



HAL
open science

Etude des propriétés mécaniques de ferrites au silicium. Influence du carbone

Georges Odin

► **To cite this version:**

Georges Odin. Etude des propriétés mécaniques de ferrites au silicium. Influence du carbone. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1966. Français. NNT: . tel-00859876

HAL Id: tel-00859876

<https://theses.hal.science/tel-00859876>

Submitted on 9 Sep 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES

DE L'UNIVERSITE DE PARIS

pour obtenir le titre de

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Georges ODIN

Ingénieur Civil des Mines

ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES

DE FERRITES AU SILICIUM

INFLUENCE DU CARBONE

SCIDEM

AUTEUR ODIN, Georges -

TITRE Etude de propriétés mécaniques
de ferrites au silicium
influence du carbone
(1^{ère} thèse) -

N° DE L'OUVRAGE 3 4200 00724906 9

CLASSIFICATION 531.38 OD1

NOM ET ADRESSE	DATE EMPRUNT

ETUDE DES PROPRIETES MECANQUES DE FERRITES AU SILICIUM

INFLUENCE DU CARBONE

B.R.I.S.E.E.M.S.E



3 4200 00724906 9

A MONSIEUR LE PROFESSEUR Georges CHAUDRON
Membre de l'Institut
Professeur Honoraire à la Faculté des Sciences de
l'Université de PARIS

A MONSIEUR LE PROFESSEUR Claude GOUX

A MES PARENTS,

A MA FEMME,

T A B L E d e s M A T I E R E S

	<u>PAGES</u>
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I : MATERIAUX & TECHNIQUES UTILISES</u>	5
1,1 - <u>PREPARATION DES ALLIAGES</u>	6
1,11 - Matériaux utilisés	6
1,111 - Fer de base	6
1,112 - Silicium employé pour les additions	6
1,113 - Carbone employé pour les additions	7
1,12 - Préparation des alliages	7
1,121 - Techniques de fusion et de coulée	7
1,122 - Techniques de laminage	8
1,123 - Préparation d'alliages avec des teneurs en carbone variables	8
1,124 - Aciers élaborés sous vide	10
1,125 - Structure des alliages	11
1,2 - <u>TECHNIQUES D'ETUDE</u>	12
1,21 - Bains thermostatiques	12
1,211 - Réalisation de températures supérieures à l'ambiante	13
1,212 - Réalisation de températures inférieures à l'ambiante	13
1,22 - Réalisation des essais de résilience	16
1,23 - Réalisation des essais de traction	17
1,231 - Machine de traction	17
1,232 - Eprouvettes	19
1,24 - Techniques d'observation	20
<u>CHAPITRE II : PROPRIETES MECANQUES DES FERRITES AU SILICIUM A DIFFERENTES TEMPERATURES</u>	21
2,1 - <u>ESSAIS DE RESILIENCE A DIFFERENTES TEMPERATURES</u>	22
2,11 - Forme des courbes de transition	22
2,12 - Faciès observés	23
2,13 - Influence de la teneur en silicium	26
2,2 - <u>ESSAIS DE TRACTION A DIFFERENTES TEMPERATURES</u>	28
2,21 - Grandeurs mesurées	29
2,22 - Forme des diagrammes. Faciès observés. Zone de réparti- tion bimodale des valeurs de la charge de rupture	30

2,221 - Zone des températures supérieures à T_1 , Ruptures à faciès en partie ductile	30
2,222 - Zone des températures comprises entre T_1 et T_2 . Ruptures plasclivaniques	35
2,223 - Zone des températures inférieures à T_2 . Ruptures perclivaniques	35
2,23 - Macles mécaniques	37
2,231 - Existence et répartition des macles	38
2,232 - Contrainte critique de maclage	38
2,24 - Bimodalité des valeurs de la charge de rupture aux basses températures	40
2,241 - Existence d'une zone de bimodalité	40
2,242 - Valeurs "basses" de la charge de rupture et contrainte critique de maclage	41
2,243 - Amorçage de fissures de clivage par décohésion à l'interface d'une macle et de la matrice	42
2,244 - Explications proposées pour le phénomène de bimodalité	45
2,25 - Influence de la teneur en silicium	46
2,26 - Influence de la vitesse de déformation	47
2,3 - <u>CONCLUSION</u>	48

CHAPITRE III : INFLUENCE D'UNE PRECIPITATION INTERGRANULAIRE DE CARBURES
SUR LA RUPTURE INTRACRISTALLINE D'ALLIAGES Fe-Si.....

3,1 - <u>ALLIAGES UTILISES</u>	51
3,2 - <u>TRAITEMENTS THERMIQUES EFFECTUES</u>	52
3,3 - <u>DEPLACEMENT DE LA COURBE DE TRANSITION DU A LA PRECIPITATION DES CARBURES</u>	53
3,4 - <u>INFLUENCE DE LA QUANTITE DE CARBURES PRECIPITEE AUX JOINTS DES GRAINS</u>	54
3,41 - Courbe de transition des échantillons trempés à teneur en carbone variable	54
3,42 - Existence d'un maximum de la fragilisation en fonction de la teneur en carbone	55
3,43 - Existence d'un maximum de la quantité de carbures préci- pitée aux joints en fonction de la teneur en carbone	56
3,44 - Influence, sur l'importance de la fragilisation, de la quantité de carbures précipitée aux joints	60
3,5 - <u>MECANISME DE L'ACTION FRAGILISANTE DES CARBURES DANS LES JOINTS DE GRAINS</u>	61
3,51 - Faciès de rupture fragile des échantillons contenant des carbures	61

3,52 - Influence du revenu sur les valeurs de la limite élastique	62
3,53 - Influence du revenu sur la valeur de la contrainte σ_p .	63
3,54 - Mécanisme proposé	65
3,6 - <u>CONCLUSION</u>	66

CHAPITRE IV : FRAGILITE INTERGRANULAIRE DES FERS & DES FERRITES AU SILICIUM A TRES BAS CARBONE

4,1 - <u>DECARBURATION SOUS VIDE EN PHASE SOLIDE</u>	67
4,11 - Description du traitement	68
4,111 - Principe du traitement	68
4,112 - Dispositif utilisé	68
4,113 - Conditions du traitement	69
4,12 - Résultats du traitement	69
4,121 - Teneurs finales obtenues	69
4,122 - Perte en silicium	70
4,123 - Grossissement du grain	70
4,124 - Modification de l'aspect micrographique des joints	70
4,2 - <u>RUPTURE INTERGRANULAIRE DES ALLIAGES A TENEUR EN CARBONE INFERIEURE A UNE TENEUR CRITIQUE</u>	72
4,21 - Réalisation des expériences	72
4,22 - Faciès de rupture à température ambiante	72
4,23 - Existence d'une teneur critique en carbone	74
4,24 - Expériences de recarburation	75
4,25 - Influence de la grosseur de grain	76
4,26 - Faciès de rupture à la température de l'azote liquide ..	77
4,3 - <u>INFLUENCE DE LA DECARBURATION SUR LES PROPRIETES MECANIQUES</u> ..	78
4,4 - <u>ALLIAGES ELABORES SOUS VIDE</u>	81
4,41 - Alliages à teneur en silicium constante	81
4,42 - Alliages à teneur en carbone constante	82
4,5 - <u>INFLUENCE DE LA TENEUR EN AZOTE</u>	84
4,6 - <u>MECANISME PROPOSE POUR EXPLIQUER LA FRAGILITE INTERGRANULAIRE DES FERS & FERRITES AU SILICIUM A TRES BAS CARBONE</u>	85
4,61 - Absence d'une précipitation intergranulaire	85
4,62 - Rôle bénéfique du carbone	87

PAGES

4,63 - Mécanisme proposé 87

4,7 - CONCLUSION 88

CONCLUSION 91

BIBLIOGRAPHIE 97

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

De tout temps, les métallurgistes ont été naturellement préoccupés par les propriétés mécaniques des matériaux qu'ils fabriquaient : la connaissance précise des conditions entraînant la rupture, la mise au point d'alliages de plus en plus résistants ont en effet toujours présenté un intérêt évident sur le plan pratique. Malgré le nombre impressionnant des études qui leur ont été consacrées jusqu'alors, les problèmes posés par la rupture des métaux restent d'actualité. Les Journées Métallurgiques d'Automne 1965 de la Société Française de Métallurgie, au cours desquelles plus de cent communications ayant trait à la rupture ont été présentées, l'ont bien montré. En particulier, la fragilité des métaux et alliages à structure cubique centrée, parmi lesquels on trouve la plupart des aciers a fait l'objet de nombreux travaux au cours de ces dernières années.

La nécessité de compléter les connaissances acquises en ce domaine avait été illustrée de façon spectaculaire il y a quelques dizaines d'années par la rupture catastrophique de divers grands ensembles soudés : ponts, pipe-lines, bateaux, réservoirs sous pression ... Quelques années plus tard, le développement de techniques faisant appel à l'utilisation des basses températures conduisait à l'emploi fréquent de certains appareillages (réservoirs de gaz liquéfiés, bateaux méthaniers ...) dans des conditions particulièrement sévères. Les études entreprises dans ce contexte n'ont pas été limitées à la mise au point d'essais technologiques permettant de déterminer au laboratoire la tenue en service des aciers de construction. On ne pourrait en effet espérer venir à bout d'un problème aussi complexe que celui de la fragilité sans essayer de comprendre de façon précise les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures. Les travaux effectués sur le fer et les aciers doux ont permis de développer un grand nombre de techniques d'étude et de modèles théoriques qui sont maintenant applicables à la plupart des problèmes de rupture fragile. Plusieurs points essentiels restent toutefois controversés, et en particulier le mécanisme de

l'amorçage à l'échelle atomique, l'influence du maclage et le mécanisme du franchissement des joints par les fissures.

Les problèmes particuliers posés par la rupture des aciers ferritiques ont fait l'objet d'études moins nombreuses et moins systématiques. En effet, à la suite des travaux de V. KRIVOBOK (1) en 1935, sur les ferrites au chrome, de N. PELLING (2) en 1923, de G. BARRETT et ses collaborateurs (3) en 1937, sur les ferrites au silicium, il paraissait bien établi qu'une grande fragilité était inévitable dans de tels aciers. Effectivement, au-dessus d'une certaine teneur en élément d'alliage, les ferrites au chrome et au silicium deviennent fragiles à température ambiante, ce qui limite considérablement leurs possibilités d'emploi. Par exemple, on ne fabrique pas industriellement de tôles au silicium à teneur supérieure à 5 %, alors que leurs propriétés magnétiques sont intéressantes. C'est seulement en 1948 que les travaux de J. HOCHMANN (4) sur des aciers à 20 % de chrome élaborés sous vide ont révélé qu'il était possible de diminuer fortement la fragilité inhérente à de tels alliages en abaissant suffisamment leurs teneurs en carbone, azote et oxygène. J. HOCHMANN et ses collaborateurs ont montré récemment (5) que les résultats obtenus pouvaient s'étendre à des ferrites à 45 % de chrome.

Entreprendre un travail parallèle sur des ferrites au silicium présentait un intérêt évident. Au départ, notre étude a donc été destinée à déterminer si l'on pouvait améliorer les propriétés mécaniques des aciers au silicium en diminuant leurs teneurs en carbone et en azote. Toutefois, nous avons été rapidement amenés à élargir le cadre de cette recherche.

Tout d'abord, nous avons utilisé des matériaux aussi purs que possible et par conséquent assez différents des aciers industriels. De cette façon, nos expériences ont toujours porté sur des métaux à analyse bien définie, et nous avons évité l'intervention de phénomènes parasites résultant de modifications de la composition que nous n'aurions pas contrôlées.

D'autre part, le carbone nous est rapidement apparu comme ayant une influence déterminante sur les propriétés mécaniques. Nous nous sommes donc attachés à faire va-

rier dans de larges proportions les teneurs en carbone des aciers étudiés. Dans les alliages à forte teneur en carbone nous avons alors été amenés à envisager l'influence d'une précipitation de carbures. Nous avons également accordé une attention particulière aux propriétés des ferrites à très bas carbone.

Enfin, au cours de la réalisation de notre étude, nous avons mis en évidence divers phénomènes adjacents. Il nous a donc paru profitable de replacer ce travail dans le cadre d'un examen plus général et systématique de la fragilité des aciers au silicium. Chaque fois que cela était possible, nous avons cherché à interpréter les phénomènes observés à la lumière des connaissances actuelles dans le domaine de la rupture fragile. En définitive, pour des alliages à teneurs en silicium comprises entre 0 et 7 %, nous avons donc suivi par des essais de résilience et de traction effectués à différentes températures, l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de divers facteurs : traitements thermiques, précipitation de carbures, teneur en carbone, ...

Notre étude comprend ainsi les quatre parties suivantes :

CHAPITRE I - Matériaux et techniques utilisés.

CHAPITRE II - Propriétés mécaniques des ferrites au silicium à différentes températures.

CHAPITRE III - Influence d'une précipitation intergranulaire de carbures sur la rupture intracristalline d'alliages Fe-Si.

CHAPITRE IV - Fragilité intergranulaire des fers et ferrites au silicium à très bas carbone.

Nous prions Monsieur G. CHAUDRON, Membre de l'Institut, Professeur honoraire à la Faculté des Sciences de l'Université de Paris, d'accepter l'expression de notre respectueuse et profonde gratitude pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à

cette étude.

Nous tenons à remercier Monsieur L. NELTNER, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de SAINT-ETIENNE, qui nous a permis de travailler dans les Laboratoires de l'Ecole.

Nous exprimons à Monsieur C. GOUX, Professeur de Métallurgie à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de SAINT-ETIENNE, notre profonde reconnaissance pour l'incomparable dévouement et la bienveillance inégalable avec lesquels il n'a cessé de diriger notre travail.

Nous remercions la Compagnie des Ateliers & Forges de la Loire pour l'aide matérielle dont elle nous a fait bénéficier; nos remerciements s'adressent plus particulièrement à MM. P. PINGAULT, L. COLOMBIER et J. HOCHMANN qui ont bien voulu manifester un intérêt constant pour notre travail et nous ont à mainte reprise donné de précieux conseils.

Il nous est particulièrement agréable de remercier Monsieur J. SARRON, Chef de Travaux au Laboratoire de Métallurgie de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de SAINT-ETIENNE, et tout le personnel du Laboratoire, pour l'aide considérable et efficace qu'ils n'ont cessé de nous apporter.

Nous avons beaucoup apprécié l'ambiance amicale dans laquelle il nous a été donné de travailler, grâce à la collaboration de nos camarades de thèse, auxquels nous sommes heureux d'adresser nos sincères remerciements.

CHAPITRE I

MATERIAUX & TECHNIQUES UTILISES

Les alliages étudiés ont, pour la plupart, été préparés par nos soins au Laboratoire. Le souci de travailler sur un matériau d'analyse nettement définie nous a fait choisir comme métal de base pour les élaborations, un fer pur électrolytique disponible en grande quantité. Les techniques de fusion, de coulée et de laminage ont été développées de manière à éviter l'intervention de phénomènes parasites difficilement contrôlables (pollution par le réfractaire pendant la fusion, criques de laminage ...). Elles nous ont permis de fabriquer régulièrement des alliages dont les teneurs étaient variables à volonté de 0 à 7 % pour le silicium et de 100 à 2000 parties par million pour le carbone. L'obtention de teneurs en carbone inférieures à 100 parties par million a nécessité la mise au point de techniques spéciales de décarburation.

L'évolution des propriétés mécaniques des alliages étudiés a été suivie par des essais de résilience et de traction effectués à différentes températures. Une grande attention a donc été apportée à la réalisation d'un certain nombre de bains thermostatiques. Celui qui a été utilisé pour l'obtention des basses températures comporte un système de régulation qui présente certains aspects originaux que nous décrirons. Nous indiquerons également les méthodes de préparation des éprouvettes et les techniques permettant l'observation micrographique et l'identification des faciès de rupture.

1,1 - PREPARATION DES ALLIAGES

1,11 - MATERIAUX UTILISES1,111 - Fer de base

Tous les alliages que nous avons utilisés pour cette étude ont été élaborés à partir d'un même fer de base de pureté bien définie. De cette manière, nous avons pu éliminer l'intervention de paramètres résultant de modifications de la composition dont nous n'aurions pas été maîtres. Les seuls éléments dont les teneurs aient varié de façon sensible au cours de l'étude sont le silicium, le carbone, l'azote et l'oxygène : ces variations de teneur étaient dues soit à des additions volontaires pendant l'élaboration, soit à des traitements de purification soigneusement contrôlés.

Le fer de base utilisé provenait d'un même lot de 500 kg de fer pur électrolytique. Une analyse type en est donnée ci-dessous dans le tableau I.

Elément	Fer Electrolytique de base teneurs en ppm	Ferrite à 5 % de silicium teneurs en ppm
Mn	100	90
Ni	150	130
Ti	80	70
Cr	70	70
Mo	20	35
Cu	5	10
P	40	40
C	50 - 100	60

TABLEAU I

1,112 - Silicium employé pour les additions

Le silicium utilisé pour la préparation des ferrites au silicium étudiées, était un produit de pureté industrielle comportant les impuretés principales suivantes :

- . Carbone à des teneurs inférieures à 500 parties par million.
- . Aluminium à des teneurs inférieures à 2000 parties par million.

. Calcium à des teneurs inférieures à 2000 parties par million,

. Titane à des teneurs inférieures à 500 parties par million.

Du fait que les additions de silicium n'ont jamais dépassé 7 % en poids, une pureté inférieure à celle du fer employé était admissible. L'analyse des impuretés du fer électrolytique de départ et d'une ferrite à 5 % de silicium coulée au Laboratoire sont données conjointement au tableau I ; on voit que l'addition de silicium n'a pas amené de pollution sensible.

1,113 - Carbone employé pour les additions

Les additions éventuelles de carbone ont été faites à partir d'électrodes en graphite pour spectrographie.

1,12 - PREPARATION DES ALLIAGES

1,121 - Techniques de fusion et de coulée

La quasi totalité des fers et ferrites au silicium étudiés ont été préparés au Laboratoire. Toutes les opérations de fusion et coulée ont été effectuées à l'air.

La fusion était obtenue à l'aide d'un four à induction d'une puissance utile de 30 kW. Chaque opération permettait de préparer 2 kg de métal.

Nous avons employé des creusets silico-alumineux enduits intérieurement d'une couche d'alumine pure chamottée. Ce réfractaire était préparé au Laboratoire suivant une technique mise au point à l'IRSID. Il est composé d'un mélange de grains d'alumine de différentes granulométries et de barbotine. Avec le mélange obtenu, on recouvre l'intérieur du creuset silico-alumineux d'une couche de 1,5 cm environ. Après étuvage, on effectue une cuisson de l'ensemble par chauffage vers 1400°C. L'enduit intérieur d'alumine ne pollue pas le métal fondu contenu dans le creuset et possède d'excellentes qualités de résistance au choc thermique. Le creuset silico-alumineux extérieur apporte la résistance mécanique qui fait défaut à l'alumine

chamottée dans les conditions où nous l'avons préparée.

Les additions éventuelles de silicium étaient faites après fusion complète de la charge de fer. Une perte au feu de l'ordre de 0,5 % (10 g de Si pour une élaboration de 2 kg) était observée de façon régulière.

Nous consacrerons ci-dessous un paragraphe spécial aux additions de carbone ; ces additions étaient pratiquées immédiatement après incorporation du silicium.

Après dissolution complète du silicium, on agitait le bain à l'aide d'un barreau de silice de manière à s'assurer d'une bonne homogénéité. Le métal liquide était alors versé dans de petites lingotières carrées en acier doux. Pour chaque opération, on coulait ainsi deux barreaux de 1 kg chacun.

1,122 - Techniques de laminage

Dès solidification dans la lingotière d'acier doux, et sans démouler le lingot, on procédait à quelques passes de laminage destinées à rendre le métal plus compact et à refermer partiellement le creux de retassure. La lingotière formait alors une gaine autour de la barre laminée.

Tous les laminages ultérieurs étaient effectués sous gaine après chauffage de la barre à 950°C. On pouvait réaliser quatre à cinq passes sans réchauffage intermédiaire. Dans ces conditions, nous n'avons jamais observé sur nos barres de défauts dus au laminage, même pour certains alliages à teneur en silicium relativement élevée (7 % en poids) que nous avons étudiés.

1,123 - Préparation d'alliages avec des teneurs en carbone variables

Les coulées de fer et de ferrites au silicium élaborées comme décrit ci-dessus présentaient des teneurs en carbone de l'ordre de 100 parties par million. Or le carbone nous est rapidement apparu comme étant un élément dont l'influence sur les phénomènes étudiés était prépondérante. Il nous a donc semblé nécessaire de faire varier dans de larges proportions les teneurs en carbone des aciers que nous avons utilisés.

L'incorporation de carbone au cours de la fusion nous a permis de préparer des alliages à teneur supérieure à 100 parties par million. Le morceau de graphite nécessaire à l'addition était placé à l'extrémité d'un tube de silice dans lequel coulissait un "piston" de diamètre convenable, également en silice. On pouvait de cette façon introduire le graphite sous la surface du métal liquide et l'y maintenir à l'aide du piston jusqu'à dissolution complète (fig. 1). On évitait ainsi que le carbone ne vienne brûler en surface, ce qui permettait alors d'atteindre avec une bonne précision les teneurs finales désirées. Nous avons ainsi préparé plusieurs séries d'alliages contenant entre 100 et 2000 parties par million de carbone.

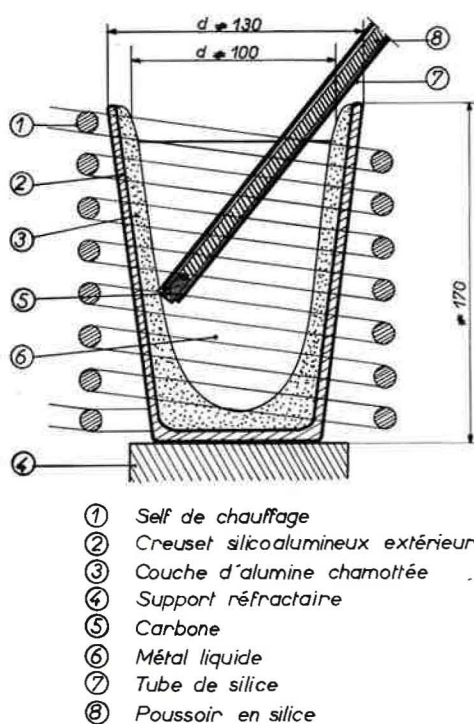


Figure 1 - Schéma du dispositif de fusion et d'incorporation du carbone.

En partant de coulées ayant des teneurs en carbone de l'ordre de 100 parties par million, un traitement supplémentaire de décarburation nous a permis d'atteindre

des teneurs inférieures. Le principe du traitement est de maintenir les échantillons à haute température sous un vide de l'ordre de 5×10^{-3} mm Hg. Il est probable que le carbone est extrait sous forme de CO résultant de la combinaison du carbone avec l'oxygène du métal. Eventuellement, l'oxydation superficielle préalable des échantillons permet d'accélérer la décarburation. Suivant la valeur de la teneur finale désirée, nous avons fait varier la température de traitement entre 1250°C et 1400°C et le temps de maintien entre 20 heures et 80 heures. La décarburation observée s'accompagne d'ailleurs d'une purification en azote. Nous avons pu ainsi obtenir des teneurs de 9 parties par million en carbone et de 15 parties par million en azote. Nous reviendrons au Chapitre IV sur ce traitement de purification et les conséquences qu'il entraîne sur la structure des joints et les propriétés mécaniques.

1,124 - Aciers élaborés sous vide

Grâce à l'appui du Laboratoire de la Direction des Recherches d'Unieux de la C.A.F.L., nous avons pu utiliser pour cette partie de notre étude, plusieurs séries de ferrites au silicium dans lesquelles des teneurs variables en carbone et en azote étaient obtenues par une méthode différente.

Ces ferrites ont été fondues et coulées sous vide dans un four à induction moyenne fréquence. On sait que le réglage des conditions opératoires (qualité du vide, temps de dégazage sous vide) permet l'obtention de teneurs en carbone, azote et oxygène variables à volonté dans certaines limites (6). Les mêmes éléments d'alliage (fer pur électrolytique, silicium de pureté industrielle) ont été utilisés pour ces élaborations sous vide et pour les élaborations à l'air que nous avons effectuées au Laboratoire.

Ont été ainsi préparées, d'une part une série de 5 alliages à teneur en silicium voisine de 3% et à teneurs en carbone échelonnées entre 20 et 300 parties par million, d'autre part une série de 6 alliages à teneur en carbone voisine de 30 parties par million et à teneurs en silicium croissantes de 0 à 6%.

1,125 - Structure des alliages. Inclusions

Dans les alliages élaborés à l'air, les seules inclusions dont nous ayons relevé l'existence sont des inclusions d'oxydes.

En ce qui concerne les ferrites au silicium, des mesures effectuées à l'aide d'un micro-analyseur à sonde électronique de Castaing indiquent que ces oxydes sont formés presque uniquement de silice. La figure 2 montre l'une de ces inclusions.

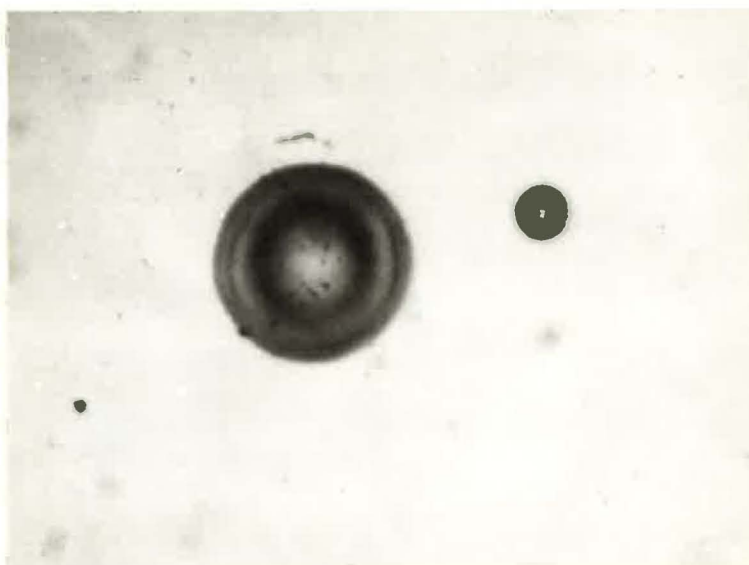


Figure 2 - Inclusion ronde de silice dans un alliage à 5 % Si
Echantillon non attaqué - G = 1100

Les alliages élaborés sous vide contiennent de même presque uniquement des inclusions de silice. Les inclusions sont évidemment beaucoup moins nombreuses que dans les aciers élaborés à l'air.

. Grosseur de grain

La grosseur de grain des différents matériaux que nous avons étudiés est variable.

A teneur en carbone fixe, l'accroissement du pourcentage de silicium, dans les aciers élaborés à l'air, amène un faible grossissement du grain. L'augmentation

de la teneur en carbone provoque au contraire un affinage du grain : dans un alliage à 5 % de silicium contenant 100 parties par million de carbone on compte de 20 à 50 grains/mm² alors que pour des teneurs supérieures à 500 parties par million on trouve de 100 à 200 grains/mm².

Les traitements de décarburation sous vide en phase solide à haute température, entraînent un grossissement du grain important puisque l'on peut atteindre des dimensions correspondant à 2 grains/mm². L'adoption de températures de traitement basses (1250°C) et, dans une moindre mesure, de temps de maintien courts, permet de réduire ce grossissement du grain. On n'observe pas de croissance exagérée de certains grains par rapport aux autres.

En ce qui concerne les alliages élaborés sous vide, l'évolution de la grosseur du grain en fonction de la teneur en carbone et de la teneur en silicium est semblable à celle indiquée ci-dessus pour les alliages élaborés à l'air. Par contre, si l'on fait subir à de tels alliages un traitement de décarburation sous vide à haute température il y a croissance exagérée de certains grains dont la section moyenne peut devenir supérieure à plusieurs millimètres carrés. De tels échantillons n'ont bien entendu pas été utilisés pour la détermination des propriétés mécaniques. On peut penser que la quantité d'inclusions contenue dans ces aciers élaborés sous vide est trop faible pour empêcher la croissance exagérée au cours du maintien à haute température.

Nous montrerons que les variations de grosseur de grain, observées sur les matériaux que nous avons utilisés, ne sont en aucun cas susceptibles d'expliquer à elles seules les phénomènes décrits dans la suite de l'étude, et que leur influence sur ces derniers reste limitée.

1,2 - TECHNIQUES D'ETUDE

1,21 - BAINS THERMOSTATIQUES

L'évolution de la fragilité des ferrites étudiées, en fonction de divers facteurs, a été suivie par des essais de résilience et de traction effectués à diffé-

rentes températures.

La construction d'une série de thermostats nous a permis de faire varier les températures d'essai de manière continue entre + 500°C et - 150°C. Nous avons également effectué des mesures directement dans de l'azote liquide à - 196°C.

1,211 - Réalisation de températures supérieures à l'ambiante

Un four à bain de sel nous a permis d'obtenir des températures comprises entre + 160°C et + 500°C. La régulation était faite par tout ou rien et la température pouvait être considérée comme constante à $\pm 3^\circ\text{C}$ près.

Pour réaliser des températures comprises entre + 20°C et + 160°C, nous avons utilisé des bains d'huile ou de glycol. Le chauffage de ces bains était assuré par un plongeur à résistances alimenté par l'intermédiaire d'un autotransformateur. Un agitateur créait un brassage énergique destiné à homogénéiser la température qui était réglée à l'aide d'un thermomètre à contact. La précision obtenue atteignait $\pm 1^\circ\text{C}$.

1,212 - Réalisation de températures inférieures à l'ambiante

Pour l'obtention de basses températures, nous avons utilisé un vase calorifugé contenant un liquide à point de congélation suffisamment bas (alcool méthylique jusqu'à - 100°C et isopentane de - 100°C à - 160°C) refroidi par l'immersion d'un serpentín dans lequel circulait de l'azote liquide (figure 3). Une turbine placée au fond du récipient créait une circulation du liquide réfrigérant le long du serpentín. L'utilisation de téflon pour les paliers des engrenages de transmission et de la turbine, permettait un fonctionnement régulier de celle-ci aux basses températures.

L'alimentation du serpentín était assurée par une bonbonne de 15 litres d'azote liquide que l'on siphonnait en y créant une pression P_1 d'azote gazeux contrôlée à l'aide du manomètre 11 (figure 4).

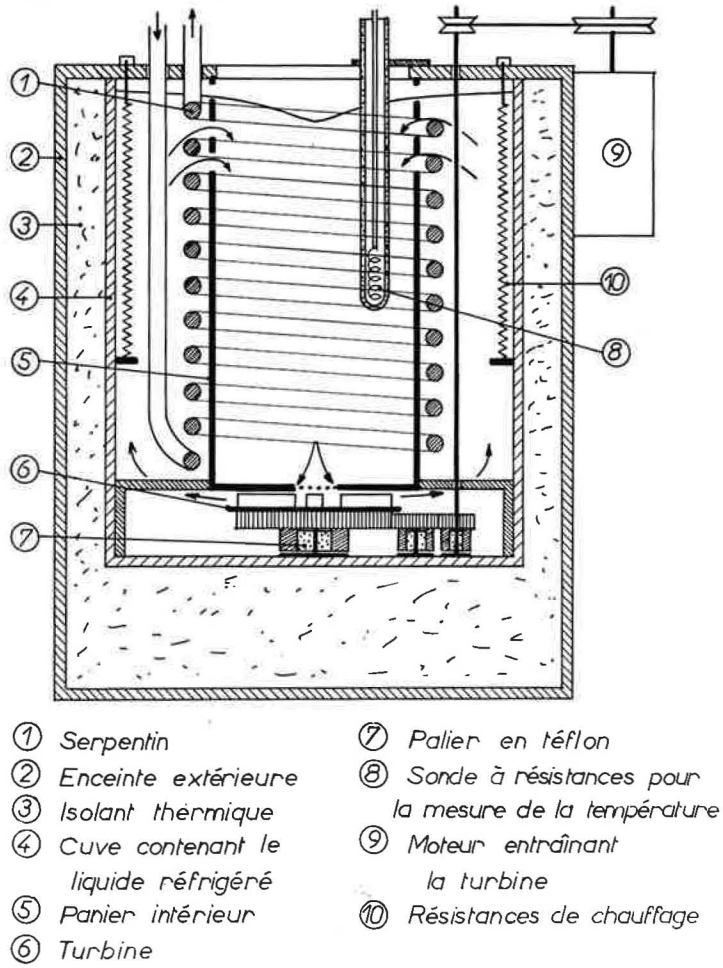


Figure 3 - Vase thermostatique utilisé pour l'obtention des basses températures.

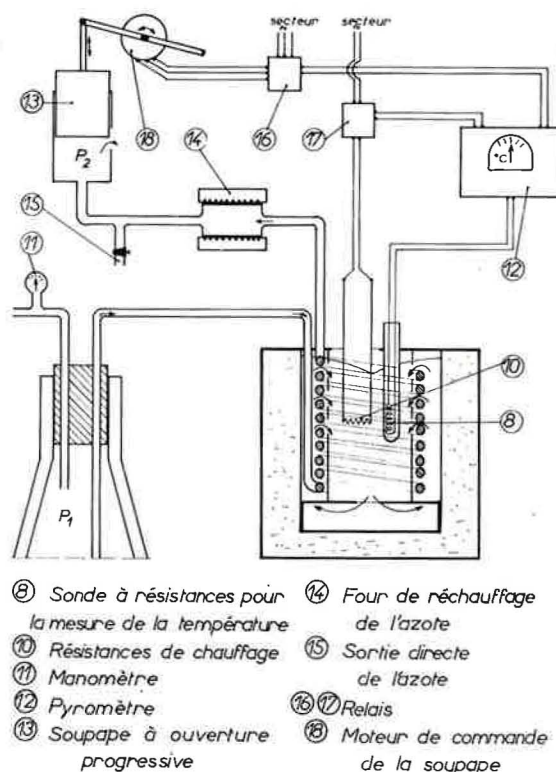


Figure 4 - Schéma de l'ensemble du thermostat pour basses températures.

Une sonde à résistances 8 reliée au pyromètre 12 constituait le détecteur du système de régulation et de mesure de la température.

La pression P_1 dans la bonbonne d'azote liquide étant maintenue constante, on pouvait agir de façon continue sur le débit d'azote dans le serpentin à l'aide de la soupape 13 dont l'ouverture ou la fermeture étaient commandées par un moteur à deux sens de rotation suivant les indications "trop chaud" ou "trop froid", respectivement, du pyromètre. La fermeture progressive de cette soupape, depuis sa position d'ouverture totale pour laquelle l'azote pouvait s'échapper librement, permettait en effet de créer une perte de charge supplémentaire régulièrement croissante : on faisait ainsi varier la pression P_2 à la sortie du circuit de l'azote. P_1 étant constante et le débit d'azote dans le serpentin ne dépendant que

de la différence $P_1 - P_2$, on disposait alors, pour chaque température de fonctionnement, d'un réglage automatique de l'apport de frigories au bain thermostatique, de la même manière que pour un four on choisit en fonction de la température désirée la puissance disponible sur les éléments de chauffage.

On superposait alors au système de régulation ci-dessus qui est à réponse lente, un système à réponse rapide. On obtenait ainsi un réglage fin de la température. Pour cela, on se servait des résistances 10 immergées dans le thermostat dont l'alimentation était commandée par le pyromètre : mises sous tension quand le bain était trop froid, elles étaient placées hors circuit quand il devenait trop chaud. Un auto-transformateur permettait de régler la puissance disponible.

Dans des conditions de réglage optimales, on pouvait ainsi obtenir une précision de l'ordre de $\pm 0,1^\circ\text{C}$ pour toute température comprise entre $+ 20^\circ\text{C}$ et $- 150^\circ\text{C}$. Une telle précision était bien entendu superflue dans les essais de traction et de résilience que nous avons réalisés et nous n'avons donc pas toujours cherché à l'atteindre.

Pour éviter que la soupape ne soit bloquée par le givre, il était nécessaire de réchauffer le courant d'azote à la sortie du thermostat par passage dans le four 14 .

Lorsqu'on désirait effectuer une descente rapide en température, l'ouverture du robinet 15 permettait à l'azote de s'échapper librement sans passer par la soupape 13 .

1,22 - REALISATION DES ESSAIS DE RESILIENCE

Les éprouvettes utilisées pour tous les essais de résilience entrepris au cours de notre étude étaient du type UF. Elles étaient cassées à l'aide d'un mouton pendule de 30 kgm.

Les traitements thermiques étaient effectués sur des ébauches carrées de côté 12 mm.

Les observations portant sur le faciès de rupture ont été faites, d'une part à l'aide d'une loupe binoculaire (grossissement maximum 150), d'autre part au microscope

métallographique sur des coupes longitudinales des éprouvettes rompues après nickelage de la cassure.

1,23 - REALISATION DES ESSAIS DE TRACTION

1,231 - Machine de traction

Etant donné que nous disposons de 2 kg de métal seulement pour chaque coulée, nous avons employé des microéprouvettes pour les essais de traction relatés dans les chapitres suivants. Ces éprouvettes ont été rompues sur une machine de force une tonne fournie par l'IRSID et spécialement conçue pour faciliter les essais à des températures différentes de l'ambiante (7).

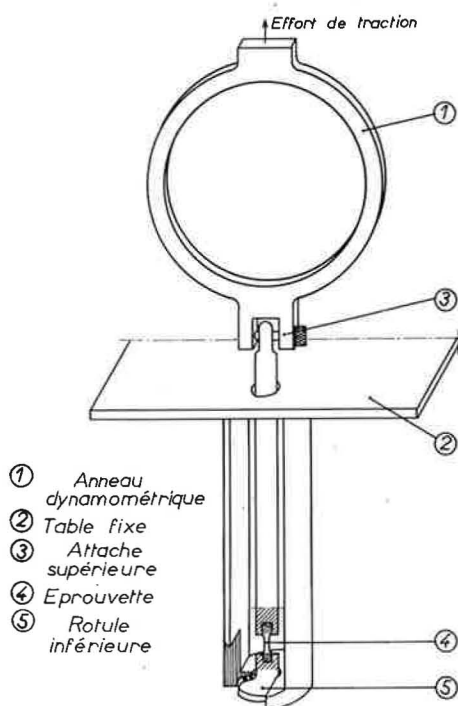


Figure 5 - Micromachine de traction type IRSID, Schéma du dispositif d'accrochage des éprouvettes.

On voit en effet sur la figure 5 que l'on peut facilement faire baigner l'éprouvette et les mordaches dans le liquide de l'un des thermostats décrits au

paragraphe précédent. Pour les essais à basse température, au cours desquels la rotule de la mordache inférieure risque de se bloquer et de ne plus jouer correctement son rôle, l'éprouvette était légèrement mise en charge à vitesse lente (0,18 mm/mm) à l'ambiante. La rotule ayant pris sa place et l'axialité des efforts par rapport à l'éprouvette étant alors assurée, la traction était interrompue. Après avoir amené l'éprouvette à la température convenable, on reprenait l'essai proprement dit à la vitesse de traction choisie.

L'effort de traction est appliqué à travers un anneau dynamométrique dont les allongements permettent la mesure des charges. L'enregistrement par l'intermédiaire du système classique de triangle à trois points d'appui point - trait - plan, employé en particulier sur les machines Chevenard, se fait sur une plaque photographique (figure 6).

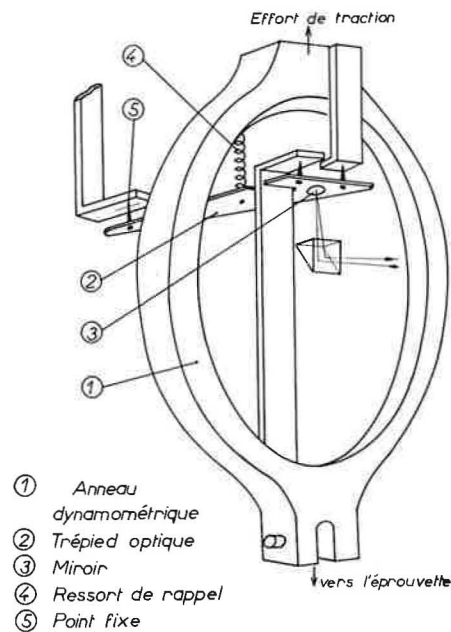


Figure 6 - Micromachine de traction type IRSID.
 Système d'enregistrement.

Un réducteur de vitesse mécanique comportant 24 rapports permet de faire varier la vitesse d'étirage de l'éprouvette de 17,4 mm/mm à $2,88 \times 10^{-3}$ mm/mm (0,173 mm/h).

1,232 - Eprouvettes

Nous avons utilisé des éprouvettes à têtes filetées (figure 7). Le diamètre de la partie utile était de 2,5 mm, la partie utile de 10 mm.

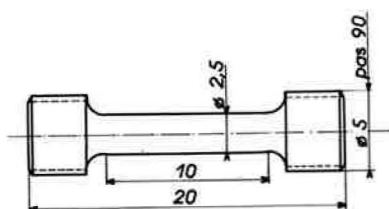


Figure 7 - Microéprouvette de traction

Une grande attention a été apportée à l'influence de l'état de surface. Deux types de polissage différents ont été employés pour le corps de l'éprouvette : polissage au papier émeri STRUERS N° 600, ou polissage électrolytique dans un bain de composition suivante :

- acide perchlorique	78 cm ³
- eau	120 cm ³
- alcool méthylique	700 cm ³
- butylcellosolve	100 cm ³

1,24 - TECHNIQUES D'OBSERVATION

Pour l'observation micrographique des ferrites au silicium, nous avons utilisé le bain de MORRIS (8), composé du mélange suivant :

- acide acétique glacial	133 cm ³
- trioxyde de chrome	25 g
- eau	7 cm ³

Ce bain de polissage permet éventuellement, par réduction de tension en fin d'opération, une attaque fine des joints et des sous-joints.

Nous avons habituellement employé comme réactif d'attaque, pour les ferrites au silicium, le nital à 10 %. Le picrate de soude alcalin nous a permis de mettre en évidence les précipitations éventuelles de cémentite.

Pour un grand nombre d'éprouvettes de résilience, et, systématiquement, pour chaque éprouvette de traction, une coupe longitudinale médiane a été observée après rupture de manière à déterminer le faciès de rupture et à détecter l'existence de macles et leur répartition éventuelle. Pour protéger la cassure au cours des opérations ultérieures de découpage et de polissage, une couche de nickel était déposée sur la surface de rupture. Le bain de nickelage employé avait la composition suivante :

- sulfate de nickel	250 g
- chlorure de sodium	35 g
- acide borique	30 g
- eau	1 000 cm ³

Ce bain était utilisé à une température de 50°C environ. La densité de courant qui permet l'obtention des meilleurs résultats est de 2 A/dm².

CHAPITRE II

PROPRIETES MECANIQUES DES FERRITES AU SILICIUM
A DIFFERENTES TEMPERATURES

Le comportement fragile des aciers est une propriété complexe qui dépend de facteurs multiples (température, vitesse de déformation, facteurs géométriques ..) et de nombreux types d'essais ont été proposés pour en permettre l'approche (9).

La construction de courbes de transition, donnant la résilience en fonction de la température d'essai, est une technique de mise en oeuvre relativement simple couramment utilisée dans la pratique industrielle. Elle a en outre le mérite de fournir un essai sévère faisant intervenir l'effet d'une entaille et une vitesse de déformation élevée, mais son caractère assez conventionnel limite son emploi à des études comparatives.

Les essais de traction réalisés à différentes températures sont de mise en oeuvre plus difficile. D'autre part, l'éprouvette ne comporte pas d'entaille et les vitesses d'étirage utilisées sont toujours faibles. Par contre, on peut avoir à tout moment, dans de tels essais, une connaissance précise de la contrainte appliquée et de la vitesse de déformation. Il est donc plus facile d'approcher par les mesures qu'ils fournissent les mécanismes de la rupture fragile. Il nous a semblé intéressant d'utiliser conjointement, pour notre travail, ces deux moyens d'étude de la fragilité.

Dans les fers et ferrites au silicium à très bas carbone, on observe un phénomène de rupture intergranulaire auquel nous consacrerons la dernière partie de cette étude. Ce cas étant exclu, le présent chapitre sera consacré à la description des courbes de transition et des diagrammes regroupant les résultats des essais de traction. Pour toutes les ferrites au silicium présentant le faciès de rupture fragile à clivage intracristallin habituel, on relève en effet une similitude entre les courbes de transition comme entre les diagrammes de traction établis pour chacune

d'elles. C'est l'ensemble de ces aspects qualitatifs communs qui sera envisagé ci-dessous, l'influence de facteurs comme la teneur en carbone ou les traitements thermiques étant étudiée au chapitre suivant.

Les essais de traction mettent en évidence plusieurs comportements successifs différents du métal quand on fait décroître la température. On a cherché à préciser si, dans certaines zones, il existait une relation entre le maclage et la rupture fragile. L'existence et la répartition éventuelle des macles ont donc été déterminées pour chaque éprouvette.

2,1 - ESSAIS DE RESILIENCE A DIFFERENTES TEMPERATURES

Mis à part les fers et ferrites au silicium à très bas carbone montrant des ruptures fragiles intergranulaires, dont le comportement est envisagé au Chapitre IV, des courbes de transition ont été tracées pour des ferrites contenant de 2 à 6 % de silicium, avec des teneurs en carbone supérieures à 100 parties par million. L'étude d'alliages à teneurs en silicium plus élevées aurait bien sûr présenté un grand intérêt mais l'usinage des éprouvettes devient alors extrêmement difficile.

2,11 - FORME DES COURBES DE TRANSITION

Pour aucun des aciers étudiés, et bien que les éprouvettes utilisées aient été du type UF, nous n'avons relevé de bimodalité marquée dans la zone de transition où l'on décèle simplement une dispersion plus grande des mesures.

Les courbes de transition se présentent donc de la manière suivante : un palier fragile, une zone de transition où la courbe est montante et une branche résiliante en général légèrement descendante (figure 8). Les différents facteurs étudiés (teneur en silicium, teneur en carbone, traitements thermiques ..) modifient peu la pente de la courbe dans la zone de transition; seules la hauteur de la branche résiliante et la position de la courbe dans l'échelle des températures sont affectées.

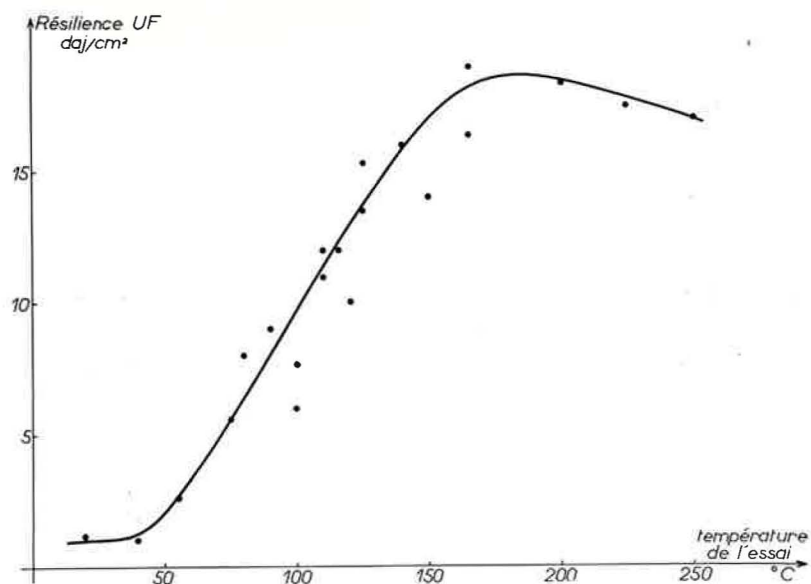


Figure 8 - Exemple de courbe de transition
 Ferrite à 2,1 % Si et 100 ppm C
 Traitement : trempe à l'eau à
 partir de 800°C après maintien
 de 3 h.

2,12 - FACIES OBSERVES

Pour toutes les ferrites envisagées dans ce chapitre, les ruptures des éprouvettes correspondant au palier fragile montrent un faciès de clivage intracristallin. Si le grain est suffisamment gros, on voit nettement à l'aide de la loupe binoculaire les rivières caractéristiques, dont les traces peuvent être observées dans tous les cas par examen de coupes nickelées au microscope métallographique (fig. 9).

Dans la zone de transition, pour des températures croissantes, les ruptures à clivage sont peu à peu remplacées par des ruptures ductiles. Ces ruptures ductiles sont de deux types différents : certaines montrent un faciès classique de cupules (figure 10); dans d'autres régions, il y a décohésion sensiblement intergranulaire accompagnée d'arrachements nombreux d'un grain à un autre (figure 11).



Figure 9 - Clivage intracristallin dans un acier à 4,5 % Si
Température d'essai : + 20°C
Attaque Nital 10 % G = 300

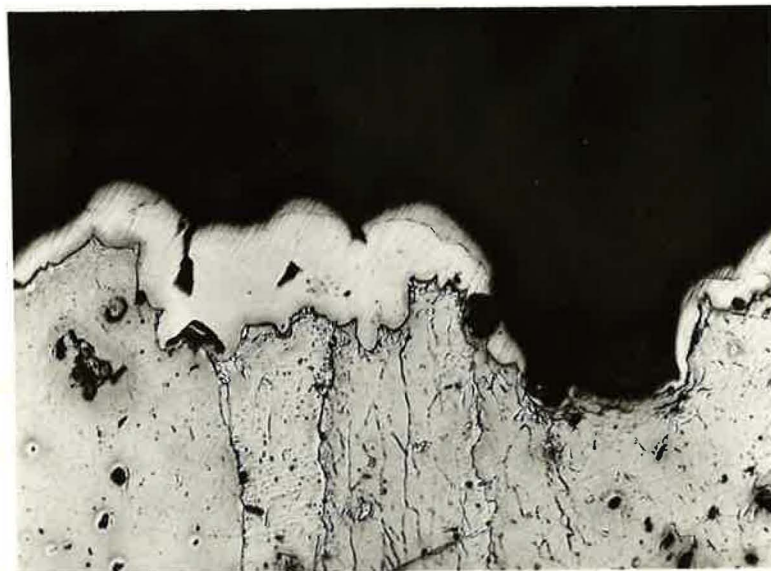


Figure 10 - Rupture à nerf dans un acier à 4,5 % Si
Température d'essai : + 250°C
Attaque Nital 10 % G = 200



Figure 11 - Décohésion "intergranulaire ductile" dans un acier à 4,5 % Si,
Même éprouvette que figure 10. Autre région de la cassure.
Attaque Nital 10 % $G = 400$

Ce dernier faciès ne peut être confondu avec celui de ruptures fragiles intergranulaires pour lesquelles la surface du joint reste lisse et brillante après cassure.

Pour chacun des trois types de rupture (clivage et ruptures ductiles des deux types) on peut définir en fonction de la température un domaine d'existence (figure 12) : pour toute température d'essai inférieure à la température T_a la rupture se fait au moins partiellement par clivage; au-dessous de T_a le faciès des cassures est 100 % ductile. De même, on observe des ruptures à nerf uniquement au-dessus d'une température T_b et les décohésions intergranulaires n'apparaissent que pour des températures supérieures à T_c . T_c est légèrement inférieure à T_b : il semblerait donc que, dans les aciers étudiés, la rupture à nerf puisse débiter

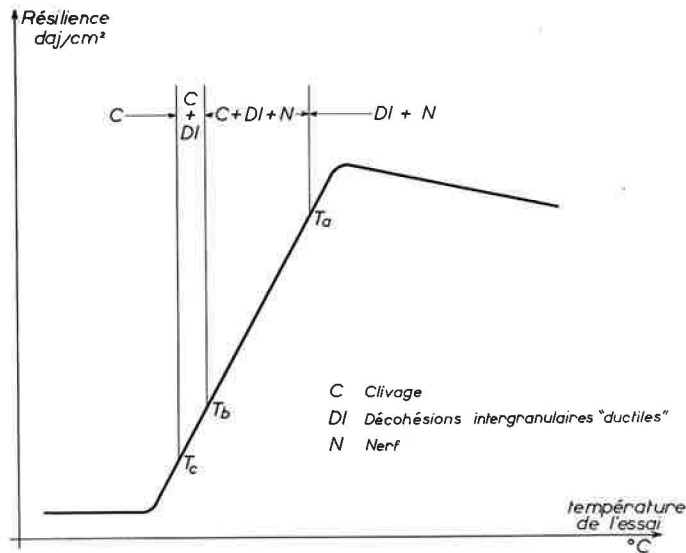


Figure 12 - Répartition des trois types de faciès observés le long d'une courbe de transition en fonction de la température.

par une décohésion à localisation intergranulaire, ainsi que cela a été suggéré pour les aciers doux (11).

En résumé, les ruptures se présentent de la façon suivante pour des températures croissantes :

en-dessous de T_c	faciès 100 % à clivage.
de T_c à T_b	mélange de clivage et de décohésions intergranulaires ductiles.
de T_b à T_a	coexistence des trois faciès : clivage, décohésions intergranulaires et cupules.
au-dessous de T_a	faciès 100 % ductile : cupules et décohésions intergranulaires.

2,13 -- INFLUENCE DE LA TENEUR EN SILICIUM

La figure 13 présente les courbes de transition obtenues pour trois aciers

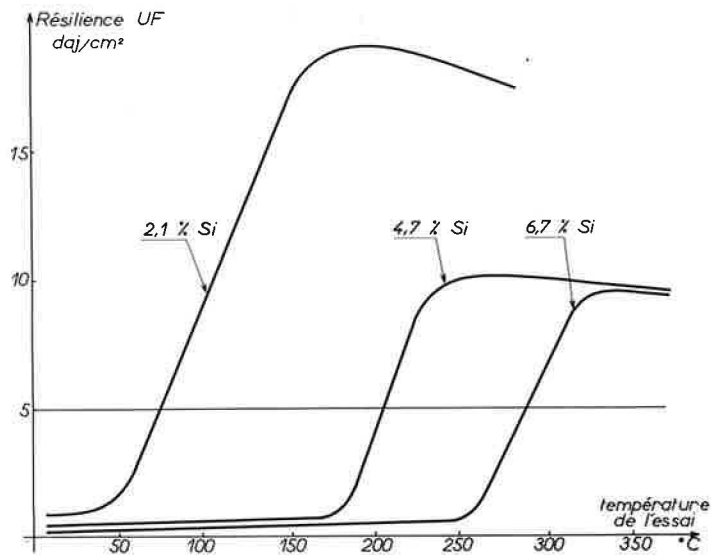


Figure 13 - Courbes de transition de trois ferrites à teneurs en silicium différentes.

Traitement: trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.

de teneur en carbone 100 parties par million et de teneur en silicium 2,1 %, 4,7 % et 6,7 % respectivement, après le traitement suivant : trempe à l'eau à 800°C après maintien de 3 heures.

L'accroissement de la teneur en silicium, pour une série d'échantillons ayant subi ce même traitement amène un déplacement de la courbe de transition, vers les hautes températures, de 45°C environ par pour cent de silicium (figure 14). Dans tout le cours de l'étude, la température de transition indiquée pour un acier donné est la température au-dessus de laquelle sa résilience est supérieure ou égale à 5 daJ/cm².

La résilience maximale obtenue est diminuée de 3 daJ/cm² par pour cent de silicium jusqu'à 5 %. Les hauteurs des paliers résilients sont identiques pour les

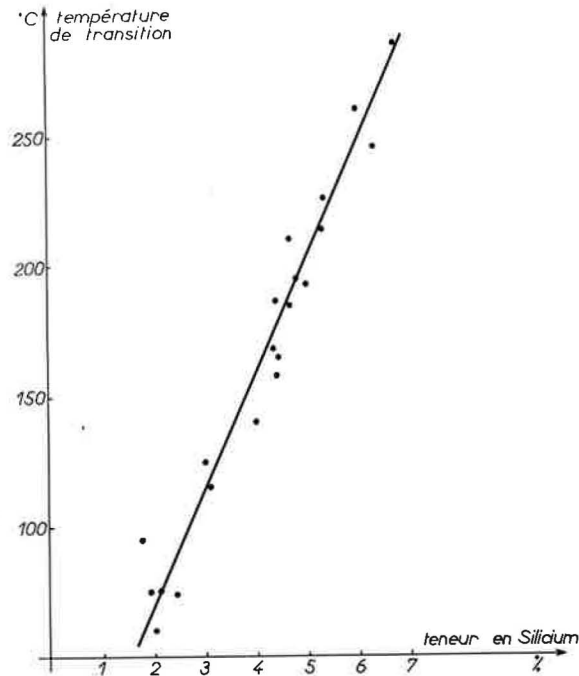


Figure 14 - Température de transition des ferrites étudiées en fonction de leur teneur en silicium après le traitement suivant : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.

ferrites à 5 et 6 % de silicium (figure 15).

2,2 - ESSAIS DE TRACTION A DIFFERENTES TEMPERATURES

A l'aide de la micromachine et des bains thermostatiques décrits dans le premier chapitre, des essais de traction à différentes températures ont pu être réalisés sur des ferrites contenant de 4 à 7 % de silicium et des quantités de carbone supérieures à 100 parties par million. Deux vitesses d'étirage ont été essentiellement utilisées, correspondant à des vitesses de déformation de 2,9 et $2,9 \cdot 10^{-2}$ %/s respectivement. Nous avons indiqué ci-dessus (1,231) les précautions prises pour assurer

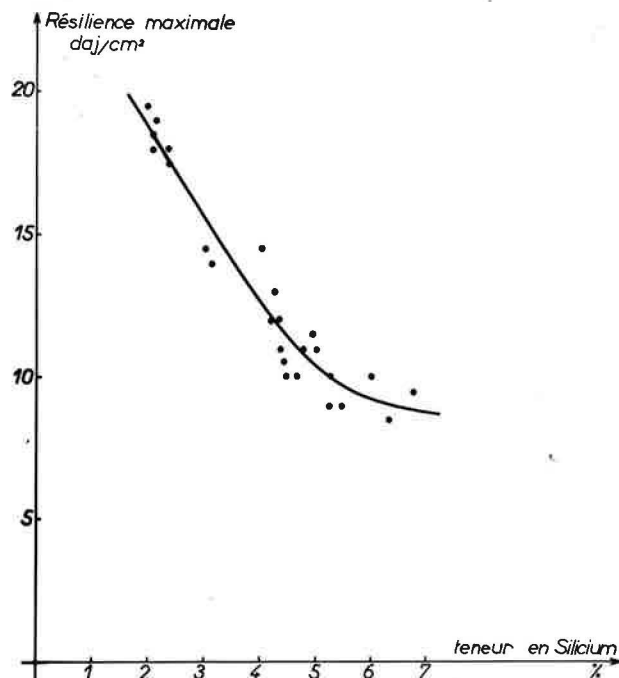


Figure 15 - Résilience maximale des ferrites étudiées en fonction de leur teneur en silicium après le traitement suivant : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h,

dans tous les cas l'axialité de l'effort de traction et il n'a, bien sûr, été tenu aucun compte des résultats fournis par les éprouvettes qui ont pu, malgré tout, se rompre à proximité du congé ou même à fond de filet.

2,21 - GRANDEURS MESUREES

Pour chaque essai, nous avons mesuré la limite élastique E , la charge de rupture R , l'allongement à la rupture A et la réduction de section Σ au niveau de la cassure.

Pour les aciers étudiés et dans les conditions où ont été réalisés nos essais, les courbes de traction obtenues ne montrent en général pas de palier à la limite

élastique. Nous avons donc choisi comme grandeur E représentant la limite élastique, la charge indiquant la limite de proportionnalité. Dans les cas où apparaît un palier (essais à basse température sur des aciers à faible teneur en silicium) la charge correspondant au palier et la valeur de la limite de proportionnalité sont confondues.

Sauf pour les essais à température élevée où la striction apparaît, et qui ne faisaient pas l'objet principal de notre étude, les résultats fournis par la mesure de l'allongement et celle de la réduction de section sont semblables. Dans le but d'alléger le texte et les figures, il ne sera donc généralement fait mention, dans la suite de l'étude, que des résultats relatifs à l'allongement, étant bien entendu qu'ils sont vérifiés par les mesures de réduction de section.

2,22 - FORME DES DIAGRAMMES. FACIES OBSERVES. ZONE DE REPARTITION BIMODALE DES VALEURS DE LA CHARGE DE RUPTURE

Pour chaque ferrite étudiée, nous avons rassemblé, sur un même diagramme, les valeurs obtenues à différentes températures pour l'allongement, la limite élastique et la charge de rupture. Tous les diagrammes que nous avons réalisés sont semblables au schéma de la figure 16. La figure 17 montre par exemple celui qui a été construit pour une ferrite à 5,10 % de silicium et 100 parties par million de carbone, les essais ayant été effectués avec une vitesse de déformation de 2,9 %/s sur éprouvettes polies au papier émeri.

L'examen du schéma de la figure 16 montre tout d'abord que la limite élastique est croissante quand la température d'essai diminue. On voit ensuite que l'on peut diviser le diagramme en trois zones de températures dans chacune desquelles l'alliage étudié présente un comportement différent vis-à-vis de la rupture.

2,221 - Zone des températures supérieures à T_1 . Ruptures à faciès en partie ductile

Cette zone est caractérisée par le fait que l'allongement y subit une transition depuis des valeurs faibles (2 à 5 %) pour T_1 jusqu'à des valeurs de l'ordre

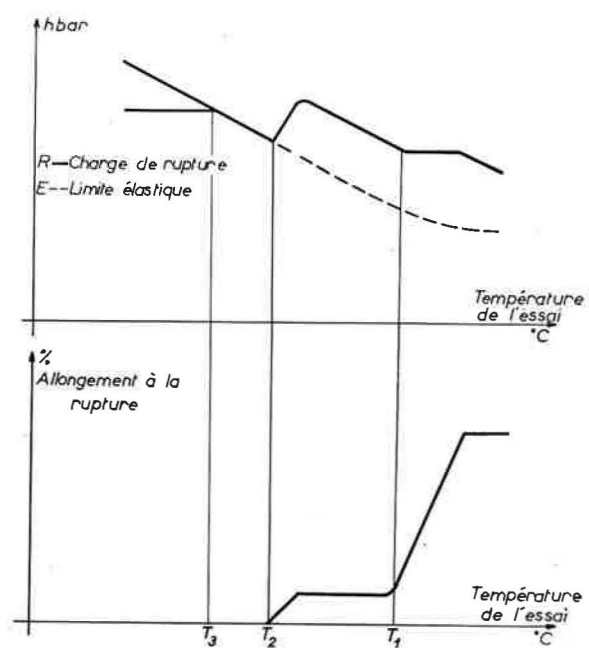


Figure 16 - Schéma général d'un diagramme de traction

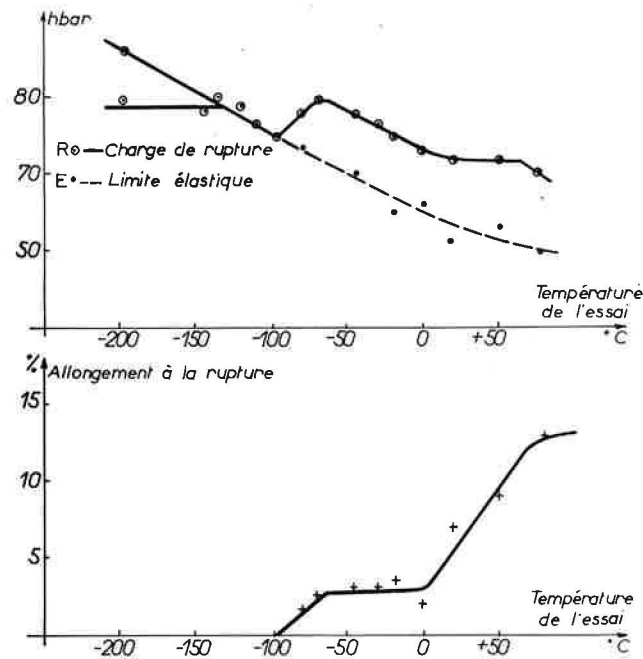


Figure 17 - Diagramme de traction d'un acier à 5,10 % Si et 90 ppm C
 Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.
 Vitesse de déformation 2,9 %/s.
 Eprouvettes polies au papier émeri.

de 15 à 20 % pour des températures supérieures. La réduction de section montre d'abord des variations analogues mais, par suite de l'apparition de la striction, elle continue à croître aux températures élevées alors que l'allongement marque un palier (figure 18).

La transition de l'allongement traduit le fait que l'on passe d'une courbe du type I défini figure 19 pour T_1 , à des courbes du type II aux températures supérieures. Si l'on considère que l'énergie de rupture d'une éprouvette varie comme

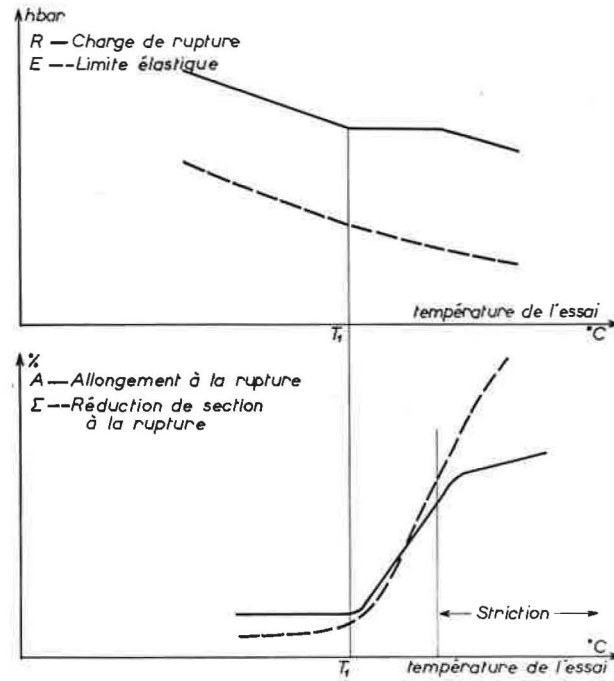


Figure 18 - Evolution comparée de l'allongement A et de la réduction de section Σ aux températures supérieures à T_1 .

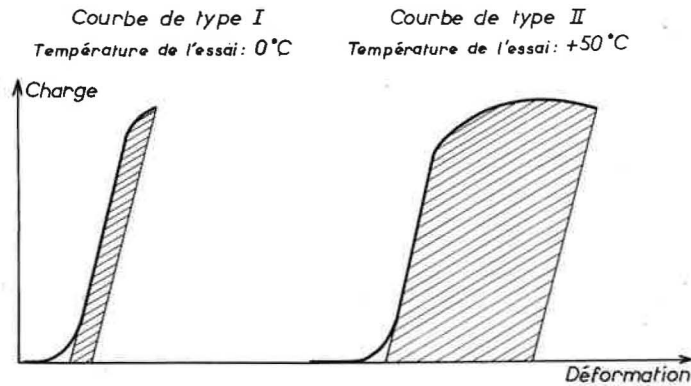


Figure 19 - Enregistrements obtenus pour deux températures
 d'essai de part et d'autre de T_1 .
 Acier à 5,10 % Si et 90 ppm C.
 Mêmes conditions que figure 17.

l'aire comprise entre la courbe de traction et l'axe des allongements, on voit que la transition de l'allongement s'accompagne d'une transition des énergies de rupture.

D'autre part, le faciès de rupture des éprouvettes rompues à la température T_1 est un faciès fragile de clivage intracristallin. Quand on augmente la température d'essai, les ruptures fragiles sont peu à peu remplacées par des ruptures à faciès ductile. Comme pour les éprouvettes de résilience, ces ruptures ductiles sont de deux types : décohésions sensiblement intergranulaires avec arrachements de grain à grain d'une part, ruptures à nerf dominant des cupules d'autre part.

La transition de l'allongement, qui s'accompagne, d'une part d'une transition de l'énergie de rupture, d'autre part d'un passage de faciès fragiles à des faciès ductiles, peut donc être assimilée à la transition relevée au cours des essais de résilience à différentes températures. L'essai de traction étant moins sévère que l'essai de résilience, les températures de transition que l'on peut définir de cette manière sont bien sûr beaucoup plus basses que les températures de transition de résilience.

La courbe des charges de rupture, par suite de l'effet croissant de consolidation qui résulte de l'augmentation des allongements, s'éloigne tout d'abord de celle des limites élastiques. Comme l'on ne porte pas la contrainte vraie à la rupture mais la charge maximale rapportée à la section initiale, les deux courbes redeviennent ensuite sensiblement parallèles.

2,222 - Zone des températures comprises entre T_1 et T_2 . Ruptures plasclivaniques.

Dans cette zone qui peut s'étendre sur une centaine de degrés, les ruptures se produisent après une déformation plastique limitée. Sauf au voisinage de T_2 où il décroît, l'allongement à la rupture A reste constant. Suivant le type d'alliage considéré, la valeur prise par A varie entre 2 et 5 %. Les ruptures se produisent par clivage intracristallin. Selon la terminologie employée par SCHNADT (12), on dira que ces ruptures à faciès fragile qui se produisent après une déformation plastique limitée sont de type "plasclivanique".

La courbe des charges de rupture est parallèle à celle des limites élastiques sauf au voisinage de T_2 où les deux courbes tendent à se rejoindre.

2,223 - Zone des températures inférieures à T_2 . Rupture perclivanique.

Dans cette zone, les éprouvettes cassent sans allongement à la rupture ni réduction de section mesurables par les moyens que nous avons mis en oeuvre. La rupture interrompt donc la déformation élastique et l'on obtient des enregistrements analogues à celui de la figure 20. On appellera "perclivaniques" de telles ruptures à faciès fragile se produisant sans déformation plastique préalable importante.

2,2231 - Températures comprises entre T_2 et T_3 . Définition de la contrainte σ_p .

Entre les températures T_2 et T_3 , les valeurs de la charge de rupture se groupent sur une courbe qui prolonge celle des limites élastiques. Autrement dit, la rupture se produit pour une charge qui correspond à la valeur extrapolée de la limite élastique pour la température considérée. Il est donc logique de penser que

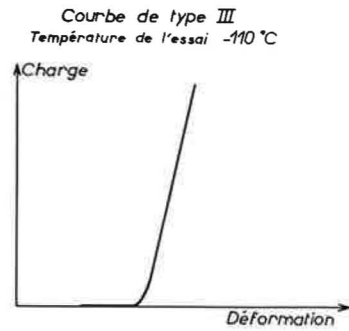


Figure 20 - Enregistrement obtenu pour une température d'essai inférieure à T_2 .
Acier à 5,10 % Si et 90 ppmC
Mêmes conditions que fig. 17

la rupture se produit, dans cette zone, dès que l'on atteint la limite élastique, ce qui est en accord avec les observations effectuées par plusieurs auteurs (13, 14) et avec les théories récentes de la rupture fragile (15, 16).

Dans l'esprit de ces théories, la contrainte σ_p correspondant au point où les courbes de charge de rupture et de limite élastique se rejoignent (fig. 21), permet

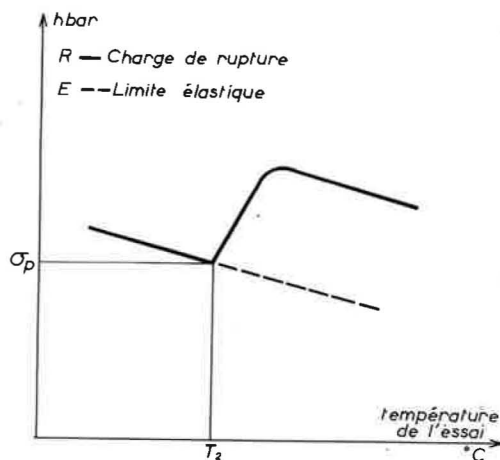


Figure 21

Définition de la contrainte σ_p

de caractériser la facilité de propagation d'une fissure de clivage dans l'acier étudié. On peut en effet considérer σ_p comme la valeur prise, pour la température T_2 , par la contrainte nécessaire à la propagation, dans le métal non déformé plastiquement, d'une fissure de clivage. Pour les températures plus élevées que T_2 , les valeurs prises par la limite élastique E sont inférieures à celles de la contrainte de propagation : une microfissure amorcée au passage de la limite élastique ne peut donc se développer immédiatement et il se produit une déformation plastique préalable à la rupture. Pour les températures plus basses que T_2 , au contraire, les valeurs de E sont supérieures à celles de la contrainte de propagation : la rupture suit donc immédiatement l'amorçage et se produit, comme lui, à la limite élastique.

Les microfissures stables situées loin en arrière de la cassure sont de la dimension du grain. Les joints semblent donc jouer un rôle de barrière s'opposant à la propagation des fissures d'un grain à l'autre.

2,2232 - Températures inférieures à T_3 . Zone de bimodalité des valeurs de la charge de rupture.

En-dessous de la température T_3 , on observe une répartition bimodale des valeurs de la charge de rupture. Pour chaque éprouvette, on peut obtenir comme valeur de R soit la valeur extrapolée, soit une valeur inférieure. Les valeurs "basses" de la charge de rupture varient peu en fonction de la température. Nous reviendrons ci-dessous d'une manière plus détaillée sur ce phénomène de bimodalité.

2,23 - MACLES MECANQUES

On sait que, dans les métaux à réseau cubique centré, la formation de macles mécaniques est fréquemment observée dans des conditions qui favorisent la fragilité. Le problème s'est donc posé de savoir si maillage et fragilité étaient liés, et plusieurs auteurs ont effectivement montré que, dans certaines zones de températures, le comportement fragile de divers aciers pouvait dépendre exclusivement du maillage

(13, 14, 17, 18). A la suite de ces travaux, nous avons cherché à déterminer l'influence exacte du maillage sur les propriétés mécaniques des ferrites au silicium étudiées. En particulier, nous avons essayé de préciser si l'existence de la bimodalité, que nous avons mise en évidence, pouvait être reliée à un mécanisme faisant intervenir les macles.

2,231 - Existence et répartition des macles.

Chaque éprouvette cassée a été examinée sur une coupe longitudinale médiane de manière à déterminer l'existence des macles et leur répartition éventuelle. On peut classer les éprouvettes observées en trois groupes :

- 1 : éprouvettes ne contenant pas de macles.
- 2 : éprouvettes présentant des macles uniquement au voisinage de la cassure, c'est-à-dire dans la bande de métal comprenant les deux premiers grains en arrière de la cassure.
- 3 : éprouvettes montrant un maillage généralisé, ce qui ne veut pas dire que tous les grains soient maclés mais qu'il existe des grains maclés dans le corps de l'échantillon, loin de la cassure.

La figure 22 donne un exemple de l'évolution de la répartition des macles en fonction de la température. Cette évolution s'explique bien en admettant qu'il existe une contrainte critique de maillage σ_m . Il y aurait alors maillage généralisé quand on atteint dans l'éprouvette des contraintes moyennes supérieures à σ_m ; au contraire, dans les éprouvettes cassant à des valeurs de la charge de rupture très inférieures à σ_m on n'observerait pas de macles; le maillage localisé se produirait dans des éprouvettes cassant à des charges inférieures proches de σ_m : en effet, les concentrations de contrainte qui affectent certaines régions de l'éprouvette (proximité de la cassure, proximité des têtes d'amarrage) peuvent alors amener un dépassement local de la contrainte critique.

2,232 - Contrainte critique de maillage.

Dans une zone de maillage généralisé, la charge de rupture est partout supé-

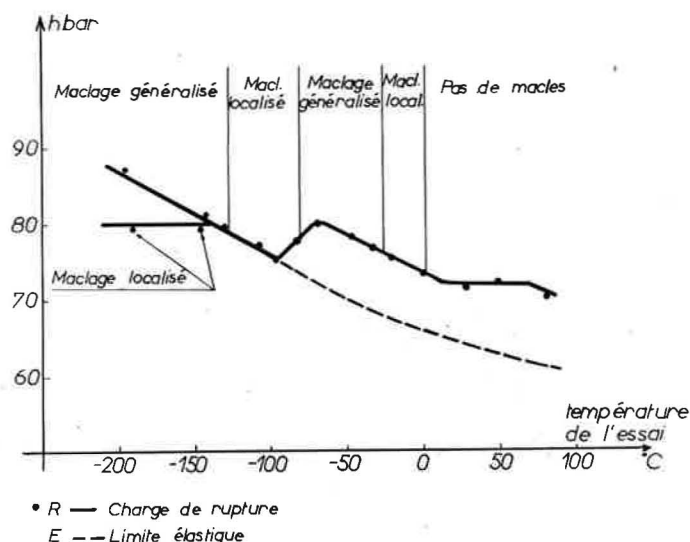


Figure 22 - Répartition des maclages à différentes températures
 Acier à 5,10 % Si et 90 ppm C
 Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C
 après maintien de 3 h.
 Vitesse de déformation : 2,9 %/s.
 Eprouvettes polies au papier émeri.

rieure à σ_m ; pour toute température d'une zone de maclage localisé, au contraire, R est inférieur à σ_m . La valeur de R à la frontière entre une zone de maclage localisé et une zone de maclage généralisé donne donc la valeur de σ_m pour cette température.

Pour la ferrite dont le diagramme est représenté figure 22, on détermine ainsi σ_m pour trois températures différentes. On peut alors construire la courbe donnant la contrainte critique de maclage en fonction de la température. Cette opération a été effectuée sur la figure 23 : on voit que l'on obtient une droite légèrement montante quand la température d'essai diminue.

Pour tous les diagrammes que nous avons réalisés, nous avons pu, de même, déterminer la droite donnant la variation de la contrainte critique de maclage en fonction de la température. Son évolution en fonction de divers facteurs (teneur en silicium, vitesse d'étirage ...) est régulière.

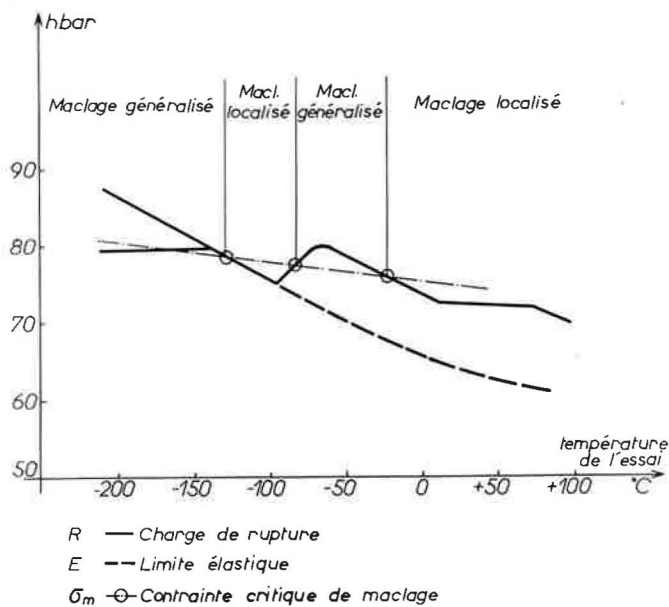


Figure 23 - Construction de la droite de contrainte critique de maclage pour l'acier de la figure 22.

2,24 - BIMODALITE DES VALEURS DE LA CHARGE DE RUPTURE AUX BASSES TEMPERATURES

2,241 - Existence d'une zone de bimodalité.

Nous avons vu plus haut, qu'en-dessous de la température T_3 (fig. 16) on peut obtenir comme valeur de la charge de rupture R pour chaque éprouvette, soit la valeur extrapolée de la limite élastique pour la température considérée, soit une valeur inférieure. Les valeurs "basses" de R pour chaque température se placent sur une droite sensiblement horizontale. La figure 24 montre la répartition des valeurs de R obtenues pour 15 éprouvettes polies électrolytiquement d'un acier à 5,12 % Si et 100 ppm de C cassées à la température de l'azote liquide avec une vitesse de déformation de $2,9 \times 10^{-2}$ %/s : 4 éprouvettes ont montré des charges de rupture comprises entre 85,5 et 87,5 hbar, 6 ont donné des valeurs allant de 79,5 à 81,5 hbar; 1 éprouvette a cassé à 73 hbar et les 4 dernières, qui se sont cassées à proximité des têtes d'amarrage, ont donné des valeurs inférieures à 50 hbar.

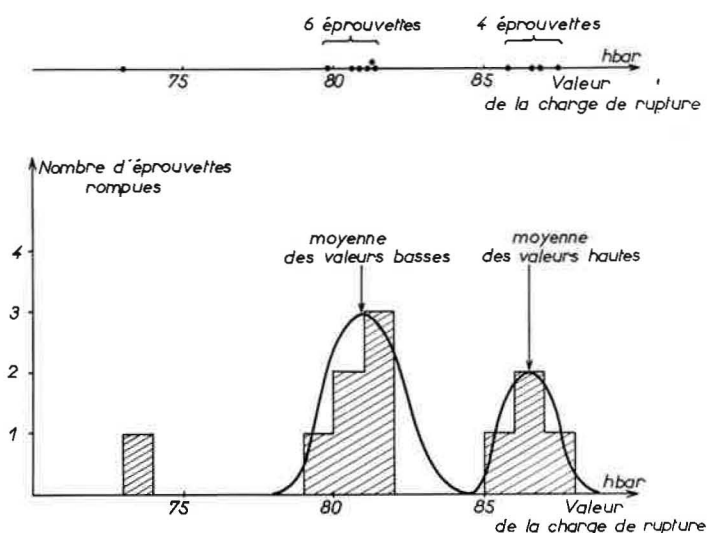


Figure 24 - Répartition des valeurs de R pour 11 éprouvettes à une température de la zone de bimodalité.
 Acier à 5,12 % Su et 100 ppmC.
 Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.
 Température d'essai : -196°C.
 Vitesse de déformation : $2,9 \times 10^{-2}$ %/s.
 Éprouvettes polies électrolytiquement.

La proportion d'éprouvettes cassant aux valeurs "basses" de la charge de rupture semble croissante quand la température d'essai diminue à partir de T_3 . Toutefois, nous n'avons jamais observé la rupture de toutes les éprouvettes d'un même lot à ces valeurs "basses". Nous n'avons d'ailleurs jamais disposé de lots assez importants pour permettre une étude statistique suffisamment précise à différentes températures de la zone de bimodalité.

2,242 - Valeurs "basses" de la charge de rupture et contrainte critique de maillage.

On voit sur la figure 25, que les valeurs "basses" de R dans la zone de bimodalité sont, pour l'acier considéré, situées sur la droite de contrainte critique de maillage. D'une façon générale, les valeurs "basses" de R sont effectivement toujours proches de la valeur de la contrainte σ_m pour la température considérée.

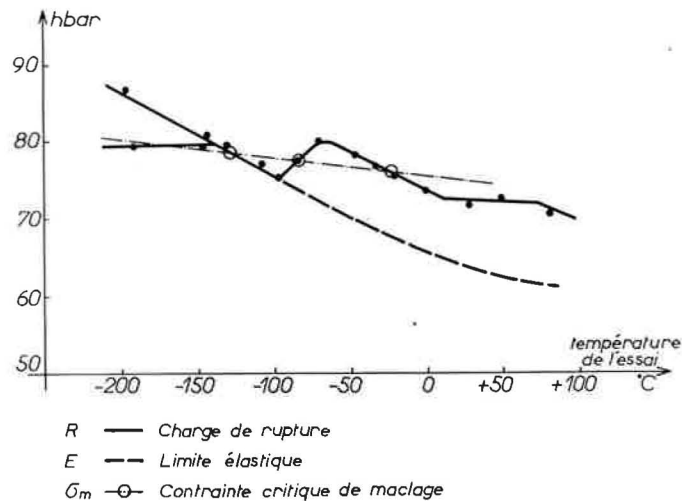


Figure 25 - Position des valeurs "basses" de R par rapport à la droite de contrainte critique de maclage.
 Acier à 5,10 % Si et 90 ppmC.
 Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.
 Vitesse de déformation : 2,9 %/s.
 Eprouvettes polies au papier émeri.

Toutefois, la coïncidence n'est pas toujours aussi bonne : en particulier, quand la température diminue, σ_m est en général faiblement croissante alors que les valeurs "basses" de R restent sensiblement constantes.

2,243 - Amorçage de fissures de clivage par décohésion à l'interface d'une macle et de la matrice.

Dans la zone de bimodalité, et même pour des températures légèrement supérieures à T_3 , on observe un faciès de rupture faisant intervenir les macles : il s'agit de décohésions à l'interface entre une macle et la matrice. L'examen des microfissures situées en arrière de la rupture suggère que de telles décohésions sont susceptibles d'amorcer des fissures de clivage. Les figures 26 et 27 montrent un grain dont la surface de rupture est parallèle à la direction des macles qui se trouvent à l'intérieur. On voit que des microfissures prennent naissance à l'interface de ces macles avec la matrice pour se développer ensuite selon une direction différente qui doit

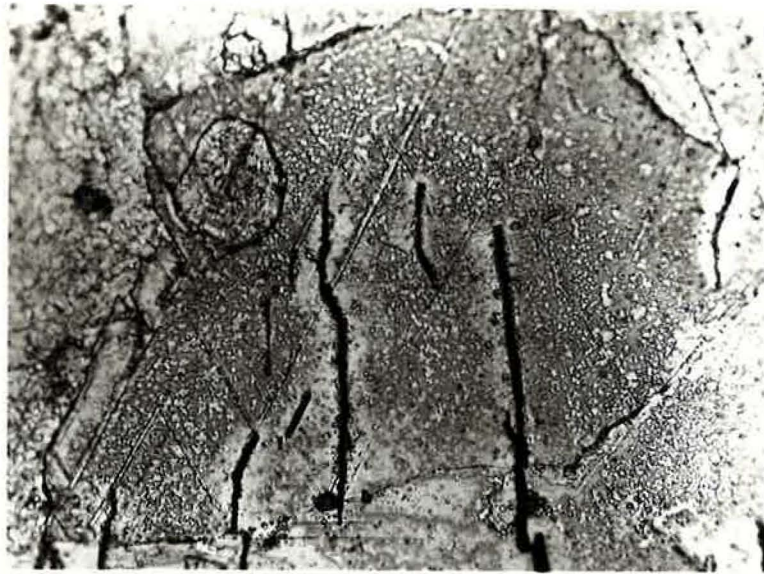


Figure 26 - Rupture le long d'une macle. Fissures amorcées par décohésion à l'interface entre une macle et la matrice.
 Acier à 5,10 % Si et 90 ppmC.
 Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.
 Température d'essai : - 145°C
 Attaque Nital 10 %, G = 450

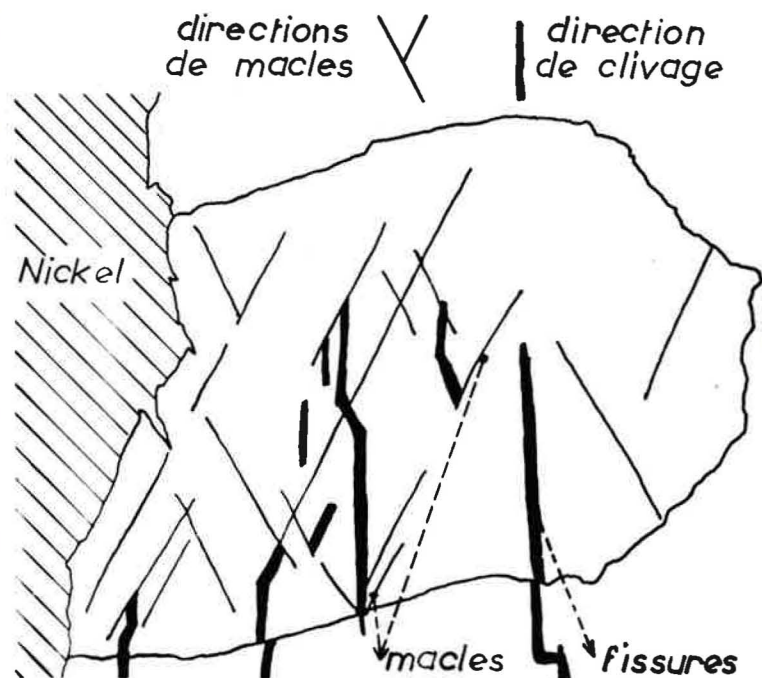


Figure 27 - Calque explicatif de la figure 26

correspondre à la trace d'un plan de clivage. LOW (19) a pu vérifier, à l'aide de monocristaux orientés d'alliages Fe-Si à 3 % de silicium, que les fissures amorcées par ce mécanisme sont bien situées dans des plans (100). La figure 28 donne un autre exemple de fissures de clivage amorcées par décohésion à l'interface d'une macle et de la matrice, dans un grain éloigné de la surface de rupture.

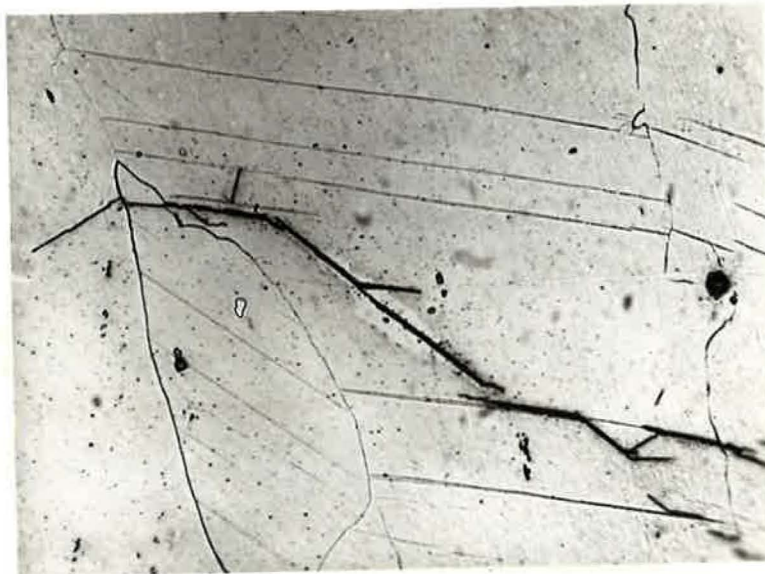


Figure 28 - Fissure de clivage amorcée par décohésion à l'interface d'une macle et de la matrice dans un grain éloigné de la surface de rupture.

Acier à 5,12 %Si et 100 ppmC.

Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.

Eprouvette polie électrolytiquement.

Vitesse de déformation : $2,9 \times 10^{-2}$ %/s.

Température d'essai : - 196°C.

Attaque Nital 10 %. $G = 350$

Nous n'avons pas rencontré d'autre mécanisme faisant intervenir le maillage susceptible d'amorcer un clivage. En particulier, nous n'avons jamais observé dans nos aciers de fissure de clivage qui aurait été amorcée à l'intersection de deux macles, ainsi que HULL a pu en mettre en évidence dans des alliages à 3 % Si (20).

L'existence de décohésion le long de macles n'est pas spécifique des ruptures correspondant à la branche "basse" de la zone de bimodalité : on les observe éga-

lement pour les éprouvettes relatives à la branche "haute" et même pour celles qui ont été rompues à température légèrement supérieure à T_3 .

2,244 - Explications proposées pour le phénomène de bimodalité.

Dans la zone de bimodalité, même les valeurs "basses" de la charge de rupture sont nettement supérieures à la contrainte de propagation σ_p . Ce sont donc les conditions de l'amorçage qui doivent déterminer dans cette zone de températures le comportement de chaque éprouvette vis-à-vis de la rupture. L'existence d'une répartition bimodale des valeurs de R indique alors que deux mécanismes différents d'amorçage peuvent intervenir aux températures considérées.

Pour les éprouvettes de la branche "haute" il y a rupture pour une valeur de la contrainte correspondant à la valeur extrapolée de la limite élastique pour la température considérée. On peut dire que, dans ce cas, l'amorçage se produit à la limite élastique. Le mécanisme qui intervient met donc en jeu le glissement; on peut penser par exemple au mécanisme de coalescence de dislocations proposé par COTTRELL (15).

Le fait que les valeurs "basses" de R soient toujours proches de σ_m suggère que le mécanisme d'amorçage qui intervient, dans ce cas, met en jeu le maclage. Nous avons montré ci-dessus que, dans les alliages étudiés, les fissures créées par décohésion entre une macle et la matrice sont effectivement susceptibles de se développer suivant un plan de clivage. On peut donc penser que, pour les éprouvettes de la branche "basse" il y a succession des événements suivants lorsque la contrainte appliquée atteint la valeur σ_m : formation de macles, décohésion à l'interface de certaines macles et de la matrice, développement des fissures créées suivant un plan de clivage et propagation jusqu'à rupture. Il faut alors admettre que dans certaines éprouvettes, la décohésion macle-matrice est inhibée par un processus qui reste à déterminer. Dans ce cas, la rupture ne se produit qu'au moment où entre en jeu le mécanisme d'amorçage par glissement.

En résumé, la répartition bimodale des valeurs de la charge de rupture aux basses températures, montre que, dans les ferrites au silicium étudiées, les ruptures fragiles peuvent être amorçées par deux mécanismes différents. Aux températures supérieures à T_3 un seul mécanisme est responsable des amorçages : il fait appel au glissement et est indépendant du maclage. Dans la zone des températures inférieures à T_3 que nous avons explorée, un deuxième mécanisme, qui fait intervenir le maclage, entre en jeu. Il est probable qu'à très basse température, seul ce dernier processus reste opérant : le maclage déterminerait alors complètement le comportement des aciers vis-à-vis de la rupture.

2,25 - INFLUENCE DE LA TENEUR EN SILICIUM

Pour des échantillons ayant subi un traitement de trempe à l'eau à partir de 800°C, l'augmentation de la teneur en silicium provoque un déplacement du diagramme vers les hautes températures et les fortes charges (figure 29).

L'accroissement de la limite élastique est d'environ 10 hbar par pour cent de silicium. A l'ambiante, la limite élastique d'un alliage à 5 % Si est de 68 hbar pour une vitesse de déformation de 2,9 %/s.

La contrainte σ_m varie moins vite : elle croît de 5 hbar environ par pour cent de silicium.

La contrainte σ_p : que nous avons interprétée comme étant la contrainte nécessaire à la propagation d'une fissure de clivage, est légèrement décroissante quand la teneur en silicium augmente.

La température T_1 augmente de 50°C par pour cent de silicium : cet accroissement est du même ordre de grandeur que celui que l'on observe pour les températures de transition de résilience.

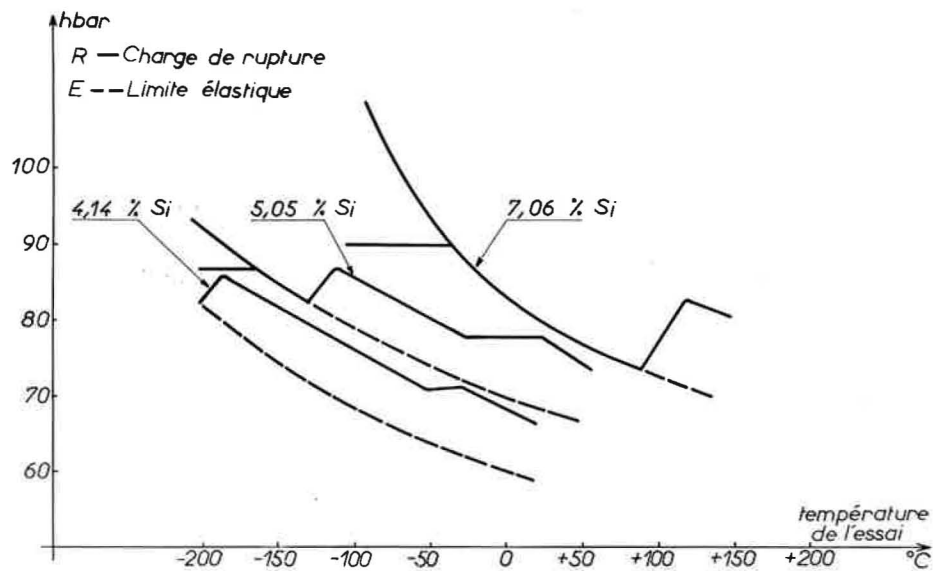


Figure 29 - Diagrammes de traction de trois ferrites à teneurs en silicium différentes.

Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C
après maintien de 3 h.

Vitesse de déformation : 2,9 %/s.

2,26 - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION

Pour un acier donné, l'augmentation de la vitesse de déformation de $2,9 \cdot 10^{-2}$ %/s à 2,9 %/s amène un déplacement du diagramme analogue à celui qui est provoqué par un accroissement de la teneur en silicium (figure 30).

La limite élastique est augmentée de 20 hbar environ; les contraintes σ_m et σ_p restent pratiquement inchangées; la température T_f croît de 30°C environ.

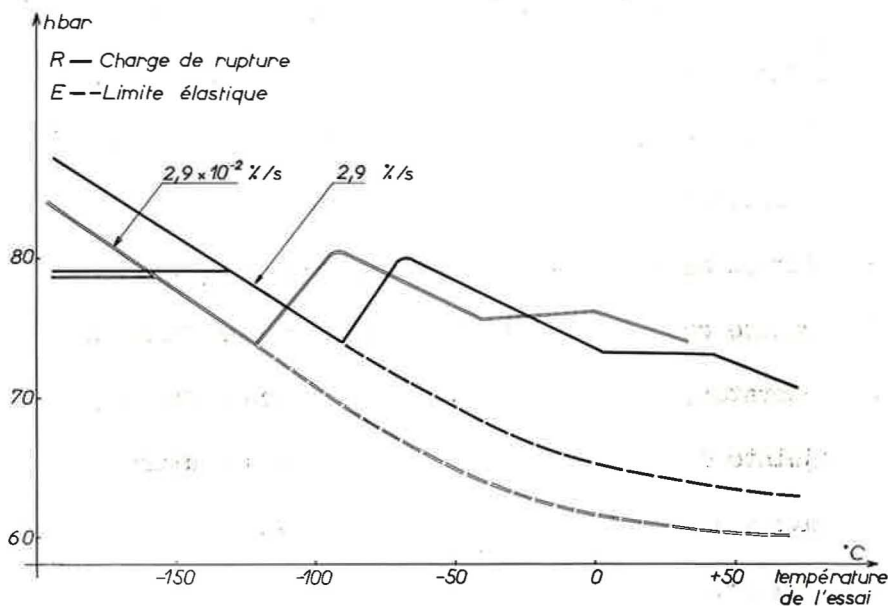


Figure 30 -- Diagrammes de traction obtenus pour une même ferrite avec deux vitesses de déformation différentes.
 Acier à 5,12 % Si et 100 ppmC
 Traitement : trempe à l'eau à partir de 800°C après maintien de 3 h.

2,3 - CONCLUSION

Pour des ferrites contenant de 2 à 7 % