

C. N. E. A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
N°	AÑO
8	1981

**Relation entre la microstructure des aciers
Fe-Ni à 23 et 33% Ni,
Fe-Ni-C à 23% Ni et 0,4% C
et Fe-Cr-Ni 18-10,
à l'état austénitique ou martensitique,
et leur comportement
après chargement cathodique en tritium**

par
José OVEJERO GARCIA

2ème partie

CHAPITRE III

**PROPRIETES MICROSTRUCTURALES
DES ALLIAGES Fe-Ni, Fe-Ni-C et Fe-Cr-Ni**

INTRODUCTION

Comme nous l'avons déjà remarqué (Chapitre I), la microstructure d'un matériau joue un rôle très important dans le processus de fragilisation des métaux par l'hydrogène. Nous aborderons donc la description de la microstructure des alliages étudiée en utilisant les techniques de microscopie optique, de microscopie électronique à balayage et par transmission, décrites dans le chapitre précédent.

De plus, compte tenu du rôle important de l'interaction hydrogène-carbone hors de solution sur le piégeage de l'hydrogène sur les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène dans les alliages de fer, rôle qui avait été déjà démontré pour d'autres matériaux ferritiques^{5,6,7,8}, nous avons effectué une étude approfondie de la ségrégation du carbone dans la martensite aciculaire Fe-Ni-C en utilisant la technique d'autoradiographie à haut pouvoir de résolution, décrite dans le chapitre précédent.

III-1. - ALLIAGES Fe-Ni et Fe-Ni-C A L'ETAT MARTENSITIQUE

III-1.1. - Alliage Fe-23 % Ni

III-1.1.1. - Observation en microscopie optique

La microscopie optique de la Fig. 12A, réalisée sur l'alliage Fe-23 % présente la morphologie-type d'une martensite en lattes. Ce type de morphologie ⁷⁸ peut se décomposer en paquets, certains de ces paquets correspondant à un rassemblement de sous-paquets parallèles entre-eux. Par ailleurs, chaque sous-paquet est composé de très fines lattes parallèles entre elles, non résolues en microscopie optique.

Le plan d'accollement des lattes restant toujours proche de l'un des plans $\{111\}$ de l'austénite γ , on explique ainsi qu'il est possible de compter jusqu'à quatre orientations de paquets de lattes différentes à l'intérieur d'un même ancien grain austénitique.

La micrographie de la Fig. 12A montre que les paquets et sous-paquets de martensite possèdent des contours le plus souvent déchiquetés.

III-1.1.2. - Observation en microscopie électronique en transmission

L'examen effectué en microscopie électronique en transmission confirme l'observation effectuée en microscopie optique, c'est-à-dire que la microstructure fine de la martensite en lattes est bien constituée de fines lattes adjacentes, parallèles entre elles, de 2500 Å d'épaisseur environ. En outre, il apparaît une forte densité de dislocations enchevêtrées à l'intérieur des lattes de martensite, comme le montre le détail de la micrographie électronique de la Fig. 12D. Cette forte densité au sein-même des lattes résulte de la relaxation des contraintes internes très élevées, qui se sont développées dans la structure martensitique par suite des modifications importantes de forme et de volume, accompagnant sa formation.

III-1.2. - Alliage Fe-33 % Ni et Fe-Ni-C

Comme nous l'avons déjà vu (Chap. II), nous avons choisi l'alliage Fe-Ni-C (coulée industrielle contenant, en poids, 23 % Ni, 0,4 % C et 1 % d'autres impuretés) pour permettre des comparaisons avec la même structure, mais exempte d'impuretés. Nous

avons préparé par frittage, un alliage pur Fe-Ni à 33 % Ni, contenant seulement 40 ppm C. Les deux alliages ont en effet une température M_s voisine de -30°C .

III-1.2.1. - Observation en microscopie optique

La micrographie optique (Fig. 12B) révèle la morphologie aciculaire de la martensite des alliages Fe-33 % Ni et Fe-Ni-C austénitisés 2^h à 1050°C , puis trempés à l'azote liquide. Sur cette micrographie on note que la martensite aciculaire est composée de très grandes aiguilles, très larges, parfois très allongées, mais toujours de très grandes dimensions vis-à-vis de fines lattes parallèles qui constituent la martensite en lattes.

Par ailleurs, on distingue généralement à l'intérieur de chaque plaquette une zone centrale appelée "nervure" (mid-rid), parallèle à sa plus grande dimension. Cette nervure correspond ⁷⁹ à la trace du plan d'habitat qui s'est créé entre l'austénite et la martensite dès les tous premiers stades de la transformation.

III-1.2.2. - Observation en microscopie électronique

Dans le but de révéler la structure pure des plaquettes de la martensite aciculaire, nous avons procédé à des examens en microscopie électronique sur lames minces. Ces examens montrent une structure biphasée comprenant la martensite α' et l'austénite γ_R . La micrographie de la Fig. 12F montre la présence de l'austénite γ_R retenue dans ces alliages à la température de l'azote liquide (-196°C), par l'effet gammagène du nickel dans l'alliage Fe-Ni, d'une part, et du nickel et du carbone dans l'alliage Fe-Ni-C, d'autre part. Dans l'austénite résiduelle apparaît une densité très élevée de dislocations. L'origine des dislocations présentes au sein de l'austénite résiduelle peut être, d'une part, la relaxation des contraintes d'origine thermique, d'autre part, la relaxation des contraintes, très élevées, d'origine mécanique introduites dans l'austénite au voisinage des interfaces austénite-martensite en raison de la variation-même de volume accompagnant cette transformation (1,7 %).

Par ailleurs, les micrographes de la Fig. 12E montrent une microstructure constituée d'une succession de très fines macles ($\cong 50^\circ\text{A}$) parallèles entre elles. Ces macles ne traversent pas la totalité des plaquettes, c'est-à-dire que la martensite est partiellement maclée. On

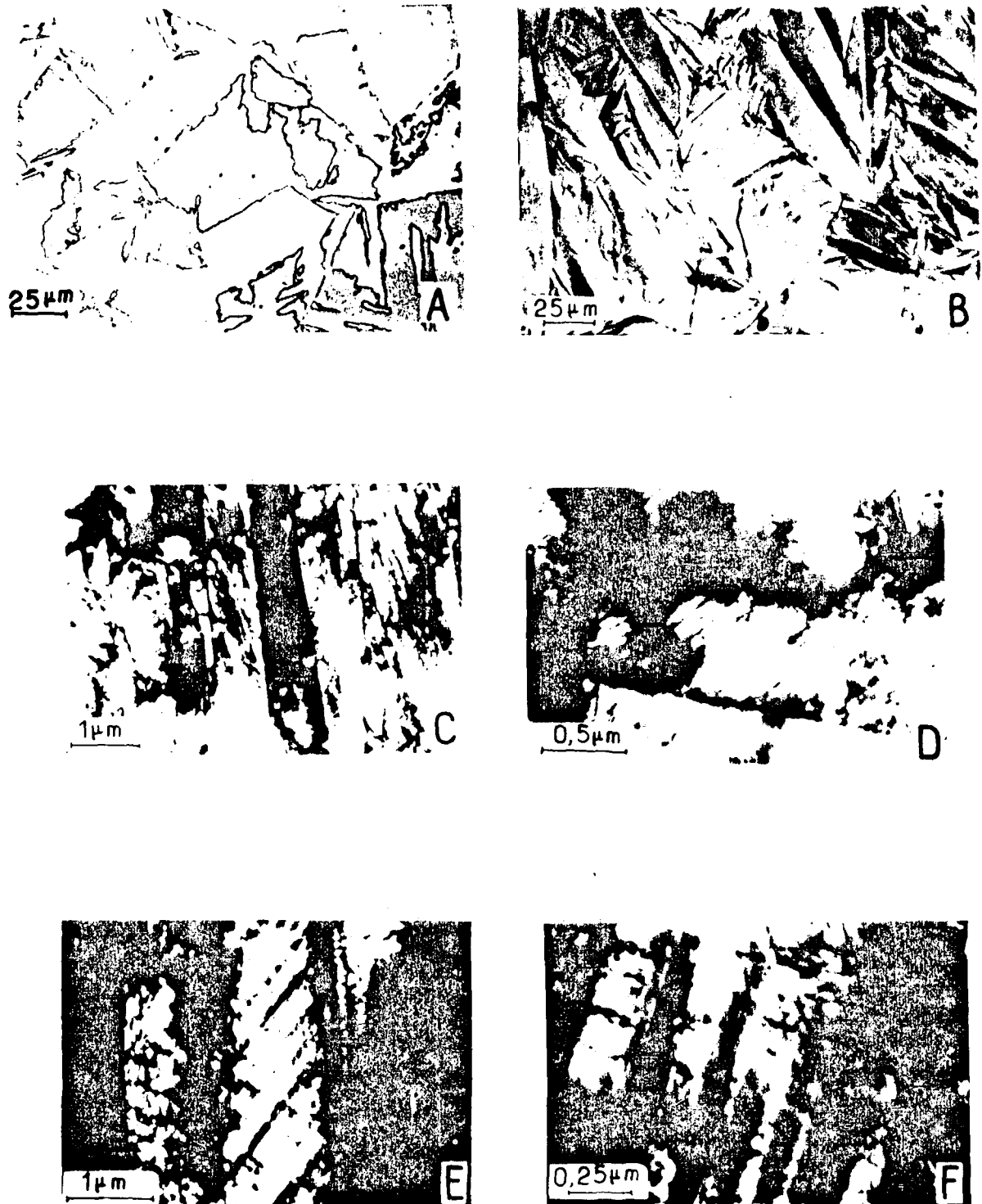


Fig. 12

Microstructure des alliages à l'état martensitique :

- A) Martensite en lattes (microscopie optique)
alliage Fe-23 % Ni
- B) Martensite aciculaire (microscopie optique)
alliage Fe-33 % Ni
- C) Martensite en lattes, alliage Fe-23 % Ni - lame mince
- D) Martensite en lattes, alliage Fe-23 % Ni - lame mince
- E) Martensite aciculaire - alliage Fe-33 % Ni - lame mince
- F) Martensite aciculaire - alliage Fe-33 % Ni - lame mince

observe une densité maximale des macles à l'aplomb de la nervure. Leur densité diminue lorsque l'on s'éloigne de cette nervure centrale et que l'on s'approche de l'interface. On observe deux systèmes de macles $(112)_\alpha$, et $(011)_\alpha$,⁸⁶. La densité de dislocation est partout élevée. Dans les parties maclées, ces dislocations ont tendance à prendre une configuration d'équilibre perpendiculaire aux plans de macles (Fig. 12F). On peut penser que ce phénomène résulte de l'autorevenu au cours de la trempe. La région disloquée présente une forte densité de dislocations enchevêtrées (Fig. 12F).

III-2. - ETUDE DE LA SEGREGATION DU CARBONE PAR LA METHODE D'AUTORADIOGRAPHIE A HAUTE RESOLUTION DANS L'ALLIAGE Fe-Ni-C

Dans le but d'observer le rôle du carbone précipité, soit sous forme de carbures, soit sous forme d'atomes ségrégués sur le phénomène de piégeage de l'hydrogène, nous avons étudié la ségrégation du carbone par autoradiographie à haute résolution et par microscopie électronique sur lames minces sur l'alliage Fe-Ni-C dans les cas suivants :

- martensite vierge,
- martensite vieillie à la température ambiante,
- martensite revenue à 100°C et 150°C.

III-2.1. - Résultats expérimentaux

III-2.1.1. - Martensite brute de trempe

L'observation des lames minces a permis de constater qu'il s'agissait d'une martensite aciculaire, c'est-à-dire constituée d'aiguilles partiellement maclées.

D'autre part, les observations réalisées par microscopie électronique sur lames minces (Fig. 13A) font penser qu'il s'agit d'une martensite déjà au moins partiellement vieillie au moment de l'examen. La technique d'autoradiographie à haute résolution du ^{14}C sur échantillons massifs observés au microscope électronique à balayage, a permis de constater qu'il s'agissait de ségrégation de carbone (Fig. 14A).

Nous décrirons donc d'abord les observations faites sur la martensite vieillie et nous reviendrons sur le comportement de la martensite brute de trempe au cours de la discussion.

III-2.1.2. - Martensite vieillie 20 jours à la température ambiante

Les études réalisées par microscopie électronique à transmission montrent quelque fois la présence de très fins précipités dans les interfaces martensite-martensite, martensite-austénite résiduelle et les micromacles de la martensite (Fig. 13B). La micrographie obtenue sur fond noir (Fig. 13C) permet de voir ces précipitations. Malheureusement, les clichés de diffraction (Fig. 13D) n'ont pas permis de les identifier, du fait de leur taille très petite.

L'étude effectuée par autoradiographie à haute résolution sur échantillons massifs, observés par microscopie électronique à balayage, montre qu'il y a ségrégation du carbone dans les joints de grains (Fig. 14B) et à l'intérieur des aiguilles de martensite.

Dans le cas des autoradiographies sur lames minces, nous observons qu'un alignement préférentiel des filaments d'argent sur les micromacles n'est pas toujours évident (Fig. 15E,F), néanmoins les observations aux forts grossissements (Fig. 15A,B,C) montrent une tendance des filaments à être alignés le long des micromacles. Afin de détecter avec certitude ces alignements, nous avons fait une analyse statistique de la répartition des filaments d'argent sur l'image autoradiographique en fonction de l'orientation des micromacles (Fig. 15D).

La méthode employée consiste à mesurer sur les micrographies électroniques le nombre d'alignements de grains d'argent par unité de longueur ; un alignement est défini par l'existence de trois filaments d'argent au minimum sur un segment de droite de longueur fixée arbitrairement ($\cong 4 \mu\text{m}$). Pour chaque direction le nombre d'alignements par unité de longueur est porté (Fig. 15D) en fonction de l'angle de la direction par rapport à une direction de référence, choisie à 90° de la trace des plans de macle sur la micrographie.

Une tendance à l'alignement est remarquable suivant des directions parallèles aux micromacles ($\theta = 90^\circ$ sur la Fig. 15D), et suivant la direction $\theta = 55^\circ$ qui peut correspondre à un autre système de maclage.

Enfin, des alignements perpendiculaires aux deux directions précédentes sont également observés.

Il faut remarquer, d'ailleurs, qu'on observe quelque fois des grains d'argent dans la partie chargée de dislocations.

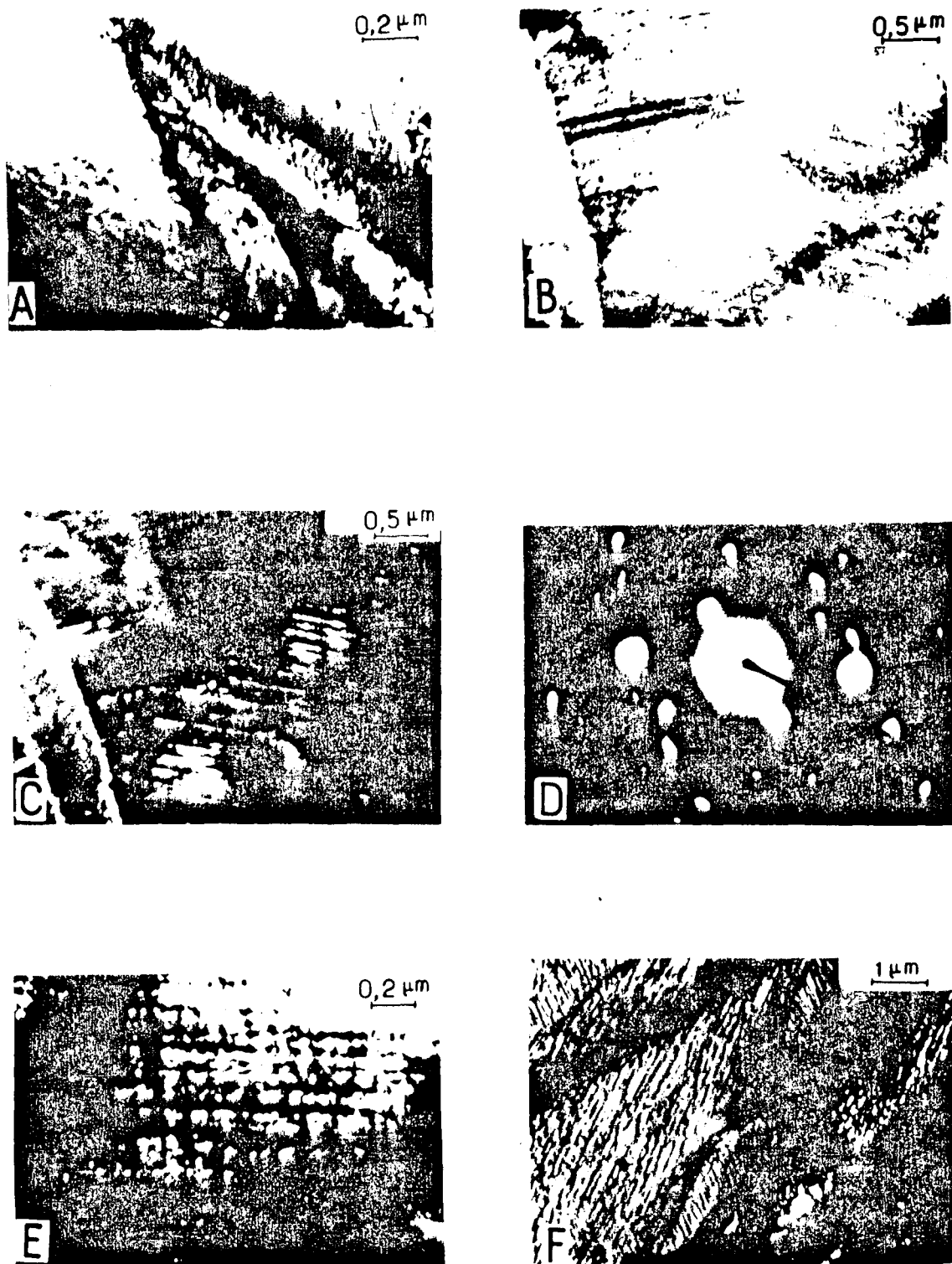


Fig. 13

Microstructure de l'alliage Fe-Ni-C
à l'état martensitique α
(microscopie électronique sur lames minces)

- | | |
|--|--|
| A) Martensite "brute de trempe" | D) Diagramme de diffraction de la plage précédente |
| B) Martensite vieillie à l'ambiante (fond clair) | E) Martensite vieillie 48 ^h à 100°C |
| C) Martensite vieillie à l'ambiante (fond noir) | F) Martensite vieillie 48 ^h à 150°C |

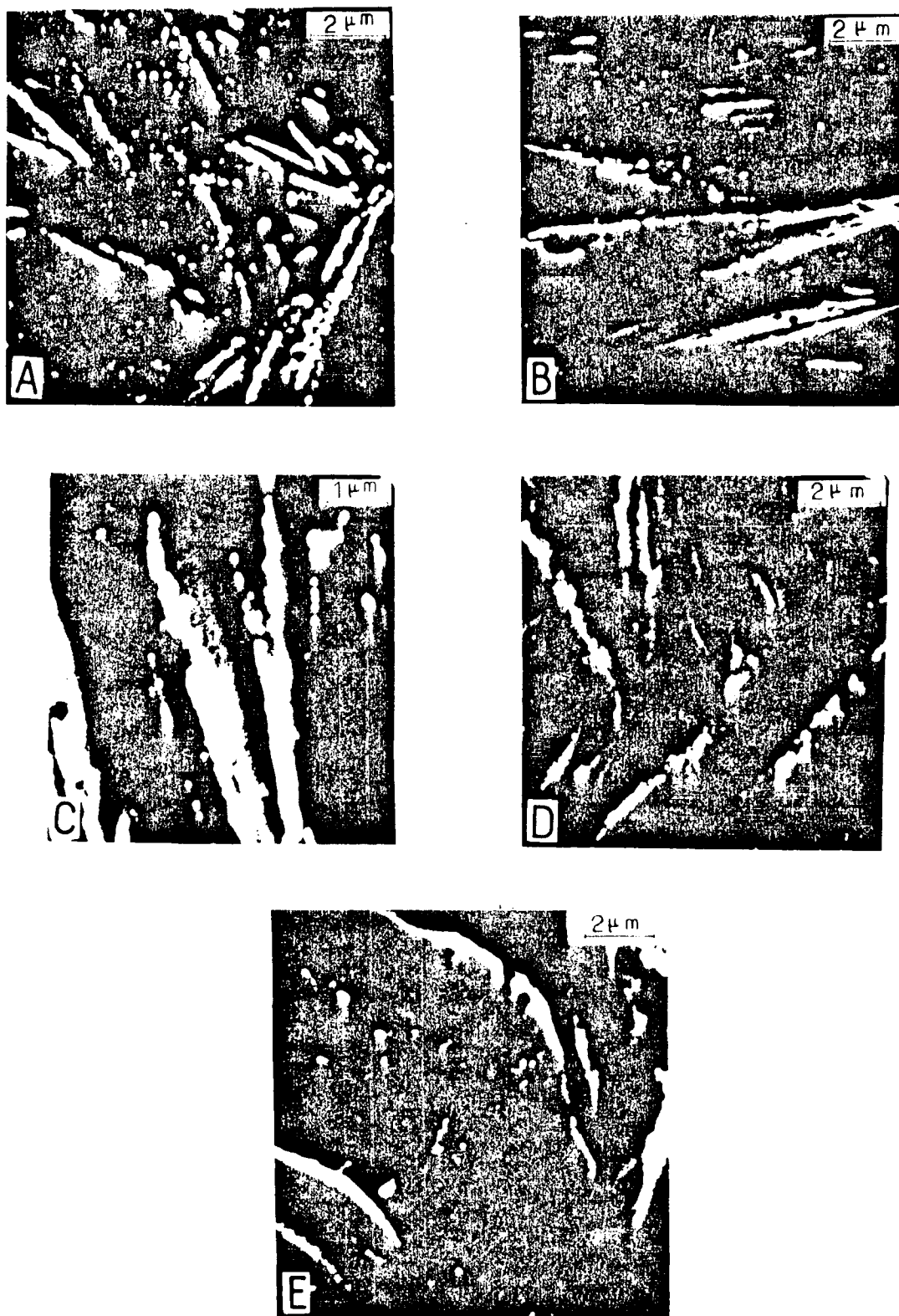


Fig. 14

Mise en évidence du phénomène de ségrégation du carbone dans l'alliage,
à l'état martensite,
Fe-Ni-C par autoradiographie, à haute résolution du ^{14}C ,
observé au microscope à balayage

- A) Martensite "brute de trempe"
- B) Martensite vieillie 20 jours à l'ambiante
- C) Martensite vieillie 20 jours à l'ambiante

- D) Martensite revenue à 100°C - 48 h
- E) Martensite revenue à 150°C - 48 h

III-2.1.3. - Martensite revenue à 100°C et 150°C

Les observations effectuées par microscopie électronique montrent la présence de précipitation sur les interfaces et notamment sur les micromacles de la martensite. On observe deux directions de précipitation à l'intérieur des aiguilles (Fig. 13E,F). Les clichés de diffraction électronique ont permis d'identifier les précipités comme étant des carbures ϵ ($\text{Fe}_{2,3}\text{C}$)⁸⁰, de structure hexagonale. D'autre part, les autoradiographies à haute résolution sur échantillons massifs montrent aussi la présence de précipitation du carbone dans ces sites (Fig. 14D,E).

III-2.2. - Discussion des résultats

De nombreux faits expérimentaux montrent que la martensite peut évoluer à des températures voisines de la température ambiante ou même plus basses^{81,82}. Winckell et Cohen⁸¹, sur des alliages Fe-Ni-C ont mis en évidence un accroissement de la résistivité attribuée à l'étape initiale de précipitation du carbure ϵ , que l'on observe en fait à plus haute température. D'autre part, Génin⁸², dans les études effectuées par effet Mössbauer, dans les aciers Fe-C, a mis en évidence la formation d'amas d'atomes de carbone et la formation simultanée ou postérieure d'embryons de carbures ϵ .

Le carbure ϵ , $\text{Fe}_{2,3}\text{C}$ ^{80,83}, de structure hexagonale compacte, précipite préférentiellement sur les micromacles de la martensite⁸⁴. Par ailleurs, Hale et Mc Lean⁸⁵ ont trouvé des précipitations de carbure ϵ dans les aciers Fe-C à la température ambiante. Par contre, à notre connaissance, ce phénomène n'a jamais été observé dans la martensite aciculaire des alliages Fe-Ni-C.

Les résultats des autoradiographies à haute résolution de la martensite vieillie, pendant 20 jours, à la température ambiante, montrent qu'il y a rassemblement préférentiel de carbone dans les micromacles de la martensite, c'est-à-dire sur les plans $(112)_{\alpha'}$, - ($\theta = 90^\circ$ sur la Fig. 15D). Par ailleurs Metauer et Schissler⁸⁶ ont trouvé, dans un alliage Fe-Ni-C (martensite aciculaire) la coexistence de deux systèmes de maclage $(112)_{\alpha'}$ et $(011)_{\alpha'}$, dans les zones proches de la "nerve". La deuxième direction de ségrégation du carbone ($\theta = 55^\circ$ sur la Fig. 15D), que l'on observe sur les autoradiographies, peut donc correspondre à ce deuxième système de maclage (plans $(011)_{\alpha'}$). Enfin les alignements observés perpendiculairement aux deux directions principales ($\theta = 0^\circ$ et $\theta = 145^\circ$, Fig.15D)

peuvent correspondre à une localisation préférentielle du carbone ségrégué sur les lignes de dislocation dans la direction perpendiculaire aux plans de maclage de la martensite (Fig.15D).

En ce qui concerne la martensite "vierge", la technique précédente n'est pas adaptée à l'examen de lames minces compte tenu du temps relativement long (de l'ordre de 10 jours) nécessaire à la préparation des lames et à l'exposition des autoradiographies, qui conduit nécessairement à un vieillissement de la structure à la température ambiante.

Cet inconvénient peut être réduit en appliquant la technique à des éprouvettes massives (temps total nécessaire à l'observation des autoradiographies ramené à 2 jours environ), sans pouvoir, cependant, éviter un vieillissement non négligeable de la structure. Dans ces conditions, nous avons observé dans la martensite "brute de trempe" (vieillesse 2^h avant la pose de l'autoradiographie) un rassemblement de carbone sur les interfaces et à l'intérieur des aiguilles. Il n'est cependant pas possible de préciser sa localisation exacte dans les aiguilles, donc la structure fine ne peut être mise en évidence, compte tenu de la résolution propre à la microscopie à balayage.

Dans le cas des échantillons revenus à 100°C et 150°C, nous avons observé la présence de carbure ϵ dans les deux systèmes de maclage, c'est-à-dire dans les plans $(112)_{\alpha'}$ et $(110)_{\alpha'}$.

III-2.3. - Mécanismes proposés

Dans la martensite brute de trempe nous avons observé, par microscopie électronique en transmission, une structure confuse qu'il est difficile d'analyser mais qui représente les premiers stades du revenu.

Ce fait a été constaté sur les autoradiographies qui montrent un marquage préférentiel de grains d'argent dans les régions des interfaces martensitiques, c'est-à-dire dans la zone riche en dislocations (Fig. 14A). Les résultats publiés sur ce sujet nous amènent à penser que nous sommes en présence d'une ségrégation du carbone sur les dislocations. Il est impossible de dire si ce phénomène se produit au cours-même de la trempe (autorevenu) ou immédiatement après le retour de l'échantillon à la température ambiante.

Génin et al.⁸⁷ ont montré que, par déformation de la martensite en lattes (c'est-à-dire en augmentant la quantité de dislocations, la

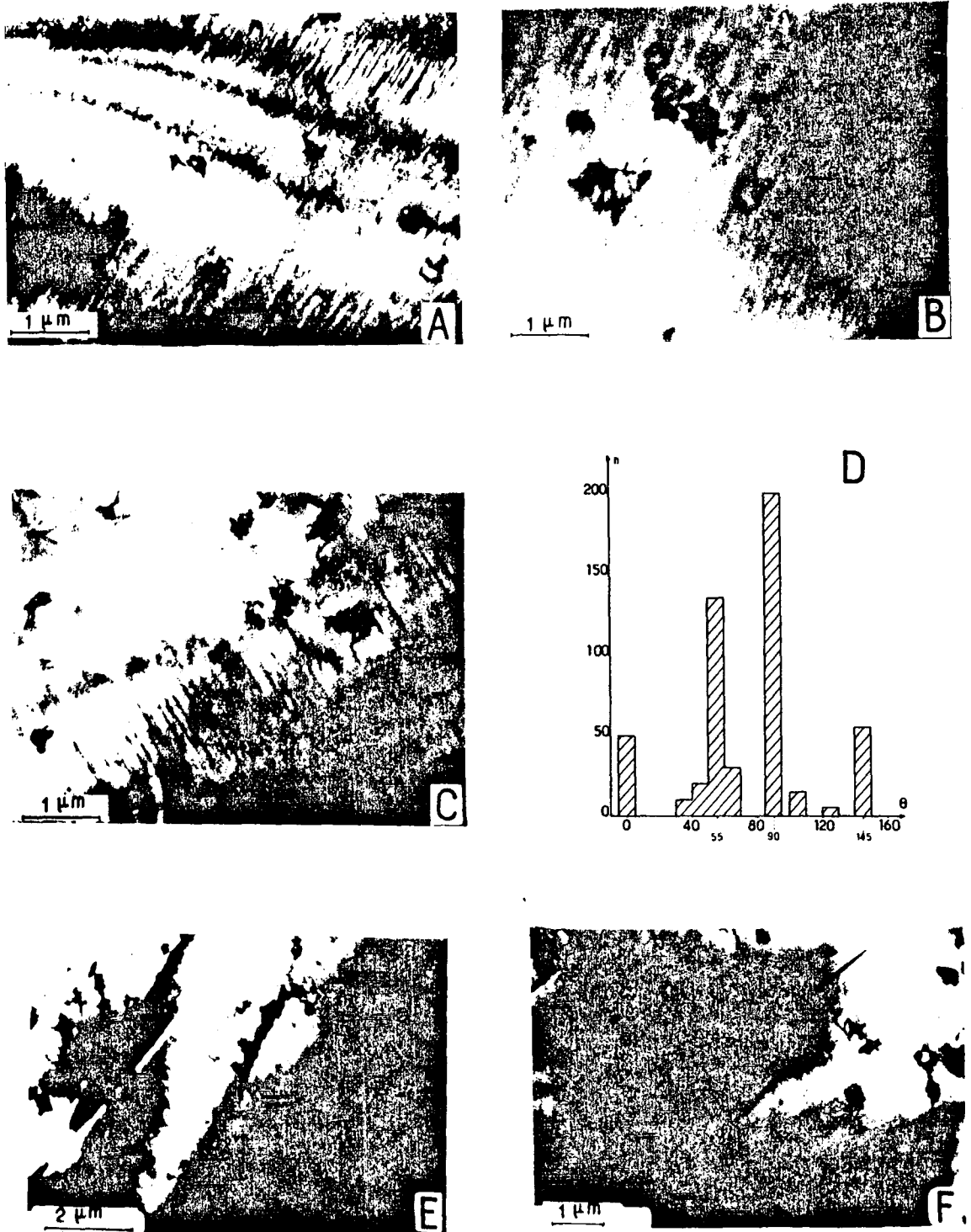


Fig. 15

Mise en évidence du phénomène de ségrégation du carbone dans l'alliage, à l'état martensitique, Fe-Ni-C par autoradiographie à haute résolution du ^{14}C , observé au microscopie électronique à transmission

A-B-C-E-F Martensite vieillie 20 jours à l'ambiante

D) Analyse statistique de la répartition des filaments de l'argent sur l'image autoradiographique, en fonction de l'orientation des micromacles.

η Nombre d'alignements

θ Angle de la direction par rapport à une direction-référence, choisie à 90° de la trace des plans de macle

ségrégation du carbone est favorisée au détriment de sa transformation en carbure ϵ . Ces résultats et le fait de trouver peu de grains d'argent dans la partie riche en dislocations de la martensite vieillie 20 jours à la température ambiante, nous a amenés à penser qu'il s'agit d'un rassemblement (peut-être sous forme d'amas) du carbone sur les dislocations et non d'une véritable précipitation de carbure ϵ .

Les résultats de la littérature ^{83,88} montrent que le carbure ϵ , dans une martensite aciculaire, précipite sur les micromacles et, d'une façon préférentielle, sur la "nervure". La précipitation dans la zone maclée ⁸⁸ (notamment dans la zone de la nervure) est conditionnée par les défauts qu'elle contient. Comme nous l'avons vu au Chapitre I, cette région est une région plane perturbée, qui est considérée comme le plan où débute la formation de l'aiguille de martensite. Ces résultats et le fait d'avoir trouvé un marquage préférentiel de grains d'argent sur les micromacles, notamment dans la zone de la nervure (dans la martensite vieillie à la température ambiante) nous amènent à penser que nous sommes en présence d'une précipitation de carbure ϵ , ou au moins d'embryons de carbure ϵ . D'ailleurs, l'analyse statistique de la répartition des grains d'argent montre qu'il

existe une tendance préférentielle de ségrégation aux intersections des micromacles et des dislocations. Ceci nous amène à penser que ce sont des sites préférentiels de germination du carbure ϵ .

Le fait que ces dislocations soient orientées perpendiculairement aux micromacles (Fig. 12F), c'est-à-dire dans la direction $\langle 112 \rangle_{\alpha'}$, suggèrent que cette direction de croissance peut être liée à la présence de dislocations alignées dans cette direction.

Le carbone ségrégué, dans l'étape précédente, sur les dislocations dans la zone des aiguilles, forme, par vieillissement, des amas de carbone sans qu'il y ait de précipitation du carbure ϵ dans cette zone, sans doute pour des raisons de taille critique des germes.

Par contre, le bord des aiguilles de martensite ne joue pas un rôle important dans la précipitation ⁸⁸. Ceci provient du fait que la précipitation du carbure ϵ se produit entre la température ambiante et 150°C et que la diffusion du carbone à cette température ne peut se faire qu'à très courte distance.

En résumé, nous pensons que le processus de ségrégation du carbone dans la martensite aciculaire Fe-Ni-C est le suivant :

Traitement-Etat	- température	- temps	Phénomène zone disloquée, maclée	
trempe brut de trempe	20°C - 196°C	—	A	
vieillessement	20°C	0 à 2 jours	B	C
revenu	100 - 150°C	48 heures	C	D

- A - Réarrangement des dislocations
- Précipitation du carbone sur les dislocations
- B - Mise en amas du carbone sur les dislocations dans la partie riche en dislocations de l'aiguille
- C - Germination du carbure ϵ à l'intersection micromacles-dislocations
- D - Croissance du carbure ϵ dans la direction des dislocations $\langle 112 \rangle_{\alpha'}$

III-3. - ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Avant les chargements cathodiques en hydrogène nous avons d'abord examiné la microstructure en microscopie optique et électronique à balayage et en transmission.

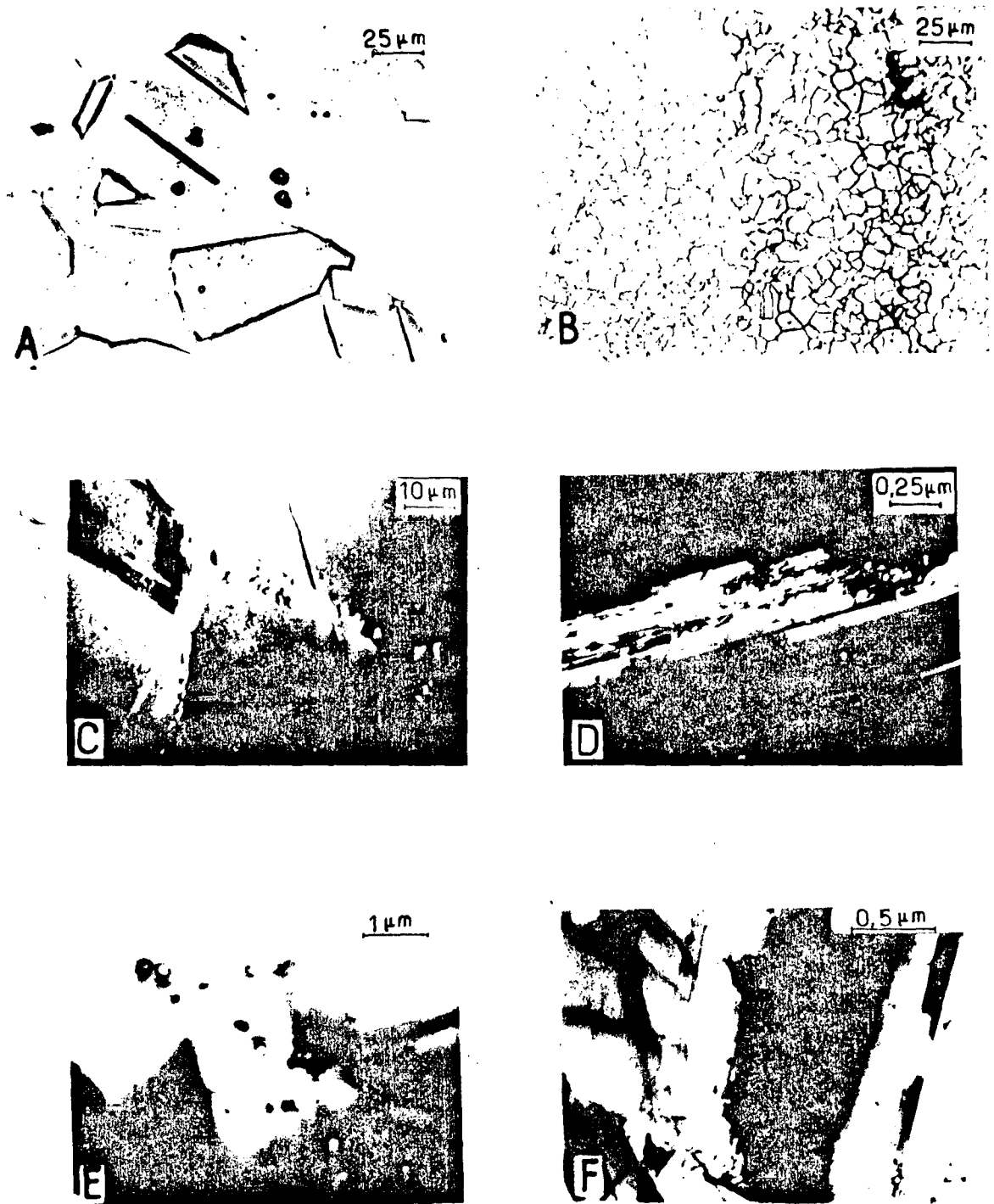
Dans le cas de l'alliage Z2 CN 1810 (304-L), nous avons examiné les échantillons hypereutectés, déformés ou sensibilisés. Pour l'alliage

Z5 CNT 1810 (321), nous avons examiné l'alliage hypereutecté puis recuit à 900°C.

III-3.1. - Acier inoxydable Z2 CN 1810

III-3.1.1. - Etat hypereutecté

L'examen par microscopie optique de l'état hypereutecté depuis 1050°C montre une



**Microstructure des aciers inoxydables, austénitiques,
à l'état hypereutecté**

- A) Alliage Z2 CN 18-10 (microscopie optique)
- B) Alliage Z5 CNT 18-10 (microscopie optique)
- C) Ferrite δ observée par microscopie électronique à balayage dans l'acier Z2 CN 18-10
- D) Ferrite δ (fond noir), observée sur lames minces dans l'acier Z2 CN 18-10
- E) Acier stabilisé Z5 CNT 18-10 (lame mince)
Observation du carbure de titane
- F) Acier stabilisé Z5 CNT 18-10 (lame mince)
Observation de dislocations autour du carbure de titane.

structure austénitique à gros grains (taille $\cong 200 \mu\text{m}$), contenant une faible quantité de ferrite δ (Fig. 16A,C,D) (de l'ordre de 1 %) ainsi que des alignements de précipités.

L'examen à plus fort grossissement en microscopie électronique sur lames minces, en utilisant la technique de diffraction électronique, nous a permis d'identifier ces derniers : il s'agit de sulfures ou oxysulfures mixtes de manganèse et de fer.

Cette structure austénitique est très instable, aussi, quelles que soient les précautions prises pour la préparation des lames minces, nous avons toujours observé dans cette structure hypertrempée une quantité non négligeable de défauts d'empilement et de dislocations. Pour ces raisons, toutes les étapes de préparation des lames minces doivent être menées avec beaucoup de soin pour éviter la formation de produit de déformation, de manière à pouvoir identifier éventuellement les produits de déformation résultant de l'hydrogénation proprement dite.

III-3.1.2. - Etat déformé

Les alliages fer-chrome-nickel de type 18-8 sont austénitiques après recuit à haute température. Cette austénite est métastable car on peut la déstabiliser partiellement, soit par refroidissement à des températures inférieures à la température ambiante, soit par écrouissage à des températures comprises entre M_s et M_d (cf. I-2.4.). Ces produits de décomposition forment en général deux phases, l'une cubique centrée appelée martensite α' , l'autre hexagonale compacte, appelée ϵ .

Dans le but d'observer le rôle des produits de décomposition sur le piégeage de l'hydrogène et le phénomène de fragilisation, nous avons préparé des échantillons hypertrempés puis écrouis par laminage de 5 à 10 % à la température ambiante. Ces échantillons ont été d'abord observés par microscopie électronique en transmission sur lames minces (Fig. 17A). L'examen par microscopie électronique a révélé des plaquettes de martensite ϵ de structure hexagonale compacte. De basses énergies de défaut d'empilement favorisent la formation des feuillets de martensite ϵ , puisqu'ils peuvent être obtenues par superposition de défauts d'empilement intrinsèques. On obtient une plaquette hexagonale dont le plan d'accrolement est le plan $(0001)_\epsilon$, parallèle à un plan $(111)_\gamma$. L'épaisseur de la plaquette ϵ ne peut, en principe, dépasser une valeur théorique^{2,3} d'environ 120 \AA . La limitation de la croissance en épaisseur des plaquettes à 120 \AA environ correspond à un

nombre de plans denses tel que la contraction totale du réseau corresponde à une distance interatomique accommodable par une dislocation sessile de Frank^{2,3}. (Fig. 17B,C).

Par ailleurs, on observe des lattes de martensite α' cubique centrée. Les lattes de martensite α' (cf. I-2.4.) sont situées en général à l'intersection de deux bandes de déformation dans l'austénite (Fig. 17A,B,C) ou de deux bandes de martensite ϵ . Ces lattes sont présentes dans des bandes parallèles aux plans denses de l'austénite. Le plan d'accrolement de ces lattes est perpendiculaire aux feuillets de phase ϵ (Fig. 17D,E) (voir schéma Chap. I, Fig. 5).

III-3.2. - Traitements de sensibilisation

Nous avons vu (I-3.3.) que le réchauffage d'un acier hypertrempé dans la zone comprise entre 500°C et 800°C provoque la précipitation du carbone maintenu en sursaturation. Cette précipitation produit d'importantes modifications de la structure. La plus importante de ces modifications est l'apparition de la sensibilité à la corrosion intergranulaire. Par ailleurs, il y a des modifications de propriétés mécaniques, à savoir une baisse de résilience d'autant plus sensible que la teneur en carbone est plus élevée.

Dans le cas d'un acier inoxydable stabilisé, hypertrempé, à 900°C se produit la précipitation de carbure de titane qui empêche la précipitation du carbure de chrome et la formation de zones déchromées. D'autre part, nous avons montré (Chap. I) que les particules de carbure de titane, de sulfure de manganèse etc... jouent un rôle très important dans le piégeage de l'hydrogène. L'interaction particule-hydrogène a été utilisée maintes fois pour expliquer la fragilisation par l'hydrogène. Cela est la raison qui nous a conduits à faire des traitements de précipitation.

III-3.2.1. - Acier Z2 CN 1810 (304-L)

L'examen effectué par microscopie électronique sur lames minces dans des échantillons hypertrempés puis sensibilisés 1 heure à 700°C montre (Fig. 18A à F) la présence de précipités de petite taille dans les joints de grains et les joints de macles. La diffraction électronique nous a permis de les identifier comme étant du carbure de chrome de formule Cr_{23}C_6 . Dans les échantillons trempés puis sensibilisés par recuit d'une heure à 800°C , l'examen micrographique montre la présence de carbure de chrome dans les joints de grains et joints de

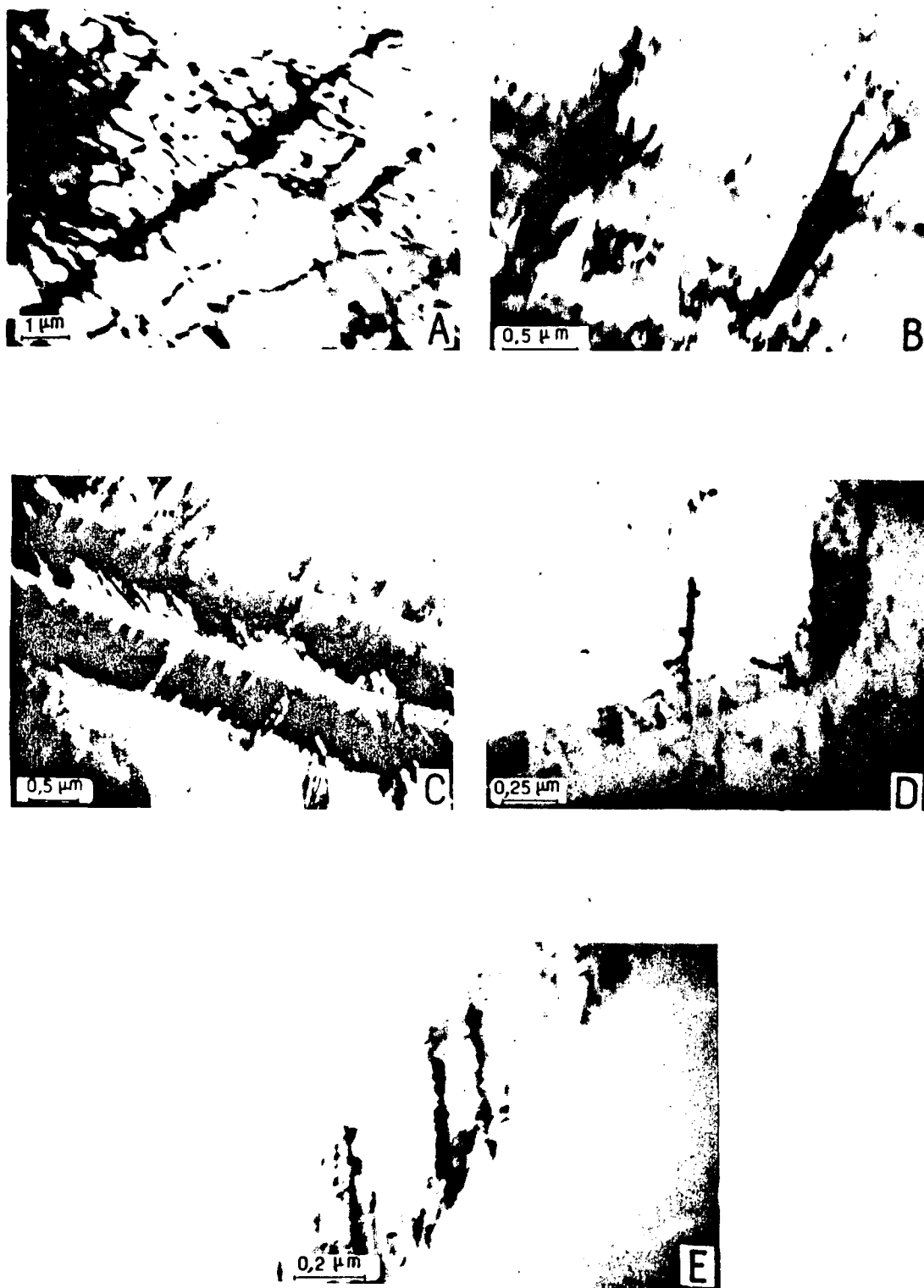


Fig. 17

Microstructure de l'acier inoxydable Z2 CN 18-10 à l'état déformée (lames minces)

- | | |
|---|---|
| A) Laminé 5 % - Dislocations | D) Laminé 10 % - Martensite ϵ et α' |
| B) Laminé 10 % - Martensite ϵ et α' | E) Laminé 10 % - Martensite α' |
| C) Laminé 10 % - Martensite α' | |

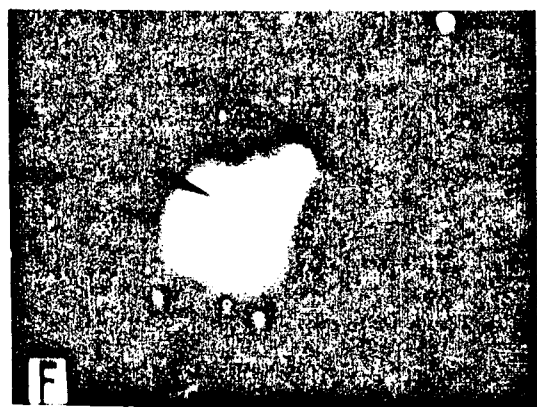
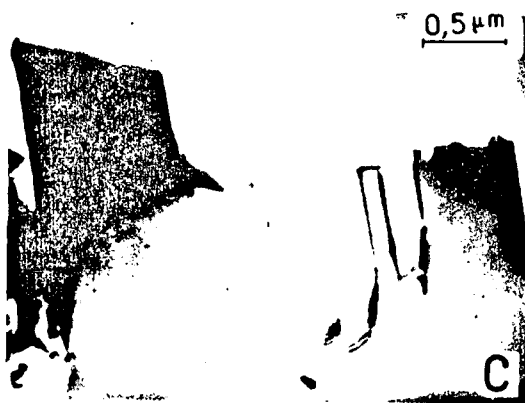


Fig. 18
A) à F) :
Microstructure de l'acier inoxydable Z2 CN 18-10
à l'état sensibilisé (700°C - 1^h).
Microscopie électronique à transmission

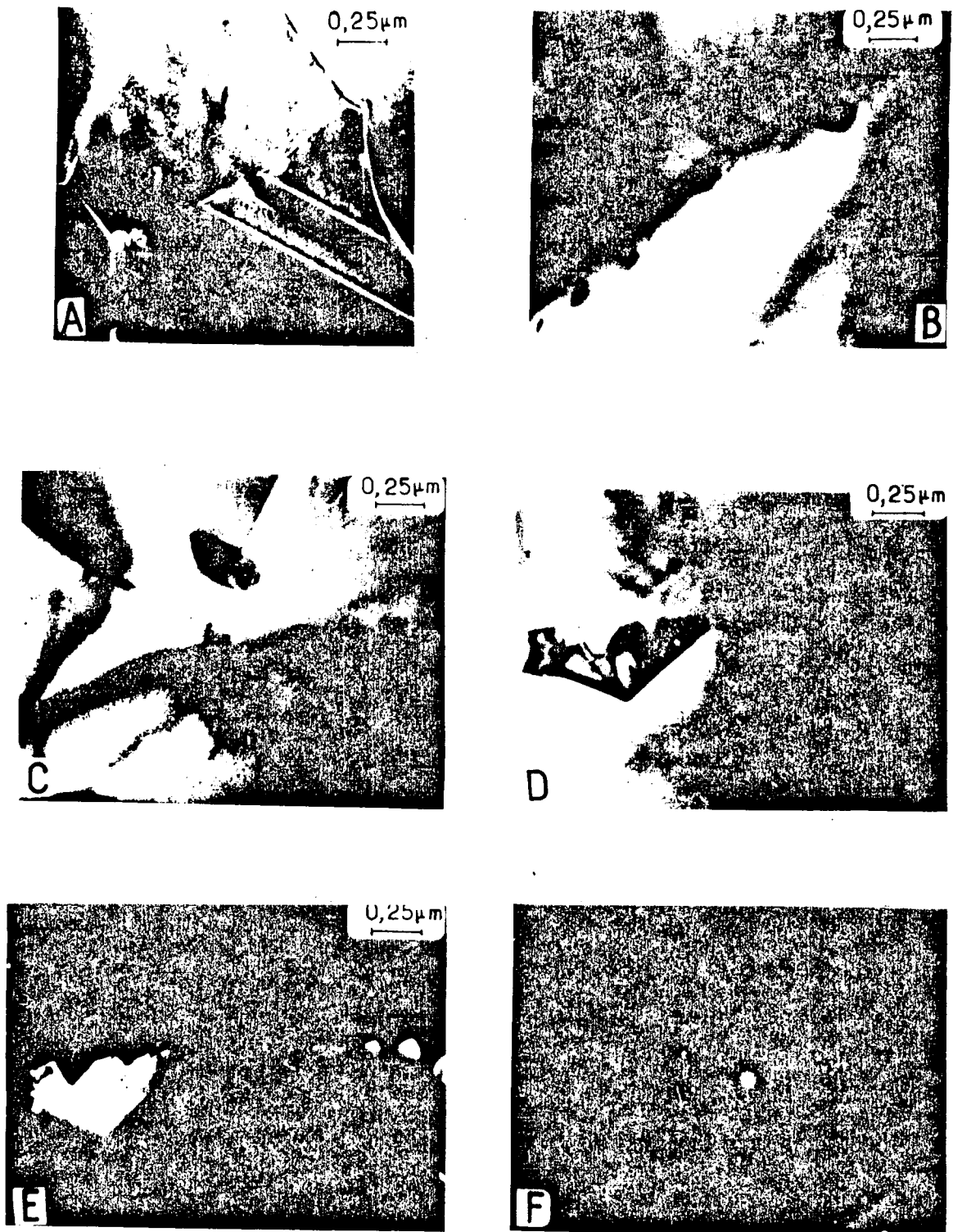


Fig. 19

Microstructure de l'acier inoxydable Z2 CN 18-10
à l'état sensibilisé (800°C - 1^h) :

- A) Observé par microscopie à balayage
B), C), D) et F) Observation par microscopie électronique sur lames minces

macles (Fig. 19A à F), moins nombreux et beaucoup plus grands que dans le traitement précédent. On voit clairement que les carbures se développent vers l'intérieur des grains.

III-3.2.2. - Acier Z5 CNT 18-10

Dans l'acier stabilisé hypere trempé à 1100°C puis recuit 1^h à 900°C, l'examen en microscopie optique montre une structure austénitique (Fig. 16B) à grains beaucoup plus petits ($\psi \cong 10 \mu\text{m}$) que dans le cas précédent (acier Z2 CN 1810) avec des carbures précipités dans l'intérieur et les joints de grains austénitiques.

L'examen par microscopie électronique sur lames minces (Fig. 16E,F) permet d'observer une forte densité des dislocations autour de ces carbures que la diffraction électronique a identifiés comme étant des carbures de titane (TiC).

III-4. - CONCLUSIONS

Le résultat le plus important de cette étude de la microstructure est la mise en évidence, par autoradiographie à haut pouvoir de résolution du ¹⁴C, de la ségrégation du carbone dans l'alliage Fe-Ni-C.

Nous avons observé de façon directe et précise, les ségrégations d'atomes ou d'amas de carbone dans les micromacles de la martensite vieillie à la température ambiante, c'est-à-dire le long des plans (112)_{α'} et (110)_{α'}. Nous avons aussi constaté cette ségrégation dans la zone riche en dislocations de l'aiguille de martensite (c'est-à-dire très près des interfaces

martensite-martensite, martensite-austénite résiduelle). Le rassemblement semble cependant beaucoup plus marqué sur les micromacles.

Bien que la diffraction électronique n'ait pas permis une identification directe des rassemblements observés en microscopie électronique, il semble, compte tenu des résultats de la littérature, que la mise en évidence par autoradiographie à haute résolution de concentration locale de carbone dans les micromacles, correspond en fait à la formation de carbure ϵ ou au moins de germes de tels carbures. Par contre, les concentrations locales de carbone observées par autoradiographie en ¹⁴C dans les régions riches en dislocations sont constituées par des amas de carbone ségrégué.

Par ailleurs, nous avons constaté dans la martensite brute de trempe le rassemblement du carbone dans la région riche en dislocations de l'aiguille de martensite de façon préférentielle.

Enfin, dans les échantillons revenus à 100°C et 150°C nous avons pu confirmer la précipitation de carbure ϵ dans les micromacles de la martensite.

Ces observations nous ont permis de proposer un mécanisme de précipitation du carbone dans ce type d'alliage.

Pour ce qui concerne les aciers inoxydables, les observations faites confirment les résultats publiés dans la littérature, en particulier sur la formation de martensite ϵ et α' par déformation, la précipitation intergranulaire des carbures de chrome par revenu et le rôle des carbures de titane dans les aciers stabilisés.