156,4	
252,4	394,7	43	0,196	173	
260,2	419,7	44,8	0,178	184,2	
303 -	486	46,2	0,153	226,1	
	σ0,1%(MPa) 96,2 117,4 128 158,6 σ5%(MPa) 246,6 252,4 260,2 303	$\sigma_{0,1}$ %(MPa) $\sigma_{0,2}$ %(MPa) 96,2 108,7 117,4 128,7 128 138,6 158,6 174,7 $\sigma_{5}$ %(MPa) Rm(MPa) 246,6 374,7 252,4 394,7 260,2 419,7 303 486	$\sigma0,1%(MPa)\sigma0,2%(MPa) \sigma1%(MPa)$ 96,2108,7151,3117,4128,7168,6128138,6179,6158,6174,7222 $\sigma5%(MPa)$ Rm(MPa)A%246,6374,738,7252,4394,743260,2419,744,830348646,2	$\sigma0,1%(MPa)\sigma0,2%(MPa)$ $\sigma1%(MPa)$ $\sigma2%(MPa)$ 96,2108,7151,3180,5117,4128,7168,6192,3128138,6179,6202,6158,6174,7222245,5 $\sigma5%(MPa)$ Rm(MPa)A%n246,6374,738,70,244252,4394,7430,176260,2419,744,80,17830348646,20,153	$\sigma0,1\%(MPa)\sigma0,2\%(MPa)$ $\sigma1\%(MPa)$ $\sigma2\%(MPa)$ $\sigma3\%(MPa)$ 96,2108,7151,3180,5203,2117,4128,7168,6192,3213,6128138,6179,6202,6222,3158,6174,7222245,5266 $\sigma5\%(MPa)$ Rm(MPa)A%nK(MPa)246,6374,738,70,244156,4252,4394,7430,176173260,2419,744,80,178184,230348646,20,153226,1

€:4.10-3 s-1

Moyenne taille de grains

% AZOTE	$\sigma 0.1\%$ (MPa)	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	01%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	98,7	111,2	146,3	167.6	186,5	205,4
0,077	106,2	125,5	174	197,6	219,6	236,4
0,135	116,2	125,5	164,2	185	204,3	22 Í
0,235	141,1	163	210,6	228,7	244,3	259,5
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	220,1	364,7	44,1	0,203	150	
	257,6	393,4	45,7	0,205	176,7	
	239,5	407,2	45	0,183	168	
	275	451	49,3	0.151	209.8	

# €: 4.10-3 s-1

Grosse taille de grains

AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	82,4	90,6	115	129,5	142,1	155,2
0,077	91,2	105,5	137,9	153	166,8	181,1
0,135	92,4	103,7	130	145,7	159,6	175,3
0,235	132,4	141,8	164,4	177,4	188,6	200,2
	σ5%(MPa) 168,3 194,6 188 212	Rm(MPa) 321 358 379,7 414,7	A% 43,3 49,3 45,1 54,5	n 0,18 0,175 0,177 0,11	K(MPa) 118,1 139,6 133,1 165,5	

Tableau II-7-d: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote à T = 600 °C RESULTATS A 600 °C

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE L AZOTE

# €:1.10-2 s-1

# Petite taille de grains

4 ,7
,7
,6
,5
4
2

# €:1.10-2 s-1

		Moyenne	taille de	grains		
% AZOTE	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%(MPa)$	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,03	92,4	108,7	138,6	160,3	178,8	198,7
0,077	111,2	126,2	169,4	191,2	210,5	229,1
0,135	103,7	117,4	149,3	169,8	188,3	206,4
0,235	141,8	161,1	208,5	226,3	242	257,1
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	רו	K(MPa)	
	215,6	354,7	37,1	0,212	143,2	•
	246,8	387,2	44,6	0,191	166,3	
	224,3	409,1	47,2	0,197	153,2	
	272,2	454,7	49,1	0,166	204	

# €:1.10-2 s-1

# Grosse taille de grains

% AZOTE	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\% (MPa)$	$\sigma 3\% (MPa)$	σ4%(MPa)
0,03	76,2	85	109,2	124,4	138,8	153,2
0,077	95	110,5	141,2	156	169,6	183,7
0,135	110	122,4	152,6	165,8	178,1	190,8
0,235			182,7	198,4	212,5	226,2
	ơ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	168	324,8	43,7	0,199	72,8	
	198,2	360,3	48,3	0,17	142,8	
	203,4	374,1	47,4	0,146	153,8	
	241,4	446	47,2	0,194	177,1	

Tableau II-7-e: Caractéristiques en fonction de la teneur en Azote

à T = 600 °C

RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

е	:	8		1	Ō-	-5	5-	1
---	---	---	--	---	----	----	----	---

# Azote : 0,033 %

d en µm	00,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	51%(MPa)	σ2%(MPa)	o3%(MPa)	σ4%(MPa)
31	272	286	328	254	376	395
84	217,3	232	272	297	320	338
309	206	217	252	272	290	307
	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
	553	64,3	0,119	330		
	528,3	84,4	0,137	276		

255

84,4 0,137 92,2 0,122 507

# €:8.10-5 s-1

# Azote : 0,08 %

d	en µm	00,1%(MPa)00,2%(MPa)		o1%(MPa)	σ2%(MPa)	o3%(MPa)	04% (MPa)
	64	251	266,4	306	329	354	374
	148	248	262	302	327	351	371
	275	226	241	278	298	315	330
		Rm(MPa)	A7	n	K(MPa)		
		570	72	0,126	208		
		572	81.,4	0,123	307		
		523	80,6	0,114	279		

### €:8.10-5 s-1

### Azote : 0,135 %

d	en µm	-60,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(M₽a)	o2%(MPa)	σ3%(MPa)	04%(MFa)
-	60,4	261	279	323	350	373	394
	80	263	277	318	345	367	390
	275	266	280,5	315	336	352	368
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		599	70,4	0,13	325		
		597	72,8	0,123	322		
		570	. 79	0,098	318		

### €:8.10-5 s-1

# Azote : 0,235 %

d en µm	σ0,1%(MPa)	30,2%(MPa)	01%(MPa)	σ2%(MPa)	o3%(MPa)	04%(MPa)
58	324	341	384	415	440	462
73	325,4	345	394	419	442	462
266	274	291,4	339	361	379	397
	Rm(MPa)	AZ ·	n	K(MPa)		
	683	63,7	0,115	389		
	678	68,8	0,096	398		
	628	73,4	0,105	339		

# Tableau II-8-a: Caractéristiques en fonction de la taille de grain
RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

		€:4.10-4 s-	-1			
		Azote : 0,0	03 %			
d en µm 31 84 309	50,1%(MPa) 263,3 202,3 190,5	)60,2%(MPa) 285 215 206	o1%(MPa) 323 263 252	σ2% (MPa) 347 291 284	σ3%(MPa) 370 312 304	σ4%(MPa) 386 330 322
	Rm(MPa) 577,8 540 537,7	A% 71,4 91 85,4	n 0,114 0,152 0,134	K (MPa) 326 265 264		
		€:4.10-4	5-1			
		Azote : 0,0	08 %			
d en µm 64 148 275	60,1%(MPa 273 235 220	) 00,2% (MPa) 291 250 237,3	o1%(MPa) 330 295 281	o2% (MPa) 356 321 302	o3%(MPa) 375 345 321	o4%(MPa) 395 365 338
	Rm(MPa) 587,4 578,8 554,8	A% 71,4 77,2 85	0,108 0,098 0,119	K(MPa) 336 312 283		
		€:4.10-4	s-1			
		Azote : 0,	135 %			
d en μm 60,4 80 275	σ0,1%(MPa 288 278,5 237	0.050,2%(MPa) 307 293,5 254,3	o1%(MPa) 361 338 301	σ2%(MPa) 388 365 319	σ3%(MPa) 412 390 336	o4%(MPa) 433 411 351
	Rm(MPa) 629,2 624,5 575,8	A% 62,5 71,8 81,8	n 0,115 0,12 0,102	K(MPa) 365 342 302		
		€:4.10-4	5-1			
		Azote : 0,	235 %			
d en µm 58 73 266	σ0,1%(MF) 328 318,5 287,5	a) 00,2% (MPa) 349,8 336 307	o1%(MPa) 402 383 354	o2%(MPa) 433 409 373,3	σ3%(MPa) 456 431,6 386,5	o4%(MPa) 478 452 405
	Rm(MPa) 705,2 704,5 647	A% 58,3 69,6 72,9	n 0,112 0,106 0,075	K(MPa) 405 386 353		

