

Influence d'un traitement thermomécanique sur la
microstructure d'un acier inoxydable austénitique de
type AISI 316

César ALMECIJA
Pierre LOUISOT
Rémy MARTINEZ

Encadrement : Charbel MOUSSA et Fabrice GASLAIN

TP du 15 juin 2021

Introduction générale

Nous nous intéressons au processus de mise en forme d'un acier inoxydable austénitique de type AISI 316.

Un acier inoxydable est un alliage de fer, de carbone et de chrome (de l'ordre de 18% pour ce type d'acier). En surface, c'est ce dernier qui s'oxyde en premier, créant ainsi une couche d'oxyde chrome qui protège le reste du matériau.

En plus d'être inoxydable, cet acier est austénitique. L'austénite est une phase du fer qui n'est pas stable dans les conditions normales de température et de pression. Cependant, cette dernière peut être rendue stable en ajoutant du nickel à la composition de l'acier. Le nickel constitue environ 10% de la composition pour ce type d'acier.

On utilise ce type d'acier pour sa grande durabilité et sa grande ductilité. Ainsi, il est notamment utilisé dans les cuves de centrales nucléaires ou dans les ustensiles de cuisine (cocotte-minute par exemple).

Cette importante ductilité est également intéressante pour sa mise en forme, processus qui suppose de déformer le matériau. Ces déformations sont à l'origine de défauts qui altèrent les propriétés physiques du matériau. Une des manières de faire disparaître une partie de ces défauts est de faire recristalliser le matériau : on applique un traitement thermique qui fait naître de nouveaux cristaux sans défauts.

Introduction scientifique

Lors de la mise en forme du matériau, des défauts peuvent apparaître, et parmi eux, des dislocations. Ces dernières sont de longues chaînes d'atomes manquant dans la structure cristalline de l'acier. On qualifie ces défauts de linéaires. La présence de dislocations conditionne notamment la résistance mécanique du matériau. En effet, c'est le déplacement de ces dislocation qui conduit à une déformation plastique (*ie* irréversible) de l'acier.

Dès lors, on peut chercher à limiter la présence de ces dislocations. Pour modifier la microstructure de la sorte, on peut avoir recours au procédé de recristallisation. Ce dernier consiste en un chauffage qui active une nouvelle germination, suivie d'un phénomène de croissance. Ce processus s'effectue toujours à l'état solide, sans changement de phase, mais conduit à la formation de nouveaux cristaux, dépourvus de dislocations.

Cependant, le recours à ce procédé suppose d'en connaître précisément la cinétique afin de pouvoir piloter la concentration en dislocations.

Objectifs et description de la démarche

Ces considérations étant faites, notre objectif est de connaître la cinétique du processus de recristallisation pour cet acier.

Pour cela, nous commençons par faire subir à 5 échantillons le même traitement thermomécanique à 1050°C. Ce processus crée des dislocations, et nous allons les éliminer à l'aide d'une recristallisation, que nous activons à l'aide d'un traitement thermique à la même température.

Pour chacun de ces 5 échantillons, nous faisons varier le temps d'exposition à ce traitement thermique. Ensuite, on observe une coupe de chacun de ces échantillons et à l'aide d'un logiciel, nous calculons la part de grains recristallisés dans la microstructure.

In fine, ces expériences nous permettent d'obtenir la proportion de grains recristallisés en fonction de la durée de maintien à 1050°C.

Expérience n°	Durée de maintien à 1050°C (s)
1	10
2	90
3	600
4	1200
5	7200

TABLEAU 1 – Récapitulatif des expériences¹

Une fois ces données calculées, on estime les deux paramètres de l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [Gold, 2019] qui modélise la fraction de grains recristallisés en fonction du temps :

$$\phi = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (1)$$

où :

- ϕ est la proportion de grains recristallisés ;
- t est la durée de maintien à haute température ;
- B et n sont deux paramètres dépendant notamment de la température.

De cette manière, en extrapolant, nous obtenons une courbe décrivant la cinétique complète du processus de recristallisation à 1050°C.

Description des outils utilisés

Pour observer la proportion de grains recristallisés, nous choisissons d'observer l'orientation des grains à la surface de notre échantillon. Plus précisément, nous calculons pour chaque grain le Grain Orientation Spread (GOS) : c'est une valeur numérique qui représente la moyenne des écarts d'orientation des points de ce grain (dits pixels) par rapport à l'orientation moyenne du grain (on peut l'interpréter comme un écart-type d'orientation) [Kerisit et al., 2010, p. 6].

De fait, la présence d'une dislocation modifie l'orientation de la partie du réseau cristallin adjacente à cette dernière. Ainsi, plus les dislocations sont nombreuses, plus on trouve d'orientations différentes dans un même grain, et donc plus le GOS est élevé (cf. figure 1). A l'inverse, on estime que si le GOS d'un grain est inférieur à 1°, alors le grain est recristallisé. En calculant la proportion de grains respectant ce critère numérique, on obtient la proportion de grains recristallisés.

1. Les expériences n°2 et n°5 ont déjà été réalisées en amont.

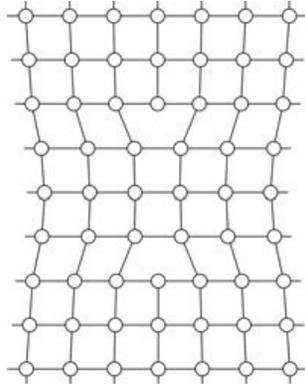


FIGURE 1 – Schéma d’une dislocation au sein d’une maille cristalline [Wright et al., 2011, p. 317]. On remarque qu’une dislocation entraîne un changement d’orientation de la maille cristalline.

Pour obtenir les orientations des pixels à la surface des échantillons, nous optons pour l’utilisation automatisée de la diffraction électronique rétrodiffusée (Electronic Backscatter Diffraction, EBSD). C’est une technique qui permet de capturer l’orientation pixel par pixel. Son fonctionnement simplifié est le suivant :

- L’échantillon doit préalablement être incliné à 70° par rapport à la source des électrons.
- Le MEB envoie des électrons sur un point de la surface, et ceux-ci se diffractent dans le matériau en suivant l’équation de Bragg (2). En particulier, un changement d’orientation modifie la figure de diffraction.

$$2d \sin \theta = \lambda \quad (2)$$

où :

- d est la distance séparant deux plans cristallins ;
- θ est un angle d’incidence permettant d’observer une raie de diffraction ;
- λ est la longueur d’onde de l’électron.
- Les électrons diffractés sont ensuite capturés par un détecteur situé à l’intérieur du MEB. Celui-ci produit un cliché (dit de Kikuchi) qui, une fois analysé, fournit l’orientation cristalline du pixel.

Une fois cette analyse effectuée sur un grand nombre de pixels, on utilise le logiciel OIM Analysis pour calculer le GOS de tous les grains et en déduire la proportion de grains recristallisés.

Enfin, pour calculer les deux coefficients de l’équation de JMAK (1), nous la transformons afin de nous ramener à un problème de régression linéaire (que l’on effectue à l’aide d’un tableur) :

$$\ln(-\ln(1 - \phi)) = n \ln t + \ln B \quad (3)$$

Analyse des résultats

Les clichés EBSD pris par le MEB sont en réalité une donnée brute de l'orientation du réseau cristallin : il faut les pré-traiter avant qu'elles soient utilisables.

Il convient d'abord spécifier au logiciel ce que l'on définit comme grain. Pour ce faire, on lui fournit :

- la variation d'angle maximale autorisée au sein d'un même grain : 15° . Il permet de différencier une variation d'orientation due à une dislocation interne à un grain (variation d'angle petite) d'un changement de grain (variation d'angle plus importante) ;
- le nombre minimal de pixels par grains : 7. Ce choix est dû au maillage hexagonal effectué par le MEB (cf. figure 2) ;
- un indice de confiance minimal (variable interne du logiciel) : 0.1.

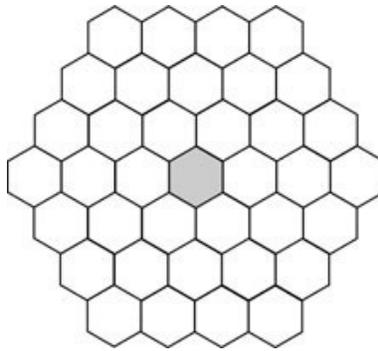


FIGURE 2 – Maillage hexagonal de la surface du matériau effectué par le MEB. On notera que chaque pixel a six voisins, ce qui justifie le choix de régler à 7 le nombre minimal de pixel pour former un grain.

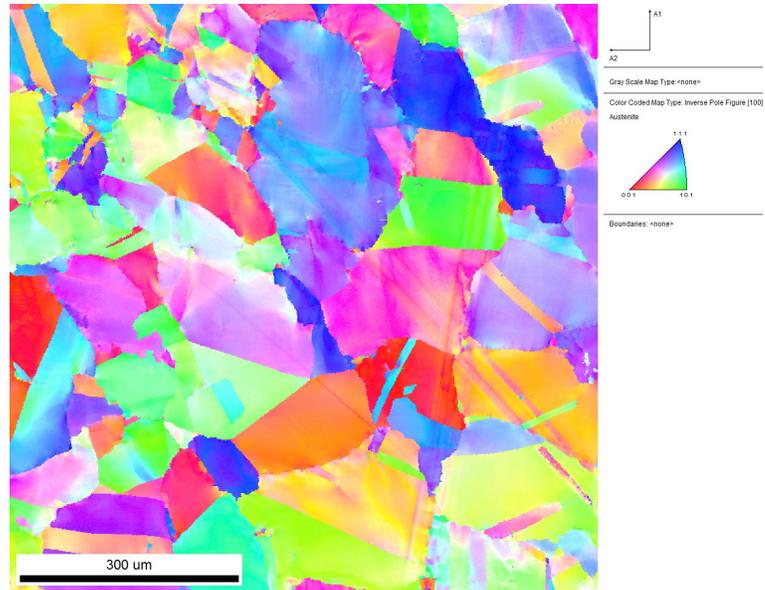
Ensuite, on supprime les pixels qui ont un taux de certitude très faible en les considérant comme des anomalies. Enfin, on comble les pixels manquants en extrapolant à l'aide de la méthode des k plus proches voisins.

Dès lors, nous pouvons débiter l'analyse. On commence par afficher l'orientation des grains en projetant parallèlement à une direction de l'espace. On obtient une première carte d'orientation. Si cet affichage permet de différencier les cristaux de la maille, elle ne permet cependant pas d'accéder à l'orientation absolue de chacun des cristaux (représentation invariante par rotation autour de l'axe de projection). Pour pallier ce manque, on complète la démarche à l'aide d'une projection parallèlement à un nouvel axe.

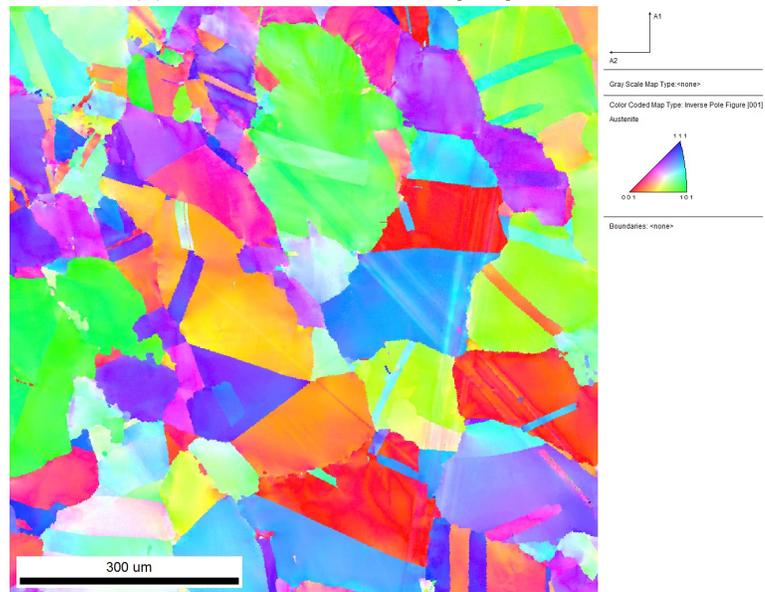
Pour l'expérience n°1, les deux figures 3a et 3b représentent le même réseau cristallin (on observe les mêmes grains), mais avec des colorations -correspondant à des orientations par rapport à l'axe de projection- différentes.

Avant toute chose, il convient de noter la présence de deux rayures (une verticale à droite, et l'autre sur la diagonale HG-BD) qui ne sont que des anomalies. On constate également que la majorité des grains présente de légères irisations. Ceci est le signe de la déformation plastique qu'a subi l'échantillon : à l'échelle des cristaux, cette dernière se traduit par de légères variations d'orientation dues à la formation de dislocations.

La figure 4 contient les cartes d'orientations obtenues pour les trois expériences réalisées.

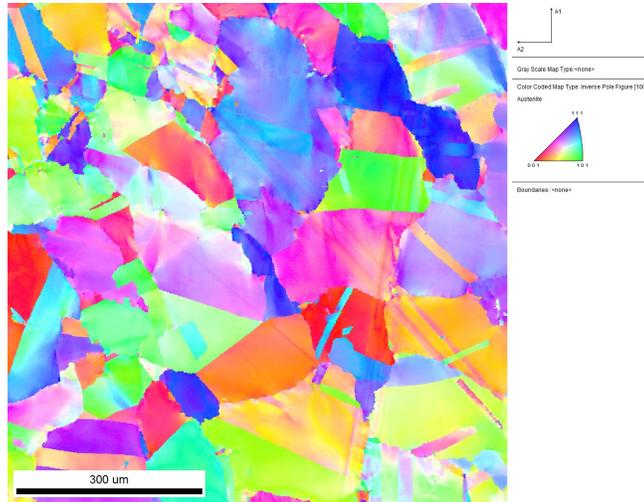


(a) projection selon l'axe [100]

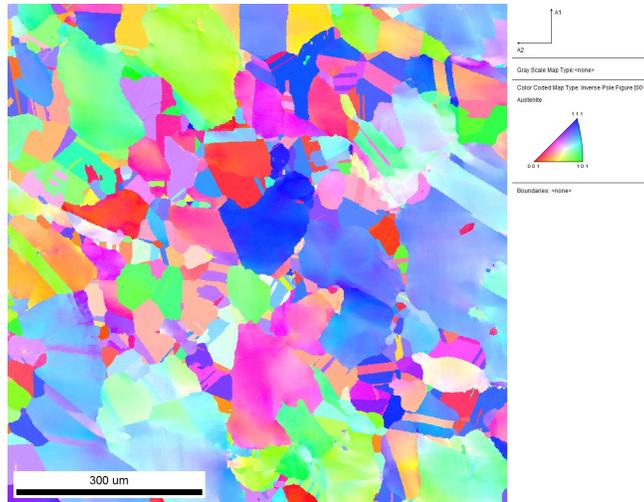


(b) projection selon l'axe [001]

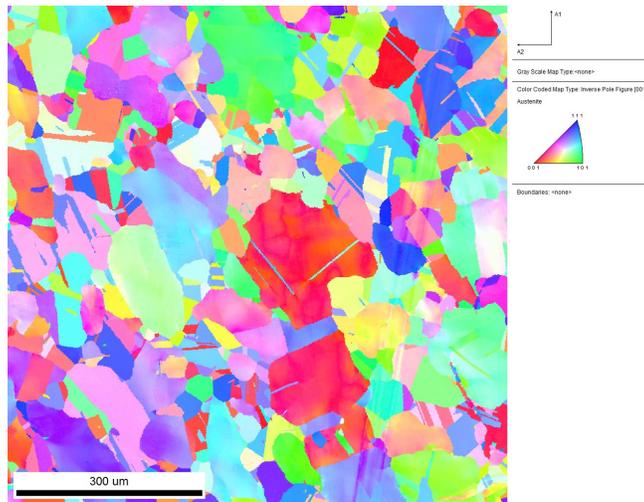
FIGURE 3 – Cartes d'orientation de l'expérience n°1 (traitement thermique de 10s)



(a) expérience n°1 (traitement thermique de 10s)



(b) expérience n°3 (traitement thermique de 600s)



(c) expérience n°4 (traitement thermique de 1200s)

FIGURE 4 – Cartes d'orientation obtenues expérimentalement

Nous observons deux phénomènes concomitants :

- Plus la durée de maintien est importante, plus l'avancement du processus de recristallisation est significatif. Ce dernier impliquant un phénomène de germination-croissance, on constate une multiplication des grains accompagnée d'une réduction de leur taille.
- Les nouveaux grains formés étant obtenus par recristallisation, ils ne présentent que très peu d'irisations (l'orientation intra-granulaire ne varie pas significativement).

Cependant, ces observations sont purement qualitatives. Or, on rappelle que le GOS est l'outil que nous avons choisi pour quantifier la recristallisation de l'échantillon. Pour cela, nous adaptons la légende de telle sorte que les grains recristallisés (GOS < 1°) soient nettement séparés des autres (en bleu ci-dessous).

Par ailleurs, on utilise ici une représentation surfacique dans l'analyse de la recristallisation. Les fractions recristallisées calculées sont donc des fractions surfaciques. Néanmoins, on peut montrer que cette fraction est une bonne estimation de la fraction volumique correspondante.

Les cartes GOS obtenues pour les trois expériences réalisées sont contenues dans la figure 5.

Ces observations, résumées dans le tableau 2, nous permettent de compléter l'analyse qualitative proposée précédemment : nous notons, conformément à nos attentes, une augmentation de la proportion de grains recristallisés.

Expérience n°	Durée de maintien à 1050°C (s)	Fraction de grains recristallisés (%)
1	10	0.3
2	90	5.0
3	600	21.6
4	1200	34.3
5	7200	65.0

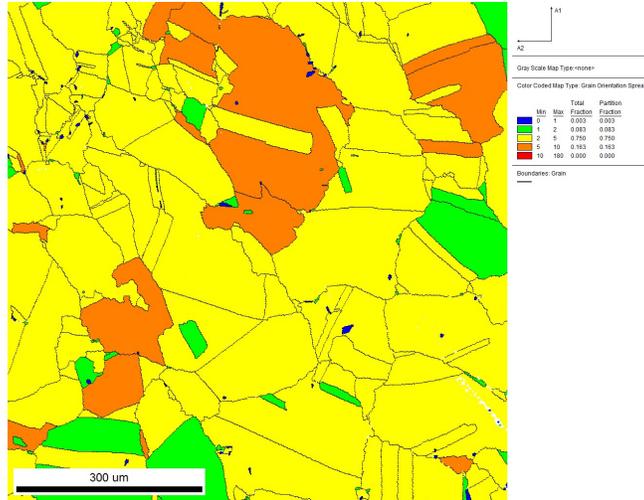
TABLEAU 2 – Résultats obtenus expérimentalement ²

A l'aide de la régression linéaire modélisée par l'équation 3, représentée dans la figure 6, on obtient les coefficients suivants :

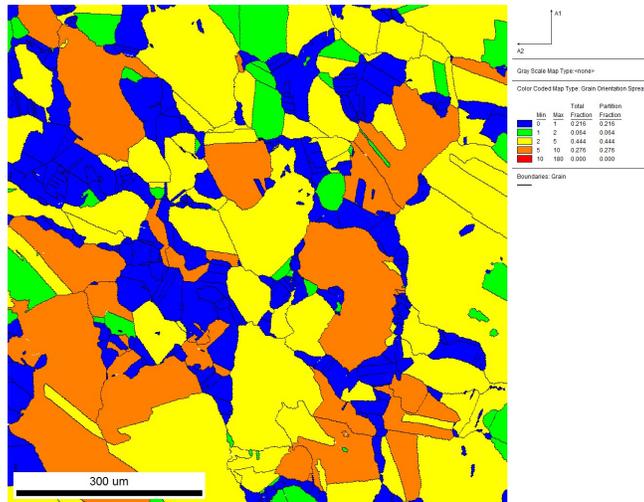
$$\begin{cases} \ln B &= -7.4 \\ n &= 0.89 \end{cases}$$

L'équation JMAK est le résultat d'une tentative de modélisation des processus que nous étudions ici : elle présente donc des fondements théoriques qui font de la forme des solutions recherchés un bon candidat. Cependant, les résultats obtenus à l'aide de ce modèle sont à relativiser. En pratique, on utilise donc cette équation comme un simple modèle de régression, sans tenir compte des résultats établis par la théorie sur les coefficients. Il s'agit en fin de compte d'une approche essentiellement empirique.

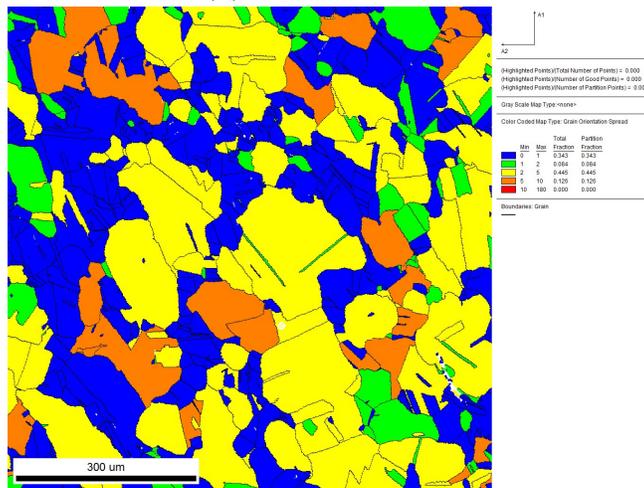
2. On rappelle que les expérience n°2 et n°5 étaient déjà préalablement réalisées



(a) expérience n°1



(b) expérience n°3



(c) expérience n°4

FIGURE 5 – Cartes GOS obtenues expérimentalement

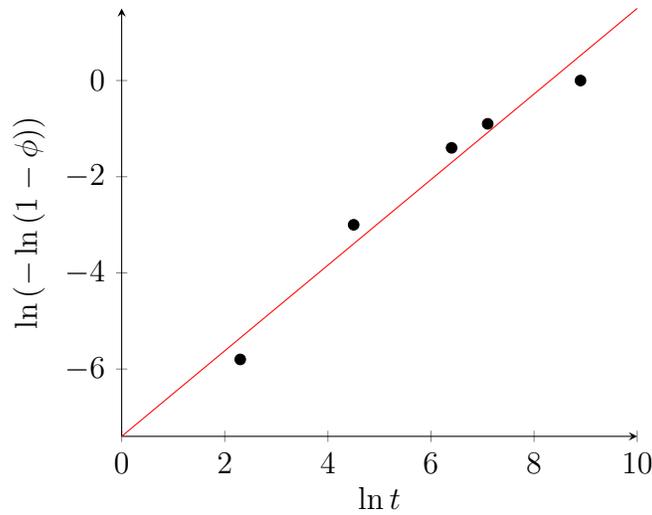


FIGURE 6 – Regression linéaire sur les paramètres de l'équation 3

Ces considérations étant faites, nous obtenons la cinétique approchée du phénomène de recristallisation pour l'acier de type AISI 316, à la température de 1050°C, représentée dans la figure 7.

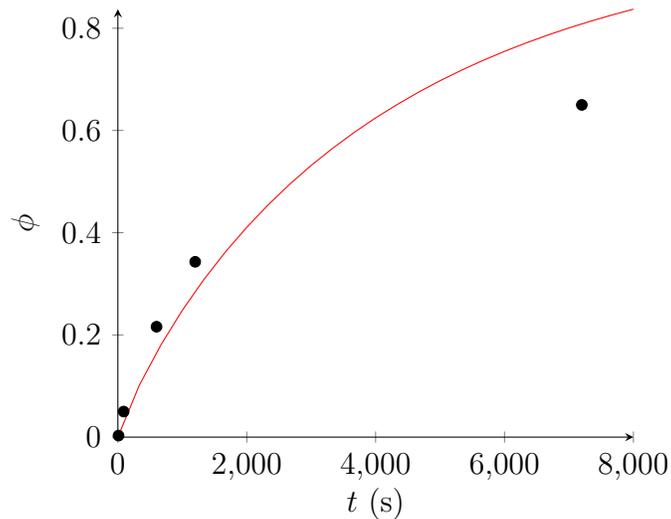


FIGURE 7 – Equation JMAK obtenue avec les résultats expérimentaux

Conclusion scientifique

Les observations détaillées précédemment fournissent un très bon exemple de l'influence que peuvent avoir les traitements thermomécaniques sur la microstructure, et donc les propriétés mécaniques des matériaux. En effet, nous avons pu constater que la recristallisation de l'acier AISI 316 conduisait à la formation de grains plus petits, ce qui confère en particulier une meilleure ductilité au matériau.

De plus, et c'est là qu'est le principal intérêt du processus de recristallisation, on assiste au fur et à mesure du maintien en température une diminution de la part des grains non recristallisés et donc contenant des dislocation. Or, les dislocations sont le principal vecteur de la déformation plastique.

Ainsi, on constate que ce traitement thermomécanique permet d'agir à l'échelle microstructurale sur deux leviers influant fortement sur les propriétés de notre acier. Mieux, les observations menées, en plus de confirmer ces phénomènes, permettent de quantifier leur cinétique dans l'optique d'une intégration à un processus industriel.

Conclusion générale

En plus de nous avoir permis d'affiner notre compréhension des processus mécaniques à l'oeuvre dans l'expérience réalisée, tels que la germination-croissance et le rôle des dislocations dans le phénomène de déformation plastique, ce TP nous a permis de prendre conscience de l'importance de la dimension quantitative des études menées. En effet, on constate nettement sur les cartes d'orientation présentées plus haut les phénomènes attendus. Cependant, il est indispensable de construire des indicateurs, comme le GOS, afin de pouvoir les quantifier. Cette étape -même si elle peut apporter une part d'arbitraire dans les choix réalisés- est indispensable si l'on cherche à établir un modèle, cinétique dans ce cas.

Un autre élément mis en avant lors de ce TP est l'importance des techniques d'observation mises en oeuvre pour étudier le matériau. En particulier, il est apparu qu'une observation par des techniques optiques, moins coûteuse et plus facile à mettre en oeuvre, ne permettait pas d'accéder aux paramètres d'intérêt de notre problème, et que le recours à la microscopie électronique à balayage était nécessaire afin d'observer les orientations intra-cristallines. Cela souligne l'importance des outils de métrologie et des traitements associés dans la conduite d'une démarche scientifique.

Enfin nous souhaiterions remercier M. Esin, M. Moussa, M. Gaslain ainsi que les autres personnes travaillant aux Centre des Matériaux pour leur accueil, leur temps, et surtout leurs riches explications, qui sont venues apporter un éclairage nouveau sur la vision que nous avons de la science des matériaux, dans une approche moins formelle qui a su compléter utilement, nous semble-t-il, les cours de première année dans ce domaine.

Bibliographie

- [Gold, 2019] Gold, V., editor (2019). *The iupac compendium of chemical terminology : the gold book*. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), Research Triangle Park, NC, 4 edition.
- [Kerisit et al., 2010] Kerisit, C., Jacomet, S., Bozzolo, N., Houillon, M., Geslin, W., Llorca, V., and Logé, R. E. (2010). Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la recristallisation. page 9 pages.
- [Wright et al., 2011] Wright, S. I., Nowell, M. M., and Field, D. P. (2011). A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, 17(3) :316–329.