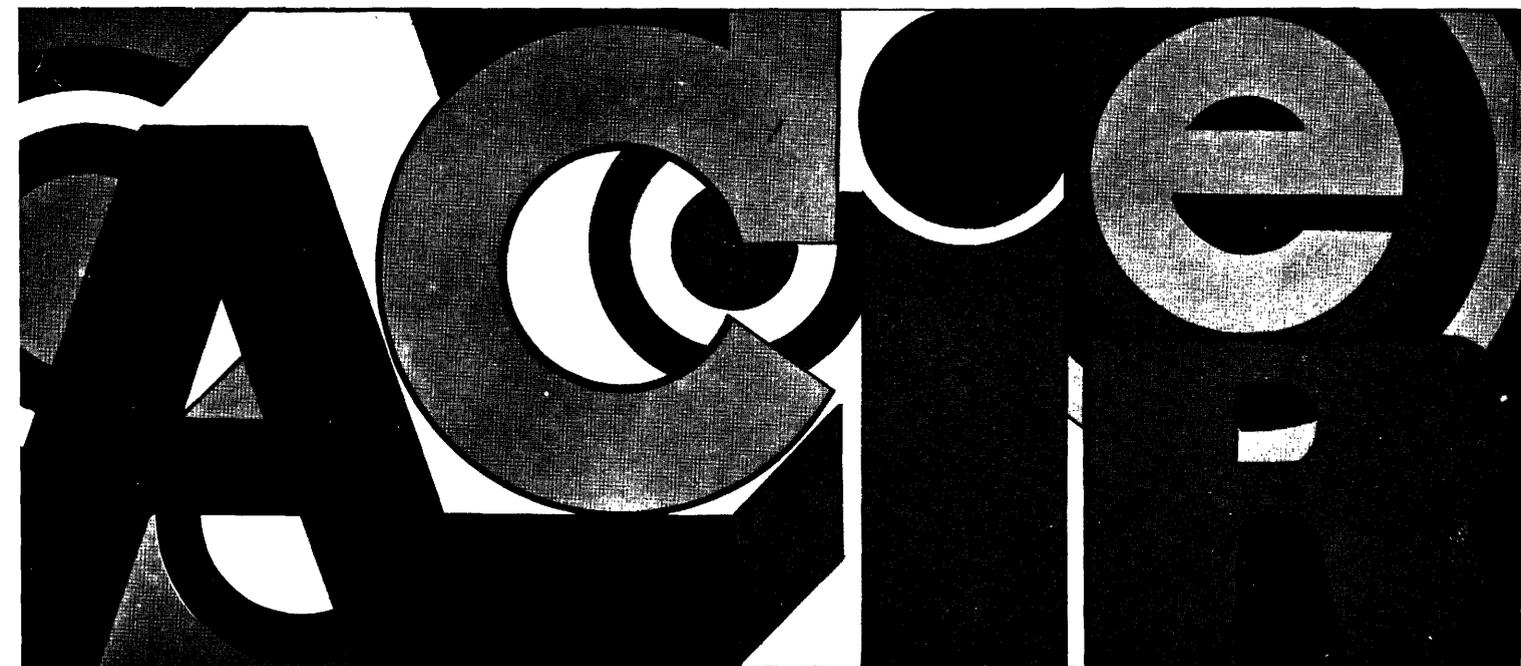


communauté européenne du charbon et de l'acier
la commission

recherche technique « acier »

métallurgie physique

aciers de construction soudables à dispersoïdes



octobre 1972

eur 4681 d,f

Communauté européenne du charbon et de l'acier
Commission

Recherche technique « acier »

Métallurgie physique

Aciers de construction soudables à dispersoïdes

(Convention n° 6210-26/070)

Rapport final

Octobre 1972

EUR 4681 d,f

AVERTISSEMENT

La Commission des Communautés européennes n'est pas responsable de l'emploi qui sera fait des informations contenues dans le présent ouvrage.

Les différents laboratoires qui ont participé à ces recherches sont :

— **Laboratoire allemand :**

Max Planck Institut für Eisenforschung (M.P.I.), Düsseldorf

— **Laboratoire belge :**

Centre de Recherches Métallurgiques (C.R.M.), Liège

— **Laboratoire français :**

Laboratoire de Recherches de la Société Creusot-Loire (C.L.), Le Creusot

— **Laboratoire italien :**

Centro Sperimentale Metallurgico (C.S.M.), Roma

La coordination de ces recherches a été assurée par le Comité Exécutif « Aciers soudables à dispersoïdes » :

<i>Président :</i>	M. Bastien	C.L. (Le Creusot)
<i>Allemagne :</i>	M. Schlüter M. Rose	VDEh (Düsseldorf) M.P.I. (Düsseldorf)
<i>Belgique :</i>	M. Habraken M. Harveng	C.R.M. (Liège) Laboratoire Central Forges de la Providence (Marchienne-au-Pont)
<i>France :</i>	M. Constant	I.R.S.I.D. (Saint-Germain-en-Laye)
<i>Italie :</i>	M. Mascanzoni	C.S.M. (Rome)
<i>Pour la C.C.E. :</i>	M. Sebille M. Bonnet	

D'autre part, ont participé aux travaux du Comité Exécutif :

M. Hougardy	M.P.I.
M. Greday } M. Jonlet }	C.R.M.
M. Dollet } M. Maynier } M. Pont }	C.L.
M. Sanz	I.R.S.I.D.
M. Schummer	A.R.B.E.D.
M. Rossi	C.S.M.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
------------------------	---

Rapport du Centre de Recherches Métallurgiques, Liège

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DU BÉRYLLIUM	9
Introduction	9
1 — Cinétique de précipitation du nitrure de béryllium	9
1.1 — Description des essais et exposé des résultats	9
1.2 — Discussion	12
Figures 1 et 2	13-14
Planches I et II	15-16
Annexe I	17
2 — Essais collectifs	19
2.1 — Description des essais	19
2.2 — Exposé des résultats	19
2.3 — Discussion	25
2.4 — Conclusions	25
Figures 3-7	26-30
Planches III-X	31-38
Annexe I	39
Annexe II	40
Annexe III	41

Rapport du Centro Sperimentale Metallurgico, Rome

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DU NIOBIUM	43
Introduction	43
1 — État de la question	43
2 — Phase commune de la recherche	46
2.1 — Description des travaux	46
2.2 — Discussion des résultats	51
3 — Seconde phase de la recherche	52
3.1 — Étude de la mise en solution et de la précipitation du carbonitrure de niobium	52
3.2 — Conclusions	60
Bibliographie	60
Figures 1-22	62-86
Planches I-XVII	87-103

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DU TITANE ET DE L'ALUMINIUM	105
1 — Conduite de la recherche	105
1.1 — Métal à l'état brut de coulée (fusion)	105
1.2 — Forgeage	105
1.3 — Laminage	105
1.4 — Composition chimique	105
1.5 — Traitement thermique	106
1.6 — Essais mécaniques	107
1.7 — Examens métallographiques	107
1.8 — Recherche des conditions de précipitation	108
2 — Résultats des examens	109
2.1 — Composition chimique	109
2.2 — Propriétés mécaniques	109
2.3 — Examens métallographiques	111
2.4 — Recherche des conditions de précipitation	115
2.5 — Perméabilité	116
3 — Discussion	117
3.1 — Influence du recuit sur la structure secondaire	117
3.2 — Évolution de la grosseur du grain austénitique en fonction de la température de recuit	117
3.3 — Évolution entre la grosseur du grain austénitique et la grosseur du grain secondaire	118
3.4 — Caractéristiques mécaniques	119
3.5 — Dépendance de la grosseur du grain austénitique et des caractéristiques mécaniques vis-à-vis des dispersoïdes	121
3.6 — La trempe par dispersion	121
4 — Résumé et conclusions	122
Figures 1-58	125-149

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE L'ALUMINIUM	151
Introduction	151
1 — Étude des caractéristiques mécaniques des coulées 0, 1 et 5	151
1.1 — Composition des coulées d'étude	151
1.2 — Transformation des produits	152
1.3 — Traitements thermiques réalisés	154
1.4 — Résultats obtenus	154
2 — Étude de la cinétique du grossissement du grain austénitique	156
2.1 — Métal utilisé	156
2.2 — Essais réalisés	156
3 — Influence du laminage sur la grosseur du grain	165
3.1 — Métal et éprouvettes utilisés	165
3.2 — Essais réalisés	166
3.3 — Résultats obtenus	167
3.4 — Discussion des résultats obtenus	168
4 — Conclusions	170
Figures 1-19	172-189
Planches I-VII	190-196
CONCLUSIONS GÉNÉRALES	197

INTRODUCTION

Le programme de recherche tire son origine d'un projet préliminaire présenté par la Société des Forges et Ateliers du Creusot à la Communauté Européenne du Charbon et de l'Acier, ayant comme objet l'étude des applications des dispersoïdes au cas des aciers de construction soudables à limite élastique élevée.

Les modifications successives au projet d'origine concernant soit le type d'acier à étudier, soit les modalités de déroulement de la recherche ont conduit à la rédaction du programme définitif. Sa réalisation était rendue possible par la collaboration de quatre Instituts ou Sociétés :

- Le Centre de Recherches Métallurgiques, à Liège;
- Il Centro Sperimentale Metallurgico, à Rome;
- Der Verein Deutscher Eisenhüttenleute, à Düsseldorf, en particulier le Max-Planck Institut;
- Le Laboratoire de la Société Creusot-Loire, au Creusot;

sous l'autorité et avec l'aide financière de la CECA, régie par la Convention n° 6210/26/070.

Pour préciser l'idée de base de cette recherche, nous ne pouvons mieux faire que de reprendre les termes mêmes du projet d'origine :

« Nos connaissances sur le mécanisme d'action des dispersions de fines particules dans une matrice métallique sont encore fragmentaires, ce qui explique pourquoi les remarquables succès techniques que l'on peut leur attribuer sont limités, de nos jours, à des domaines particuliers.

Dans le domaine des aciers, il reste un très vaste domaine à défricher pour une meilleure connaissance du mécanisme d'action des dispersoïdes, dans lequel l'affinage du grain est loin de jouer seul. Ceci a donc l'avantage d'être général et de pouvoir être appliqué à des aciers de niveaux de résistances mécaniques très largement échelonnées, ce qui ne peut manquer de promouvoir de nouvelles utilisations de l'acier.

Le choix des particules à disperser dans la matrice est évidemment extrêmement large (nitrides, carbures, borures, composés intermétalliques, etc.). Aussi nous est-il apparu judicieux d'étudier l'action des dispersions de nitrides (nitrides pris isolément, ou en association deux à deux) compte tenu des résultats très intéressants déjà obtenus en Allemagne par Wiester et du développement industriel des aciers I.N. au Japon.

Un tel programme de recherches doit avant tout comporter une phase à caractère fondamental. En effet, une meilleure connaissance de l'effet des particules sur les mouvements des dislocations et sur les glissements cristallins est nécessaire; ceci est également vrai en ce qui concerne l'initiation et la propagation des fissures avant rupture.

Interviennent, en effet, le nombre, les dimensions, la forme et la localisation des particules; mais jouent également un rôle l'influence des dispersions sur la distribution des dislocations dans le métal de base, la cohérence du réseau de la particule et de celui de la matrice, ainsi que la répartition des contraintes élastiques autour de la particule, répartition qui n'est certainement pas la même dans tous les cas. Enfin, la nature de la particule, malléable ou fragile, doit jouer un rôle.

La réalisation de recherches poussées dans cette voie exige la mise en œuvre de techniques de rayons X évoluées (par étude de la diffusion centrale par exemple, de microscopie électronique avec très fort pouvoir séparateur) pour la mise en évidence des premiers stades de formation de la particule et de microfractographie pour l'étude du cheminement des ruptures.

Étant donné les effets très variés que peuvent produire les dispersions de particules fines dans une matrice métallique, il apparaît nécessaire de se fixer un champ bien défini de recherche

et c'est pour cette raison que le programme proposé concerne essentiellement les aciers soudables, avec pour but de chercher à combler les vides existant actuellement dans la gamme des résistances mécaniques offertes par ces aciers et de voir s'il est possible d'atteindre de très hautes résistances mécaniques tout en conservant une soudabilité acceptable. »

Tel était le point de départ de cette recherche.

Quant à la réalisation effective, il est bon de préciser que la composition de base a été la suivante :

$C = 0,18\%$; $Si = 0,30\%$; $Mn = 1,15\%$

Cinq tonnes de ce métal ont été élaborées (coulée mère) avec un procédé de haute qualité (refusion sous laitier électro-conducteur, procédé E.S.R.) en vue de réduire les variations de composition chimique et les ségrégations. Ce métal, transformé en lopins, a été utilisé par les quatre Centres participants comme entrée pour l'élaboration de coulées filles.

Ces coulées inférieures à 50 kg ont été élaborées sous vide ou sous atmosphère protectrice de façon à contrôler la teneur en azote et en oxygène.

Neuf nuances ont été ainsi réalisées à teneur variable en azote d'une part (0,005-0,010-0,020 %) et en aluminium, béryllium, titane et niobium d'autre part.

Les modalités d'exécution du programme prévoyaient la répartition de l'étude des micro-additions de la façon suivante :

Aluminium-béryllium pour le C.R.M., aluminium-titane pour le M.P.I., aluminium-niobium pour le C.S.M. et aluminium pour le C.L.

Une première phase, commune à tous les laboratoires, devait permettre de fixer des états de référence par l'étude des variations des propriétés mécaniques et de la structure du métal.

Ces états de référence prévoyaient : des laminages avec des corroyages variables et bien déterminés, des normalisations à plus ou moins hautes températures et différents revenus.

La deuxième phase était laissée à l'initiative de chaque institut. Celui-ci devait déterminer les caractéristiques de la précipitation de chaque élément qui lui était attribué (morphologie, nature chimique et cristallographique, cinétique de la précipitation, grosseur du grain austénitique et interaction avec le corroyage, etc.) et son influence sur les propriétés mécaniques, en particulier sur la limite élastique et la résilience.

Ce projet de recherche a été approuvé et financé par la Communauté Européenne du Charbon et de l'Acier en 1966 au titre de l'article 55 du Traité de Paris.

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DU BÉRYLLIUM

Centre de Recherches Métallurgiques – Liège

INTRODUCTION

Le programme définitif de cette recherche a été élaboré en mai 1966. Le plan général comprenait deux phases principales intitulées comme suit :

1^{re} phase : Obtention des structures prises comme états de référence;

2^e phase : Étude des mécanismes de dispersion.

La première phase comporte un ensemble de traitements thermiques et mécaniques, à effectuer sur diverses nuances d'aciers comprenant — ou non — des éléments dispersoïdes ainsi que la mesure et l'interprétation des propriétés mécaniques obtenues dans ces états. Cette partie est, dans une certaine mesure, commune aux quatre centres de recherches concernés.

La seconde phase, qui était laissée à l'appréciation des différents centres, prévoyait l'étude des particules dispersées : morphologie, nature et mode d'action.

Les effets de l'aluminium, du niobium et du titane ont été étudiés respectivement par les laboratoires de C.L., du C.S.M. et du M.P.I. tandis que le C.R.M. se vit attribuer la béryllium.

Mis à part quelques brevets japonais, la littérature ne fait pas mention du béryllium en tant qu'élément d'addition aux aciers de construction métallique. Pourtant, l'existence d'un composé béryllium-azote répondant à la formule Be_3N_2 ne fait plus de doute. De plus, l'affinité de l'azote pour le béryllium a été calculée et semble relativement élevée par rapport, par exemple, à celle de l'azote pour l'aluminium :

	AlN	Be_3N_2
$-\Delta G$ (kcal/at.g)	65	60

Ces considérations justifiaient à elles seules les efforts déployés pour mettre au point un acier de construction soudable contenant du béryllium.

Le présent rapport reprend l'ensemble des essais effectués dans ce but. La première partie explicite les essais effectués en vue de préciser la cinétique de précipitation du nitrure de béryllium; la seconde présente les résultats obtenus au cours de la phase commune aux différents centres de recherches.

1 — CINÉTIQUE DE PRÉCIPITATION DU NITRURE DE BÉRYLLIUM

1.1 — Description des essais et exposé des résultats

Six coulées de 40 kg contenant du béryllium ont été successivement élaborées à l'air. Elles ont été forgées en plats de 65 × 32 mm. Leur analyse est reprise au tableau I ci-après :

Ces diverses nuances se distinguent principalement par une teneur en carbone relativement basse (excepté C_5) et des teneurs variables en béryllium. Les basses teneurs en carbone sont nécessaires pour une optimisation des conditions d'observation au microscope électronique, à savoir l'observation d'une structure ferritique.

TABLEAU I
Analyse chimique des nuances étudiées

Nuance	Analyse chimique (10 ⁻³ %)							
	C	Mn	Si	S	P	N ₂ tot	Al tot	Be tot
C ₁	13	1250	300	9	minimum	22	20	16
C ₂	15	1167	232	8	minimum	15	56	56
C ₃	13	480	66	minimum	minimum	28	65	58
C ₄	17	522	245	minimum	minimum	28	56	44
C ₅	190	492	230	minimum	minimum	7,5	35	70
C ₆	14	465	166	minimum	minimum	37	40	310

Des échantillons de ces 6 nuances ont été étudiés dans diverses conditions de traitements thermiques ⁽¹⁾ :

Trempe isotherme : nuances C₁, C₃ et C₄ ;

État normalisé : nuances C₁ à C₆.

Les conditions de traitements isothermes sont définies au tableau II ci-après.

TABLEAU II
Conditions de traitement isotherme

Température du bain °C	Temps de maintien						
	2 mn	10 mn	30 mn	4 h	6 h	16 h	64 h
425			x				
500			x				
550			x	x		x	x
600	x	x	x	x		x	x
700		x	x				
750			x		x		
800			x				
850			x				
900			x				
1000			x		x		

Sur chaque échantillon ainsi traité, on a procédé à la mesure des propriétés de traction et à l'examen de la structure par métallographie optique et électronique (technique des lames minces).

(1) En vue de saisir l'opportunité de ces divers essais en apparence disparates, il est bon de se souvenir qu'ils ont été effectués par campagnes successives en fonction de l'avancement de la recherche et des résultats obtenus.

Les tableaux III, IV et V, reprennent les propriétés mécaniques des différents échantillons en fonction du traitement thermique subi. La figure 1 fait apparaître l'effet du traitement thermique sur la limite élastique et la charge de rupture de ces divers échantillons.

TABLEAU III — NUANCE C₁
Caractéristiques de traction en fonction du traitement isotherme subi
 (mise en solution : 1250 °C - 30 mn)

Traitement thermique	E _t (kg/mm ²)	R (kg/mm ²)	A (%)
425 °C 30 mn	30,5	45,2	24,8
500 °C 30 mn	30,6	42,9	21,1
550 °C 30 mn	33,8	49,7	21,5
700 °C 2 mn	30,4	47,1	21,9
700 °C 30 mn	31,1	46,8	20,8
750 °C 30 mn	30,5	47,7	21,9
750 °C 6 h	28,7	44,3	23,0
800 °C 30 mn	25,7	41,6	22,8
850 °C 30 mn	43,9	56,1	20,1
900 °C 30 mn	42,9	54,2	19,2
1000 °C 30 mn	33,9	49,6	20,6
1000 °C 6 h	39,0	51,2	19,0

TABLEAU IV : Nuances C₃ et C₄
Caractéristiques de traction en fonction du traitement isotherme subi
 (mise en solution : 1250 °C-30 mn)

Nuance	Traitement °C mn	E _t (kg/mm ²)	R (kg/mm ²)	A (%)
C ₃	425 30	23,4	37,1	30,1
	500 30	24,0	38,1	30,1
	550 30	26,3	39,1	31,4
	600 30	27,1	40,7	31,7
	700 2	28,4	41,9	31,1
	700 30	27,6	41,3	30,0
C ₄	425 30	22,9	39,4	29,2
	500 30	25,0	39,5	30,1
	550 30	22,4	39,9	28,7
	600 30	25,3	41,4	29,6
	700 2	31,8	43,0	30,8
	700 30	30,5	41,9	29,8

TABLEAU V : Nuances C₁, C₂, C₅ et C₆
 Caractéristiques de traction à l'état normalisé
 (1000°C-30 mn)

Nuance	R _l (kg/mm ²)	R (kg/mm ²)	A (%)
C ₁	28,5	37,4	31,8
C ₂	23,7	38,2	33,8
C ₅	31,7	50,5	27,2
C ₆	50,3	71,4	17,8

1.2 — Discussion

Ainsi qu'il en a été fait mention dans l'introduction, les données concernant la précipitation de nitrure de béryllium dans les aciers sont extrêmement rares. Il semble pourtant certain que la précipitation de ce composé soit possible; les essais décrits dans cette première partie ont eu pour objectif principal de préciser ces possibilités.

De nombreux examens ont été effectués au microscope électronique (technique des lames minces) et il est souhaitable d'explicitier quelque peu les résultats obtenus. D'une part, l'observation de particules de Be₃N₂ s'est avérée difficile de par la rareté de la précipitation. D'autre part, l'identification de ce précipité au moyen de la diffraction électronique a toujours été fort aléatoire. En effet, il n'a jamais été possible de reconstituer l'ensemble des orientations réticulaires à partir d'un seul cliché. On trouvera quelques informations à ce sujet en annexe I.

La figure 1 montre l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du traitement isotherme pour les coulées C₁, C₃ et C₄. Elle permet les observations suivantes :

1. On remarque que l'effet d'un traitement isotherme entre 425 et 1000°C n'accroît guère le niveau de la limite élastique des aciers dont la teneur en béryllium est comprise entre 16 et 58.10⁻³ %.
2. Il faut cependant noter que les coulées C₃ et C₄ donnent lieu à une augmentation continue de la limite élastique entre 425 et 700°C. Le maximum de cette augmentation atteint 5 kg/mm² pour la coulée C₃ et 8,9 kg/mm² pour la coulée C₄.

Dans le cas de la coulée C₁, l'augmentation maximale de la limite élastique mesurée après des traitements analogues est de 3,3 kg/mm².

Cette différence dans le comportement des trois aciers ne peut être expliquée par leurs teneurs respectives en manganèse et silicium. Au contraire, on serait plutôt amené à conclure que les coulées C₃ et C₄ devraient présenter des niveaux de limite élastique inférieurs à celui de la coulée C₁ de quelque 4 à 5 kg/mm², en raison du durcissement de solution dû au manganèse et au silicium dans cette dernière coulée.

Trois solutions simples restent alors possibles pour expliquer ce comportement :

1. La différence de teneur en azote (22 et 28.10⁻³ %), en l'absence de nitrure précipité, peut provoquer en durcissement de $570 \times 6.10^{-3}\% = 3,4 \text{ kg/mm}^2$ (1).
2. La différence de teneur en aluminium (20, 65 et 56.10⁻³ %) dont l'effet se ferait sentir par une influence dans la précipitation du nitrure d'aluminium au cours du traitement isotherme.
3. La différence de teneur en béryllium (16, 58 et 44.10⁻³ %) dont l'effet se ferait sentir également par une différence dans la précipitation du nitrure de béryllium.

(1) Voir Annexe II pour l'exploitation d'une loi de Petch appliquée aux aciers à dispersoïdes.

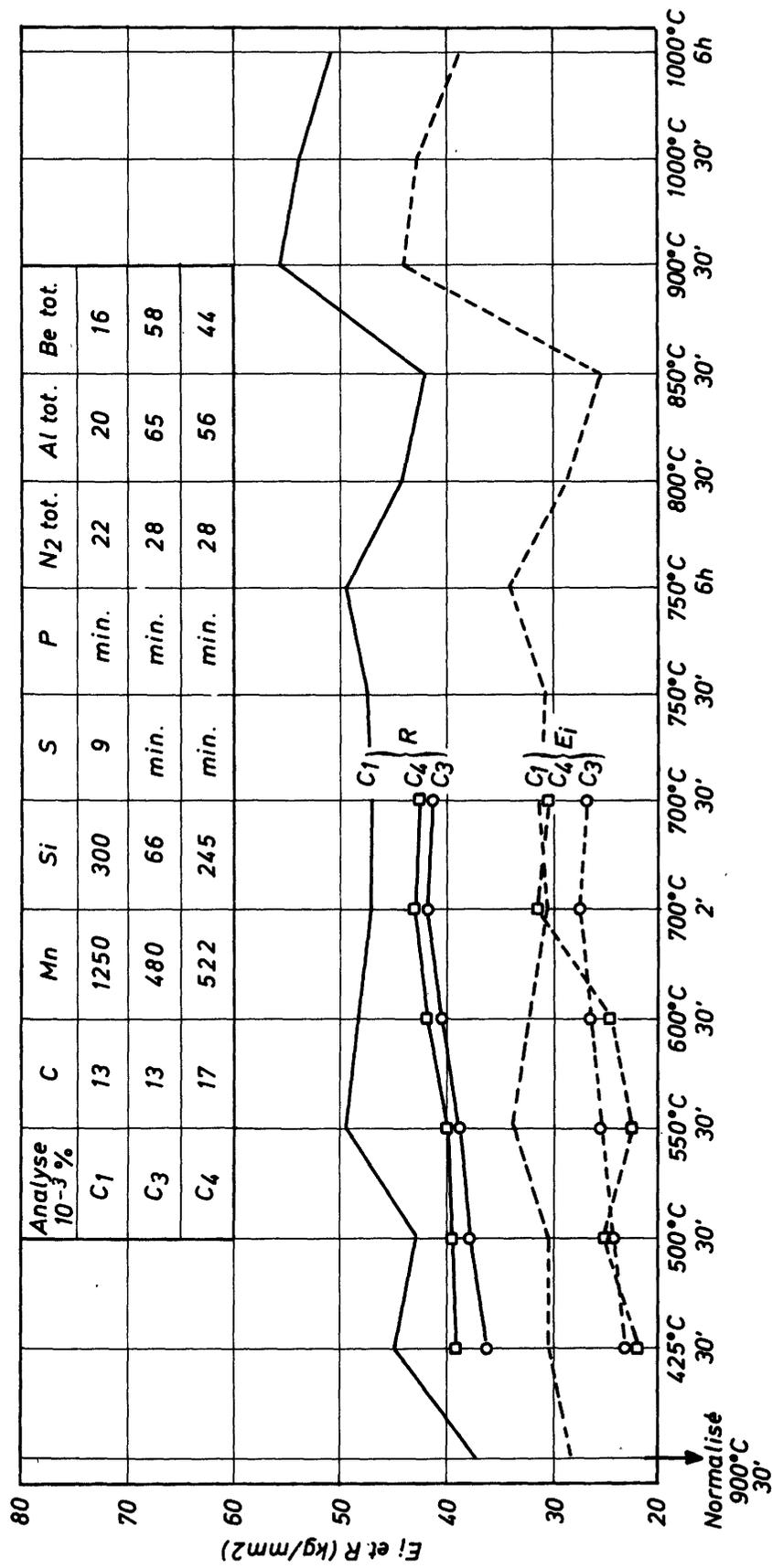


Fig. 1 — Variation des propriétés de traction avec les conditions de traitement isotherme

Les nombreuses observations que nous avons effectuées en microscopie électronique montrent que le nitrure d'aluminium n'est jamais présent dans les échantillons de la coulée C₁. Par contre, nous avons pu en identifier aisément dans les coulées C₃ et C₄ (planche I - fig. 1).

Il en résulte donc que l'azote n'est apparemment pas lié à l'aluminium dans la coulée C₁ et l'est, tout au moins partiellement, dans les coulées C₃ et C₄. Dès lors, l'effet de la différence de teneur en azote entre les coulées C₁ (22. 10⁻³ %) et C₃ ou C₄ (28. 10⁻³ %) s'amenuise en ce qui concerne la limite élastique.

La taille des nitrures d'aluminium est telle (0,2-0,5 μ) qu'on ne peut guère compter sur un durcissement de précipitation dû à ces particules. De plus, comme ces échantillons ont subi un traitement de mise en solution totale (1250 °C pendant 1/2 h) avant d'être soumis aux traitements isothermes, ces nitrures d'aluminium ont précipité au cours de ces derniers traitements et bien après le déroulement de la transformation de l'austénite en ferrite. Dès lors, un effet sur la taille du grain ferritique n'est pas à envisager. Ceci est confirmé par les observations métallographiques, bien qu'il soit difficile de juger de la taille du grain puisque les échantillons subissent une trempe à l'eau après le traitement isotherme (planche II).

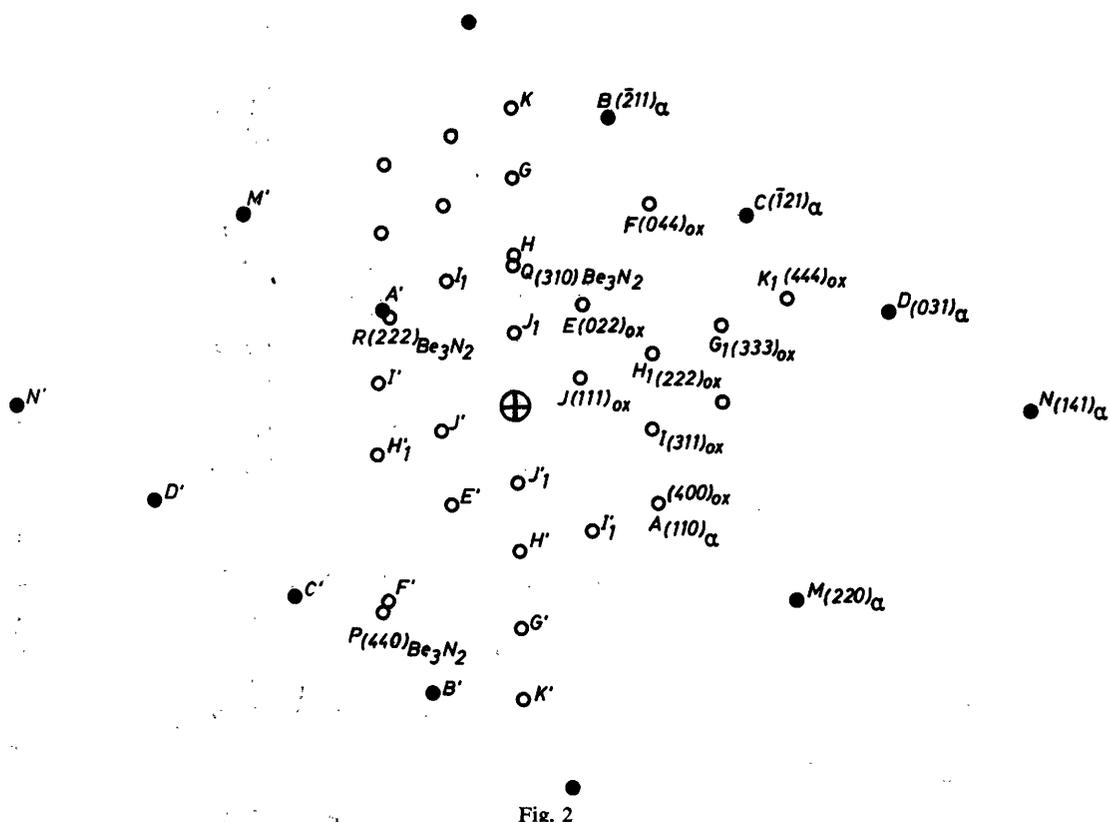


Fig. 2

La troisième hypothèse reste donc à envisager. Nous devons malheureusement confirmer que la précipitation du nitrure de béryllium n'a pas lieu dans les conditions que nous avons choisies. Seuls quelques précipités de Be₃N₂ ont pu être identifiés avec certitude dans les coulées C₃ et C₄ (planche I - fig. 2).

Cette discussion nous conduit à conclure que les variations observées de la limite élastique :

1. ne s'expliquent pas par une précipitation de nitrure d'aluminium ou de béryllium,
2. ne peuvent s'expliquer que très partiellement par les différences de teneur en azote, manganèse et silicium.

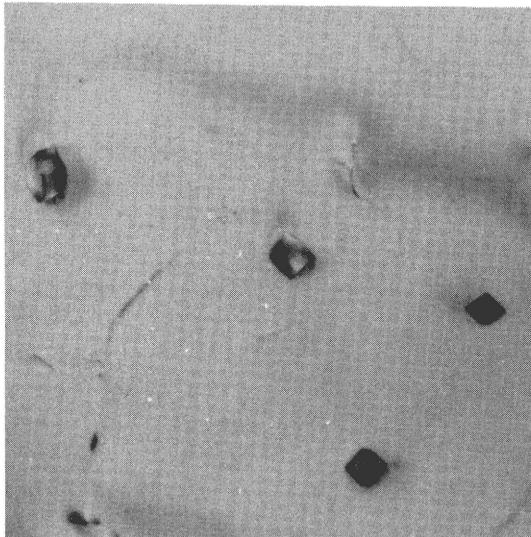


Fig. 1 - Nuance C₃ 32 400:1
Précipitation de AlN

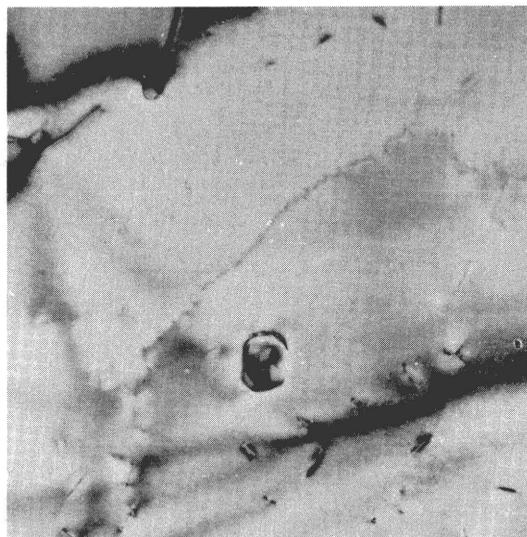


Fig. 2 - Nuance C₄ 32 400:1
Précipitation de Be₃N₂



Fig. 3 - Nuance C₅ 32 400:1
Précipitation de Be₃N₂

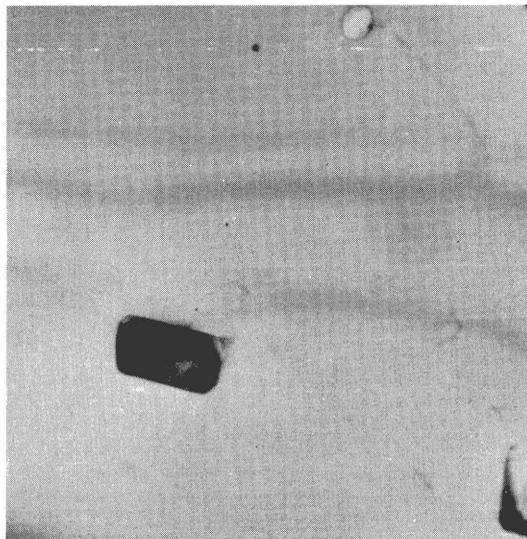
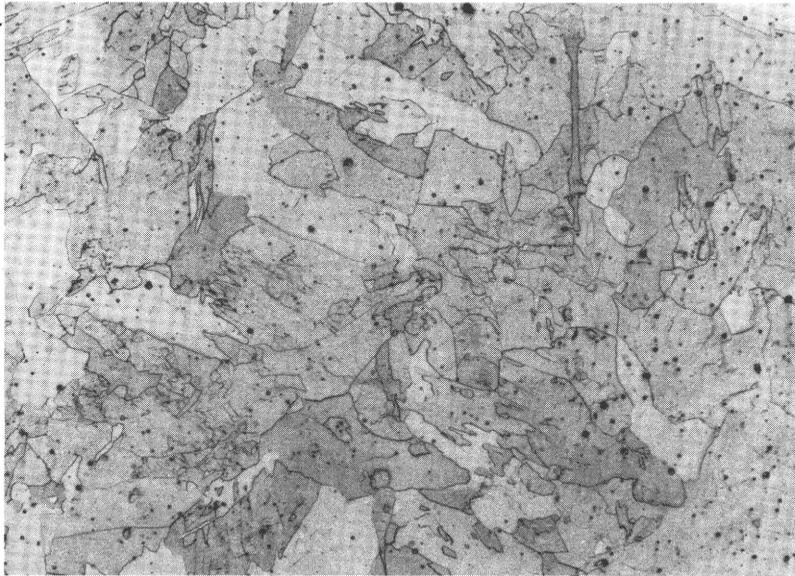


Fig. 4 - Nuance C₅ 42 000:1
Précipitation de Be₃N₂

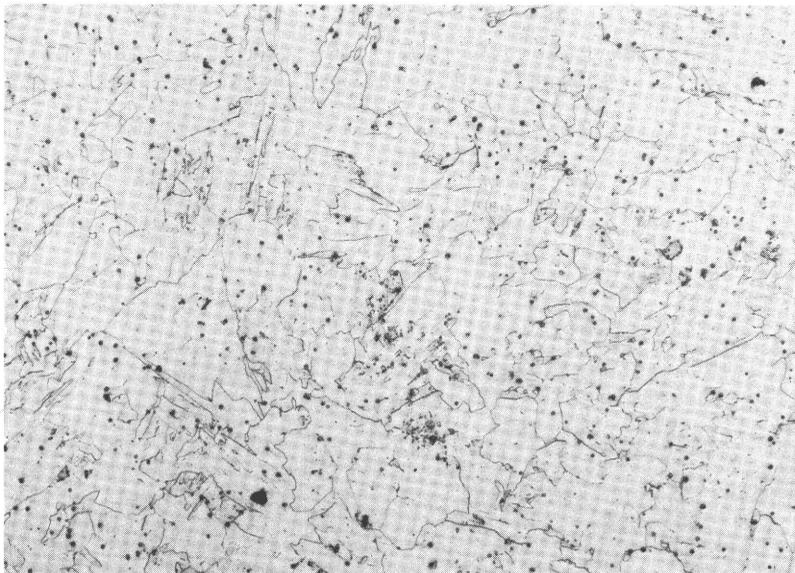
PLANCHE I

QUELQUES ASPECTS DE LA PRÉCIPITATION (AlN ou Be₃N₂)



700 °C - 30 mn

100:1



600 °C - 30 mn

100:1

PLANCHE II

ASPECT DE LA STRUCTURE APRÈS TRAITEMENT ISOTHERME

La seule explication que nous puissions encore envisager serait un durcissement de solution dû à l'aluminium ou au béryllium.

Les nombreuses études relatives aux effets de l'aluminium dans les aciers n'ont jamais montré un effet de durcissement de solution dû à cet élément pour les teneurs considérées ici.

Il resterait donc à retenir l'hypothèse d'un durcissement de solution ou de précipitation dû au béryllium. Ce durcissement, étant donné le diamètre de l'atome de béryllium, pourrait être du type durcissement de substitution. Rappelons que les diamètres atomiques sont respectivement 2,86 Å pour l'aluminium, 2,26 Å pour le béryllium et 2,56 Å pour le fer.

Ces résultats nous ont amenés à l'élaboration des coulées C₅ et C₆ dont l'analyse est reprise au tableau I. Elles étaient destinées à vérifier :

1. l'action éventuelle du carbone sur la précipitation du nitrure de béryllium,
2. l'opportunité des niveaux choisis pour le béryllium et l'azote.

C'est ainsi que la coulée C₅ contient $190 \cdot 10^{-3}\%$ de carbone tandis que la coulée C₆ contient $37 \cdot 10^{-3}\%$ d'azote et $310 \cdot 10^{-3}\%$ de béryllium. Ces deux nuances ont été étudiées après normalisation 1/2 h à 1000°C. Les propriétés de traction sont reprises au tableau IV. L'examen en lames minces d'échantillons de la coulée C₅ nous a permis l'observation de grosses particules assez fréquentes de Be₃N₂ (0,2 à 0,5 μ) (planche I, fig. 3 et 4). Par contre, et malgré la teneur élevée en béryllium, la nuance C₆ s'est révélée très pauvre du point de vue de la précipitation, même après divers traitements tels que revenus à 250°C pendant des temps variables (1 à 24 h).

A la lumière de ces résultats, il nous faut donc tirer les conclusions suivantes :

1. La précipitation du nitrure de béryllium dans les aciers de construction métallique est difficile à obtenir quel que soit le traitement utilisé. Lorsque les précipités sont présents, leur taille est trop grande et leur densité trop faible pour avoir une action adéquate.
2. Il est possible que la présence de carbone ou l'action d'autres facteurs tels que la déformation ou les tensions (laminage) puisse améliorer les conditions de précipitation du nitrure de béryllium.

ANNEXE I

Commentaires sur les examens au microscope électronique

Le problème de l'identification du Be₃N₂ fut rendu plus complexe que prévu par la présence systématique d'un oxyde de surface apparaissant lors de la phase finale de la préparation de l'échantillon. L'influence de cet oxyde, néfaste pour la précision et la clarté des micrographies, l'était encore plus du fait de ses caractéristiques cristallographiques. En effet, il fut identifié comme étant l'oxyde Fe₃O₄ ayant une structure cubique face centrée et un paramètre réticulaire de $a = 8,394 \text{ \AA}$. Lorsqu'on sait que celui du Be₃N₂ est de $a = 8,15 \text{ \AA}$ on s'attend dès lors à ce qu'une telle proximité de ces valeurs vienne gêner le dépouillement des clichés de diffraction. La totalité des clichés analysés a montré qu'il en était bien ainsi.

Les deux types de structures (c.f.c. pour Fe₃O₄ et b.c.c. pour Be₃N₂) induisent normalement des différences dans les diffractions cependant difficilement exploitables car rarement observées.

L'argument prépondérant nous permettant de conclure toutefois à la présence de Be₃N₂ fut l'observation de plusieurs taches dédoublées. Il faut noter que, abstraction faite des réseaux de la matrice et de l'oxyde, ne subsistaient que quelques rares taches très fines (telles P, Q et R, fig. 2) attribuables à la précipitation.

Dans ces conditions, l'identification des précipités s'est donc révélée particulièrement délicate, plus encore que par la seule faible densité de ceux-ci.

Examen par diffraction électronique

Tache	D en mm	d en Å	Type	Valeurs théoriques Å
A	19,5	2,027	(110) α	2,027
B	33,8	1,17	(211) α	1,17
C	33,8	1,17	(211) α	1,17
D	44	0,90	(310) α	0,909
N	59	0,67	(411) α	0,6765
M	39	1,015	(220) α	1,015
E	13	3,04	(220) Oxyde	2,967
F	26,5	1,49	(440) Oxyde	1,483
G-G ₁	24,6	1,61	(333) Oxyde	1,614
H-H ₁	16,25	2,43	(222) Oxyde	2,419
I-I ₁	15,5	2,55	(311) Oxyde	2,53
J-J ₁	8,15	4,85	(111) Oxyde	4,85
K-K ₁	32,75	1,205	(444) Oxyde	1,21
P	27,5	1,437	(440) Be ₃ N ₂	1,44
Q	15,7	2,515	(310) Be ₃ N ₂	2,58
R	16,5	2,395	(222) Be ₃ N ₂	2,355

A.z. = [1 $\bar{1}$ 3]

K = 39,55

2 — ESSAIS COLLECTIFS

2.1 — Description des essais

Les coulées utilisées pour ces essais ont été élaborées à partir de la coulée-mère en provenance de CAFL. Celle-ci a été livrée sous la forme de barres (\varnothing 28 mm) de composition moyenne suivante : ($10^{-3}\%$)

C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Cu	N ₂	Al
185	1130	450	6	6	10	40	10	6	10

La nuance de base, commune à tous les participants, était celle d'un acier de composition type Fe 52 contenant au maximum $180 \cdot 10^{-3}\%$ de carbone, soit $C = 180$, $Mn = 1150$, $Si = 300 \cdot 10^{-3}\%$.

Les trois nuances étudiées par le C.R.M. se distinguent par leur teneur en azote, aluminium et béryllium, ainsi que le fait apparaître le tableau VI.

Ces diverses coulées ont été forgées en plats de 60×32 mm. On trouvera en annexe III des détails concernant l'élaboration et le forgeage.

Des échantillons de ces 4 nuances ont subi des laminages et des traitements thermiques variés dont la nomenclature est reprise au tableau VII. On trouvera, en annexe I, des détails sur les conditions de laminage.

TABLEAU VI
Analyse chimique des coulées étudiées ($10^{-3}\%$)
(milieu du lingot)

Nuance	Type	C	Mn	Si	S	P	N ₂ tot	Al tot	Be
1	Visé	180	1150	300	mini	mini	10	20	—
	Produit (1A)	T 180 M 1195 P 349	1195	349	3,5	8	10,7	8	—
	Produit (1B)	T 150 M 160 P 152	1080	276	4,5	8	12,5 10,2 8,2	19 20 25	—
4	Visé	180	1150	300	mini	mini	10	10	15
	Produit (4A)	T 186 M 183 P 171	1136	370	2,5	8	12,9 11,9 11,8	25 27 21	7 8 6
	Produit (8A)	T 192 M 188 P 198	1190	339	2	8	9,7 11,6 9,4	44 44 42	21 23 18

Les propriétés mécaniques (traction-résilience) ont été mesurées pour les différents états de traitement; les échantillons ont également été examinés par microscopie optique et électronique (technique des lames minces).

2.2 — Exposé des résultats

Les résultats des essais de traction et résilience sont repris respectivement aux tableaux VIII et IX. Ces résultats ont été explicités de façons diverses aux figures 3 à 7 qui montrent :

— la variation de la température de transition 50% cristallin en fonction des conditions de traitement thermique et en tenant compte du diamètre du grain (1 et 2);

- la variation de la limite élastique (corrigée ou non pour tenir compte des effets de composition en fonction du traitement thermique (3 et 4));
- la relation entre la limite élastique et la température de transition 50% cristallin (5).

TABLEAU VII
Repères utilisés pour les différents traitements

Corroyage	Température de chauffage	Température de laminage	1	2	3	4
1				12	13	14
3	950	950	51	52	53	54
		950	61	62	63	64
	1150	1150	71	72	73	74
		950	81	82	83	84
		1350	91	92	93	94

1 = brut de laminage.

2 = normalisation 950 °C 1/2 h air.

3 = normalisation 950 °C 1/2 h + revenu 600 °C 1 h air.

4 = normalisation 950 °C 1/2 h + refroidissement au four.

Les examens en microscopie optique ou électronique ne peuvent être repris ici en raison de leur nombre. Les planches III à X présentent les observations les plus caractéristiques.

TABLEAU VIII
Résultat des essais de traction

Coulée 1 A repères	E _i (kg/mm ²)	R (kg/mm ²)	A (%)
51	35,7	54,4	27,7
61	38,3	55,1	30,4
71	33,9	55,3	28,1
81	35,4	53,6	28,7
91	33,9	55,6	25,8
12	34,4	55,9	26,3
52	33,5	54,3	26,9
62	35,0	56,1	28,6
72	33,9	55,4	27,7
82	33,5	53,3	29,0
92	36,7	56,4	27,5
13	35,3	54,9	28,5
53	34,0	54,1	26,9
63	34,2	54,0	24,2
73	34,3	55,2	26,9
83	35,3	54,5	23,0
93	35,0	53,5	28,8
14	30,4	52,3	27,3
54	29,1	49,8	28,8
64	28,3	49,7	27,3
74	26,9	48,9	27,0
84	27,7	47,6	25,8
94	28,1	47,6	28,6
Coulée 1 B			
51	34,4	53,5	25,9
61	33,6	52,3	26,4
71	32,6	52,7	25,8
81	35,8	53,6	28,4
91	34,5	54,6	23,9
12	38,1	53,0	29,9
52	31,2	53,5	26,6
62	30,4	51,6	26,4
72	33,4	52,4	27,4
82	36,3	52,9	27,7
92	37,0	52,9	29,5
13	35,9	50,2	29,7
53	30,9	49,9	27,5
63	31,4	49,7	27,3
73	31,3	51,3	26,4
83	35,1	50,4	29,1
93	33,6	47,7	29,4
14	32,8	46,2	31,2
54	28,0	49,1	26,1
64	28,2	49,6	26,4
74	28,1	47,8	24,3
84	31,3	47,9	27,6
94	30,4	47,8	28,6
51	35,2	52,6	26,1
61	36,4	53,7	28,8
71	34,7	54,1	26,9
81	35,1	53,8	26,2
91	35,0	56,7	21,8

TABLEAU VIII
Résultat des essais de traction (suite)

Coulée 4 A repères	E_t (kg/mm ²)	R (kg/mm ²)	A (%)
12	37,0	54,2	30,0
52	29,3	51,1	30,3
62	30,4	52,6	30,7
72	36,0	53,4	29,0
82	32,4	53,5	28,8
92	32,9	52,2	28,2
13	35,1	51,4	29,7
53	29,0	50,9	27,0
63	29,3	50,9	28,6
73	34,6	51,4	29,7
83	31,1	50,6	30,1
93	32,6	51,8	30,3
14	30,5	50,2	26,7
54	25,6	49,1	27,4
64	26,0	49,0	27,0
74	31,0	48,9	29,8
84	30,9	48,0	32,0
94	28,8	48,3	30,5
Coulée 8 A			
51	40,2	56,2	26,4
61	37,5	55,2	27,3
71	35,6	54,0	26,6
81	37,3	54,9	28,2
91	43,4	63,3	20,8
12	36,3	52,1	28,9
52	39,2	54,8	27,9
62	32,7	54,4	30,1
72	33,9	53,8	26,9
82	37,3	53,9	33,3
92	36,7	54,4	29,6
13	33,9	51,5	27,9
53	36,9	52,6	28,6
63	31,6	52,5	28,7
73	31,5	51,2	28,8
83	35,2	52,4	29,3
93	35,1	51,6	30,9
14	31,5	50,1	27,3
54	34,0	50,5	28,4
64	27,9	48,5	27,2
74	32,7	50,7	28,3
84	33,5	49,7	31,8
94	31,1	49,4	29,9

TABLEAU IX
Résultats des essais de résilience

Coulée 1 A repères	Résilience kgm/cm ²				T 50% cristallin (°C)
	-40°C	-20°C	0°C	+20°C	
51	9	15	20	19	-25
61	11	15	18	20	-25
71	1	11	16	17	0
81	12	16	18	21	-20
91	—	1	7	12	+20
12	1	4	4	18	+10
52	2	6	12	14	+5
62	1	4	11	18	+10
72	4	2	8	18	+10
82	3	10	17	18	0
92	8	10	14	19	+5
13	6	8	12	15	0
53	6	9	11	14	+5
63	6	9	10	17	+5
73	7	10	11	14	+5
83	6	10	14	28	+5
93	7	12	15	18	-10
14	—	—	—	3	+100
54	—	—	—	4	+50
64	—	—	—	4	+60
74	—	—	—	4	+80
84	—	—	—	5	+60
94	—	—	—	5	+40
Coulée 1 B					
51	—	6	11	15	+5
61	6	13	17	19	-20
71	—	4	6	16	+10
81	—	13	16	24	+15
91	—	3	5	9	+30
12	—	26	26	24	-55
52	—	1	7	16	+15
62	—	1	7	16	+10
72	—	3	9	16	+5
82	—	12	15	21	-30
92	—	22	24	25	-50
13	—	27	25	26	-85
53	—	6	11	13	+15
63	—	6	11	14	+20
73	—	6	11	12	+20
83	12	19	19	19	-45
93	26	27	27	27	-60
14	19	20	23	24	-65
54	—	—	—	6	+45
64	—	1	10	11	0
74	—	—	4	8	+25
84	7	9	14	21	-30
94	16	19	21	23	-50
51	22	—	—	24	-70
61	16	—	—	23	-60
71	11	18	—	25	-30
81	16	23	—	26	-40
91	—	10	10	15	0
12	20	—	—	24	-55
52	17	—	—	26	-55
62	19	19	—	26	-35
72	20	—	—	25	-65
82	16	22	—	26	-50
92	23	—	—	26	-60

TABLEAU IX
Résultats des essais de résilience (suite)

Coulée 4 A repères	Résilience kgm/cm ²				T° 50% cristallin (°C)
	-40°C	-20°C	0°C	+20°C	
13	21	28	—	26	-75
53	20	20	—	28	-55
63	21	19	—	27	-50
73	20	—	—	26	-60
83	22	—	—	28	-65
93	21	—	—	28	-65
14	9	16	17	19	-30
54	5	8	14	17	0
64	6	8	13	16	0
74	10	14	15	21	-25
84	10	16	15	19	-30
94	9	16	18	23	-30
Coulée 8 A					
51	22	—	—	20	-65
61	17	—	—	24	-55
71	15	18	—	22	-35
81	23	11	—	23	-60
91	—	6	6	12	+15
12	22	—	—	25	-60
52	22	—	—	25	-70
62	15	18	—	24	-40
72	14	18	—	26	-40
82	25	—	—	28	-75
92	21	—	—	26	-70
13	20	—	—	24	-55
53	19	—	—	25	-70
63	15	18	23	24	-35
73	11	17	26	25	-35
83	20	—	—	26	-65
93	19	—	—	25	-70
14	10	9	—	17	-30
54	12	16	21	20	-45
64	5	11	12	17	0
74	6	11	13	16	-25
84	14	16	—	21	-50
94	12	17	—	19	-40

2.3 — Discussion

D'une manière générale, et malgré la dispersion de certains résultats, on doit constater que l'historique des conditions de laminage influence les propriétés mécaniques et les structures après la normalisation. Ceci est visible sur les différents diagrammes reproduits aux figures 3 à 7.

Si cette influence ne peut pas être clairement définie dans le cadre de ces essais, on remarque, par contre, l'effet bénéfique de la présence de béryllium dans les coulées 4 A et 8 A. En effet, quel que soit le mode de représentation, les propriétés de la coulée 8 A sont supérieures à celles de la coulée 4 A; encore que l'effet sur la température de transition 50 % cristallin (fig. 3, 4 et 7) soit plus marqué que celui sur la limite élastique (fig. 5 et 6).

On constate par ailleurs que la température 50 % cristallin varie assez peu en fonction de la température de laminage (fig. 3). L'évolution de cette température de transition est plus régulière si on la représente en fonction des dimensions du grain ferritique. Il n'en demeure pas moins qu'elle paraît trop élevée pour des aciers calmés à l'aluminium (1 A - 1 B).

D'autre part, la relation entre la taille du grain ferritique et la limite élastique, telle que définie par la loi de Petch (voir annexe II), n'est pas clairement établie (fig. 5), même si l'on fait abstraction des échantillons présentant une structure de Widmanstätten. En ce qui concerne les coulées sans béryllium (1 A et 1 B), une correction de la valeur de la limite élastique, tenant compte de la différence de composition entre ces deux coulées permet de réduire quelque peu la dispersion (fig. 6). Il est vraisemblable qu'un facteur autre que la taille du grain ferritique exerce une action sur la limite élastique.

La figure 7 où les aciers sont classés en fonction de leur limite élastique et de leur température de transition, résume enfin les résultats obtenus dans cette partie de l'étude. On remarque encore l'influence marquée de la présence de béryllium.

2.4 — Conclusions

Au vu de l'ensemble des résultats, on constate que les caractéristiques de traction sont un peu faibles pour justifier la nuance Fe 52 ($E = 36 \text{ kg/mm}^2$, $R = 52 \text{ kg/mm}^2$); seul l'allongement est toujours très bon et atteint couramment 28 %. Il faut donc convenir — et ceci a été développé dans la première partie — que le béryllium n'a pas agi comme durcisseur par dispersion de précipités de nitrure Be_3N_2 comme on s'y attendait. En effet, il n'est pas possible de discerner, en ce qui concerne le niveau de la limite élastique, une différence significative d'une part entre la nuance 1 et les nuances 4 et 8 d'autre part.

Par contre, il en va tout autrement des propriétés de résilience. Si la température de transition (rupture à 50 % de cristallinité) est comprise régulièrement entre 0 et -20°C dans les échantillons de la nuance 1 (aluminium), elle est systématiquement abaissée de 20 à 60°C pour les deux autres nuances qui contiennent du béryllium. Il va de soi que l'ampleur de cette amélioration varie selon la séquence des traitements thermiques et mécaniques subis par les différents échantillons.

L'examen de la microstructure en métallographie électronique par transmission, à des grossissements supérieurs à 25 000: 1, confirme ce que les résultats des essais de traction laissaient prévoir. La précipitation de composés de béryllium, en l'occurrence le nitrure Be_3N_2 , est rare et le plus souvent grossière (0,3-0,5 μ); elle ne peut justifier un quelconque durcissement par rapport à une nuance Fe 52 classique. Cette constatation nous laisse cependant désarmés lorsqu'il s'agit d'expliquer l'amélioration des propriétés de résilience.

Repères des états de traitement

Températures de réchauffage °C		Températures de laminage °C		
950	950	●
1150	950	■
		1150	□
1350	950	▲
		1350	△

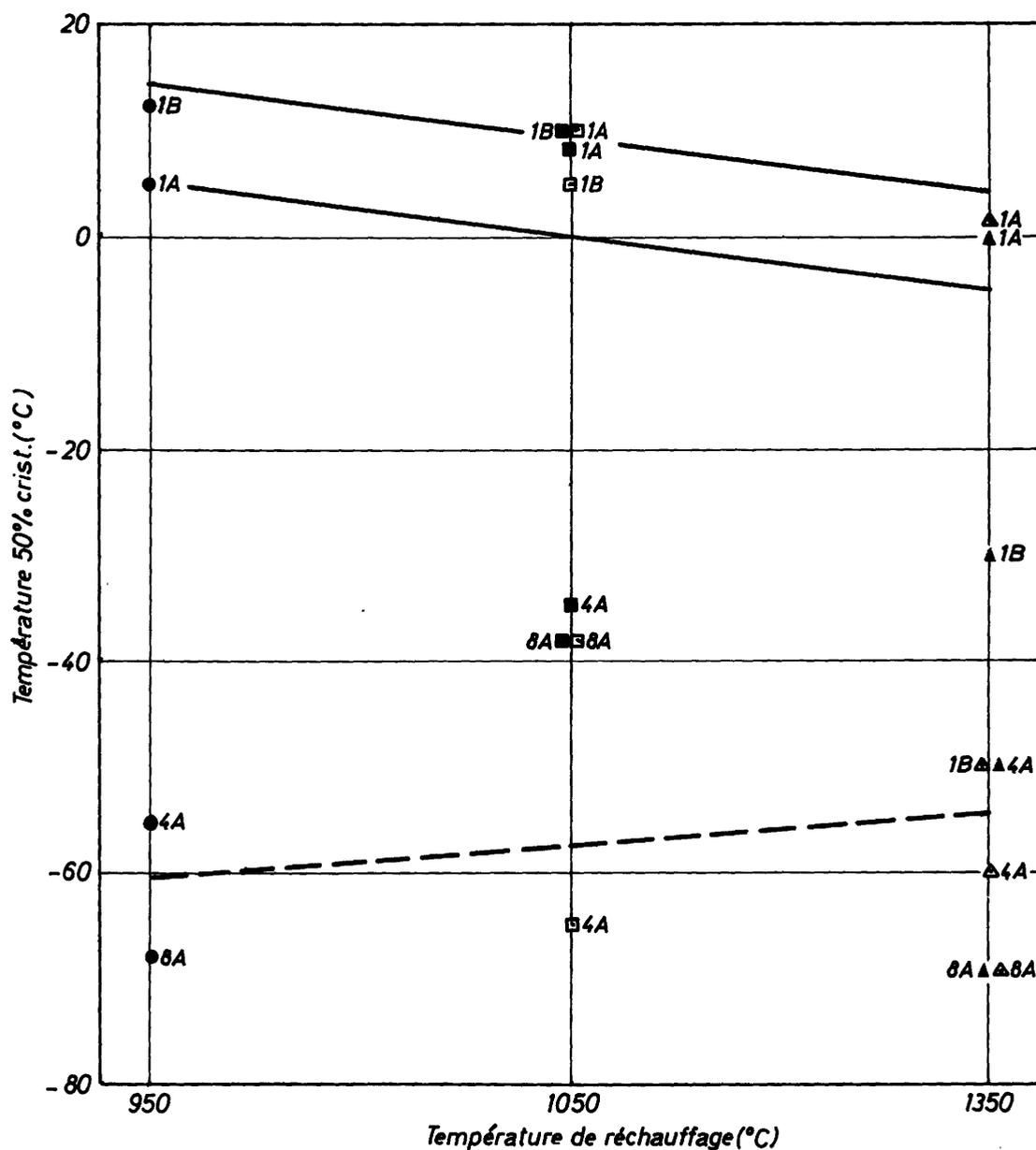


Fig. 3 — Variation de la température de transition 50% cristallin en fonction des conditions de laminage et après normalisation (950°C - 1/2 h).

Repères des états de traitement

Températures de réchauffage °C		Températures de laminage °C		
950	950	●
1150	950	■
		1150	□
1350	950	▲
		1350	△
Structure de Widmanstätten			(W)

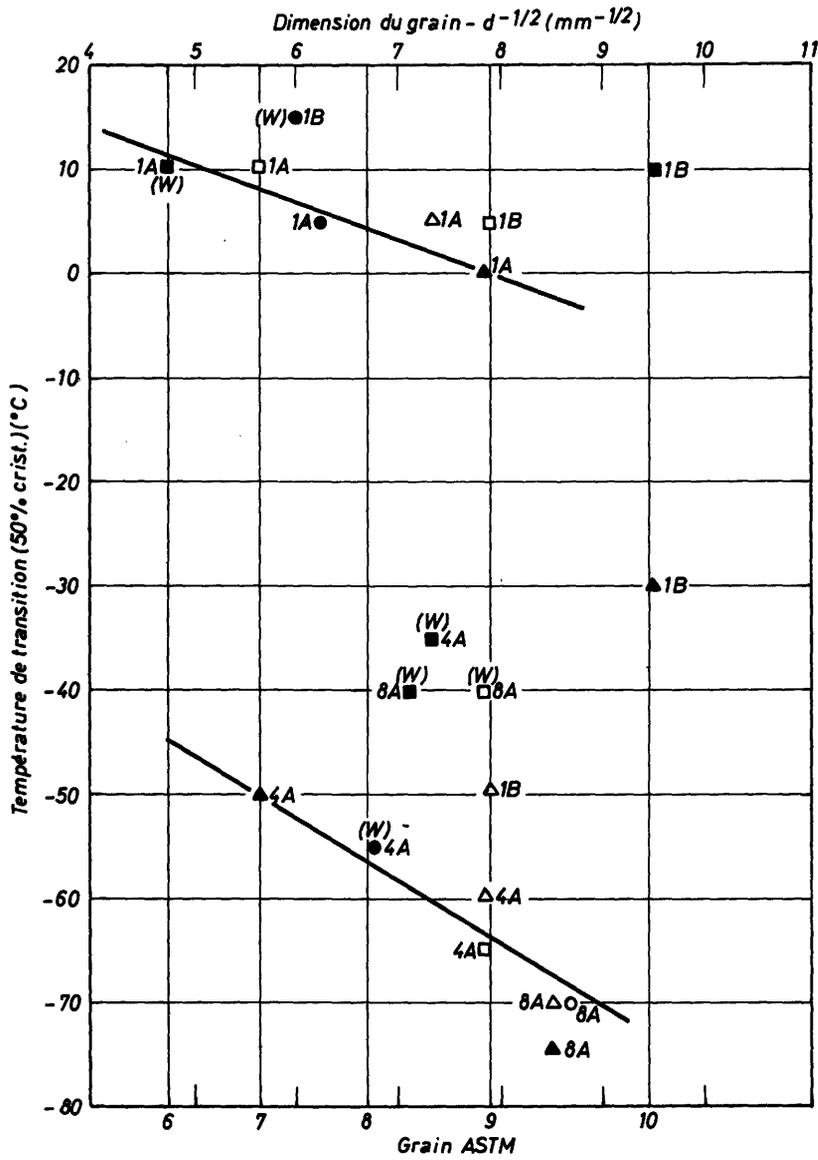


Fig. 4 — Variation de la température de transition 50 % cristallin en fonction des conditions de laminage et après normalisation (950 °C - 1/2 h).

Repères des états de traitement

Températures de réchauffage °C		Températures de laminage °C		
950	950	●
1150	950	■
		1150	□
1350	950	▲
		1350	△
Structure de Widmanstätten			(W)

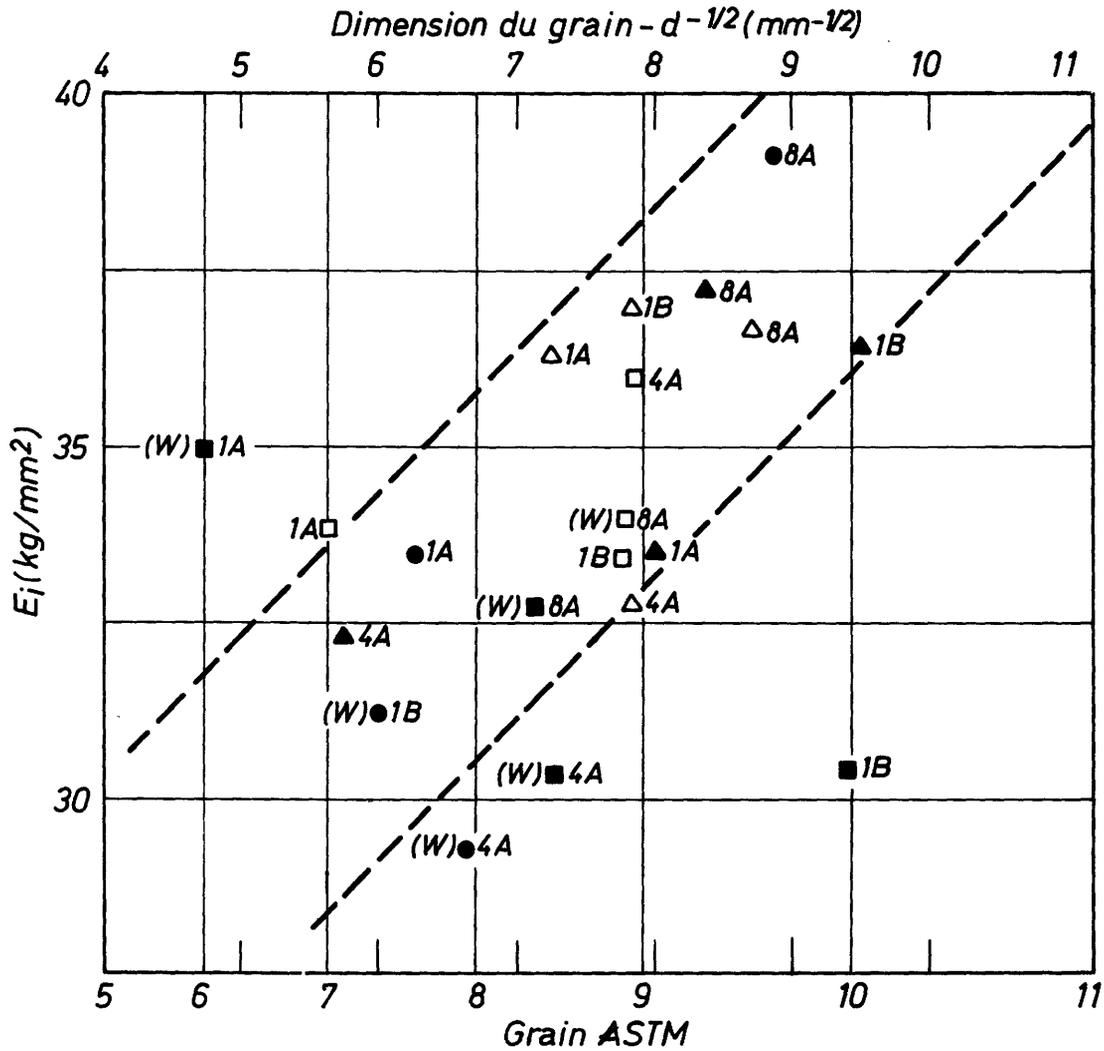


Fig. 5 — Variation de la limite élastique en fonction des conditions de laminage et après normalisation (950°C - 1/2 h).

Repères des états de traitement

Températures de réchauffage °C		Températures de laminage °C		
950	950	●
1150	950	■
		1150	□
1350	950	▲
		1350	△
Structure de Widmanstätten			(W)

Corrections tenant compte des différences de composition

$\Delta(1A-1B)$	$10^{-3}\%$	kg/mm ²
ΔC	+20	+0,55
ΔMn	+115	+0,40
ΔSi	+73	+0,60
		+1,55

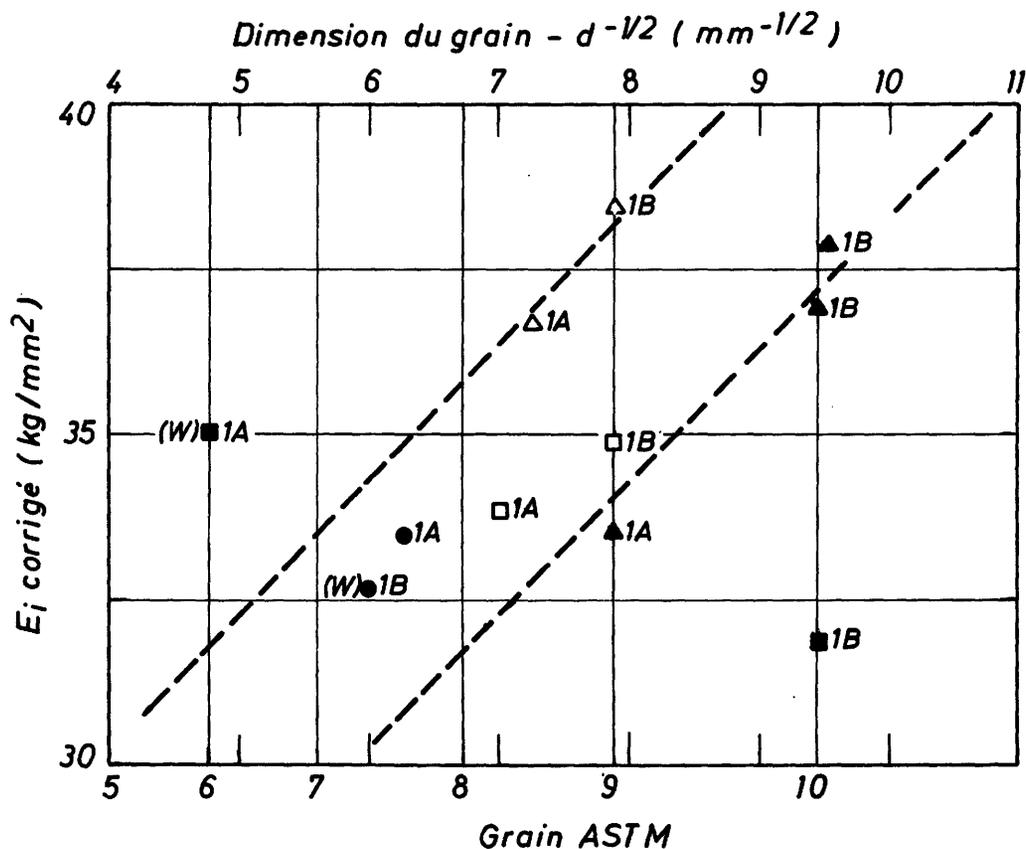


Fig. 6 — Variation de la limite élastique (corrigée) en fonction des conditions de laminage et après normalisation (950°C - 1/2 h).

Repères des états de traitement

Températures de réchauffage °C		Températures de laminage °C		
950	950	●
1150	950	■
		1150	□
1350	950	▲
		1350	△

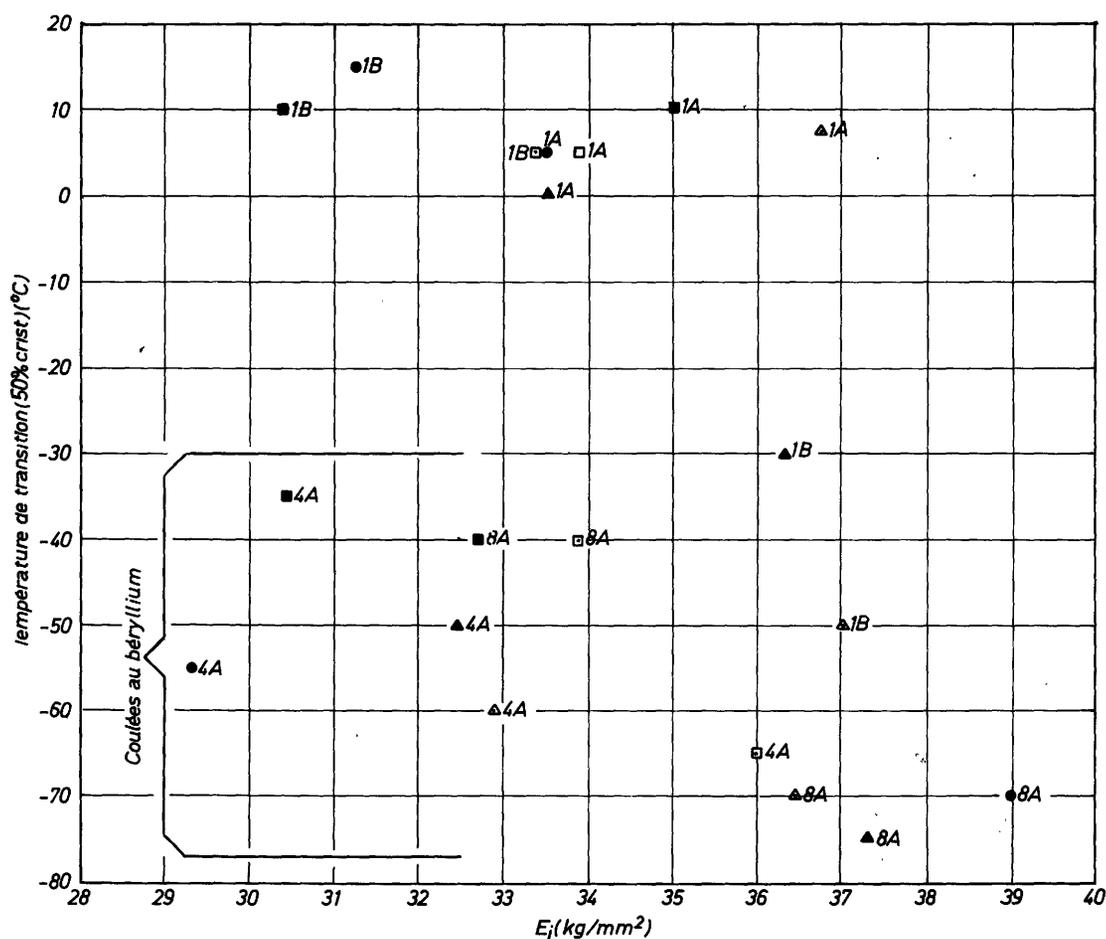
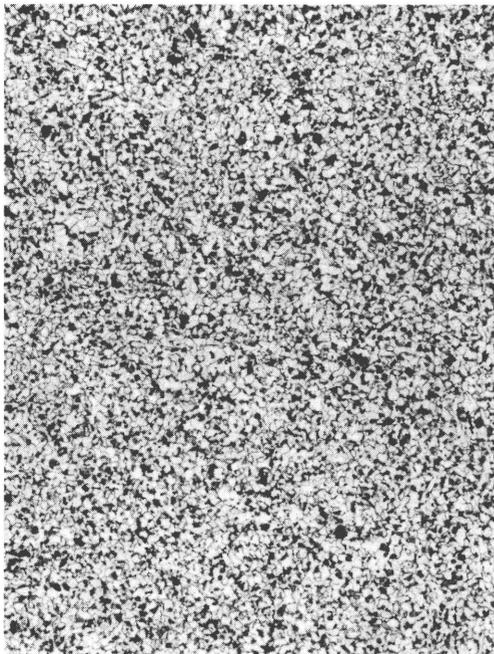
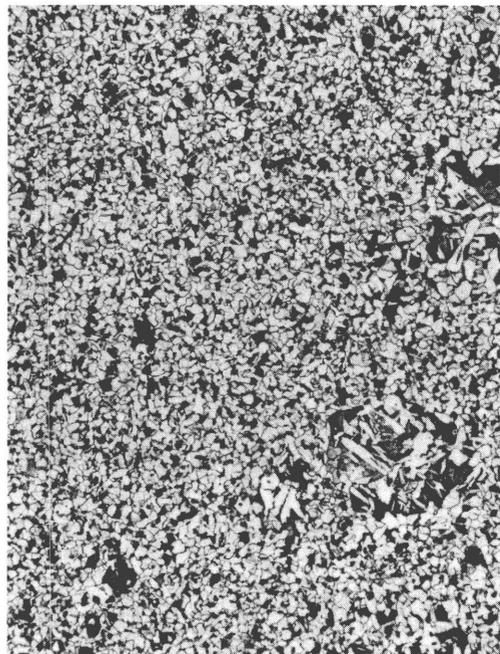


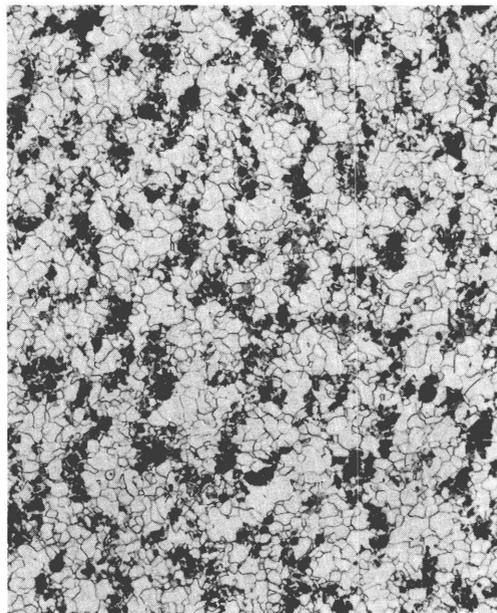
Fig. 7 — Classement des aciers en fonction de leur température 50 % cristallin et de leur limite élastique à l'état normalisé. — Influence des conditions de laminage.



12. - Norm. 30 mn - 950 °C - Refr. air 100:1



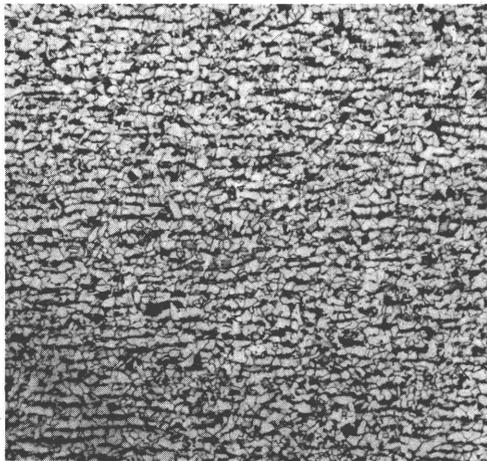
13. - Idem + revenu 600 °C - 60 mn 100:1



14. - Idem + refr. four 100:1

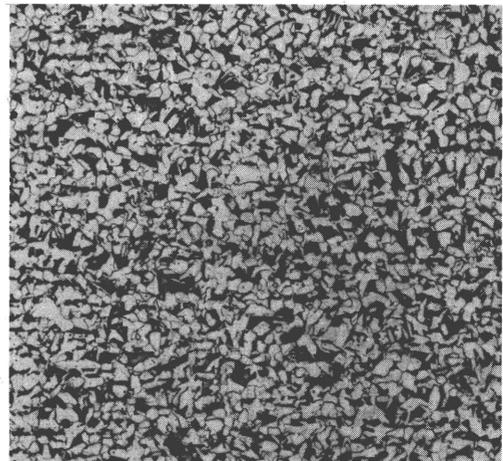
PLANCHE III

COULÉE 8A - SANS CORROYAGE



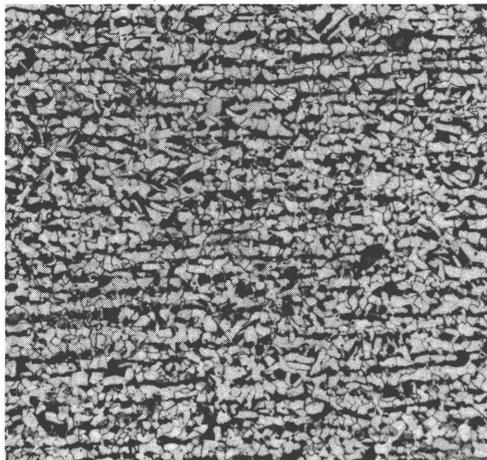
51. - 950/950

100:1



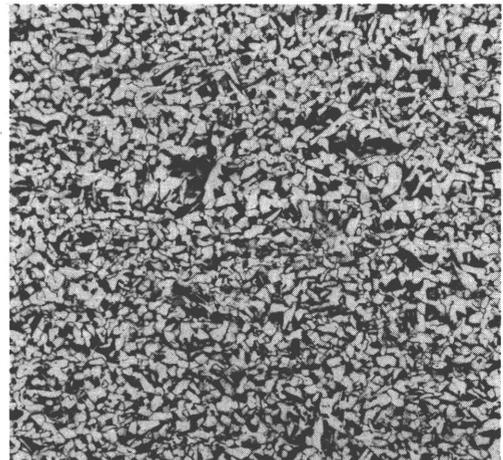
71. - 1150/1150

100:1



61. - 1150/950

100:1



81. - 1350/950

100:1

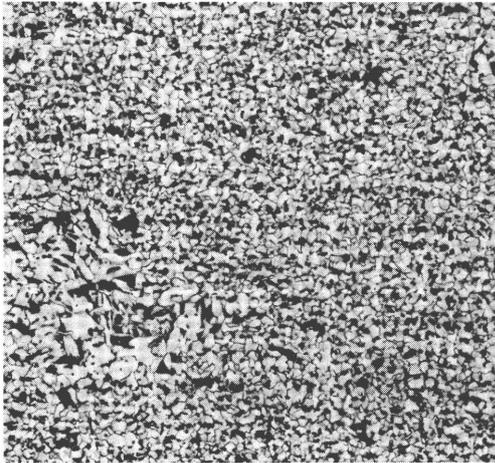


91. - 1350/1350

100:1

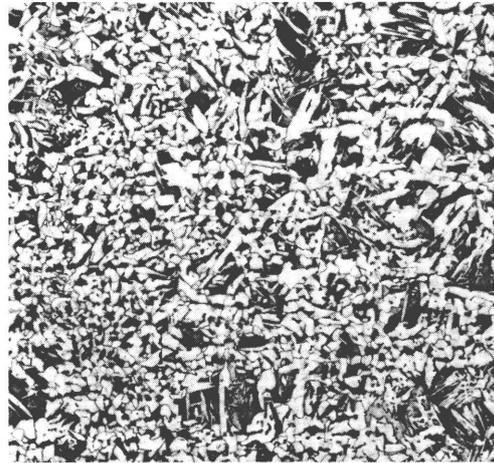
PLANCHE IV

COULÉE 8A - BRUT DE LAMINAGE



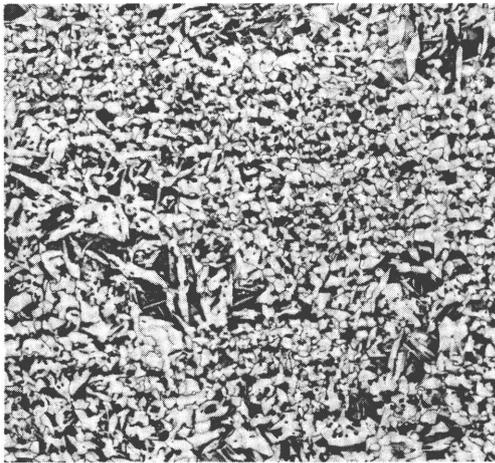
52. - 950/950

100:1



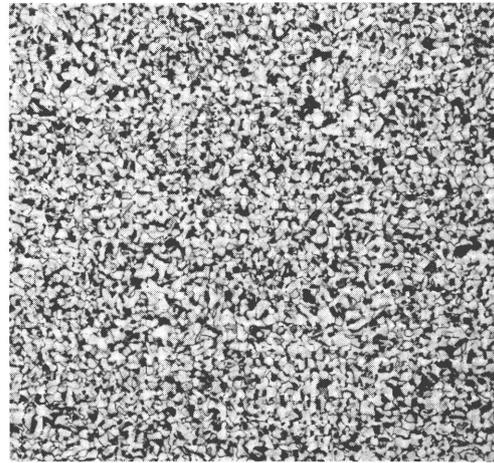
72. - 1150/1150

100:1



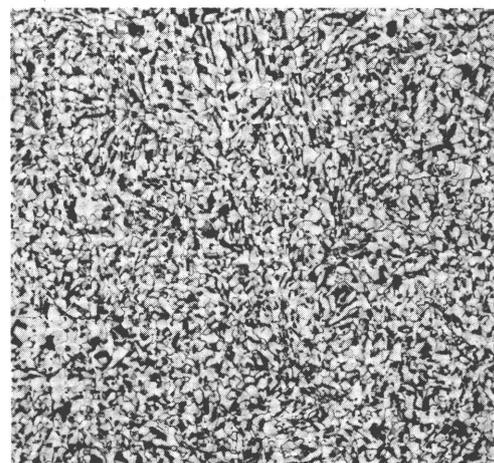
62. - 1150/950

100:1



82. - 1350/950

100:1



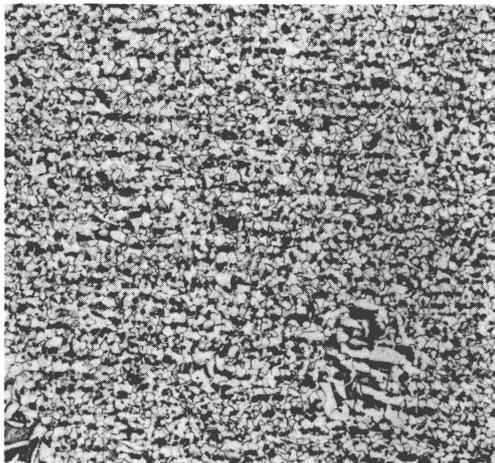
92. - 1350/1350

100:1

PLANCHE V

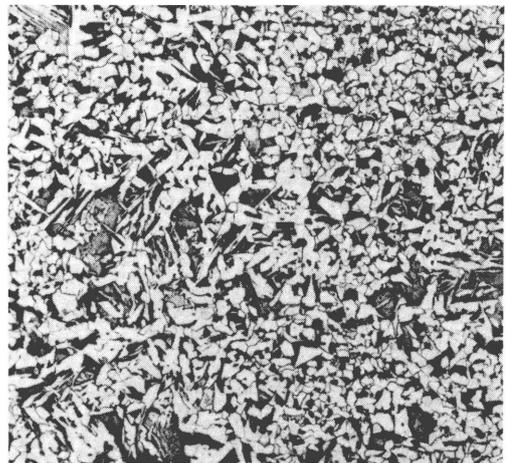
COULÉE 8A - NORM. 30 mn

950 °C - REFR. AIR



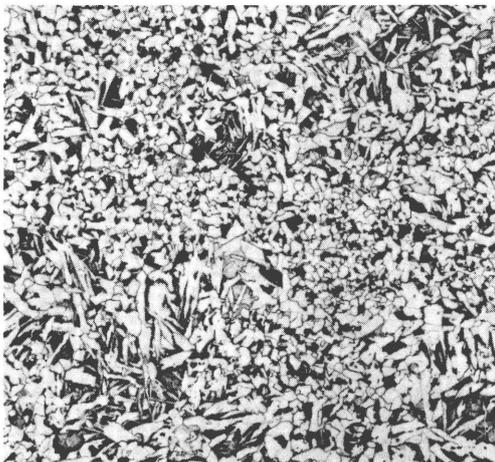
53. - 950/950

100:1



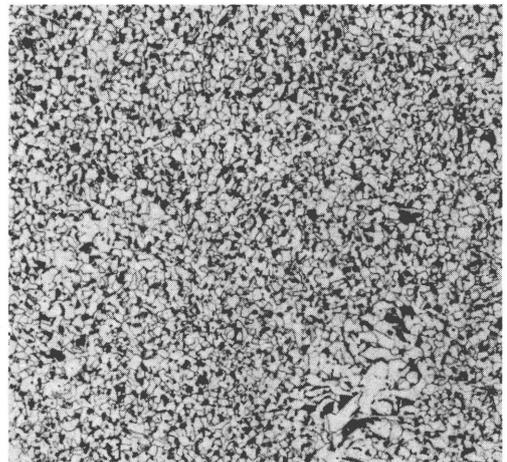
73. - 1150/1150

100:1



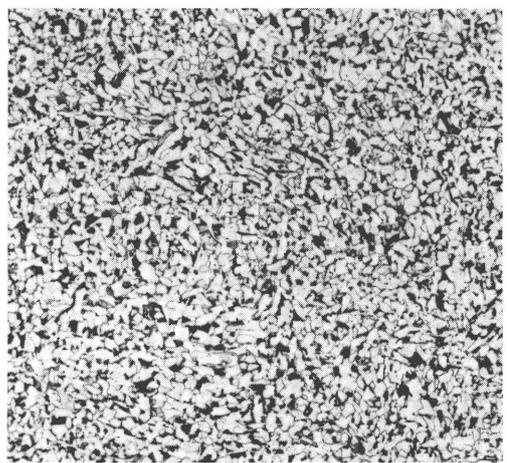
63. - 1150/950

100:1



83. - 1350/950

100:1



93. - 1350/1350

100:1

PLANCHE VI

COULÉE 8A - NORM. 30mn

950 °C - REFR. AIR

+ REVENU 600 °C - 60mn

Analyse chimique ($10^{-3}\%$)

C	Mn	Si	N ₂ tot	Al tot	Be
160	1080	276	10,2	20	-

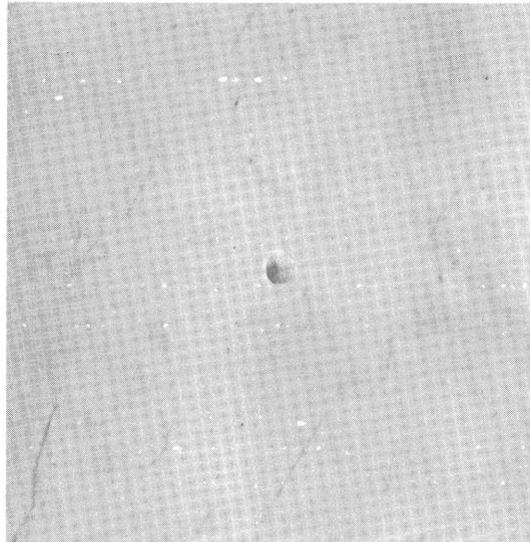


Fig. 1

37 500:1



Fig. 2

37 500:1

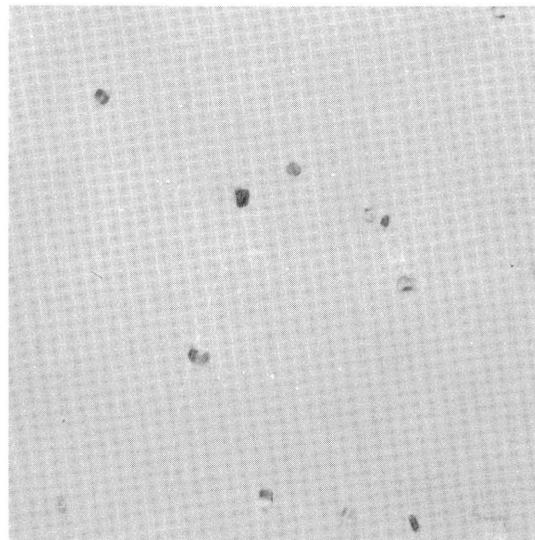


Fig. 3

37 500:1

PLANCHE VII

Fig. 1 : RÉCHAUFFAGE 950 °C – LAMINAGE 950 °C – NORMALISATION 950 °C – 30 mn

Fig. 2 et 3 : RÉCHAUFFAGE 1350 °C – LAMINAGE 950 °C – NORMALISATION 950 °C – 30 mn

Analyse chimique ($10^{-3}\%$)

C	Mn	Si	N ₂ tot	Al tot	Be
183	1136	370	11,9	27	8



Fig. 1

30 000:1

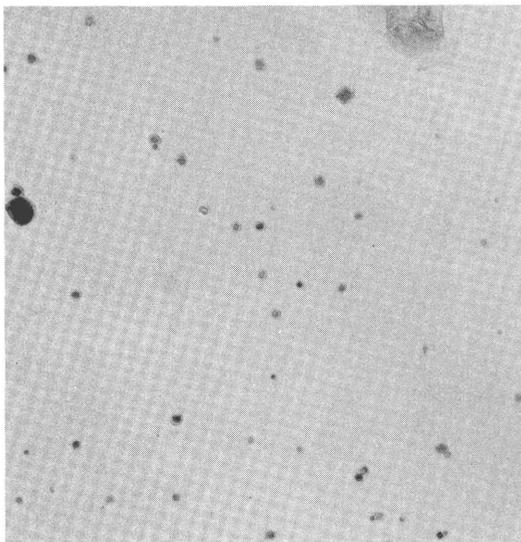


Fig. 2 - Réplique d'extraction

30 000:1

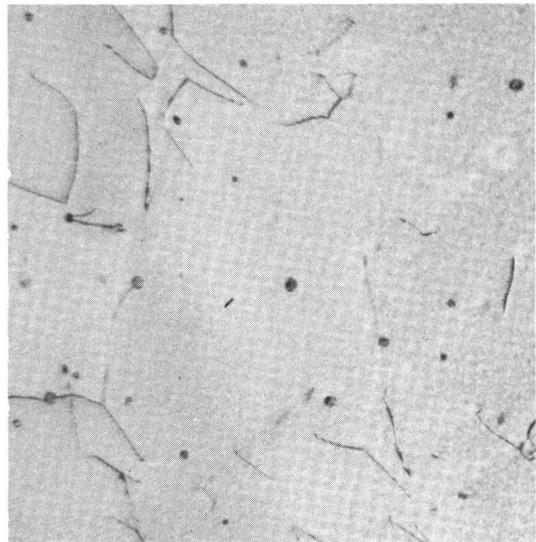


Fig. 3

30 000:1

PLANCHE VIII - COULÉE 4A

Fig. 1 : RÉCHAUFFAGE 950 °C - LAMINAGE 950 °C - NORMALISATION 950 °C - 30 mn

Fig. 2 et 3 : RÉCHAUFFAGE 1350 °C - LAMINAGE 950 °C - NORMALISATION 950 °C - 30 mn

Analyse chimique ($10^{-3}\%$)

C	Mn	Si	N ₂ tot	Al tot	Be
188	1190	339	11,6	44	23

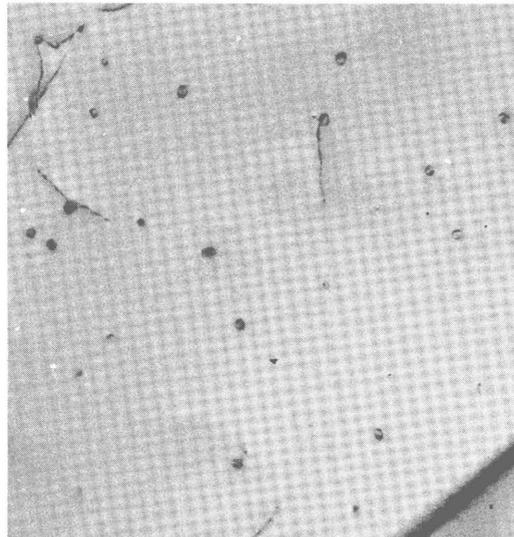


Fig. 1

30 000:1

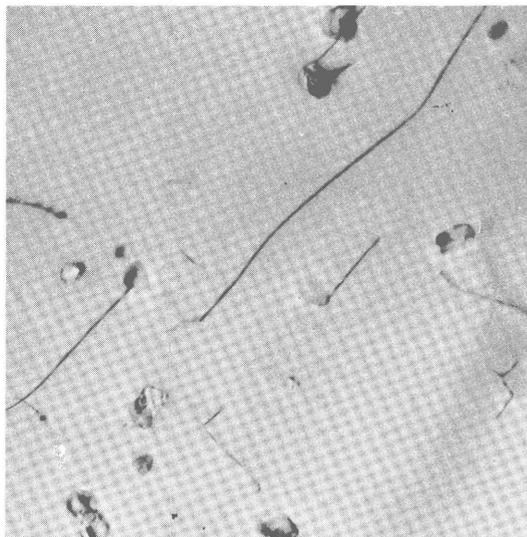


Fig. 2

30 000:1

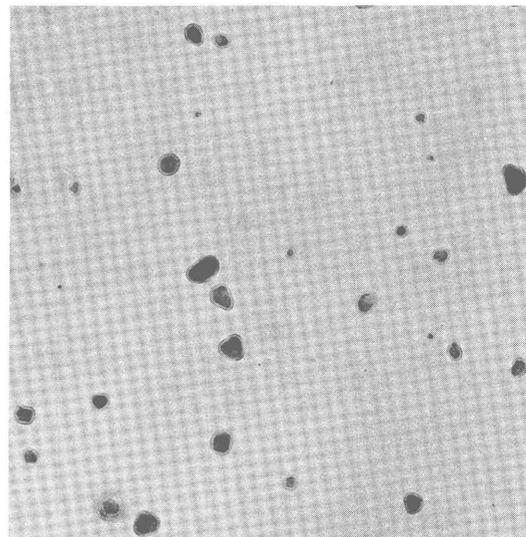


Fig. 3 - Réplique d'extraction

30 000:1

PLANCHE IX - COULÉE 8A

Fig. 1 : RÉCHAUFFAGE 950 °C - LAMINAGE 950 °C - NORMALISATION 950 °C - 30 mn

Fig. 2 et 3 : RÉCHAUFFAGE 1350 °C - LAMINAGE 950 °C - NORMALISATION 950 °C - 30 mn

Analyse chimique ($10^{-3}\%$)

C	Mn	Si	N ₂ tot	Al tot	Be
13	(1250)	(300)	20	22	16

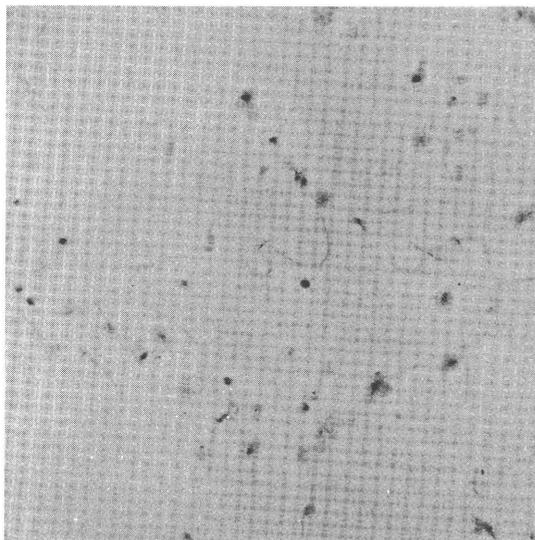


Fig. 1 - Champ clair

35 000:1



Fig. 2

35 000:1

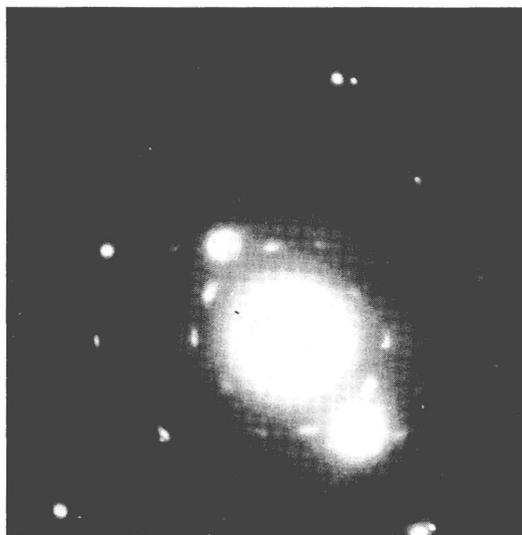


Fig. 3 - Diffraction

35 000:1

PLANCHE X

ALLIAGE 29 - 700 °C/30 mn

ANNEXE I

Caractéristiques du laminage (Exemple de la coulée 1 A)

N°	Chauffage		Réchauffage		Après passes T°C écarts	Passes nombre	Dernière passe			Taux (moyenne) A - B
	T °C (four)	temps (mn)	T °C (four)	temps (mn)			mm	% réduction (moyennes)	T °C	
51	980	30	1000	2-4	930-960	8	3	23,5	940	69 - 3
61	1200	30	980	3	910-960	8	3	23,5	910	69 - 3
71	1150	30	1200	2-3	1120-1160	8	3	23,5	1130	69 - 3
81	1420	30	980	5	955-960	9	3	23,5	960	69 - 3
91	1350	30	1420	3	> 1300	7	3	23,5	> 1300	69 - 3
52	980	30	980	3-5	950-970	8	3	23,5	950	69 - 3
62	1150	30	980	3	930-970	8	3	23,5	950	69 - 3
72	1150	30	1180	3	1100-1180	8	3	23,5	1160	69 - 3
82	1350	30	980	3-5	940-955	8	3	23,5	955	69 - 3
92	1350	30	1420	3	> 1300	8	3	23,5	> 1300	69 - 3
53	950	30	980	3-5	940-960	8	3	23,5	940	69 - 3
63	1150	30	980	3	920-975	8	3	23,5	945	69 - 3
73	1150	30	1180	3	1120-1150	8	3	23,5	1120	69 - 3
83	1350	30	980	3-5	935-960	8	3	23,5	960	69 - 3
93	1350	30	1420	3	> 1300	8	3	23,5	> 1300	69 - 3
54	950	30	980	3-5	930-960	8	3	23,5	935	69 - 3
64	1150	30	980	3	910-960	8	3	23,5	930	69 - 3
74	1150	30	1180	3	1120-1175	8	3	23,5	1120	69 - 3
84	1350	30	980	3-5	915-950	8	3	23,5	945	69 - 3
94	1350	30	1420	3	> 1300	8	3	23,5	> 1300	69 - 3

ANNEXE II

Exploitation de la loi de Petch dans le cas d'aciers à dispersoïdes normalisés

La loi de Petch complétée s'écrit :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sum k_i(C_i) + k_y d^{-1/2} + k'_y l^{-1/2}$$

où

- σ_y = limite élastique inférieure;
- σ_0 = tension nécessaire pour déplacer des dislocations dans un grain de fer α de diamètre infini;
- k_i = coefficient de durcissement de solution des éléments d'alliage;
- (C_i) = concentration pondérale des éléments d'alliage en solution;
- k_y = coefficient en relation avec l'effort nécessaire pour créer ou libérer des dislocations;
- d = diamètre du grain ferritique;
- k'_y = coefficient de durcissement par précipitation de particules finement dispersées;
- l = écartement moyen entre particules.

Les valeurs les plus couramment utilisées sont :

- k_y = 2 kg/mm^{3/2}
- k'_y = 0,12 kg/mm^{3/2}
- k_i perlite = 0,226
- k_i Mn = 3,6
- k_i Si = 8,6
- k_i Be = 72
- k_i C, N = 570.

ANNEXE III

1. *Détails d'élaboration*

Fusion à l'air

Additions :

Ferro-silicium (75 % Si)

Ferro-manganèse (85 % Mn)

Manganèse électro (6 % N₂)

Fonte synthétique (Fe - C 4%)

Aluminium en fil

Ferro-béryllium

Forgeage en rond Ø 90 mm (électrode)

Fusion au four à électrode consommable

Atmosphère : argon (80 torr) (coulée 1)

ou azote (100 torr) (coulées 4 et 8)

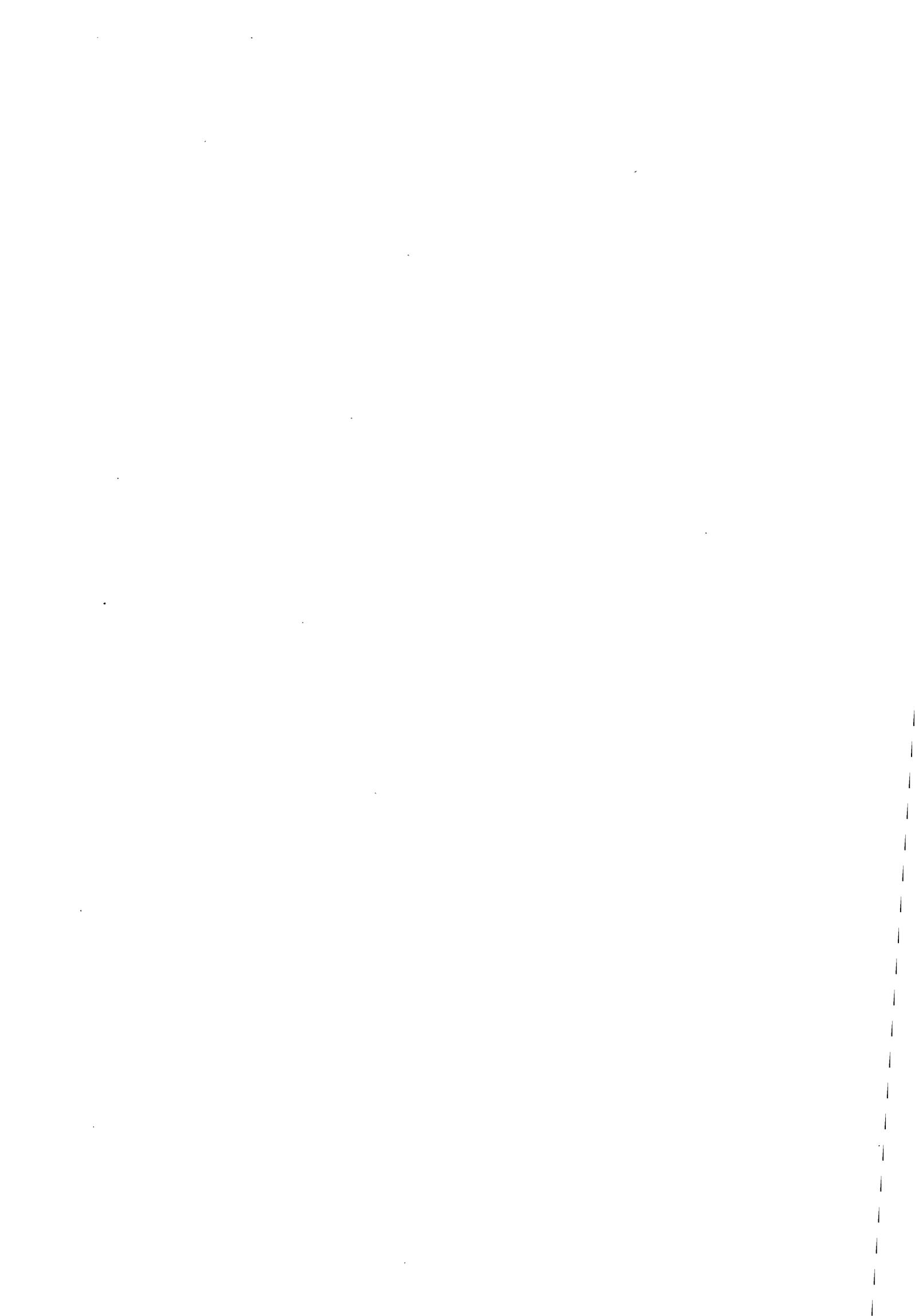
Coulée sous argon ou sous azote

Lingot : Ø 150 mm, environ 30 kg.

2. *Détails de forgeage*

Les 4 lingots de 50 kg environ ont été forgés dans les conditions suivantes :

- température du four : 1100 °C;
- temps de réchauffage : environ 45 mn;
- température début forgeage : environ 1050 °C;
- temps de forgeage : entre 10 et 14 mn;
 - ébauchage : 2 mn,
 - découpage en 3 parties : 1 mn,
 - réchauffage des 3 parties : 5 mn environ,
 - forgeage successif des 3 parties : 2 mn respectivement;
- température fin forgeage : 900 à 925 °C;
- dimensions de forgeage : 60 × 32 mm.



ÉTUDE DE L'INFLUENCE DU NIOBIUM

Centro Sperimentale Metallurgico – Rome

INTRODUCTION

La recherche en objet tire son origine d'un projet préliminaire présenté par la Société SFAC à la Communauté Européenne du Charbon et de l'Acier, ayant comme but l'étude des variations des propriétés mécaniques et de structure introduites par des traitements thermiques convenables dans un acier soudable à limite élastique élevée.

Les modifications successives d'origine, concernant soit le type d'acier soit les modalités de déroulement de la recherche, conduisirent à la rédaction du programme définitif avec la participation financière de la CECA, et basé sur la collaboration de quatre instituts : Laboratoires C.L., C.R.M., M.P.I., C.S.M.

Le but fondamental de la recherche consistait à acquérir une meilleure connaissance des modes d'actions du phénomène de durcissement par précipitation dans le but de déterminer les traitements thermiques permettant l'obtention des caractéristiques mécaniques optimales (de résistance et de ténacité) dans un acier caractérisé par 0,20% de carbone, 0,40% de silicium, 1,20% de manganèse et des additions contrôlées d'éléments susceptibles de donner naissance à des précipitations de phases dispersées durcissantes.

Le règlement des modalités d'exécution du programme entre les quatre instituts prévoyait que chacun d'eux approfondisse l'étude de l'un des éléments suivants : aluminium, béryllium, titane et niobium, attribués respectivement aux laboratoires de C.L., du C.R.M., du M.P.I. et du C.S.M., après exécution d'une première phase des travaux commune à tous les laboratoires, concernant les caractéristiques des propriétés mécaniques et de la structure du métal de base.

Cette première phase devait servir, outre la fixation d'un état de référence, à comparer et à décider de la valeur des critères de recherche des techniques utilisées.

Dans la seconde phase, chaque institut devait déterminer les caractéristiques de la précipitation de l'élément qui lui avait été attribué (compositions, morphologie, cinétique de précipitation) et son influence sur les propriétés mécaniques.

1 — ÉTAT DE LA QUESTION

Comme on l'a mentionné, l'étude de l'influence de la précipitation du niobium sur les propriétés mécaniques de l'acier de référence incombait au C.S.M. qui devait déterminer les traitements thermiques conduisant au meilleur compromis entre l'amélioration des valeurs de résistance et la variation de la ténacité.

Dans ce cas, le choix du niobium parmi les éléments d'alliage était, si l'on peut dire, quasi évident, étant donné que depuis plusieurs années on savait que l'addition de petites quantités de niobium aux aciers calmés permettait d'en élever soit la limite élastique, soit la charge de rupture. On trouve trace de cet effet dans la littérature des brevets déjà en 1939, mais la production commerciale de ces aciers ne commença qu'en 1958.

Au même moment commencèrent à apparaître également les premiers travaux de recherche pour caractériser ces matériaux et comprendre quel rôle joue le niobium dans l'amélioration de leurs propriétés [2-6]. On peut ainsi résumer les résultats les plus intéressants concernant

exclusivement les aciers calmés avec des teneurs à peu près égales à 0,2% C à l'état brut de laminage ou normalisés :

- a) à l'état brut de laminage le niobium détermine une augmentation de la limite élastique égale à 7-11 kg/mm² et de la charge de rupture égale à 6-9 kg/mm²;
- b) la température de transition ductile-fragile de tôles de fortes épaisseurs, laminées avec des températures de fin de laminage élevées, subit une élévation remarquable par rapport à la température de transition du métal de référence ;
- c) quant au contraire on abaisse la température de fin de laminage au voisinage de 850°C en réduisant en même temps l'épaisseur finale, on constate une diminution de la température de transition, même si elle est encore supérieure à celle du métal sans niobium;
- d) un traitement de normalisation produit une diminution des valeurs de la limite élastique et de la charge de rupture mais la ductilité reste excellente.

Ces premières données, d'un intérêt pratique remarquable, étaient pourtant à ce moment imprécises en ce qui concerne les compositions optimales (outre le niobium, on discutait également des teneurs les meilleures en manganèse et carbone) et les conditions d'exécution des traitements thermomécaniques. En outre, on ne disait rien des mécanismes d'action par lesquels le niobium détermine des variations importantes des propriétés mécaniques

Leslie proposa en 1962 [7], sur la base d'observations au microscope électronique, que l'affinage du grain ferritique et la précipitation fine des carbures de niobium constituent les principaux modes d'actions de cet élément. Morrison et Woodhead [8] confirmèrent en substance cette interprétation constatant que l'on peut trouver un durcissement appréciable dû au niobium, même indépendamment de l'effet des dimensions du grain. En particulier, les résultats sur la limite élastique, rapportés aux dimensions du grain par l'équation de Petch [9], indiquent que l'effet durcissant du niobium est associé à une augmentation de la force de frottement qui s'oppose aux mouvements des dislocations libres durant la déformation.

Même en modifiant l'équation de Petch suivant les indications de Pickering et Gladman [10] pour tenir compte de l'influence sur la limite élastique des divers éléments présents en solution solide, on constatait une déviation de la courbe expérimentale par rapport à la relation de linéarité prévue par l'équation de Petch entre les valeurs de la limite élastique et l'inverse de la racine carrée du diamètre des grains ferritiques [11]. Cela indique clairement que l'influence du niobium s'explique par le durcissement des grains ferritiques suite à la précipitation des particules finement dispersées [12]. Toutefois, il faut noter que le durcissement de précipitation est d'autant plus marqué que la dimension du grain ferritique est plus grande. L'étude des caractéristiques de la précipitation des composés du niobium est par conséquent d'un grand intérêt et plus précisément l'intervalle de température où elle a lieu, les sites de nucléation, son état de dépendance avec les diverses quantités des éléments d'alliages qui sont normalement présents dans les aciers, la structure et la composition des précipités. En outre, étant donné que les propriétés mécaniques sont très sensibles aux variations des processus de fabrication et aux conditions de laminage et de traitement thermique, il est indispensable de connaître comment elles dépendent de ces paramètres, de la dimension, de la cohérence et de la répartition des précipités.

En ce qui concerne leur composition, divers auteurs [13-15] ont pu démontrer qu'il s'agit de carbures ou de carbonitrides de niobium ayant une structure du type NaCl, cubique à face centrée avec paramètre réticulaire variable entre 4,42 et 4,47 Å. L'incertitude de ces données dépend en partie des erreurs de mesure se rapportant aux techniques utilisées et en sus au fait que le carbure et le nitrure de niobium, outre le fait de posséder une structure avec un paramètre réticulaire presque identique ($a = 4,47$ et $4,38$ Å respectivement), présentent aussi une miscibilité complète l'un avec l'autre avec formation d'un composé ternaire NbC_xN_{1-x} dont le paramètre réticulaire varie linéairement en fonction de la composition entre les deux extrêmes NbC et NbN [16-17]. Les valeurs élevées des chaleurs de formation (41,6-46,8 kcal/g. mol) [18-19] rendent

ces composés particulièrement stables. Par conséquent les traitements de mise en solution nécessaires pour que la précipitation ait lieu dans les intervalles de température et suivant les modalités désirées, exigent souvent des maintiens à températures très élevées. La mise en solution complète des précipités, qui dépend évidemment des teneurs en niobium, carbone et azote, atteint souvent des températures voisines ou supérieures à 1300 °C [14]. A des températures inférieures comprises dans l'intervalle austénitique, et dans des conditions d'équilibre, une partie du niobium est dissoute dans la matrice et l'autre se trouve dans les précipités dont les dimensions, suivant la température, peuvent atteindre des centaines ou des milliers d'Angstroms. Ces précipités sont en général trop grossiers pour introduire un durcissement dans le métal, mais en fonction de leurs dimensions et de leur densité, on peut agir efficacement sur le contrôle des dimensions des grains austénitiques en bloquant la croissance. Par conséquent ils sont directement responsables de la structure fine que l'on retrouve par exemple dans les aciers au niobium normalisés [20-21]. Au contraire le niobium dissout peut être maintenu en solution avec un refroidissement rapide ou une trempe, et être précipité au cours du revenu. La précipitation fine qui se forme détermine un durcissement d'autant plus important que la quantité de niobium dissoute à température élevée est plus grande. En outre, à cause du polymorphisme des aciers considérés, il faut distinguer la précipitation qui a lieu dans l'austénite [13] et celle qui a lieu dans la ferrite. Cette dernière conduit en général à des valeurs de durcissement plus élevées. On observe quelquefois dans les aciers bruts de laminage ou dans ceux qui sont maintenus et refroidis lentement dans un intervalle critique de température, des lignes de précipités en files parallèles, correspondant aux mouvements de l'interface austénite-ferrite au cours de la transformation de phase [22] et dus à la solubilité moindre dans la ferrite par rapport à l'austénite, même à température égale, du carbonitride de niobium.

Par conséquent, au cours du refroidissement continu des aciers au niobium traités à température élevée, la précipitation peut avoir lieu en trois stades distincts :

1. Précipitation dans l'austénite de carbonitrides relativement grossiers. Ce mécanisme est particulièrement évident dans les aciers déformés à chaud au cours du refroidissement et produit un durcissement faible de la ferrite résultante [23].

2. Précipitation dans la ferrite pro-eutectoïde au cours de la transformation. Elle donne lieu aux alignements caractéristiques de particules. On n'a pas encore bien déterminé l'importance du durcissement de toute façon assez élevé correspondant à ce type particulier de précipitation.

3. Précipitation dans la ferrite à température inférieure à A_{r1} . Les précipités qui se forment à ces températures sont très petits et difficiles à voir même au microscope électronique; toutefois ils déterminent le durcissement le plus important justement à cause de leur très fine dispersion. En ce qui concerne les cinétiques de précipitation, les informations quantitatives disponibles sont peu nombreuses. Dans les aciers austénitiques, Barford [24] a pu déterminer par voie dilatométrique que le maximum de la précipitation se produit au voisinage de 825-790 °C. Au contraire, dans le cas des aciers ferritiques à basse teneur en carbone, Mandry [25], conformément aux résultats obtenus directement à partir d'extractions électrolytiques, et indirectement à partir des essais mécaniques, a trouvé deux pics de précipitation à 1100 °C. La précipitation dans la ferrite a été examinée par Mandry sur la base des résultats de dureté obtenus par Gray [13]. A partir de ces données, il résulterait que le maximum de la précipitation se trouve au voisinage de 700 °C, et qu'à des températures inférieures à 550 °C, le niobium peut rester en solution solide même après des maintiens prolongés. Toutefois il faut noter que ces indications ne sont pas appuyées par des observations micrographiques.

D'après ce qui précède on comprend pourquoi les propriétés mécaniques des aciers au niobium, influencées par les caractéristiques de la précipitation des carbonitrides, dépendent fortement de l'histoire thermique du métal. En outre, il faut séparer les deux principaux facteurs

qui déterminent la résistance de ces aciers, le durcissement par précipitation et le contrôle des dimensions du grain.

En effet, aussi bien une structure à grain fin qu'une répartition fine des précipités introduisent une augmentation considérable de la limite élastique et de la charge de rupture. Des estimations sur l'augmentation de la limite élastique par suite de la précipitation des carbonitrides de niobium donnent [26] : $\Delta E = 310 \text{ kg/mm}^2/\% \text{ Nb}$.

Au contraire lorsque l'on considère la ténacité la situation se complique. Alors qu'une structure à grain fin s'accompagne toujours d'une bonne ductilité, malgré l'augmentation de la limite élastique, le durcissement provoqué par la précipitation s'associe toujours à une fragilisation du métal [27]. Par conséquent, la résistance à la rupture des aciers au niobium dépendra toujours de la combinaison de ces deux effets. En jugeant globalement des possibilités des aciers au niobium pour leur utilisation surtout en tant qu'aciers de construction, il faut toujours trouver une situation de compromis dans laquelle le durcissement par précipitation introduit par le niobium ne dégrade pas de manière excessive la ténacité de l'acier. La meilleure manière pour atteindre cet objectif consisterait dans la détermination d'un traitement thermique ou thermomécanique qui, garantissant une structure à grain contrôlé, permettrait aussi un durcissement ultérieur par précipitation. Quelques travaux expérimentaux effectués dans cette direction ont fourni des résultats sans aucun doute encourageants [28].

Le travail expérimental de cette recherche est par conséquent axé vers cet objectif. Les conditions de mise en solution et de contrôle du grain et la corrélation des caractéristiques de la précipitation et du durcissement qu'elle produit ont été étudiées ainsi que les variations des propriétés mécaniques.

2 — PHASE COMMUNE DE LA RECHERCHE

2.1 — Description des travaux

Le travail expérimental de cette première phase de la recherche, effectué conformément au programme commun approuvé par la CECA comprend : des traitements thermomécaniques effectués sur de petites coulées expérimentales obtenues à partir de la coulée mère, des caractéristiques mécaniques, des examens de structure dans les diverses conditions de traitement, suivant les modalités communes aux quatre laboratoires participant à la recherche.

A partir de la coulée mère, effectuée par la Société CAFL par le procédé ESR et ayant la composition de base suivante : 0,18 % C ; 0,48 % Si, 1,12 % Mn, 0,005 % N₂, 0,010 % Al, on a obtenu après refusion et addition des teneurs en niobium désirées, quatre coulées dont la composition est la suivante :

TABLEAU I
Résumé des coulées

Fusion	Coulée	Composition en poids %					
		C	Mn	Si	Al _{sol}	N ₂	Nb
1	R 2	0,17	1,24	0,38	0,015	0,011	—
5	R 5	0,19	1,12	0,30	0,040	0,020	—
3	R 7	0,19	1,27	0,30	0,018	0,0084	0,074
7	R 12	0,19	1,18	0,36	0,022	0,020	0,160

Les lingots furent forgés au pilon en barres de section carrée de 50 × 50 mm. La température de réchauffage fut comprise entre 1250 et 1300 °C avec des maintiens variant entre 40 et 70 mn. Le temps total de forgeage fut de 12 à 14 mn avec des températures finales de déformation de 905-870-890 et 860 °C, respectivement pour les coulées R2, R5, R7, R12. Les gros barreaux forgés furent contrôlés aux ultra-sons pour vérifier la répartition et les dimensions des défauts les plus grossiers après ce premier cycle de déformation. Ce contrôle était jugé nécessaire par la présence, dans les lingots de départ, de bulles profondes qui, partant du cœur, arrivaient à environ 2 cm de la peau. Les résultats furent jugés satisfaisants pour toutes les barres.

On procéda par conséquent au laminage des barres, jusqu'à obtention en 8 passes, d'une section de 50 × 10 mm. La température de réchauffage fut d'environ 1300 °C et la température en fin de laminage resta comprise dans l'intervalle de 875-855 °C.

Après forgeage et laminage à chaud, des éprouvettes provenant des quatre coulées, ayant la forme de petites plaques de 60 × 11 × 60 mm pour les éprouvettes de résilience et de barreaux de 11 × 11 × 120 mm pour les éprouvettes de traction, furent soumises aux traitements thermiques indiqués au tableau II.

TABLEAU II

Austénitisation	Début de laminage °C	Traitement thermique	Sigle CECA correspondant	Sigle CSM utilisé
1300	1285	Refroidissement à l'air	A	1
1300	1285	950 °C - 30 mn/air	D	2
1300	1285	950 °C - 30 mn/air	Q	3
1300	1285	+ 600 °C - 1 h 950 °C - 30 mn/four	K	4

Les résultats des essais de résilience, effectués aux trois températures -30, +20 et +70 °C sur éprouvettes soumises aux divers traitements thermiques, sont reportés aux tableaux III, IV, V et VI.

TABLEAU III

Energie de rupture sur des éprouvettes Charpy V en kgm

Fusion	Coulée	Température d'essai			
		- 30 °C	+ 20 °C	+ 70 °C	
Traitement thermique : brut de laminage	1	R 2	8,6	17,1	22,3
	5	R 5	1,1	8,3	15,5
	3	R 7	3,4	8,0	16,7
	7	R 12	1,3	7,5	15,5

TABLEAU IV

Energie de rupture sur des éprouvettes Charpy V en kgm

Traitement
thermique :
930 °C
30 mn/air

Fusion	Coulée	Température d'essai		
		- 30 °C	+ 20 °C	+ 70 °C
1	R 2	18	25	23
5	R 5	16,5	23,8	20,8
3	R 7	16,1	21	18
7	R 12	20,1	22	21

TABLEAU V

Energie de rupture sur des éprouvettes Charpy V en kgm

Traitement
thermique :
950 °C
30 mn/air
+ 600 °C
1 h/air

Fusion	Coulée	Température d'essai		
		- 30 °C	+ 20 °C	+ 70 °C
1	R 2	17	23,8	22
5	R 5	11,1	22,5	21
3	R 7	14,9	23	20,1
7	R 12	12,1	20,9	21,5

TABLEAU VI

Energie de rupture sur des éprouvettes Charpy V en kgm

Traitement
thermique :
950 °C
30 mn/four

Fusion	Coulée	Température d'essai		
		- 30 °C	+ 20 °C	+ 70 °C
1	R 2	12,7	19,8	20
5	R 5	9,1	19,5	18
3	R 7	11,8	20	18
7	R 12	8,5	19,6	17,8

A la figure 1 on a reporté les valeurs de la résilience en fonction de la teneur en niobium et des conditions de traitement thermique.

Les résultats des essais de traction (limite élastique, charge de rupture, allongement et striction) et des essais de dureté Vickers Hv 30 kg sont rassemblés, par traitement thermique, aux tableaux VII, VIII, IX, X.

Dans les courbes des figures 2-3 on a exprimé les valeurs des essais de traction en fonction du pourcentage de niobium.

Pour les quatre traitements, auxquels chacune des quatre coulées fut soumise, on a effectué un examen détaillé au microscope optique pour mettre en évidence les structures relatives aux divers traitements thermiques et pour déterminer les dimensions moyennes du grain ferritique. Aux planches I, II, III, IV on a reproduit les structures des quatre coulées et au tableau XI on trouve les valeurs des dimensions moyennes des grains exprimées en chiffre ASTM et en unité de $d-1/2$ (mm-1/2).

TABLEAU VII

Fusion	Coulée	E kg/mm ²		R kg/mm ²		Allongement A %	Striction Σ %	Dureté Hv 30 kg
		1	R 2	32,5 31,6	54 53,2	36,8 36	76 —	164
5	R 5	38,1 37,4	60,2 58,9	34 34,7	78,5 71	177		
3	R 7	45,4 45,7	67,2 67	29,5 29,3	70 68	211		
7	R 12	45,6 —	65,8 64,6	25,3 29,3	67 70	200		

Traitement
thermique :
brut de
laminage

TABLEAU VIII

Fusion	Coulée	E kg/mm ²		R kg/mm ²		Allongement A %	Striction Σ %	Dureté Hv 30 kg
		1	R 2	37,8 38,8	54,5 54	37,5 36,8	75 76	159
5	R 5	40,7 40,4	57,1 55,6	35,7 35,5	76,3 75	167		
3	R 7	43,8 42,8	58,5 57,7	35,8 35,3	75 77,4	173		
7	R 12	42,8 42,4	57,3 56,1	34,5 36,5	74 74	168		

Traitement
thermique :
950 °C
30 mn/air

TABLEAU IX

Fusion	Coulée	E kg/mm ²		R kg/mm ²		Allongement A %		Striction Σ %		Dureté Hv 30 kg
		1	2	1	2	1	2	1	2	
Traitement thermique : 950 °C 30 mn/air + 600 °C 1 h/air	R 2	35,9	35,8	52,5	52,5	38,5	39	76,2	76,2	153
		38,1	39,4	54,3	54,7	36,5	37	73	75	158
	R 7	41,8	41,5	56,9	56	35,3	37,3	75	74	170
		40,8	41,2	56,2	56,1	35,8	35,5	75	74	168

TABLEAU X

Fusion	Coulée	E kg/mm ²		R kg/mm ²		Allongement A %		Striction Σ %		Dureté Hv 30 kg
		1	2	1	2	1	2	1	2	
Traitement thermique: 950 °C 30 mn/four	R 2	33,4	33,2	50,1	50,2	38,5	38,5	74,4	70	147
		36,8	36,8	57,7	53,7	35	35	71	70	156
	R 7	38,4	38,8	55	54,5	36	37	73,3	71	162
		38,2	38,5	54,6	54	36,3	35,8	72,5	73	160

TABLEAU XI

Dimensions moyennes des grains de ferrite — ASTM — $d^{-1/2}$ (mm $d^{-1/2}$)

	Fusion 1 Coulée R 2		Fusion 5 Coulée R 5		Fusion 3 Coulée R 7		Fusion 7 Coulée R 12	
	ASTM	$d^{-1/2}$	ASTM	$d^{-1/2}$	ASTM	$d^{-1/2}$	ASTM	$d^{-1/2}$
Brut de laminage	8	6,74	8,5	7,3	8,5	7,3	8,5	7,3
950 °C - 30 mn/air	9,5	8,8	10	9,54	10,5	10,7	11	11,3
950 °C - 30 mn/air + 600 °C - 1 h/air	10	9,54	10,5	10,7	10,5	10,7	11	11,3
950 °C - 30 mn/four	8,5	7,3	9	8,0	9	8,0	9,5	8,8

2.2 — Discussion des résultats

Pour les essais de résilience, on doit noter que les traitements thermiques effectués déterminent, par rapport aux matériaux bruts de laminage, une augmentation nette de la ductilité dans les échantillons des quatre coulées. Ceci est prouvé par l'augmentation des valeurs de l'énergie absorbée dans les essais de rupture à -30°C , suite à l'affinage de la structure et à la réduction du diamètre du grain ferritique qui sont caractéristiques des aciers normalisés et recuits à basse température. A partir des données de la figure 1 on note également que l'augmentation de la teneur en niobium au-delà de la valeur de 0,07 %, n'influence pas de manière importante la ductilité du métal.

L'ensemble des essais de traction fournit un tableau complet du comportement des quatre coulées après les cycles thermiques auxquels elles ont été soumises. Avant tout, le niobium détermine une augmentation de la limite élastique et de la charge de rupture dans le métal brut de laminage, qui est à peu près égale à 10 kg/mm^2 par rapport aux alliages de référence R 2 et R 5. Comme les dimensions du grain dans cet état de traitement sont pratiquement les mêmes dans les éprouvettes des quatre alliages, mise à part une différence négative de 1/2 point ASTM pour l'alliage R 2, on peut sans aucun doute penser que le durcissement obtenu est provoqué par la précipitation du carbonitride de niobium au cours du laminage à chaud et au cours du refroidissement suivant. Les valeurs de l'allongement et de la striction confirment la fragilité des aciers au niobium due à la précipitation. Ceci peut être également noté à partir des données de résilience à l'état brut de laminage. Encore une fois, l'augmentation de la teneur en niobium au-delà de 0,07 % ne modifie pas sensiblement les valeurs des propriétés mécaniques. Les traitements suivants de normalisation et revenu, tout en déterminant un affinage du grain, annulent pratiquement tout effet de durcissement par la précipitation. Les différences que l'on constate encore entre les valeurs de la limite élastique dans les divers alliages peuvent s'expliquer facilement sur la base de l'efficacité du niobium et de l'aluminium, dans les teneurs considérées, sur le contrôle du grain. Il est bon de noter à cet effet que l'alliage R 12, à teneur élevée en niobium, possède toujours un grain ferritique de dimensions inférieures aux autres, tandis que le contraire est valable pour l'alliage R 2 sans niobium à basse teneur en Al. A partir des courbes de la figure 4, on note la confirmation de la dépendance linéaire, dans les matériaux recuits, de la limite élastique et des valeurs de $d^{-1/2}$, prévue par l'équation de Petch en l'absence de durcissement par précipitation. On trouve en outre confirmation de l'efficacité du niobium sur le contrôle des dimensions du grain, soit pour des teneurs croissantes de cet élément, soit par comparaison avec l'aluminium.

Ayant épuisé ainsi la phase commune des caractéristiques des coulées de départ, on débute la seconde phase de la recherche concernant l'étude approfondie de la précipitation et de son influence sur les propriétés mécaniques en songeant que la situation la plus intéressante, d'un point de vue pratique, correspond à un compromis entre l'accroissement de la résistance et la ténacité.

3 — SECONDE PHASE DE LA RECHERCHE

3.1 — Étude de la mise en solution et de la précipitation du carbonitride de niobium

Sur la base du métal disponible et des résultats obtenus au cours de la phase précédente, on a estimé opportun d'affronter le problème de la précipitation du carbonitride de niobium et de ses modes d'action sur les propriétés mécaniques en opérant sur des éprouvettes des trois coulées R6, R9, R11 obtenues à partir de la coulée-mère et ayant les compositions suivantes :

TABLEAU XII
Composition en poids % des alliages

	R 6	R 9	R 11
C	0,23	0,21	0,19
Mn	1,09	1,22	1,20
Si	0,41	0,37	0,40
Al _{sol}	0,042	0,014	0,025
N ₂	0,019	0,008	0,018
Nb	—	0,060	0,160

Elles furent étudiées à partir de trois états :

- a) brut de laminage;
- b) austénité à température élevée (traitement de mise en solution)/refroidissement à l'air;
- c) trempé et revenu.

3.1.1 — Étude du métal brut de laminage

Avant tout on estime opportun de noter les modalités de traitement auquel fut soumis le métal brut de laminage :

Température d'austénitisation	Temps d'austénitisation	Durée de laminage	Température à la fin du laminage	Refroidissement à l'air
1280-1300°C	30 mn	80 s	850-900°C	

Les éprouvettes des trois coulées étudiées furent soumises à des essais de résilience, dureté et traction, à des essais dilatométriques, à des examens de microscopie optique, électronique et de microfractographie.

Les points critiques de transformation au chauffage et au refroidissement sont reportés au tableau XIII.

TABLEAU XIII

Fusion	Coulée	Ac ₁ °C	Ac ₃ °C	Ar ₃ °C	Ar ₁ °C
5	R 6	711	831	764	616
3	R 9	711	851	733	600
7	R 11	711	869	800	622

La vitesse de chauffage fut de 400°C/h dans l'intervalle de température compris entre Ac₁ - 50°C et Ac₃ + 50°C. Pour la détermination de Ar₁ et Ar₃ la vitesse de refroidissement plutôt lente, correspondit à celle d'un refroidissement au four.

Les structures des trois coulées, à l'état brut de laminage, sont semblables tant au point de vue morphologie qu'au point de vue dimensions du grain ferritique, à celles déjà montrées aux planches I, II, III, IV relatives aux structures des pièces brutes de laminage des coulées R 2-R 5-R 7-R 12 et par conséquent nous ne les reproduisons pas.

TABLEAU XIV

Traitement thermique : brut de laminage

Fusion	Coulée	E kg/mm ²	R kg/mm ²	Allongement A %	Striction Σ %	Hv 30 kg
5	R 6	39,1	62	35	67,4	180
3	R 9	48	70	29	69	228
7	R 11	47	66	27	63	200

TABLEAU XV

	R 6	R 9	R 11
T _{50/50} (°C)	25	50	30
E _{50/50} (kgm)	9	12	9

Aux tableaux XIV et XV, on a rassemblé respectivement les valeurs des températures de transition T_{50/50} et les résultats des essais de traction et de dureté. Toutes ces données confirment l'importance du durcissement par précipitation déjà calculé : E = +9 kg/mm² et la diminution consécutive de la ductilité.

L'examen détaillé au microscope électronique, effectué sur des échantillons prélevés de chacune des trois coulées, complète les caractéristiques de structure du métal à l'état brut de laminage. Les échantillons de la coulée R 6 observés par transmission présentent une structure ferrite-perlite avec des lamelles de cémentite très denses et souvent simplement constituées par des fragments alignés. La densité des dislocations est généralement plutôt faible, environ 10⁹ dislocations/cm². Les inclusions sont très rares et les précipités à l'intérieur des grains ferritiques peu nombreux (voir fig. 1 de la planche V).

Les échantillons R 9 et R 11 au contraire, mis à part un nombre important de dislocations, montrent une densité élevée de petits précipités sphéroïdaux (diamètre environ 100 Å) répartis uniformément dans les régions ferritiques. Ces précipités sont presque absents dans les zones perlitiques. Leur dimension et densité sont pratiquement les mêmes dans les échantillons des coulées R 9 et R 11 (fig. 2-6, planche V).

Pour leur identification on a eu recours aux répliques d'extraction pour lesquelles les diagrammes de diffraction des particules sont très intenses (fig. 2, planche VI — sur le cliché on compte jusqu'à 15 anneaux de diffraction successifs).

Comme on le déduit à partir des valeurs reportées au tableau XVI, les précipités de structure cubique à face centrée ont un paramètre réticulaire $a = 4,479 \text{ \AA}$ qui correspond, suivant les valeurs déterminées par Brauer [16], à celui du carbure de niobium NbC.

L'examen microfractographique effectué sur des éprouvettes dont les superficies de rupture présentaient des pourcentages de cristallinité de 100, 50 et 0% n'a pas montré de différence notable dans l'aspect de la superficie de rupture des échantillons avec et sans niobium. Les petits précipités observés dans les microfractographies sont dispersés et ne semblent pas avoir contribué à la formation de la morphologie de la surface de rupture. Toutefois il est probable que cette technique de recherche ne soit pas suffisamment fine pour l'étude sur l'influence des particules aussi petites.

TABLEAU XVI
Identification des précipités

r	r^2	$\frac{r_n^2}{r_i^2 \text{ exp.}}$	$\frac{r_i^2}{r_i^2 \text{ theor.}}$	{ }	$\lambda \cdot L_0$ mm. Å	$d(\text{Å})$ exp.	$d(\text{Å})$ NbC	$a(\text{Å})$ calc.	$a(\text{Å})$ NbC
7,4	54,7	1	1	{111}	19,18	2,59	2,581	4,48	4,47
8,55	73	1,333	1,33	{200}	19,18	2,24	2,237	4,475	4,47
12,14	147,6	2,70	2,66	{220}	19,18	1,58	1,581	4,47	4,47
14,12	200	3,65	3,66	{311}	19,18	1,36	1,347	4,50	4,47
14,9	222	4,06	4	{222}	19,18	1,29	1,291	4,47	4,47

3.1.2 — Détermination des conditions de mise en solution des carbonitrures de niobium et caractéristiques des aciers après austénitisation à températures élevées

Le tableau XVII donne le schéma des traitements thermiques effectués au four dans un bain de sel sur des éprouvettes de dimension $10 \times 10 \times 5$ mm.

TABLEAU XVII

Température	Temps	Refroidissement
1100 °C	30 mn	Air
1100 °C	1 h 30 mn	Air
1100 °C	4 h	Air
1200 °C	30 mn	Air
1200 °C	1 h 30 mn	Air
1300 °C	30 mn	Air
1300 °C	1 h 30 mn	Air

Les températures et les temps d'austénitisation furent fixés en vue d'estimer l'efficacité de l'aluminium (présent dans les trois coulées étudiées) et du niobium sur le contrôle du grain austénitique afin de déterminer un traitement thermique qui conduise à la mise en solution complète des précipités de niobium, condition nécessaire et préliminaire pour l'étude de la précipitation au revenu, après traitement de mise en solution et trempe.

Les vitesses de refroidissement des éprouvettes, mesurées à l'aide de thermocouples, peuvent être lues sur les graphiques de la figure 5.

On a préféré ne pas tremper directement les éprouvettes pour ne pas masquer avec les structures de trempe la répartition et les dimensions des précipités présents après les traitements d'austénitisation. A partir de l'examen des structures métallographiques, on voit que le niobium a encore une action efficace de contrôle du grain austénitique après maintien de quelques heures à 1100°C, comme le démontre la structure fine du type ferrite-perlite équiaxe résultante. Au contraire, l'aluminium à la teneur de l'alliage de référence (0,04%), n'est pas tellement efficace. En effet, les échantillons de l'alliage R 6 de référence présentent d'amples régions avec structure du type ferrite aciculaire indiquant que le début de la recristallisation secondaire vient d'avoir lieu.

Aux températures supérieures (1200-1300°C) le grain austénitique augmente considérablement (ASTM : 0-2); toutefois, les dimensions des grains les plus petits, mis en évidence par la précipitation de ferrite pro-eutectoïde aux joints, se retrouvent dans les échantillons des alliages au niobium.

A partir des examens au microscope QTM, on a relevé les valeurs du pourcentage de perlite et du diamètre moyen des grains. A partir des résultats obtenus, il n'y a pas de différence significative entre les valeurs des dimensions des grains de ferrite et des grains de perlite. On a considéré la moyenne des deux valeurs comme dimension moyenne des grains utilisés pour l'analyse des résultats des essais mécaniques.

Aux courbes de la figure 6 on a illustré le rapport de la limite élastique à partir des dimensions du grain exprimées en unité $d^{-1/2}$. Si l'on considère la courbe de la figure 6a comme courbe de référence, étant donné que dans cette dernière la variation de la limite élastique en fonction du diamètre des grains (à condition que l'on néglige la valeur correspondant au traitement de 4 heures à 1100°C provenant d'une éprouvette à structure mixte aciculaire et équiaxe) on constate que, dans les aciers au niobium, les valeurs expérimentales, au lieu d'être disposées le long de la ligne droite elle-même, s'en écartent ce qui indique qu'au moins un autre facteur, outre la dimension du grain ferritique exerce une influence quelconque sur la limite élastique. En tenant compte également de la différence de durcissement à partir de la solution solide provenant de la différence de composition des trois alliages, on ne parvient pas à un rapport linéaire entre limite élastique et dimension du grain. Il est à noter comme l'ont déjà mis en évidence Morrison et Woodhead [8] que l'écartement est important lorsque le diamètre des grains est plus grand. Cela ferait penser à un durcissement de précipitation assez faible de la part des carbonitrides non dissous présents dans les échantillons des alliages au niobium austénitisés à 1100°C.

Le durcissement provoqué par l'addition du niobium, variant entre 4 et 9-10 kg/mm² suivant le traitement thermique, se justifierait alors moyennant la combinaison des deux paramètres: dimension inférieure du grain et durcissement de précipitation (faible).

Les observations au microscope électronique illustrent l'évolution de la précipitation avec le traitement thermique. De petits précipités d'environ 300 Å de diamètre, répartis uniformément, sont présents dans les échantillons des trois alliages après maintien de 1/2 h à 1100°C. La majeure partie des dislocations se trouve ancrée également en plusieurs points aux particules (fig. 1-6 de la planche VII et fig. 1-4 de la planche VIII).

Pour l'identification de tous les précipités on a du avoir de nouveau recours à l'interprétation des diagrammes de diffraction obtenus soit par transmission soit par réplique. On a ainsi identifié nettement les nitrures d'aluminium AlN présents dans les échantillons de l'alliage de référence R 6. En ce qui concerne les précipités de niobium contenus dans les alliages R 9 et R 11,

les mesures effectuées indiquent aussi que les précipités cubiques à face centrée ont un paramètre réticulaire de 4,45 Å. On note par conséquent une diminution du paramètre réticulaire par rapport à celui des précipités observés dans les échantillons à l'état brut de laminage et cela indique un appauvrissement en carbone du composé NbC, ou bien, plus vraisemblablement, que les précipités sont des composés ternaires NbC_xN_{1-x} avec x compris entre 0,8 et 0,63.

Il est particulièrement intéressant de noter que l'on n'a jamais séparé des précipités de nitrure d'aluminium dans les alliages contenant du niobium recuit à 1100°C et au-delà. On doit par conséquent penser que dans ces alliages et à ces températures l'aluminium se trouve en solution solide.

En augmentant la température d'austénitisation ou le temps de maintien, les dimensions des précipités augmentent rapidement mais leur nombre diminue encore plus rapidement. Déjà après 1/2 h à 1200°C il n'y a presque plus trace de nitrures d'aluminium dans l'alliage R 6, tandis que la dissolution des carbonitrures de niobium dans les alliages R 9 et R 11 devient complète seulement après 1/2 h à 1300°C.

On a par conséquent décidé de choisir ce traitement d'austénitisation pour la mise en solution des éprouvettes examinées au cours de l'étude de la précipitation après trempe et revenu.

Avant de discuter des résultats de cette dernière phase de recherche, nous estimons opportun d'exposer quelques résultats obtenus au cours des essais effectués afin de déterminer avec une plus grande précision les conditions de température et les dimensions des précipités qui correspondent au contrôle du grain austénitique de la part du carbonitrure de niobium et du nitrure d'aluminium.

Les résultats se réfèrent principalement à des observations effectuées au microscope à platine chauffante. Les photographies de la planche IX correspondent à deux séries caractéristiques. Au tableau XVIII on a résumé les valeurs des températures de début de recristallisation secondaire, du temps d'incubation et des dimensions du grain austénitique avant le grossissement.

TABLEAU XVIII

	Température recristallisation secondaire	Temps d'incubation	d*	ASTM initial
R 6	970°C	1/2 h	30 μ	7
R 9	1050-1075°C	15 mn	20 μ	8
R 11	1075-1100°C	1/2 h	20 μ	8

d* = diamètre du grain austénitique avant le grossissement

Ces données assez surprenantes, si on les compare avec d'autres que l'on trouve fréquemment dans la bibliographie, ont été contrôlées et confirmées par des observations sur sections d'éprouvettes importantes soumises à des traitements d'austénitisation et double trempe, où les contours des grains austénitiques sont mis en évidence par la formation de ferrite pro-eutectoïde (planche X). A partir de chaque éprouvette observée à la platine chauffante, on a retiré des répliques d'extraction qui ont permis de déterminer la dimension moyenne des précipités après chaque traitement.

Aux figures 7, 8 et 9 on a reporté les histogrammes des dimensions des précipités. De ces derniers on déduit que la dimension critique des particules pour le début de la recristallisation secondaire atteint environ 300 Å indépendamment de la nature des précipités.

Les diverses cinétiques de coalescence et de mise en solution déterminent les valeurs des températures auxquelles le nitrure d'aluminium et le carbonitrure de niobium n'agissent plus comme contrôleurs du grain.

3.1.3 — Étude de la précipitation après trempe et revenu

Pour contrôler quelles possibilités possède le niobium au point de vue utilisation dans un même matériau et trouver en même temps les deux propriétés d'éléments durcissant par précipitation et contrôleur du grain, on a effectué l'étude de la précipitation du carbonitride de niobium après trempe et revenu parallèlement sur des échantillons totalement mis en solution (austénitisation de 30 mn à 1300°C) ou partiellement (austénitisation de 30 mn à 1100°C). L'intervalle de température de revenu était compris entre 450 et 700°C et les temps variaient entre 30 s et 30 h.

a) Résultats des essais mécaniques

Dureté

Les résultats obtenus ont permis de tracer les courbes isothermes de la variation de la dureté en fonction du temps de revenu et de connaître non seulement la valeur du maximum du durcissement mais aussi avec une précision remarquable le début et la fin du pic de durcissement secondaire c'est-à-dire avec une bonne approximation le début et la fin de la précipitation des carbonitrides de niobium aux températures étudiées. Les figures 10 et 11 montrent les variations de dureté aux diverses températures de revenu après les deux traitements de mise en solution à 1300 et 1100°C. Les temps d'incubation de la précipitation varient avec la température de revenu. Ils sont très rapides (peut-être simplement quelques secondes) à 700°C tandis qu'ils sont de quelques heures à 500°C. La forme et la hauteur du pic de durcissement varient avec la température d'austénitisation. Le pic est très prononcé dans les échantillons qui ont subi le traitement de mise en solution totale tandis qu'au contraire il est très aplati dans l'autre cas. La séparation entre les courbes des aciers au niobium et celles des aciers de référence est toujours très nette. Le durcissement par précipitation : $\Delta H_v = H_v R 9 - H_v R 6$ calculé en correspondance du maximum du pic de durcissement est reporté dans les courbes des figures 12 et 13. Sur ces dernières on voit qu'après une période d'incubation dont la durée dépend seulement de la température de revenu, le maximum du durcissement tend toujours vers une même valeur qui est $\Delta H_v = 90 \text{ kg/mm}^2$ pour les échantillons solubilisés à 1300°C et $\Delta H_v = 60 \text{ kg/mm}^2$ pour ceux austénitisés à 1100°C. La figure 14 illustre l'écart, en fonction du temps de maintien, de la position du pic de durcissement obtenu à égalité de revenu, aux diverses températures. A partir de la largeur et de la position des pics de dureté, clairement visibles dans les courbes de revenu isotherme suivant le critère déjà adopté par d'autres auteurs [29], on a extrait le graphique de la figure 15 qui montre les courbes de début et de fin de précipitation de carbonitrides de niobium dans l'intervalle de température 450-700°C.

En ce qui concerne l'influence de la teneur en niobium sur le durcissement il faut noter la différence rencontrée dans les deux séries d'échantillons traités à 1300 et à 1100°C. Tandis que dans les échantillons de la première série, l'alliage R 11 à haute teneur en niobium (0,16%) présente, conformément au pic, des valeurs de dureté supérieures à celles de l'alliage à niobium moyen, il se produit exactement le contraire pour les autres échantillons. Il est probable que les nombreux précipités non dissous présents dans les échantillons de l'alliage R 11 après le traitement d'austénitisation à 1100°C constituent des sites de croissance préférentiels pour le carbonitride de niobium au cours du revenu, réduisant ainsi le nombre des noyaux de précipitation uniformes et diminuant par conséquent légèrement le durcissement. Cet effet tend à disparaître pour des maintiens prolongés.

Essais de traction

Les résultats des essais de traction sont résumés dans les courbes des figures 17 et 18, correspondant à des maintiens de 10 mn et 2 h aux températures de revenu. Il y a un accord parfait entre les maxima de durcissement de ces courbes et ceux obtenus à partir des courbes de dureté.

La contribution du durcissement par précipitation à la limite élastique des aciers traités à 1300°C est de l'ordre de 25 kg/mm². En outre, il reste presque constant même après des temps assez longs de maintien. Cela signifie que, dans un métal à l'état de « overageing » (par exemple après revenu de 2 h à 700°C) le durcissement structural des aciers au niobium détermine une augmentation de la limite élastique de 50% par rapport à l'acier sans niobium. Pour les échantillons traités à 1100°C, l'augmentation de la limite élastique varie entre 10 et 15 kg/mm² et cela démontre qu'il est réellement possible d'utiliser le niobium en même temps comme élément contrôleur du grain et comme durcissant par précipitation. En outre, l'ensemble des résultats des essais de dureté et de traction confirme que l'utilisation de teneurs élevées en niobium n'amène pas une augmentation du durcissement structural. Il existe par conséquent une saturation du phénomène. Le seul avantage que l'on pourrait en retirer consiste en un meilleur contrôle des dimensions du grain, au cours des traitements à des températures inférieures ou égales à 1100°C.

Essais de résilience

De nombreux essais de résilience ont été effectués sur des métaux trempés et revenus, et le nombre d'éprouvettes — 12 par essai — a été suffisant pour avoir chaque fois les courbes complètes de transition.

Toutefois les données reportées se réfèrent seulement à des échantillons austénitisés à la température la plus basse, c'est-à-dire à 1100°C. Aux figures 19-20-21 on a reporté les courbes de transition obtenues et la figure 22 montre les variations des températures de transition des trois aciers en fonction du traitement de revenu. A partir de l'ensemble de ces données, on note, qu'à part les bonnes valeurs générales des températures de transition, caractéristiques des matériaux ayant des structures martensitiques revenues [29-30], la très fine précipitation des carbonitrides de niobium introduit une élévation d'environ 30°C de la température de transition dans la phase initiale du revenu correspondant à la formation du pic de durcissement.

Puis il existe une phase d'amélioration progressive de la ductilité des aciers au niobium avec réduction résultante de la différence entre les températures de transition de ces aciers et celles du métal de référence. Cette phase correspond environ à la fin et à la chute du pic de durcissement. Pour des temps plus longs, on assiste de nouveau à l'inversion de cette tendance.

Examens métallographiques

Les structures du début de trempe sont pratiquement identiques pour les échantillons des trois alliages, tandis que l'on note une certaine différence dans leur évolution au cours du revenu.

Sur la planche XI on a reproduit quelques-unes de ces structures appartenant à des échantillons trempés à partir de 1100°C.

En comparant entre elles les structures des aciers avec ou sans niobium à égalité de traitement de revenu, il paraît évident qu'à toutes les températures, l'acier de référence présente une évolution plus rapide de la structure martensitique de trempe vers une structure stable qui, selon les températures est bainitique ou ferritique. Après 10 h à 700°C, l'acier R 6 apparaît déjà presque complètement recristallisé, tandis que dans les aciers R 9 et R 11 la structure est encore en grande partie aciculaire avec de nombreux carbures.

Les micrographies électroniques mettent clairement en évidence l'évolution de la structure et de la précipitation, permettant une corrélation entre les propriétés mécaniques et la structure.

Aux traitements correspondant au maximum de durcissement de structure, les échantillons des aciers au niobium présentent une structure fortement écrouie. Les aiguilles et les lamelles de ferrite sont très étroites (0,5-2μ environ) et la densité des dislocations est très élevée (à peu près égale à 10¹¹/cm²). Ces dernières sont très courtes, rapprochées et fortement ancrées (fig. 1 de la planche XII). Suivant l'orientation de l'échantillon par rapport à la direction du faisceau d'électrons incidents, on peut voir de petits précipités allongés cohérents, quelquefois isolés mais presque toujours associés, superposés, coupés à partir de courts segments des dislocations (fig. 2

de la planche XII). Dans certains cas, mais seulement à des températures de revenu assez élevées (650°C et au-delà), on a pu obtenir des images sur fond noir des précipités seuls (fig. 2 de la planche XIII).

Les dimensions de ces précipités sont à peu près égales à (80×20) Å et leur densité est d'environ 10^{16} p/cm³.

Pour mieux suivre l'évolution de la structure au cours du revenu, il est opportun de comparer les échantillons avec et sans niobium en examinant dans les détails les structures dans les conditions suivantes :

Austénitisation à 1300°C — revenu à 600°C (fig. 1 de la planche XIV et fig. 1 et 2 de la planche XII).

La restauration de la structure de trempe est très lente dans les trois aciers. Après deux heures de maintien on observe un début de polygonisation dans l'acier de référence, mais la densité des dislocations est toujours très élevée. De grosses particules de cémentite se forment aux joints des grains. Dans l'acier au niobium la quantité de dislocations est encore plus élevée (à peu près égale à 10^{11} p/cm²) il n'y a pas trace de revenu de la structure et de très nombreux précipités cohérents extrêmement fins sont visibles.

Austénitisation à 1300°C — revenu à 650°C (fig. 2 de la planche XIV et fig. 1 et 2 de la planche XIII).

Dans l'acier de référence la polygonisation est désormais complète. La densité des dislocations qui se sont arrangées de nouveau, formant de nombreux réseaux et soulignant les grains est très diminuée. Des densités de dislocations élevées et de précipités se trouvent toujours après 2 h dans les alliages au niobium mais les dimensions des précipités sont augmentées : à peu près égales à $(100 \times 120 \times 25)$ Å et leur image est mieux définie à cause de la réduction des déformations réticulaires, c'est-à-dire à cause de la diminution de leur cohérence. Après un long maintien (30 h) quelques longues dislocations apparaissent complètement décorées de précipités (fig. 2 de la planche XIII) mais la précipitation généralisée et uniforme à l'intérieur des grains est toujours plus nombreuse. La déformation réticulaire associée aux précipités s'est ultérieurement réduite. Les dislocations réticulaires qui ne sont pas décorées de précipités sont plus mobiles comme l'indique l'apparition de quelques régions polygonisées.

Austénitisation à 1300°C — revenu à 700°C (fig. 1 et 2 de la planche XV).

L'évolution de la structure est bien plus rapide. Le nombre d'amas de dislocations est sensiblement diminué et l'image des précipités allongés, dispersés à l'intérieur des grains est beaucoup plus claire. Les dimensions des particules sont encore augmentées : à peu près égales à (200×35) Å et des décorations de précipités apparaissent le long des dislocations isolées et le long des joints du grain (fig. 1 de la planche XV).

Austénitisation à 1100°C — revenu à 650°C (fig. 1 et 2 de la planche XVI et fig. 1 et 2 de la planche XVII).

On retrouve la même allure et les mêmes différences dans la nouvelle organisation des structures de trempe observées dans des échantillons trempés à partir de 1300°C. Toutefois à présent l'évolution de la structure apparaît plus rapide. Après simplement 2 heures la structure aciculaire de trempe de l'acier de référence a presque disparu et elle apparaît bien polygonisée. Dans les aciers au niobium, outre la densité importante des dislocations et la densité élevée des précipités fins (2 à $3 \cdot 10^{15}$ p/cm³) d'autres précipités de carbonitride de niobium sont également visibles, plus gros que les premiers, de forme cubique ($d \approx 250$ Å) qui se sont formés au cours du traitement d'austénitisation et responsables du contrôle du grain.

3.2 — Conclusions

L'ensemble des résultats des essais mécaniques et des observations au microscope électronique, sur les aciers à bas carbone trempés et revenus, montre clairement que l'effet durcissant du niobium est dû à l'action que les très fins carbonitrides de niobium précipités au cours du revenu exercent pour empêcher le mouvement des dislocations. Cette action se manifeste soit directement par la décoration de certaines dislocations qui résultent bloquées à la suite de la nucléation hétérogène des précipités, soit en général, par l'augmentation nécessaire de la tension appliquée afin de permettre aux dislocations en mouvement de surmonter les tensions contraires dues aux précipités et à leur cohérence. A cause de la mobilité réduite des dislocations, la restauration de la structure de trempe des aciers au niobium subit un retard considérable par rapport à l'acier de référence et cela entraîne un durcissement important. Le début du pic de durcissement structural coïncide avec le début de la précipitation, la densité des particules étant d'environ 10^{16} p/cm³. Ces précipités sont cohérents comme l'indique leur forme allongée, la relation d'orientation qui semble exister entre leur réseau et celui de la ferrite et surtout le contraste de distorsion visible dans les micrographies obtenues par transmission au microscope électronique.

La croissance des précipités entraîne la perte de leur cohérence et la réduction de leur action sur le mouvement des dislocations.

Ce stade correspond à la restauration de la structure de trempe et à la fin du pic de durcissement. Toutefois à cause de la précipitation des carbonitrides de niobium, même en conditions de surveillingement, la limite élastique de ces aciers peut atteindre des valeurs qui sont de 50 % plus élevées que celles de l'acier de référence (75 kg/mm² par rapport à 50 kg/mm² après revenu de 2 heures à 700°C).

En ce qui concerne la ténacité, on peut affirmer que la précipitation fine et cohérente des carbonitrides provoque une fragilisation correspondant à l'augmentation d'environ 30°C de la température de transition « ductile-fragile ». Toutefois la perte de cohérence des précipités et la fin du pic de durcissement résultent associées à une amélioration de la ductilité de l'acier. Ensuite, pendant la recristallisation, on assiste à une nouvelle et rapide augmentation de la température de transition.

D'après les courbes de la variation de dureté en fonction du temps de maintien et de la température de revenu et d'après les observations au microscope électronique sur l'évolution de la précipitation, on a tiré le graphique de début et fin de la précipitation du carbonitride de niobium dans la ferrite (intervalle de températures : 450-700°C).

L'étude des propriétés mécaniques d'éprouvettes sousmises à des traitements de mise en solution partielle a montré que l'addition de niobium permet de réaliser un contrôle de la grosseur du grain austénitique et ferritique plus efficace que dans le cas de l'aluminium seul tout en gardant un appréciable durcissement par précipitation. Ce durcissement peut atteindre au maximum, dans les aciers trempés et revenus, environ les 2/3 du durcissement correspondant à la dissolution et à la précipitation totale.

Pour l'amélioration ultérieure des propriétés mécaniques et de la résilience en particulier, on estime qu'on pourra tirer encore plus d'avantage de l'ensemble des propriétés qui caractérisent l'action du niobium, c'est-à-dire l'affinage du grain et le durcissement par précipitation, par l'addition simultanée d'un couple d'éléments dispersoïdes (le niobium et le vanadium notamment) caractérisés par des cinétiques de mise en solution et de précipitation différentes et donnant lieu à une précipitation fine et généralisée.

BIBLIOGRAPHIE

1. U.S. Patents N° 2.158.651-2.158.652, (1939).
2. BEISER, C.A. : *Trans. Am. Soc. Metals*, (1959).
3. ALTENBURGER, C.C. : *Am. Iron Steel Inst.*, pag. 59, (1960).
4. BEISER, C.A. : Union Carbide Metals Company, *Technical Report D-60-1*, January 5, (1960).

5. BEISER, C. A. : *Ibid.*, D-60-8, February 16, (1960).
6. NOREN, T. M. : Ship Structure Committee, *Special Report*, 30 August, (1963).
7. LESLIE, W. C. : N.P.L. Conference, Teddington, pag. 334, (1963).
8. MORRISON, W. B. and WOODHEAD, J. H. : *J.I.S.I.*, 201, 43, (1963).
9. PETCH, N. J. : *Phil. Mag.*, 3, 1089, (1958).
10. PICKERING, F. B. and GLADMAN, T. : *J.I.S.I.*, *Special Report 81*, 10, (1963).
11. GREDAY, T et LUTTUS, A. : *Rev. C.N.R.M.*, (1967).
12. OWEN, W. S. : *J.I.S.I.*, *Special Report 81*, 1, (1963).
13. GRAY, J. M., WEBSTER, D. and WOODHEAD, J. H. : *J.I.S.I.*, 203, 812, (1965).
14. MANDRY, P. et DORNELAS, W. : *C.R. Acad. Sc. Paris*, 263, Série C, pag. 1118, (1966).
15. MASCANZONI, A. et TRUCCO, U. : *La Metallurgia Italiana*, 69, 277, (1967).
16. BRAUER, G. und LESSER, R. : *Z. Metallkde*, 50, 487, (1959).
17. GUARD, R. W., SAVAGE, J. W. and SWARTHOUT, D. G. : *Trans. AIME*, 239, 643, (1967).
18. SMITH, R. P. : *Trans. AIME*, 236, 220, (1966).
19. SMITH, R. P. : *Trans. AIME*, 224, 190, (1962).
20. GLADMAN, T. : *Proc. Roy. Soc. A*, 294, 298, (1966).
21. IRVINE, K. J. and PICKERING, F. B. : 201, 944, (1963).
22. GRAY, J. M. and YEO, R. B. G. : *Trans. ASM*, 61, 255, (1968).
23. GRAY, J. M., MELVILLE, A. G., REPAS, P. E. and YEO, R. B. G. : Discussion of a paper by J. I. Irani et al., *J. I. S. I.*, *Special Report 104*, (1967).
24. BARFORD, J. : *J.I.S.I.*, 204, 134, (1966).
25. MANDRY, P. : *Mem. Sci. Rev. Met.*, pag. 1009, décembre. 1967.
26. PHILLIPS, R. : *J.I.S.I.*, *Special Report 81*, 36, (1963).
27. IRVINE, R. J., PICKERING, F. B. and GLADMAN, T. : *J.I.S.I.*, 205, 161, (1967).
28. BROZZO, P., BERRUTI, V., Mémoire présenté au XII Congrès AIM, Bari 5-9 novembre 1966.
29. SANZ, G., GRUMBACH, M., SEBBACH, J. : *La Metallurgia Italiana*, 62, 87, (1970).
30. IRANI, J. J., BURTON, D., KEYWORTH, F., *J.I.S.I.*, 204, 702, (1966).

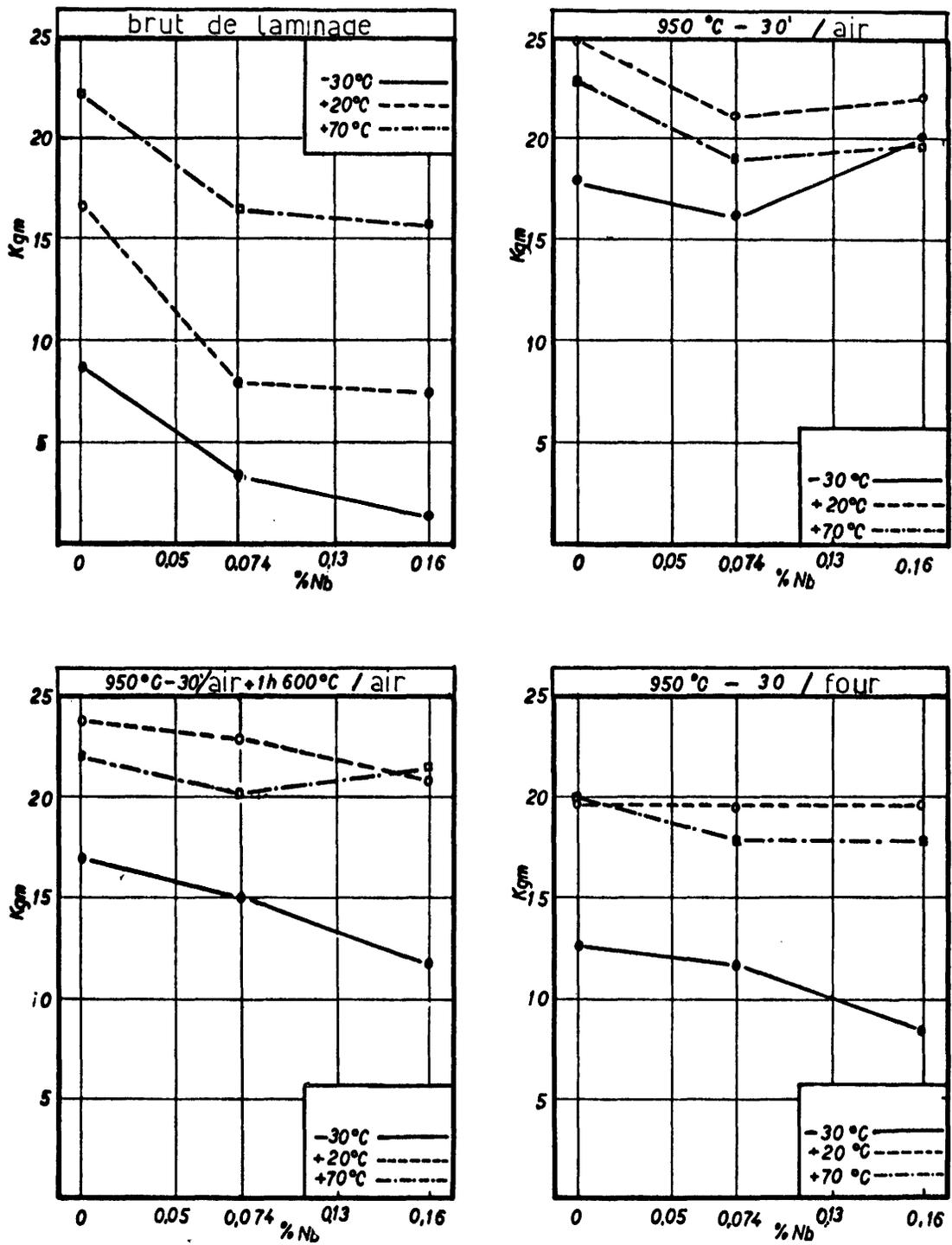


Fig. 1 — Variation de la résilience en fonction de la teneur en niobium dans les aciers : R 2 = 0% Nb — R 7 = 0,074% Nb — R 12 = 0,16% Nb.

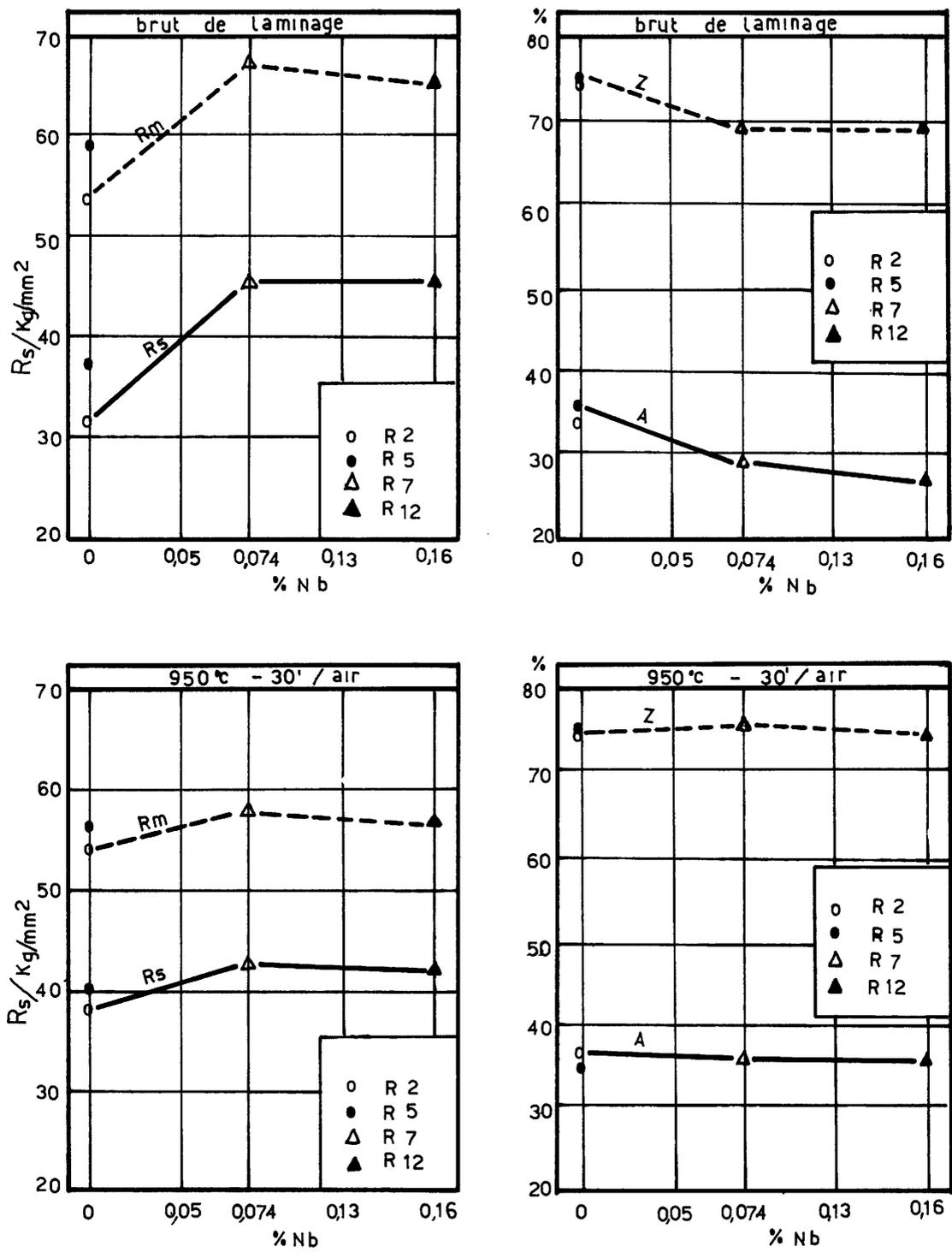


Fig. 2 — Variation des caractéristiques mécaniques des aciers R 2-R 5-R 7-R 12 en fonction de la teneur en niobium.

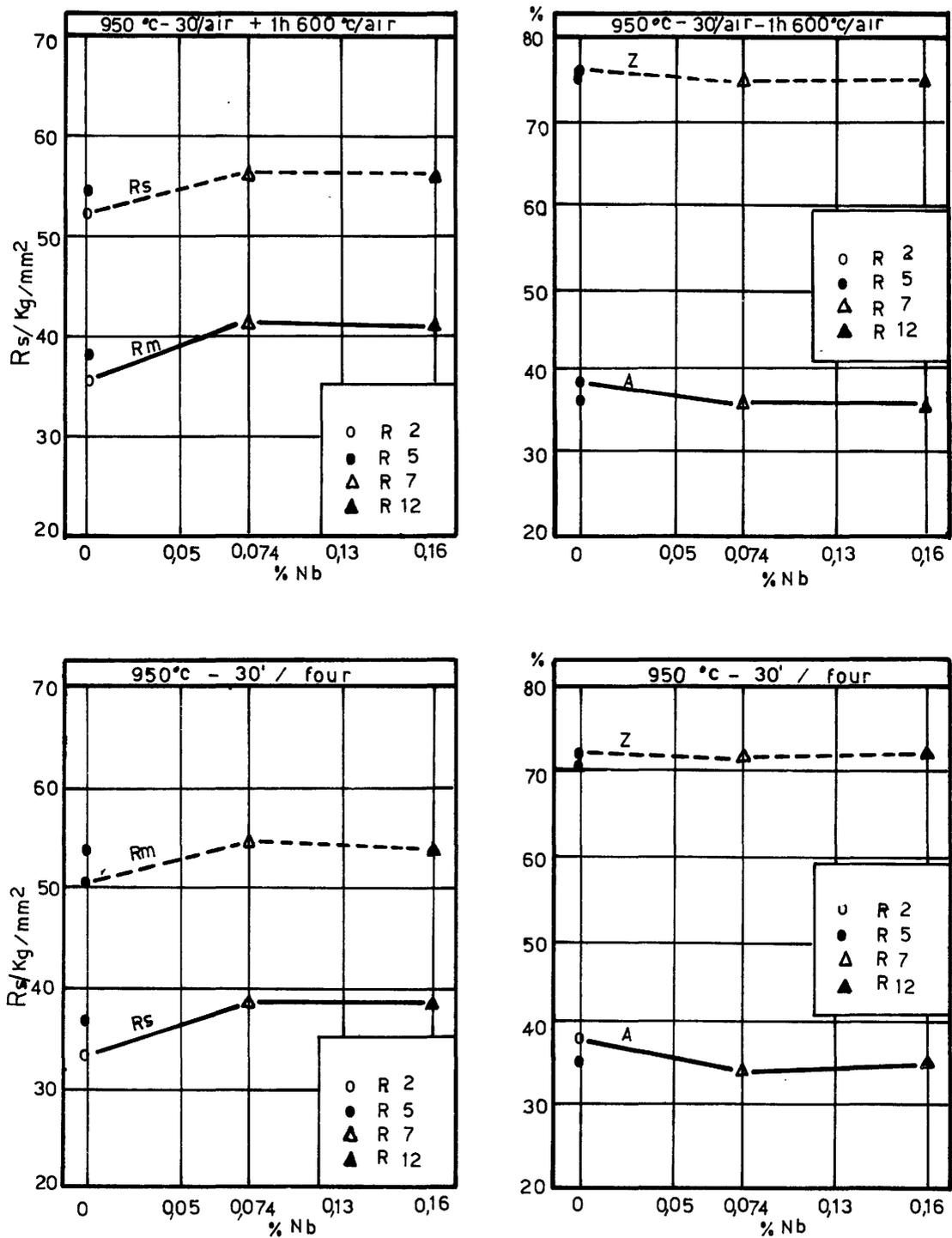


Fig. 3 — Variation des caractéristiques mécaniques des aciers R 2-R 5-R 7-R 12 en fonction de la teneur en niobium.

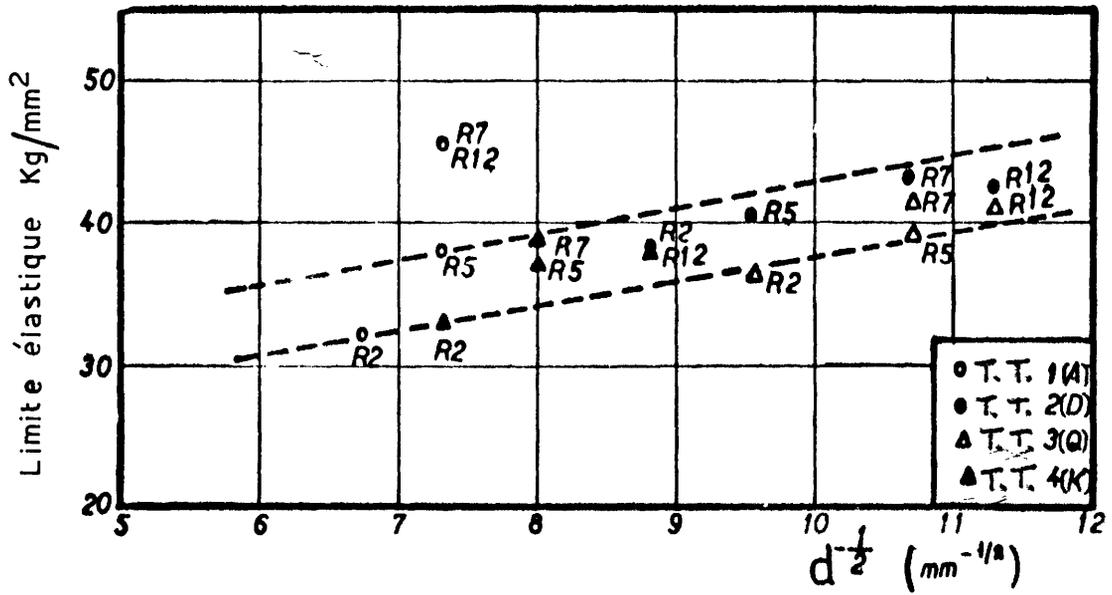


Fig. 4a —
Variation de la limite élastique des aciers :
R 2-R 5-R 7-R 12
après normalisation.

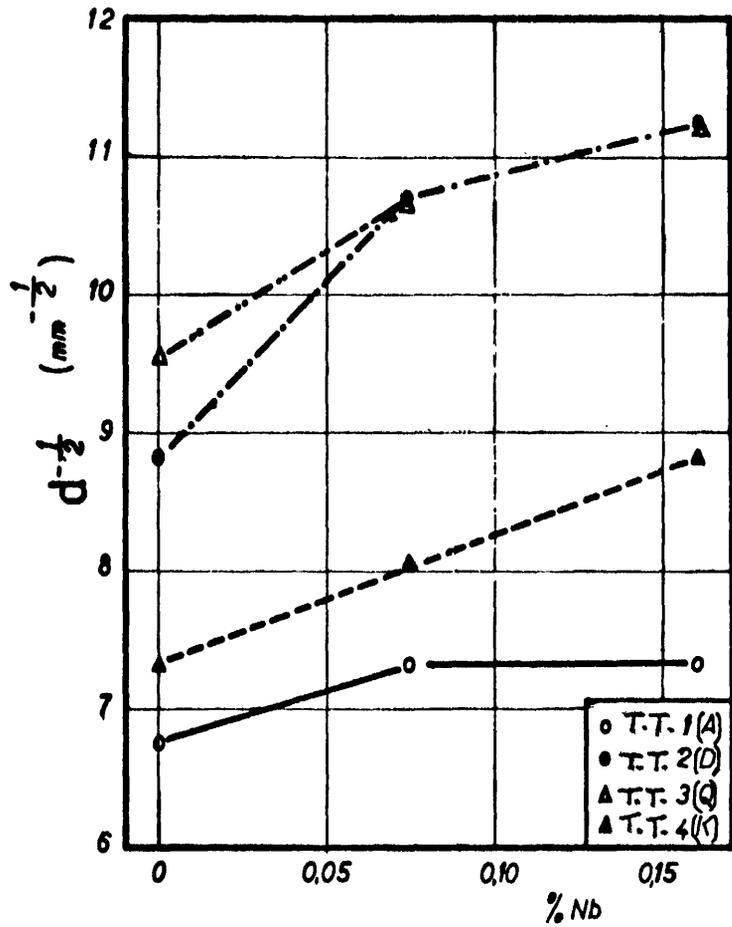


Fig. 4b —
Variation de la grosseur du grain ferritique en fonction de la teneur en niobium.

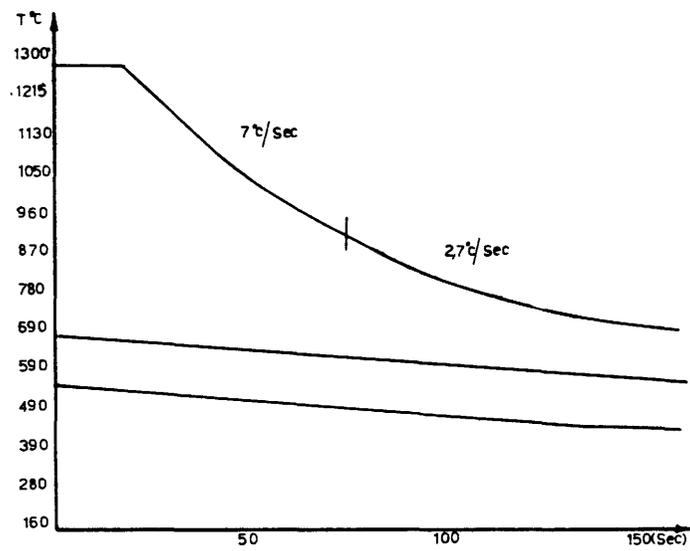
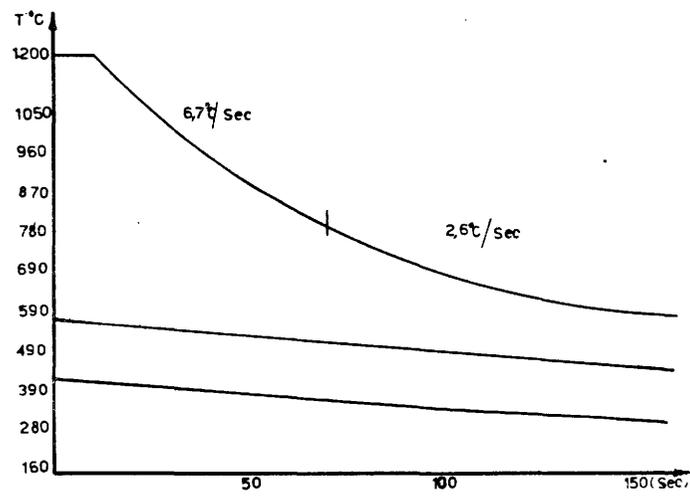
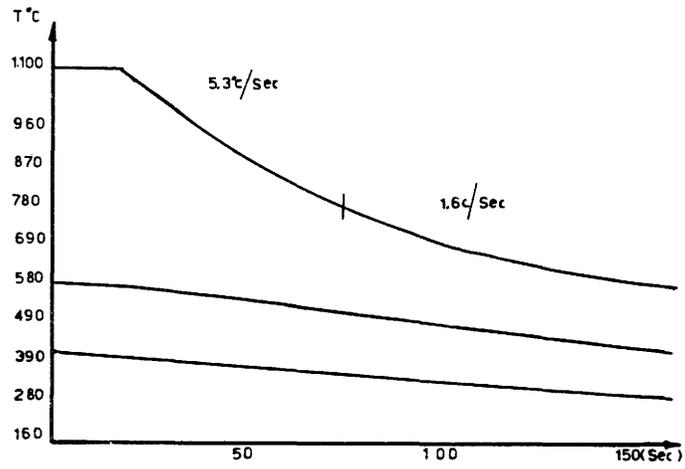


Fig. 5 — Vitesses de refroidissement après austénitisation.

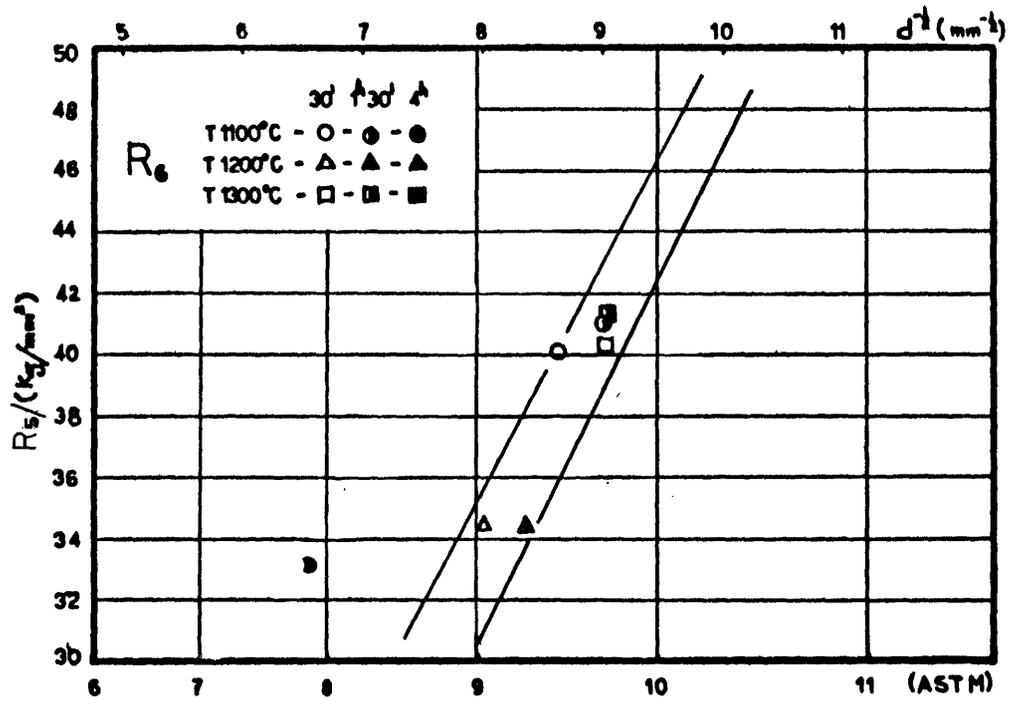


Fig. 6a — Variation de la limite élastique après austénitisation.

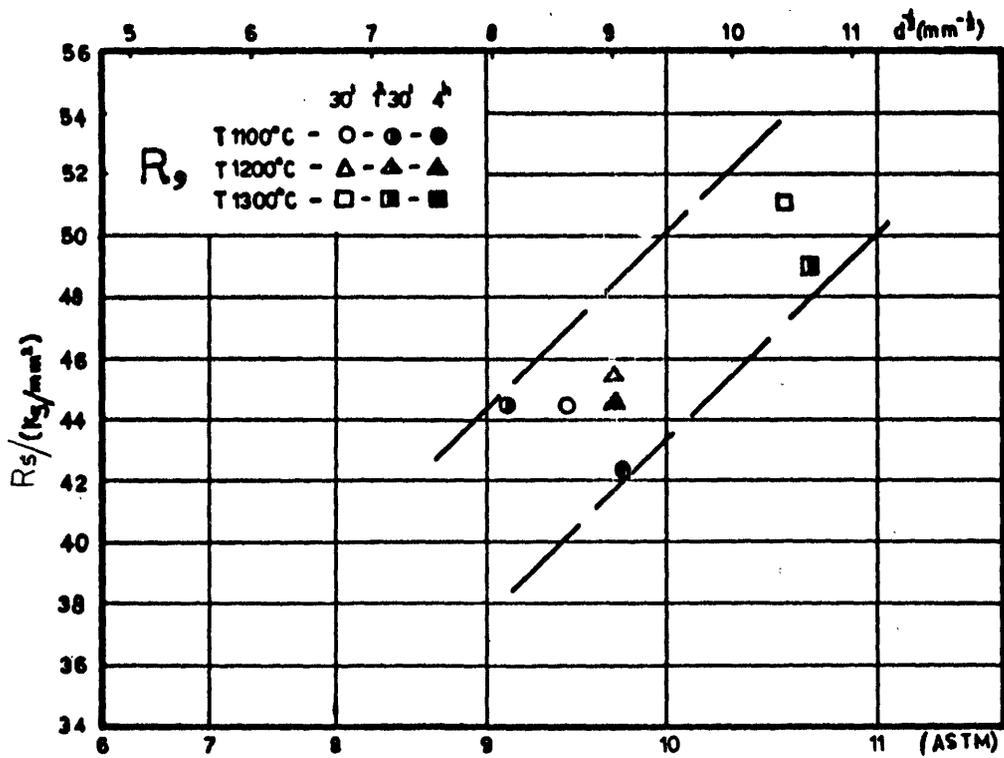


Fig. 6b — Variation de la limite élastique après austénitisation.

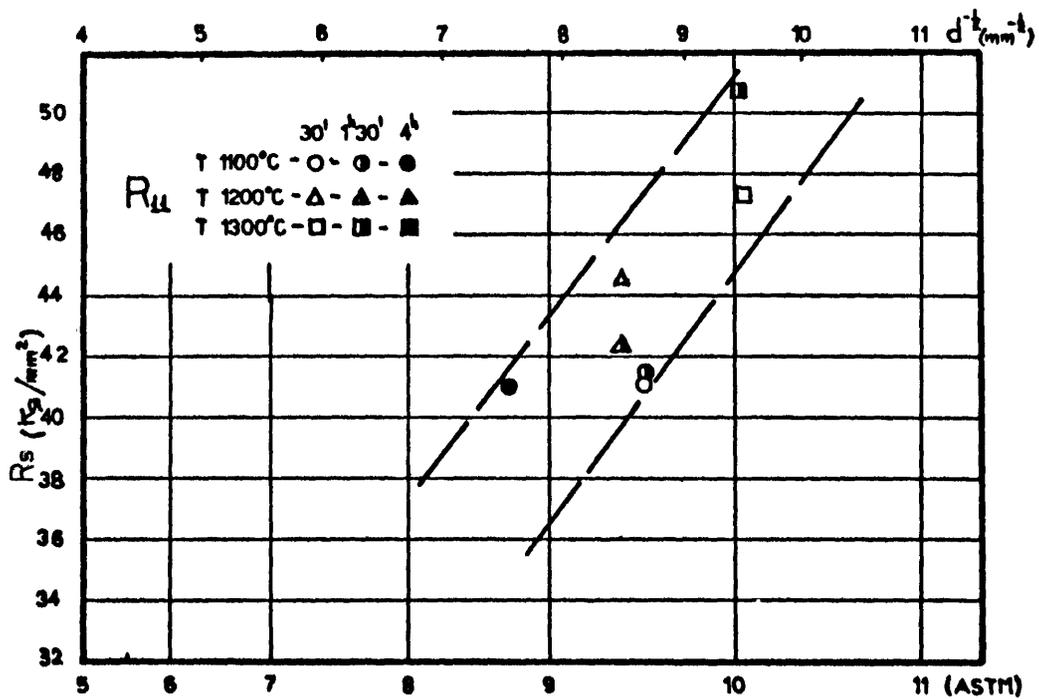


Fig. 6c — Variation de la limite élastique après austénitisation.

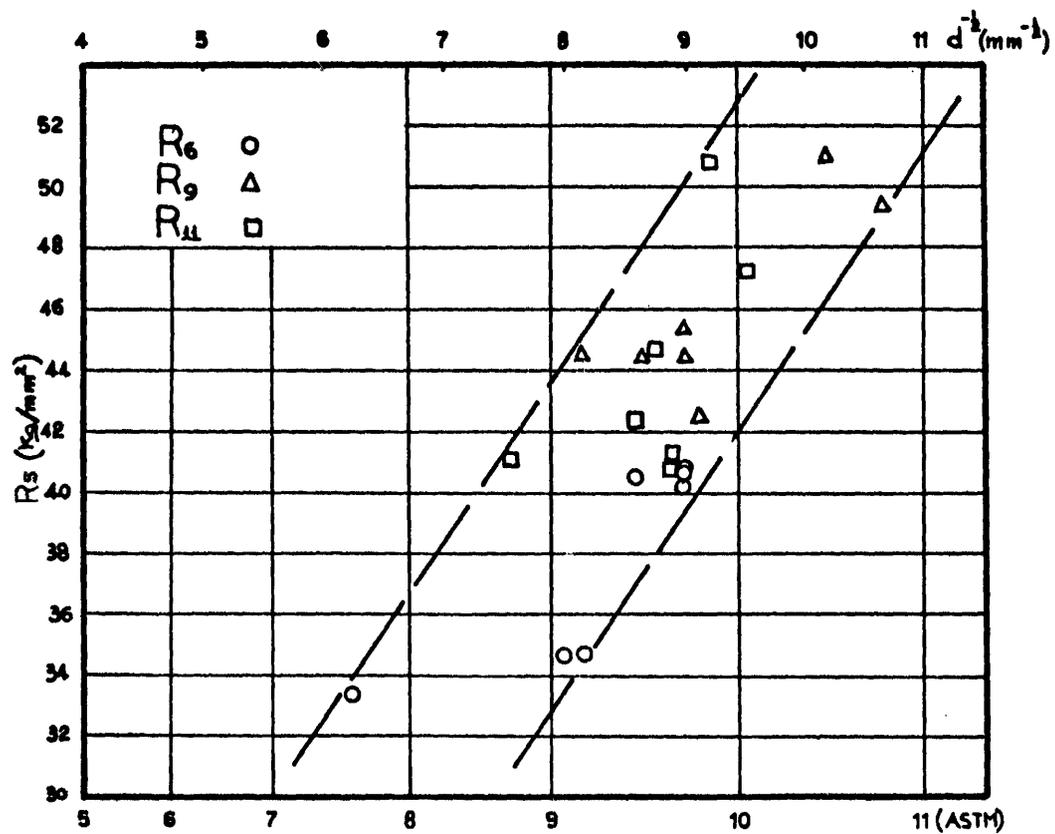
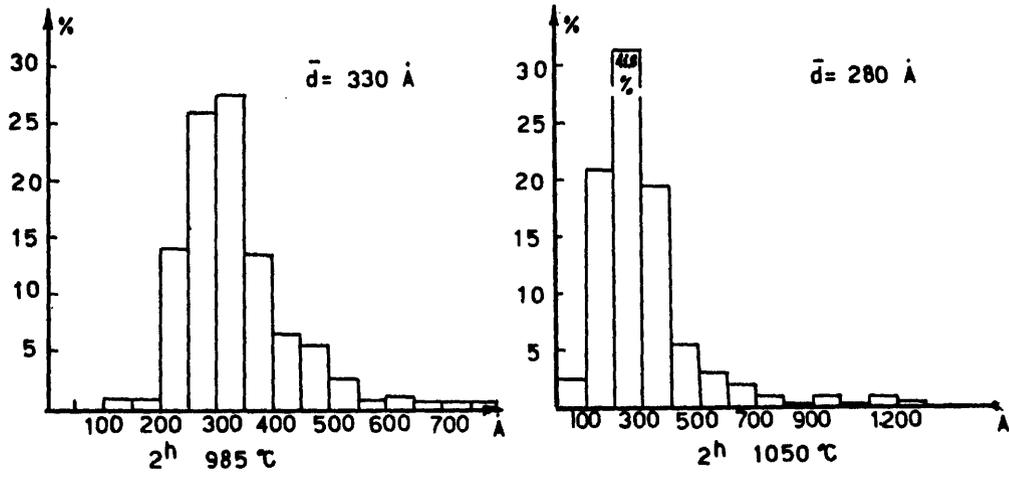


Fig. 6d — Variation de la limite élastique après austénitisation.



R6

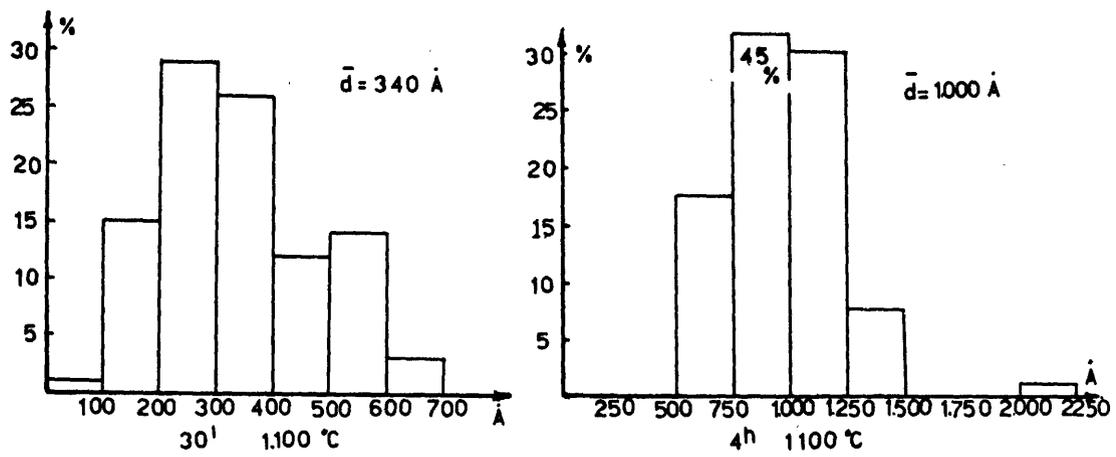
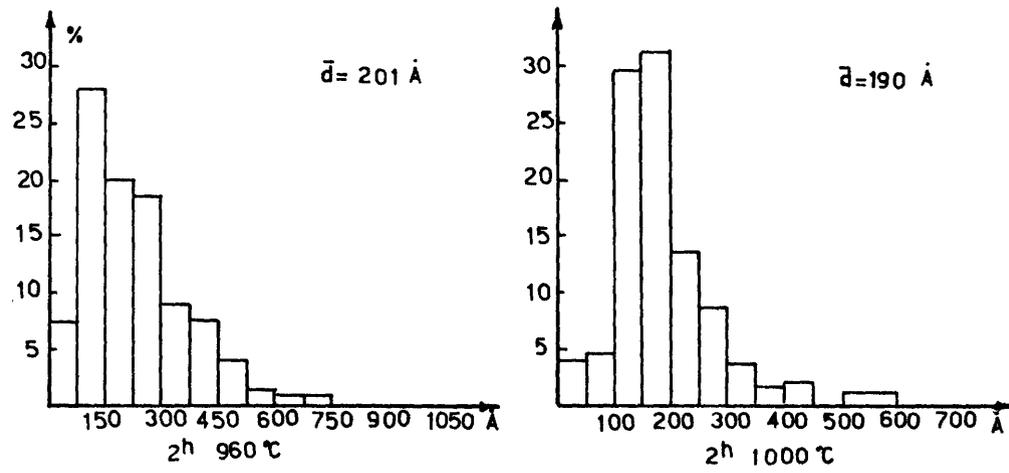


Fig. 7 — Histogrammes des tailles des précipités après austénitisation.



R9

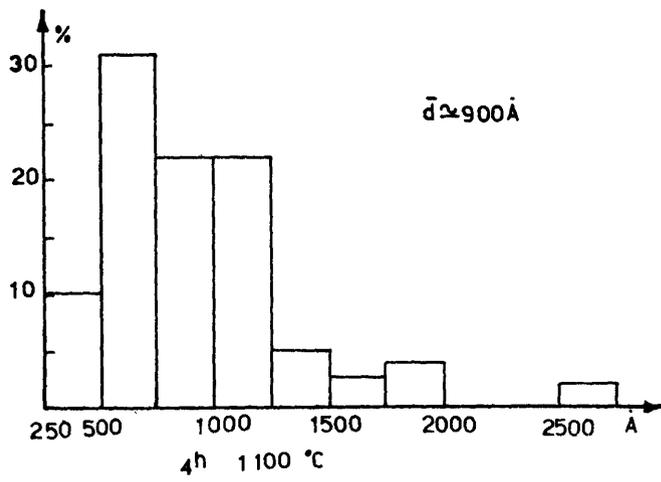
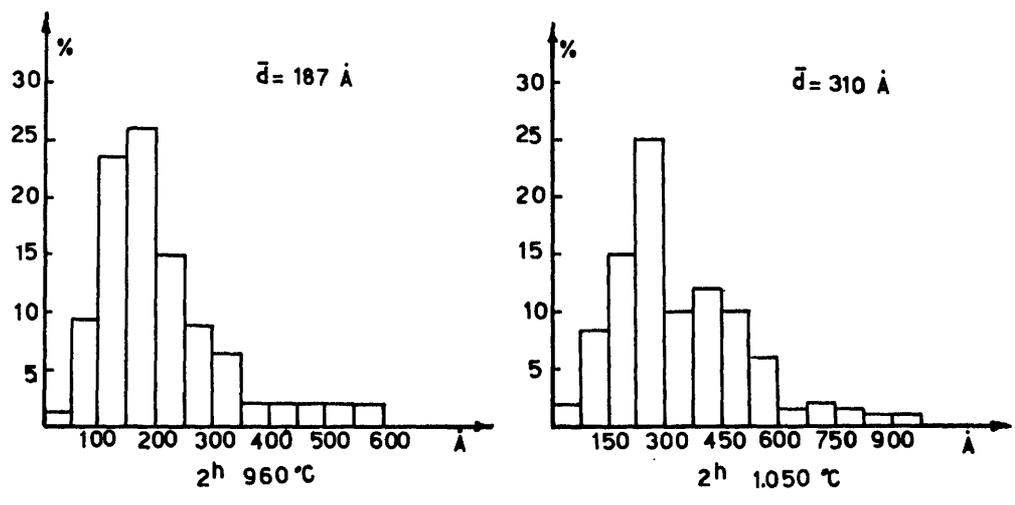


Fig. 8



R11

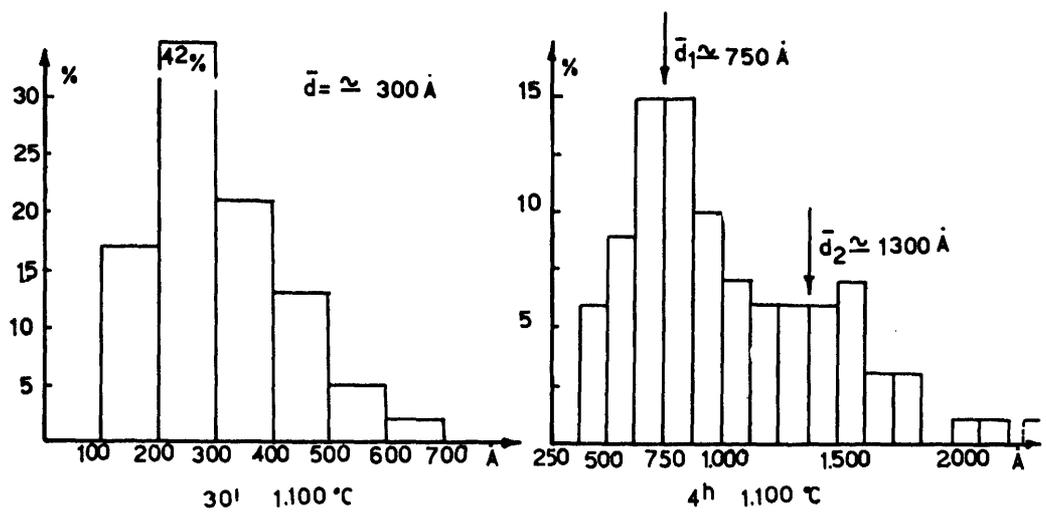


Fig. 9

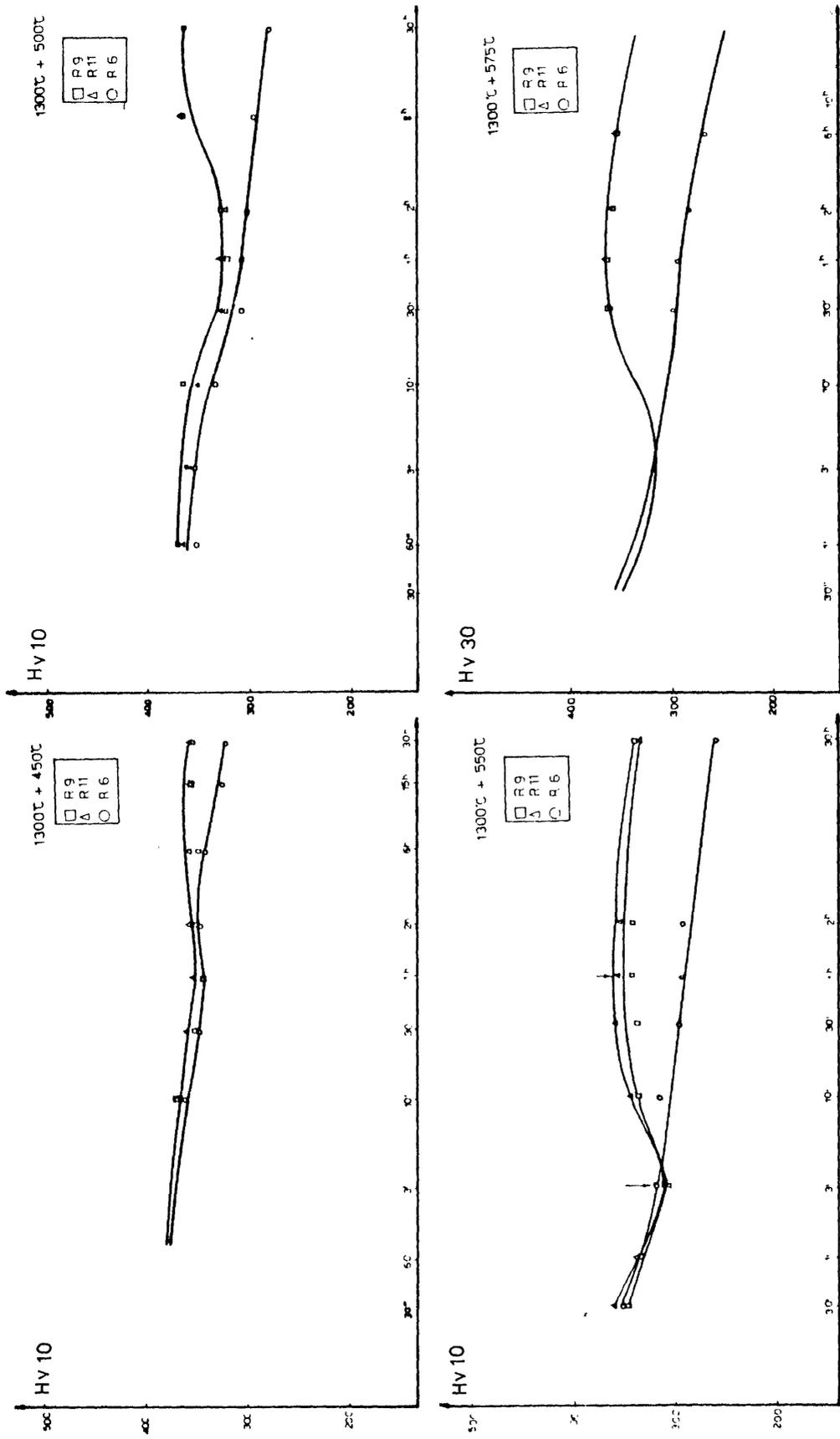


Fig. 10b — Evolution de la dureté après trempe et revenu. Austénitisation : 30 mn à 1300°C.

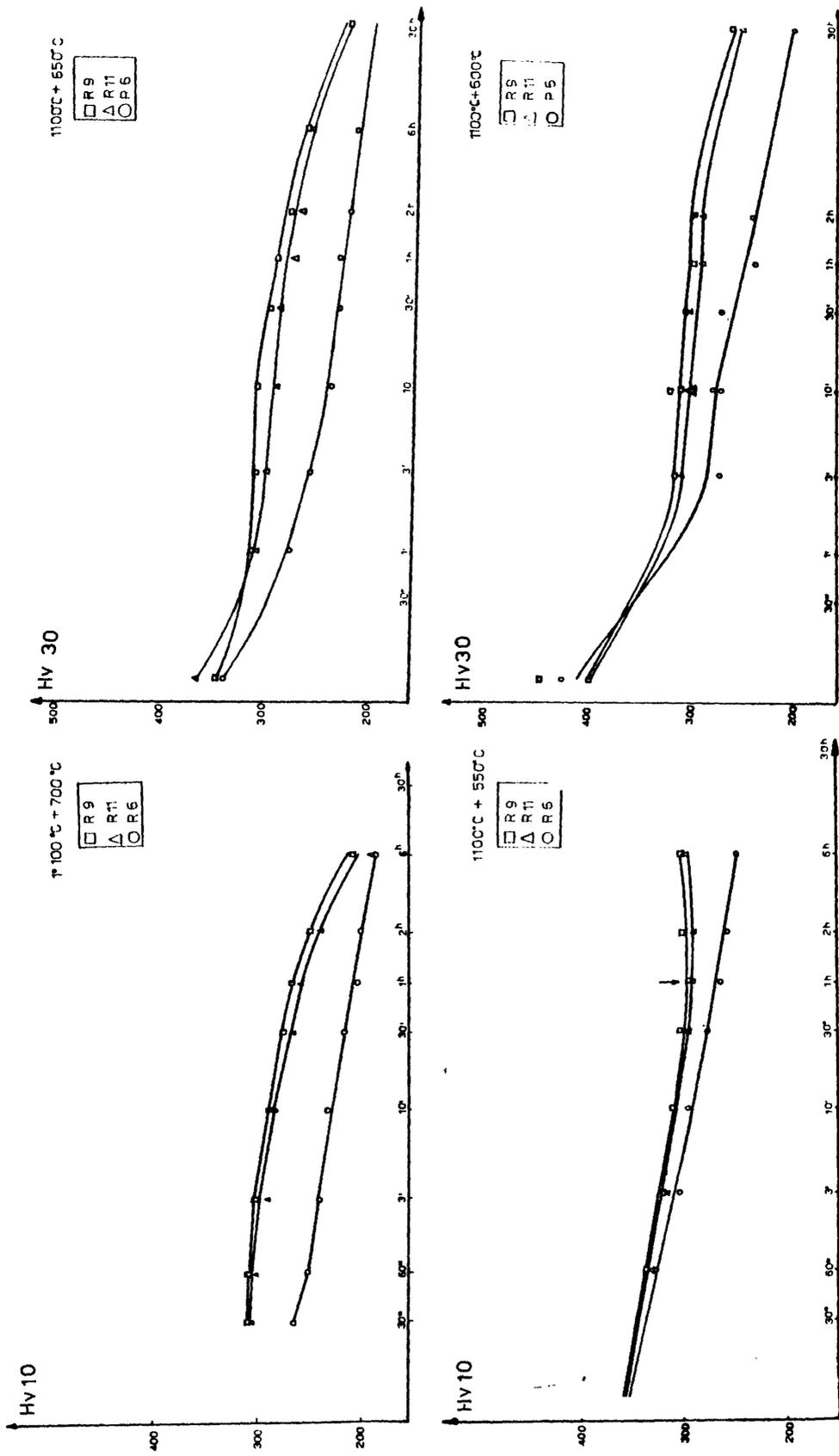


Fig. 11 — Evolution de la dureté après trempe et revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100°C.

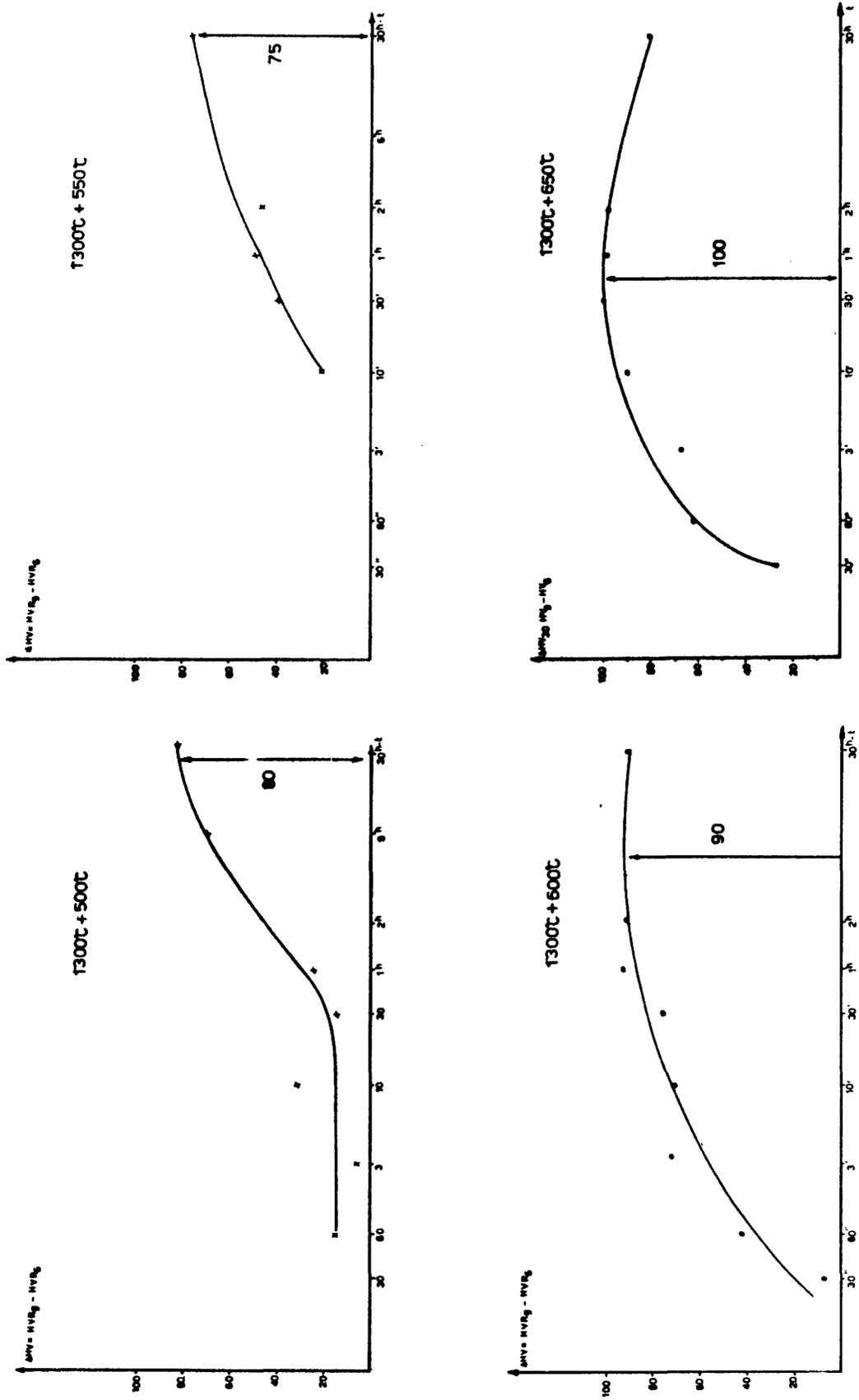


Fig. 12 — Variation du durcissement : $\Delta H_p = H_p R9 - H_p R6$ aux températures de revenu. Austénitisation : 30 mn à 1300 °C.

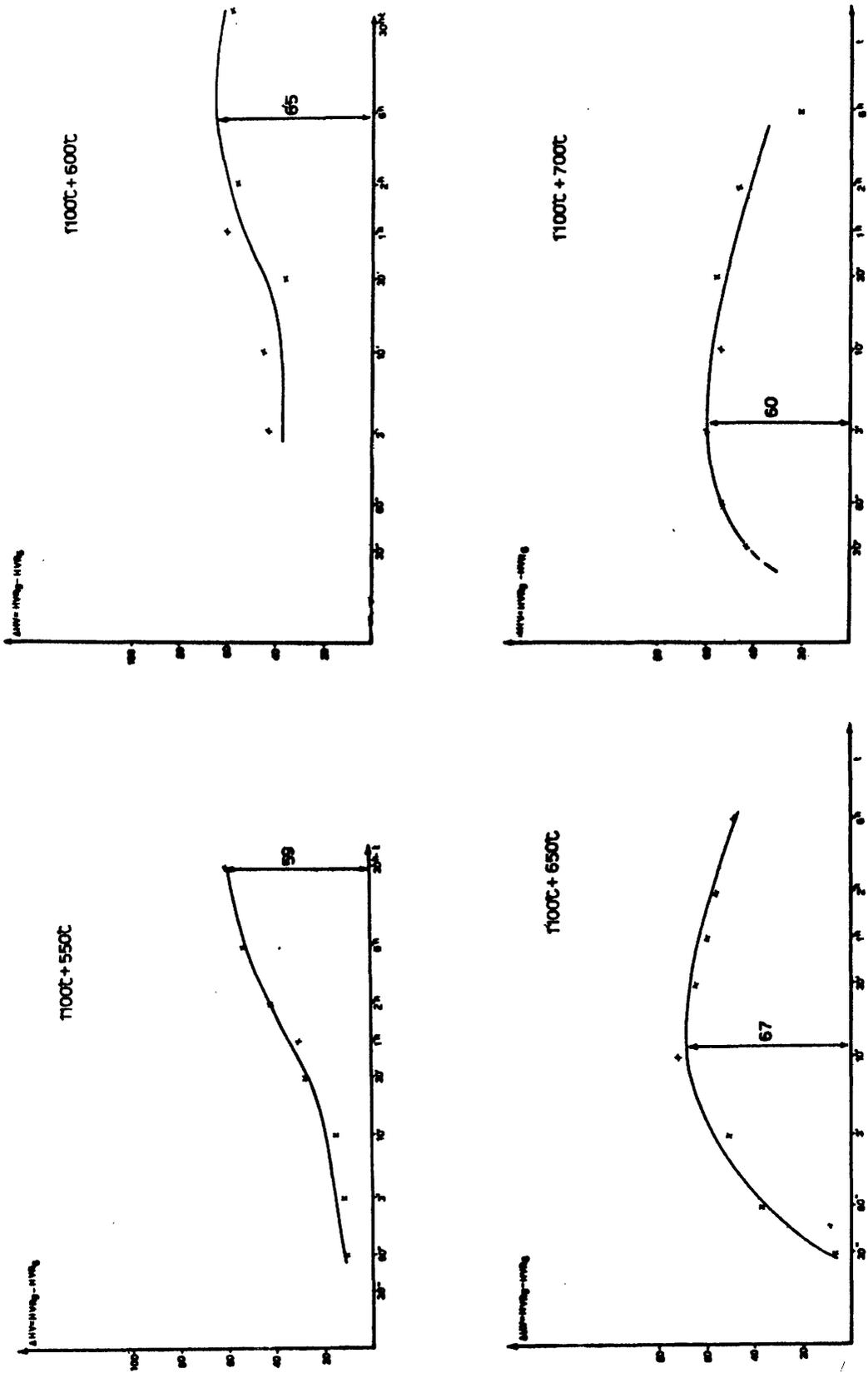
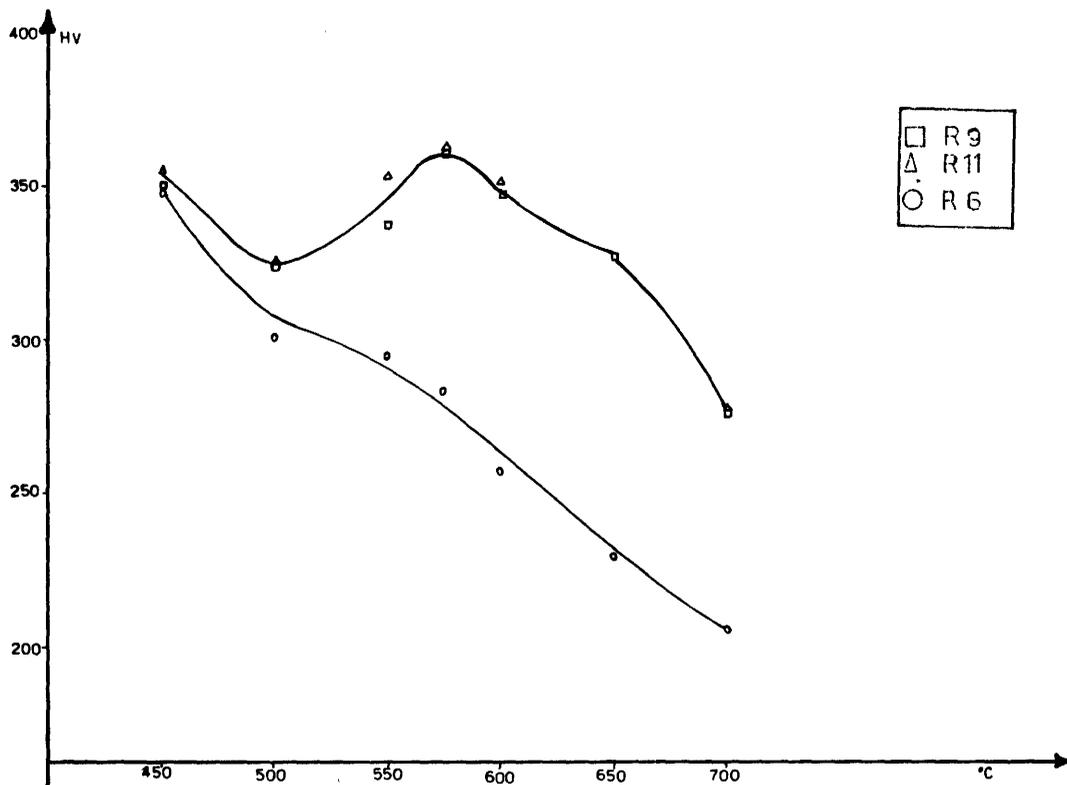
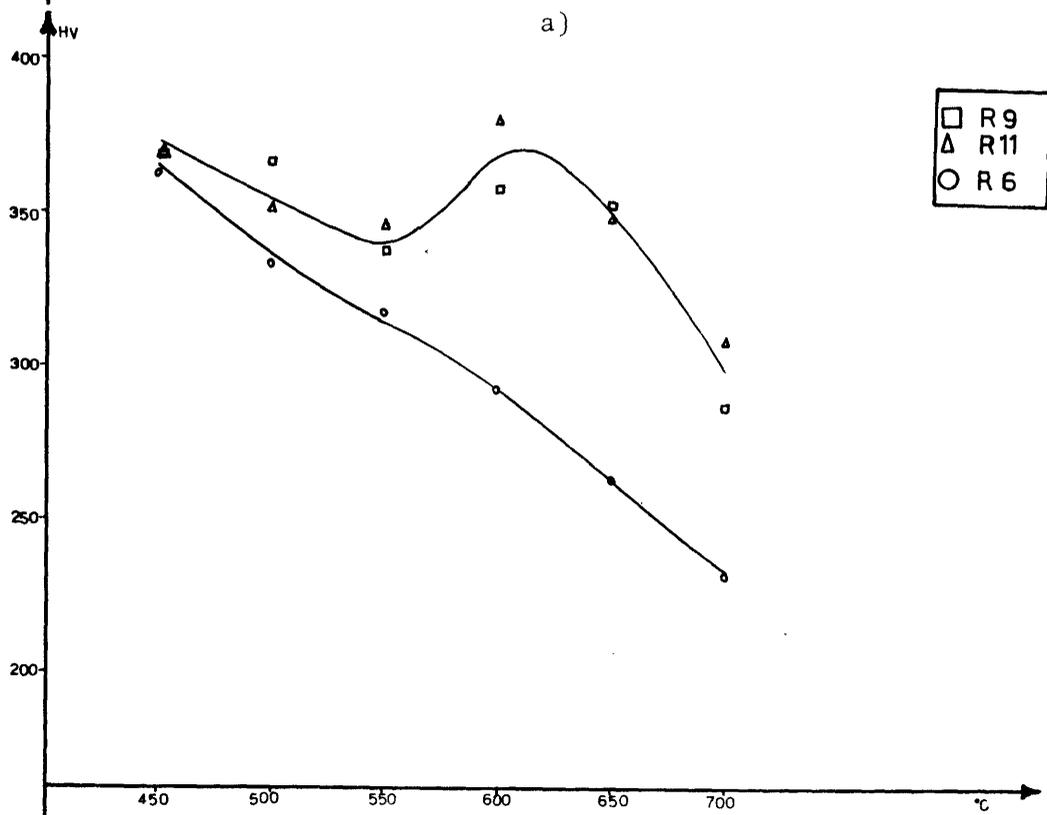


Fig. 13 — Variation du durcissement : $\Delta H_v = H_v R 9 - H_v R 6$ aux températures de revenu. Austénitisation : 30 mm à 1100 °C.



a)



b)

Fig. 14 — Effet de l'addition du niobium sur le durcissement secondaire des aciers R 6-R 9-R 11 après traitements de trempe et revenu. Austénitisation : 30 mn à 1300°C. Temps de maintien à la température de revenu : a) 10 mn; b) 2 h.

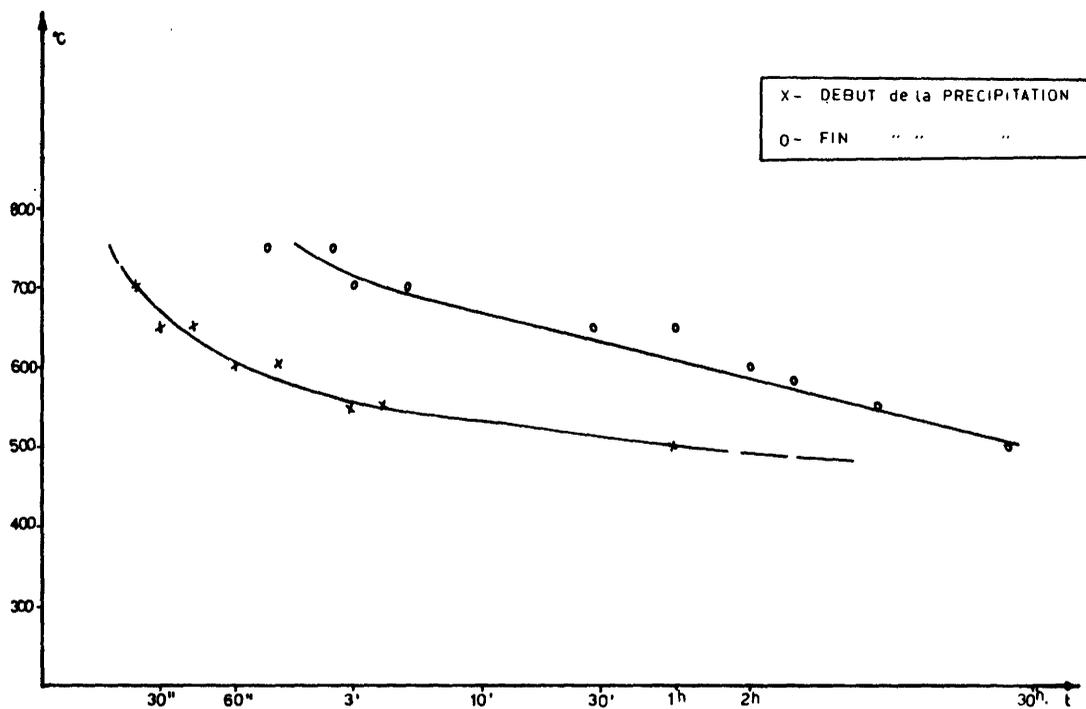


Fig. 15 — Courbes de précipitation du carbonitride de niobium dans la ferrite, au cours du revenu.

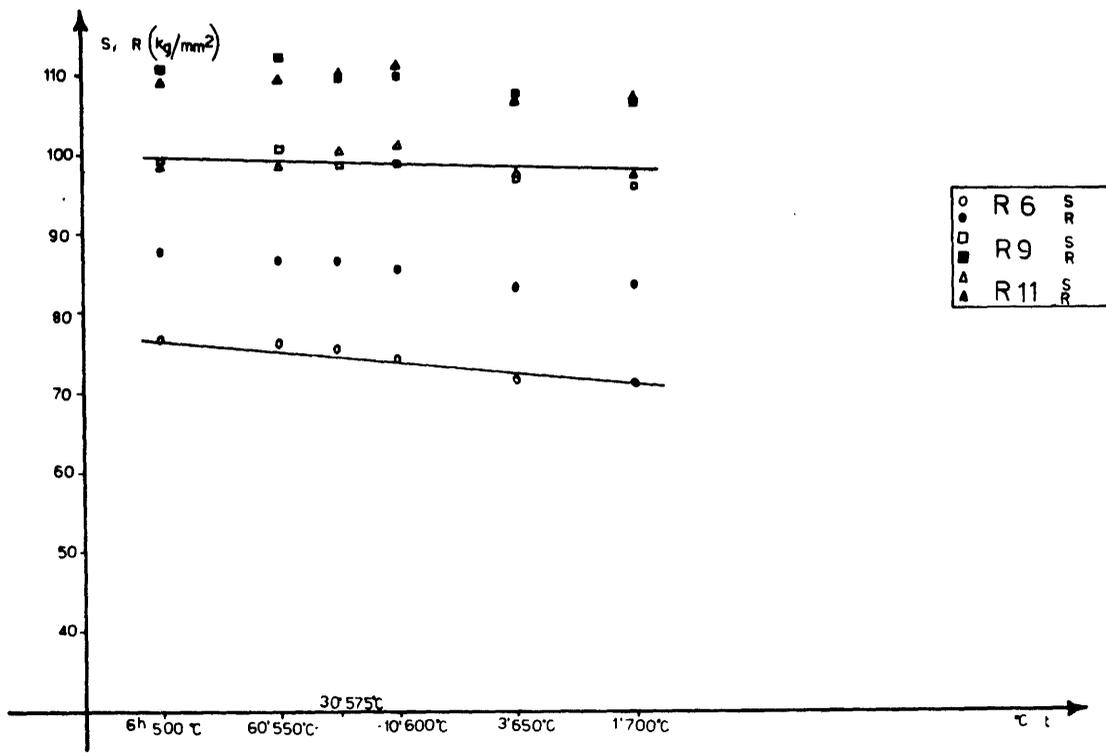


Fig. 16 — Valeurs de la limite élastique et de la charge de rupture aux pics de durcissement secondaire. Austénitisation : 30 mn à 1300°C.

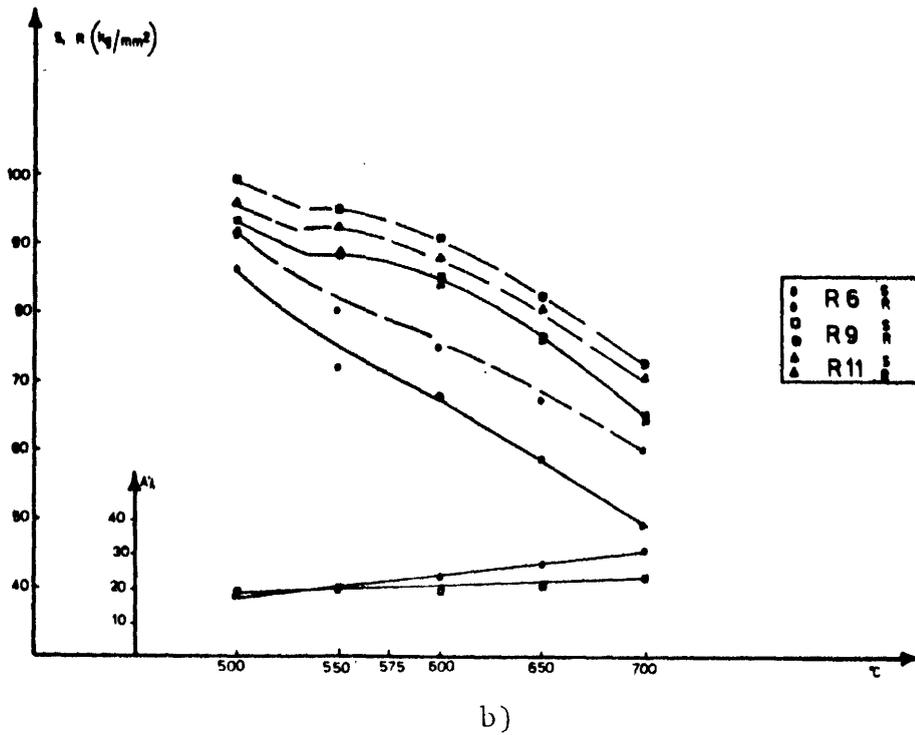
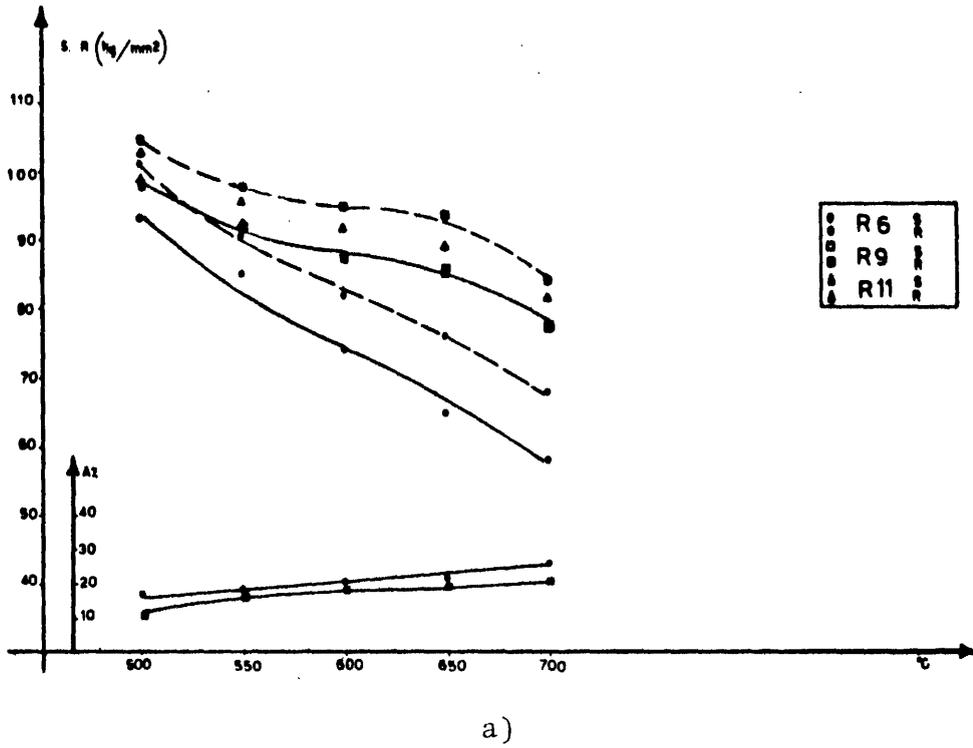


Fig. 17 — Variation de la limite élastique, de la charge de rupture et de l'allongement des aciers R 6-R 9-R 11 en fonction de la température de revenu. Austénitisation : 30 mn à 1300 °C/eau. Temps de maintien : a) 10 mn; b) 2 h.

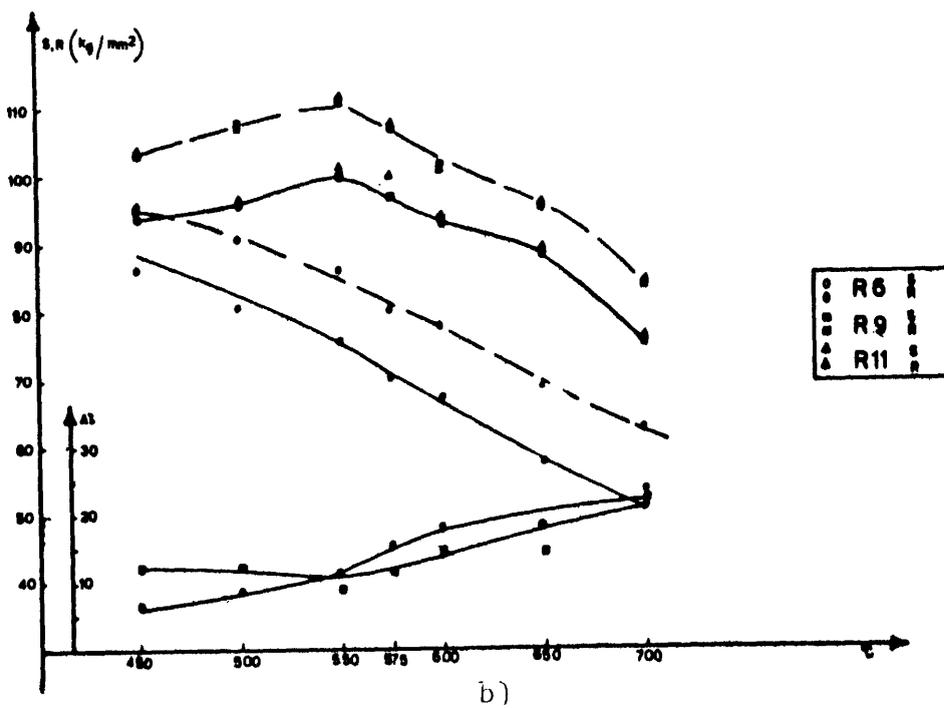
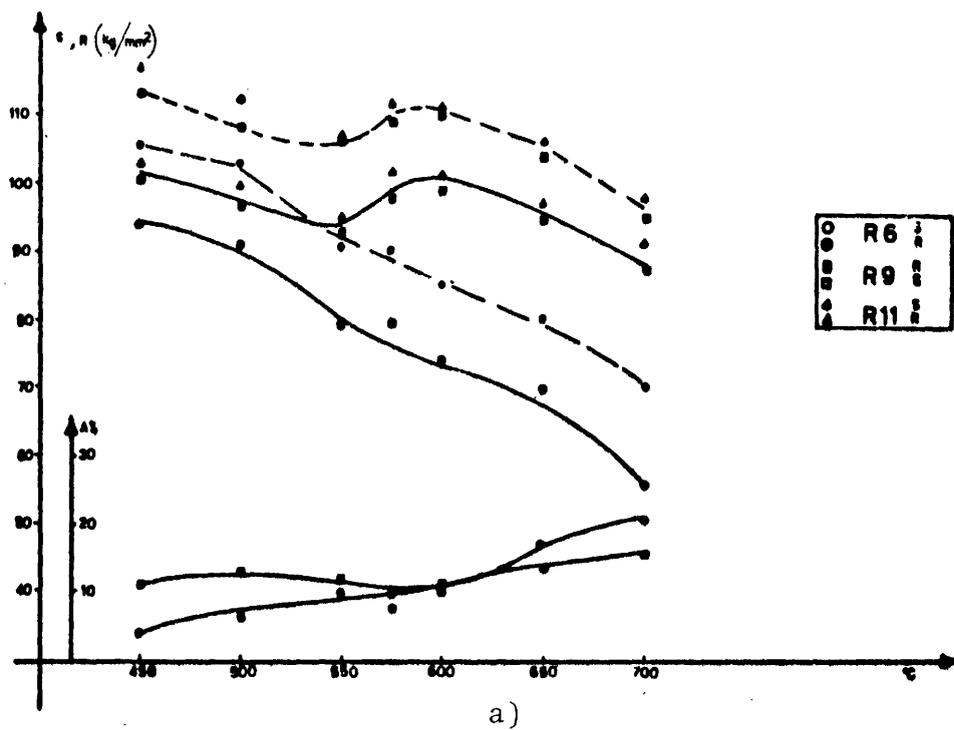


Fig. 18 — Variation de la limite élastique, de la charge de rupture et de l'allongement des aciers R 6-R 9-R 11 en fonction de la température de revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100°C/eau. Temps de maintien : a) 10 mn; b) 2 h.

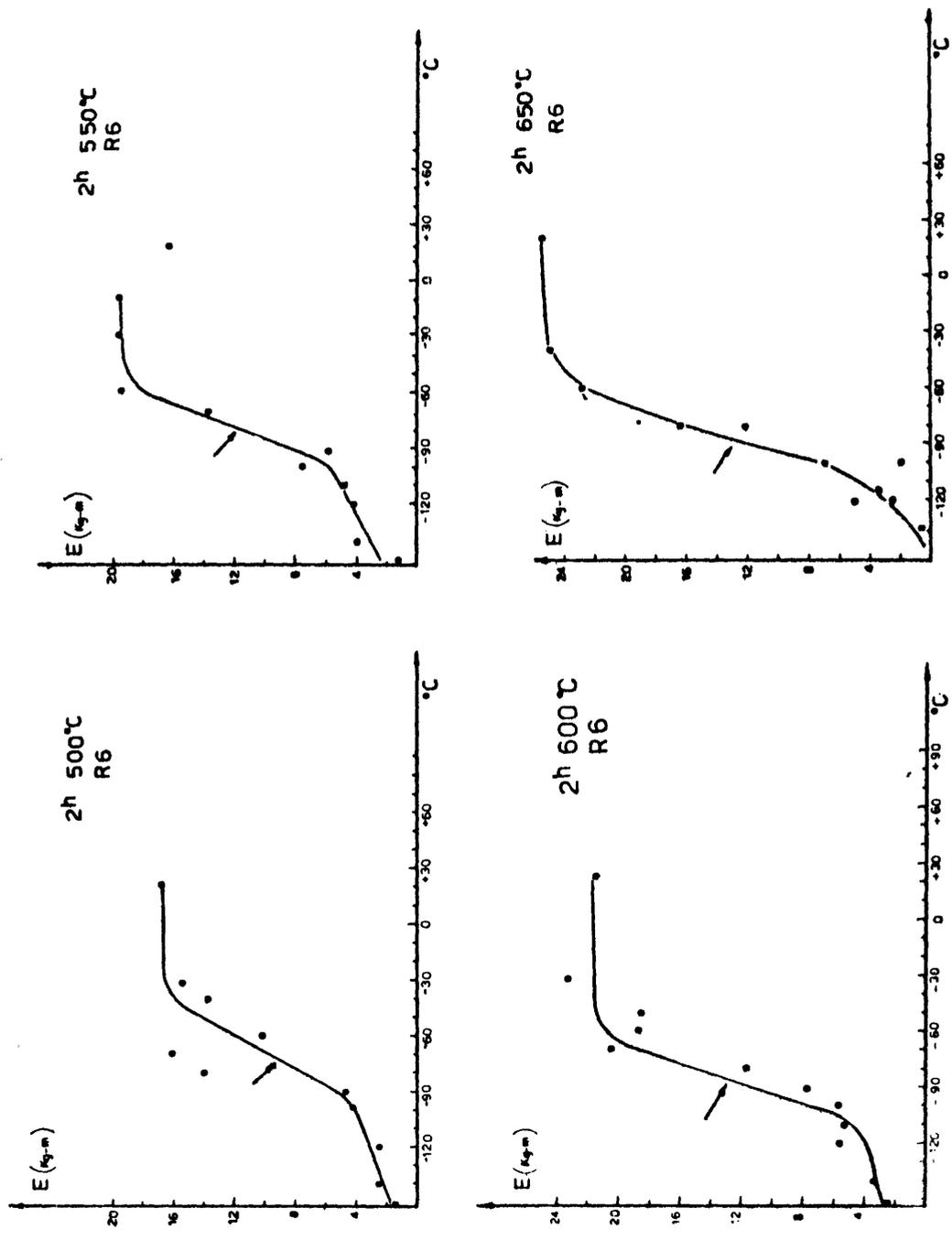


Fig. 19a — Courbes de transition « ductile-fragile » de l'acier R 6 après revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100 °C/eau.

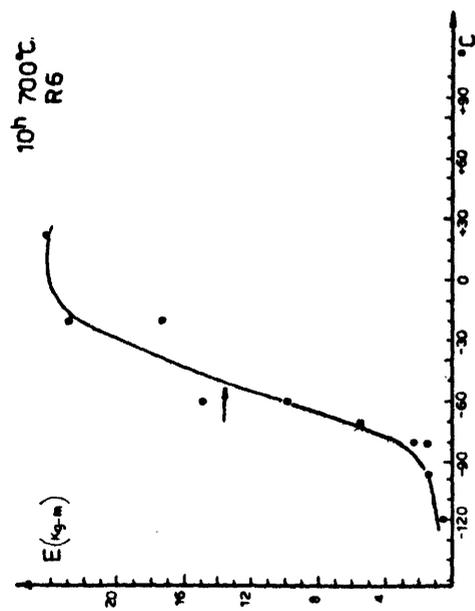
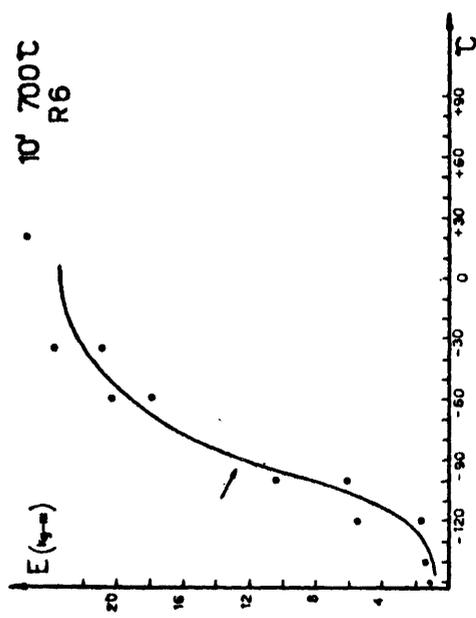
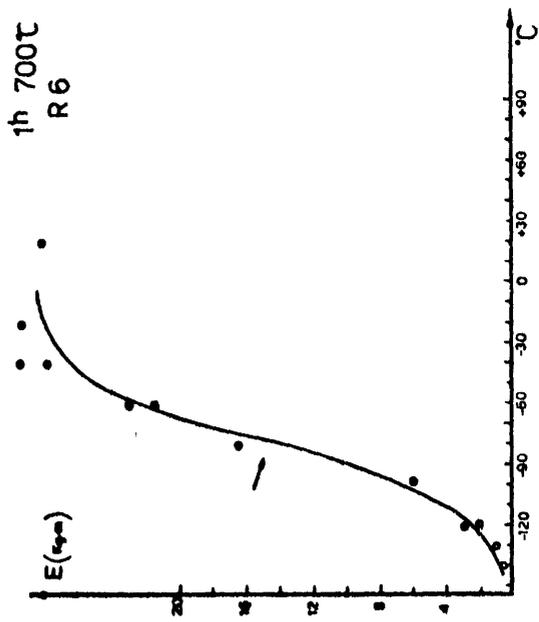


Fig. 19b — Courbes de transition « ductile-fragile » de l'acier R6 après revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100°C/eau.

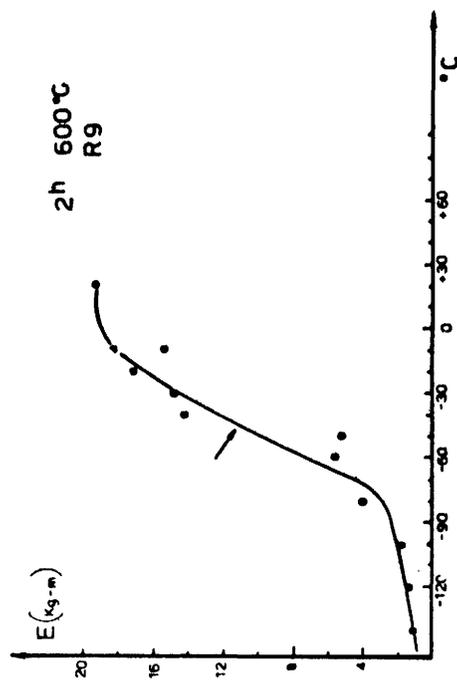
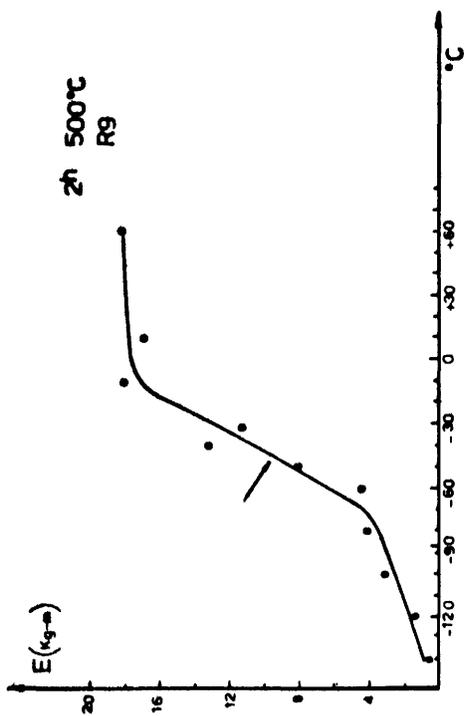
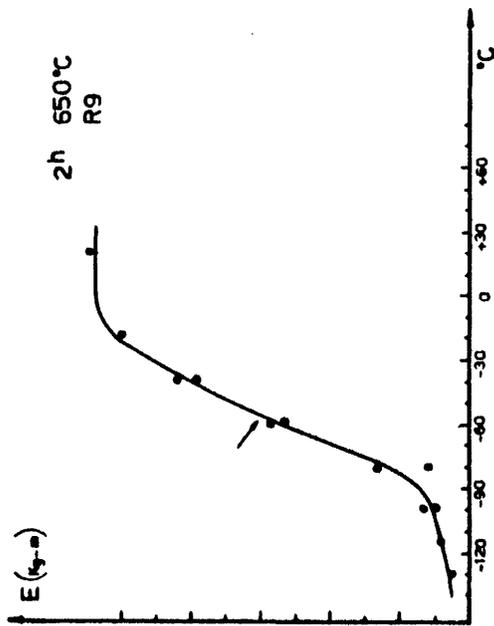
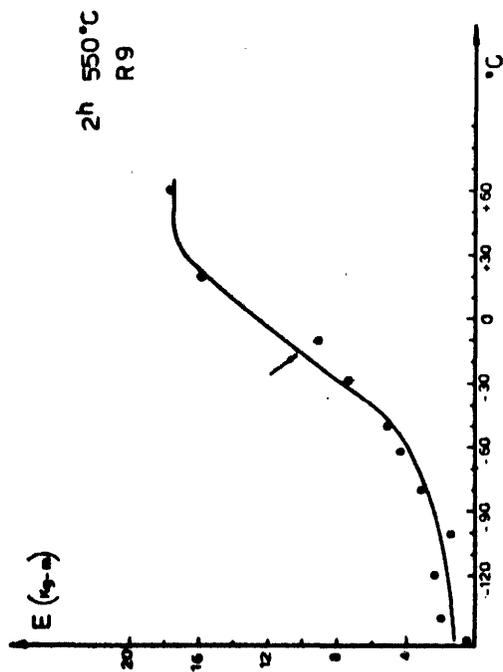


Fig. 20a — Courbes de transition « ductile-fragile » de l'acier R. 9 après revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100°C/eau.

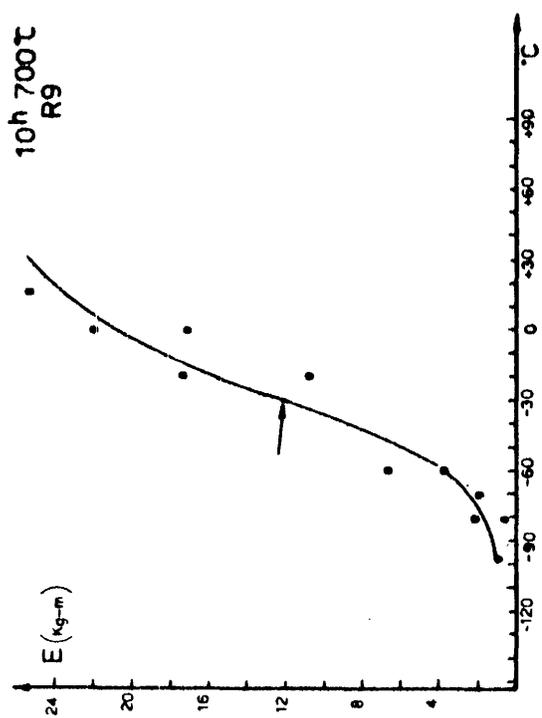
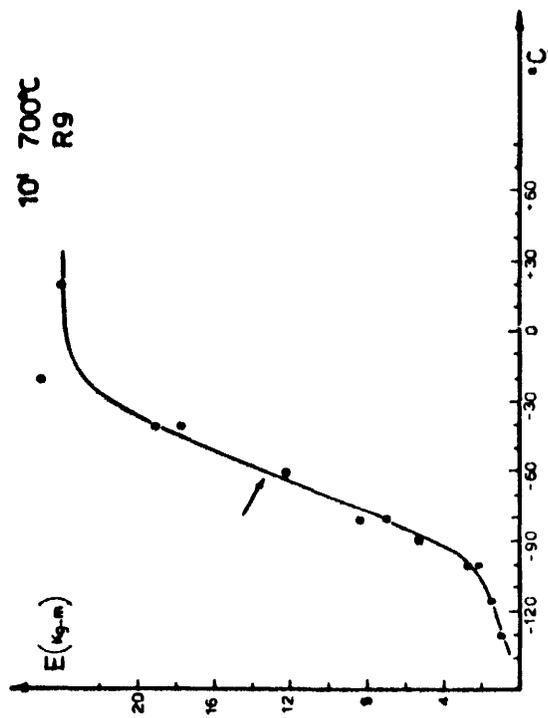
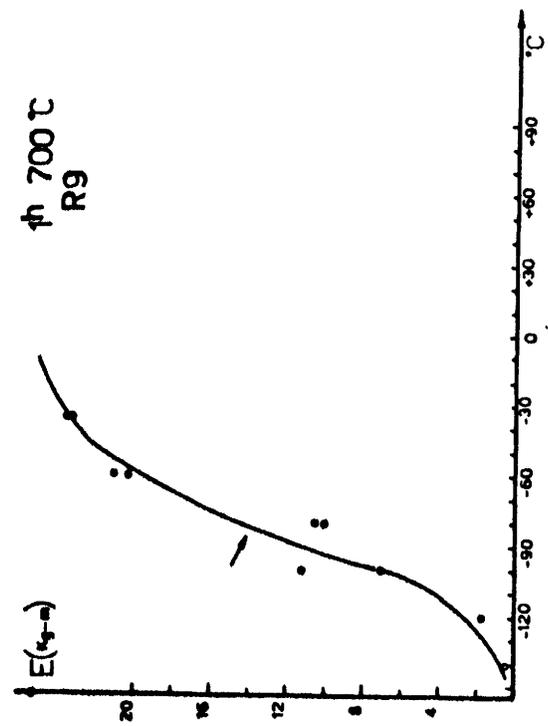


Fig. 20b — Courbes de transition « ductile-fragile » de l'acier R.9 après revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100 °C/eau.

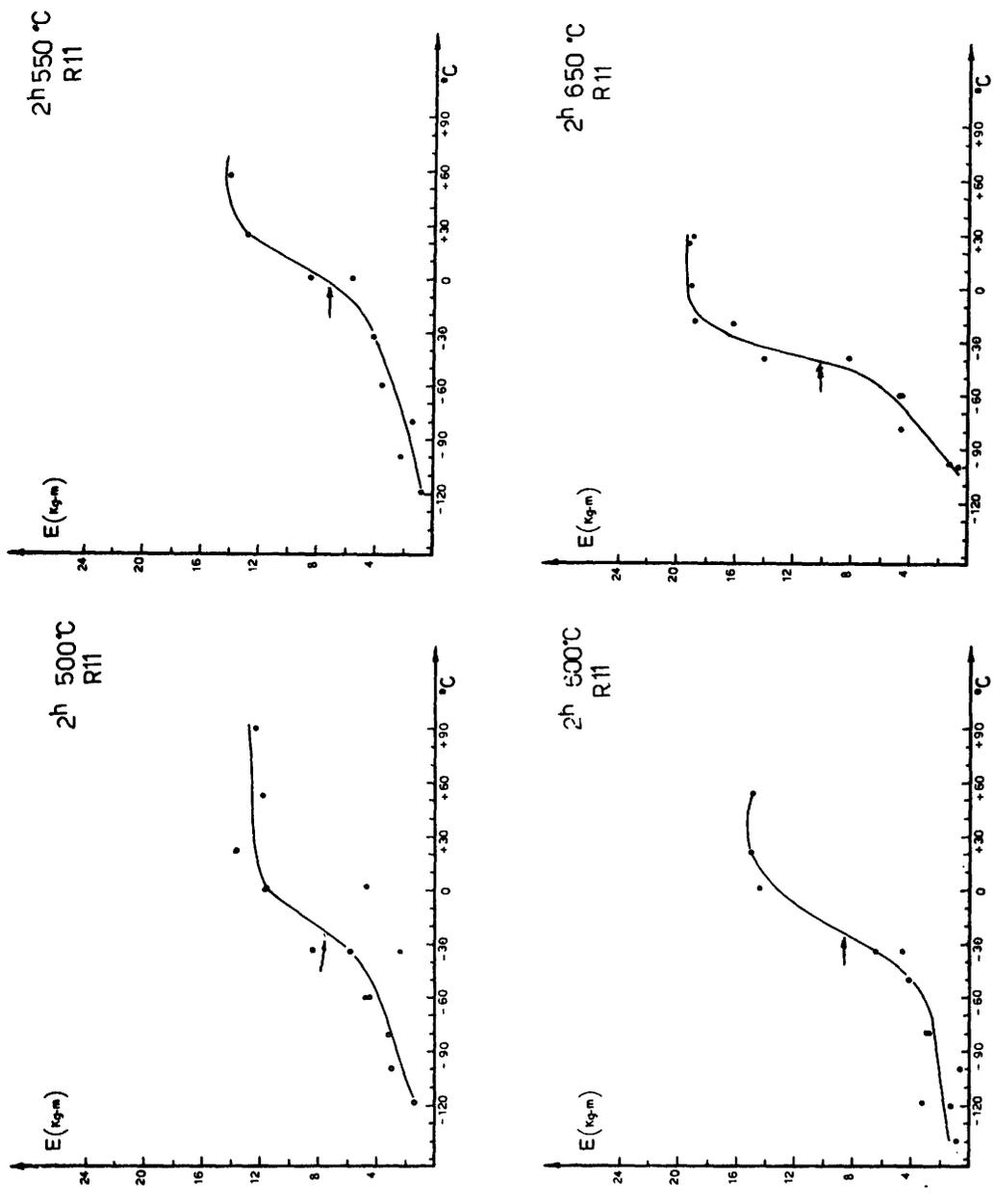


Fig. 21a — Courbes de transition « ductile-fragile » de l'acier R 11 après revenu. Austénitisation : 30 mn à 1100°C/eau.

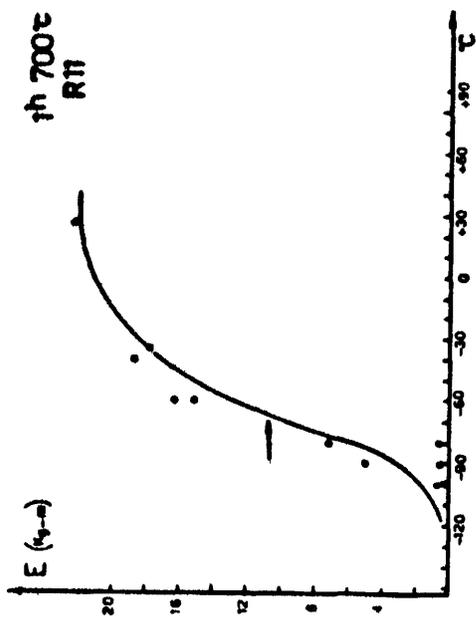


Fig. 21b — Courbes de transition « ductile-fragile » de l'acier R 11 après revenu.
Austénitisation : 30 mn à 1100 $^{\circ}\text{C}/\text{eau}$.

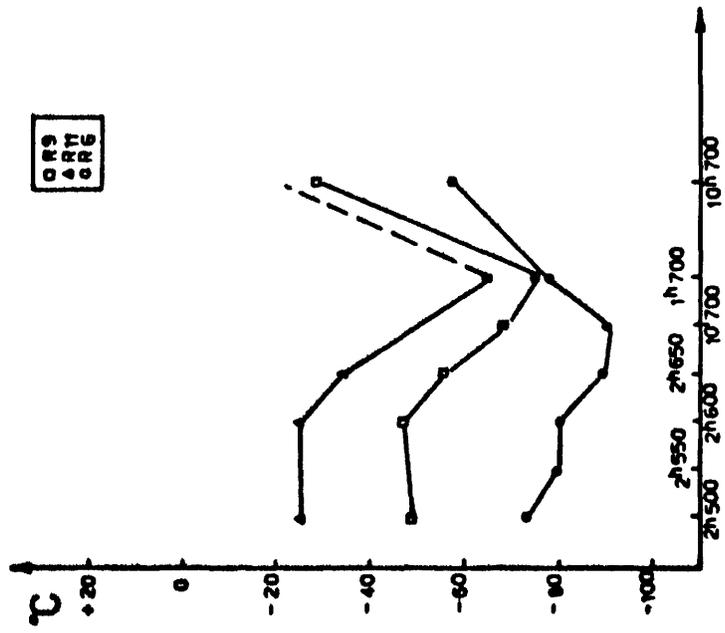
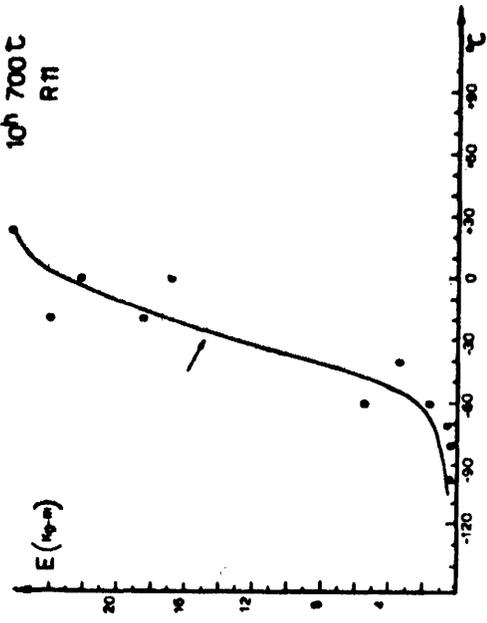


Fig. 22 — Évolution de la température de transition en fonction du traitement de revenu.

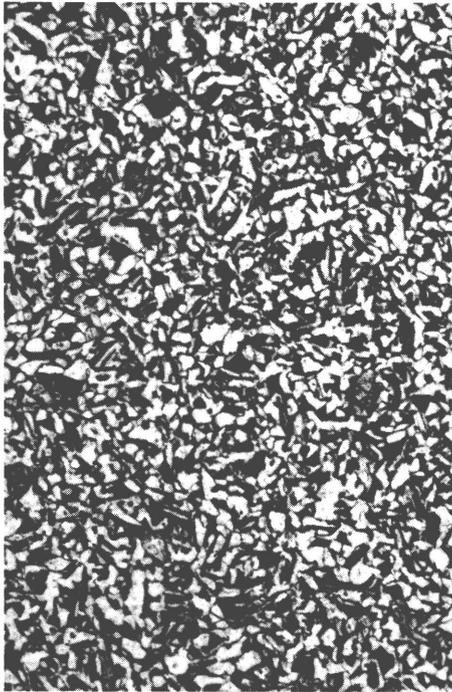


Fig. 1 - Brut de laminage 100:1

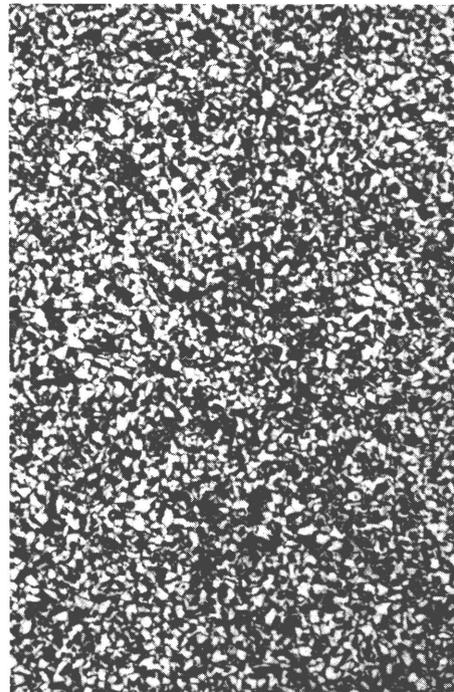


Fig. 2 - 950 °C - 30 mn/air 100:1

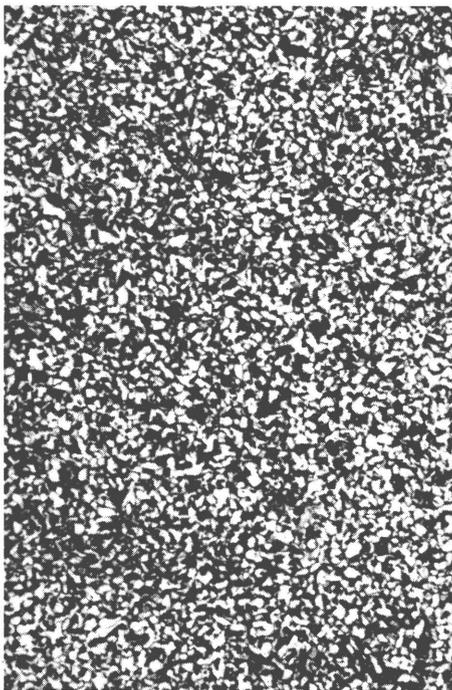


Fig. 3 - 950 °C - 30 mn/air 100:1
+ 600 °C - 60 mn/air

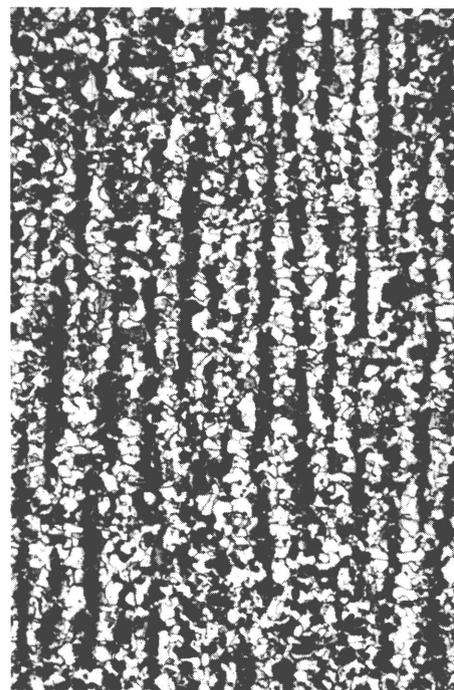


Fig. 4 - 950 °C - 30 mn/four 100:1

PLANCHE I - COULÉE R 2

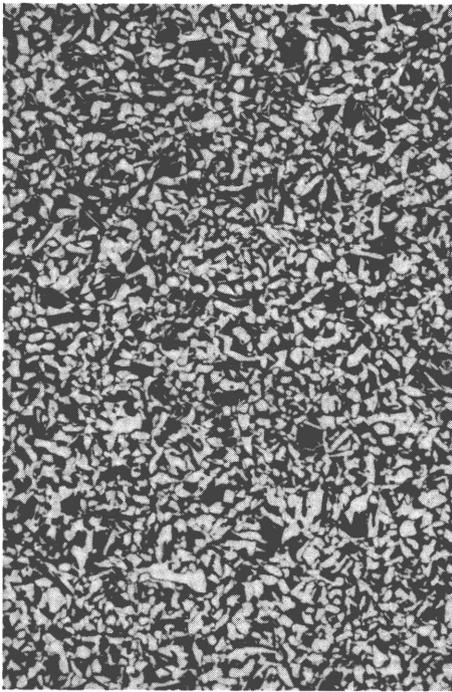


Fig. 1 - Brut de laminage 100:1

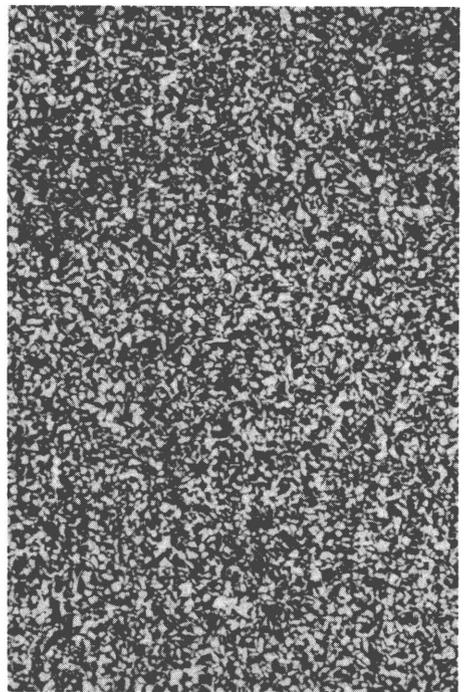


Fig. 2 - 950 °C - 30 mn/air 100:1

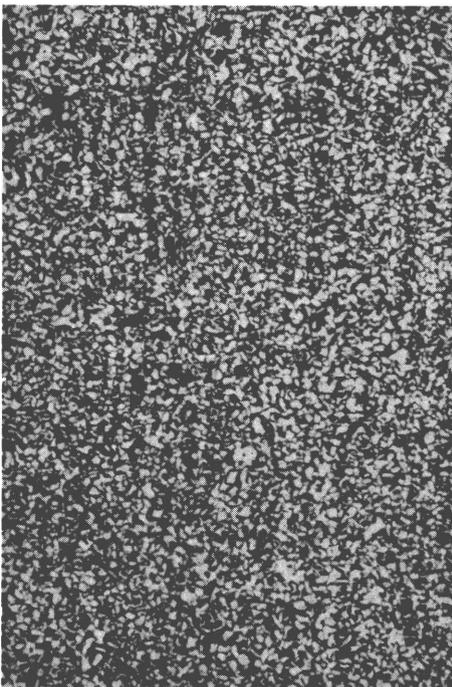


Fig. 3 - 950 °C - 30 mn/air 100:1
+ 600 °C - 60 mn/air

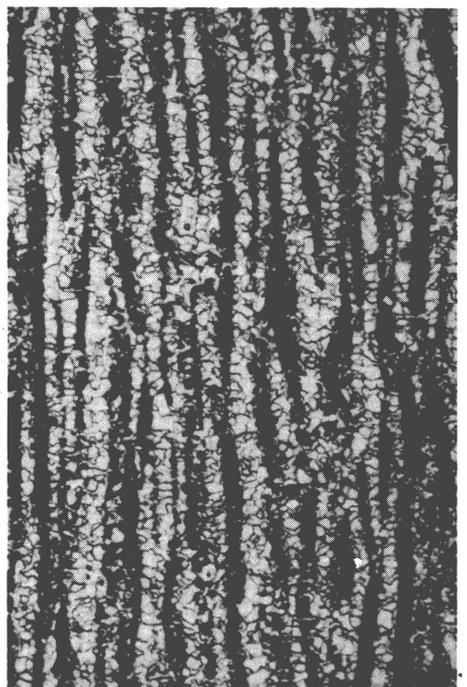


Fig. 4 - 950 °C - 30 mn/four 100:1

PLANCHE II - COULÉE R5

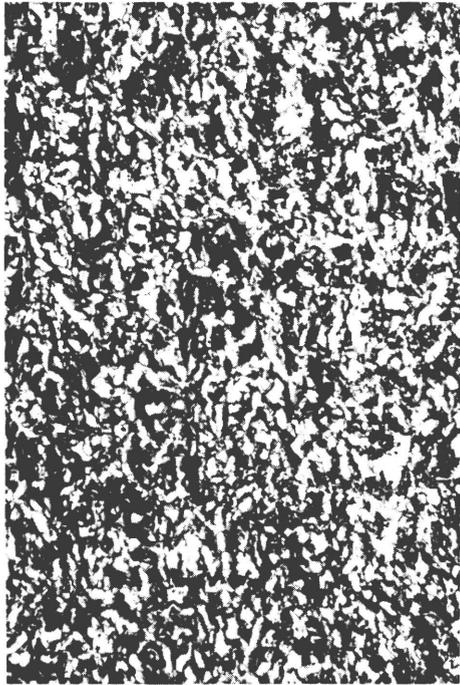


Fig. 1 - Brut de laminage 100:1

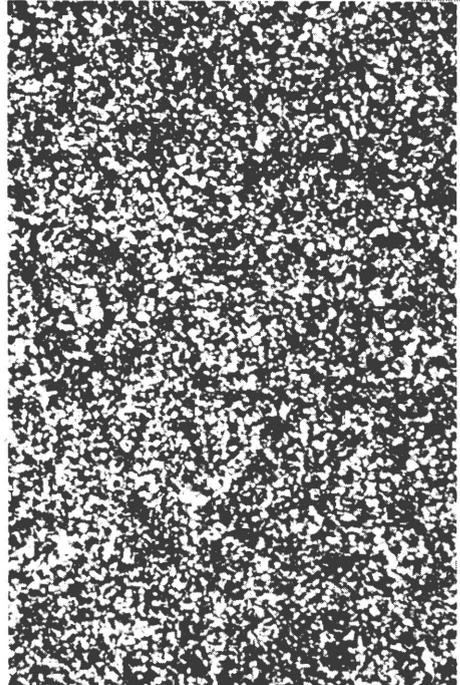


Fig. 2 - 950 °C - 30 mn/air 100:1

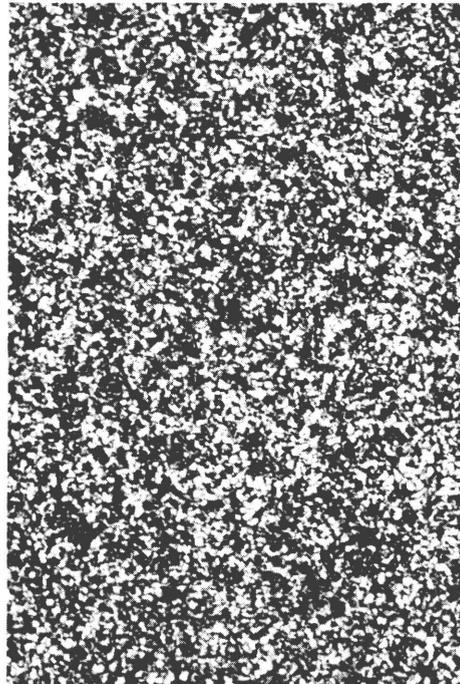


Fig. 3 - 950 °C - 30 mn/air 100:1
+ 600 °C - 60 mn/air



Fig. 4 - 950 °C - 30 mn/four 100:1

PLANCHE III - COULÉE R7

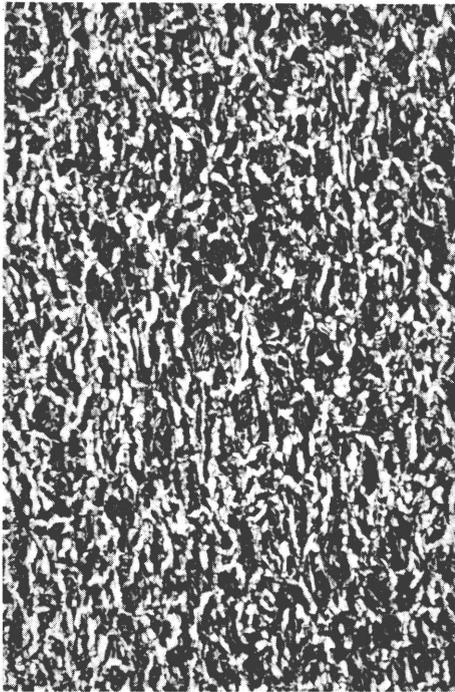


Fig. 1 - Brut de laminage 100:1

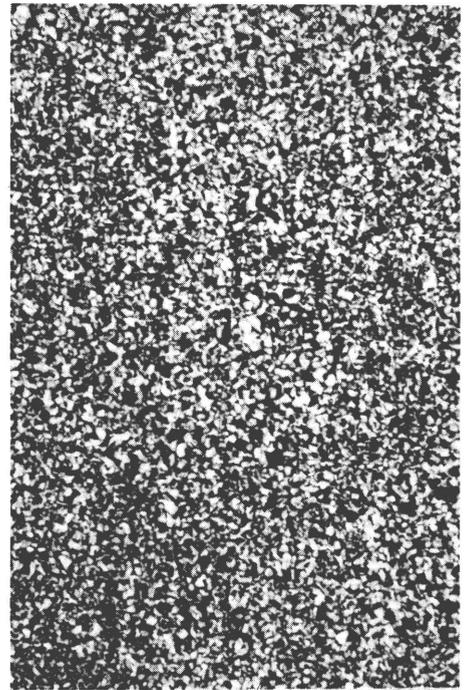


Fig. 2 - 950 °C - 30 mn/air 100:1

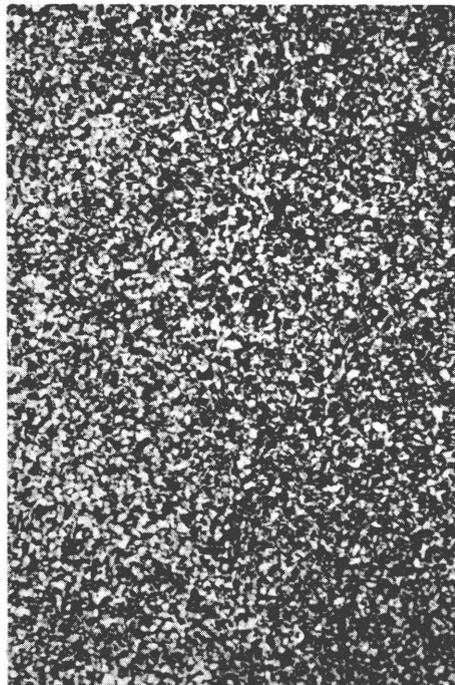


Fig. 3 - 950 °C - 30 mn/air 100:1
+ 600 °C - 60 mn/air

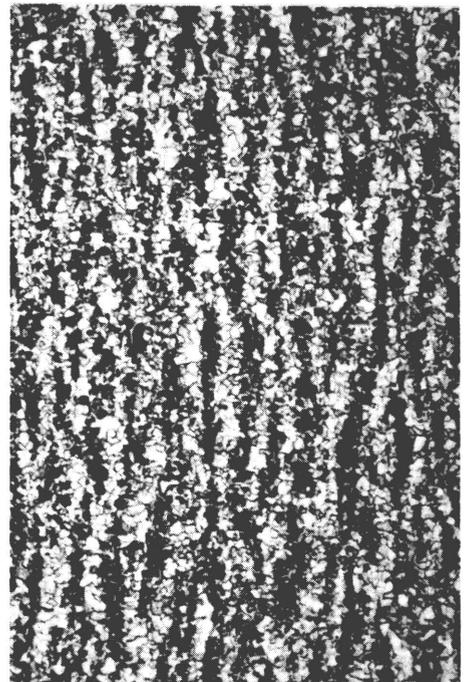


Fig. 4 - 950 °C - 30 mn/four 100:1

PLANCHE IV - COULÉE R12

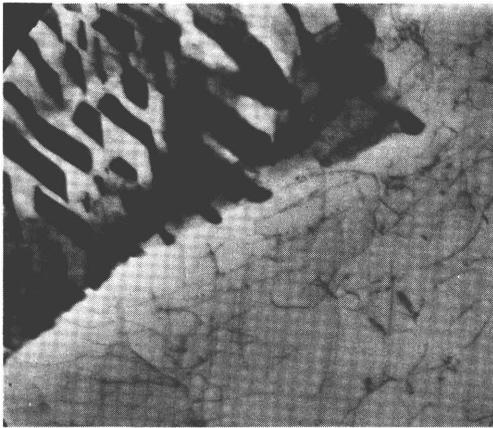


Fig. 1 - R 6

20 000:1

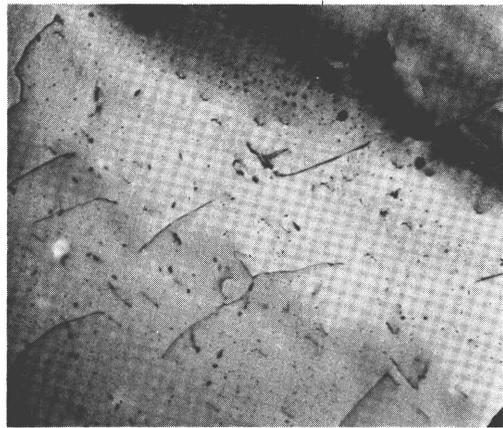


Fig. 2 - R 11

20 000:1

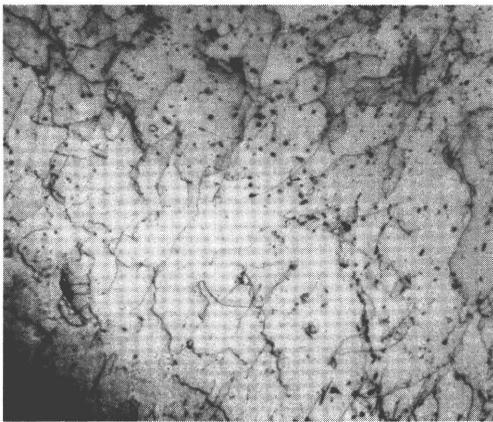


Fig. 3 - R 11

20 000:1

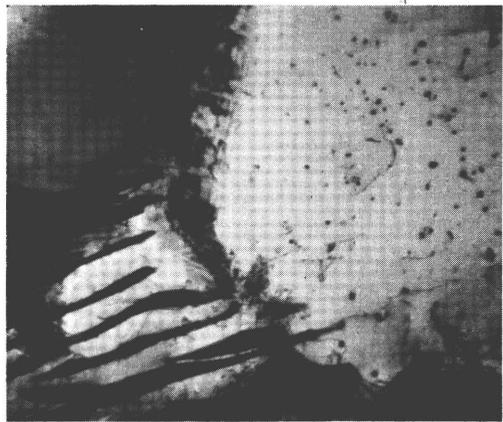


Fig. 4 - R 11

40 000:1

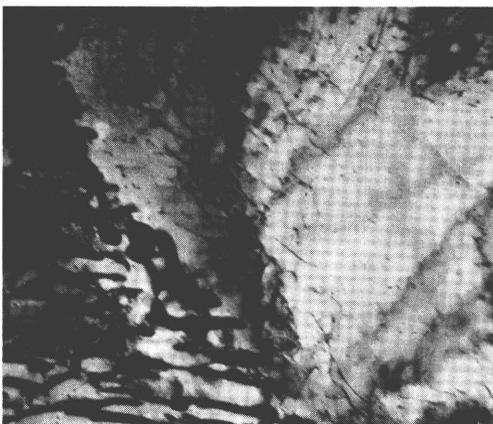


Fig. 5 - R 9

20 000:1



Fig. 6 - R 9 - C.S.

20 000:1

PLANCHE V

ACIER BRUT DE LAMINAGE

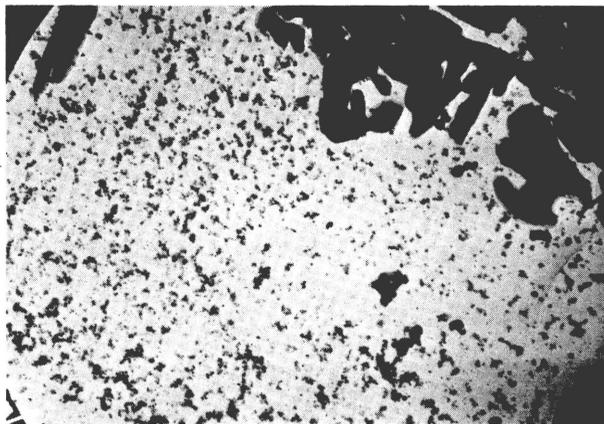


Fig. 1

20 000:1

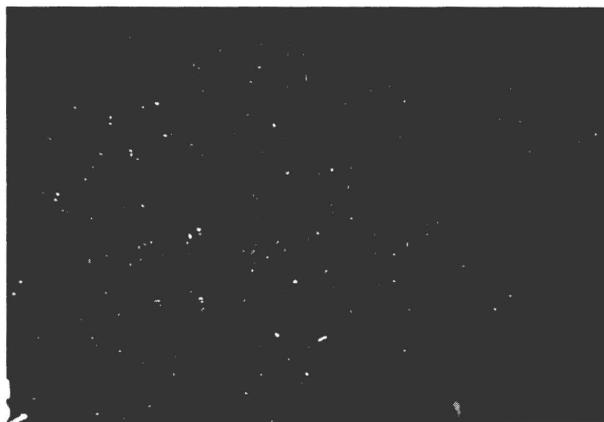


Fig. 2 - N.B.C. - Diffraction

20 000:1

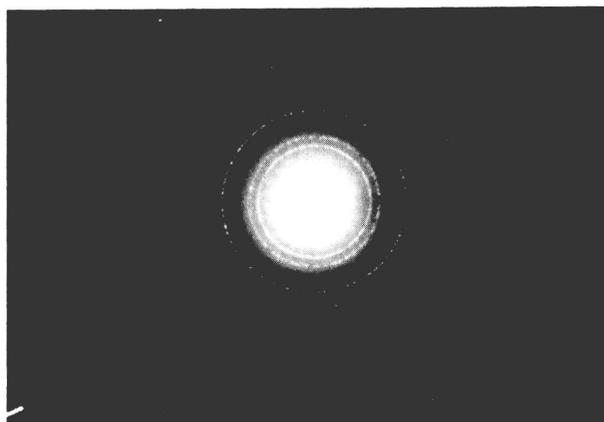


Fig. 3 - c.o.

20 000:1

PLANCHE VI - COULÉE R9

ACIER BRUT DE LAMINAGE - RÉPLIQUE D'EXTRACTION



Fig. 1 - R 6 - 30 mn - 1100 °C 20 000:1

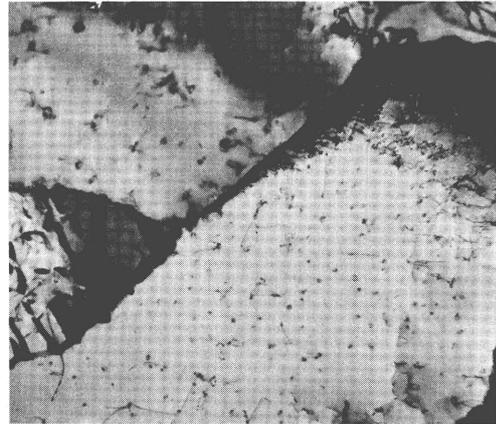


Fig. 2 - R 6 - 30 mn - 1100 °C 15 000:1

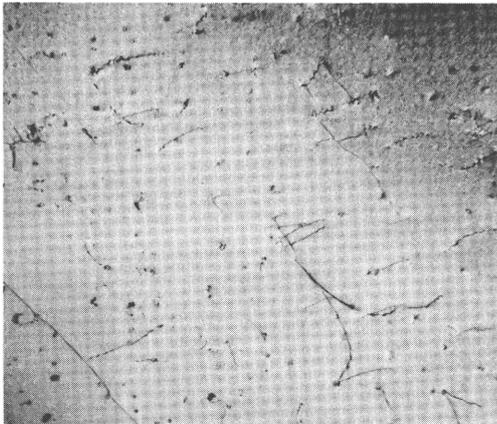


Fig. 3 - R 6 - 30 mn - 1100 °C 20 000:1

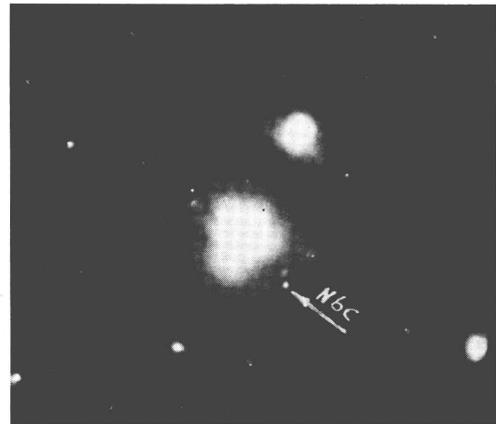


Fig. 4 - R 9 - 30 mn - 1100 °C 20 000:1

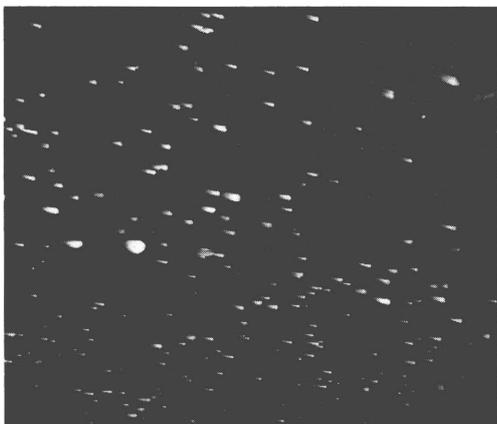


Fig. 5 - R 9 - 30 mn - 1100 °C 20 000:1

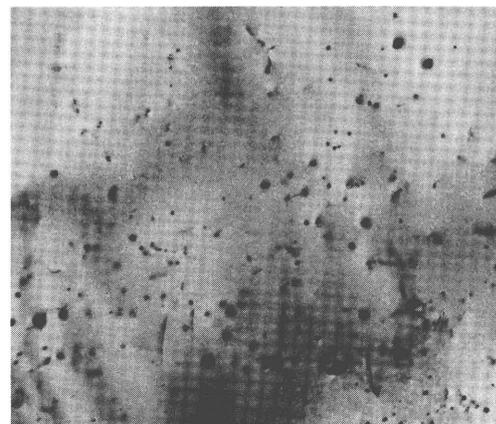


Fig. 6 - R 9 - 30 mn - 1100 °C 20 000:1

PLANCHE VII

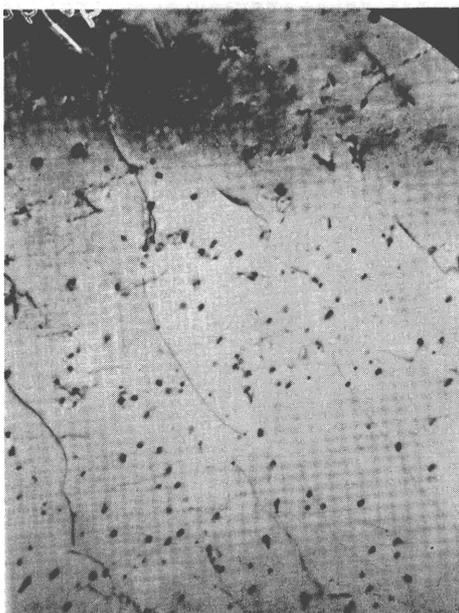


Fig. 1

20 000:1

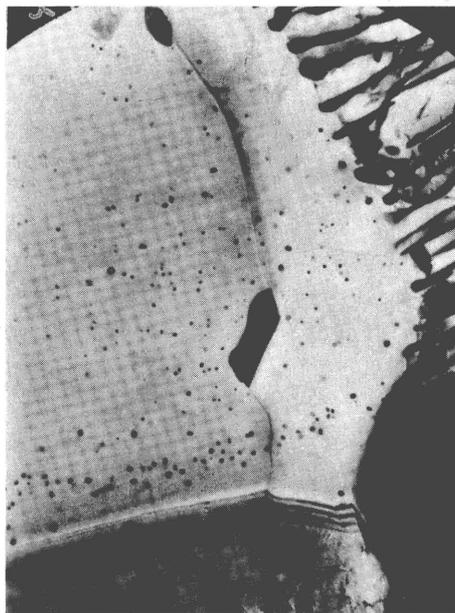


Fig. 2

20 000:1

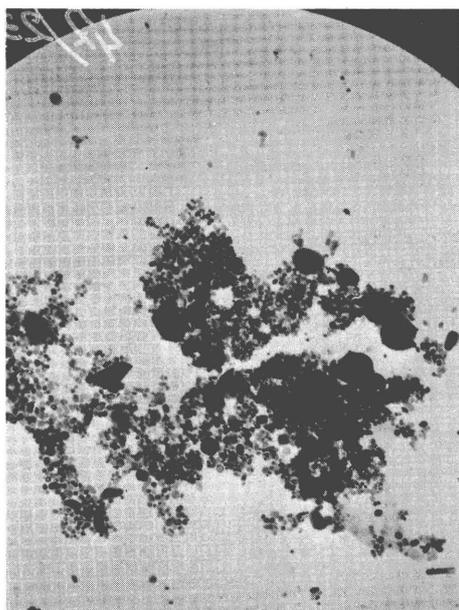


Fig. 3

20 000:1

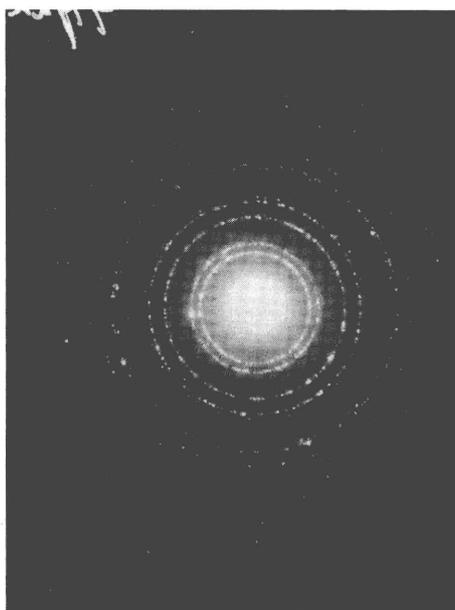


Fig. 4 - N.B.C. (N)

20 000:1

PLANCHE VIII

COULÉE R11 - 30 mn - 1100 °C

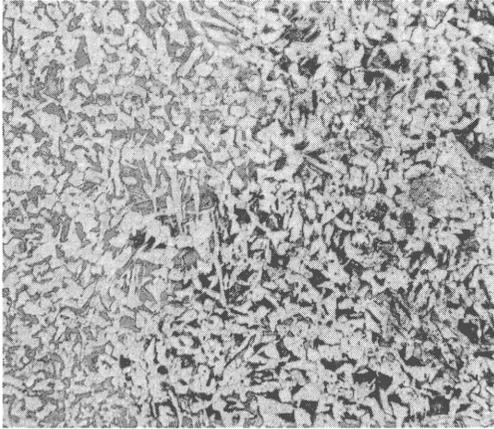


Fig. 1 - R 6 - 20 °C 100:1

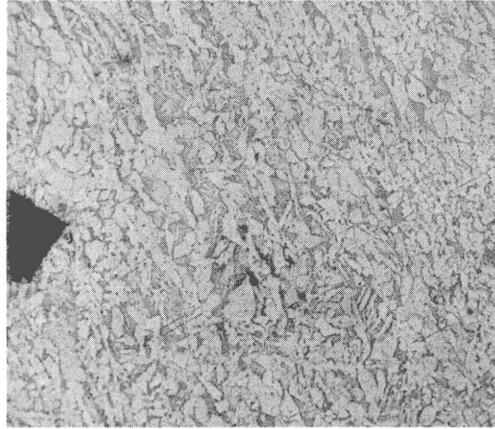


Fig. 2 - R 11 - 20 °C 100:1

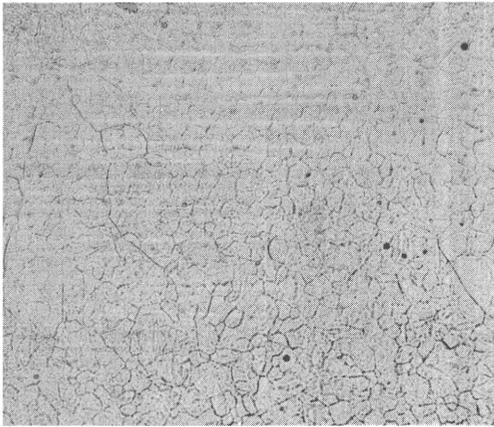


Fig. 3 - R 6 - 5 mn - 1050 °C 100:1

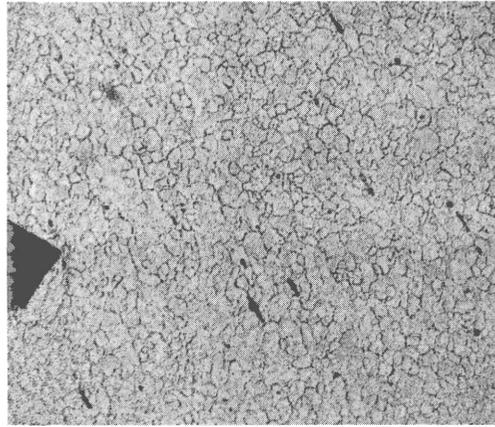


Fig. 4 - R 11 - 5 mn - 1125 °C 100:1

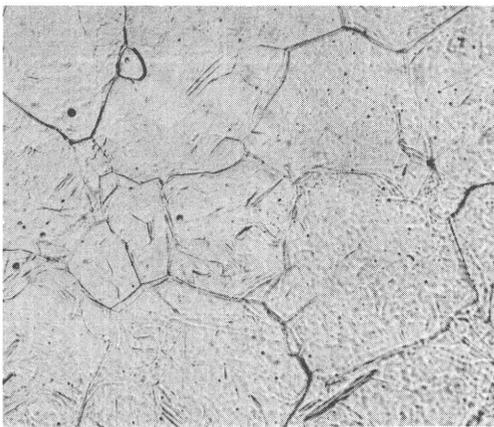


Fig. 5 - R 6 - 60 mn - 1050 °C 100:1

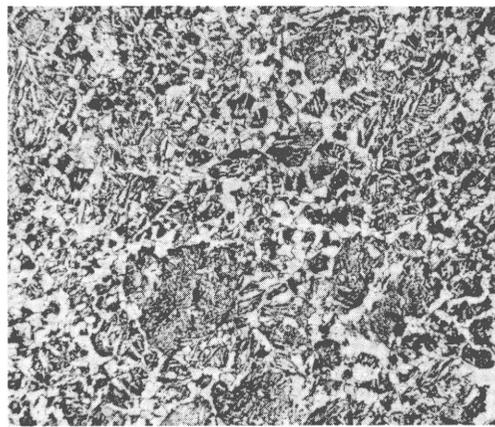
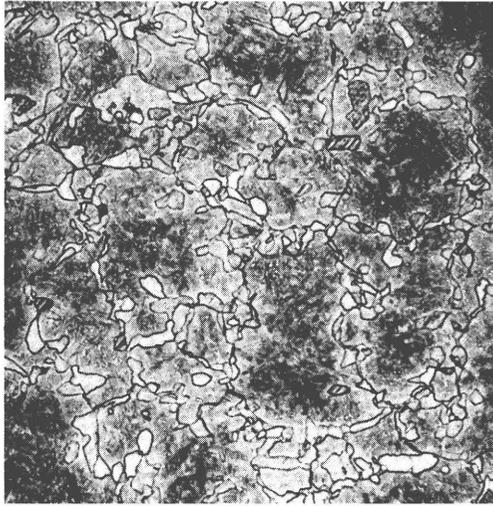
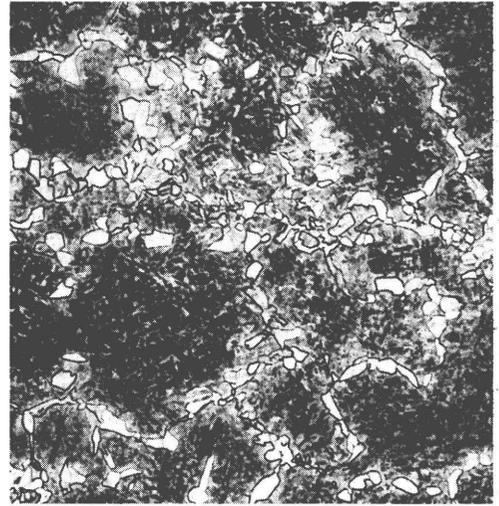


Fig. 6 - R 11 - 60 mn - 1125 °C 100:1

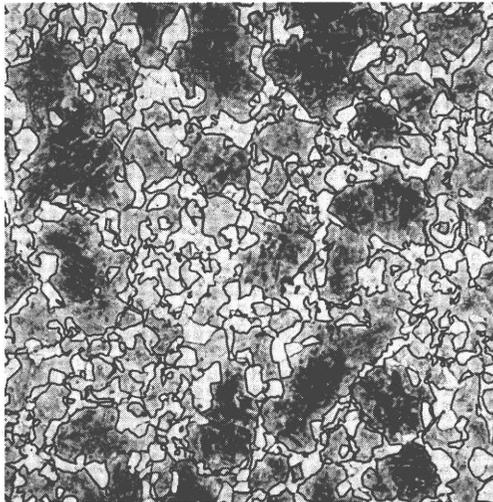
PLANCHE IX



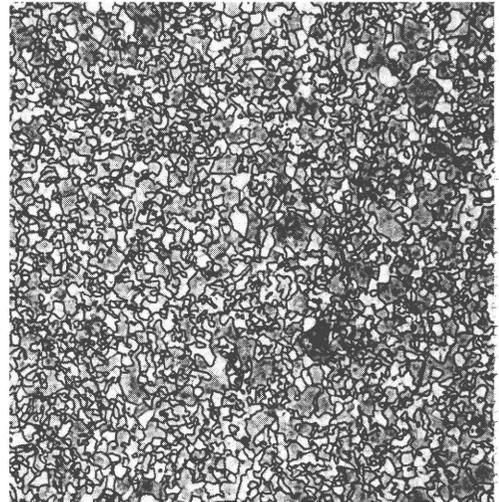
R 6 100:1
30 mn 1100 °C
 $d = 150 \mu$



R 6 100:1
30 mn 1050 °C
 $d = 150 \mu$



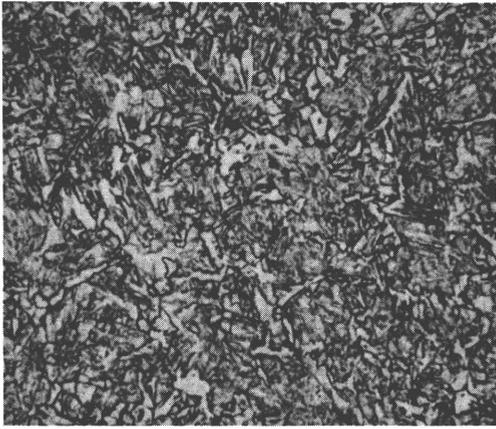
R 11 100:1
30 mn 1100 °C
 $d = 85 \mu$



R 11 100:1
30 mn 1050 °C
 $d = 30 \mu$

PLANCHE X

*MISE EN ÉVIDENCE DES CONTOURS DE GRAINS AUSTÉNIQUES,
PAR LA FORMATION DE FERRITE PROEUTECTOÏDE*



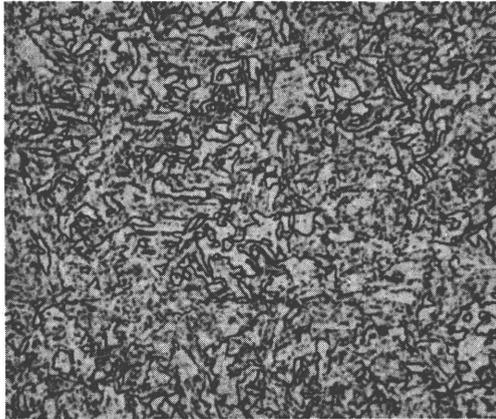
R 6 - 2 h - 500 °C

500:1



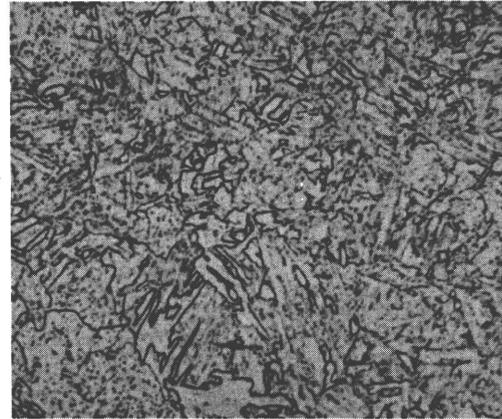
R 9 - 2 h - 500 °C

500:1



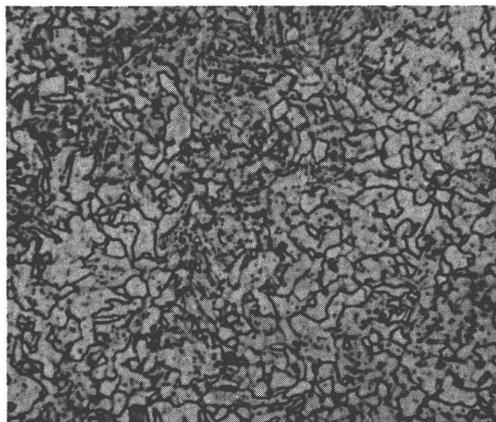
R 6 - 1 h - 700 °C

500:1



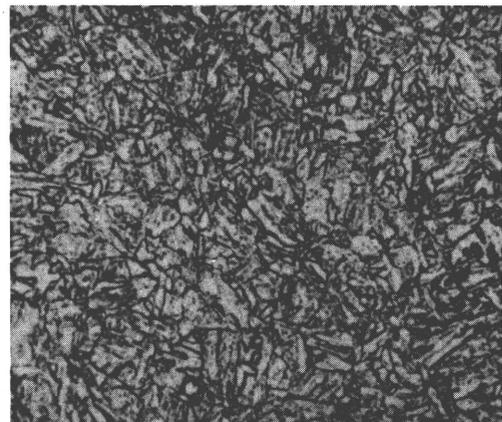
R 11 - 1 h - 700 °C

500:1



R 6 - 10 h - 700 °C

500:1



R 11 - 10 h - 700 °C

500:1

PLANCHE XI

ÉVOLUTION DE LA STRUCTURE APRÈS REVENU - AUSTÉNITISATION 1/2 h à 1100°C



Fig.1 - 1300 °C + 2 h. 600 °C

40 000:1

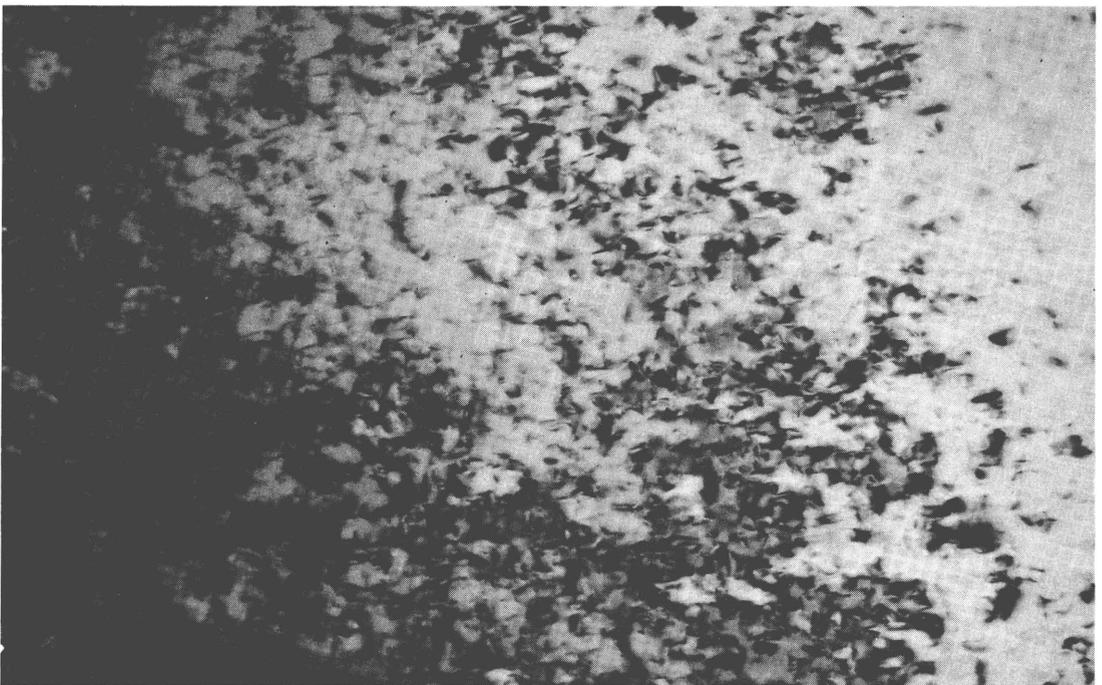


Fig.2 - 1300 °C + 2 h 600 °C

40 000:1

PLANCHE XII - COULÉE R9

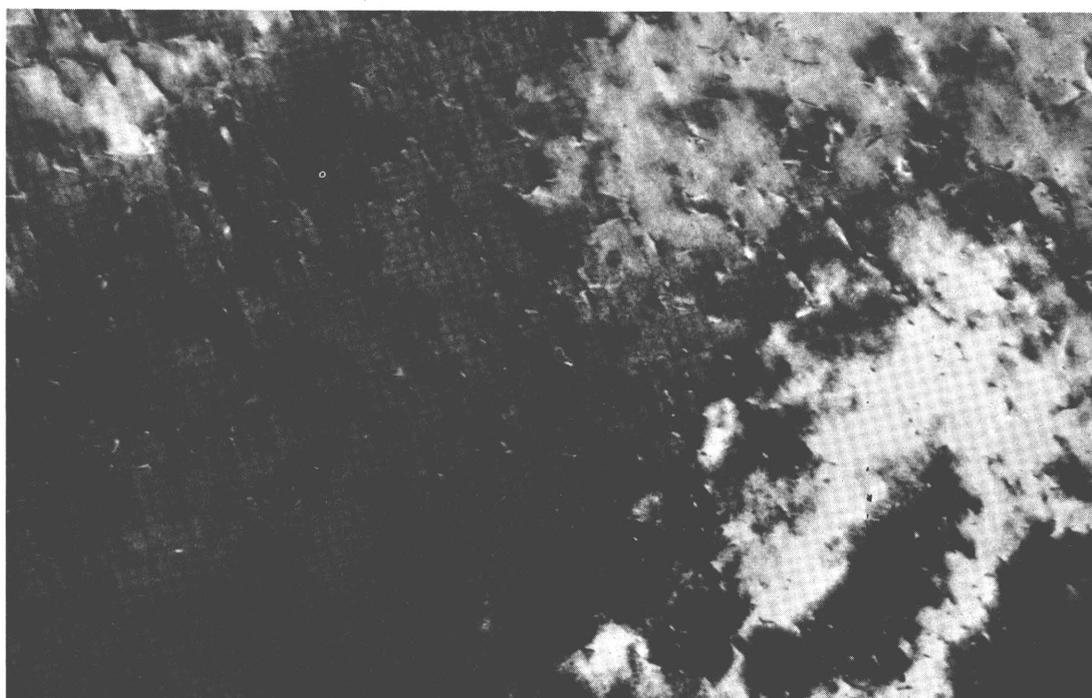


Fig. 1 - 1300 °C + 2 h 650 °C

82 000:1

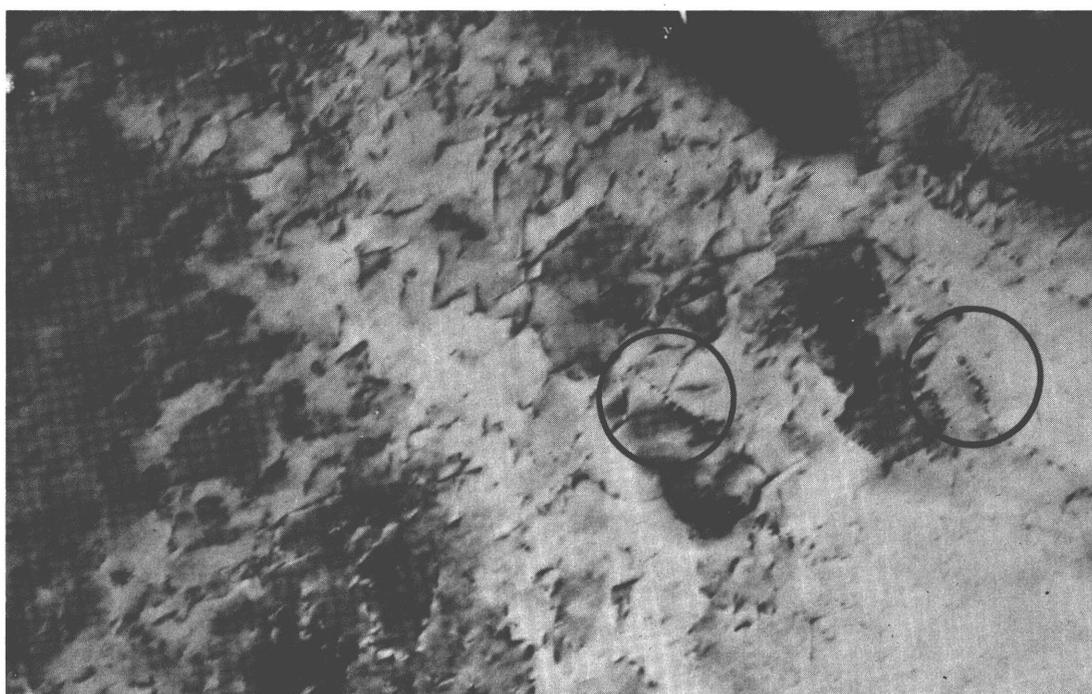


Fig. 2 - 1300 °C + 30 h 650 °C

100 000:1

PLANCHE XIII - COULÉE R9



Fig.1 - 1300 °C + 2 h 600 °C

40 000:1



Fig.2 - 1300 °C + 2 h 650 °C

40 000:1

PLANCHE XIV - COULÉE R6

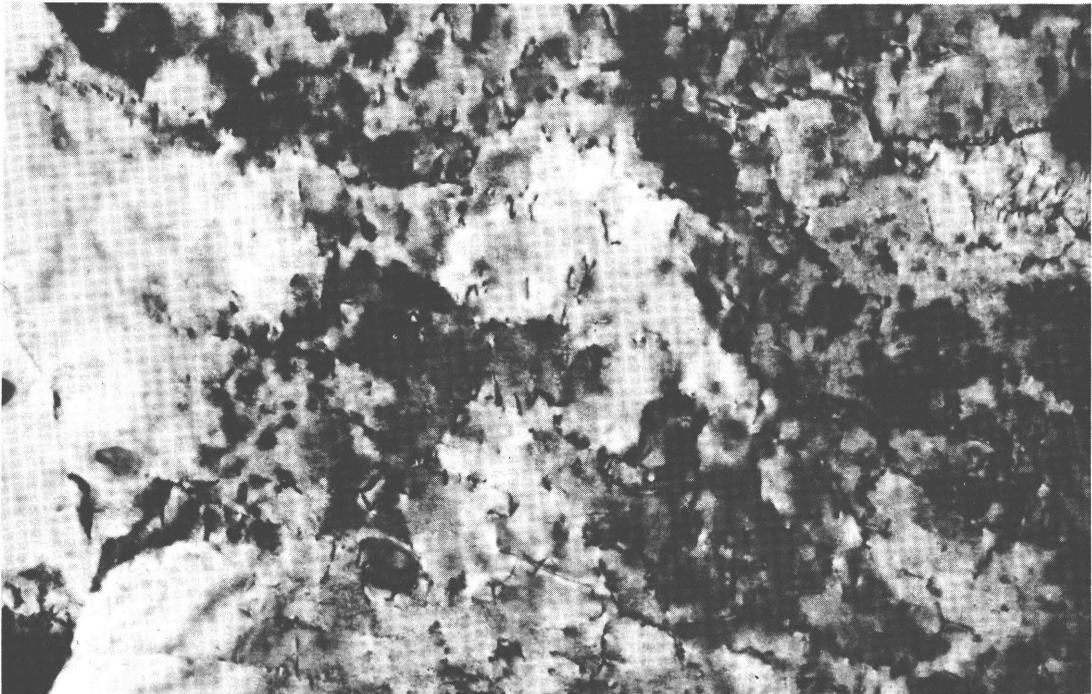


Fig.1 - 1300 °C + 60 mn 700 °C

80 000:1

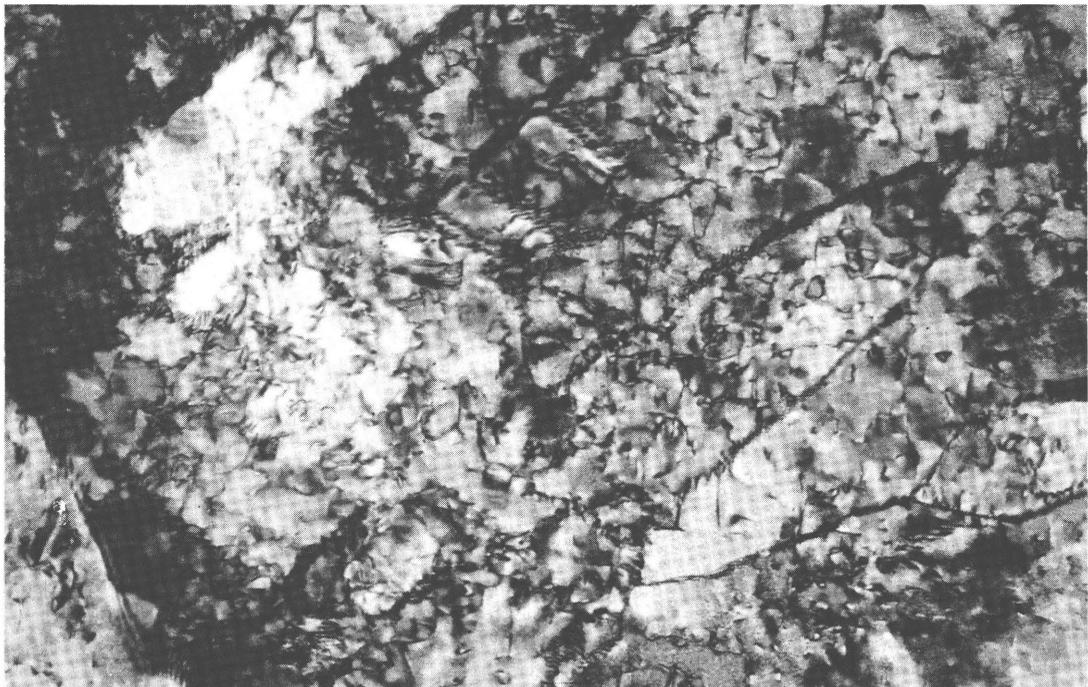


Fig.2 - 1300 °C + 5 mn 700 °C

80 000:1

PLANCHE XV - COULÉE R11'



Fig.1 - 1100 °C + 2 h 650 °C

84 000:1

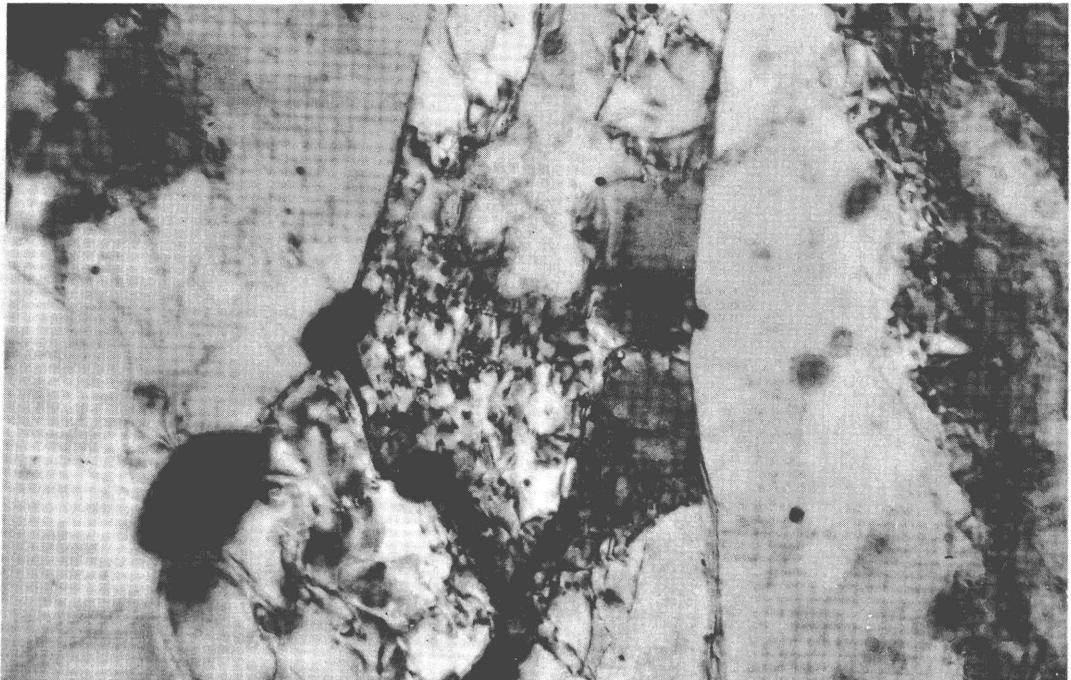


Fig.2 - 1100 °C + 2 h 650 °C

84 000:1

PLANCHE XVI - COULÉE R9

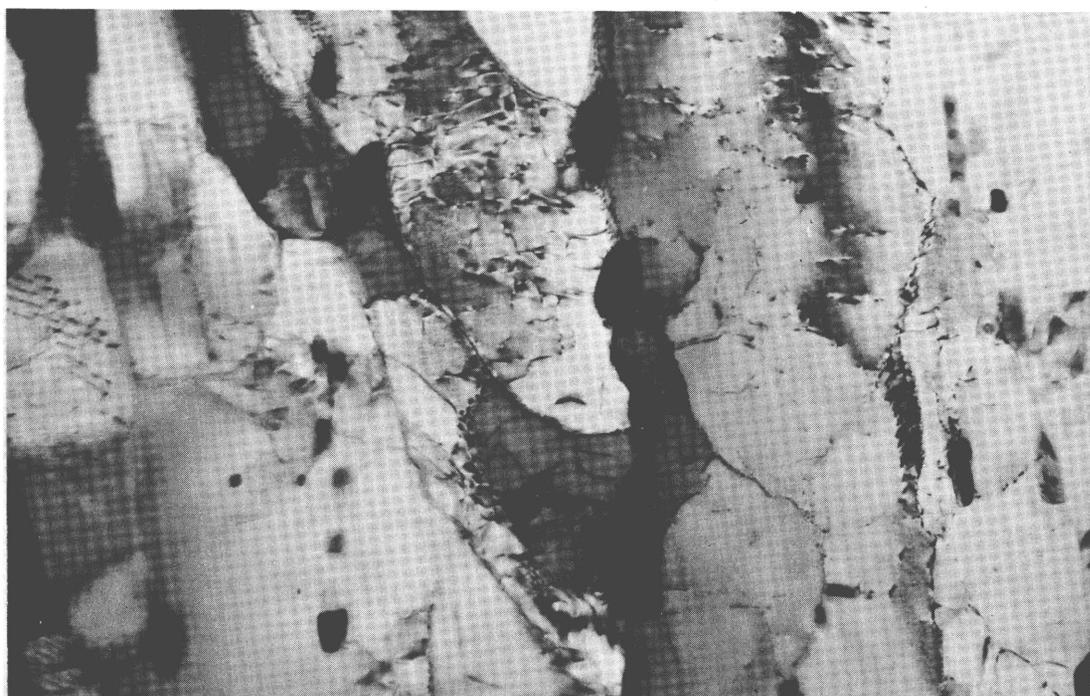


Fig.1 - 1100 °C + 2 h 650 °C

40 000:1

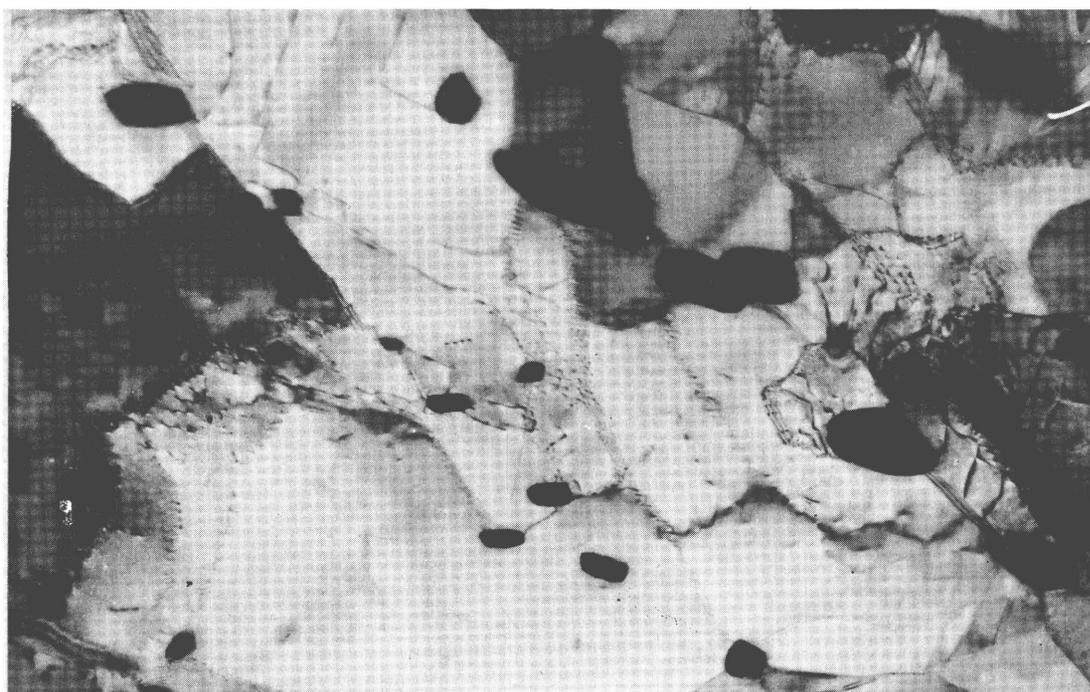


Fig.2 - 1100 °C + 10 h 650 °C

40000:1

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DU TITANE ET DE L'ALUMINIUM

Max-Planck Institut, Düsseldorf

1 — CONDUITE DE LA RECHERCHE

1.1 — Métal à l'état brut de coulée (fusion)

Quatre aciers ont été élaborés dans des fours à induction avec la composition de base du A 52. Les coulées 1 et 5 ont eu des additions d'aluminium et d'azote. Leur poids brut était de 250 kg. Elles furent coulées en 5 lingots de 50 kg. Le traitement de la coulée a suivi séparément pour chaque lingot. L'azote a été apporté dans la poche de coulée avec du ferro-manganèse nitruré. Le temps de coulée a été de 10 mn. Les coulées 2 et 6 en plus de l'Al et de N₂ ont reçu une addition de Ti. La coulée 2 avait un poids brut de 150 kg. Des éprouvettes pour le programme réduit de traitements thermiques ont été usinées dans les 3 lingots de 50 kg de cet alliage. Le Ti a été ajouté sous forme d'alliage 70 % Fe-Ti après désoxydation, l'azote étant apporté avec du ferro-manganèse nitruré.

Des difficultés apparurent lors de la fusion de l'alliage 6. Il ne semble pas possible avec une teneur en Al de 0,040 % et une teneur en Ti de 0,15 % d'ajuster la teneur en azote à la valeur exigée 0,020 %.

En effet, la teneur en azote est toujours située au-dessous de cette valeur. Pour arriver aussi près que possible de l'analyse exigée, la coulée 6 a dû être partagée en trois coulées de 50 kg.

A la différence de la coulée 2, la coulée 6 a reçu l'addition d'azote au four et désoxydée au ferro-silicium. Après la coulée a suivi la désoxydation à l'Al dans la poche de coulée puis l'addition de ferro-titane à 70 %.

1.2 — Forgeage

A partir de chaque lingot provenant des 4 alliages, a été forgée une billette de \varnothing 68 mm en une chaude, billette qui a été coupée en 3 tronçons. Chaque tiers a été forgé en 3 à 4 opérations jusqu'à une section de 35 mm. La température de forgeage (température du moufle) se situait entre 1250 et 1300°C.

Le forgeage d'un lingot a duré environ 2 heures.

1.3 — Laminage

Une partie des barres forgées de \varnothing 35 mm a été laminée en 3 passes pour arriver à une section de 17 × 44 mm. Cela correspond à un degré de déformation d'environ 40 %. Après chaque passe, le lingot a été remis au four.

Les températures de laminage sont fixées par le programme de traitement thermique.

1.4 — Composition chimique

Les analyses ont été faites aussi bien sur les lingots que sur les barres. Il est montré que l'analyse exigée ne pouvait pas toujours être obtenue.

1.5 — Traitement thermique

Désignation des éprouvettes

Les états sont caractérisés par 2 lettres. La 1^{re} lettre désigne la coulée et différencie l'état forgé de l'état laminé (tableau I).

La 2^e lettre désigne le traitement thermique considéré (tableaux II et III).

TABLEAU I

{	A = coulée 5, état forgé
}	B = coulée 5, état laminé
{	C = coulée 1, état forgé
}	D = coulée 1, état laminé
{	E = coulée 2, état forgé
}	F = coulée 2, état laminé
{	G = coulée 6, état forgé
}	H = coulée 6, état laminé

La signification de la 2^e lettre dépend du fait qu'il s'agit d'un état forgé ou d'un état laminé. Comme le programme de traitement thermique a été modifié les coulées 1 et 5 ont été traitées différemment. Pour une meilleure vue d'ensemble, les traitements thermiques des 4 coulées ont été portés à la file dans les tableaux II et III.

TABLEAU II

État forgé

A = Sans traitement thermique	Coulées 1, 5, 2, 6	1
B = 30' Ac ₃ + 50 °C/L C = 30' Ac ₃ + 150 °C/L	Coulées 1, 5	
D = 30' 950 °C/L E = 30' 1150 °C/L F = 30' 1350 °C/L	Coulées 1, 5, 2, 6	2 3 4
G = 30' 950 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/L H = 30' 1150 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/L I = 30' 1350 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/L K = 30' 950 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/O L = 30' 1150 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/O M = 30' 1350 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/O N = 30' 950 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/L + 1 h 600 °C/L O = 30' 1150 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/L + 1 h 600 °C/L P = 30' 1350 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/L + 1 h 600 °C/L Q = 30' 950 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/O + 1 h 600 °C/L R = 30' 1150 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/O + 1 h 600 °C/L S = 30' 1350 °C/L + Ac ₃ + 50 °C/O + 1 h 600 °C/L	Coulées 1, 5	5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16
T = 30' 950 °C/O U = 30' 1150 °C/O V = 30' 1350 °C/O W = 30' 950 °C/L + 600 °C 1 h/L X = 30' 1150 °C/L + 600 °C 1 h/L Y = 30' 1350 °C/L + 600 °C 1 h/L	Coulées 2, 6	17 18 19 20 21 22

L = Refroidissement air

O = Refroidissement four 250 °C/h à 700 °C.

TABLEAU III

État laminé

	Température de recuit		Température de laminage	Traitement
A	950 °C 30'	→	950 °C	(air)
B	1150 °C 30'	→	950 °C	(air)
C	1350 °C 30'	→	950 °C	(air)
D	1150 °C 30'	→	1150 °C	(air)
E	1350 °C 30'	→	1350 °C	(air)
K	1350 °C 30'	→	1350 °C	950 °C 30'/air
P	1350 °C 30'	→	1350 °C	950 °C 30'/four + (250 °C/h à 700 °C)
U	1350 °C 30'	→	1350 °C	950 °C 30'/air + 600 °C 1 h

1.6 — Essais mécaniques

Ont été examinés ensemble 88 états différents (56 forgés, 32 forgés et laminés). Pour chaque état ont été ébauchées 20 éprouvettes de résilience Charpy V (ISO) et 2 barreaux de traction.

Les essais mécaniques ont porté uniquement sur les propriétés sens long.

1.6.1 — Essais de rupture par traction

Ont été recherchés par ces essais :

- R : résistance à la rupture par traction,
- E : ou plutôt $E_{0,2}$: limite d'élasticité à 0,2 % d'allongement,
- A % : l'allongement,
- Σ % : la striction.

Les dimensions des éprouvettes étaient :

$$d_0 = 10 \text{ mm}; \quad l_0 = 5 d_0.$$

1.6.2 — Résilience

A partir des 20 éprouvettes de résilience (Charpy V - ISO) de chacun des états, une courbe complète $K_{cv} = f(T)$ a été établie.

La température de transition a été définie comme étant la température correspondant à la moitié de l'énergie maximale de rupture.

Les dimensions de l'éprouvette : $10 \times 10 \times 55$ mm (DIN 50 115).

1.6.3 — Dureté

Pour les coulées 1 et 5, la dureté a été mesurée pour tous les états aussi bien en long qu'en travers sur surface polie. Comme aucune différence caractéristique n'est apparue, la dureté n'a été mesurée qu'en travers pour les coulées 2 et 6. La dureté a été exprimée en unités Vickers (HV 10 en kg/mm^2 , DIN 50 115)

1.7 — Examens métallographiques

1.7.1 — Structure secondaire

Pour chaque état, des échantillons travers ont été polis. En complément ont été examinées d'intéressantes structures sur des échantillons prélevés dans le sens long.

L'attaque a eu lieu avec HNO_3 2 %.

La grosseur du grain ferritique a été mesurée aussi bien à l'aide de l'analyse linéaire qu'avec un réseau ASTM (grosseur de grain et oculaire de structure d'après Mitsche-Reichert).

Les pourcentages de structures ont été évalués.

1.7.2 — Grosseur du grain austénitique

Comme le programme de traitement thermique convenu ne permettait pas de connaître directement l'état d'austénitisation de chaque éprouvette, des plaquettes ont été usinées à partir d'éprouvettes non traitées, plaquettes recuites à différentes températures puis trempées. A partir de la structure martensitique, les joints de grain d'austénite ont été mis en évidence avec le réactif de Bechet et Beaujard.

La grosseur du grain austénitique, de même que pour le grain ferritique, a été définie aussi bien par l'analyse linéaire qu'à l'aide du réseau ASTM (grosseurs du grain et oculaire de structure Mitsche-Reichert).

1.8 — Recherche des conditions de précipitation

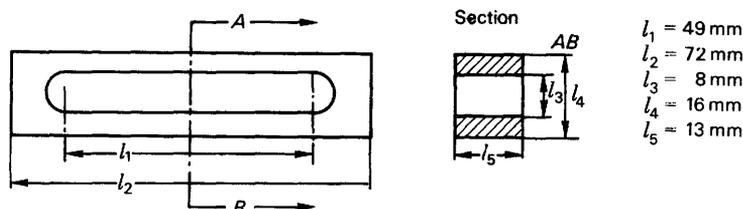
Les conditions de précipitation qui ont une influence fondamentale sur les caractéristiques mécaniques ont été examinées en détail.

1.8.1 — Programme de recuit

Quatre-vingts échantillons des alliages 1, 5, 6 ont été traités tout d'abord à 950°C puis à 1350°C pendant 1/2 h et refroidis à l'air. Ces échantillons ont été ensuite recuits suivant le programme ci-dessous.

TABLEAU IV

t h ↓	T °C →	500	600	650	700
0,5					×
1				×	×
2			×	×	×
4		×	×	×	×
16		×	×	×	×
64		×	×	×	×
512		×	×		
1024		×			



La dureté a été mesurée après traitement.

1.8.2 — Examens au microscope électronique

Au microscope électronique, l'état de précipitation a été examiné aussi bien après refroidissement air (attaque 2% HNO₃) qu'après trempe à l'eau (attaque 2% HNO₃ + acide picrique).

Les échantillons ont été recuits entre 950 et 1250°C de 50 en 50°C, pendant 30 mn et trempés à l'eau.

Les examens ont été faits sur répliques.

1.8.3 — Mesure de perméabilité

La perméabilité a été mesurée sur l'éprouvette suivante :

— section AB (voir schéma en fin de texte).

2 — RÉSULTATS DES EXAMENS

2.1 — Composition chimique

Comme les dispersions étaient faibles lors des analyses des lingots, des analyses moyennes ont pu être faites.

TABLEAU V

Composition	C	Si	Mn	P	S	N ₂	Al	Al _{sol.}	Ti
Coulée 1	0,16	0,46	1,22	0,008	0,003	0,012	0,027	0,017	—
Coulée 5	0,16	0,52	1,30	0,008	0,002	0,018	0,050	0,038	—
Coulée 2	0,20	0,51	1,26	—	—	0,012	0,028	0,023	0,15
Coulée 6	0,20	0,45	1,27	0,005	0,005	0,014	0,050	0,040	0,15

2.2 — Propriétés mécaniques

Tableaux VI à IX.

TABLEAU VI
Coulée 1

Désignation	R (kg/mm ²)	E (kg/mm ²)	E _{0,2} (kg/mm ²)	R/E (%)	A (%)	Σ (%)	Hv (kg/mm ²)	Énergie maximale de rupture (kgm/cm ²)	T _{50/50} (°C)
État forgé									
CA	53,0	30,7	31,8	58,0	33,2	73	151	24,0	+31
CB	53,6	38,9		72,6	33,8	74	152	25,2	-36
CC	53,2	31,8		59,8	34,0	74	149	26,0	+28
CD	53,2	37,0		69,6	32,7	74	152	25,0	-36
CE	53,5	31,1		58,2	33,6	73	160	24,7	+34
CF	55,1			57,7	28,9	71	166	22,2	+36
CG	50,4	34,1		67,7	34,8	75	139	25,8	-56
CH	50,2	34,7		69,2	36,4	75	140	26,6	-61
CI	53,4	37,1		69,5	35,9	75	152	25,3	-35
CK	50,6	36,2		71,6	32,7	71	138	22,7	-46
CL	51,3	34,7		67,7	32,7	70	138	22,7	-46
CM	50,3	34,0		67,6	36,5	73	143	29,5	-24
CN	50,3	34,8		69,2	35,8	74	143	26,6	-63
CO	50,2	33,1		66,0	34,7	75	140	26,7	-58
CP	50,2	34,5		68,8	37,0	75	145	31,3	-57
CQ	50,8	36,2		71,3	34,3	71	138	23,5	-54
CR	50,3	35,1	69,8	33,1	71	138	21,8	-36	
	49,4	34,5	69,9	38,4	73	141	25,1	-23	
État laminé									
DA	54,4	37,7	31,3 34,2	69,3	35,7	75	155	26,4	-43
DB	54,1	38,1		70,2	34,6	77	152	25,4	-37
DC	55,1	32,8		59,3	32,0	74	156	24,9	+35
DD	55,3			56,3	33,7	73	167	24,9	+41
DE	56,8			60,2	31,3	70	169	22,9	+40
DK	54,1	37,7		69,7	34,8	75	153	26,9	-45
DP	50,0	32,8		65,6	34,0	70	137	24,6	-41
DU	49,9	33,7		67,6	34,7	76	140	27,5	-33

TABLEAU VII

Coulée 5

Désignation	R (kg/mm ²)	E (kg/mm ²)	E _{0,2} (kg/mm ²)	R/E (%)	A (%)	Σ (%)	Hv (kg/mm ²)	Énergie maximale de rupture (kgm/cm ²)	T _{50/50} (°C)
État forgé									
AA	58,9	35,7		60,6	30,8	69	175	21,5	+48
AB									
AC	54,2	38,6		71,2	33,4	75	153	24,1	-77
AD	54,7	38,1		69,6	32,5	75	153	25,6	-75
AE	57,3	32,2		56,2	29,0	72	167	22,5	+40
AF	60,4	39,1		64,8	26,7	57	182	20,5	+45
AG	56,2	40,8		72,6	33,0	75	158	27,0	-82
AH	55,2	38,1		69,0	32,7	75	154	27,3	-75
AI	56,6	40,5		71,5	34,2	76	162	27,0	-80
AK	53,7	40,3		75,0	32,8	71	150	22,3	-58
AL	53,5	35,7		66,8	31,8	70	146	21,4	-43
AM	53,7	36,2		67,4	33,6	73	155	19,8	-36
AN	56,6	42,7		75,5	33,9	76		25,6	-64
AO	55,7	40,5		72,7	33,1	75		26,4	-60
AP	53,0	36,1		68,1	33,7	74	152	28,2	-27
AQ	53,0	39,0		73,6	34,8	73	150	24,1	-60
AR	52,0	35,3		67,9	32,2	70	142	22,3	-30
AS	53,1	36,1		68,0	32,3	74	153	31,0	-14
État laminé									
BA	55,5	40,2		72,5	33,3	78	158	24,0	-57
BB	55,9	38,5		68,9	35,1	77	160	25,1	-52
BC	58,2	35,2		60,5	31,1	68	166	20,5	+42
BD	55,8	37,4		67,1	34,4	72	161	24,4	-33
BE	59,8		36,7	61,4	29,9	64	178	20,4	+65
BK	56,9	39,8		70,0	32,9	76	162	28,0	-72
BP	54,2	35,1		64,8	32,7	71	150	23,5	-30
BU	51,8	35,9		69,3	34,6	74	148	28,0	-15

TABLEAU VIII

Coulée 2

Désignation	R (kg/mm ²)	E (kg/mm ²)	E _{0,2} (kg/mm ²)	R/E (%)	A (%)	Σ (%)	Hv (kg/mm ²)	Énergie maximale de rupture (kgm/cm ²)	T _{50/50} (°C)
État forgé									
EA	79,5		53,0	66,7	23,0	55	251	13,0	+147
ED	56,4	40,4		71,6	32,0	72	162	23,5	+10
EE	76,5		53,4	69,8	21,3	57	242	15,1	+143
EF	78,1		54,9	70,3	15,4	39	252	13,1	+165
ET	54,5	37,7		69,2	32,9	69	152	20,1	0
EU	57,3		32,2	56,2	27,0	61	172	17,0	+90
EV	68,2		44,5	65,2	17,2	36		9,9	+160
EW	53,9	36,9		68,5	33,1	73	153	24,1	+10
EX	76,7		59,1	77,1	21,6	56	244	17,1	+155
EY	84,4		70,8	83,9	12,3	17	271	11,5	+180
État laminé									
FA	56,8	47,2		83,2	33,1	75	161	25,1	0
FB	58,6	41,2		70,3	30,7	73	168	20,1	+40
FC	61,5	42,1		68,5	26,2	70	178	19,4	+50
FD	68,8	49,3		71,7	25,3	65	216	17,6	+100
FE	77,6		53,9	69,5	20,7	46	244	16,0	+145
FK	56,7	41,3		72,9	31,6	72	163	24,8	+5
FP	53,9	37,6		69,8	32,7	70	149	23,8	0
FU	53,7	38,6		71,9	33,3	74	157	24,4	-3

TABLEAU IX
Coulée 6

Dési- gnation	R (kg/mm ²)	E (kg/mm ²)	E _{0,2} (kg/mm ²)	R/E (%)	A (%)	Σ (%)	Hv (kg/mm ²)	Énergie maximale de rupture (kgm/cm ²)	T _{50/50} (°C)
État forgé									
GA	69,4		46,0	66,3	24,3	66		17,1	+ 70
GD	55,3	40,4		73,1	32,3	69		21,9	0
GE	68,6		45,4	66,2	25,2	66		18,4	+120
GF	78,3		54,7	69,9	18,3	26		9,7	+150
GT	50,8	36,7		72,3	32,9	68		21,6	- 10
GU	54,3	29,1		54,4	29,3	62		16,6	+ 90
GV	61,6		37,6	61,1	23,3	69		11,9	+130
GW	53,9	40,0		74,2	34,2	73		23,0	0
GX	68,1		46,6	68,4	25,0	66		18,3	+120
GY	81,7		66,1	80,9	16,6	35		11,3	+160
État laminé									
HA	53,9	41,5		77,0	33,8	74		23,4	0
HB	60,0	45,0		75,0	29,9	71		20,8	+ 40
HC	59,7	41,8		70,0	28,8	72		19,8	+ 80
HD	73,2		50,1	68,5	23,6	65		18,5	+125
HE	75,9		53,7	70,8	20,3	51		17,5	+125
HK	55,1	42,4		77,0	35,0	73		22,9	- 10
HP	53,8	39,3		73,1	35,0	72		21,3	- 10
HU	56,7	41,7		73,6	32,8	74		22,0	- 15

2.3 — Examens métallographiques

Tableaux X à XII.

(voir pages suivantes).

TABLEAU X
Résultats métallographiques — Structure secondaire — État forgé

Désignation	Grosseur du grain ferritique						Structure			
	d ($\times 10^{-3}$ mm)		ASTM				Coulée 1	Coulée 5	Coulée 2	Coulée 6
	1	2	5	6	1	2	6			
A	—	—	—	—	—	—	70% F, 30% P, en partie W	65% F, 35% P, W	W	W
B	—	—	—	—	7/8	—	75% F, 25% P	—	—	—
C	16	—	—	—	8	—	75% F, 25% P, en partie W	75% F, 25% P	—	—
D	18	19	15	14	7/8	8	75% F, 25% P	75% F, 25% P	80% F, 20% P	75% F, 25% P
E	—	—	—	—	—	—	70% F, 30% P, en partie W	65% F, 35% P, W	W, non homogène	W, non homogène
F	—	—	—	—	—	—	W	W	W	W
G	15	17	—	—	8	9	75% F, 25% P	75% F, 25% P	—	—
H	16	15	—	—	8	9	75% F, 25% P	75% F, 25% P	—	—
I	16	13	—	—	8	8/9	85% F, 15% P	85% F, 15% P	—	—
J	13	11	—	—	9	9	75% F, 25% P, lamelles	80% F, 20% P, lamelles	—	—
K	19	18	—	—	7/8	8	75% F, 25% P, lamelles	75% F, 25% P	—	—
L	17	14	—	—	7/8	8/9	80% F, 20% P	80% F, 20% P	—	—
M	15	16	—	—	8/9	—	75% F, 25% P	80% F, 20% P	—	—
N	17	17	—	—	7/8	—	75% F, 25% P	80% F, 20% P	—	—
O	16	18	—	—	8	8	80% F, 20% P	—	—	—
P	14	12	—	—	8/9	9	75% F, 25% P, coalescé	85% F, 15% P	—	—
Q	17	19	—	—	7/8	7/8	75% F, 25% P, coalescé	80% F, 20% P, coalescé	—	—
R	19	20	—	—	7/8	7	75% F, 25% P, coalescé	75% F, 25% P, coalescé	—	—
S	—	—	—	—	—	—	80% F, 20% P, coalescé	80% F, 20% P, coalescé	—	—
T	—	14	22	—	—	—	—	—	70% F, 30% P	70% F, 30% P, coalescé
U	—	70	55	—	—	—	—	—	60% F, 40% P, gros	70% F, 30% P, gros
V	—	114	125	—	—	—	—	—	60% F, 40% P, W	60% F, 30% P, gros
W	—	—	17	11	—	—	—	—	75% F, 25% P	70% F, 30% P, fin
X	—	—	—	—	—	—	—	—	W	W
Y	—	—	—	—	—	—	—	—	W	W

F = Ferrite
P = Perlite
W = Widmanstätten

TABLEAU XI
Examen métallographique — Structure secondaire — État laminé

Désignation	Grosseur du grain ferritique			Structure			
	d ($\times 10^{-3}$ mm)	ASTM		Coulée 1	Coulée 5	Coulée 2	Coulée 6
A	15	13	11	75 % F, 25 % P, lamelles	75 % F, 25 % P, lamelles	80 % F, 20 % P, lamelles TiN	75 % F, 25 % P, TiN lamelles
B	16	19	16	75 % F, 25 % P, lamelles	75 % F, 25 % P, lamelles	75 % F, 25 % P, TiN	75 % F, 25 % P, TiN
C	29	35	22	75 % F, 25 % P, W	75 % F, 25 % P, W, austénite résiduelle	70 % F, 30 % P, en partie W, TiN	70 % F, 30 % P, en partie W, TiN
D	—	22	26	W	75 % F, 25 % P	70 % F, 30 % P, en partie W, TiN	70 % F, 30 % P, en partie W, TiN
E	—	—	—	W, austénite résiduelle	W, austénite résiduelle	W, austénite résiduelle TiN	W
K	15	15	11	80 % F, 20 % P	75 % F, 25 % P, non homogène	80 % F, 20 % P, TiN	70 % F, 30 % P, TiN
P	18	15	12	80 % F, 20 % P, lamelles	75 % F, 25 % P, fissure	80 % F, 20 % P, TiN en lamelles	75 % F, 25 % P, coalescé
U	15	15	11	80 % F, 20 % P	75 % F, 25 % P, coalescé	80 % F, 20 % P, TiN	75 % F, 25 % P, TiN

F = Ferrite

P = Perlite

W = Widmanstätten

TABEAU XII
Examens métallographiques : grosseur du grain austénitique

Désignation	Traitement thermique T(°C) 30 mn/eau	Grosseur du grain austénitique							
		d (× 10 ⁻³ mm)				ASTM			
		1	5	2	6	1	5	2	6
État forgé									
B	920	15	16	11	12	9/6	9/6	10/6	10/7
D	950	17	15	12	11	9/6	9/6	10/7	9/7
C	1020	15	14	12	12	9/6	9/6	10/7	9/7
	1050	18	21	17	17	10/7	10/6	11/7	—
	1080	149	22	18	19	0/3	9/5	10/7	9/5
	1100	139	—	21	41	1/4	—	9/6	2/7
	1120	175	27	24	68	-1/4	> -1/9	8/6	1/7
E	1150	220	323	65	66	0	-1/9	7/1	6/2
	1180	304	336	122	90	> -1	> -1/1	4/1	—
	1200	396	365	141	92	> -1	> -1	3/1	4/2
	1220	405	377	136	111	> -1	> -1	2/1	4/2
	1250	561	393	147	112	> -1	> -1	1/4	3/2
F	1350	875	960	332	238	> -1	> -1	0/1	2/-1
G	950/L+920/W	11	9	10	10	9	10/9	10/8	11/10
H	1150/L+920/W	14	14	12	13	9/7	9/7	10/8	10/7
I	1350/L+920/W	14	17	14	12	9/6	9/7	9	9/8
État laminé									
A	950 950/L/950	15	12	9	17	7/9	11/9	9/12	7/9
B	1150 950/L/950	14	14	15	22	8/9	11/8	7/10	7/8
C	1350 950/L/950	19	17	13	21	6/8	10/5	11/8	8
D	1150 1150/L/950	18	14	13	16	6/9	11/7	11/8	8/10
E	1350 1350/L/950	13	16	12	15	9	—	10/9	9/10

L = Refroidissement air.

W = Refroidissement eau.

2.4 — Recherche des conditions de précipitation

Tableaux XIII et XIV.

TABLEAU XIII

Influence de la température et du temps de revenu sur le durcissement structural
Température de mise en solution 950 °C/air

Temps (h)	Coulées	500 °C	600 °C	650 °C	700 °C
0,5	1				147
	5				153
	6				160
1	1			151	146
	5			155	155
	6			163	160
2	1		152	146	145
	5		156	156	147
	6		164	160	159
4	1	160	150	147	144
	5	164	156	152	147
	6	171	162	160	156
16	1	157	149	143	143
	5	162	155	151	149
	6	172	163	160	156
64	1	152	146	142	
	5	161	151	150	
	6	167	158	157	
512	1	151	142		
	5	156	147		
	6	164	158		
1024	1	151			
	5	156			
	6	166			

Les valeurs de dureté Hv 10 (kg/mm²) sont des valeurs moyennes sur 3-5 mesures.

TABLEAU XIV

Influence de la température et du temps de revenu sur le durcissement structural
Température de mise en solution 1350 °C/air

Temps (h)	Coulées	500 °C	600 °C	650 °C	700 °C
0,5	1 5 6				173 179 253
1	1 5 6			174 182 263	165 178 248
2	1 5 6		176 182 262	173 185 260	164 167 246
4	1 5 6	174 184 233	167 181 260	167 172 262	162 170 234
16	1 5 6	170 185 246	167 179 267	170 167 250	164 166 211
64	1 5 6	172 190 264	169 176 261	161 162 238	
512	1 5 6	173 192 275	170 170 255		
1024	1 5 6	178 198 266			

Les valeurs de dureté Hv 10 (kg/mm²) sont des valeurs moyennes sur 3-5 mesures.

2.5 — Perméabilité : Tableau XV.

TABLEAU XV
Mesures magnétiques — Coulée 5

Éprouvettes	Caractéristiques mécaniques			Grosueur du grain		Mesures magnétiques			
	R	Hv 10	K _{cv}	Ferrite	Austénite	μ _{max}	H _{max}	H	B
	(kg/mm ²)	(kg/mm ²)	(kgm/cm ²)	d (10 ⁻³ mm)		(G/Oe)	(Oe)	(Oe)	(G)
AC	54,2	154	24,1	16	14	990	7,6	50,0	16 250
AE	57,3	164	22,5	W.	323	625	10,0	49,5	15 200
AH	55,2	154	27,3	15	15	930	8,4	50,0	16 250
AR	52,0	143	22,3	19	15	1740	4,4	25,0	14 600

W = Structure de Widmanstätten
AC = 1020 °C/30'/Air
AE = 1150 °C/30'/Air
AH = 1150 °C/30'/Air + Ac₃ + 50°/30'/Air
AR = 1150 °C/30'/Four + 600 °C/60'/Air

3 — DISCUSSION

3.1 — Influence du recuit sur la structure secondaire

Les caractéristiques mécaniques d'un acier dépendent du développement de la structure secondaire qui est elle-même influencée par le traitement thermique.

Dans les tableaux X à XII, les structures de tous les états examinés sont décrites qualitativement et quantitativement. Les figures 1 à 30 donnent une vue d'ensemble sur les structures secondaires fondamentales. Comme celles-ci sont avant tout influencées par le traitement thermique et moins par la composition chimique, les clichés sont disposés indépendamment de l'alliage selon leur traitement thermique. Ont été choisies les structures de la coulée 5 riche en Al et N₂ aussi bien à l'état forgé qu'à l'état laminé, ainsi que les structures de la coulée 6 qui contient en plus du Ti, à l'état forgé. Les structures des autres coulées correspondent systématiquement à celles-ci.

Pour les 4 coulées, une structure perlite-ferrite est obtenue à une température de recuit de 950°C avec refroidissement air. La grosseur du grain ferritique correspond environ à l'indice 9 ASTM. Cette structure (fig. 2) se présente toujours lorsque le dernier traitement thermique était un recuit à 950°C avec refroidissement air, indépendamment des traitements thermiques exécutés auparavant.

Par contre si on refroidit lentement au four (250°C/h à 700°C) on discerne une dépendance de la ferrite-perlite vis-à-vis de la ségrégation cristalline primaire (fig. 8 à 10, 14 à 16, 20 à 22).

En élevant la température de recuit à 1150°C, on conserve par refroidissement air la structure de Widmanstätten (fig. 3) pendant que par refroidissement au four se forme une ferrite à gros grains avec de larges îlots de perlite (fig. 18).

En élevant la température de recuit à 1350°C on arrive par suite du gros grain austénitique et par refroidissement rapide à l'air à un fort refroidissement de l'austénite et par conséquence à la formation d'une structure de Widmanstätten (fig. 4) alors qu'il se forme une ferrite à très gros grain par le refroidissement lent au four (fig. 19).

Un revenu de 1 h à 600°C n'apporte aucune modification systématique de la structure (fig. 11 à 16, 20 à 22).

L'influence de la déformation s'exprime en un alignement un peu plus fort des plages de perlite (fig. 23 et 24).

3.2 — Évolution de la grosseur du grain austénitique en fonction de la température de recuit

Il est possible, à l'aide de dispersoïdes, en substance des nitrures et des oxydes, d'empêcher la croissance du grain austénitique et ainsi de conserver même à des températures assez élevées le grain fin désiré. Comme le thème de recherche dont il est question ici se rapporte à l'étude de l'effet des dispersoïdes sur les caractéristiques mécaniques, une grande attention doit être portée à la grosseur du grain austénitique qui est directement influencée par les dispersoïdes.

Sur la figure 36 sont portés les diamètres des grains en fonction de la température de recuit. La dépendance de la croissance du grain austénitique vis-à-vis de la température d'équilibre de dissolution de AlN est nettement visible.

La température de mise en solution de AlN dépend de la concentration, c'est-à-dire de la quantité d'aluminium et d'azote. La croissance du grain de la coulée 5 riche en Al et en N₂ commence à une température supérieure d'environ 70°C à celle où commence la croissance du grain de la coulée 1. L'intervalle de température de mise en solution est le même pour les 2 coulées et ne se monte qu'à environ 30°C. Dans cet intervalle de 30°C, existe une teneur critique en dispersoïdes qui est en état d'empêcher la croissance du grain. La grosseur du grain croît par bonds. Le grossissement qui fait suite au « saut de croissance du grain » ne dépend pas de la concentration en Al et N₂.

Les courbes de grossissement du grain des coulées contenant, en plus de l'Al et N₂, du Ti apparaissent différemment. Dans ce cas, le grossissement du grain varie d'une manière égale et reste, même à 1350 °C autour de 2 à 3 indices ASTM plus fin que pour les coulées 1 et 5. La croissance du grain commence à peu près à la même température que pour les coulées sans titane.

Manifestement, le même mécanisme — la mise en solution de AlN — agit sur la température de début du grossissement du grain pour les 4 alliages. Contrairement aux coulées 1 et 5, la croissance du grain est également empêchée après mise en solution de AlN pour les coulées au Ti 2 et 6 car le grain reste plus fin même à de hautes températures.

Intéressant est le fait qu'après la mise en solution de AlN, les courbes de grossissement du grain des 4 aciers suivent la même pente, les différentes teneurs en Al et N₂ n'intervenant plus dans la croissance du grain. Par contre l'influence du titane se voit clairement sous forme d'un déplacement parallèle des courbes 2 et 6 dans le sens d'un grain plus fin.

Les examens au microscope électronique donnent une idée de la forme, de la quantité et de la répartition de AlN à différentes températures d'austénitisation (fig. 31 à 35). On remarque que pour la coulée 5 même à 1250 °C tout le AlN n'est pas dissous (fig. 35). Contrairement à la température de recuit de 950 °C, peu de gros nitrures d'Al prédominent à 1250 °C.

Il est généralement à remarquer qu'à toutes les températures de recuit, les précipités sont répartis statistiquement et ne se forment pas dans des endroits préférentiels, comme par exemple, aux joints de grains austénitiques.

La quantité assez grande de AlN fin à 950 et 1050 °C correspond à un grain austénitique fin, alors que le petit nombre de gros nitrures à 1150 et 1250 °C correspond à un gros grain. Sur ce point des recherches ultérieures durent être entreprises pour déterminer une valeur limite par rapport à la quantité et à la grosseur des particules.

Influence du traitement thermique qui suit le recuit de mise en solution

La figure 37 montre l'allure de croissance du grain à des températures de mise en solution différentes des 4 aciers qui ont été de nouveau austénitisés ($A_{c_3} + 50\text{ °C}/30\text{ mn}$).

On remarque que le niveau de la température de mise en solution n'influence que d'une manière insignifiante la grosseur du grain après une nouvelle austénitisation. On peut expliquer le faible grossissement du grain avec une température croissante par le fait qu'aux températures élevées les nitrures sont dissous et qu'ils précipitent lors du refroidissement air qui suit, d'une manière incomplète ou plutôt inefficace.

Ainsi, par une nouvelle austénitisation, la même quantité de nitrure finement répartie n'est pas disponible pour empêcher le déplacement des joints de grain. Le grain devient plus gros.

En principe on peut dire qu'une nouvelle austénitisation après mise en solution représente le traitement définitif pour l'état d'austénitisation. Si on recuit après différents traitements thermiques de nouveau au-dessus de A_{c_3} , les effets que les traitements thermiques précédents ont provoqués ne sont pas conservés.

3.3 — Évolution entre la grosseur du grain austénitique et la grosseur du grain secondaire

L'évolution entre la grosseur du grain austénitique et la structure secondaire est insignifiante pour les aciers ferrito-perlitiques. Pour la grosseur du grain secondaire, la grosseur du grain austénitique représente à la rigueur une grandeur d'influence.

Les figures 17 à 19 montrent un grossissement du grain secondaire à une température de recuit croissante suivie d'un refroidissement four. Si on refroidit à l'air après un traitement de recuit semblable (fig. 2 à 4), on obtient pour les températures de recuit 1150 et 1350 °C une tout autre structure à savoir une structure de Widmanstätten. On remarque que la structure secondaire est avant tout déterminée par les conditions de refroidissement. L'austénite à gros

grains à 1150°C subit déjà une surfusion si forte lors d'un refroidissement air qu'il se forme une structure de Widmanstätten.

Aux températures inférieures à 1150°C la grosseur du grain ferritique correspond à la grosseur du grain austénitique. Au-dessus de 1150°C avec un refroidissement four, on obtient un plus gros grain ferritique. Le grain austénitique correspondant à cette température est essentiellement plus gros que le grain ferritique (fig. 38).

3.4 — Caractéristiques mécaniques

Sur les figures 39 à 50 sont portées les valeurs obtenues lors des essais mécaniques en fonction des températures de recuit. En raison de la modification du programme de traitement thermique, les résultats obtenus pour les coulées 1 et 5 (à l'Al et à N₂) ne se laissent comparer que sous condition avec les résultats obtenus pour les coulées 2 et 6 (Al, N₂, Ti).

3.4.1 — Influence du traitement thermique et mécanique sur les propriétés mécaniques des coulées 1 et 5

Les deux coulées 1 et 5 se différencient par leur teneur en Al et N₂. Cette différence est nette en ce qui concerne les résistances à la rupture (fig. 39).

Toutes les éprouvettes de la coulée 5 ayant subi un traitement thermique semblable ont des valeurs de résistance plus élevées que celles de la coulée 1 (teneur plus basse en Al et N₂). Si l'on considère la ténacité, cette dépendance des caractéristiques mécaniques vis-à-vis de la composition chimique n'est plus si nette (fig. 40).

L'hypothèse selon laquelle une grande résistance est due à une basse ténacité, ne se trouve pas vérifiée à un même degré pour les deux coulées pour tous les traitements thermiques. Ainsi un refroidissement au four après austénitisation au-dessous de la limite de solubilité (K, L, M, Q, R, S) détériore la ténacité sans que la résistance soit modifiée. Un refroidissement air après cette austénitisation améliore essentiellement la ténacité sans que la résistance diminue. Il déplace la température de transition des valeurs élevées par le recuit de dissolution (D, E, F) à de très basses valeurs (G, H, I). Cet effet n'est pas si favorable pour la coulée 1 pauvre en Al et en N₂. La nette montée de la résistance avec des températures de recuit croissantes (D, E, F), montée qui est liée à la chute de ténacité, est liée pour les deux coulées à un effet de trempe. La chute de la résistance après les divers traitements thermiques qui font suite au recuit de mise en solution peut être expliquée par la coalescence des nitrures.

On arrive également à ce résultat lorsqu'on compare les valeurs de la résistance à celles de la ténacité pour les éprouvettes laminées (fig. 49 et 50). Après recuit et laminage à 1350°C les échantillons sont soit refroidis à l'air (E), soit de nouveau austénitisés et refroidis à l'air (K), soit refroidis au four (P), soit refroidis au four et de nouveau revenus (U).

On parvient à l'état le plus favorable en austénitisant de nouveau après laminage et en refroidissant ensuite à l'air (K). Dans ce cas on atteint une perte insignifiante en résistance avec un gain élevé en ténacité. Ces modifications de caractéristiques pourraient être attribuées moins à la déformation qu'à l'influence de la température de laminage ou plutôt à celle du traitement thermique ultérieur.

Les figures 41 et 42 montrent la résistance à la traction et la température de transition d'états comparables qui existent une fois à l'état forgé, une autre fois à l'état forgé et laminé, alors que la limite élastique en moyenne varie peu.

Les différences mesurées peuvent provenir des chauffages différents lors des trois passes et aux temps de maintiens plus longs à cette température.

Avec une température de laminage croissante, la résistance augmente et la ténacité diminue. Cela montre nettement l'effet de trempe par durcissement structural comme il est décrit dans le paragraphe précédent. Les traitements thermiques ultérieurs (voir fig. 49 et 50) ne dénotent de

même aucune influence de la déformation précédente mais uniquement l'influence de ces traitements thermiques.

3.4.2 — *Influence du traitement thermique et mécanique sur les caractéristiques mécaniques des coulées 2 et 6*

Comme l'analyse exigée de la coulée 6 ne pouvait être atteinte pour des raisons métallurgiques, la différence dans l'analyse entre les deux coulées 2 et 6 contenant du Ti était si faible qu'on ne pouvait s'attendre à des différences significatives entre les deux coulées. L'examen des caractéristiques mécaniques confirmait cette hypothèse. Pour cette raison, seuls les résultats des examens sur les échantillons de la coulée 6 sont présentés. Les résultats d'examen de la coulée 2 correspondent systématiquement à ceux-ci.

Sur les figures 43 à 46 sont reproduits les résultats de ces examens. On remarque qu'une nette augmentation de la résistance est liée à une température de recuit croissante (fig. 43, D, E, F.) Simultanément la ténacité diminue (fig. 44, D, E, F). Cela doit provenir de la trempe par durcissement structural. Si on ne refroidit pas à l'air après le recuit (T, U, V) les résistances diminuent de 3 à 12 kg/mm². L'énergie maximale de rupture (résilience) reste cependant dans le même domaine comme pour les éprouvettes qui ont été refroidies à l'air. La coalescence des nitrures précipités ou plutôt des carbonitrures, provoquée par le refroidissement lent a atténué le durcissement provoqué par la trempe par durcissement structural.

Un revenu de 1 h à 600°C n'apporte aucune chute de résistance mais un gain de ténacité (W, X, Y). Comme le montre l'examen de l'état de durcissement structural, la durée de revenu était trop courte ou plutôt la température trop basse pour arriver à une uniformité des nitrures et de ce fait à une baisse de résistance.

Les figures 45 et 46 montrent une opposition d'états comparables du matériau forgé et laminé. Il est à reconnaître qu'aucune différence systématique n'existe.

Les figures 49 et 50 montrent l'effet du traitement thermique suivant le laminage. On ne peut en déduire aucune influence de la déformation. Ce sont plutôt les mécanismes de trempe par durcissement structural et le vieillissement (voir fig. 49, état P) qui conduisent à une modification des caractéristiques.

3.4.3 — *Comparaison des caractéristiques mécaniques des coulées (1 et 5) et (2 et 6)*

Les figures 47 et 48 représentent les caractéristiques de résistance et de déformation des états comparables des quatre coulées. Il s'agit des états D, E, F, recuits à 950 (D), 1150 (E) et 1350°C (F) et refroidis à l'air. De nettes différences entre les coulées sont visibles. La coulée 1 pauvre en Al et N₂ montre un effet de trempe par durcissement secondaire plus faible que la coulée 5. Son augmentation de résistance qui s'accompagne d'une chute de ténacité à une température de recuit croissante n'est pas significative. Plus net est l'effet pour la coulée 5 riche en Al et N₂. Ce qui est surprenant est le fait qu'à partir de 1150°C la résistance peut encore être augmentée sans perte de ténacité. Si on passe à la coulée contenant en plus de l'Al et N₂, du Ti, l'effet de trempe par durcissement structural se présente nettement comme une fonction de la température de recuit.

Les hautes résistances de l'état de départ, qui dépendent de la température de fin de forgeage (1200-1300°C), sont détériorées par le recuit à 950°C avec refroidissement air. Simultanément s'améliorent les caractéristiques de déformation. Cet effet apparaît particulièrement nettement pour les coulées au Ti. Il est évident que cette température élevée était nécessaire pour uniformiser les nitrures et les carbonitrures de Ti précipités. Le revenu de 1 h à 600°C n'avait pas suffi pour provoquer cet effet (fig. 43 et 44).

Avec une température de recuit croissante, la résistance croît plus fortement pour les coulées (Al, N₂, Ti) que pour les coulées (Al, N₂). De façon analogue la ténacité décroît. Cette

apparition particulièrement nette de la trempe par durcissement structural pour les coulées 2 et 6 a été provoquée par la quantité et la répartition du TiN ou plutôt des carbonitrides. Ces nitrures ne se laissent réduire qu'à des températures relativement élevées ou plutôt qu'en des temps relativement longs; leur forme et leur répartition ne peuvent plus empêcher le glissement et le déplacement par translations (voir paragraphe 6). Les nitrures d'Al qui atteignent cette forme déjà à des températures plus basses ou plutôt en des temps courts se comportent différemment.

3.5 — Dépendance de la grosseur du grain austénitique et des caractéristiques mécaniques vis-à-vis des dispersoïdes

Les caractéristiques des aciers, lorsqu'il ne s'agit pas d'aciers exempts de transformation, sont déterminées par la structure secondaire. L'influence directe de la grosseur du grain austénitique des aciers ferrito-perlitiques examinés ici n'est pas mise en évidence sur les caractéristiques mécaniques. Comme toutefois aussi bien la grosseur du grain austénitique (voir paragraphe 2) que les caractéristiques mécaniques (paragraphe 4) dépendent de la forme, de la quantité et de la répartition des phases dispersoïdes, il paraît possible de lier la grosseur du grain austénitique aux caractéristiques mécaniques (fig. 51 et 52).

La grosseur du grain austénitique apparaît dans cette représentation comme une mesure pour la mise en solution ou plutôt la coalescence des phases dispersoïdes à température croissante. Comme les coulées 1, 5 ainsi que les coulées 2, 6 ne se différencient que par la teneur en Ti, on reconnaît l'importance du Ti par ses composés tels que nitrure, carbonitride ou plutôt carbure.

Les coulées 2, 6 contenant du Ti, pour une même grosseur de grain austénitique, ont une résistance supérieure de 20 kg/mm^2 à celle des coulées 1 et 5 sans Ti. Ce durcissement est dû entièrement à la trempe par dispersion. Intéressante est la chute de ténacité des coulées 1 et 5 sans gain sensible de résistance c'est-à-dire qu'il n'y a pas une trempe par dispersion marquée comme pour les coulées 2 et 6. Au lieu de cela, le grain austénitique de 2 à 3 indices ASTM plus gros vis-à-vis des coulées 2 et 6 paraît agir sur la structure secondaire (très grosse ferrite Widmanstätten) en fragilisant ce que l'on ne remarque pas pour les coulées 2 et 6, car le grain austénitique est plus fin et en outre la trempe par dispersion masque totalement l'influence de la grosseur du grain austénitique.

3.6 — La trempe par dispersion

Pour examiner l'influence de la température et du temps de recuit sur la trempe par dispersion (voir tableau IV, p. 108) un programme de traitements très étendu a été exécuté.

Les résultats sont reproduits sur les figures 53 à 57. La forte tendance à la trempe par dispersion de la coulée 6 au Ti est nette. Celle-ci dépend de la température de mise en solution. Si le recuit est exécuté à 1350°C , au traitement de revenu qui suit à 650°C , apparaît un maximum de dureté secondaire caractéristique. Cela est toutefois valable uniquement pour la coulée 6 au Ti (fig. 55). Les coulées 1 et 5 ne présentent pas cette allure. Par contre les trois coulées se comportent d'une manière semblable à une température de mise en solution de 950°C (fig. 53 à 56). La dureté de la coulée 6 est à la vérité de 20 kg/mm^2 environ supérieure à celle des coulées 1 et 5; cependant l'allure des valeurs de dureté est semblable pour toutes les coulées lorsque la température et la durée de revenu augmentent.

Avec une température et une durée de revenu croissantes, la dureté décroît de façon insignifiante par suite d'une coalescence des dispersoïdes. Un maximum de dureté secondaire n'apparaît pas à une température de mise en solution de 950°C , parce que, à cette température, les dispersoïdes sont déjà complètement précipités (comparer les duretés de départ).

La figure 55 montre que les deux paramètres température et temps ne sont pas interchangeables. Pour atteindre la dureté maximale, il est plus opportun d'effectuer un traitement pendant un temps long à une température basse que pendant un temps court à une température plus élevée. Cela est en contradiction avec la relation trouvée par Hollomon et Jaffe.

$P = T(\log t + C)$, dérivée des lois de la diffusion où T est la température absolue en °K, t le temps de maintien du revenu et C un coefficient dépendant de la teneur en carbone et du traitement initial.

Il est évident qu'à de basses températures, on ne peut obtenir des parcours de diffusion assez longs de sorte que même pour de très longs temps de revenu, on arrive à une très fine précipitation des dispersoïdes. Par contre, il paraît possible qu'à de hautes températures, malgré des temps de revenu courts, on obtienne des parcours de diffusion assez longs de sorte qu'une coalescence des précipités fins devienne possible. De cette manière on arrive à une détérioration de la résistance qui est liée à une amélioration des caractéristiques de déformation pendant que de très fines précipitations conduisent à une élévation de résistance et à une fragilisation.

Cet effet des dispersoïdes a pu être constaté par des mesures magnétiques. Le tableau XV et la figure 58 reproduisent les résultats de ces mesures sur éprouvettes de la coulée 5 sans Ti.

La perméabilité maximale est constatée pour les éprouvettes ayant les plus basses valeurs de dureté et de résistance à la traction. Il est à supposer que, dans ce cas, les nitrures d'Al sont parfaitement précipités et déjà coalescés en particules assez grandes.

La perméabilité croît avec la coalescence. La perméabilité est influencée par les très fines précipitations qui élèvent la résistance et la dureté. Plus la résistance est élevée, plus la perméabilité est basse.

4 — RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS

Dans le cadre des recherches en commun sur les aciers soudables à dispersoïdes, quatre aciers différents, dont la composition de base est celle de l'acier A 52, ont été étudiés. Les aciers ont une teneur élevée en aluminium et en azote : entre 0,012 et 0,020 % d'azote et entre 0,023 et 0,062 % d'aluminium. En outre deux de ces aciers ont été alliés au titane. La teneur en titane s'élève à 0,15 %.

En raison de cette composition, on a dû compter avec une apparition de phases dispersoïdes telles que AlN, TiN, Ti(C)N et TiC. Ces phases dispersées agissent suivant deux mécanismes sur les propriétés mécaniques : tantôt elles empêchent la croissance du grain austénitique et aussi agissent sur la formation de la structure, tantôt elles produisent une augmentation de la résistance grâce au durcissement par précipitation.

Le durcissement par précipitation ne peut en ce cas être efficace que si la limite de solubilité des dispersoïdes est dépassée. L'empêchement de la croissance du grain cesse alors également. Comme un gros grain austénitique produit un effet négatif sur les propriétés mécaniques, par la structure secondaire, un des objectifs de cette étude fut de trouver un moyen pour encore mettre à profit l'augmentation de la résistance grâce au durcissement par dispersion dans le domaine de l'austénite à grains fins.

La composition des aciers laissait supposer des limites de solubilité différentes pour les diverses phases dispersées. Pour diriger les conditions de précipitation, un important programme de traitements thermiques a été accompli. Sur ce point, on a fait varier non seulement les températures de recuit, mais aussi les vitesses de refroidissement. En outre, on a tenté de reproduire des conditions optimales de précipitation, par des traitements de recuit répétés à des températures différentes et des conditions de refroidissement pour les hautes résistances et ténacités requises.

L'influence d'une déformation par laminage après forgeage a été également l'objet de ce travail.

Les quatre aciers étudiés présentent une croissance du grain austénitique différente.

Les courbes de croissance des aciers sans titane présentent une montée par bonds à une température bien déterminée. Cette montée se situe à 1050°C pour les coulées assez pauvres en Al et N; alors qu'elle n'apparaît qu'à 1120°C pour les coulées dont la teneur en Al et N est environ double.

En élargissant cette étude on a essayé de déterminer une dispersion critique empêchant encore directement la croissance du grain.

Les affirmations tirées de la croissance du grain au sujet de la mise en solution des dispersoïdes ont été confirmées par les propriétés mécaniques. Ainsi, la plus forte augmentation de fragilisation apparaît dans le cas où la température de recuit s'élève de 950 à 1150°C-30 mn.

L'augmentation de résistance résulte du durcissement par précipitation. En outre, par la dissolution des dispersoïdes, le grain austénitique n'est plus gêné dans sa croissance. Le grain grossier d'austénite au refroidissement à l'air provoque la formation d'une structure de Widmanstätten, à grosses aiguilles de ferrite. Si on élève, après qu'une grosse partie des dispersoïdes est déjà dissoute, la température de recuit, de 200°C, c'est-à-dire si on la porte à 1350°C-30 mn, alors la résistance continue de croître, sans toutefois une augmentation simultanée de la fragilisation. On est arrivé à une surfusion encore plus forte de l'austénite par refroidissement à l'air grâce au grain d'austénite plus gros formé à 1350°C-30 mn et par là, à une structure de Widmanstätten à aiguilles fines de ferrite, à la suite de possibilités de diffusion plus faibles.

Si l'on fait suivre le recuit de mise en solution à haute température avec refroidissement à l'air d'un recuit à une température supérieure de 50°C à A_{c3} , ce dernier recuit est déterminant pour les propriétés de l'acier. Le refroidissement à l'air, à partir de cette température, donne toujours naissance à un grain secondaire fin. Cette dernière austénitisation conduit à une diminution des hautes résistances et à un gain simultané de la ténacité. Chacun des traitements thermiques ultérieurs, qui conduit à une coalescence des dispersoïdes, agit dans le même sens.

Si après la deuxième austénitisation on ne refroidit pas à l'air mais au four, ou que l'on fasse un revenu, les caractéristiques mécaniques se détériorent. La ténacité diminue peu (la température de transition passe de -100 à -75°C). La résistance reste la même, ou se détériore de manière insignifiante (de 54 à 53 kg/mm²).

Une influence de la déformation par laminage (degré de déformation de l'ordre de 40%) n'a pu être prouvée. Les changements de propriétés après laminage peuvent être attribués au traitement thermique supplémentaire.

Les aciers alliés au Ti montrent un comportement qui se distingue du comportement décrit en des points essentiels.

Le grain austénitique de ces aciers ne présente aucune croissance par bond. La grosseur du grain est plus fine que celle des aciers sans Ti d'environ 1 indice ASTM aux températures basses et jusqu'à 2 à 3 indices ASTM à des températures plus élevées c'est-à-dire supérieures à 1150°C.

Dans un élargissement de cette étude on a déterminé la nature des phases et recherché leur répartition de façon plus précise.

Les coulées alliées au Ti ont une tendance plus forte au durcissement par dispersion que les aciers sans titane. Ainsi pour les aciers contenant du titane, une élévation de la température de recuit de 950 à 1350°C-30 mn suivie d'un refroidissement à l'air, conduit à une augmentation de la résistance de 55 à environ 80 kg/mm². Bien entendu, la ténacité diminue simultanément, diminution exprimée par la température de transition qui passe de -20 à +110°C.

Le gain élevé en résistance ne peut être mis à profit à cause de la forte augmentation de la fragilisation. Bien que le grain de ces aciers dans des conditions de recuit semblables soit plus fin que dans les aciers sans Ti, ce par quoi la ténacité devrait être influencée favorablement, ici cette influence ne suffit pas à atténuer l'action fragilisante du durcissement par dispersion.

Comme dans les aciers sans Ti, la résistance augmente nettement avec l'élévation de la température de recuit de 950 à 1150 °C-30 mn, pendant que la ténacité diminue simultanément, même ici apparaît une structure de Widmanstätten (structure ferritique) après refroidissement air. Il est possible que cette influence fragilisante de la structure renforce la fragilisation en relation avec la précipitation de Ti(C)N et TiC.

Si après le recuit de mise en solution, on refroidit non à l'air, mais au four, on arrive à une diminution des hautes résistances d'environ 5 kg/mm². La ténacité ne s'améliore que si la température de recuit a été de 1150 °C-30 mn. Par un refroidissement lent au four, on obtient au lieu d'une structure ferritique (structure de Widmanstätten), une structure ferrito-perlitique moins fragile. La fragilisation par durcissement par dispersion reste fondée.

Par un nouveau revenu (600 °C, 1 h) après le refroidissement air, on ne peut constater aucun changement des propriétés mécaniques. Pour cette raison, dans un programme élargi de recuit, on a fait varier les conditions de revenu. Après un recuit de dissolution à 1350 °C-30 mn suivi d'un refroidissement air, on arrive après un traitement de revenu supplémentaire à un maximum de dureté secondaire. A la température de 1150 °C on ne dissout plus suffisamment pour donner naissance au maximum de dureté secondaire. Il est intéressant de constater qu'il est plus favorable de recuire pendant un temps long à une température basse, que pendant un temps court à une température plus élevée, pour une montée optimale de résistance. La relation de Hollomon et Jaffe concernant l'équivalence temps-température aux traitements de revenu n'est pas applicable ici.

Une influence de la déformation par laminage (degré de déformation de l'ordre de 40 %) n'a pu également être prouvée clairement pour les aciers contenant du Ti. Par contre, la température de laminage a une influence sensible. La résistance s'élève avec la température de laminage et la ténacité diminue. Cela montre nettement l'effet du durcissement par précipitation, comme il a été décrit dans le paragraphe précédent.

D'importants examens métallographiques ainsi que des recherches au microscope électronique et des mesures magnétiques ont contribué à éclaircir la relation entre les caractéristiques mécaniques et les phases dispersoïdes.

Coulée 5
État forgé
Condition de
forgeage
($T_{\text{Forgeage}} =$
1200 - 1300 °C)/air



Fig. 1 – Échantillon A.A.

100:1

État forgé
950 °C – 30 mn/air

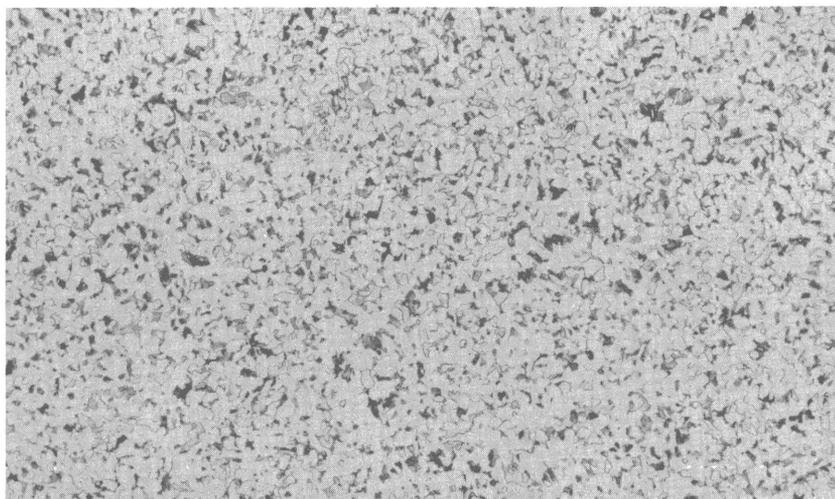


Fig. 2 – Échantillon A.D.

100:1

État forgé
1150 °C – 30 mn/air

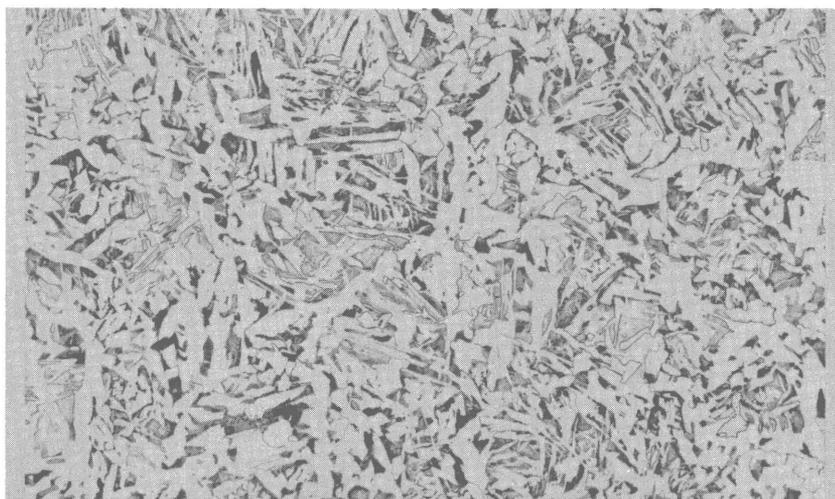


Fig. 3 – Échantillon A.E.

100:1

État forgé
1350 °C – 30 mn/air

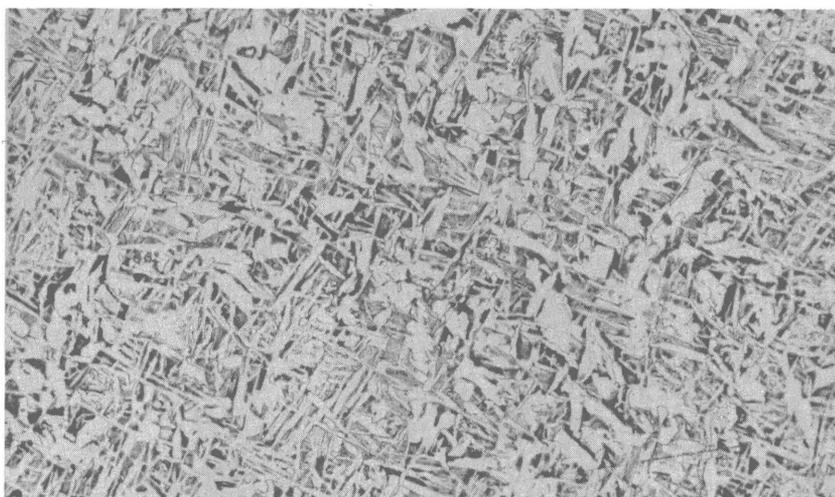


Fig. 4 – Échantillon A.F.

100:1

État forgé
950 °C - 30 mn/air
950 °C - 30 mn/four

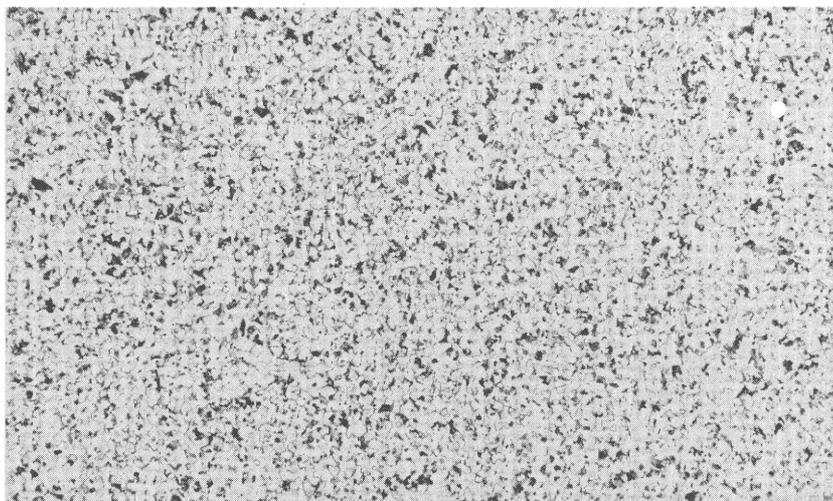


Fig. 5 - Échantillon A.G.

100:1

État forgé
1150 °C - 30 mn/air
950 °C - 30 mn/four

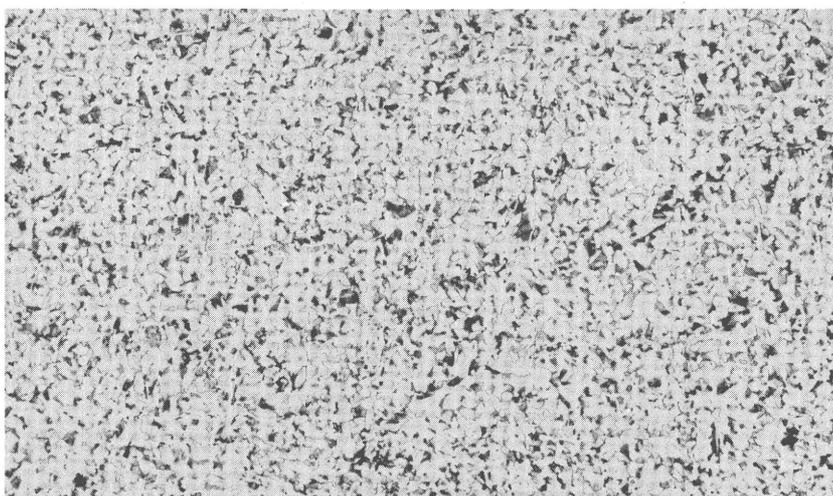


Fig. 6 - Échantillon A.H.

100:1

État forgé
1350 °C - 30 mn/air
950 °C - 30 mn/air

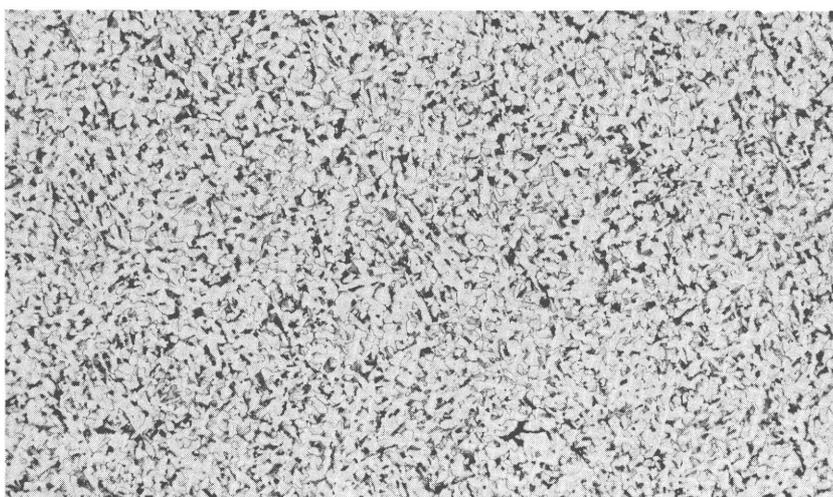


Fig. 7 - Échantillon A.I.

100:1

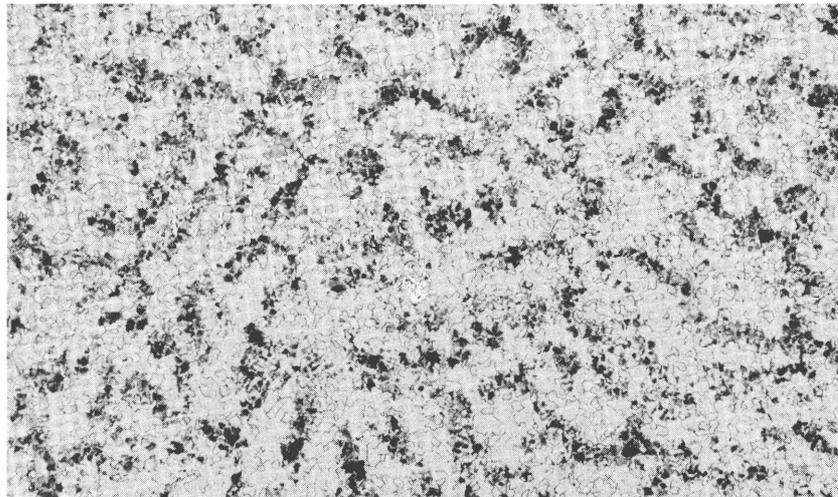


Fig. 8 – Échantillon A.K.

100:1

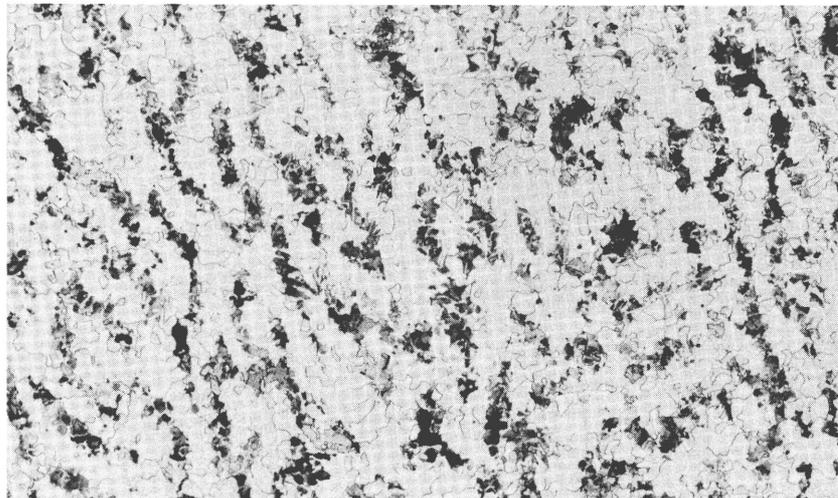


Fig. 9 – Échantillon A.L.

100:1

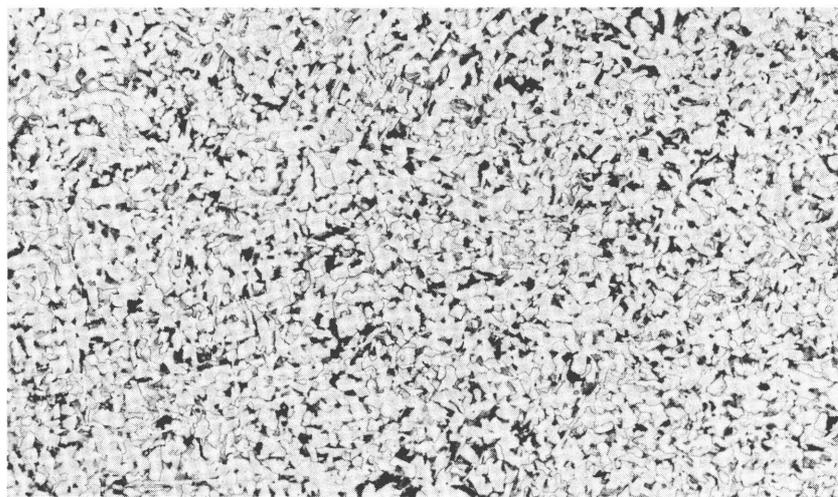


Fig. 10 – Échantillon A.M.

100:1

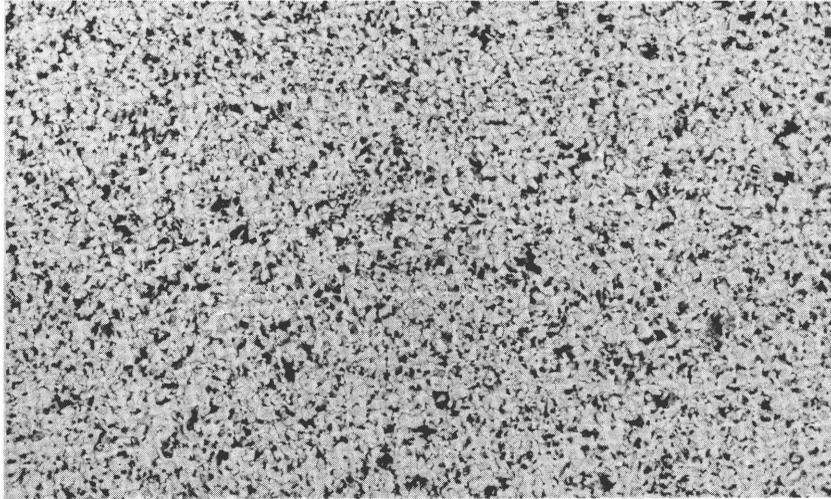


Fig. 11 - Échantillon A.N.

100:1

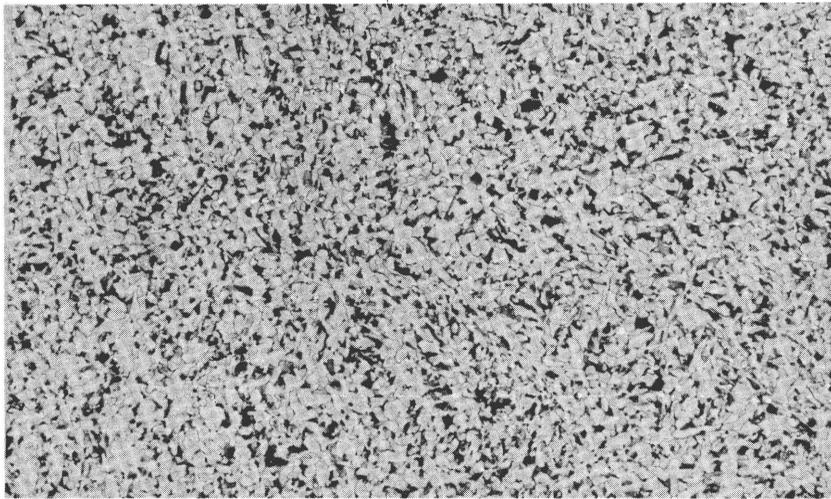


Fig. 12 - Échantillon A.O.

100:1

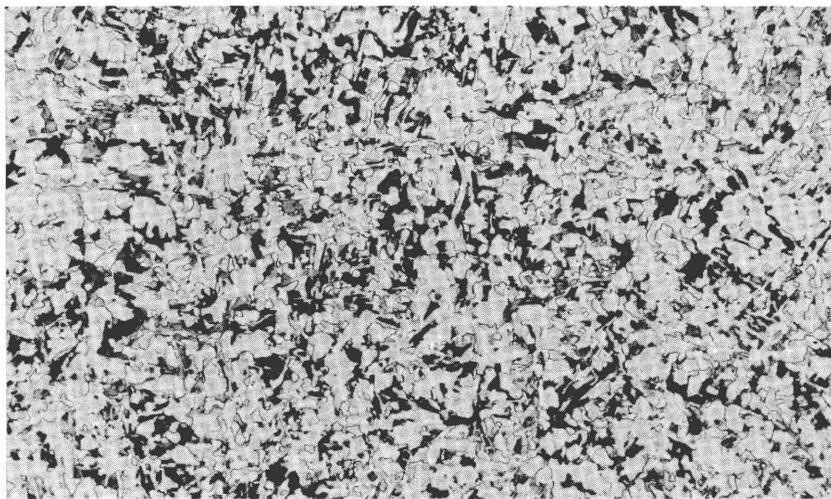


Fig. 13 - Échantillon A.P.

100:1

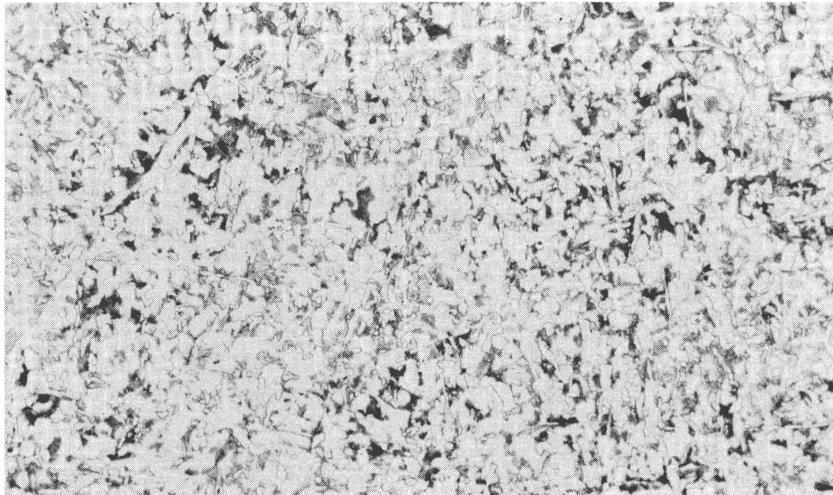


Fig. 14 – Échantillon A.Q.

100:1

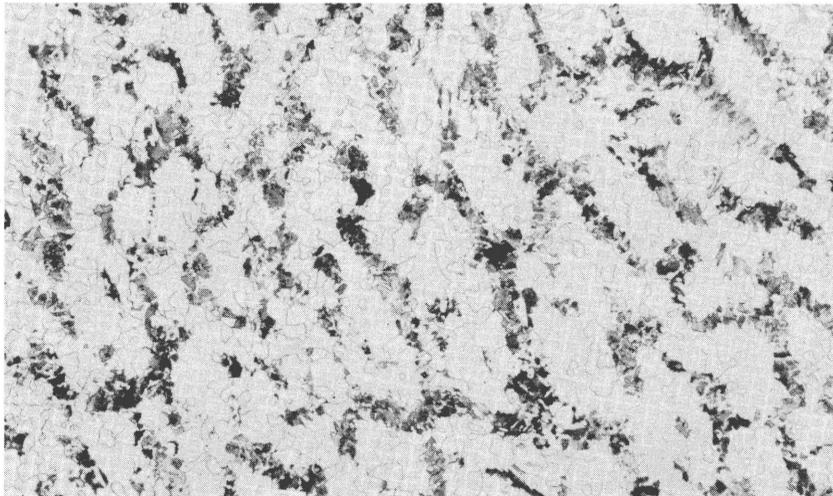


Fig. 15 – Échantillon A.R.

100:1

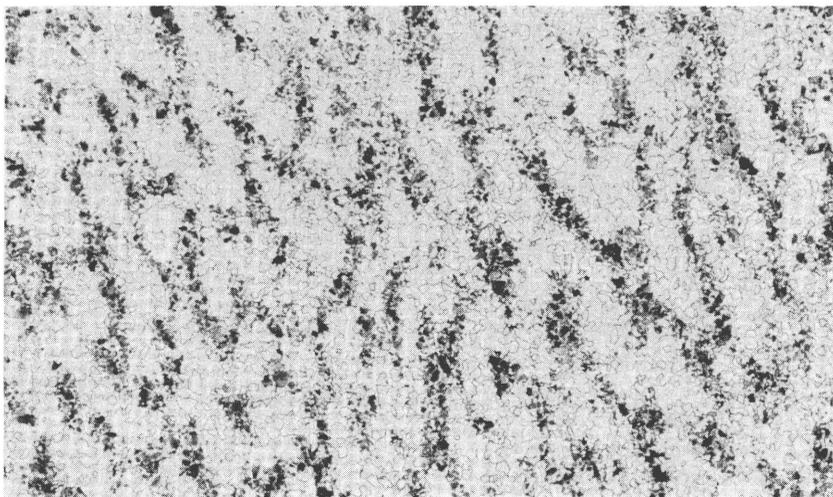


Fig. 16 – Échantillon A.S.

100:1

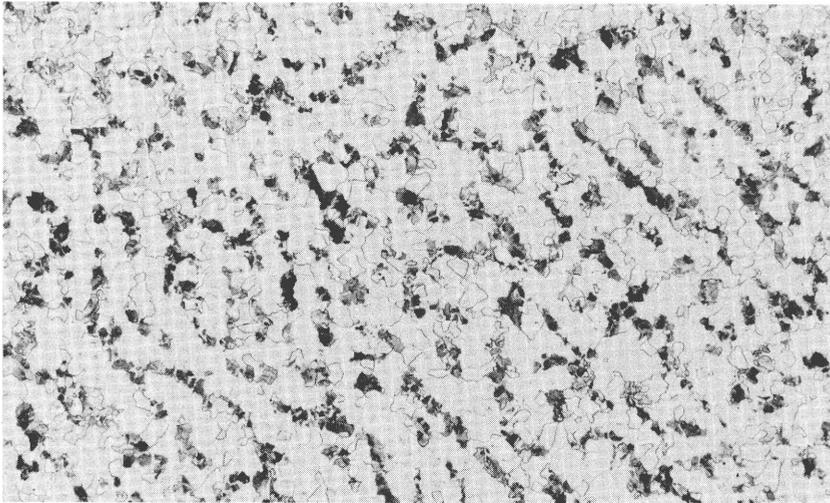


Fig. 17 - Échantillon G.T.

100:1

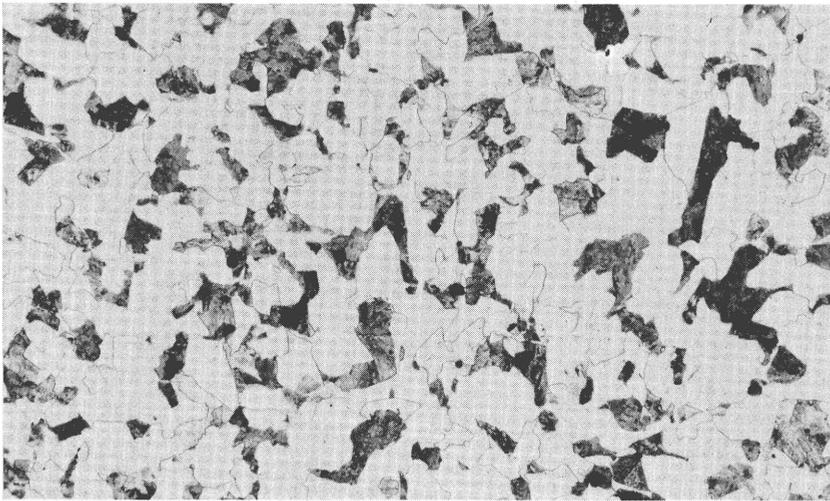


Fig. 18 - Échantillon G.U.

100:1

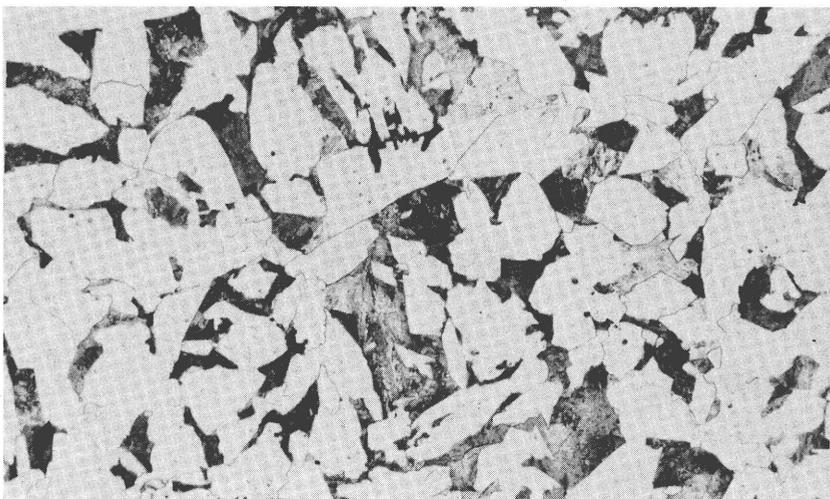


Fig. 19 - Échantillon G.V.

100:1

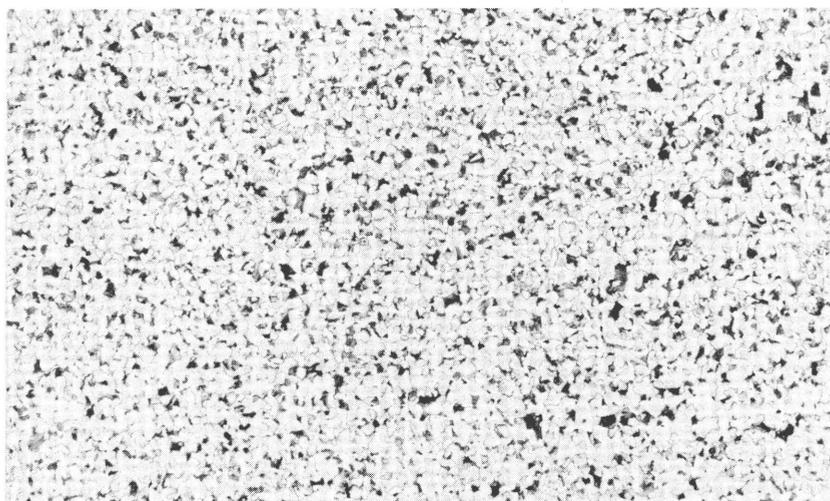


Fig. 20 - Échantillon G.W.

100:1

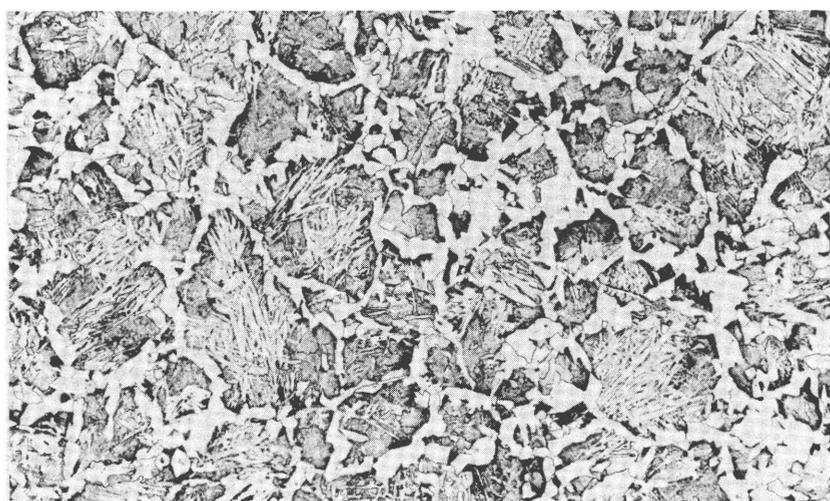


Fig. 21 - Échantillon G.X.

100:1

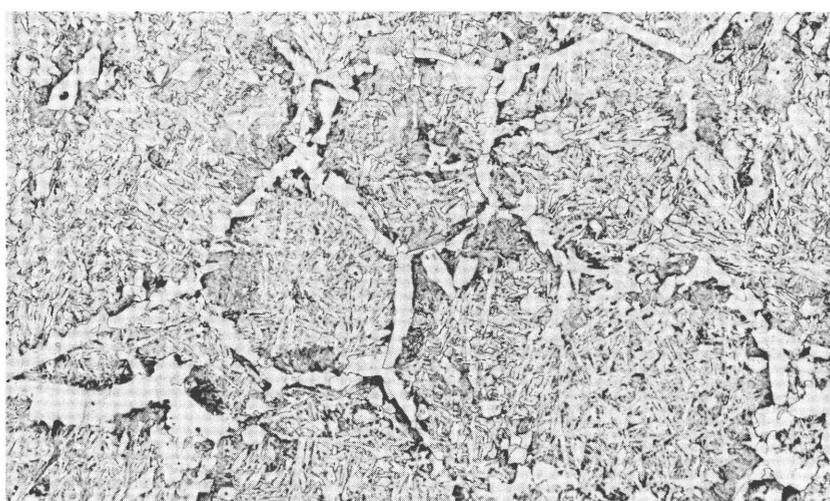


Fig. 22 - Échantillon G.Y.

100:1

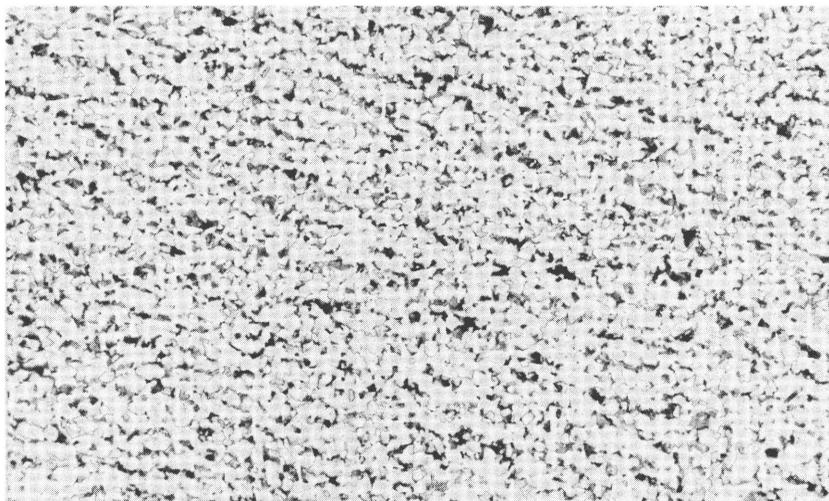


Fig. 23 – Échantillon B.A.

100:1

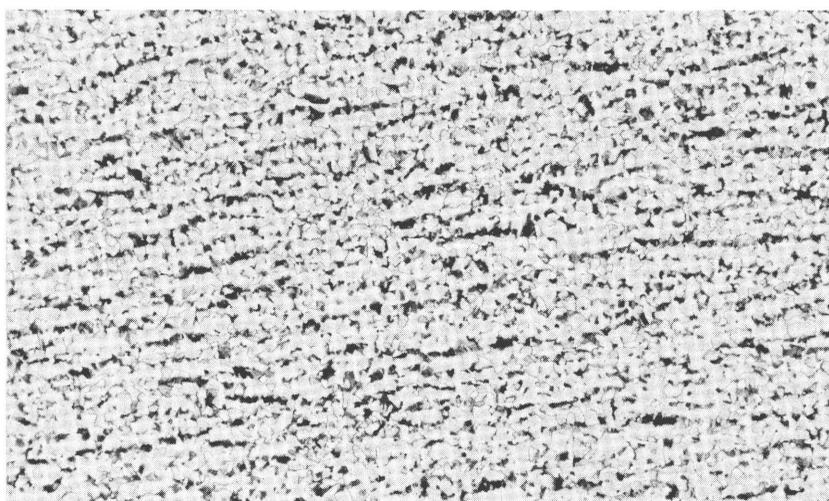


Fig. 24 – Échantillon B.B.

100:1

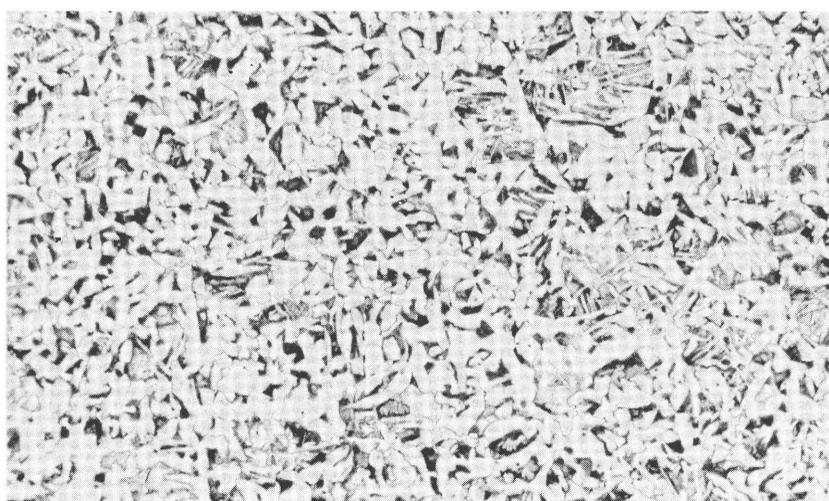


Fig. 25 – Échantillon B.C.

100:1

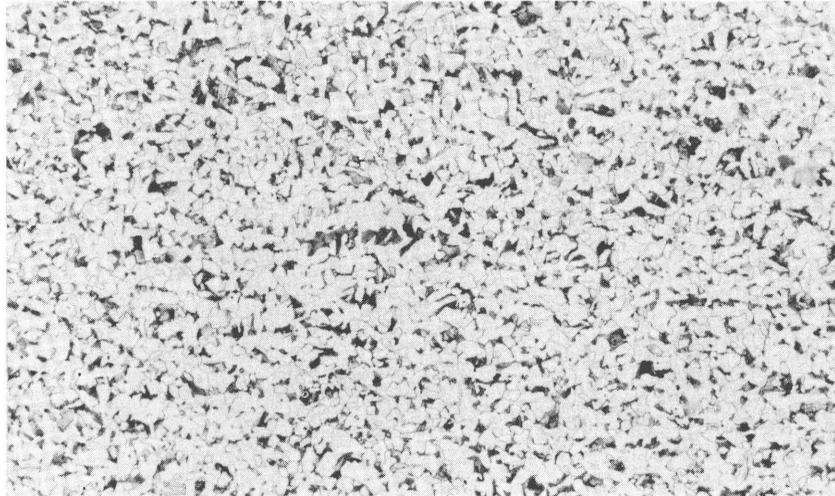


Fig. 26 – Échantillon B.D.

100:1

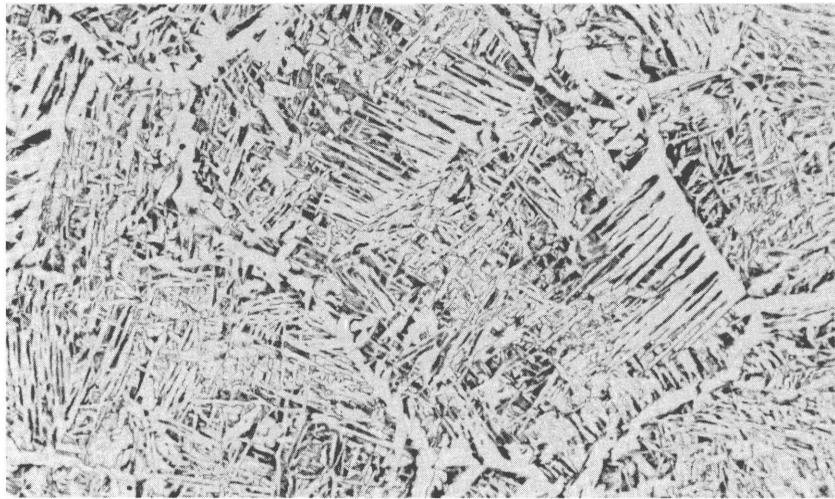


Fig. 27 – Échantillon B.E.

100:1

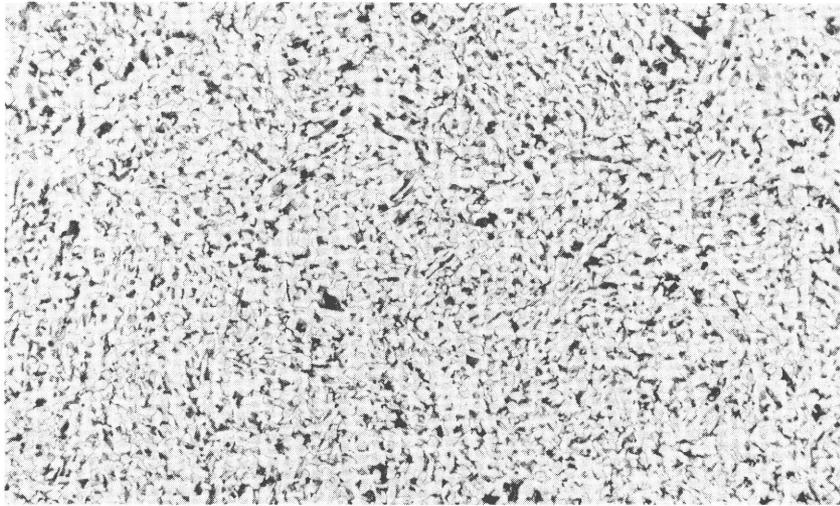


Fig. 28 – Échantillon B.K.

100:1

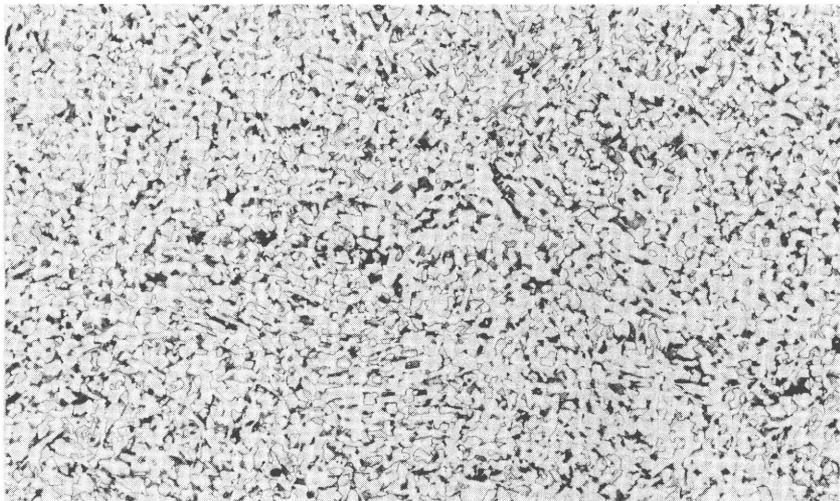


Fig. 29 – Échantillon B.U.

100:1

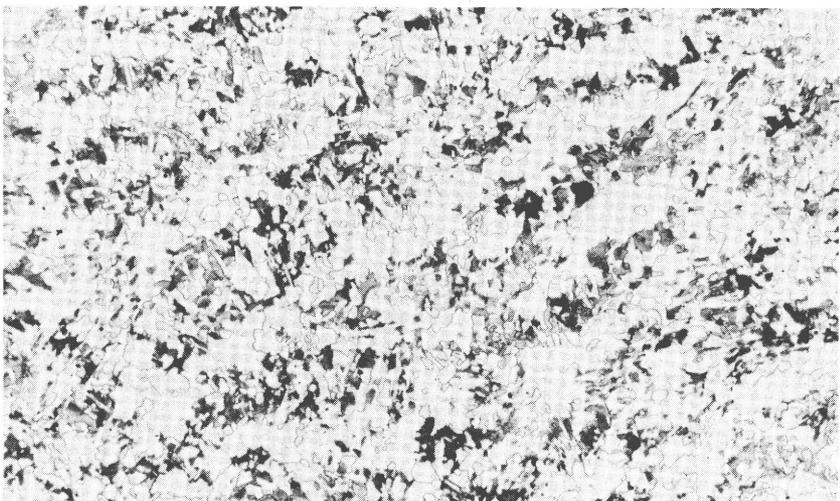


Fig. 30 – Échantillon B.P.

100:1

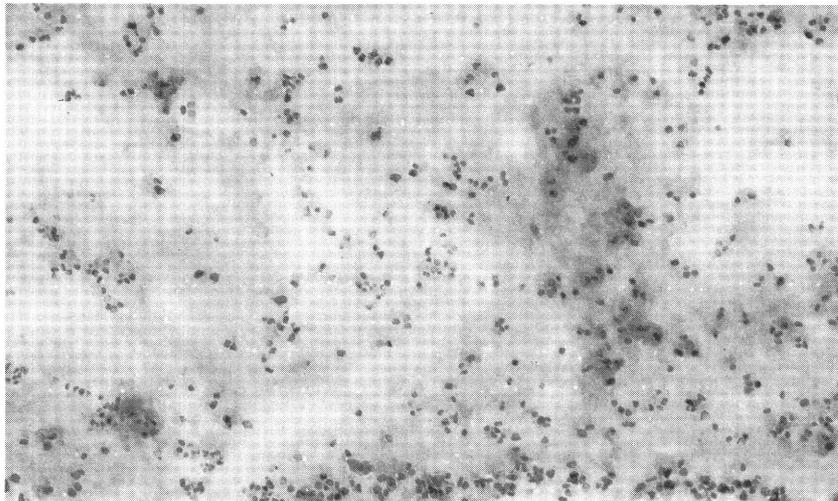


Fig. 31 - Coulée 5 - 950 °C - 30 mn/Eau chaude

20 000:1

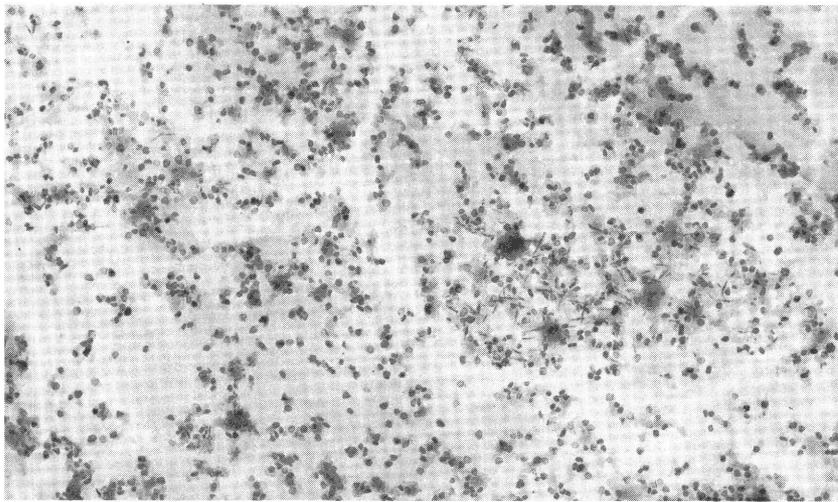


Fig. 32 - Coulée 5 - 1050 °C - 30 mn/Eau chaude

20 000:1

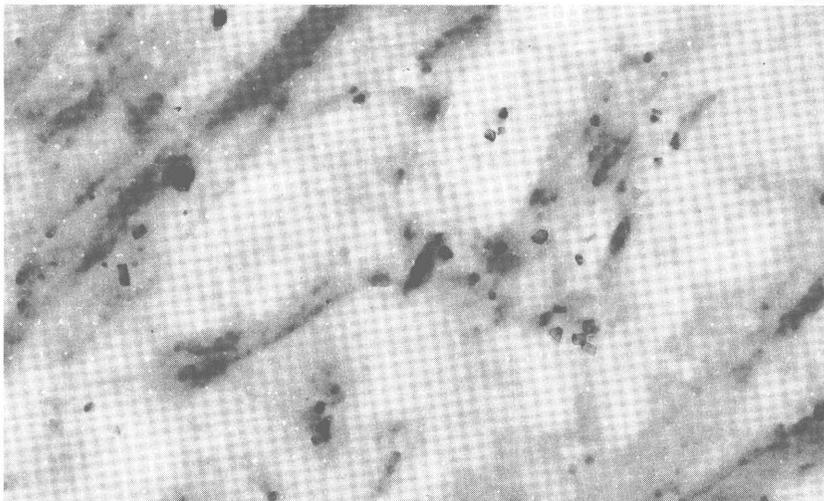


Fig. 33 – Coulée 5 – 1100 °C – 30 mn/Eau chaude

20 000:1

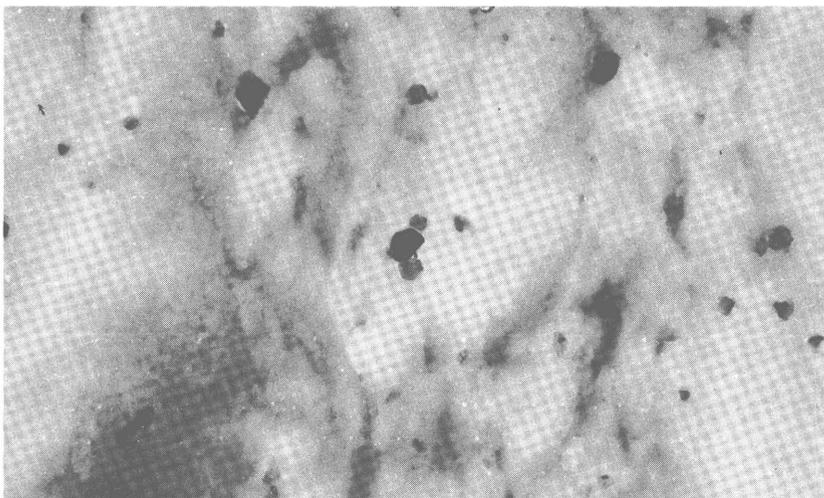


Fig. 34 – Coulée 5 – 1150 °C – 30 mn/Eau chaude

20 000:1

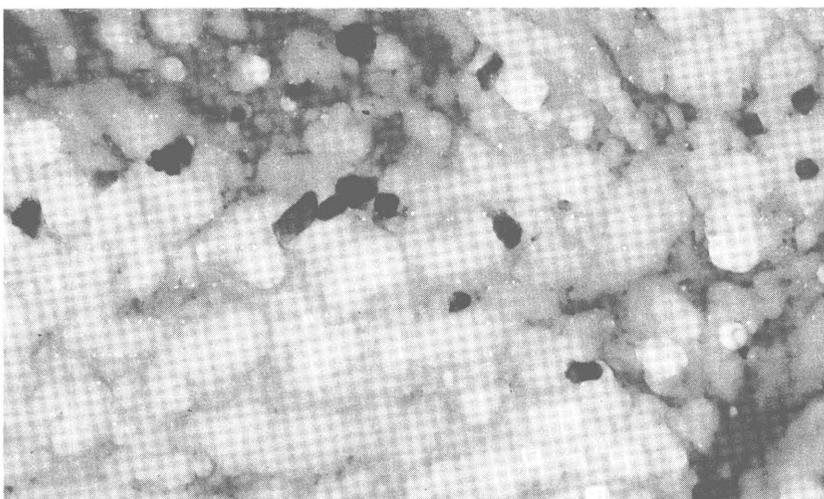


Fig. 35 – Coulée 5 – 1250 °C – 30 mn/Eau chaude

20 000:1

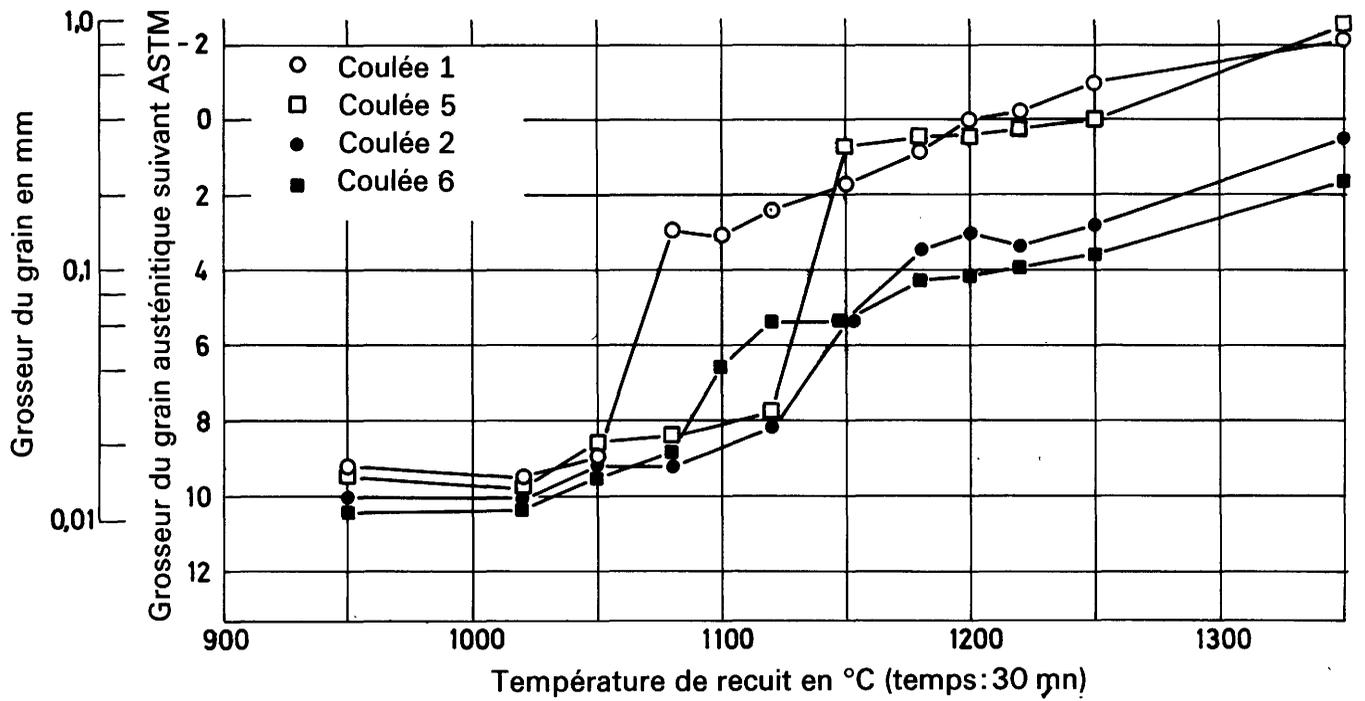


Fig. 36 — Grosseur du grain austénitique en fonction de la température de recuit.

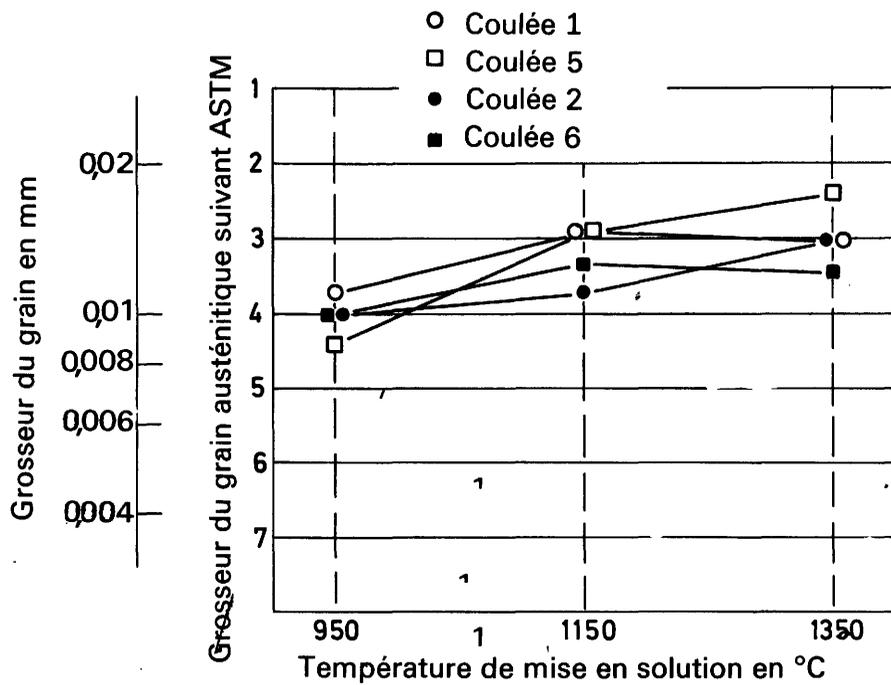


Fig. 37 — Influence de la température de mise en solution sur la grosseur du grain austénitique.

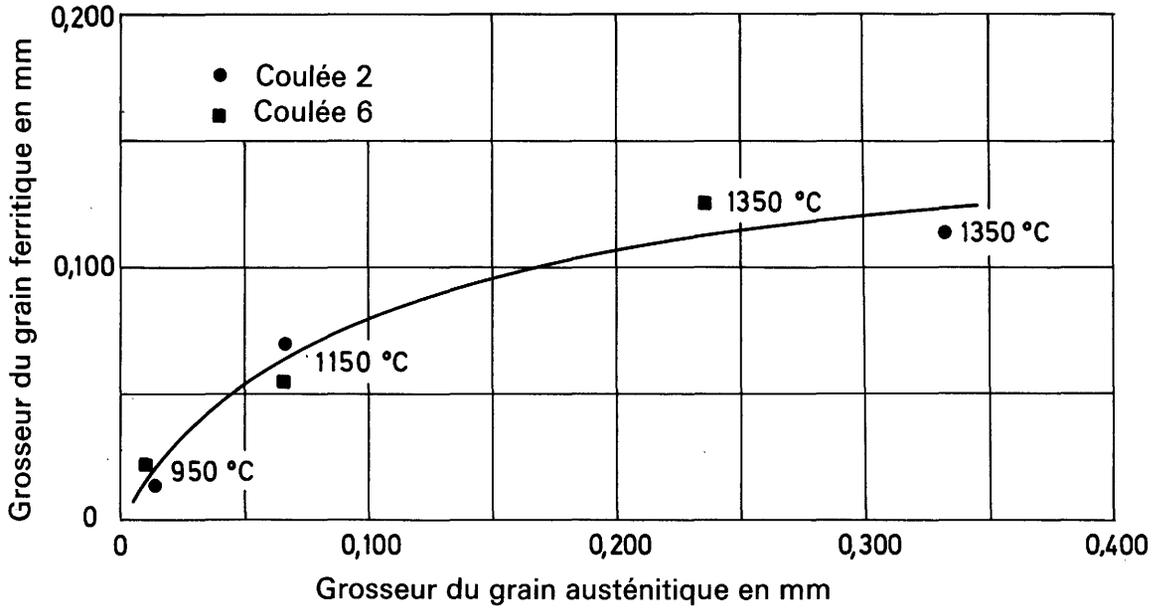


Fig. 38 — Évolution de la grosseur du grain ferritique en fonction de la grosseur du grain austénitique lors du refroidissement au four.

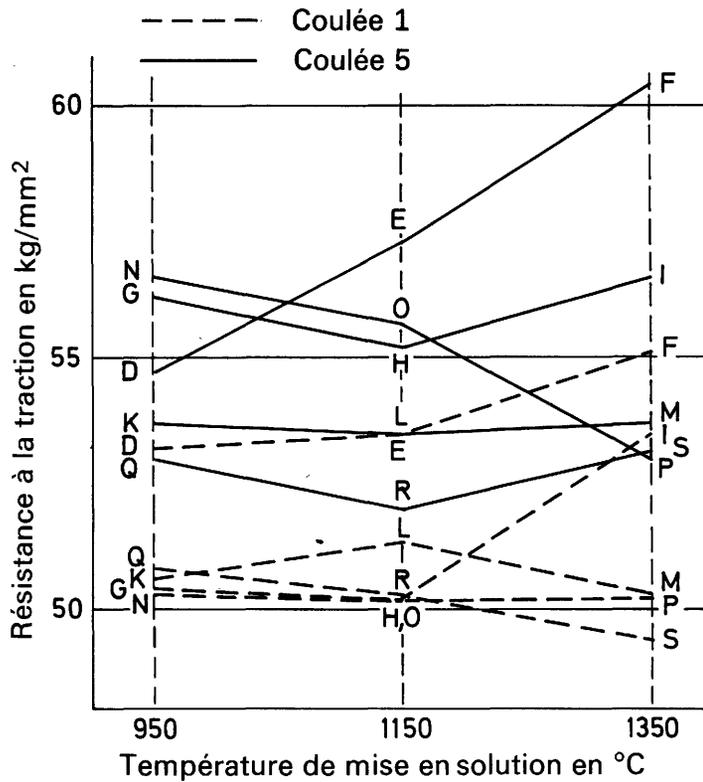


Fig. 39 — Influence de la température de mise en solution sur la résistance à la traction pour les coulées 1 et 5 à l'état forgé.

D = 950 °C/air	G; H; I; D; E; F+950 °C/air
E = 1150 °C/air	K; L; M; D; E; F+950 °C/four
F = 1350 °C/air	N; O; P; D; E; F+950 °C/air + revenu
	Q; R; S; D; E; F+950 °C/four + revenu

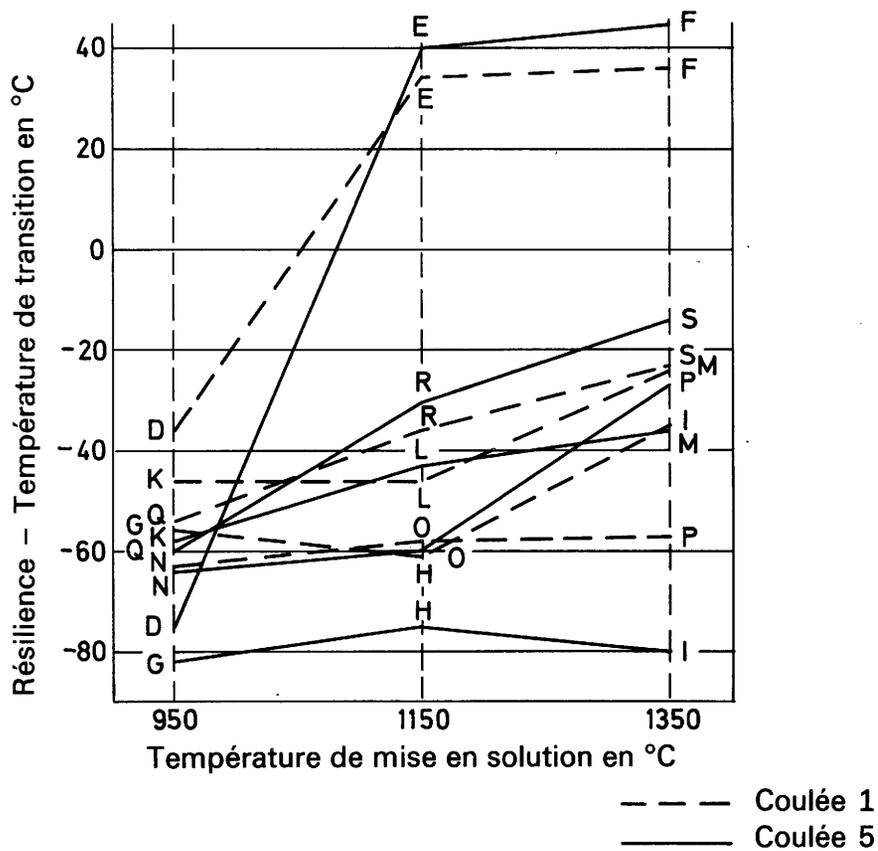


Fig. 40 — Influence de la température de mise en solution sur la température de transition pour les coulées 1 et 5 à l'état forgé.

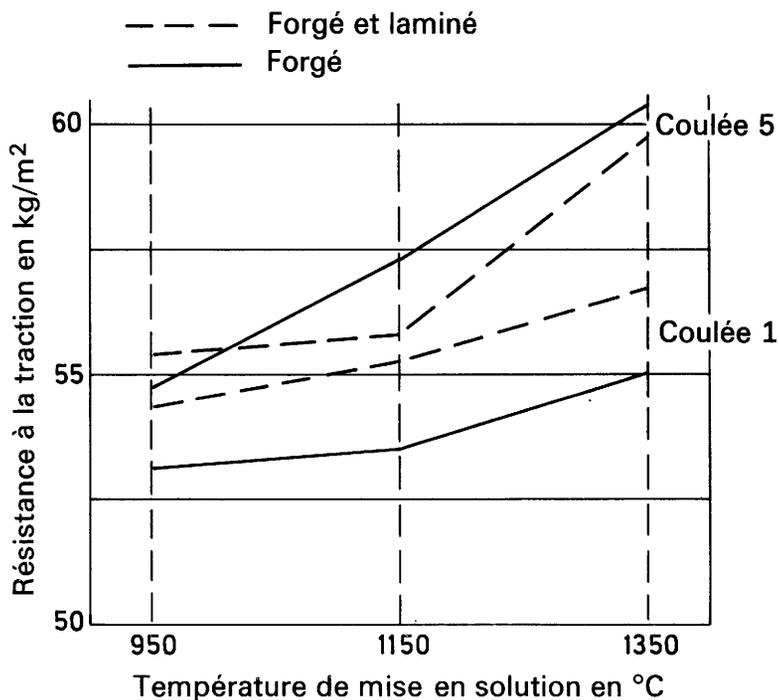


Fig. 41 — Influence de la température de mise en solution sur la charge de rupture pour les coulées 1 et 5 à l'état forgé et forgé et laminé.

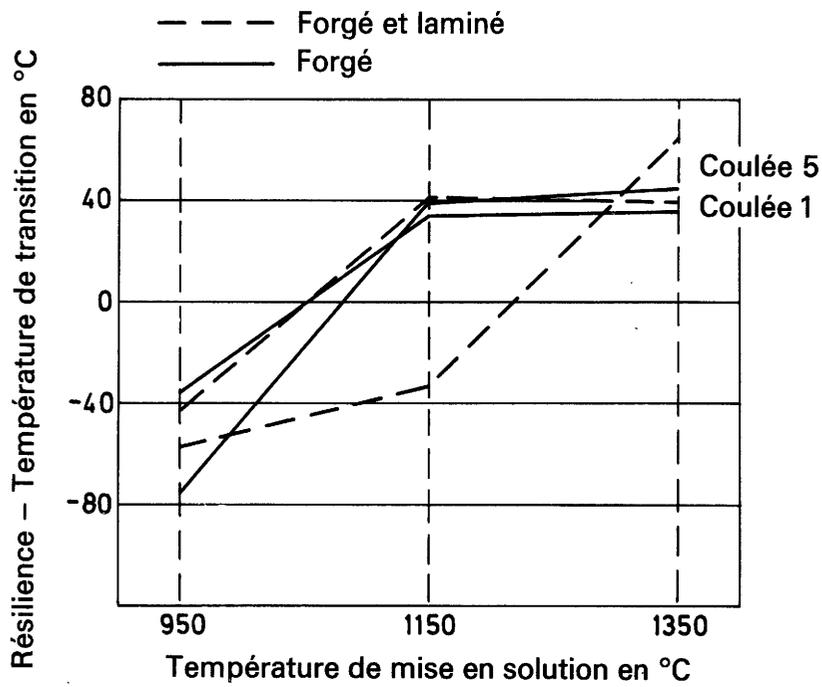


Fig. 42 — Influence de la température de mise en solution sur la température de transition correspondant à la moitié de l'énergie maximale de rupture.

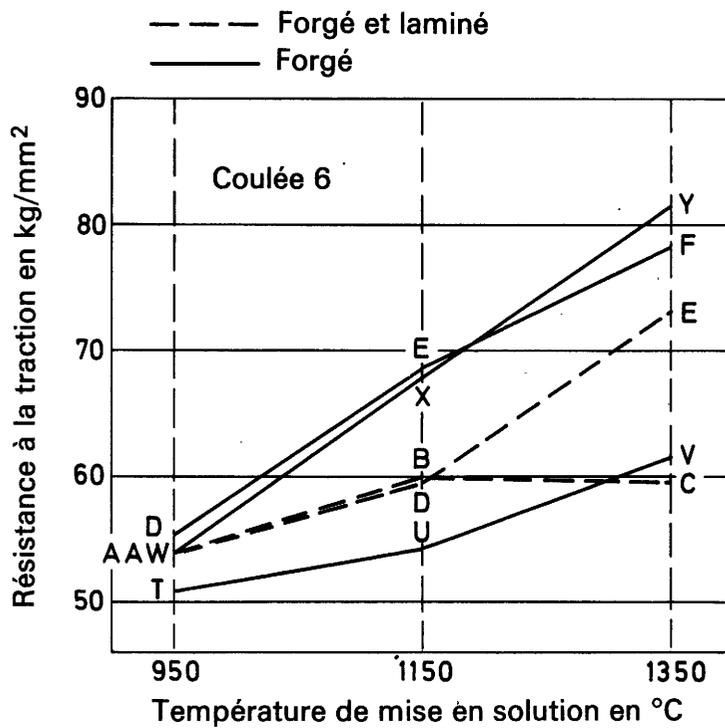


Fig. 43 — Influence de la température de mise en solution sur la résistance à la traction pour la coulée 6 en fonction de différents traitements thermiques et mécaniques.

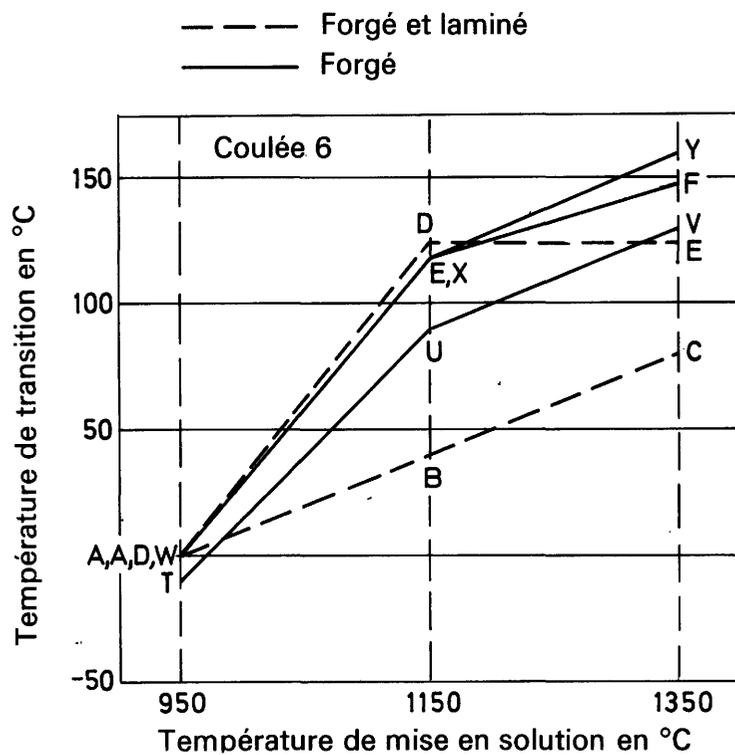


Fig. 44 — Influence de la température de mise en solution sur la température de transition pour la coulée 6 en fonction de différents traitements thermiques et mécaniques.

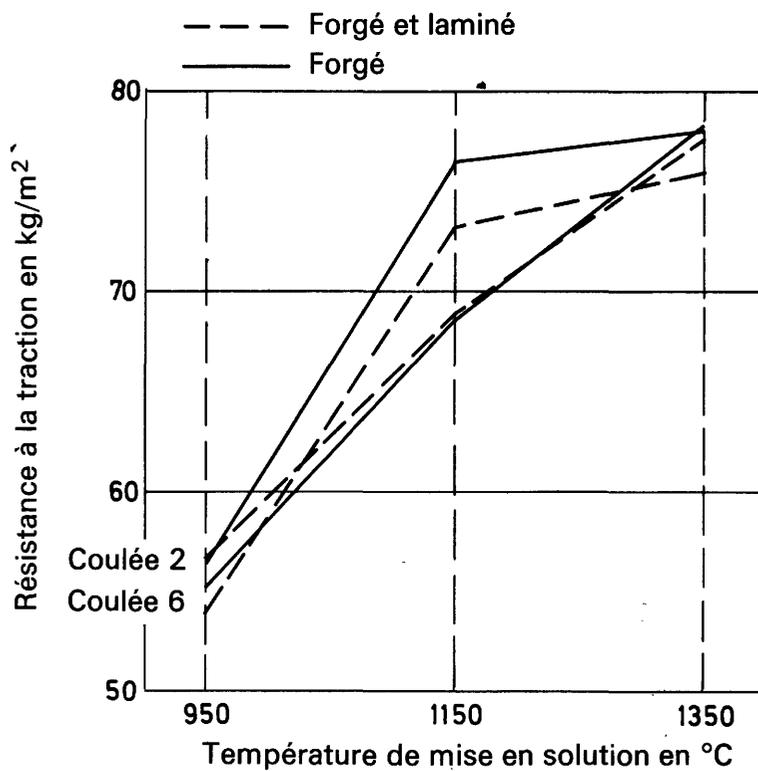


Fig. 45 — Comparaison des coulées 2 et 6 (résistance à la traction).

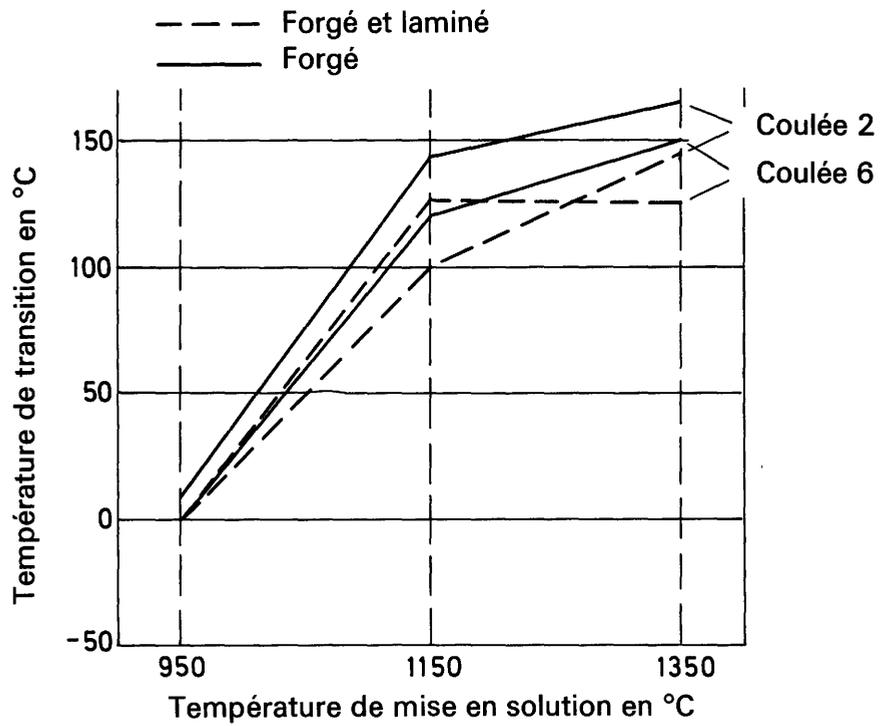


Fig. 46 — Comparaison des coulées 2 et 6 (résilience).

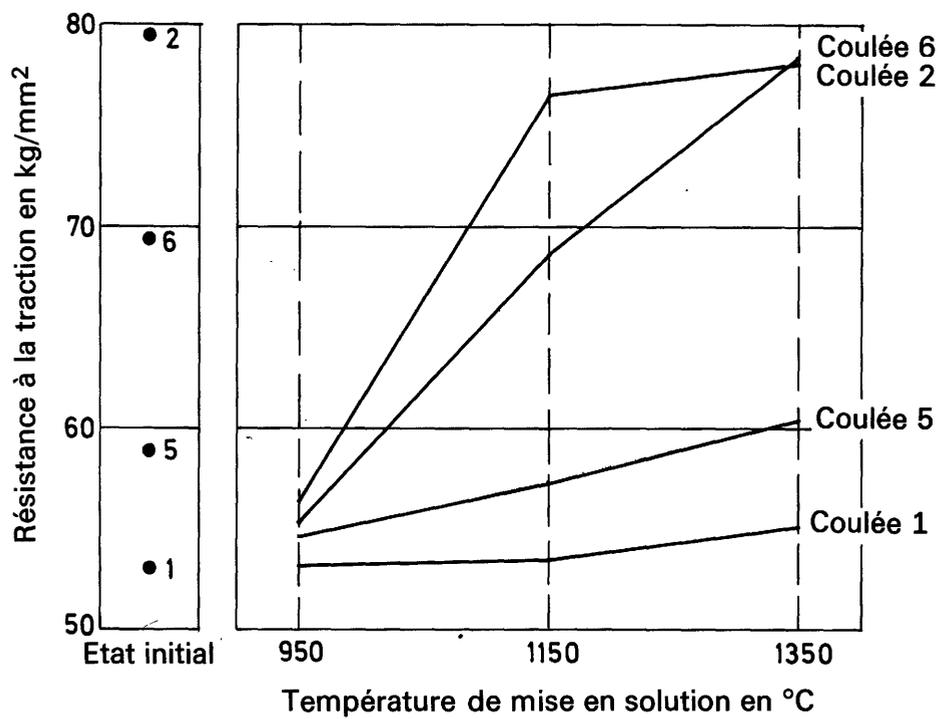


Fig. 47 — Comparaison des coulées 1, 2, 5 et 6 (charge de rupture).

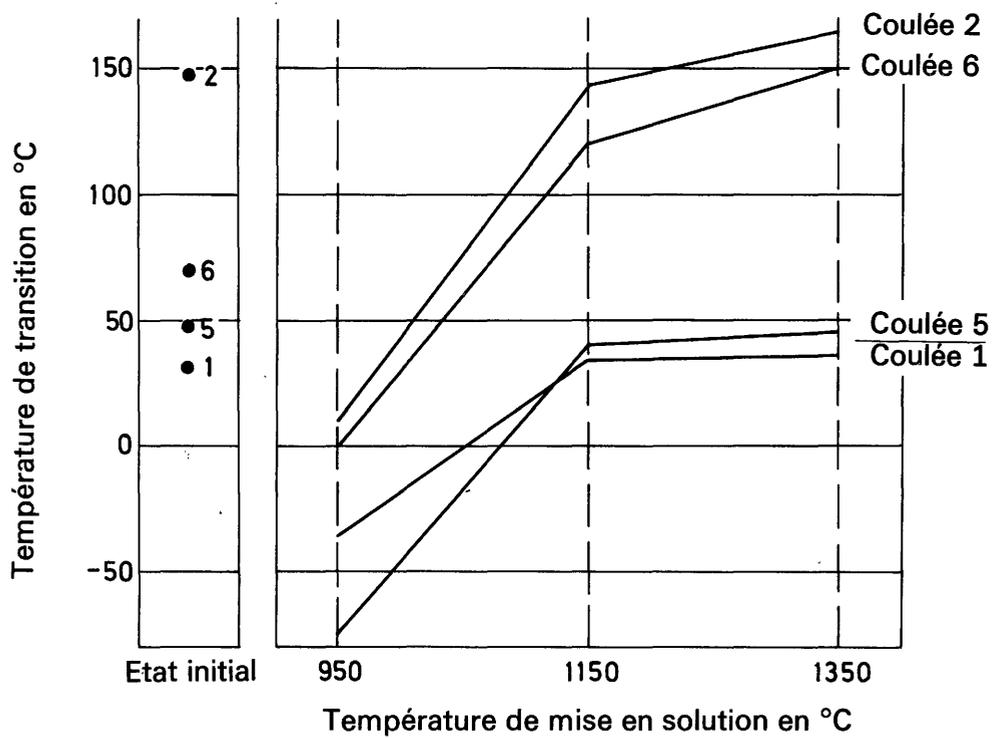


Fig. 48 — Comparaison des coulées 1, 2, 5 et 6 (résilience).

Fig. 49 — Comparaison des coulées 1, 2, 5 et 6 à l'état laminé en fonction de différents traitements thermiques.

E = 1350°C+1250°C/air
 K = E+950°C/air
 P = E+950°C/four
 U = E+950°C/air+1 h 600°C/air

Fig. 50 — Comparaison des coulées 1, 2, 5 et 6 à l'état laminé en fonction de différents traitements thermiques.

E = 1350°C+1250°C/air
 K = E+950°C/air
 P = E+950°C/four
 U = E+950°C/air+1 h 600°C/air

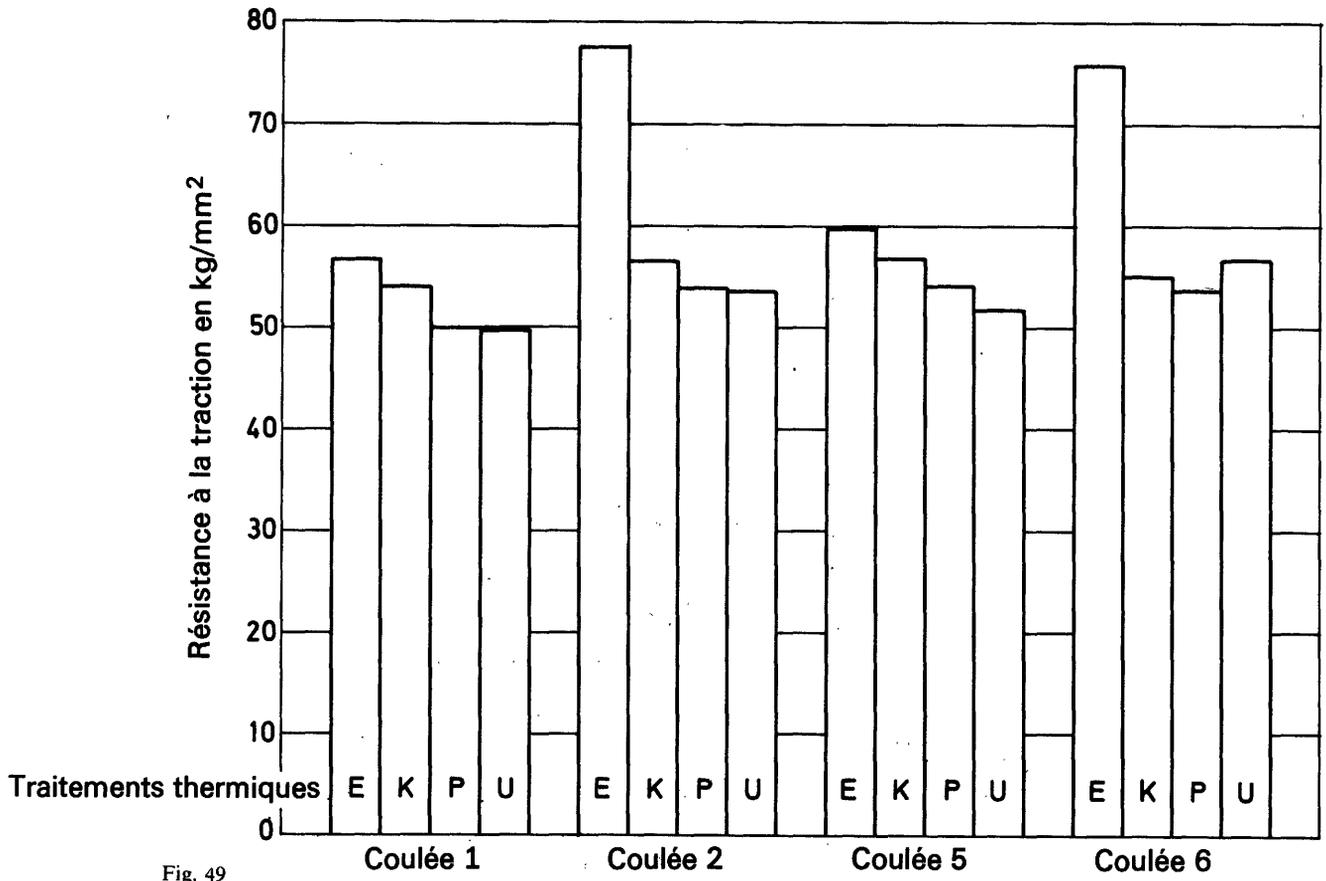


Fig. 49

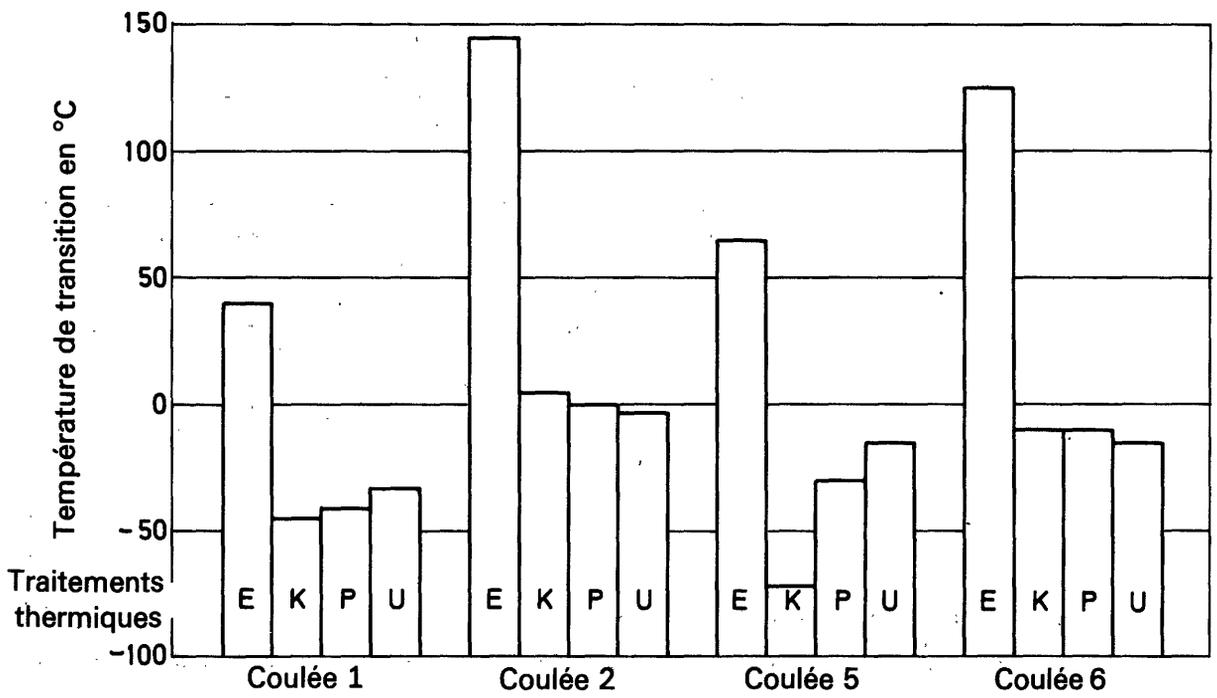


Fig. 50

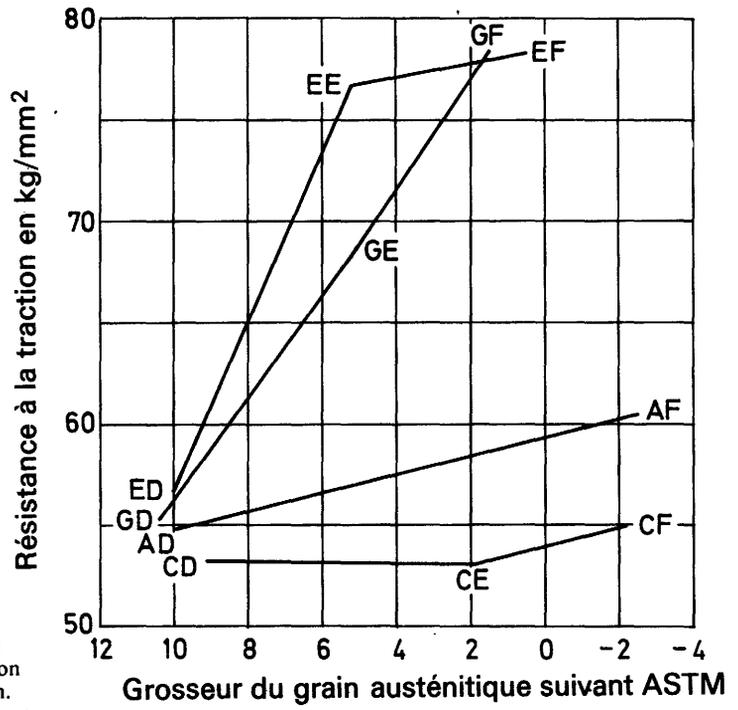


Fig. 51 — Évolution de la grosueur du grain austénitique en fonction de la résistance à la traction.

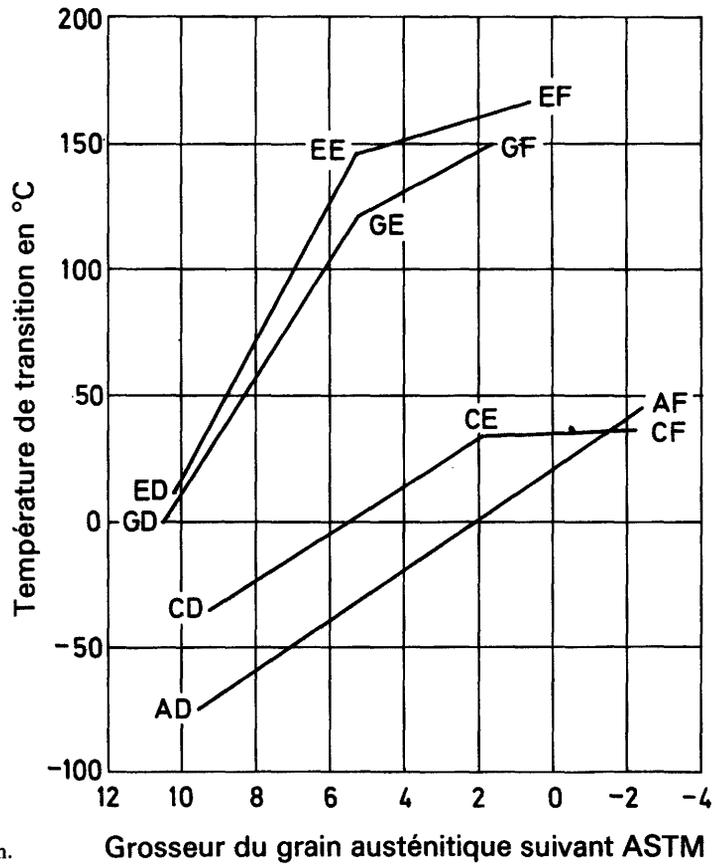


Fig. 52 — Évolution de la grosueur du grain austénitique en fonction de la température de transition.

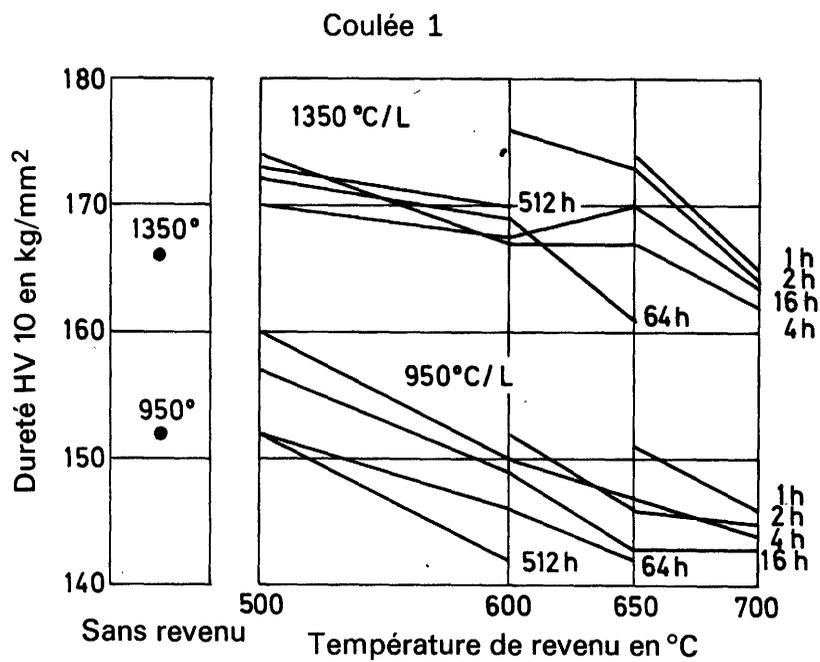


Fig. 53 — Influence de la température et du temps de revenu sur le durcissement par dispersion.

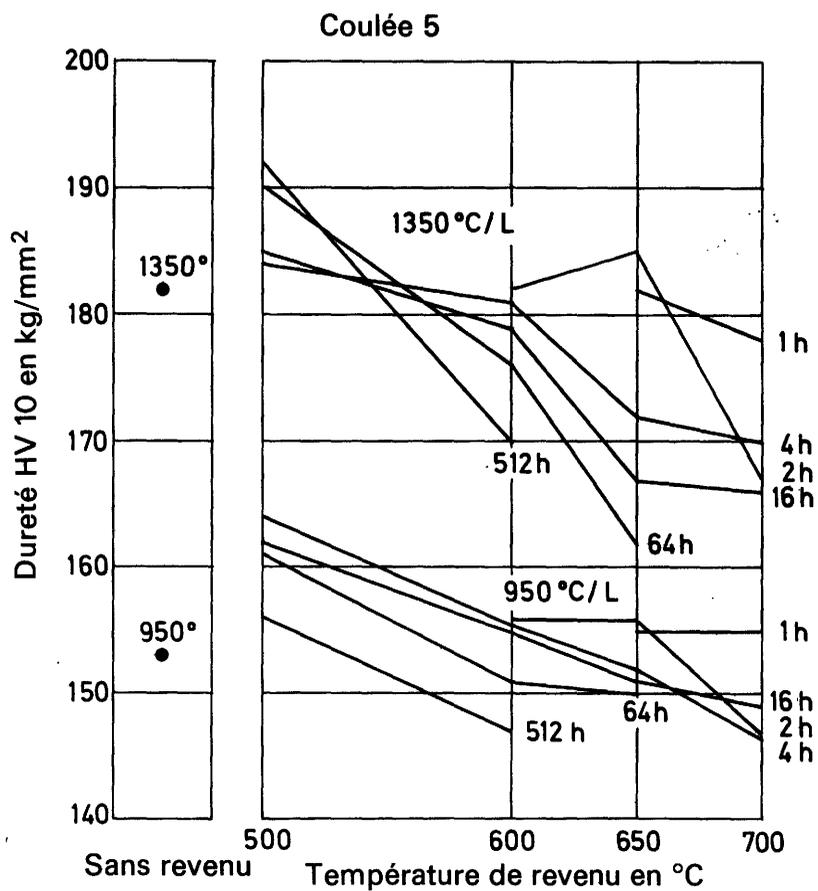


Fig. 54 — Influence de la température et du temps de revenu sur le durcissement par dispersion.

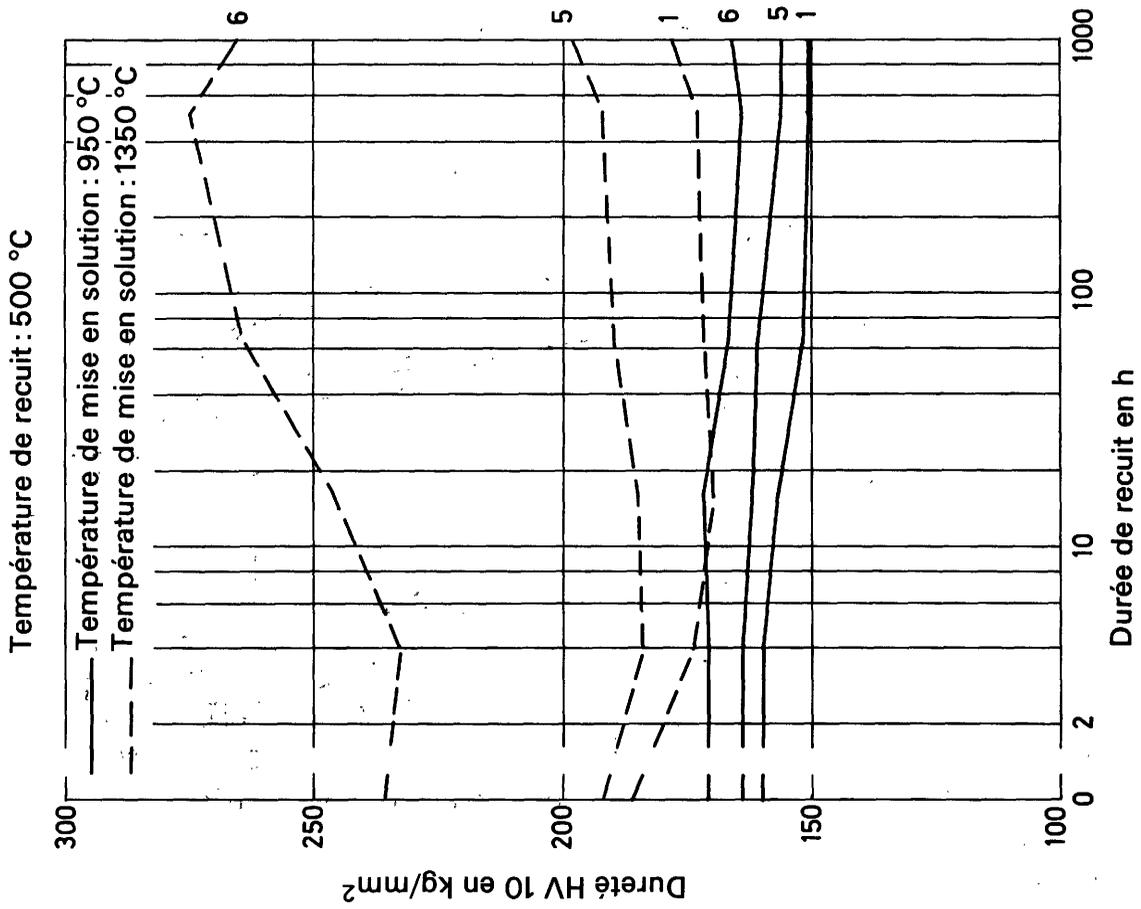


Fig. 56 — Influence de la durée de recuit sur le durcissement par dispersion.

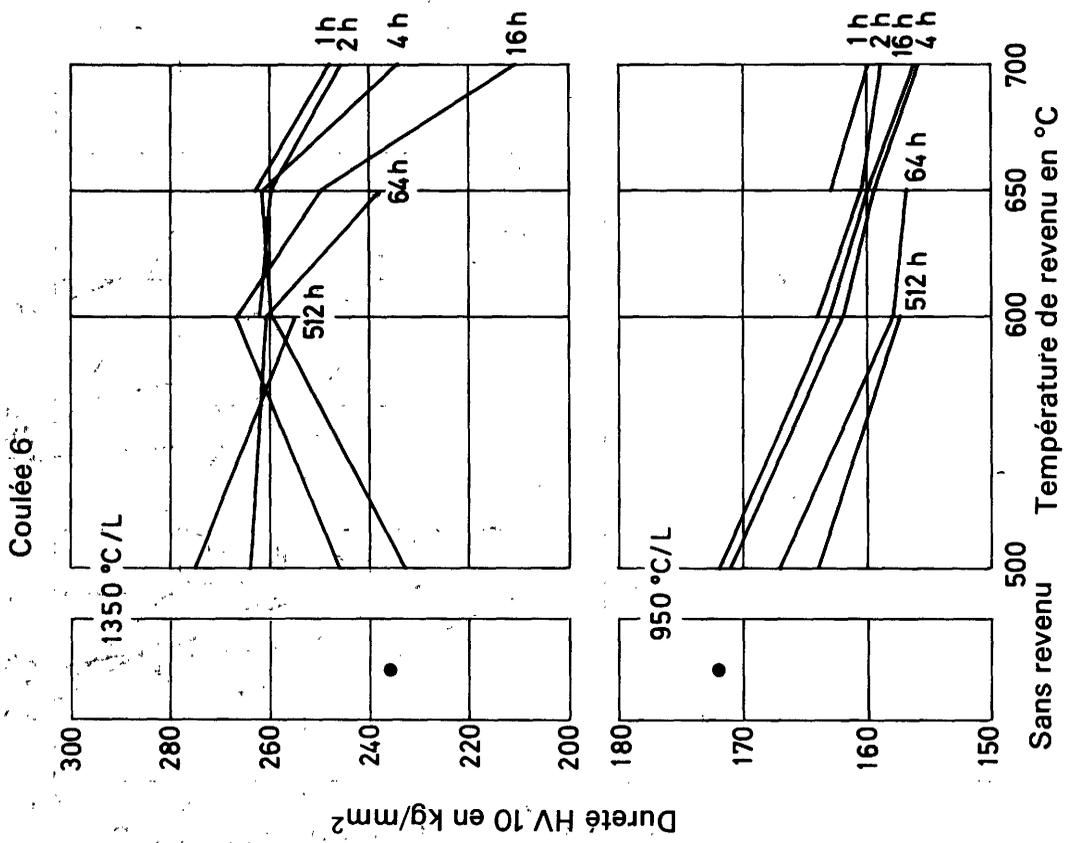


Fig. 55 — Influence de la température et du temps de revenu sur le durcissement par dispersion pour les températures de mise en solution de 1350 et 950 °C.

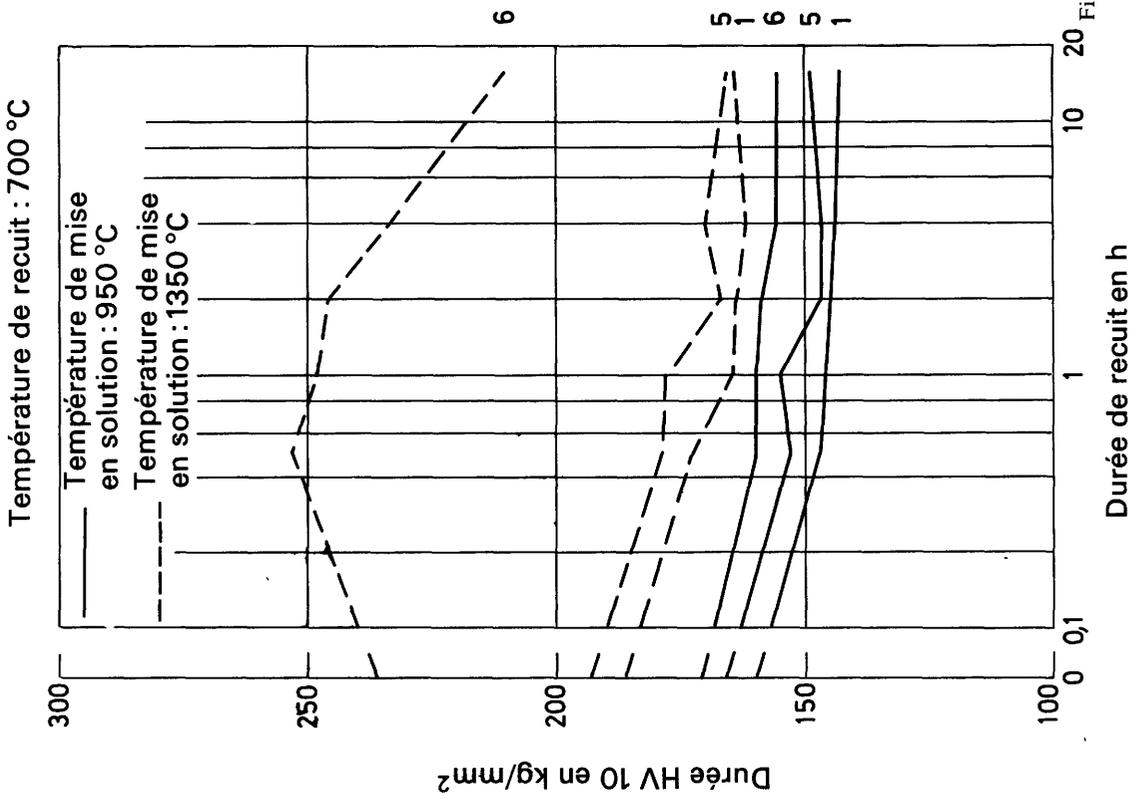


Fig. 57 — Influence de la durée de recuit sur le durcissement par dispersion.

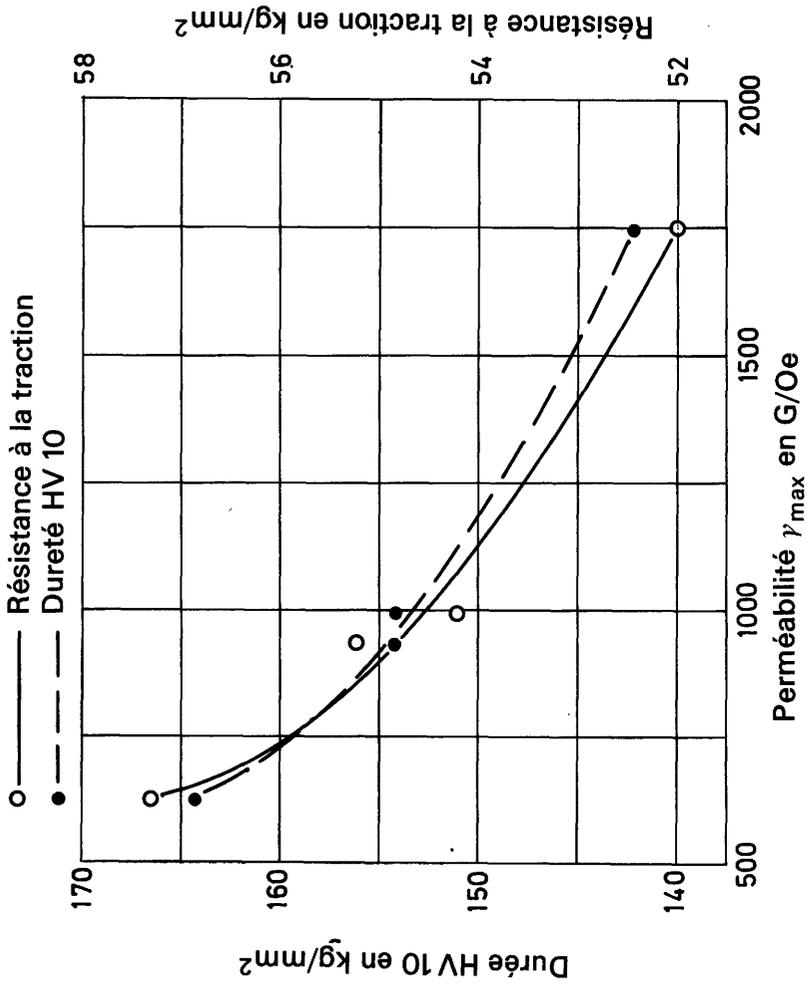


Fig. 58 — Évolution entre la perméabilité maximale et les propriétés mécaniques.

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE L'ALUMINIUM

Laboratoire de Recherche de la Société Creusot-Loire, Le Creusot

INTRODUCTION

Cette étude se propose, dans le cadre des aciers soudables, de déterminer le traitement thermique conduisant, par l'action des phases dispersées, aux caractéristiques mécaniques optimales tant du point de vue limite élastique, que du point de vue résilience.

La SFAC a pour sa part l'étude de l'influence d'une précipitation de nitrure d'aluminium. Les effets durcissants d'une telle précipitation (aux teneurs étudiées) étant pratiquement nuls, il restait à étudier son influence sur le grossissement du grain, des travaux précédents ayant montré que ce facteur est essentiel dans l'amélioration des caractéristiques mécaniques précédemment citées.

Cette étude consiste donc à établir les relations existant entre traitement thermique (ou thermomécanique), grosseur du grain et précipitation de nitrure d'aluminium. Elle se subdivise en trois grands chapitres :

— Tout d'abord, dans le cadre d'essais comparatifs entre les quatre laboratoires participant à cette recherche, une détermination de caractéristiques mécaniques pour trois coulées à teneurs en nitrure d'aluminium variables.

— Ensuite une étude de la cinétique du grossissement du grain austénitique après des traitements thermiques classiques.

— Enfin une mise en évidence de l'évolution de cette grosseur du grain après des traitements thermomécaniques à haute température.

1 — ÉTUDE DES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES DES COULÉES 0, 1 ET 5

1.1 — Composition des coulées d'étude

Acier de base

Le métal de la coulée 0 a été élaboré à la CAFL avec un procédé de haute qualité (fusion et coulée sous vide). Sa composition est consignée ci-dessous :

	C	Si	Mn	S	Cr	Mo	Cu	N ₂	Al	Ni	P
	0,18	0,48	1,12	—	0,04		0,010	0,005	0,010	0,010	0,—
Vérifiée	0,17	0,41	1,12	—	0,03	0,02	<0,020	0,005 ₃	0,009	<0,025	0,012

Ce métal a été livré sous forme de ronds de diamètre 28 mm et de longueur approximative 4 à 5 m.

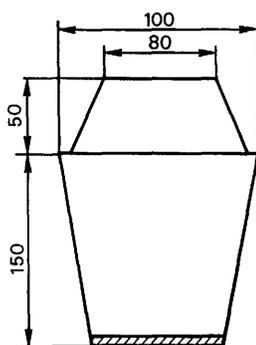
Coulée 1

Elle a été élaborée au Centre de Recherches d'IMPHY par refusion sous argon ($P = 700$ torr) — et maintien de cette pression au cours de l'élaboration — de 10 kg de l'acier

de base. L'addition d'azote a été réalisée sous forme de ferro-manganèse nitruré dont la composition est la suivante :

C	Si	Mn	N ₂
0,695	0,61	81,72	5,03

Les caractéristiques géométriques des lingotins de 10 kg réalisés sont reproduites ci-dessous :



Une plaquette pied a été prélevée pour la détermination de la composition. (Sur de tels lingotins, de faibles dimensions, il a été vérifié que la ségrégation était pratiquement inexistante.)

La composition des lingotins obtenus est comme suit :

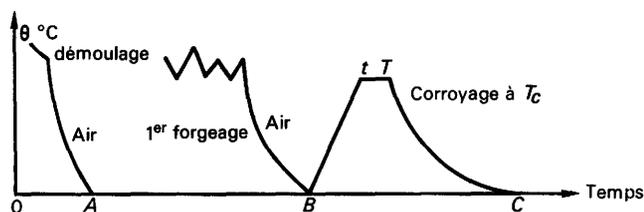
	C	Si	Nn	N ₂ total	Al total
Compositions réalisées	0,165	0,395	1,35	0,010 ₈	0,026
	0,166	0,365	1,35	0,009 ₈	0,025
Composition visée	0,17	0,41	1,12	0,010	0,020

Coulée 5

L'introduction de l'azote a été réalisée par fusion sous atmosphère d'azote et maintien de cette atmosphère en cours d'élaboration. La composition des lingotins est la suivante :

	C	Si	Mn	N ₂ total	Al total
Compositions réalisées	0,17	0,34	1,12	0,023	0,037
	0,16	0,33	1,12	0,019	0,038
Composition visée	0,17	0,41	1,12	0,020	0,040

1.2 — Transformation des produits



Phase commune AB

Les lingotins ainsi obtenus ont été transformés par forgeage au pilon directement en barres de section carrée (16 × 16) ou ronde (∅ 16 mm). La température maximale du produit était de

1250°C. Le temps total de maintien à cette température a été de 2 h environ; le temps total de forgeage d'un lingotin étant de 30 mn (celui-ci s'effectuant avec un réchauffage intermédiaire des produits).

A ce stade de la fabrication nous avons contrôlé sur barres la composition chimique qui s'est révélée correcte. Deux états de référence ont été réalisés et étudiés :

Normalisation à $Ac_3 + 50^\circ C$,

Normalisation à $Ac_3 + 150^\circ C$.

Les courbes dilatométriques différentielles concernant les coulées 1 et 5 ont permis la détermination des points Ac_3 soit respectivement pour la coulée 1 : $865^\circ C$ et pour la coulée 5 : $875^\circ C$. Nous avons donc pris une valeur moyenne pour les deux coulées soit $870^\circ C$.

Les austénitisations ont donc été réalisées à 920 et à $1020^\circ C$; les résultats obtenus sont consignés dans le tableau ci-dessous :

		$E_{0,2\%}$ kg/mm ²		R kg/mm ²	$A\%_{5d}$	$\Sigma\%$	Hv 40 kg
1	Brut de forge	48,3		61,8	26,6	78	194
	$Ac_3 + 50^\circ C$	38,5	E_{app} 39	56	34,8	78,5	157
	$Ac_3 + 150^\circ C$	35,3		54,5	33	76	160
5	Brut de forge	E_{inf} 41,5	E_{sup} 46,5	56,8	33	71,7	170
	$Ac_3 + 50^\circ C$	40,1	E_{app} 41,3	54,5	33,2	78	165
	$Ac_3 + 150^\circ C$	33,6	E_{app} 35,6	52,5	31,6	76	160

Phase d'étude BC

Quatre facteurs ont été pris en considération, le temps t et la température T de maintien, le corroyage C (rapport des sections) et la température de corroyage T_c .

Il a été prévu :

— De maintenir le temps constant et égal à 30 minutes.

— De faire varier T de 950 à $1350^\circ C$ $\left\{ \begin{array}{l} 950^\circ C - \text{Ref. 1} \\ 1150^\circ C - \text{Ref. 2} \\ 1350^\circ C - \text{Ref. 3} \end{array} \right.$

— De réaliser deux valeurs de corroyage :

- soit pas de corroyage par rapport à l'état B (Corroyage $C = 1$),
- soit un corroyage voisin de 5.

Nous avons laissé l'étude du phénomène avec corroyage en suspens pour l'instant; elle ne sera entreprise que lorsque le phénomène sans corroyage aura été suffisamment explicité.

1.3 — Traitements thermiques réalisés

État forgé + 950 °C - 1/2 h - Reft 8000 °C/h à 700 °C

État forgé + 950 °C - 1/2 h - Reft 8000 °C/h à 700 °C + 600 °C - 1 h - Reft air

État forgé + 950 °C - 1/2 h - Reft 250 °C/h à 700 °C.

État forgé + 1150 °C - 1/2 h - Reft 8000 °C/h à 700 °C

État forgé + 1150 °C - 1/2 h - Reft 8000 °C/h à 700 °C + 600 °C - 1 h - Reft air

État forgé + 1150 °C - 1/2 h - Reft 250 °C/h à 700 °C

État forgé + 1350 °C - 1/2 h - Reft 8000 °C/h à 700 °C

État forgé + 1350 °C - 1/2 h - Reft 8000 °C/h à 700 °C + 600 °C - 1 h - Reft air

État forgé + 1350 °C - 1/2 h - Reft 250 °C/h à 700 °C

Nous avons également effectué quelques traitements supplémentaires : revenus sur éprouvettes ayant subi un refroidissement lent après austénitisation. Ces résultats ont été notés à titre indicatif.

Les traitements ont été réalisés sur des ébauches d'éprouvettes de traction $\varnothing 16$, longueur 110 mm et sur ébauches capables de deux éprouvettes de résilience $\varnothing 16$ et longueur 120 mm.

1.4 — Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont consignés dans les tableaux I, II et III.

Ils ont permis de tracer les figures 1 à 4 qui reproduisent les variations de $E_{0,2}$, R , $T_{50/50}$ et $E_{50/50}$ en fonction de la température d'austénitisation.

1.4.1 — $E_{0,2} = f(T \text{ d'austénitisation})$ (fig. 1)

La limite élastique conventionnelle à 0,2% d'allongement croît avec la température d'austénitisation lorsque celle-ci est suivie d'un refroidissement rapide (8000 °C/h à 700 °C) alors qu'elle décroît lorsqu'elle est suivie d'un refroidissement lent (250 °C/h à 700 °C). Il faut remarquer cependant pour l'état brut, après refroidissement rapide, et ce, pour les coulées 1 et 5, une chute de la valeur de $E_{0,2}$ pour une température d'austénitisation de 1150 °C; l'importance de cette diminution est en liaison avec les teneurs en Al et N₂.

Il est probable que dans le premier cas cette augmentation est due à un phénomène de trempabilité, alors que dans le deuxième cas l'indice de trempé relative étant faible c'est probablement l'influence de la grosseur du grain qui est primordiale et explique la chute de la limite élastique (structure de Widmanstätten).

Après refroidissement 8000 °C/h, le revenu fait chuter légèrement les valeurs de $E_{0,2}$: ceci est dû vraisemblablement au fait que le gain apporté par la précipitation de nitrure d'aluminium, ayant lieu au cours du revenu, est annulé par le phénomène de coalescence des particules. Par contre pour la température d'austénitisation de 1350 °C, on note un gain après revenu sur la valeur de $E_{0,2}$ proportionnel aux teneurs en Al et N₂.

Après refroidissement 250 °C/h, le revenu améliore légèrement la valeur de $E_{0,2}$: ceci est dû, peut-être, au fait que le revenu de 600 °C - 1 h - est nul vis-à-vis de l'autorevenu (équivalent à, environ, 600 °C - 20 h) et la précipitation se produisant au cours du revenu améliore $E_{0,2}$.

1.4.2 — $R = f(T \text{ d'austénitisation})$ (fig. 2)

La résistance subit les mêmes variations que la limite élastique, c'est-à-dire qu'elle croît avec la température d'austénitisation lorsque celle-ci est suivie d'un refroidissement rapide, alors qu'elle décroît lorsqu'elle est suivie d'un refroidissement lent, et ce pour les mêmes raisons que celles énoncées précédemment. Notons pour la coulée 0 un effet linéaire du phénomène. Remar-

Tableau I

COULÉE N° 0	TRAITEMENTS	$E_{0,2}$ kg/mm ²	R kg/mm ²	$A\%$ S_d	$\Sigma\%$	$T_{50/50}$ °C	$E_{50/50}$ kg/mm ²	H_V H_0 kg
950°C	950°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h	35,3	53,5	33,8	78	-45	18,5	176
	950°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h+R	33 34,3	50,9	34,8	78	-30	15	
	950°C. 1/2h. Ref: 250°C/h	30 32,3	50,2	33,6	74	-25	14	163
	950°C. 1/2h. Ref: 250°C/h+R	31,3 33,8	49,8	33,4	74	-25	14	
1150°C	1150°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h	35,2 35,6	56,5 56,7	26,2 24,8	66 66	+40	13,5	187
	1150°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h+R	34	52	28,8	67,5	-15	13,3	
	1150°C. 1/2h. Ref: 250°C/h	22	48,5	34,2	68,5	+35	11,5	161
	1150°C. 1/2h. Ref: 250°C/h+R	24,3 23,3	48,5 47,7	34 35,8	67,5 68,5	+20	9,3	
1350°C	1350°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h	38,6	58,5	24	65	+40	12,5	202
	1350°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h+R	37,6	54	22,4	61	+25	12,5	
	1350°C. 1/2h. Ref: 250°C/h	20,8 21,6	46,5 47,6	38 35,4	72 69,5	+35	13,7	156
	1350°C. 1/2h. Ref: 250°C/h+R	20,8 22,8	47 47,5	33 34,2	67,5 69,5	+30	12	

Tableau II

COULÉE N° 1	TRAITEMENTS	$E_{0,2}$ kg/mm ²	R kg/mm ²	$A\%$ S_d	$\Sigma\%$	$T_{50/50}$ °C	$E_{50/50}$ kg/mm ²	H_V H_0 kg
950°C	950°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h	38,3	55,4	33,2	78,5	-58	15	189
	950°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h+R	34,6	52,8	34,2	78	-67	16,5	
	950°C. 1/2h. Ref: 250°C/h	35	51,4	34,8	73	-34	13,7	164
	950°C. 1/2h. Ref: 250°C/h+R	35,6	51,3	35,6	74	-30	13	
1150°C	1150°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h	35,6 32,6	58 57,3	29,2 28	68,5 74	+35	13,5	212
	1150°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h+R	37 35,6	54,5 53,6	26,4 29,8	64 69,5	+3	14,9	
	1150°C. 1/2h. Ref: 250°C/h	23,6	49,3	32	64	+50	13,2	160
	1150°C. 1/2h. Ref: 250°C/h+R	28,3	50,1	31,2	66	+40	11,5	
1350°C	1350°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h	42,3 42,6	62,5 62,9	25,4 19,6	50 47,5	40	13	215
	1350°C. 1/2h. Ref: 8000°C/h+R	44	58,5	21,8	50	35	13	
	1350°C. 1/2h. Ref: 250°C/h	25,4	49,5	30,6	67,5	37	12,5	171

quons pour la coulée 5 une chute de la résistance à la température de 1150°C, phénomène précédemment observé pour $E_{0,2}$.

Le revenu abaisse les valeurs de R : comme précédemment ceci est dû au phénomène de coalescence des précipités.

1.4.3 — $A\%_{sd}$ et $\Sigma\% = f(T \text{ d'austénitisation})$

La ductilité a une évolution contraire à celle des deux caractéristiques précédemment étudiées. Elle décroît quand la température d'austénitisation augmente et que celle-ci est suivie d'un refroidissement air; elle évolue de façon peu significative lorsque le refroidissement est lent.

1.4.4 — $T_{50/50} = f(T \text{ d'austénitisation})$ (fig. 3)

La température de transition (rupture 50% fragile – 50% ductile) augmente avec la température d'austénitisation. Ceci peut être expliqué par le grossissement du grain; celui-ci a donc une influence primordiale par rapport à la précipitation qui à 950°C n'améliore la valeur de $T_{50/50}$ que de 25°C environ.

Une amélioration est apportée par le revenu, amélioration très nette dans le cas d'une d'austénitisation à 1150°C.

1.4.5 — $E_{50/50} = f(T \text{ d'austénitisation})$ (fig. 4)

En règle générale, l'énergie à la température de transition décroît lorsque la température d'austénitisation augmente. Ce phénomène peut — comme précédemment — être expliqué par le grossissement du grain.

2 — ÉTUDE DE LA CINÉTIQUE DU GROSSISSEMENT DU GRAIN AUSTÉNITIQUE

2.1 — Métal utilisé

Le métal utilisé pour cette étude est le même que celui ayant servi à l'étude de l'état forgé.

Les compositions des trois coulées utilisées sont reproduites ci-après :

Élément → N° de coulée ↓	C	Si	Mn	Al _T	Al _S	N _{2T}
Coulée 0	0,17	0,41	1,12	0,009	0,009	0,005 ₃
Coulée 1	0,165	0,395	1,35	0,028	0,026	0,010 ₈
Coulée 5	0,165	0,41	1,12	0,039	0,036	0,021

Les barres obtenues par forgeage au pilon des divers lingotins élaborés ont été découpées en carrés de 200 mm de long qui ont subi un traitement d'homogénéisation :

900°C – 1 h – Reft air (10 000°C/h à 700°C)
+ 700°C – 1 h – Reft air

2.2 — Essais réalisés

Le but de cette étude étant d'étudier la cinétique du grossissement du grain austénitique, de la mise en solution de la précipitation de NAl ainsi que la relation précipitation — taille du

grain γ , nous avons réalisé trois types d'essais :

- Étude de la grosseur du grain γ ;
- Dosages de AlN;
- Caractérisation de la précipitation par microscopie électronique (nombre, diamètre, distance entre particules, etc.).

2.2.1 — Étude de la grosseur du grain γ

Dans ce paragraphe nous décrivons brièvement les diverses méthodes utilisées.

Méthode d'oxydation banale

La méthode employée est définie par la norme AFNOR A 04-301 qui fixe les conditions dans lesquelles l'essai doit être effectué : « l'éprouvette dont une face a été polie est placée dans un four à 925°C, maintenue une heure et trempée à l'eau jusqu'à disparition du rouge. Elle est alors émergée quelques secondes pour permettre à l'oxyde de tomber et réimmergée jusqu'à refroidissement complet. On repolit ensuite métallographiquement, juste assez pour reproduire quelques points brillants. On examine alors la surface et on observe, sans attaque, les grains austénitiques qui sont limités par un liseré d'oxyde ».

Pour permettre la mise en évidence d'un joint de grain austénitique continu, l'échantillon a été attaqué au réactif de Villela après polissage.

Essais réalisés

Afin d'étudier la cinétique du grossissement du grain austénitique de façon très précise, nous avons été amenés à utiliser ce processus pour des essais à temps et températures variables.

Les temps d'austénitisation courts : 5 s, 20 s et 3 mn, ont été réalisés à l'aide de la machine Gleeble RPI qui seule permettait une précision suffisante aussi bien du point de vue température que du point de vue temps.

Description de la machine RPI

Cette machine a été mise au point avec le concours du Renssealer Polytechnic Institute. Elle permet de reproduire sur une éprouvette d'essai standard tout cycle programmé. L'éprouvette utilisée est du type ébauche d'éprouvette de résilience (11 × 11 × 55) dont une face a été préalablement polie. La partie médiane de l'éprouvette à traiter est chauffée par effet Joule : l'alimentation en courant électrique se fait par les mors en cuivre qui maintiennent l'éprouvette. Les échanges de chaleur se font essentiellement par conduction, ce qui apparaît être un avantage certain. La température, mesurée par un couple thermo-électrique soudé par étincelage, est asservie au cycle programmé; la précision sur celle-ci est d'au moins 2°C.

Au point de vue enregistrement des informations (cycles thermiques effectivement réalisés sur les éprouvettes) nous avons utilisé un enregistreur $x-y$, du type « Luxytrace » ou « Graphispot ».

Essais réalisés à la machine RPI

L'éprouvette d'essai est donc chauffée à la température d'austénitisation et maintenue à cette température durant le temps fixé, puis refroidie très rapidement.

Pour les temps courts et températures peu élevées (870, 900°C) l'essai a été réalisé sous atmosphère d'oxygène, pour permettre un « marquage » du grain suffisant. Par contre, pour les temps longs (20 s, 3 mn) et températures élevées (1250, 1300 et 1350°C) l'essai a été réalisé sous atmosphère d'argon pour éviter une oxydation trop importante de la surface polie.

Essais réalisés aux fours de traitements classiques

Les fours de traitements classiques ont été utilisés pour les essais de longue durée : 1, 5 et 50 h. La méthode d'oxydation banale a été appliquée dans la plupart des cas. Toutefois, pour les essais à température élevée et à temps de maintien long, nous avons utilisé une méthode d'oxydation du type KOHN, c'est-à-dire que l'austénitisation se déroule sous atmosphère de gaz neutre et qu'en fin de maintien on souffle soit de l'air, soit de l'oxygène.

Des essais ont été réalisés dans le but de comparer les deux méthodes (oxydation banale et Kohn). Les courbes de grossissement du grain γ obtenues sont comparables avec une dispersion d'un demi-point de cotation AFNOR.

Dépouillements – Comptage – Précision

Grains moyens

Le dépouillement suivant la norme AFNOR A04-301 porte sur la grosseur moyenne du grain, déterminée par comptage visuel du nombre de grains dans un champ de surface donnée (grossissements variables suivant la grosseur du grain). Il est à noter que sur certains essais réalisés à la machine RPI, le grain obtenu étant très fin, nous avons dû réaliser des comptages avec un grossissement de 1000; malgré cela, le nombre de grains inscrits dans un cercle de diamètre 80 mm est de l'ordre de 1500.

La dispersion entre deux comptages sur un même échantillon est inférieure à 1/5 d'indice de cotation AFNOR.

Grandeurs mesurées

La norme AFNOR se rapporte au logarithme de l'aire moyenne du grain-plan. Certains auteurs utilisent comme variable le diamètre moyen qui a l'avantage d'être une grandeur d'ordre 3; notons cependant que les deux fonctions ainsi définies varient comme $\log x$ et \sqrt{x} , donc elles ont une même allure générale quand x croît.

Résultats obtenus

Les résultats obtenus sur les trois coulées étudiées sont reproduits dans les tableaux IV, V et VI.

Nous avons cherché, à partir de ces résultats, à définir l'équivalence entre le temps et la température dans le phénomène du grossissement du grain austénitique, phénomène essentiellement régi par les lois de la diffusion. Lors d'une étude précédente, il avait été montré que, en partant de l'équation de Fick sur la diffusion, l'on pouvait comparer les effets de cycles thermiques rectangulaires de durées et de températures différentes. Cette démonstration conduisait à un paramètre de la forme :

$$P = \left(\frac{1}{T} - \frac{nR}{\Delta H} \log \frac{t}{t_0} \right)^{-1}$$

avec :

T = température en degrés Kelvin,

n = $\log 10 = 2,303$,

R = constante des gaz parfaits,

ΔH = énergie d'activation du phénomène,

t = temps,

t_0 = l'unité de temps,

P est une température et représente la température du cycle équivalent pour lequel le temps de maintien est égal à l'unité de temps.

Tableau III

COULÉE N° 5	TRAITEMENTS	E _{0,2} kg/mm ²	R kg/mm ²	A% _{5d}	Σ %	T _{50/50} °C	E _{50/50} kg/cm ²	H _V 40kg
950°C	950°C - 1/2h - Ref: 8000°C/h	41	56	32,6	74	-75	15	191
	950°C - 1/2h - Ref: 8000°C/h + R	32,3	51,7	32,2	76	-57	16	
	950°C - 1/2h - Ref: 250°C/h	34	49,6	36,4	69,5	-37	11	174
1150°C	1150°C - 1/2h - Ref: 8000°C/h	33,3	54	32,4	75	20	12	200
	1150°C - 1/2h - Ref: 8000°C/h + R	31,6	50,1	32,4	72	48	11,5	
	1150°C - 1/2h - Ref: 250°C/h	25,6	48	31,2	66	5	11,5	156
1350°C	1350°C - 1/2h - Ref: 8000°C/h	40,1	60,5	22,2	49	55	11	211
	1350°C - 1/2h - Ref: 8000°C/h + R	42,8 44	58,4 59,2	20 20,4	49 46	42	7,5	
	1350°C - 1/2h - Ref: 250°C/h	22,6	46,4	35,4	61	35	10,5	165

Tableau IV

COULÉE 0 - GROSSEUR DE GRAIN AUSTÉNITIQUE

T _t °C	870	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300	1350
5s	14,9	14,9	13,5	13	12,2	10,6	10	8,5	7,4	5,8	4,9
20s	14,8	14,1	13,2	12,1	11,3	9,8	7,9	6,4	4,7	3,7	
3mm	13	12,8	11,3	10,2	9,5	7,2	6				
1h		10,7	9,5	7,9	5	2,9	0,5	-1			
5h		9,1	8	6	3,2	1	-1	-3			
50h		7,5	4,5	1,8	0,8	-3	-5,5				

Tableau V

COULÉE 1 - GROSSEUR DE GRAIN AUSTÉNITIQUE

T _t °C	870	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300	1350
5s	15,3	15	14,4	13,6	12,9	12,7	12,1	10,8	9,9	8,6	7,4
20s	15	14,6	13,7	13	12,4	11,5	11	10,1	8,6	7,3	
3mm	14	13,7	13	12,1	11,2	10,8	9				
1h		12,3	11,6	10,6	9,7	8,2	6,2	3,7			
5h		12	10,4	9,8	8,3	5,3	3	1,2			
50h		10,7	9,2	7,2	4,8	0,9	-2	-4			

Tableau VI

COULÉE 5 - GROSSEUR DE GRAIN AUSTÉNITIQUE

T _t °C	870	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300	1350
5s	14,5	14,4	14	12,5	11,5	10,8	10,5	9,5	9,3	7,5	5,5
20s	14,6	13,9	13	12,3	11,5	11	10	8	7,8	6	
3mm	13,8	13	12,5	11,5	11	9,3	9				
1h		12	11	10	9	7	5	2,5			
5h		11,7	10	9	7	4,5	3	0,8			
50h		10,7	9,5	7,5	4,2	2,7	-1	-3			

Nous avons remarqué les relations linéaires suivantes, T étant la température absolue et t le temps :

$$\log \text{ de l'aire moyenne du grain} = \frac{a}{T} + b \text{ pour } t = t_1 = \text{Cste, } a \text{ et } b = \text{Cste,}$$

et

$$\log \text{ de l'aire moyenne du grain} = C \log \frac{t}{t_0} + d \text{ pour } T = T_1 = \text{Cste, } c \text{ et } d = \text{Cste.}$$

Il a donc été possible de calculer, à l'aide d'un ordinateur, l'énergie d'activation du phénomène du grossissement du grain austénitique.

En effet, l'équation :

$$\log \text{ aire moyenne du grain} = A(\text{Cste}) + B\left(\frac{1}{T}\right) + C \log\left(\frac{t}{t_0}\right) \text{ donne } \Delta H = \frac{B}{C} nR.$$

Nous avons respectivement obtenu :

Coulée 0 ($Al_3 = 0,009$, $N_2 = 0,005$)	$\Delta H = 107\,500$ cal/mole $2\sigma = 1$
Coulée 1 ($Al_3 = 0,026$, $N_2 = 0,0108$)	$\Delta H = 125\,500$ cal/mole $2\sigma = 1,7$
Coulée 5 ($Al_3 = 0,036$, $N_2 = 0,021$)	$\Delta H = 129\,000$ cal/mole $2\sigma = 1,3$

Nous avons donc représenté sur les figures 5, 6 et 7 les variations de l'aire moyenne du grain austénitique en fonction du paramètre d'austénitisation, le temps de référence étant égal à 1 h (pour cette représentation ΔH a été fixée égale à 110 kcal/mole pour la coulée 0 et à 130 kcal/mole pour les coulées 1 et 5).

Nous remarquons sur les différents graphiques obtenus une « brisure » au niveau d'un grain d'indice 9 environ en cotation AFNOR. Cette brisure correspond à l'apparition de grains mixtes. Dans la définition des structures à grains mixtes nous admettons les conventions suivantes :

1. On dit que l'on a un gros grain dans une matrice à grain fin si le gros grain a une aire au moins 5 fois plus grande que les grains fins.
2. On dit que l'on a une plage de grains fins dans un échantillon à gros grains s'il y a au moins 5 petits grains accolés et si leur aire totale est inférieure à celle d'un gros grain.

Sur la figure 8, où sont représentées les trois courbes de grossissement du grain, nous remarquons que les courbes 1 et 5 conduisent à des grains plus fins que la courbe 0 à paramètre d'austénitisation identique, que la courbe 5 ne conduit pas à des tailles de grains inférieures à celles obtenues pour la courbe 1.

Ceci revient à dire que l'aluminium a son efficacité inhibitrice maximale pour des teneurs de l'ordre de 0,025 à 0,030 %. Ce résultat est en très bon accord avec les résultats de la littérature et en particulier ceux de Halley.

Discussion

Nous avons donc montré que, pour une coulée donnée, l'énergie d'activation du phénomène de grossissement du grain γ est unique et constante. Ce fait nous permet donc d'affirmer qu'il y a une relation biunivoque entre la grosseur du grain et tout cycle thermique aussi compliqué soit-il, celui-ci pouvant être ramené à un cycle rectangulaire par un calcul simple.

Nous avons également vérifié certains résultats de la littérature quant à la teneur en aluminium dont l'efficacité inhibitrice est maximale, à savoir 0,030 %.

2.2.2 — Étude de la cinétique de mise en solution du nitrure d'aluminium

La coulée 0 à faible teneur en aluminium et en azote n'a pas fait l'objet de la présente étude. Seules ont été investiguées les coulées 1 et 5, et plus particulièrement la coulée 1, car ses teneurs

en Al et N₂ sont les teneurs qui se rapprochent le plus des valeurs industrielles d'une part, et ce sont elles qui provoquent l'efficacité inhibitrice maximale au grossissement du grain austénitique donc du grain ferritique, celui-ci ayant une forte hérédité par rapport au grain gamma, d'autre part.

Pour étudier la cinétique de mise en solution du nitrure d'aluminium, nous avons réalisé des dosages sur des échantillons ayant subi des traitements d'austénitisation différents. Toutefois, la grille temps-températures retenue est environ moitié de celle utilisée pour l'étude de la grosseur de grain.

Dosages chimiques

La méthode utilisée pour le dosage de l'azote des nitrures porte le repère international 13-34: « Azote des phases du résidu ester-halogène soluble dans la soude. »

Résultats obtenus

Les différents résultats obtenus sont consignés dans le tableau VII. Ils ont été portés en fonction de $1/T$ °K sur la figure 9. Nous remarquons que la précision est acceptable ($\pm 0,001$ %) par rapport à la moyenne.

D'après cette figure, nous constatons que la mise en solution du nitrure d'aluminium est très rapide. En effet, pour une température donnée, au bout de 5 s de maintien, l'équilibre est pratiquement atteint puisque la teneur en nitrure d'aluminium au bout de ce temps est quasi identique à celle existant au bout de 50 h de maintien à cette même température.

D'autre part, la mise en solution du nitrure d'aluminium est pratiquement totale pour une température d'environ 1150 à 1200 °C pour ces teneurs (Al = 0,026 et N₂ = 0,0108).

Constatations

La mise en solution du nitrure d'aluminium est quasi totale pour une température de 1150-1200 °C.

L'état d'équilibre, pour une température donnée est atteint très rapidement (5 s environ) pour cette coulée (Al = 0,026 % et N₂ = 0,0108 %).

2.2.3 — Étude de la précipitation par microscopie électronique

Étude préliminaire : mise au point de la technique d'étude de la précipitation de NAl

Matériaux d'étude

Cette étude a été réalisée sur un acier genre 17 M 5 provenant d'une coulée industrielle dont la composition se rapproche de celle de la coulée 1. Les compositions sont :

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	N ₂	Al soluble
17 M 5	0,17	0,40	1,18	0,20	0,13	0,040	0,27	0,009 ₃	0,026
Coulée 1	0,18	0,48	1,12	<0,01	0,04	—	0,01	0,020	0,020

Deux échantillons ayant subi les traitements suivants ont été envoyés au Centre de Recherches d'Imphy pour examen :

- Échantillon A : 950 °C – 1 h – Reft air (10 000 °C/h à 700 °C)
+ 700 °C – 1 h – Reft air
- Échantillon B : 1150 °C – 1 h – Reft 65 °C/h.

Tableau VII

DOSAGES N₂ BEEGHLY . COULÉE . 1.

T ^c t	870	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300	1350
5s		81,87		6,5		31,32				0,30,4	
20s	93,97		73,78		5						
3mn		88,82		51,54		18,21					
1h	///		82,83		5,4,3		0,6				
5h	///	85,8		63,6,1		34,33		07,04			
50h	///		83,82		52,48		03,03				

Tableau VIII

ÉCHANTILLONS EXAMINÉS AU MICROSCOPE
ÉLECTRONIQUE

T ^c t	870	900	950	1000	1050	1100	1150	1250	1250	1300	1350
5s						○					
20s			○		○						
3mn	○			○		○					
1h	///		○		○						
5h	///	○				○					
50h	///		○		○						

Micrographie électronique

a) *Mise au point de la technique de préparation des répliques avec extraction*

Nous avons utilisé la technique classique de la réplique de carbone. Nous n'avons eu aucune peine à trouver un réactif d'attaque respectant à la fois la cémentite et le nitrure d'aluminium. Par contre, à cause sans doute de la différence de morphologie de la cémentite dans les échantillons repérés A et B, il ne nous a pas été possible d'utiliser avec un égal succès pour les deux repères la même méthode de décollage. Nous avons adopté :

— Pour le repère A : polissage alumine, attaque Nital 4% 10 s, décollage du carbone par une solution de brome à 12% par l'acétate de méthyle.

— Pour le repère B : polissage alumine, attaque Nital 4% 5 s, décollage électrolytique au bain Jacquet.

b) *Morphologie des précipités de nitrure d'aluminium*

Les micrographies réalisées mettent en évidence une précipitation très fine et assez homogène dans A et une précipitation un peu plus grossière et moins finement répartie dans B. Par diffraction électronique, cette précipitation a été identifiée au nitrure d'aluminium de structure hexagonale compacte ($a = 3,114 \text{ \AA}$, $c = 4,986 \text{ \AA}$).

Des mesures très précises de paramètre en diffraction haute résolution sont difficiles (quantité de matière diffractante insuffisante); néanmoins l'identité des distances interréticulaires mesurées à celles données par la fiche ASTM n° 8-262 conduit à penser que le nitrure d'aluminium est pur et qu'il ne contient pas de carbone en solution solide.

Les photos ne permettant pas de déterminer avec certitude si les nitrures d'aluminium sont des plaquettes à deux dimensions ou des parallélépipèdes, nous avons effectué des observations successives d'une même réplique sous deux angles différents (utilisation d'un porte-échantillon incliné à 45°). Nous avons aussi examiné des répliques ombrées au chrome.

Ces deux essais permettent d'affirmer que les précipités de nitrure d'aluminium se présentent sous la forme de parallélépipèdes rectangles à base presque carrée, dont la hauteur est le plus souvent peu différente des deux autres dimensions.

c) « *Diamètre moyen* » des précipités de nitrure d'aluminium

Des mesures n'ont été effectuées que sur l'échantillon repéré A. Il est évidemment impossible de mesurer pour un grand nombre de nitrures d'aluminium les trois dimensions des parallélépipèdes. Pour déterminer une taille moyenne de précipités nous avons donc assimilé les précipités à des sphères et mesuré un « diamètre ».

d) *Distance moyenne entre précipités*

Soit N_v le nombre de précipités par unité de volume et λ la distance moyenne entre précipités. Nous définirons λ par :

$$\lambda^3 N_v = 1$$

On peut aussi calculer λ à partir du dosage de l'azote précipité.

Connaissant la densité du nitrure d'aluminium (3,05), la densité du fer (7,8), la masse atomique de l'aluminium (27) et de l'azote (14), on peut calculer la fraction volumique f de nitrure précipité.

A partir de ce résultat, et en tenant compte de l'histogramme des tailles, on peut calculer :

$$\lambda \simeq \left(\frac{x_i d_i}{2f} \right)^{1/3}$$

A la suite des divers essais préliminaires, nous avons considéré que la méthode de préparation des répliques avec extraction était au point et que l'étude de la morphologie et de la granulométrie des précipités était réalisable.

Tableau IX

RÉSULTATS MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE

TRAITEMENTS	n_t	n_m	d_m (Å)	λ_m (Å)	$V(\text{Å}^3)$
État Initial	768	154	147	509	$1175 \cdot 10^6$
E.I.+ 904°C.5h	333	111	237	666	$2549 \cdot 10^6$
E.I.+ 950°C.1h	360	90	240	717	$2031 \cdot 10^6$
E.I.+1000°C.3mn	258	52	273	900	$1672 \cdot 10^6$
E.I.+1050°C.20s	210	52	237	854	$1441 \cdot 10^6$
E.I.+1100°C.5s	92	31	230	1012	$557 \cdot 10^6$
E.I.+ 870°C.3mn	472	94	174	633	$1178 \cdot 10^6$
E.I.+ 950°C.20s	348	70	214	751	$1177 \cdot 10^6$
E.I.+ 950°C.50h	262	66	267	826	$1818 \cdot 10^6$
E.I.+1050°C.1h	208	42	364	1066	$2652 \cdot 10^6$
E.I.+1050°C.50h	145	29	446	1285	$3326 \cdot 10^6$
E.I.+1100°C.3mn					
E.I.+1100°C.5h	104	21	436	1424	$2135 \cdot 10^6$

Tableau X

TAUX DE CORROYAGE	950°C		1050°C		1150°C		1250°C	
	Coulée 1	Coulée 5	Coulée 1	Coulée 5	Coulée 1	Coulée 5	Coulée 1	Coulée 5
1	-1	1; 2	0	1; 2	0; -1	1; 2	-1	1; 2
1,5	hétérogène -1; 0; 1; 2	11 (qq 10)	5 (qq 1; 2)	10 (qq 9)	4 et 5 (qq 0)	9 (qq 5 et 7)	3 et 2 (qq 0)	6; 7 et qq 5
2	10; 11 et 3 (qq 1)	11 (qq 12 dans la zone axiale)	5 et 8 (qq 3)	10	5; 6 et 3	9	3 et 4 (qq 1)	9 et 7
2,5	10; 11 et 5 (qq 2)	11 (qq 12 -)	9 et 3	10	8; 9 et 5	10	5; 6 (qq 3)	9 et 7
3	10; 11 et 5 (qq 3)	11 (qq 12 -)	4 et 9; 10	10	9 (qq 5)	10	7 et 4	9 et qq 7
3,5	10; 11 et 5; 6	11 (qq 12 -)	8 et 10 (qq 4)	10	9; 10 (qq 4)	9; 10	6; 7 (qq 4 dans axe)	9; 8
4	10; 11 et 6 (qq 3)	11 (qq 12 -)	9; 10 (qq 4)	10 (qq 11 zone axiale)	9; 10 et 4; 5	10	10 et 4	9
4	10; 11 et zones hétérogènes (8 environ)	11 (qq 12 -)	9; 10 (qq 5)	10 (qq 11 -)	10 et 4	10	8 et 10 (qq 4)	9

Nous retiendrons aussi que, par microscopie électronique, il est difficile de mesurer la fraction volumique précipitée. Le calcul de la distance moyenne entre les précipités sera donc effectué à partir du dosage chimique de l'azote précipité et de l'histogramme des tailles.

Étude de la coulée 1

Les différents traitements thermiques subis par les échantillons investigués sont reproduits tableau VIII. Ils ont été choisis dans le but d'avoir une série à grosseur de grain constante et trois séries à fraction volumique précipitée constante.

Quelques-unes des micrographies optiques ($G = \times 500$) et électroniques ($G = \times 5\,000$ ou $\times 100\,000$) réalisées sont reproduites planches I à V.

Granulométrie

Nous avons utilisé la technique précédemment exposée pour l'identification de la précipitation.

Les comptages ont été effectués sur cinq plages par échantillon. Du fait d'une répartition plus ou moins homogène des nitrures dans certains échantillons, ces plages n'ont pu être prises au hasard dans l'échantillon.

Le tableau IX donne les résultats des calculs du diamètre moyen (d_m), de la distance entre particules (λ_m) et du volume d'AlN précipité (V).

On notera cependant que λ_m et V sont donnés à titre indicatif, mais ne caractérisent pas toujours l'échantillon; en particulier dans le cas de structures de surchauffe où la répartition des nitrures est hétérogène.

Les histogrammes des tailles sont donnés figures 10 et 11. La figure 12 regroupe les résultats des mesures du diamètre moyen des particules de AlN.

Nous avons porté sur la figure 13 le diamètre des particules en fonction de la grosseur du grain austénitique. Nous constatons qu'il existe une relation linéaire entre ces deux variables. Par contre, à grosseur de grain constante, le diamètre des particules reste constant.

A l'heure actuelle, la seule caractéristique de la précipitation que l'on puisse rattacher à la grosseur du grain est le diamètre des particules de AlN et ce, sans que l'on puisse expliciter de façon précise le mécanisme liant ces deux phénomènes: grossissement du grain austénitique et diamètre des particules.

3 — INFLUENCE DU LAMINAGE SUR LA GROSSEUR DU GRAIN

Dans le paragraphe précédent, nous avons étudié la cinétique du grossissement du grain γ après une austénitisation classique.

Nous avons mis en évidence les relations existant entre cette grosseur du grain et la précipitation de nitrure d'aluminium.

Il nous reste à étudier l'évolution de la grosseur du grain après une opération de laminage. Cette étude fait l'objet de ce troisième chapitre.

Les buts de cette étude sont donc la mise en évidence de l'influence des divers paramètres du laminage sur l'évolution de la grosseur du grain.

Les facteurs étudiés ont été la température de laminage et les taux de corroyage.

3.1 — Métal et éprouvettes utilisés

3.1.1 — Métal utilisé

Les essais ont été réalisés sur des échantillons provenant des coulées 1 (bas aluminium-bas azote) et 5 (fort aluminium – fort azote).

Les compositions de ces deux coulées sont reproduites dans le tableau ci-après :

	C	Si	Mn	Al _T	Al _S	N ₂
Coulée 1	0,178	0,415	1,64	0,023	0,020	0,013
Coulée 5	0,170	0,405	1,12	0,040	0,037	0,023

Les lingotins de ces deux coulées ont été forgés en barres carrées de 22 mm de côté ; celles-ci ont ensuite été découpées sous forme d'échantillons de 90 mm de long.

Ces échantillons ont ensuite subi, avant usinage, un traitement d'homogénéisation comportant une austénitisation d'une heure à 900°C, suivie d'un refroidissement air plus un revenu pendant une heure à 700°C, suivi d'un refroidissement air.

3.1.2. — Choix des éprouvettes

Les essais de laminage contrôlé ont été réalisés au laboratoire de l'École des Mines à Corbeil, avec l'aide de MM. Pineau et Mourier.

Le choix du type d'éprouvettes était particulièrement important car il fallait réaliser le maximum d'essais avec une quantité de métal relativement faible : en effet les lingotins d'étude, élaborés sous vide au Centre de Recherches d'Imphy, sont relativement petits (poids 10 kg).

Devant être laminées en une seule passe, le type des éprouvettes finalement retenu a été choisi de manière à permettre la cotation de la grosseur du grain initial d'une part et d'autre part celle de grains ayant subi des taux de corroyage variables à température constante. L'éprouvette retenue est schématisée figure 14.

En effet, nous voyons qu'avec une telle éprouvette laminée en une seule passe, l'écartement des cylindres de laminoir étant réglé à 5 mm, nous obtiendrons une première zone non déformée et deux zones déformées.

Le grain de la zone 1, non déformée, correspond au grain initial, c'est-à-dire au grain obtenu après une austénitisation classique.

La zone 2 correspond à une zone à taux de corroyage croissant et la zone 3 à une zone à taux de corroyage constant et maximal.

Sur la figure 15, nous avons reproduit l'aspect d'une telle éprouvette ayant subi une séquence de laminage.

3.2 — Essais réalisés

3.2.1. — Traitements thermiques effectués

Les éprouvettes ont toutes été portées à haute température (1250°C) pendant une demi-heure, ceci afin de figer un grain austénitique initial très gros de façon à mettre en évidence, très nettement, l'évolution de la grosseur du grain.

Les cycles thermiques réalisés sur les éprouvettes provenant des deux coulées étudiées sont reproduits figure 16.

Les échantillons ont été placés dans un four Heraeus porté à 1250°C. Ils ont été maintenus une demi-heure à cette température sous atmosphère d'argon pour limiter l'oxydation.

Le premier échantillon a été laminé directement à cette température.

Pour les trois autres échantillons, après le maintien d'une demi-heure à la température maximale, les échantillons ont été placés dans un deuxième four porté à la température de laminage, c'est-à-dire 950, 1050 et 1150°C. Ils ont été maintenus 20 mn à cette température puis laminés.

Notons que le temps de maintien de 20 mn à 1150°C n'influe pas sur le traitement d'austénitisation de 1250°C - 30 mn. En effet, en utilisant les conclusions du chapitre précédent, dans lequel nous avons calculé l'énergie d'activation du phénomène de grossissement du grain austénitique, nous pouvons comparer l'effet de ces deux cycles thermiques sur la grosseur du grain.

En utilisant l'énergie d'activation de 130 kcal/mole, nous pouvons ramener le cycle de 1150°C - 20 mn - à un cycle équivalent à 1250°C pendant un temps t . Le calcul montre que $t = 1$ mn. On peut donc négliger le cycle de 1250°C - 1 mn - vis-à-vis du cycle 1250°C - 30 mn. Pour les autres températures, 950 et 1050°C, le temps équivalent à 1250°C devient encore plus petit, donc négligeable.

Ainsi, dans tous les cas, pour une coulée donnée, nous devons avoir un grain austénitique initial identique.

3.2.2 — Comparaison : grosseur de grain α — grosseur de grain γ

Les éprouvettes ont toutes été laminées en une seule passe.

Nous avons comparé, pour les deux coulées 1 et 5, les grosseurs des grains austénitiques et ferritiques après laminage. Pour cela les éprouvettes ont été laminées directement à 1250°C puis, soit trempées à l'eau (vitesse de refroidissement $\approx 500\ 000$ °C/h à 700°C) soit refroidies à l'air (vitesse de refroidissement $\approx 10\ 000$ °C/h à 700°C).

Il n'a bien sûr pas été possible de mesurer directement ces vitesses de refroidissement après le laminage. Nous avons, sur des éprouvettes de dimensions identiques à celles obtenues, mesuré la vitesse de refroidissement après austénitisation aux diverses températures de laminage à l'aide d'un thermocouple soudé.

Nous avons noté une bonne corrélation entre la grosseur du grain austénitique et ferritique pour les deux coulées :

		Grain γ calculé	Grain γ mesuré	Grain α mesuré
État initial	Coulée 1	1,5	-1	0, -1
	Coulée 5	1,5	0, -1	1, 2
Corroyage 4	Coulée 1		hétérogène : 6 et 10 (qq 3)	hétérogène : 7 et 10 (qq 4)
	Coulée 5		8	9

Notons que la grosseur de grain a été cotée par comparaison visuelle avec des photos types et non pas par comptage comme lors de l'étude précédente.

Compte tenu de ces résultats et des résultats d'essais précédents, nous avons coté sur les essais réalisés la grosseur du grain ferritique beaucoup plus facile à mettre en évidence que la grosseur du grain austénitique.

3.3 — Résultats obtenus

Dépouillement des essais

a) Découpage des éprouvettes

Le premier problème a été de retrouver sur les éprouvettes laminées les zones correspondant aux divers taux de corroyage.

Nous avons vérifié que le volume de métal avant et après laminage était pratiquement conservé.

En se basant sur cette constatation il a été possible de retrouver sur l'éprouvette laminée l'emplacement correspondant à un taux de corroyage donné.

Pour pouvoir effectuer un examen micrographique permettant de coter le grain à un taux de corroyage constant, il a été nécessaire d'effectuer les coupes perpendiculairement au sens de laminage. Les sections indiquées par une flèche sur la figure 15, qui correspondent à des taux de corroyage particuliers, ont été polies puis attaquées avec une solution saturée d'acide picrique dans l'eau en présence d'un agent mouillant (Teepol).

b) *Grosseur de grain*

Comme nous l'avons indiqué précédemment la grosseur du grain a été cotée par comparaison visuelle avec des photos types. En effet, dans la plupart des résultats enregistrés pour la coulée 1 (à faible quantité d'éléments dispersoïdes) nous avons noté que le grain obtenu était très hétérogène en taille et en répartition. Il devenait donc très difficile et peu exact de coter une grosseur de grain moyenne. Nous avons donc noté les gros grains et les grains fins. Les résultats obtenus pour les deux coulées sont consignés tableau X.

3.4 — Discussion des résultats obtenus

Nous avons placé les résultats de grosseur de grain obtenus sur les figures 17 et 18 où nous avons porté la grosseur du grain en cotation ASTM en fonction du taux de corroyage et de la température de laminage.

La première constatation est que le grain est beaucoup plus homogène pour la coulée 5 que pour la coulée 1. En effet, nous pouvons remarquer sur la planche VI, où nous avons reproduit, pour les deux coulées 1 et 5, les structures obtenues après laminage à 950 et 1250 °C, que la grosseur de grain est très homogène pour la coulée 5, alors que celle obtenue pour la coulée 1 est très hétérogène, comme signalé précédemment.

Nous remarquons également que le grain est légèrement plus fin pour la coulée 5 que pour la coulée 1 et, pour une même coulée, plus la température de laminage est élevée, plus le grain est gros.

D'autre part, pour la coulée 5 — à forte teneur en dispersoïdes — nous notons que la recristallisation est complète pour des taux de corroyage relativement faibles : 1,5-2.

Nous pouvons donc, à l'aide de ces deux figures, prévoir la grosseur du grain, ou la gamme de grosseurs de grains rencontrée dans un acier contenant une quantité d'aluminium et d'azote donnée quels que soient le taux de corroyage et la température de laminage.

Il reste toutefois, pour que cette étude soit complète, à caractériser la précipitation de nitrure d'aluminium — comme nous l'avons fait lors de l'étude précédente — par microscopie électronique d'une part, et par des dosages chimiques d'autre part, de façon à déterminer aussi précisément que possible l'influence de l'une sur l'autre.

Nous avons voulu vérifier, en utilisant les conclusions du rapport précédent, si la grosseur du grain le plus fin était due uniquement au cycle de refroidissement intervenant après laminage.

Il a été facile de ramener ce cycle de refroidissement sous forme d'un cycle rectangulaire dont le temps de base est une heure.

Nous avons obtenu respectivement :

Refroidissement air après laminage à :

950 °C : cycle équivalent : 1 h - 835 °C

1050 °C : cycle équivalent : 1 h - 910 °C

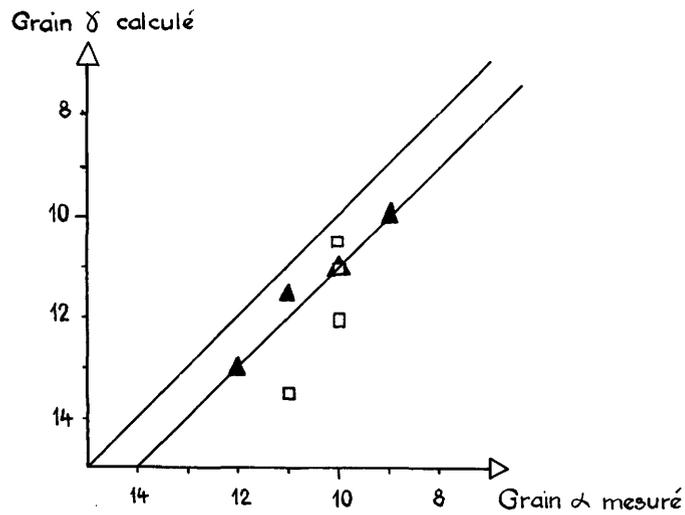
1150 °C : cycle équivalent : 1 h - 950 °C

1250 °C : cycle équivalent : 1 h - 980 °C

Tableau XI

COMPARAISON GRAIN α mesuré - GRAIN δ calculé

TEMPERATURE DE LAMINAGE	CYCLE EQUIVALENT AU REFROIDISSEMENT	COULÉE 1		COULÉE 5	
		Gr. mesuré	Gr. calculé	Gr. mesuré	Gr. calculé
950°C	835°C .1h	11	13,5	12	13
1050°C	910°C .1h	10	12	11	11,5
1150°C	950°C .1h	10	11	10	11
1250°C	980°C .1h	10	10,5	9	10



Les grosseurs de grain mesurées et calculées d'après les résultats du rapport précédent sont consignées tableau XI. Nous avons reporté sur ce même tableau la corrélation obtenue entre ces deux valeurs.

Nous pouvons remarquer que la corrélation est satisfaisante, bien que les résultats de grosseurs de grain après laminage soient plus forts que ceux obtenus après austénitisation, le décalage pouvant être évalué à 1 point en cotation ASTM.

4 — CONCLUSIONS

Parmi les conclusions les plus intéressantes, nous relevons que la présente étude nous a permis de calculer l'énergie d'activation du phénomène de grossissement du grain austénitique, après un traitement thermique classique, pour les trois coulées à teneur en Al N variable. Elle a été trouvée égale à 110 kcal/mole pour la coulée-mère et à 130 kcal/mole environ pour les deux coulées contenant des éléments dispersoïdes.

Ce résultat est très important car il permet de prévoir, pour une coulée donnée, la grosseur du grain γ après n'importe quel traitement d'austénitisation. D'autre part, l'étude de la précipitation par microscopie électronique a permis de relier le diamètre des particules de nitrure d'aluminium à la grosseur du grain.

Cette étude a été complétée par la mise en évidence de l'influence des paramètres de laminage (température et taux de corroyage) sur la grosseur du grain ferritique, celle-ci dans les cas étudiés étant peu différente de la grosseur du grain austénitique.

Il a pu être mis en évidence un comportement très différent des deux coulées contenant des nitrures d'aluminium, alors qu'après une austénitisation classique les résultats enregistrés étaient proches. En effet, la coulée à fort aluminium - fort azote a permis d'aboutir à des grains très fins, très homogènes et complètement recristallisés pour des taux de corroyage faibles ($C \leq 2$). Ceci ne peut être que favorable du point de vue des caractéristiques de résilience et de limite élastique. Par contre l'acier à bas aluminium - bas azote s'est comporté de façon tout à fait différente. La structure obtenue est très hétérogène; on note encore la présence de gros grains même pour des taux de corroyage élevés ($C = 4$). Les caractéristiques d'un tel acier doivent être médiocres.

Nous pouvons toutefois remarquer, au vu des résultats des caractéristiques mécaniques établies pour les essais comparatifs entre les quatre laboratoires participant à la recherche, que le *meilleur couple de valeurs limite élastique - température de transition est obtenu*, quelles que soient la coulée et la température d'austénitisation, *avec la vitesse de refroidissement rapide* (8000°C/h). Les valeurs les plus intéressantes sont obtenues après austénitisation à 950°C avec la coulée à fort aluminium - fort azote (respectivement 0,040 et 0,020 %); le gain par rapport à la coulée-mère (Al = 0,010 % N₂ = 0,005 %) traitée dans les mêmes conditions peut se chiffrer à 6 kg/mm² environ sur E_{0,2} et à 30°C sur la température de transition (fig. 19). La grosseur du grain, pour les deux coulées contenant des éléments dispersoïdes, étant pratiquement identique après ce traitement, *il ressort un effet bénéfique de l'addition de Al N*.

Pour que cette étude soit complète, il resterait :

— *A étudier* l'évolution des caractéristiques mécaniques (E_{0,2}, K_{cv}) après des séquences de laminage; ce qui nous permettra de relier ces valeurs à celles déjà établies de la grosseur du grain.

— *A chiffrer* l'influence de la taille du grain sur les mêmes caractéristiques mécaniques, ceci devant aboutir à des relations du type de celles de Petch.

— *A préciser* le mécanisme exact du contrôle du grain par la précipitation de Al N. En effet, le fait qu'à grosseur de grain identique, seul le diamètre des précipités soit identique est assez surprenant et mérite une explication.

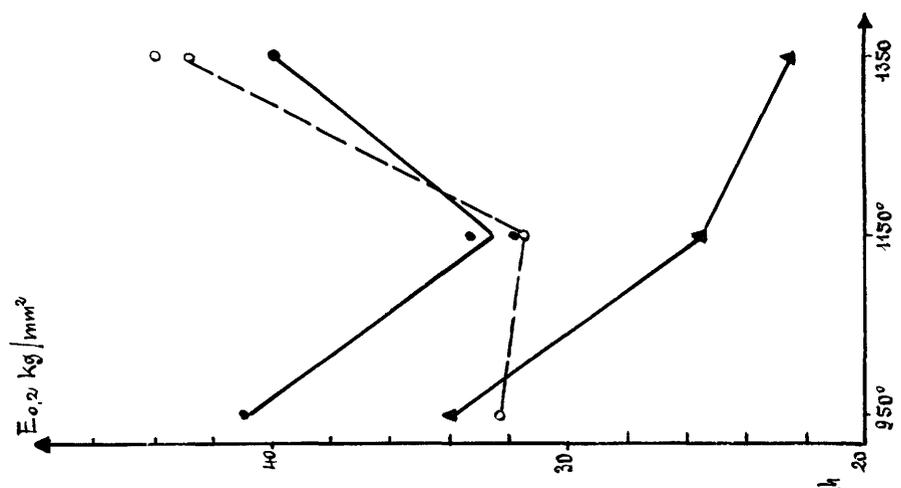
— *A caractériser* la précipitation de Al N (forme, localisation, cohérence...) après des séquences de laminage.

— *A vérifier* si le mécanisme de contrôle du grain laminé par Al N précipité est le même que lors d'austénitisations classiques.

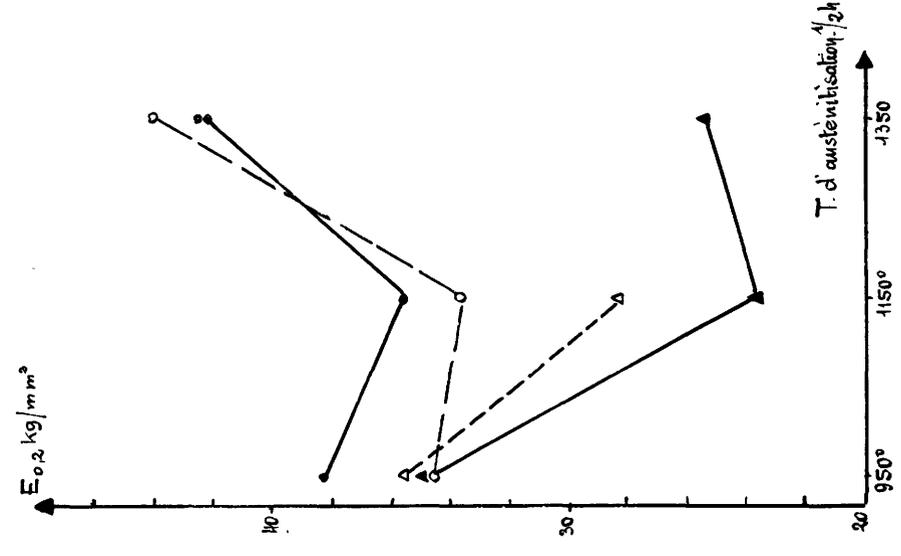
Ces différents points feront l'objet d'un programme de recherche ultérieur.

- Ref. 8000° c/h
- Ref. 8000° c/h + 600° 1h. Air
- ▲ Ref. 250° c/h
- △ Ref. 250° c/h + 600° 1h. Air

COULÉE 5



COULÉE 1



COULÉE 0

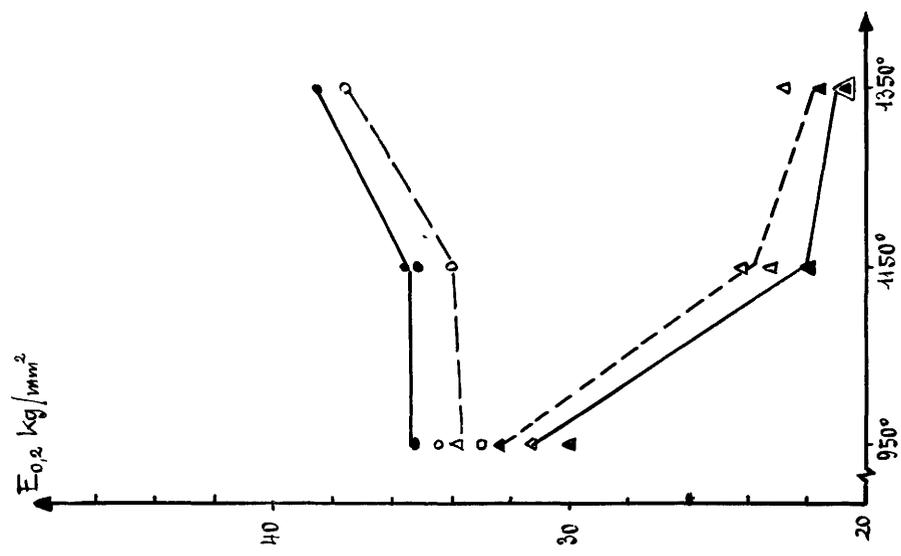


Fig. 1

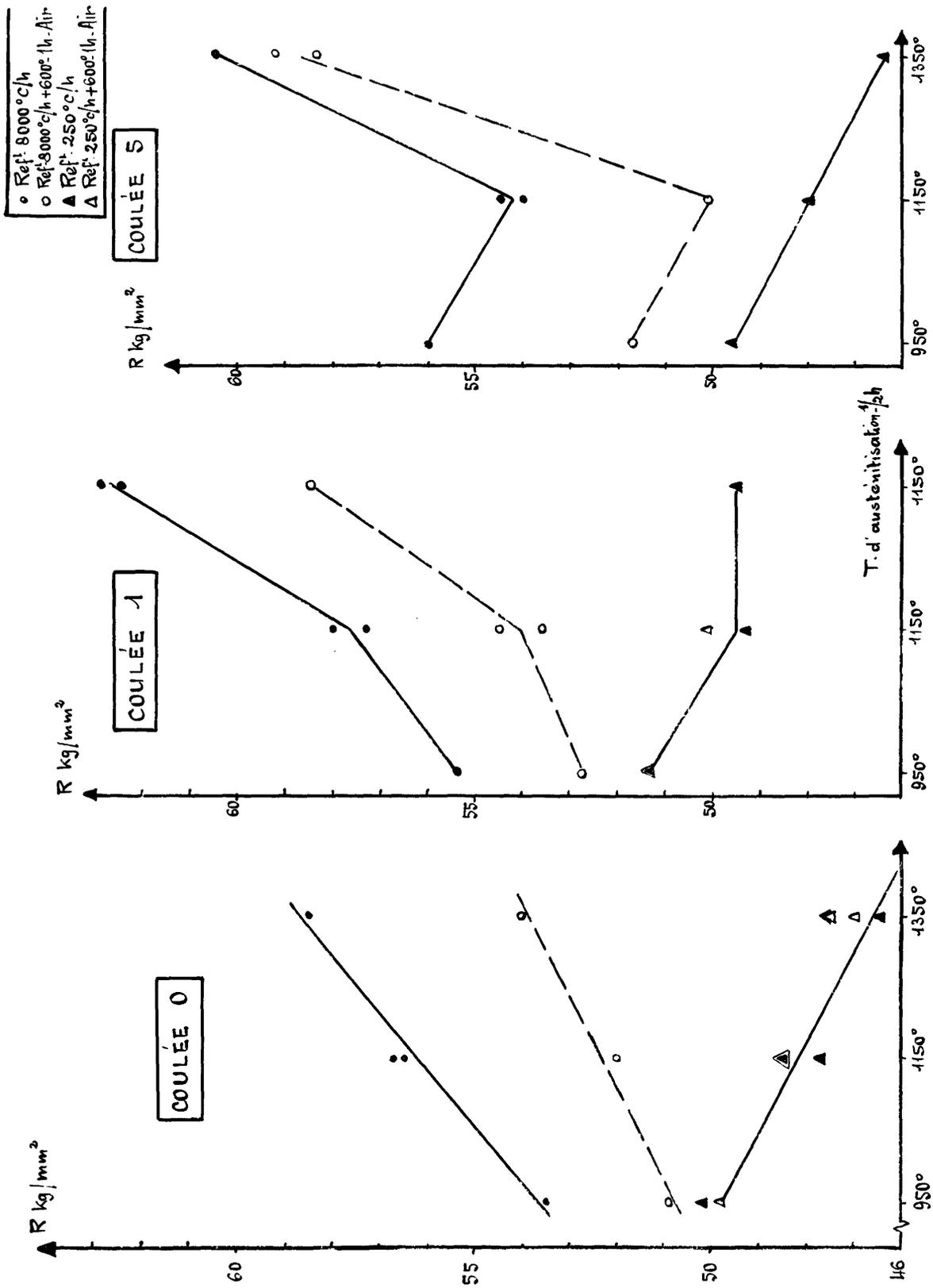


Fig. 2

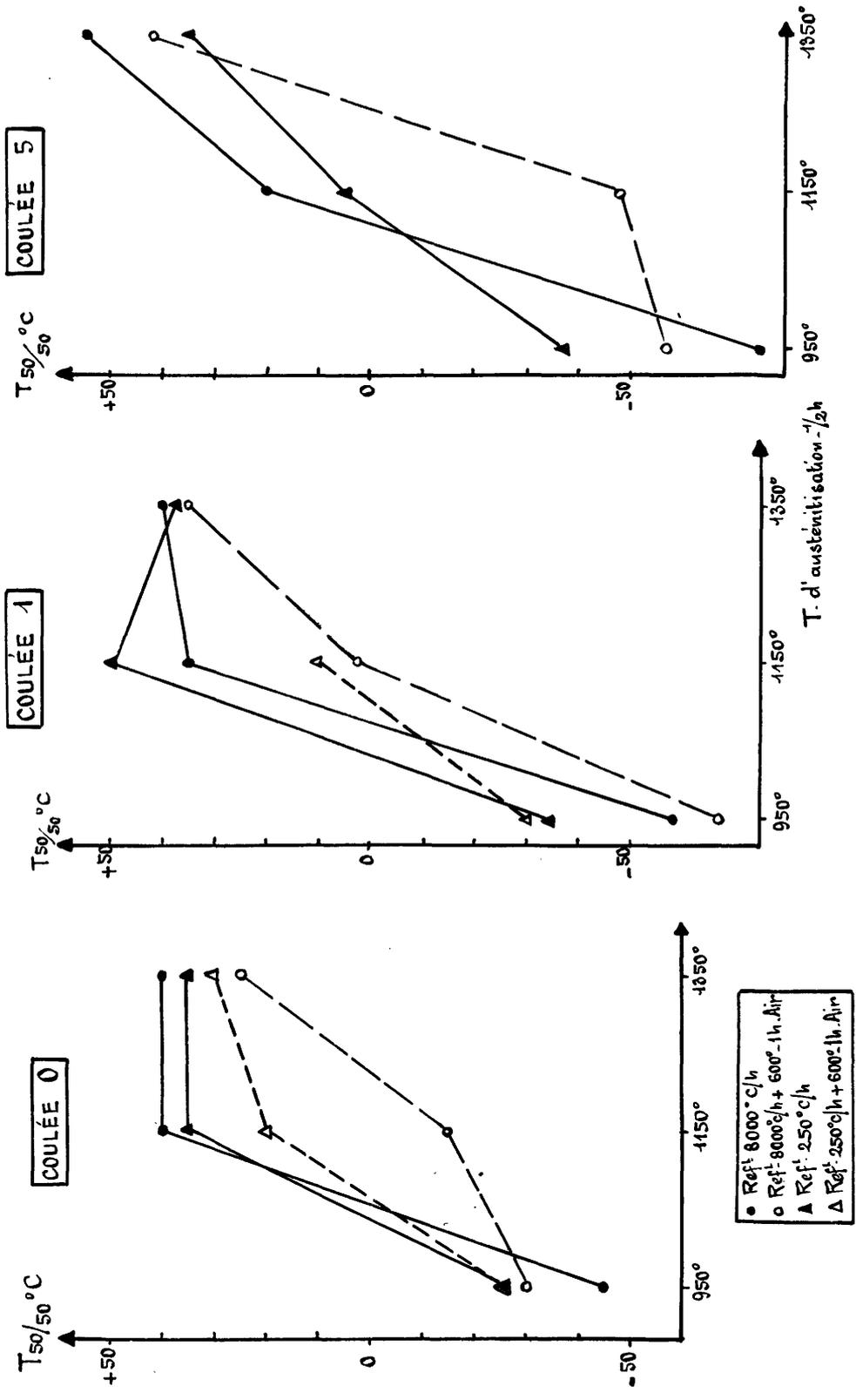


Fig. 3

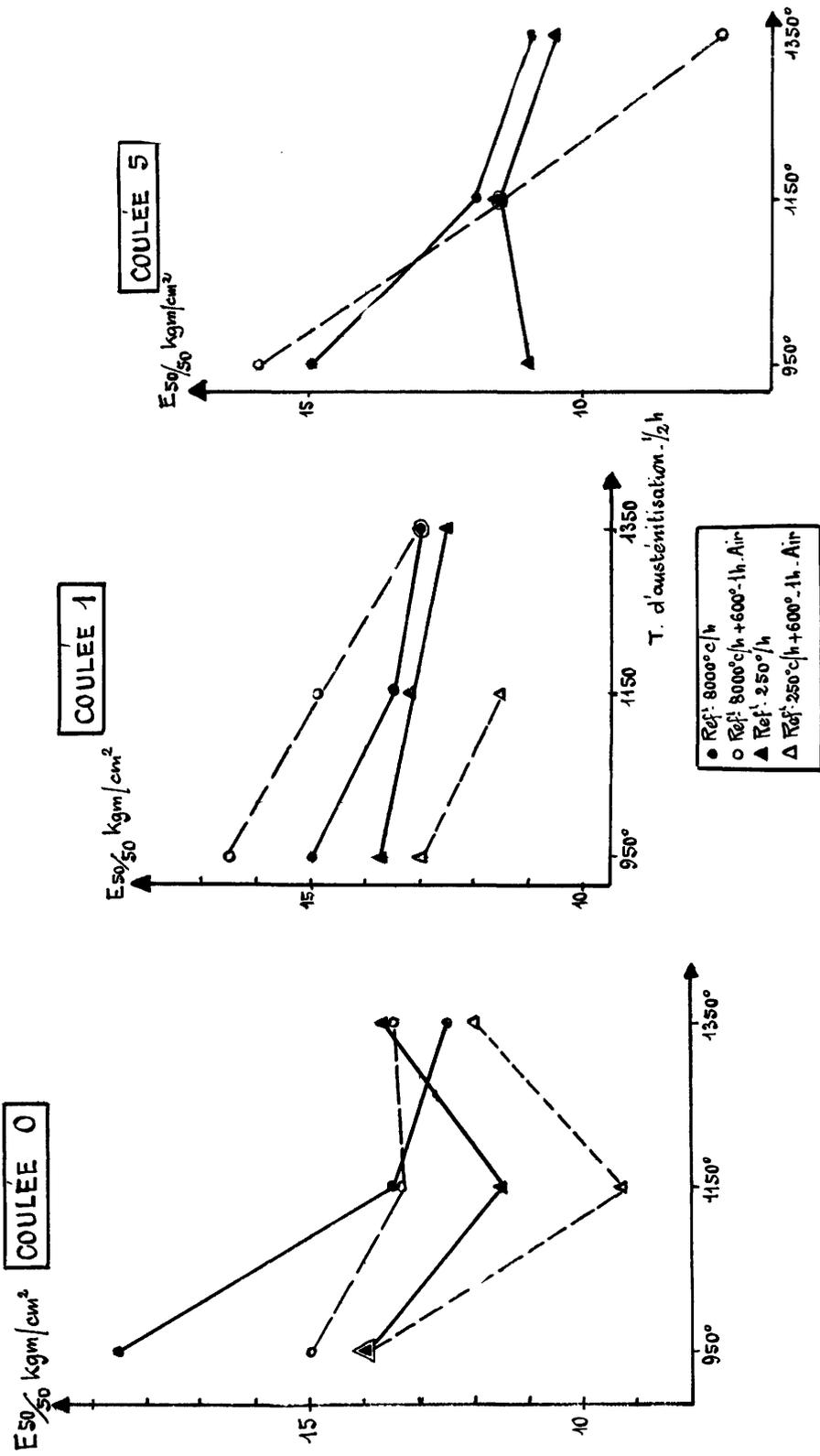


Fig. 4

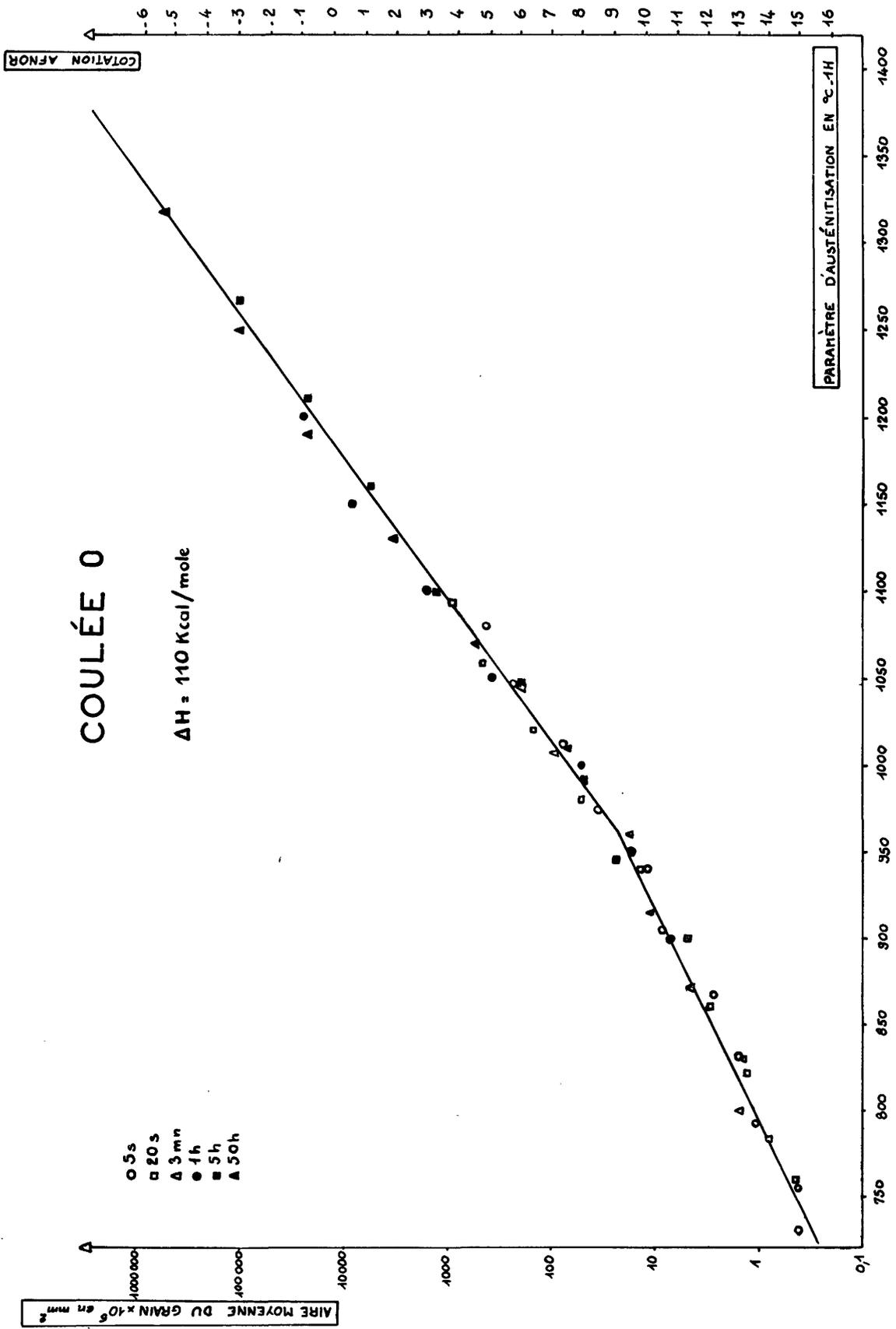


Fig. 5

COULÉE 1

$\Delta H = 130 \text{ Kcal/mole}$

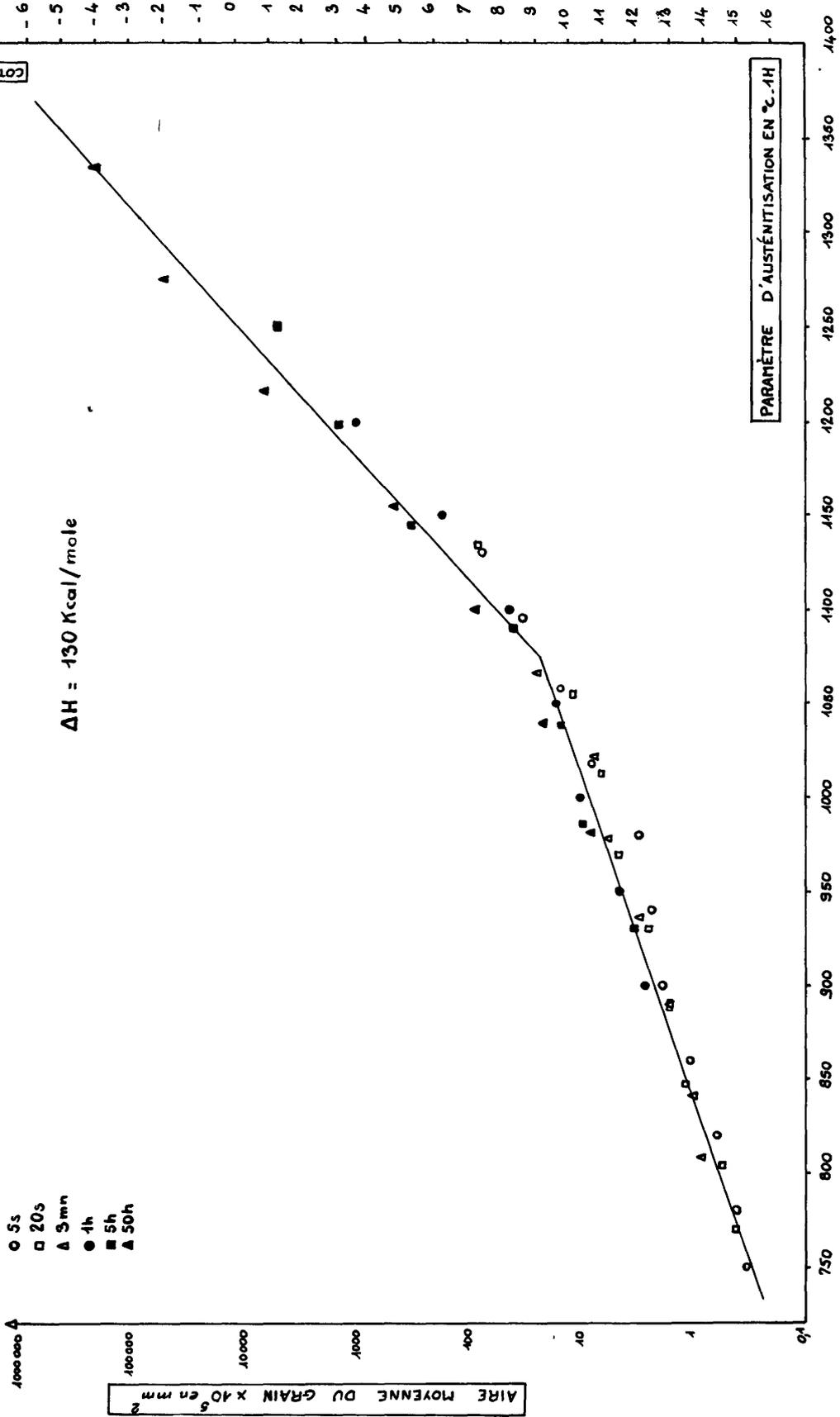


Fig. 6

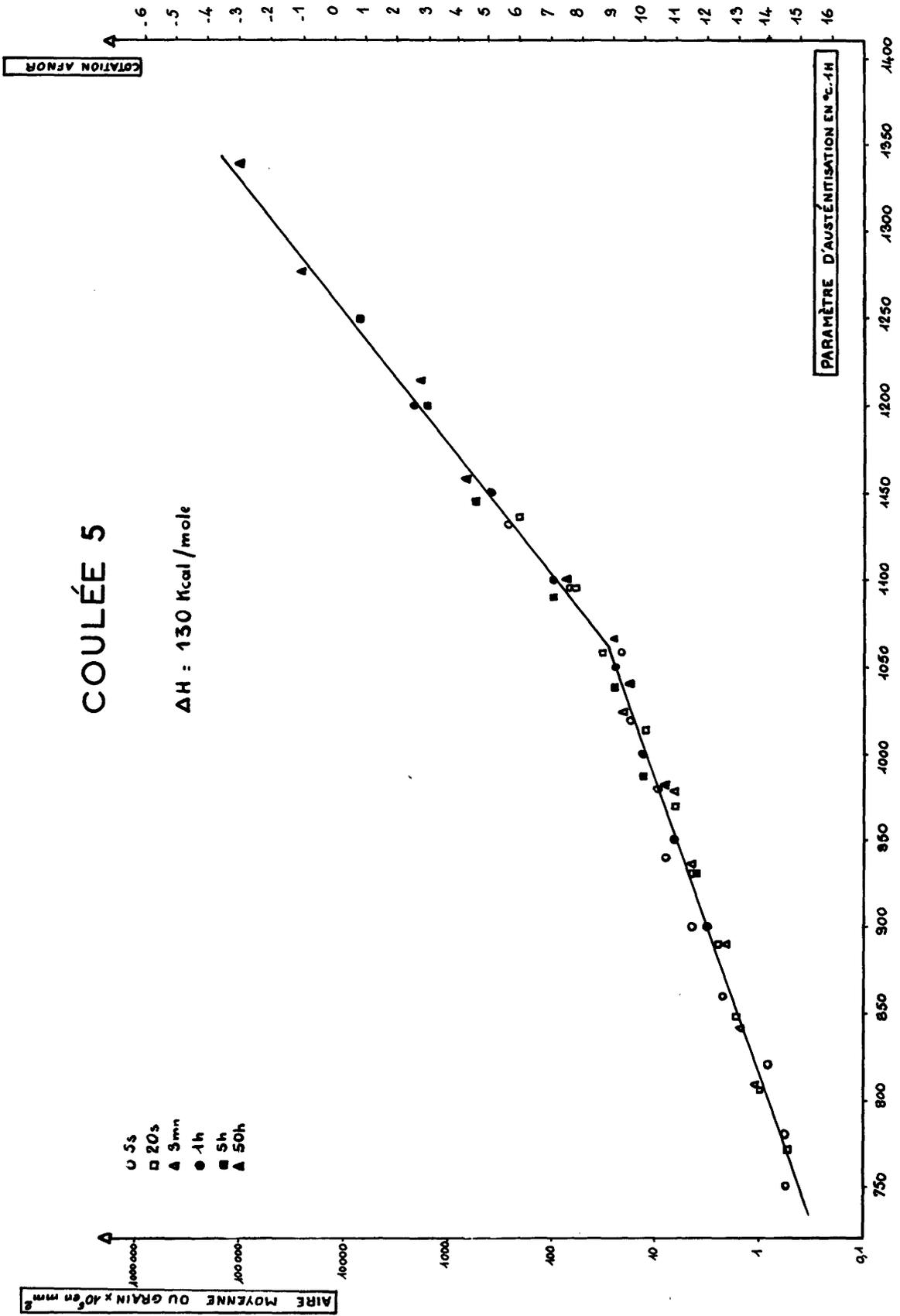


Fig. 7

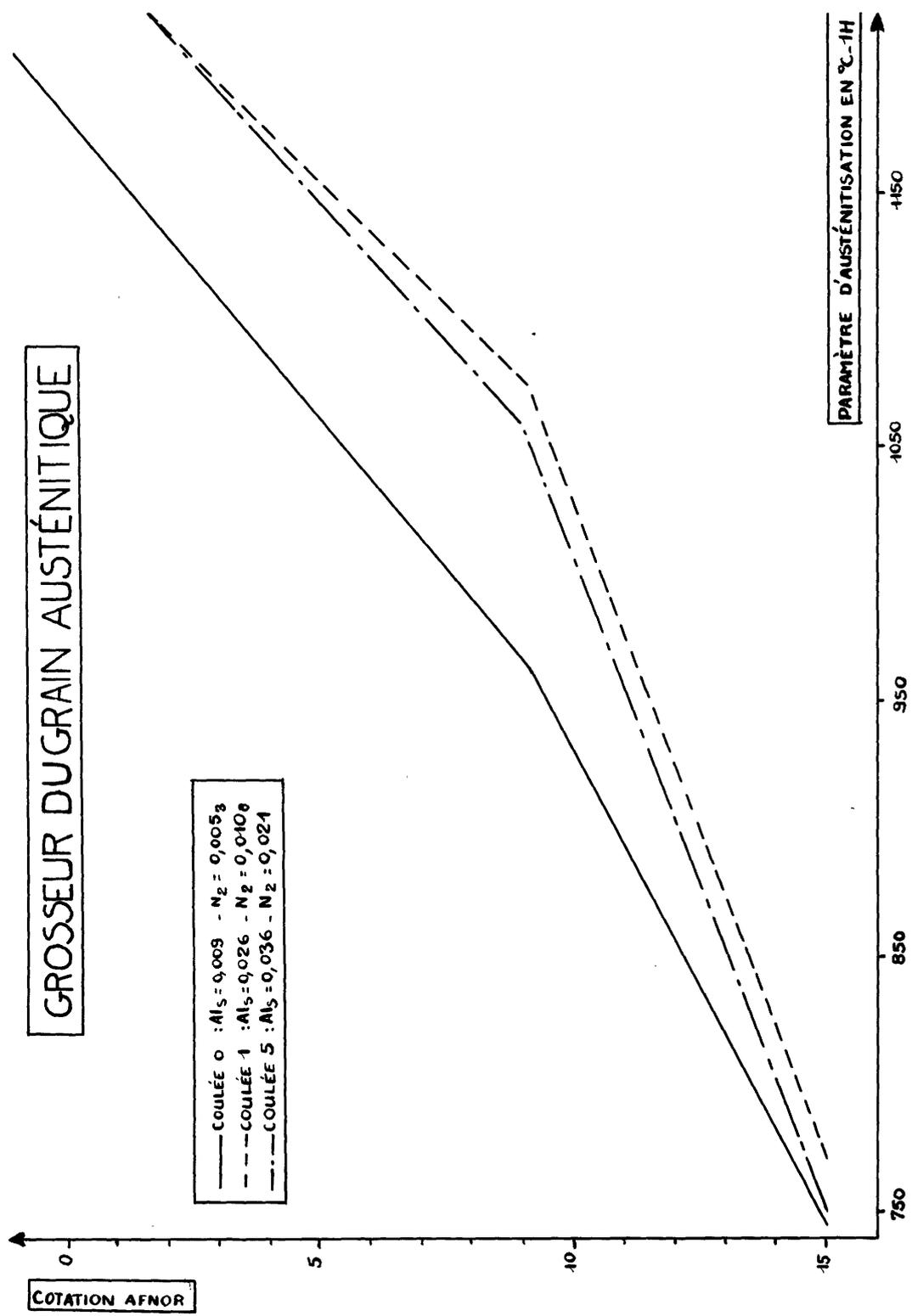


Fig. 8

COULÉE 1

$$N_2 \text{ BEEGHLY} = f(1/T \cdot K)$$

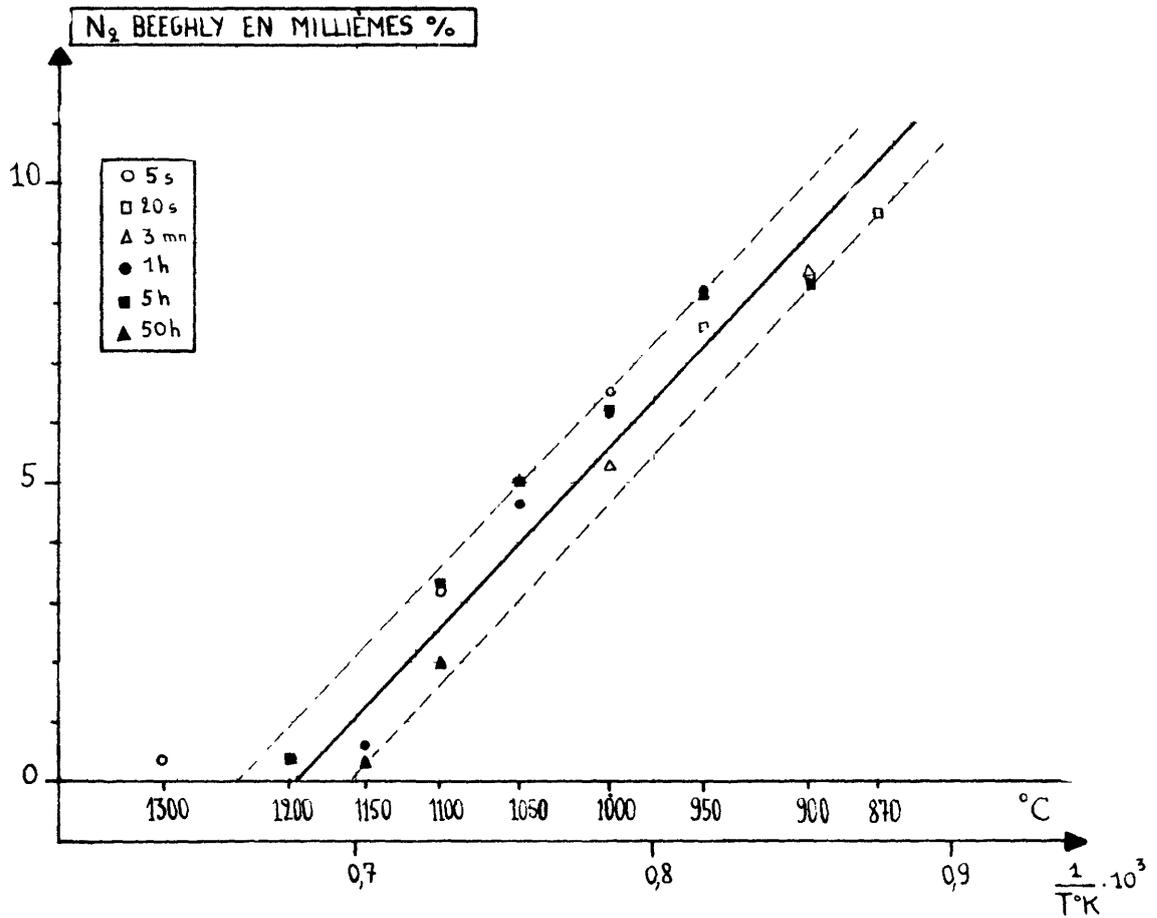


Fig. 9

Histogrammes des tailles

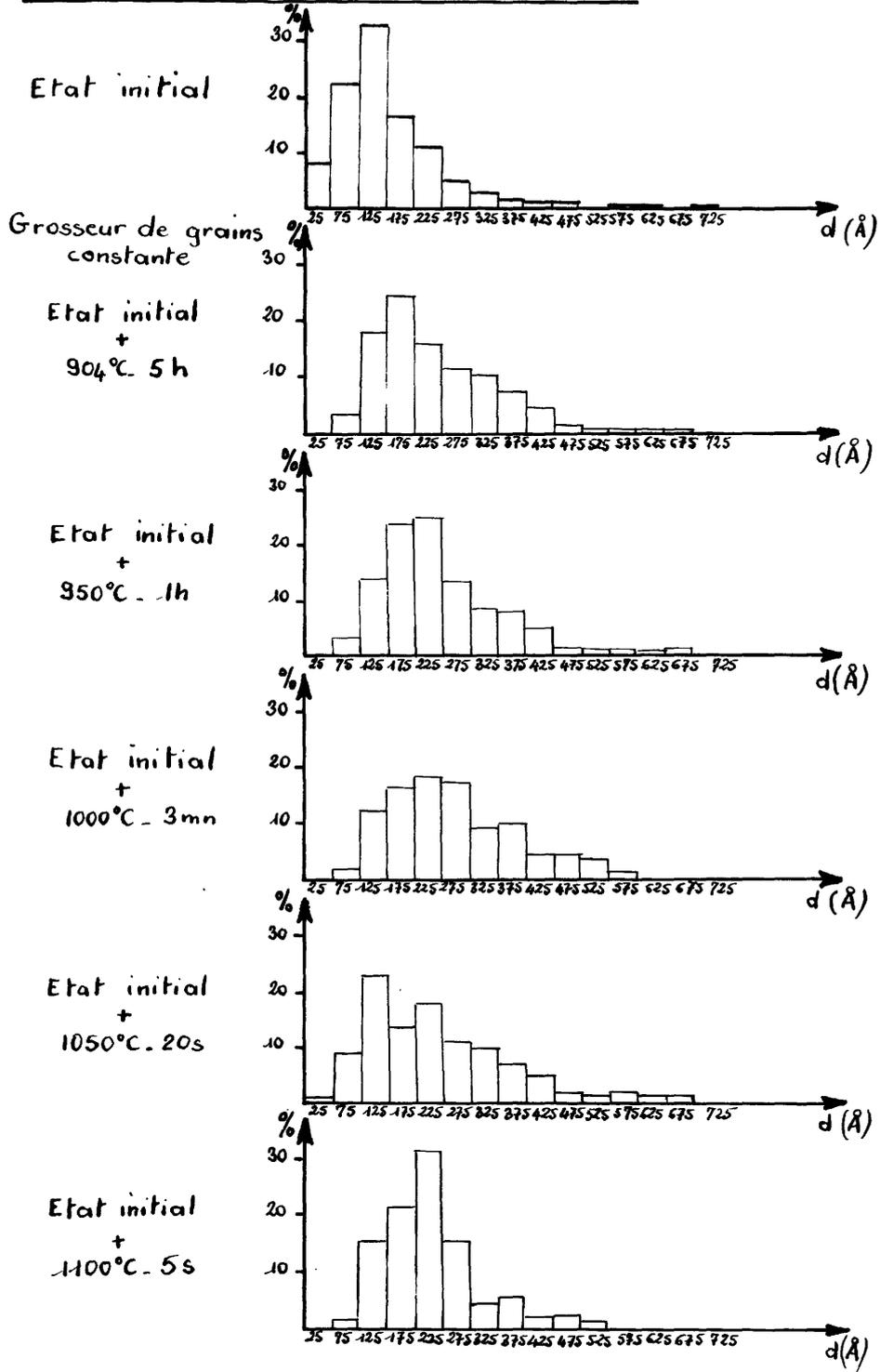
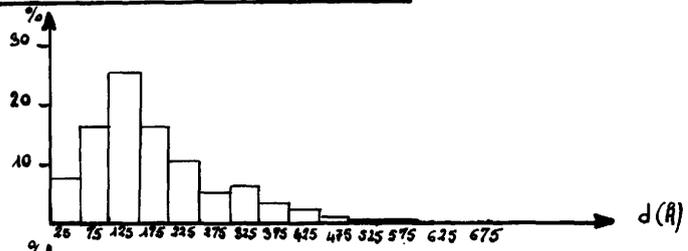


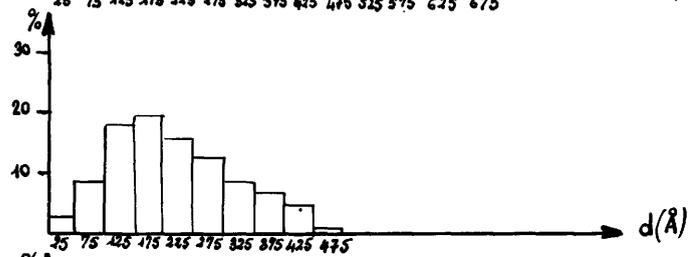
Fig. 10

Histogrammes des tailles

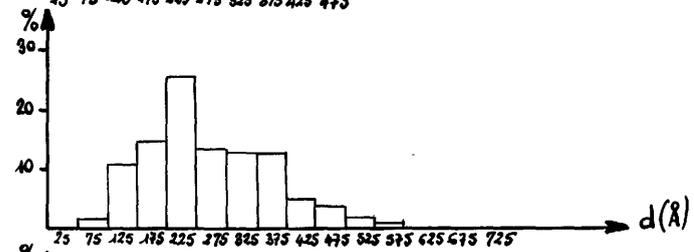
Etat initial
+
870°C . 3 mn



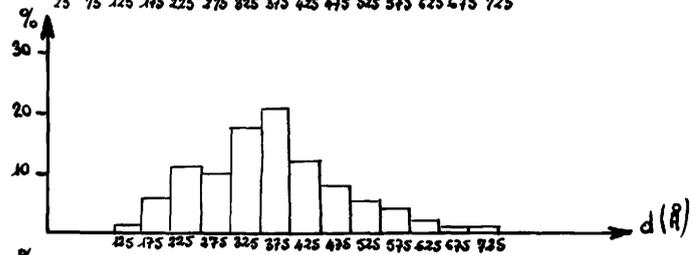
Etat initial
+
950°C . 20s



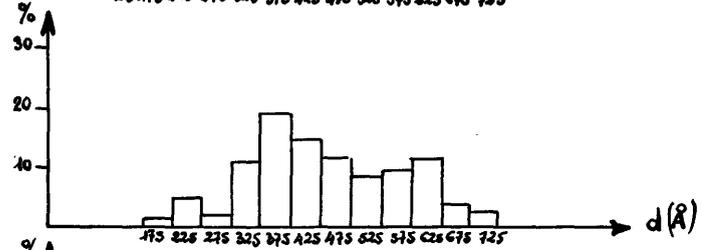
Etat initial
+
950°C . 50h.



Etat initial
+
1050°C . 1 h.



Etat initial
+
1050°C . 50h



Etat initial
+
1100°C . 5 h.

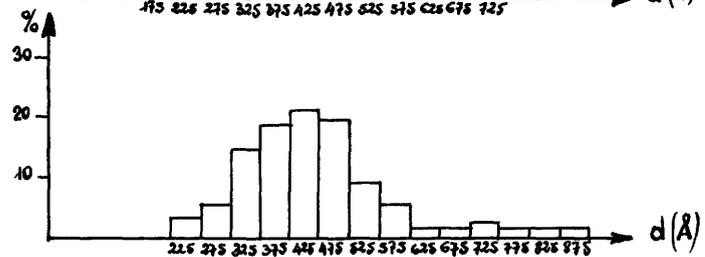


Fig. 11

COULÉE 1

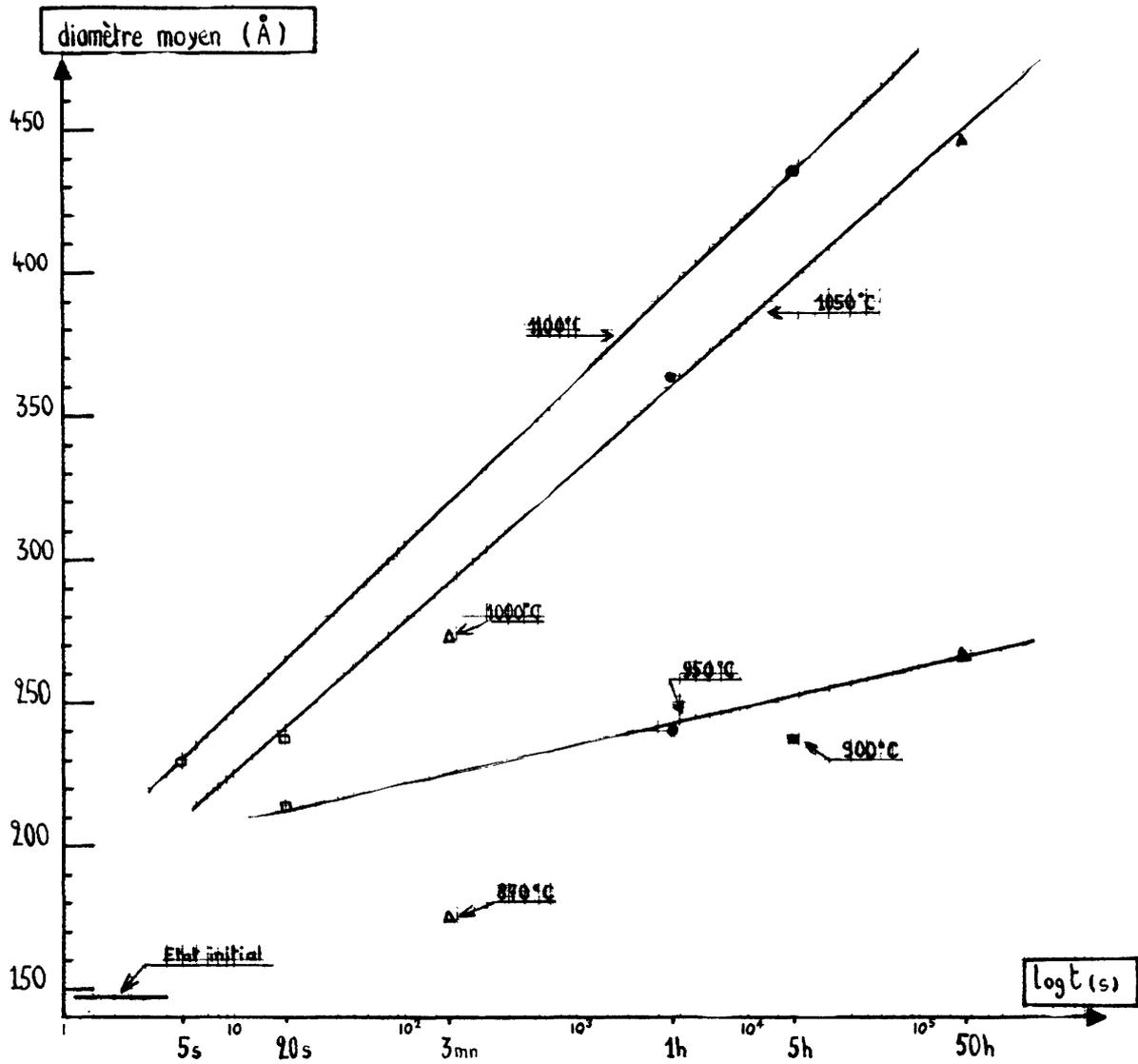


Fig. 12

COULÉE 1

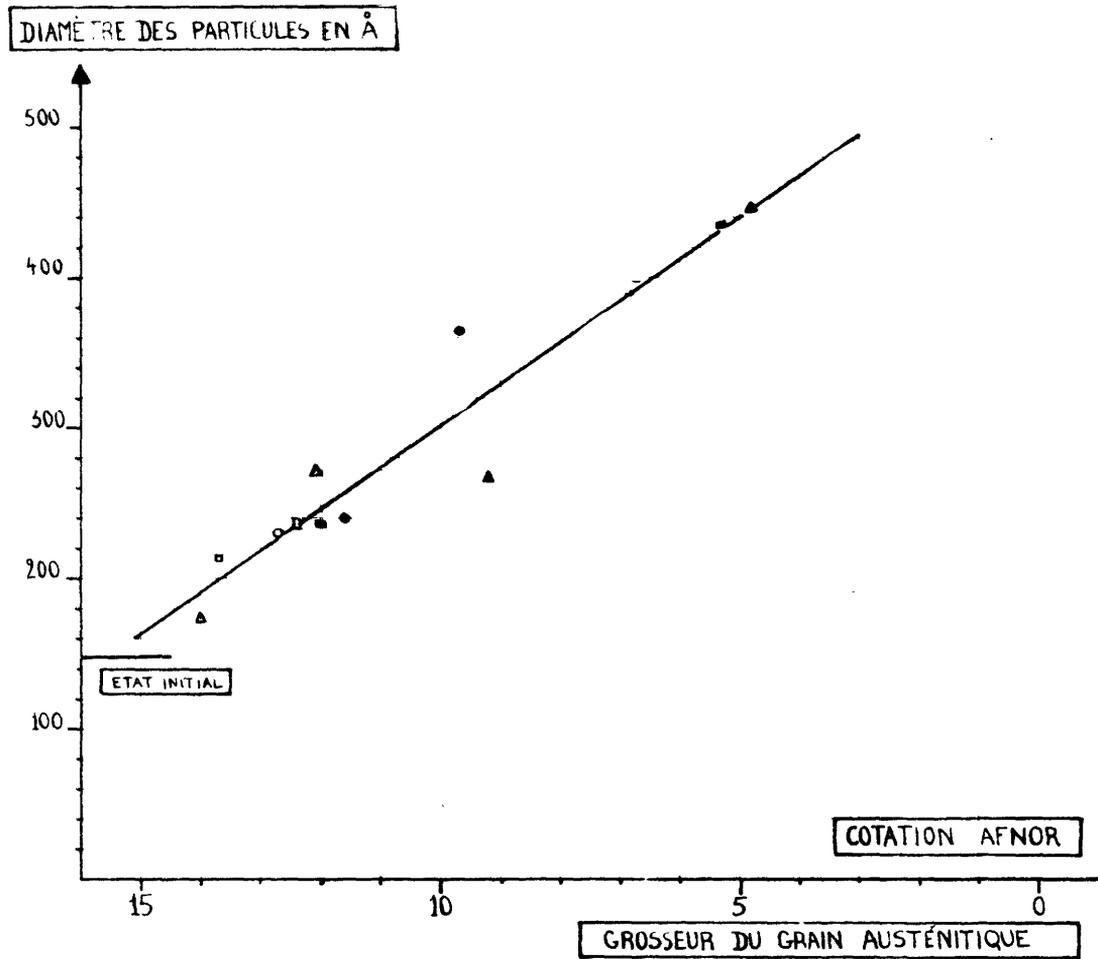


Fig. 13

ÉPROUVETTE AVANT ET APRÈS LAMINAGE

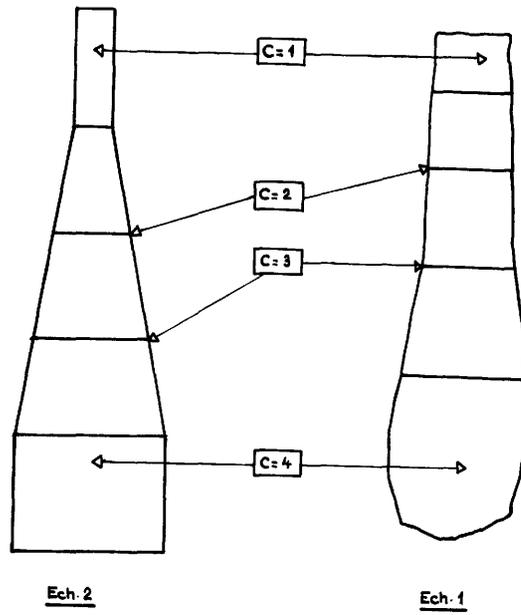


Fig. 14

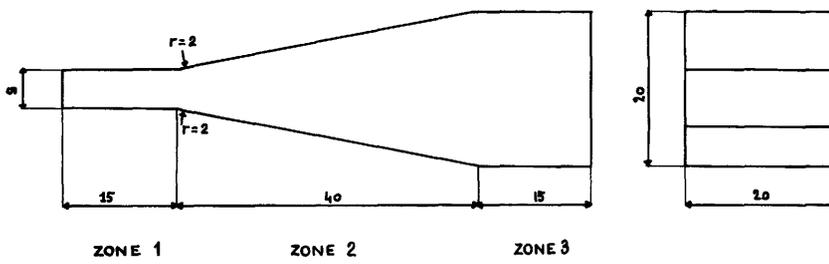


Fig. 15

CYCLES DE LAMINAGE

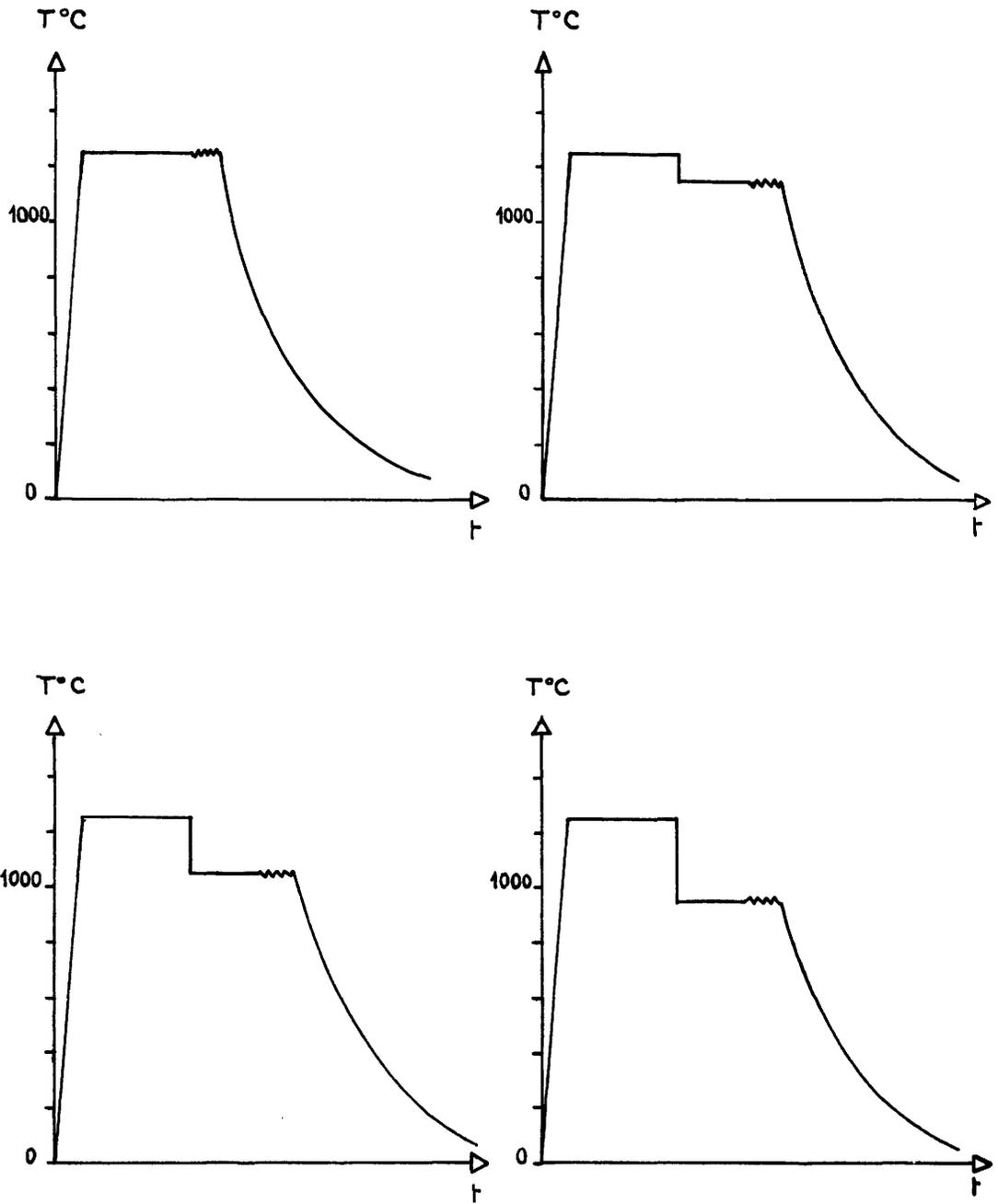


Fig. 16

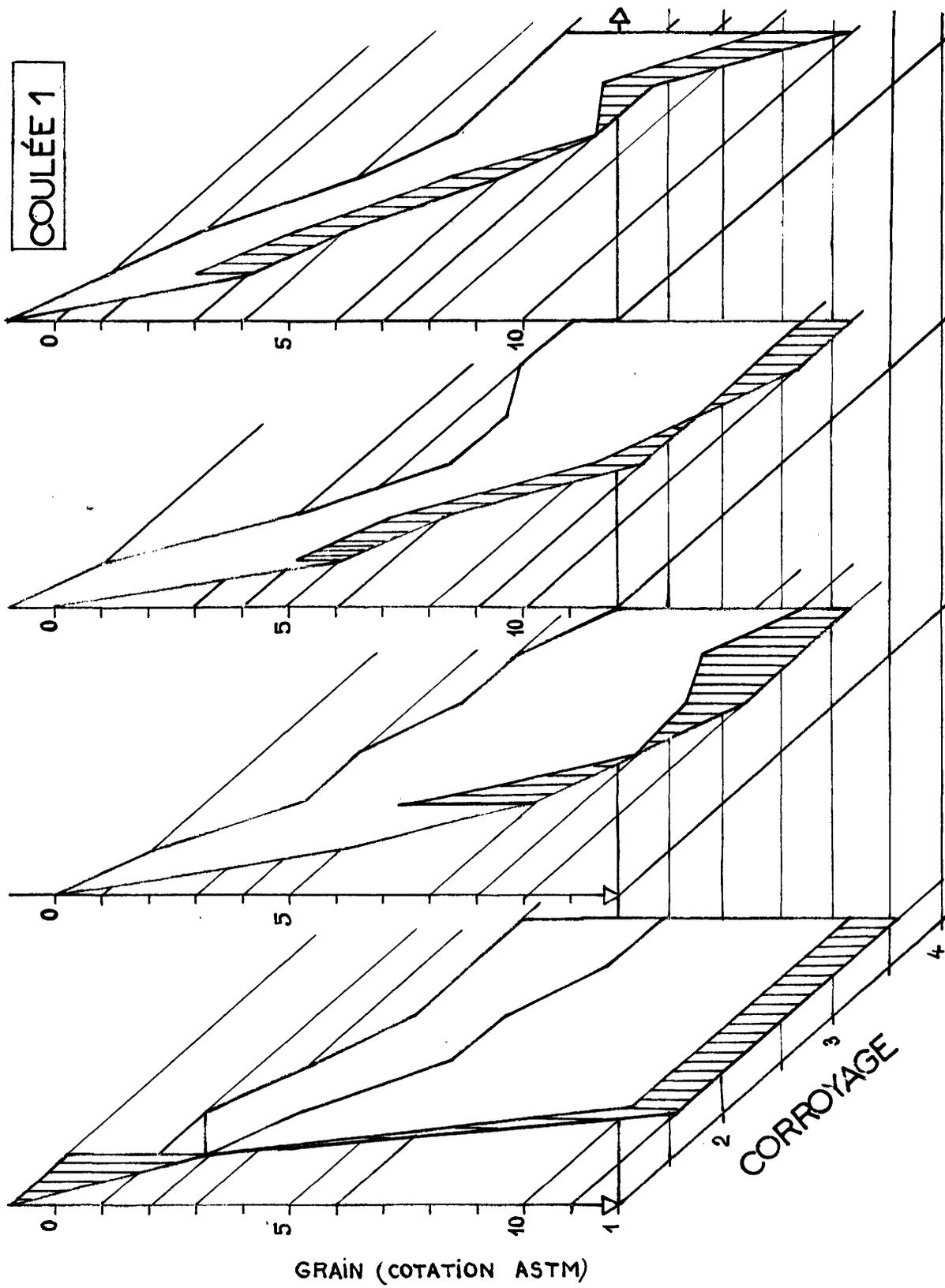


Fig. 17

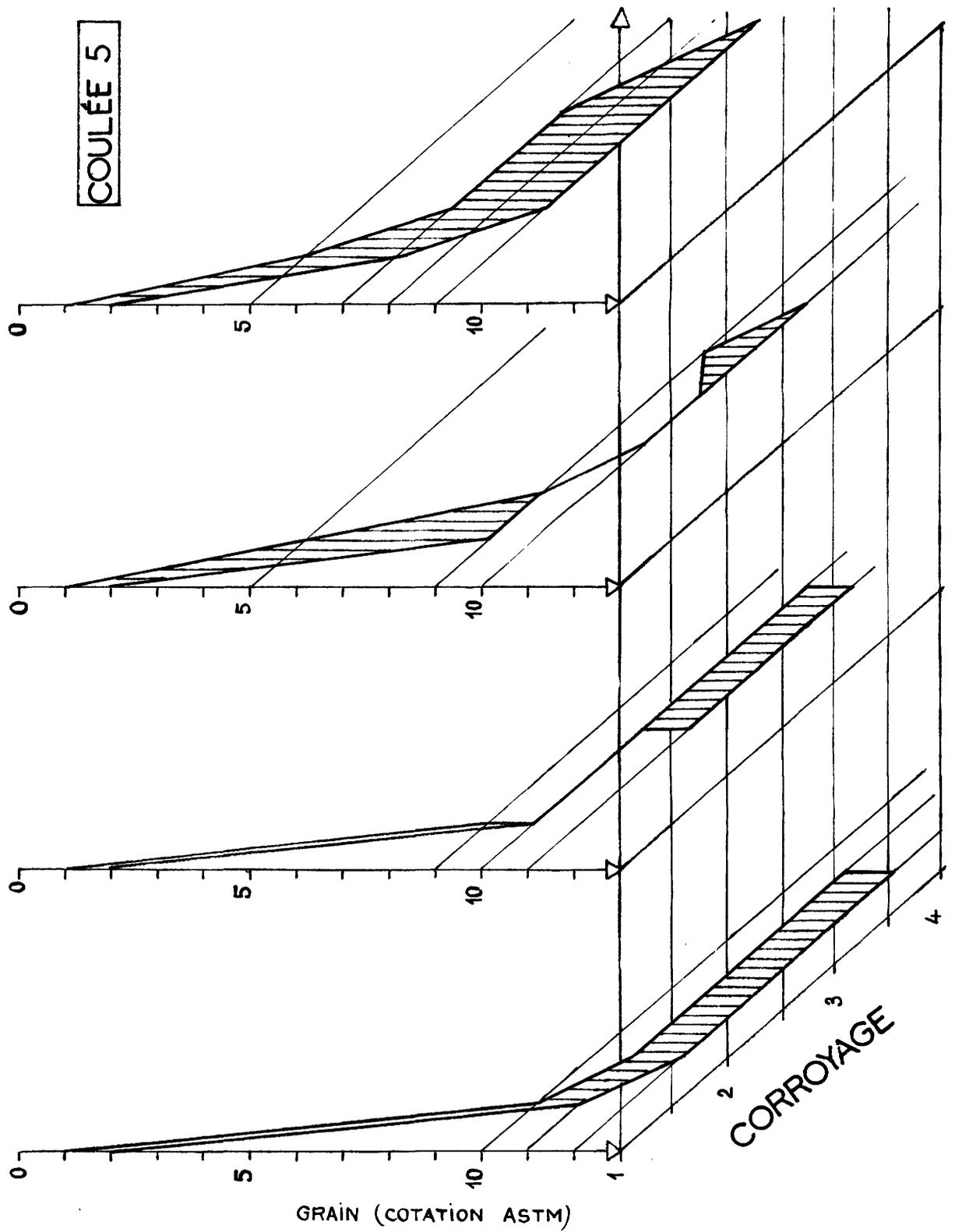


Fig. 18

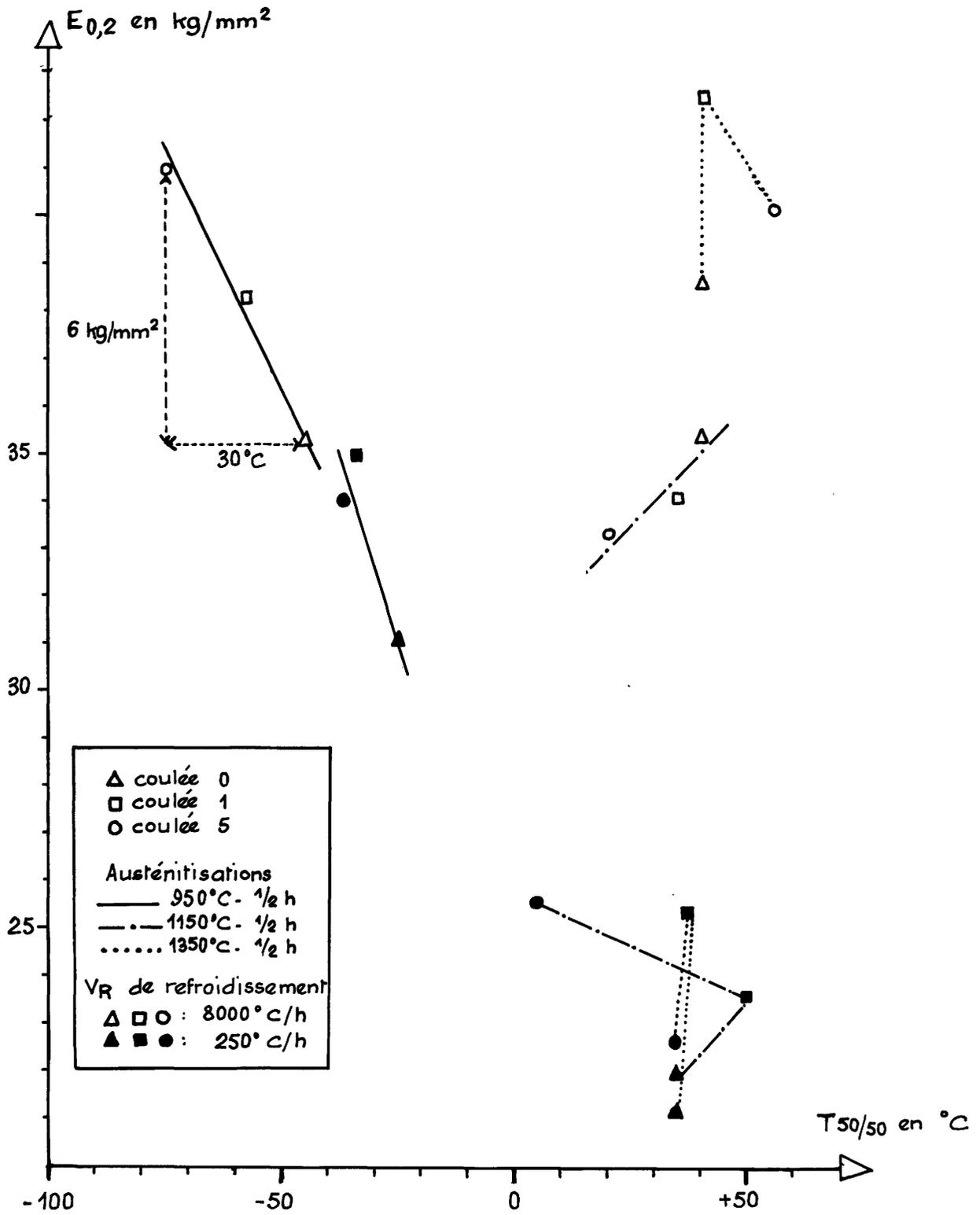
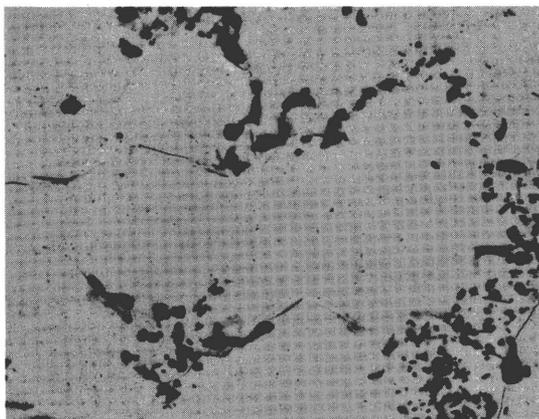
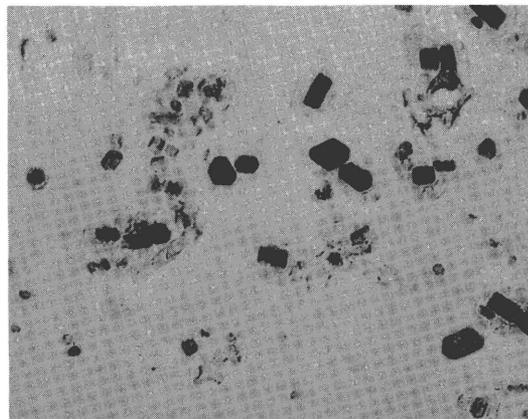


Fig. 19

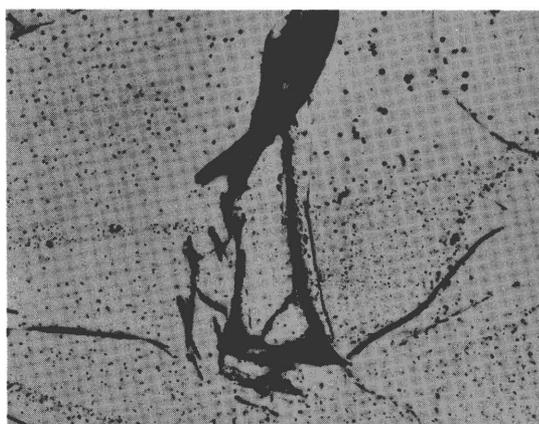


5000:1

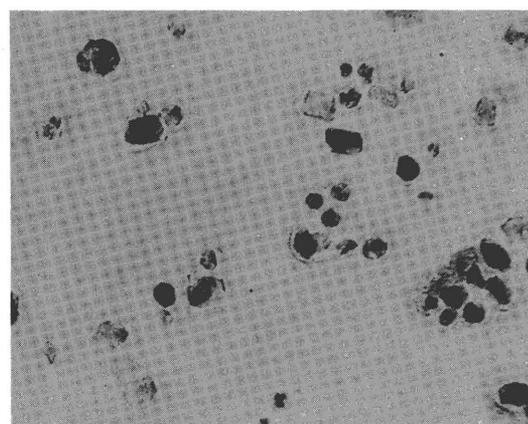


100 000:1

État initial : 900 °C - 30 mn/air + 700 °C - 30 mn/air

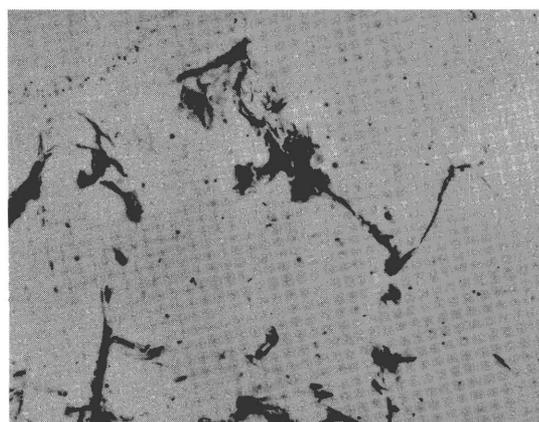


5000:1

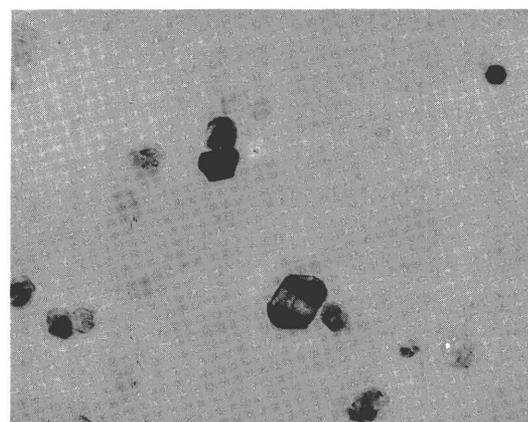


100 000:1

État initial + 904 °C - 5 h



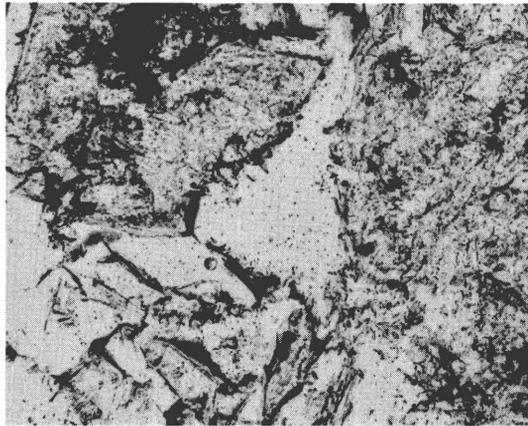
5000:1



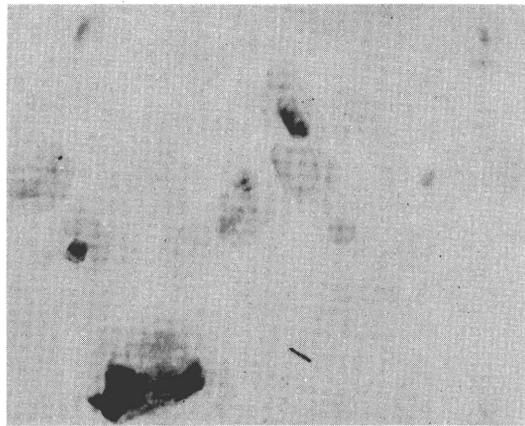
100 000:1

État initial + 950 °C - 60 mn

PLANCHE I - COULÉE 1

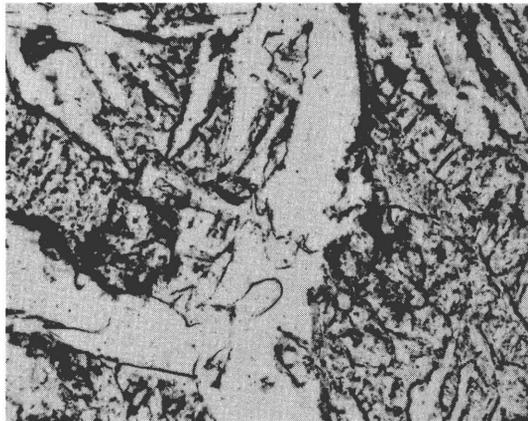


5000:1

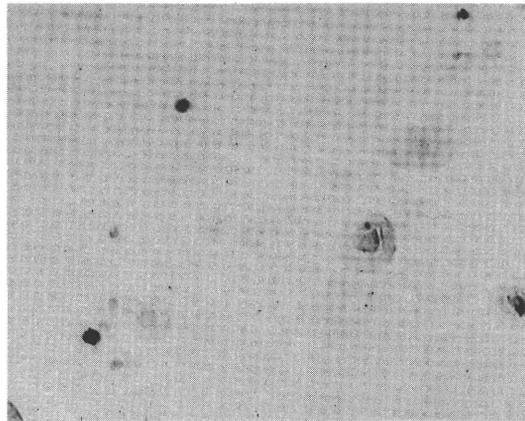


100 000:1

État initial + 1000 °C - 3 mn

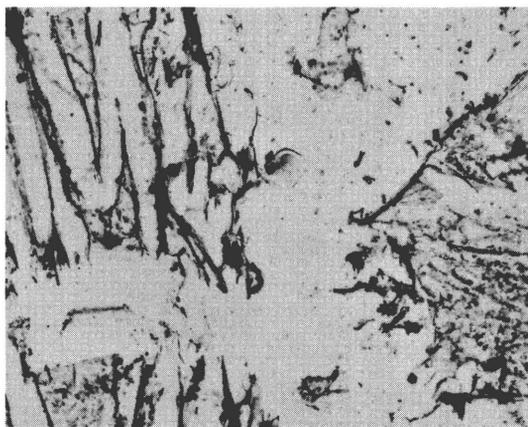


5000:1

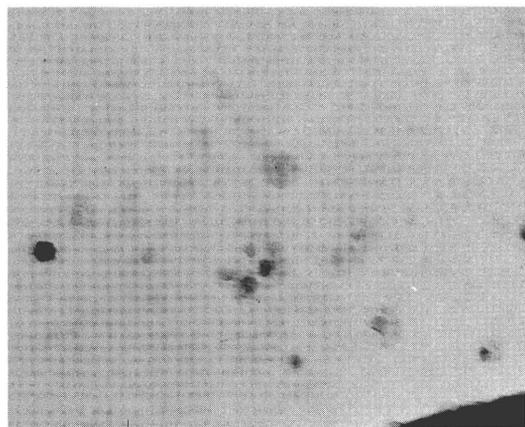


100 000:1

État initial + 1050 °C - 20 s



5000:1



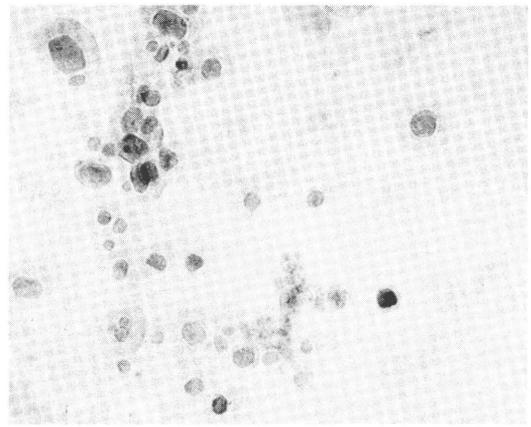
100 000:1

État initial + 1100 °C - 5 s

PLANCHE II - COULÉE I

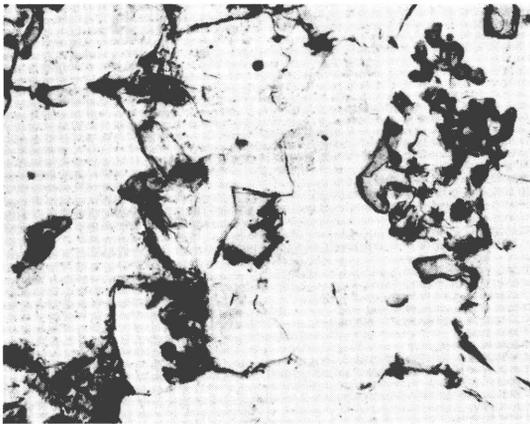


5000:1

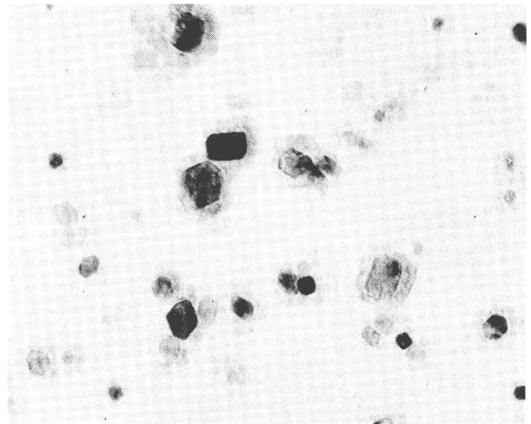


100 000:1

État initial + 950 °C - 20 s

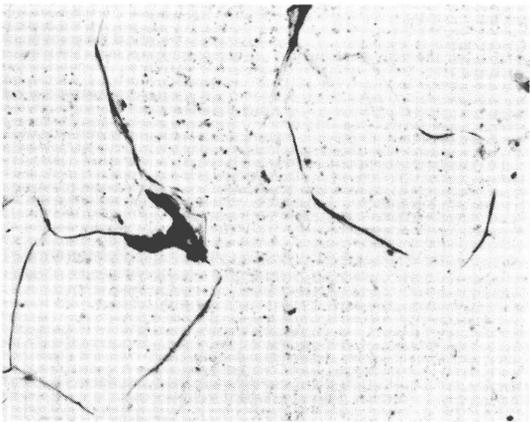


5000:1



100 000:1

État initial + 950 °C - 60 mn



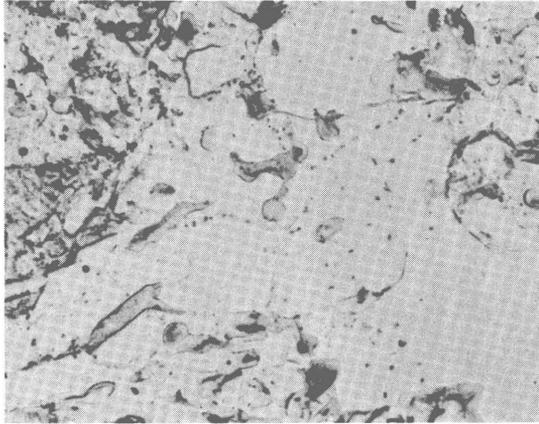
5000:1



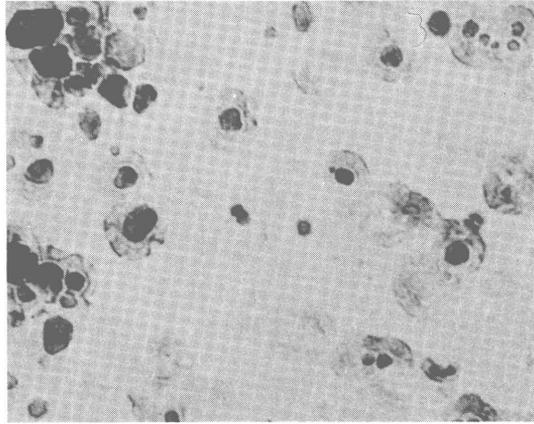
100 000:1

État initial + 950 °C - 50 h

PLANCHE III - COULÉE 1

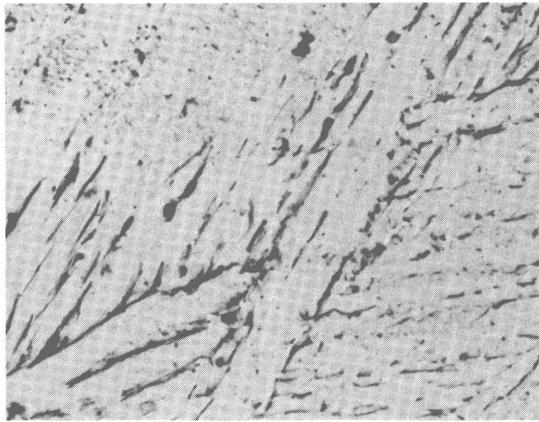


5000:1

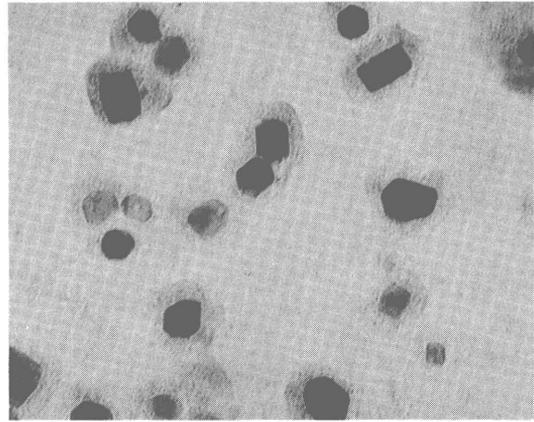


100000:1

État initial + 870 °C - 3 mn

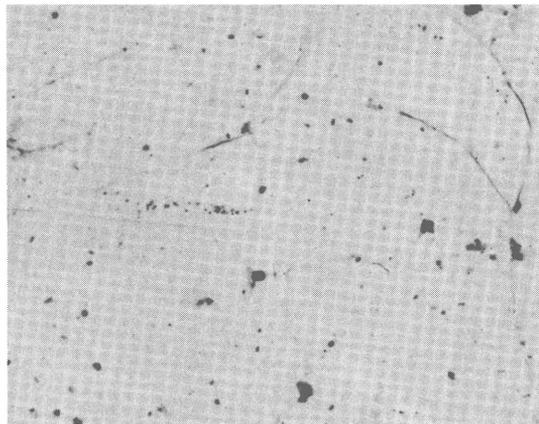


5000:1

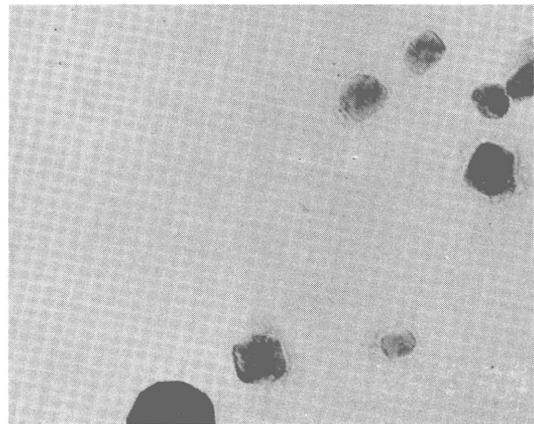


100 000:1

État initial + 1050 °C - 60 mn



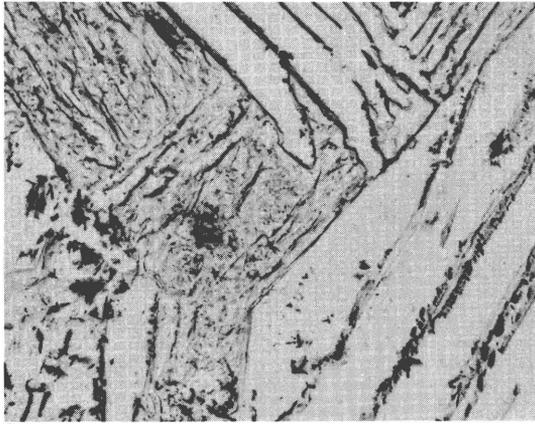
5000:1



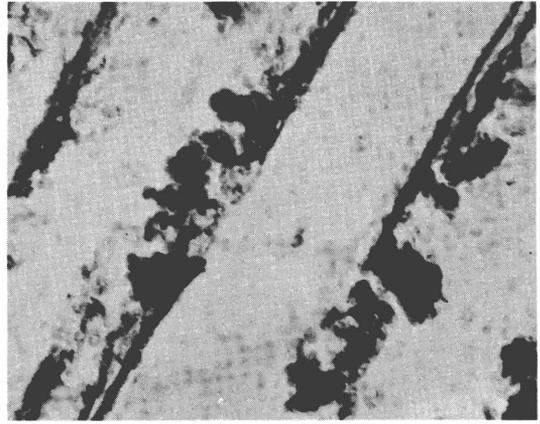
100 000:1

État initial + 1050 °C - 50 h

PLANCHE IV - COULÉE 1

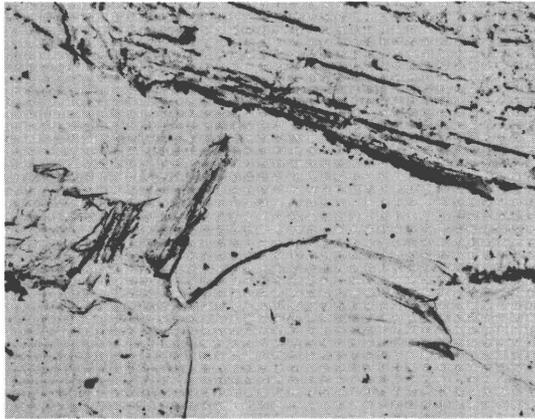


5000:1

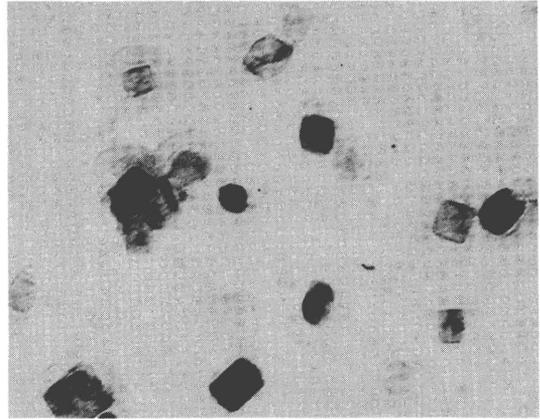


40 000:1

État initial + 1100 °C - 3 mn

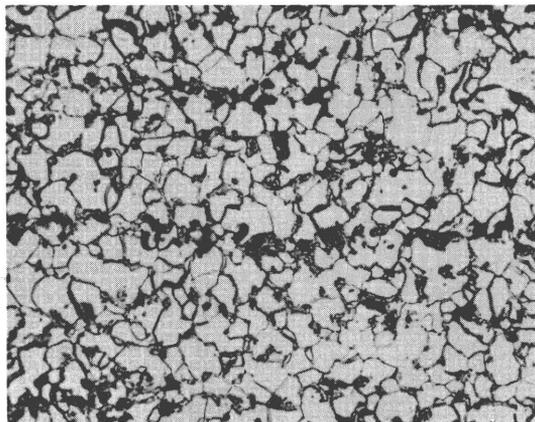


5000:1



100 000:1

État initial + 1100 °C - 5 h



500:1



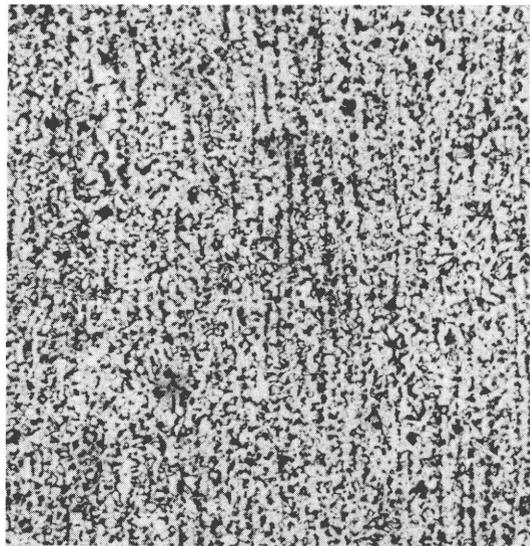
500:1

État initial + 1100 °C - 3 mn

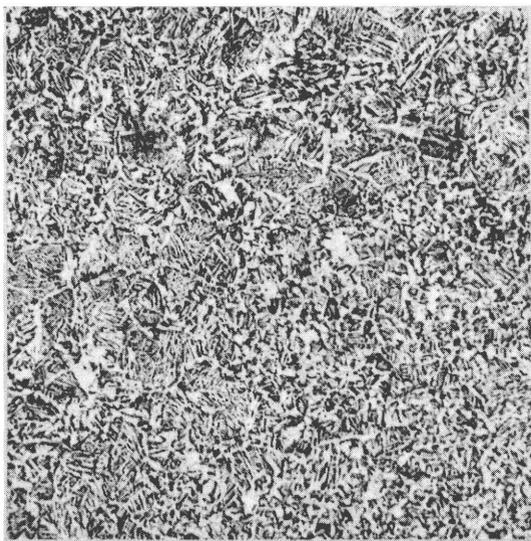
PLANCHE V - COULÉE I



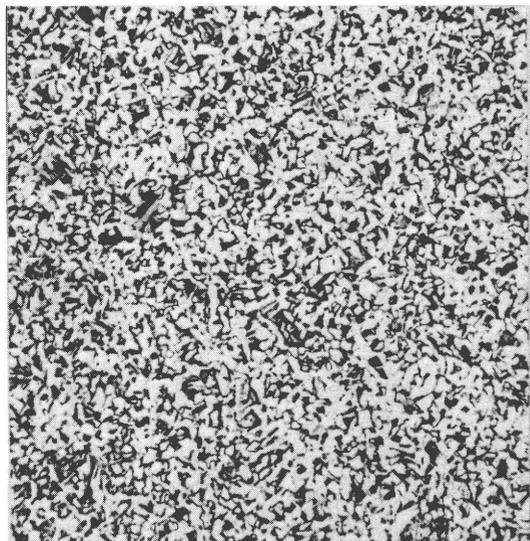
Coulée 1 100:1
Température de laminage : 950 °C



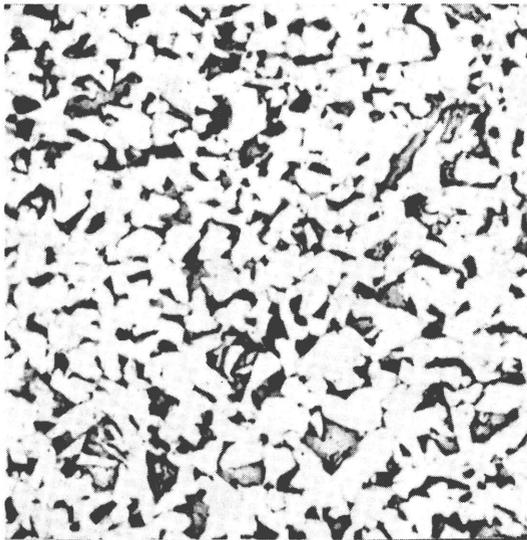
Coulée 5 100:1
Température de laminage : 950 °C



Coulée 1 100:1
Température de laminage : 1250 °C

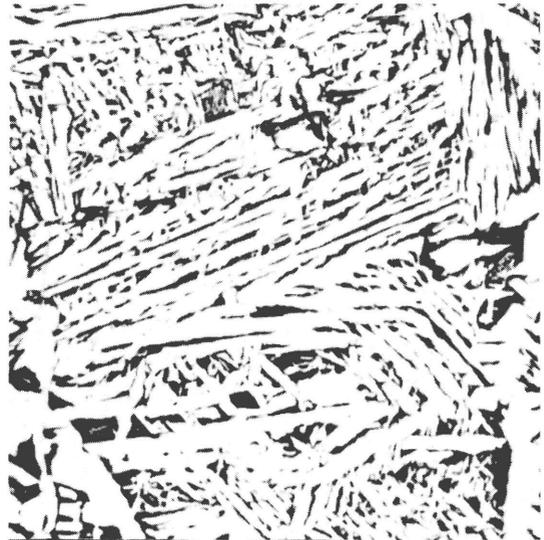


Coulée 5 100:1
Température de laminage : 1250 °C



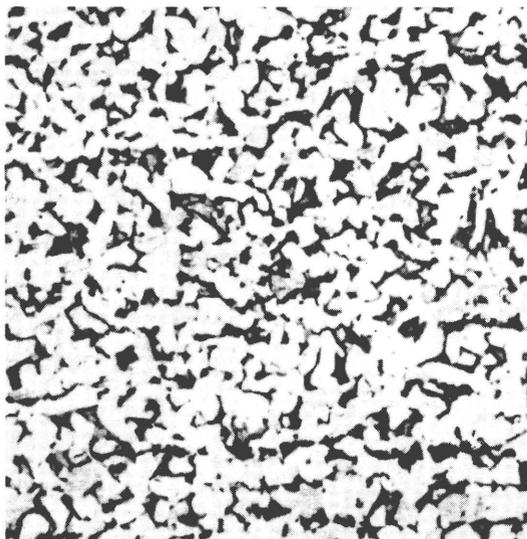
C = 1

300:1



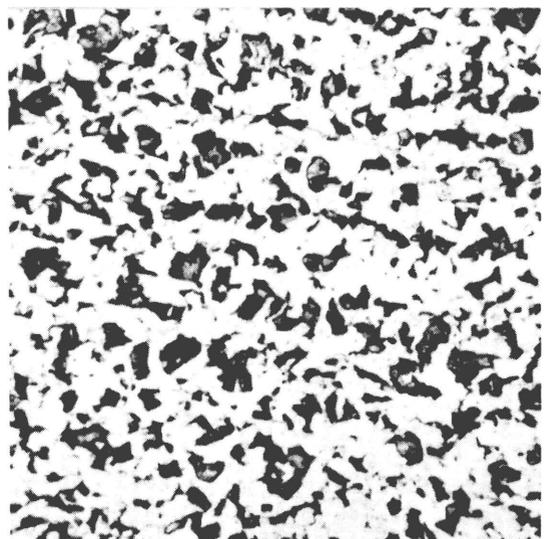
C = 2

300:1



C = 3

300:1



C = 4

300:1

PLANCHE VII - COULÉE 5: TEMPERATURE DE LAMINAGE : 1050°C

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

La recherche sur les aciers soudables à dispersoïdes qui s'est développée avec la collaboration de chercheurs des quatre Instituts : C.R.M., C.S.M., M.P.I. et C.L., avait pour but la caractérisation de l'influence d'additions de Be, Nb, Ti, sur les propriétés mécaniques — essentiellement la limite élastique et la résilience — des aciers de construction contenant une certaine teneur en aluminium et azote.

Ces recherches ont abouti à des résultats intéressants qui sont rassemblés ci-après :

— L'énergie d'activation apparente du phénomène de grossissement du grain austénitique pour les coulées contenant des teneurs variables de nitrure d'aluminium a été mesurée. Elle a été trouvée égale à 110 kcal/mole pour la coulée-mère sans aluminium et à 130 kcal/mole environ pour les deux coulées contenant des éléments dispersoïdes. Ce résultat est très important puisqu'il permet de prévoir pour une coulée donnée la grosseur du grain austénitique, quel que soit le traitement d'austénitisation considéré. Au niveau d'un grain d'indice 9 environ en cotation ASTM, les courbes de grossissement du grain austénitique montrent une brisure qui correspond à l'apparition de grains mixtes. L'étude de la précipitation par microscopie électronique a permis de relier le diamètre des particules de nitrures d'aluminium à la grosseur du grain moyen. Il serait facile de faire les mêmes mesures pour les aciers contenant d'autres éléments dispersoïdes. Toutefois, la valeur de l'énergie d'activation ne devrait pas varier sensiblement et resterait aux environs de 130 kcal/mole.

— Il a pu être mis en évidence un comportement du grain ferritique très différent des coulées avec ou sans nitrure d'aluminium suivant les paramètres de laminage (températures et taux de corroyage). En effet, la coulée à fort aluminium et à fort azote a permis d'obtenir des grains très fins (11 en cotation ASTM), homogènes et complètement recristallisés pour des taux de corroyage faibles ($C \leq 2$). Dans ce cas, il a été démontré que la température de la dernière passe déterminait la grosseur du grain ferritique pour une vitesse de refroidissement donnée. Par contre, l'acier à bas aluminium et bas azote s'est comporté de façon fort différente. La structure obtenue est très hétérogène. On note encore la présence de gros grains même pour un taux de corroyage élevé ($C = 4$). La relation grosseur de grain ferritique-température de la dernière passe n'est donc pas aussi nette qu'avec une teneur élevée en nitrure d'aluminium.

— Dans les conditions étudiées, l'addition de béryllium (20 à 50, 10^{-3} %) à un acier de construction calmé à l'aluminium améliore nettement les propriétés de résilience de cet acier. Les traitements réalisés consistent en des laminages à différentes températures suivis ou non d'un traitement de normalisation. Toutefois, à l'heure actuelle, l'interprétation de cet effet nous échappe encore, puisqu'il n'a pas été possible d'observer une précipitation intense et régulière du nitrure de béryllium. Plus précisément, l'observation de particules de nitrure de béryllium par la technique des lames minces s'est avérée difficile en raison de la rareté de la précipitation.

D'autre part, l'évolution de la limite élastique par traitement isotherme sur des coulées appropriées ne s'explique pas par une précipitation de nitrure d'aluminium ou de béryllium mais seulement par un durcissement de solution ou de précipitation dû au béryllium.

Ce durcissement, étant donné le diamètre de l'atome de béryllium, pourrait être du type durcissement de substitution.

En conclusion, il s'avère que la précipitation de nitrure de béryllium dans les aciers de construction est difficile à obtenir, quel que soit le traitement utilisé. Lorsque les précipités sont présents, leur taille est trop grande et leur densité trop faible pour avoir une action effective. Toute-

fois, il est possible que la présence de carbone ou l'action d'autres facteurs tels que la déformation de laminage puissent améliorer les conditions de précipitation du nitrure de béryllium.

— Les recherches sur le niobium et le titane ont été menées avec un but identique, à savoir l'étude de la répartition du niobium, du titane et de leurs carbonitrides lors d'un maintien à haute température. En effet, il convenait de rechercher l'austénitisation minimale susceptible de conserver le bénéfice d'un grain fin, tout en profitant d'une amélioration des propriétés mécaniques par durcissement sans abaisser trop fortement la résilience.

Cette double influence a été vérifiée.

En premier lieu, les particules précipitées, aussi bien pour le niobium que pour le titane, exercent une action efficace de contrôle du grain austénitique et ferritique pendant le chauffage et le laminage à chaud des aciers puisque jusqu'à 1100°C environ le grain reste inférieur à 7-9 en cotation ASTM. Il en résulte donc une amélioration de la résistance et de la ténacité du matériau.

En deuxième lieu, ces éléments provoquent à la suite de traitements thermiques convenables (trempe à partir de 1100°C et revenu entre 550 et 650°C) un durcissement secondaire. Celui-ci dépend de l'action directe de précipités fins qui se forment au revenu et qui font obstacle au déplacement des dislocations, ce qui conduit à un retard important de l'adoucissement de la structure de trempe.

En particulier, l'apparition du maximum de durcissement a pu être associée au début de la précipitation et pour les coulées au niobium, on a pu montrer que la densité des précipités était de l'ordre de 10^{16} p/cm³ et qu'ils étaient cohérents avec la matrice. Si le vieillissement se poursuit, la croissance de ces particules provoque la perte de leur cohérence, ce qui entraîne un moindre frein au déplacement des dislocations.

Toutefois, il n'est pas évident que la ductilité intrinsèque du métal repérée par le rapport $E/T_{50/50}$ ($T_{50/50}$: transition de résilience) soit améliorée. Ainsi, pour les coulées au titane ou à l'aluminium, la transition de résilience croît trop rapidement avec l'austénitisation pour que ce rapport soit satisfaisant. C'est pourquoi ces conditions de dissolution partielle favorables pour le grain et le durcissement, devraient être mieux mises en évidence sur des aciers contenant des dispersoïdes de niobium et de vanadium puisque ceux-ci ont des cinétiques de mise en solution et de précipitation fort différentes.

— Enfin puisque cette recherche doit se poursuivre dans les années 70-72 il n'est pas inopportun de présenter le programme de ces recherches futures.

Ce programme définit les grandes lignes de la recherche à entreprendre, d'abord dans un cadre de réflexions valables quel que soit le ou les dispersoïdes concernés pour ensuite s'attacher à des développements particuliers.

Nous devons rappeler que notre but est l'exploitation maximale des possibilités de durcissement et d'affinement du grain en vue de la mise au point de nuances d'aciers de construction à haute résistance (limite d'élasticité jusqu'à 70 kg/mm²) et aisément soudables.

Il ne sera pas oublié qu'il s'agit toujours d'un compromis entre limite d'élasticité et fragilité et que le corroyage est un facteur influent que nous devons étudier.

Pour cela, en faisant appel notamment à la métallographie et à la diffraction électronique, une étude approfondie du mécanisme d'action des précipités fins (carbures, nitrures, carbonitrides) en fonction de la composition de l'acier et des divers traitements mécaniques et thermiques est chaque fois nécessaire. Ainsi, une attention particulière sera accordée à l'étude de la morphologie des précipités (distribution, forme, nombre) et à celle de la cohérence de ces particules avec la matrice ferritique.

La relation précipités-grosseur du grain sera approfondie en particulier dans la zone de grossissement du grain, ainsi que la relation entre le grain austénitique et ferritique. On établira aussi des diagrammes de précipitation en refroidissement continu et en conditions isothermes.

BUREAUX DE VENTE

Les documents publiés par la Commission des Communautés Européennes sont vendus par l'Office des Publications aux adresses et au prix indiqués ci-après. Lors de la commande, bien indiquer la référence exacte et le titre du document.

FRANCE

*Service de vente en France des publications
des Communautés européennes*
26, rue Desaix
75 Paris-15^e — Tél. (1) 306.5100
CCP Paris 23-96

BELGIQUE — BELGIË

Moniteur belge — Belgisch Staatsblad
Rue de Louvain, 40-42 — Leuvenseweg 40-42
1000 Bruxelles — 1000 Brussel — Tél. 12 00 26
CCP 50-80 — Postgiro 50-80

Sous-dépôt :
Librairie européenne — Europese Boekhandel
Rue de la Loi 244 — Wetstraat 244
1040 Bruxelles — 1040 Brussel

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG

*Office des publications officielles
des Communautés européennes*
Case postale 1003 — Luxembourg 1
et 29, rue Aldringen, Bibliothèque
Tél. 4 79 41 — CCP 191-90
Compte courant bancaire : BIL 8-109/6003/200

ALLEMAGNE (RF)

Verlag Bundesanzeiger
5 Köln 1 — Postfach 108 006
Tél. (0221) 21 03 48
Télex : Anzeiger Bonn 08 882 595
Postcheckkonto 834 00 Köln

ITALIE

Libreria dello Stato
Piazzo G. Verdi 10
00198 Roma — Tél. (6) 85 09
CCP 1/2640

Agences :
00187 Roma — Via del Tritone 61/A e 61/B
00187 Roma — Via XX Settembre (Palazzo
Ministero delle finanze)
20121 Milano — Galleria Vittorio Emanuele 3
80121 Napoli — Via Chiaia 5
50129 Firenze — Via Cavour 46/R
16121 Genova — Via XII Ottobre 172
40125 Bologna — Strada Maggiore 23/A

PAYS-BAS

Staatsdrukkerij- en uitgeverijbedrijf
Christoffel Plantijnstraat
's-Gravenhage — Tél. (070) 81 45 11
Postgiro 42 53 00

GRANDE-BRETAGNE ET COMMONWEALTH

H.M. Stationery Office
P.O. Box 569
London S.E. 1

ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE

European Community Information Service
2100 M Street, N.W.
Suite 707
Washington, D.C., 20 037

IRLANDE

Stationery Office
Beggar's Bush
Dublin 4

SUISSE

Librairie Payot
6, rue Grenus
1211 Genève
CCP 12-236 Genève

SUÈDE

Librairie C.E. Fritze
2, Fredsgatan
Stockholm 16
Post-Giro 193, Bank Giro 73/4015

ESPAGNE

Libreria Mundi-Premsa
Castello 37
Madrid 1

AUTRES PAYS

*Office des publications officielles
des Communications européennes*
Case postale 1003 — Luxembourg 1
Tél. 4 79 41 — CCP 191-90
Compte courant bancaire : BIL 8-109/6003/200

Prix : FB 250,—