Tableau II-8-b: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

### à T = 20 °C

- 217 -

RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS €:1.10-3 s-1 Azote : 0.03 % d en um 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa) 02% (MPa) 03% (MPa) 04% (MPa) 31 264,2 283,4 321,3 345,5 367.3 385.3 202,3 84 217,3 261 287,4 308 327,2 309 196.1 212,3 249.2 271,5 289,4 305 Rm (MPa) AZ. K(MPa) n 560 68,8 0.11 326 536 83 0,145 265 498,4 77,3 0,148 248 €:1.10-3 s-1 Azote : 0,08 % 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa) d en µm 02%(MPa) 03% (MPa) 04% (MPa) 64 270 287,4 330 357 380.3 400 148 255 270 314 340 362,4 381,4 275 235 250288,5 309 327 344 Rm(MPa) AZ n K(MPa) 573 64,5 0,12 335 572 70 0,124 317 552 75,3 0,118 289 €:1.10-3 5-1 Azote : 0,135 % d en µm 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa)  $\sigma 2\%$  (MPa) 03%(MPa) 04% (MPa) 60,4 277,6 298,7 349 377 397,3 417 80 291 307 350 376 399 420 275 255,3 271,2 312 329,3 345.2 358 Rm(MPa) Α% n K(MPa) 605,5 59,9 0,118 350 620 64,2 0,111 354 568,3 71,3 0,098 312 €:1.10-3 5-1 Azote : 0,235 % d en µm 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa) 02%(MPa) 03%(MPa) 04% (MPa) 58 337 354 406 436,4 459,4 480 73 339,4 318.6 391 417,4 440 460 266 301 326,5 383 404 421,5 438 Rm(MPa) A% K(MPa) n 685 55,7 0,107 410 679,5 62 0,106 393 659,5 64,6 0,086 385

Tableau II-8-c: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

à T = 20 °C

1

RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

.

٠

		€:4.10-3 s-	1			
		Azote : 0,0	3 %			
d en µm .31 84 309	50,1%(MPa) 242 252 205	00,2%(MPa) 261,6 265 222,3	o1%(MPa) 308 306 257	o2%(MPa) 335 331 278	σ3% (MPa) 358 351 296	σ4%(MPa) 380 368 312
	Rm(MPa) 545 537 488,4	A% 58,7 72,4 67,1	n 0,128 0,11 0,125	K(MPa) 312 311 260		
		€:4.10-3 €	5-1			
		Azote : 0,0	8 %			
d en μm 48 64 275	σ0,1%(MPa) 256 255 245	000,2%(MPa) 278 275 259,8	o1%(MPa) 324 320 297	o2%(MPa) 353 346 316,5	o3% (MPa) 378 369 333	o4% (MPa) 397 388 349
	Rm(MPa) 567,7 556 528	A% 58,8 51,3 67,6	n 0,128 0,122 0,107	K (MPa) 329 323 298		• •
		€:4.10-3	s-1			
		Azote : 0,	135 %			
d en µm 60,4 80 275	60,1%(MPa 305,3 287,4 267	)00,2%(MPa) 322,8 302 287,5	o1% (MPa) 372 348 337	g2% (MPa) 400 374 355	σ3% (MPa) 426 396 371	og4%(MPa) 445 417 388
	Rm(MPa) 610,7 607 575,8	A% 50,1 61,4 62,7	n 0,115 0,119 0,097	K(MPa) 375 350 336		
		€:4.10-3	5-1			
		Azote : 0,	235 %			
d en μm 58 73	₀0,1%(MPa 337 358,1	()00,2%(MPa) 358,1 377,6	01%(MPa) 421 434,5	o2%(MPa) 453 461	o3%(MPa) 477 483 470	o4%(MPa) 499 503 445

73 266	312,5	333,3	392	412	430	445
	Rm(MPa) 695 694,4 654,5	A% 48,8 53,6 59,2	n 0,112 0,094 0,094	K(MPa) 424 437 390		•

RESULTATS A TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS €:1.10-2 s-1 Azote : 0.03 % σ0,1%(MPa)σ0,2%(MPa) σ1%(MPa) d en µm 02% (MPa) 03%(MPa) 04% (MPa)  $\mathbf{31}$ 275 288 319 345 367 385 84 277,3 292 313 332 353 369 309 251,2 268,6 275 295 311 326 Rm(MPa) A% K(MPa) n 53,6 539 0,132 319 530 71,9 0,099 316 495 67,8 0,113 277 €:1.10-2 s-1 Azote : 0,08 % 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa) 04% (MPa) d 02% (MPa) 03%(MPa) en µm 48 312 327 371347 392 412 64 323 308 333 356 395 376 275 278,3 295,6 299 318 332 347,4 Rm(MPa) A% K(MPa) n 566,1 56,2 0,102 352 564,5 61,6 0,099 339 528,3 · 68,6 0,1 301 €:1.10-2 5-1 Azote : 0,135 % d en µm 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa) 02% (MPa) 03% (MPa) 04% (MPa) 368,3 60,4 353 374,2 398 418,4 438,6 80 305 318,6 363,3 387 407 426 275 313,7 328 329 346 360 374 Rm(MPa) Α% K(MPa) n 600 54,7 0,086 382 609,5 56,5 0,088 370 560 67,5 0,083 330 €:1.10-2 s-1 Azote : 0,235 % 00,1%(MPa)00,2%(MPa) 01%(MPa) d en µm o2%(MPa) 03%(MPa) 04% (MPa) 58 378.3 411,4 425 453 476 497,5 374,7 73 371 432 457 477 498 266 363 379,7 380 399 4.11 427 Rm(MPa) A% K(MPa) n 0,095 677,7 50,3 428 695,7 56,2 0,087 436 597 56,8 0,069 383

Tableau II-8-e: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

#### a T = 20 °C

RESULTATS A: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS €:8.10-5 s-1 Azote : 0,03 %  $\sigma 0, 1\%$  (MPa)  $\sigma 0, 2\%$  (MPa)  $\sigma 1\%$  (MPa)  $\sigma 3\%$  (MPa) 04%(MPa)  $\sigma 2\%$ (MPa) d en Km 266,4 208,3 307 212,5 244 31 200 195,6 213,6 231,2 175 84 116,2 131,1 192,1 178,1 164.7 309 108,7 118,7 149,2 A% K(MPa) Rm(MPa) n 05%(MPa) 0,125 250,8 322,8 455 43,6 0,186 176,3 249 431 46 150.9 49,4 0,163 205,8 394,9 €:8.10-5 s-1 Azote : 0,077 % 04%(MPa)  $\sigma$ 0,1%(MPa) $\sigma$ 0,2%(MPa)  $\sigma$ 1%(MPa)  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$  (MPa) d en Mm 205 227,8 246,7 265,5 161,1 48 148,6 247,9 268,1 199 226,1 64 139,5 152 199,9 185,9 275 111,2 123,7 155,2 172,4 K(MPa) 05%(MPa) Rm(MPa) A% n 459,6 45,7 0,165 208 284,1 205,2 43,5 0,176 287,5 468,7 417,2 48,4 0,165 160 213,7 É:8.10-5 s-1 Azote : 0,135 %  $\sigma_{0,1}(MPa)\sigma_{0,2}(MPa) \sigma_{1}(MPa)$  $\sigma 3\%$ (MPa) 04%(MPa)  $\sigma 2\%$ (MPa) d en Pm 254 272 235,1 212,7 60 168.6 176,1 269.3 250,5 232,5 100 160 170 210,1 196 172,4 184,2 127,4 157 314 116,2 K(MPa) A% 05% (MPa) Rm(MPa) n 47,8 0,144 218,2 291,6 487,1 213,9 47,1 0,152 287,8 489.6 158,6 0,147 209,2 437,2 56,4 €:8.10-5 s-1 Azote : 0,235 %  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$  (MPa) 04%(MPa)  $\sigma0,1%(MPa)\sigma0,2%(MPa) \sigma1%(MPa)$ d en Pm 311,7 333,2 289,4 262,4 58 194,8 211 259 275,3 222,5 241,6 178,6 124 163,6 187,7 200,9 213,1 225,1 158,6 266 141.1 K(MPa) 05% (MPa) Rm(MPa) A% n 265,5 48,3 0,153 354 585,8 0,15 177,9 553,3 51,4 292 · 0,136 187 242,8 496 54,7

Tableau II-9-a: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

à T = 300 °C

RESULTATS A: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS E:4.10-4 s-1 Azote : 0,03 % d en Am  $\sigma 0, 1\%$  (MPa) $\sigma 0, 2\%$  (MPa)  $\sigma 1\%$  (MPa)  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$  (MPa) 04%(MPa) 31 152,4 166,1 212,4 241 265,3 297,8 149,5 84 135 190,6 212,4 232,3 250,5 309 112.4 123,7 152,8 169,9 185 198,6 **0**5%(MPa) Rm(MPa) A% K(MPa) n 308,7 449,7 44,3 0,179 218,5 269,6 429,7 41,2 0,17 193,9 213 394,7 49,6 0,176 154 €:4.10-4 s-1 Azote : 0,077 %  $\sigma_{0}, 1\%(MPa)\sigma_{0}, 2\%(MPa) \sigma_{1}\%(MPa)$ d en Km  $\sigma 2\%$  (MPa)  $\sigma 3\%$  (MPa) o4%(MPa) 48 140 152,4 190,1 213,1 232,3 251,5 64 133,6 192,2 217 148,6 239,2 260,9 275 117,4 130 160,8 179,4 192,9 207,6 05%(MPa) Rm(MPa) A% K(MPa) n 270,2 447,1 0,17 45,8 194,6 280,8 443,4 0,178 197,9 48,3 413,4 222,3 47.7 0,161 163,5 E:4.10-4 s-1 Azote : 0,135 % d en Em  $\sigma_{0}, 1\%$  (MPa)  $\sigma_{0}, 2\%$  (MPa)  $\sigma_{1\%}$  (MPa)  $\sigma 2\%$  (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa)  $\sigma 4\%$  (MPa) 60 153,6 163,6 205 228,7 251 270,7 100 182,8 221,8 136,1 146,1 503 237,7 314 123,7 136,1 165 179,4 191,5 203,3 **0**5%(MPa) Rm(MPa) A% K(MPa) n 288 480,9 45,8 0,163 210,2 254,5 462,1 49,6 0,163 210,3 215,7 433,4 51,8 0,139 166,1 €:4.10-4 s-1 Azote : 0,235 %  $\sigma_{0,1}(MPa)\sigma_{0,2}(MPa) \sigma_{1}(MPa)$ d en Em  $\sigma 2\%$  (MPa)  $\sigma 3\%$  (MPa)  $\sigma 4\%$  (MPa) 58 171,1 186,1 236,6 263,6 285,6 304,7 124 175 189,8 233,2 254 270,8 287,8 179,9 266 270,4 166,1 217,5 243,2 257,2 **0**5%(MPa) Rm(MPa) A% n K(MPa) 324,7 552 47,5 0,168 238,9 303,6 542,1 53,6 0,138 335 283,4 523,3 51,3 0,137 221,5

Tableau II-9-b: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

à T = 300 °C

- 222 -

RESULTATS A: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS E:1.10-3 s-1 Azote : 0,03 %  $\sigma 4\%$  (MPa)  $\sigma_{0,1}(MPa)\sigma_{0,2}(MPa) \sigma_{1}(MPa)$  $\sigma 2\%$  (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa) d en Pm 280,5 163,6 206,6 234,5 257,8 31 143,6 172,9 195,1 214,9 235,1 84 122,4 134,9 107,4 121,2 153,1 170,2 185,5 199,1 309 K(MPa) 05% (MPa) Rm(MPa) A% n 300,8 433 41 0,172 214,2 432,2 0,189 176,7 254,6 42,7 388,4 0,168 155,6 214,4 49,3 €:1.10-3 5-1 Azote : 0,077 % σ4%(MPa)  $\sigma 0, 1\%$  (MPa) $\sigma 0, 2\%$  (MPa)  $\sigma 1\%$  (MPa)  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa) d en Km 240,5 258,9 142,4 156,1 199,8 221,5 48 247,2 268,7 224,5 64 138,2 154,6 198,5 195 208,8 275 165,2 181,3 121,2 133,6 K(MPa) 65% (MPa) Rm(MPa) A% n 277,2 443,4 48.2 0,161 203,5 290,1 448,6 44,9 0,182 203,8 54 0,152 166,9 255,3 413,4 E:1.10-3 s-1 Azote : 0,135 %  $\sigma_{0,1}(MPa)\sigma_{0,2}(MPa) \sigma_{1}(MPa)$  $\sigma 2\%$ (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa)  $\sigma 4\%$ (MPa) d en Hm 211.1 241,9 / 265 287 304,8 60 206.1 187 205,9 223,1 239,8 100 141,1 151,1 185,2 198,8 211,7 314 130 141,1 171 K(MPa) 65% (MPa) Rm(MPa) A% n 321,2 250,9 481 45,8 0,114 0,155 189,9 256,2 457,1 51,7 225 432,2 53,8 0,139 172.5 €:1.10-3 s-1 Azote : 0,235 %  $\sigma 4\%$  (MPa) σ0,1**%**(MPa)σ0,2%(MPa) σ1%(MPa)  $\sigma 2\%$  (MPa)  $\sigma 3\%$ (MPa) d en Bm 217,3 58 263,6 289,4 310,4 330,1 202,3 124 163,6 177,4 217 236,7 253,9 269,1 174,9 193,2 207,2 220,2 233,4 266 171,1 K(MPa) A% **0**5%(MPa) Rm(MPa) 'n 350 567 50,6 0,15 265,5 285,4 514,6 54 0,143 218,6 0,095 499,6 199 54,4 246,2

Tableau II-9-c: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

à T = 300 °C

. .

RESULTATS A: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

E	;	4	1	0-	З	5	••••	1	

.

### Azote : 0,03 %

d en µm	$\sigma_{0,1\%}(MPa)$	00,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\% (MPa)$	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
31	150	167,4	212,6	241,1	265,5	287,8.
84	121,1	131,1	166,6	187,6	206,3	224,6
309	121,2	131,1	163	181,1	196,7	212,3
	<b>0</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	۲.	K(MPa)	
	307,8	431	41,4	0,173	219,5	
	242,9	409,7	43,4	0,178	171,2	
	228,4	398,4	47,5	0,163	166,2	

#### €:4.10-3 s-1

#### Azote: 0,077 %

d	en Pm	σO,1%(MPa)	σΟ,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	τ4%(MPa)
	48	158,6	168,7	213	236,3	257,5	278,5
	64	153,3	166	206,3	230,8	251,3	271,7
	275	128,7	138,6	170,4	186,4	201,4	215,6
		<b>6</b> 5%(MPa) 298,1	Rm(MPa) 456	A% 43,2	n 0,159	K(MPa) 218	• •

291,6	437.3	45,5	0,152	213,5
530	411	50,6	0,147	173,1

### E:4.10-3 s-1

### Azote : 0,135 %

d en Pm	σ0,1%(MPa	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
60	178,6	186,1	221,7	244,2	264,9	284,5
100	156,1	163,6	198,1	219,1	239,2	258,2
314	156,1 <i>j</i>	165,1	196,6	213,1	229	243,4
	<b>6</b> 5% (MPa)	Rm (MPa)	A%	n	K(MPa)	
	303,4	487,1	47	0,14	227,9	
	274	471	46,8	0,15	203,6	
	258,5	456	50,3	0,126	200,5	

E:4.10-3 s-1

#### Azote : 0,235 %

d	en ¤m	σ0,1%(MPa)	)σ0,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	- σ4%(MPa)
	58	224,8	237,3	266,6	289,5	309,8	328,6
	124	188,6	198,6	241	261,2	278,6	293,7
	266	151,1	163,6	199,8	215	228,4	238,6
		<b>6</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	n	K(MPa)	•
		347,4	553,3	46,3	0,115	274,1	
		309,8	534,6	49,2	0,125	243,9	
		253	490.9	55.6	0.124	200.8	

Tableau II-9-d: Caractéristiques en fonction de la taille de grain à T = 300 °C

- 224 -

RESULTATS A: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

# E:1.10-2 s-1

### Azote : 0,033 %

d en µm 31	σ0,1%(MPa) 166	σ0,2%(MPa) 176	σ1%(MPa) 210,8	σ2%(MPa) 240,4	σ3%(MPa) 263,2	σ4%(MPa) 283
84	136.1	146,1	176,8	198,5	219,5	240,4
309	130	141,1	169,1	185,8	202,1	215,5
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	303,7	420	42,9	0,159	220,6	
	259,5	403,4	37,4	0,169	184	
	229,6	378,4	48,8	0,146	172,4	
	·					
		6:1.10-2	5-1			

### Azote : 0, 077 %

d en Km	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	02%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
48	162,4	172,4	211	234,6	254,9	274,7
64	182,2	192,3	227,8	251,8	276,3	295
275	138,6	148.6	180,6	196,9	211,9	226,6
	<b>đ</b> 5%(MPa) 293,8 315,4 241,6	Rm(MPa) 447,1 450 414,1	A% 48,2 45,9 47,9	n 0,155 0,139 0,139	K(MPa) 216,7 236 183,6	

### €:1.10-2 s-1

### Azote : 0,135 %

d e	n Ba	$\sigma 0, 1\%$ (MPa)	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
6	0	192	197,3	209,4	230	249,1	268,1
1	00	161,1	171,1	198,7	218,3	235,7	253
З	14	141,1	151,1	175,6	190	202,5	215,1
		<b>0</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
		286,4	459,6	48,3	0,181	207,5	
		270	457,1	48,4	0,127	206	
		227	427,2	52,3	0,119	178,7	

# €:1.10-2 s-1

### Azote : 0,235 %

d en µm	σ0,1%(MPa)	)00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
58	192,3	218,6	266,3	291,9	310,6	332,5
124	194,8	204,8	235,7	255,7	272,7	289,8
266	152,4	178	212,9	231,6	245,8	260,2
	<b>6</b> 5%(MPa) 352,7 305,2 274,6	Rm(MPa) 552 530,8 509,6	A% 47,1 53,6 53,7	n 0,137 0,116 0,149	K(MPa) 270,5 241 211,8	

Tableau II-9-e: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

a T = 300 °C

RESULTATS A: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

€:8.10-5 s-1

Azote : 0,03 %

d en Km 31 84 309	σ0,1%(MPa) 100 83,7 76,2	σ0,2%(MPa) 113,7 94,3 87,4	σ1%(MPa) 152 126,5 113	σ2%(MPa) 179,1 148,4 128	σ3%(MPa) 204,7 167 141,1	σ4%(MFa) 224,1 185,7 153,6
	05%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	n	K(MPa)	
	245,8	341	47,6	0,236	157,2	
	203,5	329,1	46,6	0,232	130,8	
	167,3	293,5	48,8	0,189	116	

# €:8.10-5 s-1

#### Azote : 0,077 %

d	en Km	$\sigma 0,1%$ (MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
	48	112,4	125,5	160	183,8	202,8	222,9
	64	112,4	132,4	179,3	204,1	225,1	245,1
	275	96,3	119,5	143,1	156,7	169,2	181
		<b>0</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	· A%	n	K(MPa)	
		241,6	367,2	47,3	0,193	165,6	
		265,6	381,6	52	0,199	182,8	
		193,1	371,2	54,1	0,185	140,6	

# €:8.10-5 s-1

### Azote : 0,135 %

d en µm	σ0,1%(MPa)	$\sigma$ 0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
60	118,6	128,6	161,3	182,7	202,8	219,9
100	122,4	133,6	162	180,2	197,1	211,4
314	111,2	122,4	145	160	174	187,8
	<b>0</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	. A%	n	K(MPa)	
	237,3	386	45,9	0,175	167,4	
	228 ·	389,7	49,9	0,154	167	
	201,9	374.1	51.7	0.159	147.8	

£:8.10-5 s-1

### Azote : 0,235 %

d	en µm	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0, 2%(MPa)$	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma 3\% (MPa)$	σ4%(MPa)
	28	135	153,6	199,3	220,4	239,3	257,4
	124	125	143,6	180,6	197	212,8	227
	266	137,4	148,6	171	182,1	192,6	202,8
		<b>0</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	п	K(MPa)	. ,
		275	463,4	47,2	0,174	200,2	
		242,2	431	50,7	0,149	182,4	
		213.7	401,6	50,8	0,109	172,6	

Tableau II-10-a: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

a T = 600 °C

- 226 -

RESULTATS A: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

d en

d en 48 64

d en 60

		•					
		£:4.10-4 s	-1				
		Azote : 0,	03 %				
en Km 31 84 309	σ0,1%(MPa) 107,4 92,4 73,7	070,2%(MPa) 121,2 106,2 83,7	σ1%(MPa) 164,3 148,5 107	σ2%(MPa) 191,6 172,7 123,1	σ3%(MPa) 215,5 194,8 138	σ4%(MPa) 238,4 212 151,7	
	<b>đ</b> 5%(MPa) 258,8 232,3 164,4	Rm(MPa) 374,7 367,2 304,8	A% 41,2 42,8 47,5	n 0,217 0,228 0,206	K(MPa) 170,5 152,1 110,4		
		€:4.10-4	s-1				
		Azote : 0,	077 %				
en µm 48 64 275	σ0,1%(MPa) 103,7 103,7 90	000,2%(MPa) 116,2 126,2 106,2	σ1%(MPa) 154,5 177,5 141,5	o2%(MPa) 177,3 201,1 156,9	σ3%(MPa) 197,8 221 170,3	σ4%(MPa) 218,3 240,7 182,4	
	<b>d</b> 5%(MPa) 235,3 257,4 195,8	Rm(MPa) 371 387,2 347,2	A% 45,7 48 54,9	n 0,204 0,208 0,171	K(MPa) 157,3 178,6 142,8	•	
		É:4.10-4	5-1			· ·	
	• •	Azote : 0,	135 %		<b>5</b>		
en ¤m 60 100 314	σ0,1%(MPa) 123 101,2 110	000,2%(MPa) 135,5 115,5 121,2	σ1%(MPa) 177 155,6 146,6	σ2%(MPa) 199,7 175,3 163,7	σ3%(MPa) 218,4 191,6 176,1	σ4%(MPa) 236,7 210,1 190,3	
	<b>ð</b> 5%(MPa) 255,8 225,7 204,1	Rm(MPa) 414,7 398,4 383,5	A% 44,3 50,5 52,2	n 0,18 0,197 0,154	K(MPa) 178,5 151,1 150,4		
		€:4.10-4	s-1				
		Azote : 0,	235 %		·		
en Km	σ0.1%(MPa)	σ0.2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)	

.d en ⊁m	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0,2%(MPa)$	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
58	160	186,1	255,6	278,3	299,3	317,6
124	110,8	126,7	169,7	186,8	201,3	212,7
266	133,6	143,6	182	189,2	201,7	216
	<b>6</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	335,2	491	49,2	0,198	245,6	
	229	412,2	47,4	0,166	169	
	226,5	418,4	44,8	0,129	178,2	

Tableau II-10-b: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

RESULTATS	A: 600 °C Caracter	ISTIQUES EN	FONCTION	DE LA TAIL	LE DE GRAI	NS
		€:1.10-3 s	-1			
		Azote : 0,	оз 🕺 🥇			
d en µm 31 84 309	σ0,1%(MPa 120 93,7 71,2	)σ0,2%(MPa) 131,1 108,7 87,4	σ1%(MPa) 175 145,4 122,3	σ2%(MPa) 202,8 167,4 138,5	σ3%(MPa) 228,2 187 152,5	σ4%(MPa) 249,8 205 167,1
<i>.</i> .	<b>6</b> 5%(MPa) 271,1 225,4 181	Rm(MPa) 390,3 363,5 312,3	A% 41,6 43,1 43,2	n 0,226 0,217 0,208	K(MPa) 178,8 149 123,4	
		€:1.10-3 s	5-1			
		Azote : 0,0	077 %	· -		
d en µm 48 64 275	σ0,1%(MPa) 106,2 106,2 90	)	σ1%(MPa) 164,8 175 138,3	σ2%(MPa) 191,5 197,5 152,8	σ3%(MPa) 214,6 217,7 166,4	σ4%(MPa) 237,7 236,4 178
	<b>d</b> 5%(MPa) 257,4 254,7 191,6	Rm(MPa) 408,4 387,2 349,7	A% 45,1 48,7 51,8	n 0,219 0,191 0,165	K(MPa) 169,8 178 140,2	
		€:1.10-3 9	5-1			
		Azote : 0,:	135 %			
d en µm 60 100 314	σ0,1%(MPa) 130 110 106,2	σ0,2%(MPa) 141,1 126,8 118,7	σ1%(MPa) 180,2 171 150	σ2%(MPa) 203,4 192 166,1	σ3%(MPa) 223,2 210 180,2	σ4%(MPa) 245,4 226,5 194,2
	<b>ð</b> 5%(MPa) 263,3 245 208,4	Rm(MPa) 428,4 419,7 395,3	A% 45,3 52,6 47,3	n 0,178 0,186 0,16	K(MPa) 185,7 172,9 152,8	
		E:1.10-3 s	5-1			
		Azote : 0,8	235 %			
d en µm 58 124 266	σ0,1%(MPa) 152,4 134,9 146,1	σ0,2%(MPa) 172,4 161,1 158,6	σ1%(MPa) 213,3 211,3 192,1	σ2%(MPa) 242,2 229,6 208,7	σ3%(MPa) 261,4 244,5 225,4	σ4%(MPa) 280,1 261 239,7
	<b>6</b> 5%(MPa) 298,4 275,3 253,2	Rm(MPa) 476 449,7 431,5	A% 51,9 52,1 38,4	n 0,155 0,149 0,123	K(MPa) 222 211,1 197	

Tableau II-10-c: Caractéristiques en fonction de la taille de grain ~ à T = 600 °C

.

٠

J

RESULTATS A: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

d en Pm

.31

84

309

d en Km

48

64

275

	E:4.10-3 s	-1		
	Azote : 0,	03 %		
σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)
96,2	108,7	151,3	180,5	203,2
98,7	111,2	146,3	167,6	<b>187</b>
82,4	90,6	115	129,5	142,1
<b>6</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	. A%	n	K(MPa)
246,6	374,7	38,7	0,244	156,4
220,1	364,7	44,1	0,20 <b>3</b>	<b>150</b>
168,3	321	43,3	0,18	118,1
•	€:4.10-3	5-1		
	Azote: 0,0	77 %		
σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)
117,4	128,7	168,6	192,3	213,6
106,2	125,5	174	197,6	219,6
91,2	105,5	137,9	153	166,8
<b>ð</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	А%	n	K(MPa)
252,4	394,7	43	0,196	173

σ4%(MPa)

225,1

205,4

155,2

σ4%(MPa)

232

236,4

181,1

### 373,4 45,7 358 49,3

257,6

194,6

### €:4.10-3 s-1

### Azote : 0,135 %

d en Km 60	σ0,1%(MPa 128	)00,2%(MPa) 138,6	σ1%(MPa) 179,6	σ2%(MPa) 202,6	σ3%(MPa) 222,3	σ4%(MPa) 242,3 221
100	116,2	125,5	164,2	185	20413	
314	92,4	103,7	130	145,7	159,6	175,3
	<b>0</b> 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	260,2	419,7	44,8	0,178	184,2	
	239,5	407,2	45	0,183	168	
	188	379,7	45,1	0,177	133,1	

0,205

0,175

176,7

139,6

### €:4.10-3 s-1

#### Azote : 0,235 %

d en Km	σ0,1%(MPa)	)σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
59	158,6	174,7	222	245,5	266	285,2
124	141,1	163	210,6	228,7	244,3	259,5
266	132,4	141,8	164,4	177,4	188,6	200,2
	<b>0</b> 5% (MPa) 303 275 212	Rm(MPa) 486 451 414-7	A% 46,2 47,3 54,5	n 0,153 0,151 0,11	K(MPa) 226,1 209,8 165,5	

Tableau II-10-d: Caractéristiques en fonction de la taille de grain à T = 600 °C RESULTATS A: 600°C

l

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA TAILLE DE GRAINS

			€:1.10-2	s-1			
			Azote : 0,	033 %			
d	en Xm 31 84 309	σ0,1%(MPa) 114,3 92,4 76,2	σ0,2%(MPa) 123,1 108,7 85	σ1%(MPa) 155 138,6 109,2	σ2%(MPa) 184 160,3 124,4	σ3%(MPa) 209,3 178,8 138,8	σ4%(MPa) 234 198,7 153,2
		σ5%(MPa) 251,5 215,6 168	Rm(MPa) 360 354,7 324,8	A% 40,4 37,1 43,7	n 0,221 0,212 0,199	K(MPa) 163,6 143,2 72,8	
			E:1.10-2	5-1			
			Azote : 0,	077 %			
đ	en µm 48 64 275	σ0,1%(MPa) 97,4 111,2 95	σ0,2%(MPa) 106,2 126,2 110,5	σ1%(MPa) 137,5 169,4 141,2	σ2%(MPa) 160,7 191,2 156	σ3%(MPa) 179,3 210,5 169,6	σ4%(MPa) 198,7 229,1 183,7
		S5%(MPa) 217,1 246,8 198,2	Rm(MPa) 372,2 387,2 360,3	A% 45,5 44,6 48,3	n 0,201 0,191 0,17	K(MPa) 128,7 166,3 142,8	
			€:1.10-2 s	5-1			
			Azote : 0,	135 %			
d	en Bm 60 100 314	σ0,1%(MPa) 126,1 103,7 110	σ0,2%(MPa) 153,6 117,4 122,4	σ1%(MPa) -211,6 149,3 152,6	σ2%(MPa) 234,5 167,8 165,8	σ3%(MPa) 256 188,3 178,1	σ4%(MPa) 273,6 206,4 190,8
		S5%(MPa) 292,3 224,3 203,4	Rm(MPa) 422,8 409,1 374,1	A% 45,2 47,8 47,4	n 0,185 0,197 0,146	K(MFa) 211,1 153,2 153,8	
			€:1.10-2 s	5-1			
			Azote : 0,8	235 %			
đ	en Km 58 124 266	σO,1%(MPa) 133,6 141,8	σ0,2%(MPa) 148,6 161,1	σ1%(MPa) 197 208,5 182,7	σ2%(MPa) 219,7 226,3 198,4	σ3%(MPa) 238,6 242 212,5	σ4%(MPa) 257,5 257,1 226,2
		S5%(MPa) 275,8 272,2 241,4	Rm(MPa) 466 454,7 446	A% 42,7 49,1 47,2	n 0,179 0,166 0,194	K(MPa) 198,8 204 177,1	

Tableau II-10-e: Caractéristiques en fonction de la taille de grain

à T = 600 °C

TEMPERATURE AMBIANTE

CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

### Petite taille de grains

Ē	en s-1	σ0,1%(MPa	$\sigma 0, 2\% (MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	272	286	358	354	376 -	395
	4.10-4	263,3	285	323	347	370	386
	1.10-3	264,2	283,4	321,3	345,5	367,3	385,3
	4.10-3	242	251,6	308	335	358	380
	1.10-2	275	288	319	345	367	385
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		553	64,3	0,119	330		
		557,8	71,4	0,114	326		
•		560	68,8	0,11	326		
		545	58,7	0,128	312		
		539	53.6	0.132	319		

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

#### Moyenne taille de grains

•							
Ē	en 5-1	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	217,3	232	272	297	320	338
	4.10-4	202,3	215	263	291	312	330
	1.10-3	202,3	217,3	261	287,4	308	327,2
	4.10-3	252	265	306	331	351	- 368
	1.10-2	277,3	292	313	332	353	369
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		528,3	84,4	0,137	276		-
		540	91	0,152	265		
		536	83	0,145	265		
		537	72,4	0,11	311		
		530	71,9	0,099	316		
						ļ	

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

#### Grosse taille de grains

é	en s-1	$\sigma 0, 1\% (MPa)$	00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	$\sigma$ 4%(NPa)
	8.10-5	206	217	252	272	. 290	307
	4.10-4	190,5	206	252	284	304	325
	1.10-3	196,1	212,3	249,2	271,5	289,4	305
	4.10-3	205	222,3	257	278	296	312
•	1.10-2	251,2	268,6	275	295	311	326
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		507	92,2	0,122	255		
	•	537,7	85,4	0,134	264		·
		498,4	77,3	0,148	248		
		488,4	67,1	0,125	260		
		495	67,8	0,113	277		

Tableau II-ll-a: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation acier "0" à T = 20 °C

- 23I -

TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,08%

#### Petite taille de grains

€ en s-1 8.10-5 4.10-4 1.10-3 4.10-3 1.10-2	σ0,1%(MPa 251 273 270 256 312	) o0,2%(MPa) 266,4 291 287,4 278. 327	σ1%(MPa) 306 330 330 324 347	σ2%(MPa) 329 356 357 353 371	σ3%(MPa) 354 375 380,3 378 378 392	σ4%(MPa) 374 395 400 397 412
	Rm(MPa) 570 587,4 573 567,7 566,1	A% 72 71,4 64,5 58,8 56,2	n 0,126 0,108 0,12 0,128 0,128	K(MPa) 308 336 335 329 352		

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,08%

#### Moyenne taille de grains

Ē	en s-1	$\sigma 0,1%(MPa)$	σ0,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	_ σ4%(MPa)
	8.10-5	248	262	302	327	351	371
v	4.10-4	235	250	295	321	345	365
	1.10-3	255	270	314	340	362,4	381,4
	4.10-3	255	275	320	346	369	388
	1.10-2	308	323	333	356	376	395
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		572	81,4	0,123	307		
		578,8	77,2	0,078	312		
		572	70	0,124	317		
		556	51,3	0,122	323		
		564,5	61,6	0,099	339		

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,08%

#### Grosse taille de grains

1	_						
E	en s-1	$\sigma 0, 1\%$ (MPa)	$\sigma 0,2%(MPa)$	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	226	241	278	298	315	330
	4.10-4	220	237,3	281	302	321	· 338
	1.10-3	235	250	288,5	309	327	344
	4.10-3	245	259,8	297	316,5	333	349
	1.10-2	278,3	295,6	299	318	332	347,4
		Rm(MPa)	A%.	ri -	K(MPa)		
		523	80,6	0,114	279		
		554,8	85	0,119	283		
		552	75,3	0,118	289		
		528	67,6	0,107	298		
		528,3	68,6	0,1	301		

Tableau II-11-b: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation

acier "l" à T = 20 °C

TEMPERATURE AMBIANTE CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135%

# Petite taille de grains

é	en s-1 8.10-5 4.10-4 1.10-3 4.10-3	00,1%(MPa) 261 288 277 305,3	σ0,2%(MPa) 279 307 298,7 322,8	σ1%(MPa) 323 361 349 372 374 2	σ2%(MPa) 350 388 377 400 388	σ3%(MPa) 373 412 397,3 425 418,4	04% (MPa) 394 433 417 445 438-6
		Rm(MPa) 599 629,2 605,5 610,7 600	A% 70,4 62,5 59,9 50,1 54,7	n 0,13 0,115 0,115 0,115 0,086	K(MPa) 308 345 350 375 382		

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135%

### Moyenne taille de grains

-	en s-1	σ0,1%(MPa)	$\sigma 0,2%(MPa)$	o1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	263	277	318	345	367	390
	4.10-4	278,5	293,5	338	365	390	411
	1.10-3	291	307	350	376	377	420
	4.10-3	287,4	302	348	374	376	417
	1.10-2	305	318,6	363,3	387	407	426
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		597	72,8	0,123	322		
		624,5	71,8	0,12	342		
		620	64,2	0,111	354		
		607	61,4	0,119	350		
		609,5	56,5	0,088	370		
	•	00790	0000	03000	070		

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135%

### Grosse taille de grains

é	en s-i	$\sigma 0, 1\%$ (MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	266	280,5	315	336	352	368
	4.10-4	237	254,3	301	319	336	351
	1.10-3	255,3	271,2	312	329,3	345,2	358
	4.10-3	267	287,5	337	355	371	388
	1.10-2	313,7	328	329	346	360	374
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		570	79	0,098	318		
		575,8	81,8	0,102	302		
		568,3	71,3	0,098	312		
		575,8	62,7	0,097	336		
		560	67.5	0,083	330		

Tableau II-ll-c: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation acier "2" à T = 20 °C TEMPERATURE AMBIANTE

•

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

### Petite taille de grains

έ	en s-1	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	01%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	324	341	384	415	440	462
	4.10-4	328	349,8	402	433	456	478
	1.10-3	337	354	406	436,4	459,4	480
	4.10-3	337	358	421	453	477	499
	1.10-2	378,3	411,4	425	453	476	497,5
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		683	63,7	0,115	389		
		705,2	58,3	0,112	405		
		685	55,7	0,107	410		
		695	48,8	0,112	424		
		677 <b>,7</b>	50,3	0,095	428		

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

### Moyenne taille de grains

ε	en s-1	0,1%(MPa	$\sigma 0,2%(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	325,4	345	394	419	442	462
	4.10-4	318,5	336	383	409	431,6	452
	1.10-3	318,6	337,4	391	417,4	440	460
	4.10-3	358,1	377,6	434	461	483	503
	1.10-2	371	374,7	432	457	477	498
	· .	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa).		
		678	68,8	0,096	378		
		704,5	67,6	0,106	386		
		679,5	62	0,106	393		
		694,4	53,6	0,094	437		
		695,7	56,2	0,087	436		

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

#### Grosse taille de grains

Ē	en s-1	$\sigma 0, 1\% (MPa)$	$\sigma 0,2%$ (MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
	8.10-5	274	291,4	339	36i	379	397
	4.10-4	287,5	307	354	373,3	386,5	405
	1.10-3	301	326,5 .	383	404	421,5	438
	4.10-3	312,5	333,3	392	412	430	445
	1.10-2	363	379,7	380	399	411	427
		Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)		
		628	73,4	0,105	339		
		647	72,9 <sup>·</sup>	0,095	353		
		659,5	64,6	0,086	385		
		654,5	59,2	0,094	390		
		597	56,8	0,069	383		

Tableau II-11-d: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation

acier "3" à T = 20 °C

TENTERATURE: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE EL DEFORMATION

#### POURCENTAGE D'AZUTE : 0,03%

### Petite taille de grains

É en s-1	00,1%(MPa)	00,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	200	212,5	244	266,4	288,3	307
0,0004	152,4	166,1	212,4	241	265,3	287,8
0,001	143,6	163,6	206,6	234,5	257,8	280,5
0,004	150	167,4	212,6	241,1	265,5	287,8
0,01	166	176	210,8	240,4	263,2	583
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	322,8	455	43,6	0,125	250,8	
	308,7	449,7	44,3	0,179	218,5	
	300.8	433	41	0,172	214,2	
	307,8	431	41,4	0,173	219,5	
	303,7	420	42,9	0,159	220,6	

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

### Moyenne taille de grains

É en s-1	00,1%(MPa)0	0,2%(MPa)	σ1%(MPa)'	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	116,2	131,1	175	195.6	213,6	231,2
0,0004	135	149,5	190,6	212,4	232,3	250,5
0,001	122,4	134,9	172,9	195,1	214,9	235,1
0,004	121,1	131,1	166,6	187,6	206,3	224,6
0,01	136,1	146,1	176.8	198,5	219,5	240,4
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	. <b>n</b>	K(MPa)	• •
	249	431	46	0,186	176,3	
	267,6	429,7	41,2	0,17	193,9	
	254,6	432,2	42,7	0,189	176,7	
	242,9	409,7	43,4	0,178	171,2	
	259,5	403,4	37,4	0,169	184	

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

#### Grosse taille de grains

f en s-1	0.1%(MPa)	0.2% (MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	108,7	118,7	147,2	164,7	178,1	192,1
0,0004	112,4	123,7	152,8	169,9	185	198,6
0,001	107,4	121,2	153,1	170,2	185,5	199,1
0,004	121,2	131,1	163	181,1	196,7	212,3
0,01	130	141,1	169,1	185,8	202,1	215,5
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	205,8	394,9	49,4	0,163	150,7	
	213	394,7	49,6	0,176	154	
	214,4	388,4	49,3	0,168	155,6	
	228,4	398,4	47,5	0,163	166,2	
	229,6	378,4	48,8	0,146	172,4	

Tbleau II-12-a: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation acier "0" à T = 300 °C TEMPERATURE: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,077 %

### Petite taille de grains

€ en s-1 0,00008 0,0004 0,001 0,004 0,004 0,01	σ0,1%(MPa) 148,6 140 142,4 158,6 162,4	000,2%(MPa) 161,1 152,4 156,1 168,7 172,4	σ1%(MPa) 205 190,1 199,8 213 211	σ2%(MPa) 227,8 213,1 221,5 234,3 234,6	c3%(MPa) 246,7 232,3 240,5 257,5 254,9	64%(MPa) 265,5 251,5 258,9 278,5 274,7
	σ5%(MPa) 284,1 270,2 277,2 298,1 293,8	Rm (MPa) 459,6 447,1 443,4 456 447,1	A% 45,7 45,8 48,2 43,2 48,2	n 0,165 0,17 0,161 0,159 0,155	K(MPa) 208 194,6 203,5 218 216,7	

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,077 %

### Moyenne taille de grains

E en s-1	$\sigma$ 0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	137,5	152	199	226,1	247,9	268,1
0,0004	133,6	148,6	192,2	217	239,2	260,9
0,001	138,2	154,6	198,5	224,5	247,2	268,7
0,004	153,3	166	206,3	230,8	251,3	271,7
0,01	182,2	192,3	227,8	251,8	276,3	295
×						
	$\sigma 5\%$ (MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	287,5	468,7	43,5	0,176	205,2	
	280,8	443,4	48,3	0,178.	197,9	
	290,1	448,6	44,9	0,182 .	203,8	
	291,6	437,3	45,5	0,152.	213,5	
	315,4	450	45,9	0,139	236	

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,077 %

Grosse taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	ol%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	- 04%(MPa)
0,00008	111,2	123,7	155,2	172,4	185,9	199,9
0,0004	117,4	130	160,8	179,4	192,9	207,6
0,001	121,2	133,6	145,2	181,3	195	208,8
0,004	128,7	138,6	170,4	186,4	201,4	215,6
0,01	138,6	148,6	180,6	196,9	211,9	226,6
	c5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	213,7	417,2	48,4	0,165	160	
	222,3	413,4	47,7	0,162 *	143,5	
	222,3	413,4	54	0,152	166,9	
	230	411	50,6	0,147	173,1	
	241.6	414.1	47.9	0,139	183.6	5

Tableau II-l2-b: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation acier "l" à T = 300 °C

- 236 -

TEMPERATURE: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135 %

#### Fetite taille de grains

É en s-1	$\sigma$ 0,1%(MPa)	$\sigma_{0,2}(MPa)$	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	168,6	176,1	212,7	235,1	254	272
0,0004	153,6	163,6	205	228,7	251	270,7
0,001	206,1	211,1	241,9	265	287	304,8
0,004	178,6	186,1	221,7	244,2	264,9	284,5
0,01	192	197,3	209,4	230	249,1	268,1
	σ5%(MPa)	Rm(MFa)	A%	n	K(MPa)	
	291,6	487,1	47,8	0,144	218,2	
	289	480,9	45,8	0,163	210,2	
	321,2	481	45,8	0,114	250,9	
	303,4	487,1	47	0,14	227,9	
	286,4	459,6	48,3	0,181	207,5	

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135 %

### Moyenne taille de grains

É en s-1	$\sigma$ 0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	01%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa) 250 5	σ4%(MPa)
8E-05	160	170	210,1	232,0	200,0	207,3
0,0004	136,1	146,1	182,5	203	221,8	237,7
0,001	141,1	151,1	187	205,9	223,1	237,8
0,004	156,1	163,6	198,1	219,1	237,2	258,2
0,01	161,1	171,1	198,7	218,3	235,7	253
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	287,8	489,6	47.1	0,152	213,7	
	254,5	462,1	47,6	0,163	210,3	
	256,2	457,1	51,7	0,155	189,9	
	274	471	46,8	0,15	203,6	
	270	457,1	48,4	0,127	206	

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135 %

### Grosse taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,00008	116,2	127,4	157	172,4	184,2	196
0,0004	123,7	136,1	165	179,4	191,5	203,3
0,001	130	141,1	171	185,2	198,8	211,7
0,004	156,1	166,1	196,6	213,1	229	243,4
0,01	141,1	151,1	175,6	190	202,5	215,1
	o5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	209,2	437,2	56,4	0,147	158,6	
	215,7	433,4	51,8	0,139	166,1	
	225	432,2	53,8	0,139	172,5	
	258,5	456	50,3	0,126	200,5	
	227	427,2	52,3	0,119	178,7	

Tableau II-12-c: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation acier "2" à T = 300 °C

- 237 -

TEMPERATURE: 300 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

#### Petite taille de grains

€ en s-1 8E-05 0,0004 0,001 0,004 0,01	σ0,1%(MPa) 194,8 171,1 202,3 224,8 192,3	σ0,2%(MPa) 211 186,1 217,3 237,3 218,6	σ1%(MPa) 262,4 136,6 263,6 266,6 266,3	or2%(MPa) 287,4 263,6 287,4 287,5 287,5 291,7	σ3%(MPa) 311,7 285,6 310,4 307,8 310,6	o4%(MPa) 933,2 304,7 330,1 928,6 332,5
	σ5%(MPa) 354 324,7 350 374,4 352,7	Rm(MPa) 585,8 552 567 553,3 552	A% 48,3 47,5 50,6 46,3 47,1	n 0,153 0,168 0,15 0,115 0,137	K(MPa) 265,5 238,9 265,5 274,1 270,5	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

### Moyenne taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	$\sigma O, 2\%(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	σ4%(MFa)
8E-05	163,6	178,6	222,5	241,6	259	275,3
0,0004	175	189,8	233,2	254	270,8	287,8
0,001	163,6	177,4	217	236,7	253,7	269,1
0,004	188,6	198,6	241	261,2	278,6	293,7
0,01	194,8	204,8	235,7	255,7	272,7	289,8
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	292	553,3	51,4	0,15	177,9	
	303,6	542,1	53,6	0,138	335	
	285,4	514,6	54	0,143	218,5	
	309,8	534,6	49,2	0,125	243,9	
	305,2	530,8	53,6	0,116	241	

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235% /

Grosse taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	$\sigma O_{2}$ (MPa)	01%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	04%(MPa)
0,00008	141,1	158,6	187,7	200,9	213,1	226,1
0,0004	166,1	179,9	217,5	243,2	257,2	270,4
0,001	171,1	174,9	193,2	207,2	220,2	233,4
0,004	151,1	163,6	199,8	215	228,4	238,6
0,01	152,4	178	212,9	231,6	245,8	260,2
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	רו	K(MPa)	
	242,8	496	54,7	0,136	187	
	293,4	523,3	51,3	0,137	221,5	
	246,2	499,6	54,4	0,095	199	
	253	490,9	55,6	0,124	200,8	
	274.6	509.6	53,7	0,149	211.8	

Tableau II-12-d: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation

acier "3" à T = 300 °C

- 238 -

TEMPERATURE: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

### Petite taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	σ0,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	100	113,7	152	179,1	204,7	224,1
0,0004	107,4	121,2	164,3	191,6	215,5	238,4
0,001	120	131,1	175	202,8	228,2	249,8
0,004	96,2	108,7	151,3	180,5	203,2	225,1
0,01	114,3	123,1	155	184	209,3	234
	σ5%(MPa) 245,8 258,8 271,1 246,6 251,5	Rm(MPa) 341 374,7 390,3 374,7 360	A% 47,6 41,2 41,6 38,7 40,4	n 0,236 0,217 0,226 0,244 0,221	K(MPa) 157,2 170,5 178,8 156,4 163,6	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

# Moyenne taille de grains

É en s-1	$\sigma 0, 1\% (MPa)$	$\sigma 0,2%(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\% (MPa)$	$\sigma$ 3%(MPa)	$\sigma$ 4%(MPa)
8E-05	83,7	94,3	126,5	148,4	167	185,7
0.0004	92,4	106,2	148,5	172,7	194,8	212
0.001	93,7	108,7	145,4	167,4	187	205
0.004	78.7	111,2	146,3	167,6	178	205,4
0,01	92,4	108,7	138,6	160,3	178,8	198,7
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	203,5	327,1	46,6	0,232	130,8	
	232,3	367,2	42,8	0,228	152,1	
	225,4	363,5	43,1	0,217	149	
	220,1	364,7	44,1	0,201	149,6	
	215,6	354,7	37,1	0,212	143,2	

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,03%

#### Grosse taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	)00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	σ3%(MPa)	04%(MPa)
8E-05	76.2	87,4	113	128	141,1	153,6
0.0004	73.7	83,7	107	123,1	138	151,7
0.001	71,2	87,4	122,3	138,5	152,5	167,1
0,004	82,4	90,5	115	129,5	142,1	155,2
0,01	76,2	85	109,2	124,4	138,8	153,2
	05%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	167,3	273,5	48,8	0,189	116	
	164,4	304,8	49,5	0,206	110,4	
	181	312,3	43,2	0,208	123,4	
	168,3	321	43,3	0,18	118,1	
	168	324,8	43,7	0,179	72,8	

Tableau II-13-a: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation

acier "0" à T = 600 °C

. ....

TEMPERATURE: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

POURCENTAGE D'AZOTE : 0,077 %

#### Petite taille de grains

É en s-1	σ0.1%(MPa)	$\sigma_{0.2\%}(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\pi 3\%$ (MPa)	σ4%(M₽∋)
0,00008	112,4	125,5	160	183,8	202.8	222,9
0,0004	103,7	116,2	154,5	177,3	197,8	218,3
0,001	106,2	118,7	164,8	191,5	214,6	237,7
0,004	117,4	128,7	168,6	192,3	213,6	232
0,01	97,4	106,2	137,5	160,7	179,3	198,7
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	241,6	367,2	47,3	0,193	165,6	
	235,3	371	45,7	0,204	157,3	
•	257,4	408,4	45,1	0,219	169,8	
	252,4	394,7	43	0,196	173	
	217,1	372,2	45,5	0,201	128,7	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,077 %

#### Moyenne taille de grains

€ en s-1	$\sigma 0, 1\% (MPa)$	$\sigma 0,2%(MPa)$	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	112,4	132,4	179,3	204,1	225,1	245,1
0,0004	103,7	126,2	177,5	201,1	221	240,7
0,001	106,2	128,7	175	197,5	217,7	236,4
0,004	106,2	125,5	174	197,6	219,6	236,4
0,01	111,2	126,2	169,4	191,2	210,5	229,1
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	265,6	381,6	52	0,199	182,8	-
	257,4	387,2	48	0,208	178,6	
	254,7	387,2	48,7	0,191	178	
	257,6	393,4	45,7	0,205	176,7	
	246,8	387,2	44,6	0,191	166,3	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,077 %

Grosse taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa	$\sigma_{0,2%}(MPa)$	$\sigma$ 1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,00008	96,3	119,5	143,1	156,7	169,2	181
0,0004	90	106,2	141,5	156,9	170,3	182,4
0,001	90	106,2	138,3	152,8	166,4	178
0,004	91,2	105,5	137,9	153	166,8	191,1
0,01	95	110,5	141,2	156	169,6	183,7
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	Α%	רו	K(MPa)	
	193,1	371,2	54,1	0,185	140,6	
	195,8	347,2	54,9	0,171	142,8	
	191,6	349,7	51,8	0,165	140,2	
	194,5	358	49,3	0,175	139,6	
	198,2	360,3	48,3	0,17	142,8	

Tableau II-13-b: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation

acier "l" à T = 600 °C

TEMPERATURE: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE LEFORMATION

# POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135 %

#### Petite taille de grains

É en s-1	σ0,1%(MPa)	00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	. 04%(MFa)
8E-05	118,6	128,6	161,3	182,7	202,8	219,9
0,0004	123	135,5	177	199,7	218,4	236,7
0,001	130	141,1	180,2	203,4	223,2	245,4
0,004	128	138,6	179,6	202,6	222,3	242,3
0,01	126,1	153,6	211,6	234,5	256	273,6
	o5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	237,3	386	45,9	0,175	167,4	
	255,8	414,7	44,3	0,18	178,5	
	263,3	428,4	45,3	0,178	185,7	
	260,2	419,7	44,8	0,178	184,2	
	272,3	422,8	45,2	0,185	211,1	

#### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135 %

### Moyenne taille de grains

É en s-1	00,1%(MPa)	)00,2%(MPa)	σ1%(MPa)	σ2%(MPa)	$\sigma$ 3%(MPa)	$\sigma$ 4%(MPa)
8E-05	122,4	133,6	162	180,2	197,1	211,4
0,0004	101,2	115,5	155,6	175,3	191,6	210,1
0,001	110	126,8	171	192	210	226,5
0,004	116,2	125,5	164,2	185	204,3	221
0,01	103,7	117,4	149,3	169,8	188,3	206,4
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	228	389,7	49,9	0,154	167	
	225,7	378,4	50,5	0,197	151,1	
	245	419.7	52,6	0,186	172,9	
	239,5	407,2	45	0,183	168	
	224,3	409,1	47,8	0,197	153,2	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,135 %

### Grosse taille de grains

É en s-1	00,1%(MPa)	$\sigma 0, 2%$ (MPa)	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	σ3%(MPa)	σ4%(MPa)
0,00008	111,2	122,4	145	173,5	202	197,8
0,0004	110	121,2	146,6	163,7	176,1	190,3
0,001	106,2	118,7	150	166,1	180,2	194,2
0,004	92,4	103,7	130	145,7	159,6	175,3
0,01	110	122,4	152,6	165,8	178,1	190,8
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	201,9	374,1	51,7	0,159	147,8	
	204,1	383,5	52,2	0,154	150,4	
	208,4	395,3	49,3	0,16	152,8	
	188	379,7	45,1	0,177	133,1	
	203,4	374,1	47,4	0,146	153,8	

Tableau II-I3-d: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation. Acier "2" à T = 600°C

- 24I -

TEMPERATURE: 600 °C CARACTERISTIQUES EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

### Petite taille de grains

€ en s-1	σ0,1%(MPa)	orO,2%(MPa)	σ1%(MPa)	o2%(MPa)	σ3%(MPa)	o4%(MPa)
8E-05	135	153,6	199,3	220,4	239,3	257,4
0,0004	160	186,1	255,6	278,3	299,3	317,6
0,001	152,4	172,4	213,3	242,2	261,4	280,1
0,004	158,6	174,7	222	245,5	266	285,2
0,01	133,6	148,6	197	219,7	238,6	257,5
	σ5%(MPa) 275 235,2 298,4 303 275,8	Rm(MPa) 463,4 491 476 486 486	A% 47,2 49,2 51,9 46,2 42,7	n 0,174 0,198 0,155 0,153 0,153	K(MPa) 200,2 245,6 222 226,1 198,8	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

#### Moyenne taille de grains

€ en s-1	σO,1%(MPa)	$\sigma 0,2%(MPa)$	$\sigma$ 1%(MPa)	$\sigma 2\%$ (MPa)	$\sigma 3\%$ (MPa)	σ4%(MPa)
8E-05	125	143,6	180,6	197	212,8	227
0,0004	110,8	126,7	169,7	186,8	201,3	212,7
0,001	134,9	161,1	211,3	229,6	244,5	261
0,004	141,1	163	210,6	228,7	244,3	259,5
0,01	141.8	161,1	208,5	226,3	242	257,1
	$\sigma$ 5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	
	242,2	431	50,7	0,149	182,4	
	229	412,2	47,4	0,166	169	
	275,3	449,7	52,1	0,149	211,1	
	275	451	49,3	0,151	209,8	
	272,2	454,7	49,1	0,166	204	

### POURCENTAGE D'AZOTE : 0,235%

Grosse taille de grains

€ en s−1	00,1%(MPa)	0,2%(MPa)	$\sigma 1\%(MPa)$	o2%(MPa)·	σ3%(MPa)	$\sigma 4\%$ (MPa)
0,00008	137,4	148,6	171	182,1	192,6	202,8
0,0004	133,6	143,6	182	189,2	201,7	216
0,001	146,1	158,6	192,1	208,7	225,4	239,7
0,004	132,4	141,8	164,4	177,4	188,6	200,2
0,01			182,7	198,4	212,5	226,2
	σ5%(MPa)	Rm(MPa)	A%	n	K(MPa)	NUL INTERIUNIUS
	213,7	401,6	50,8	0,109	172,6	20
	226,5	418,4	44,8	0,129	178,2	SECTION E
	253,2	431,5	38,4	0,123	197	SCIENCES
	212	414,7	54,5	0,11	165,5	SCIENCES
	241,4	446	47,2	0,194	177,1	CONTENT OF

Tableau II-13-d: Caractéristiques en fonction de la vitesse de déformation

acier "3" à T = 600 °C

- 242 -

Il est bien connu que l'affinage du grain est un important procédé de durcissement des polycristaux. De plus, l'azote en hétérointerstitiel durcit considérablement l'austénite et améliore par là même la résistance à la traction et au fluage.

- 0

Notre objectif est d'analyser le rôle conjoint de l'azote et de la taille de grain sur la plasticité monotone des aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12. L'effet est étudié pour des teneurs en azote de 0,033 à 0,235 % poids, et des tailles de grain de 30 à 300 m, pour diverses vitesses de déformation, dans le domaine de température 20-600°C.

Le durcissement par solution solide d'azote est linéaire avec la teneur en azote, tant pour la limite d'élasticité que pour les contraintes d'écoulement. Le durcissement par affinage du grain répond à la loi de Hall-Petch en  $d^{-1/2}$ . Les paramètres de la loi de Hall-Petch se décomposent en plusieurs termes qui font apparaître un durcissement d'écrouissage de l'austénite monocristalline indépendant de la teneur en Azote, un durcissement par solution solide d'azote, indépendant de la taille de grain, un durcissement par affinage du grain, indépendant de la teneur en azote, et un durcissement d'interaction azote-taille de grain.

A vitesse de déformation donnée, chaque terme est exprimé en fonction de la température et de la déformation plastique. Les différents durcissements sont interprêtés à la lumière des théories de durcissement par solution solide interstitielle des réseaux CFC, des théories de l'écrouissage, des théories de durcissement par affinage du grain, et de l'influence de l'azote sur le mode de gissement des dislocations.

#### MOTS CLES :

ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES - AZOTE INTERSTITIEL - TAILLE DE GRAIN - LIMITE D'ELASTICITE - CONTRAINTE D'ECOULEMENT - TEMPERATURE AMBIANTE - HAUTE TEMPERATURE - RELATION DE HALL-PETCH.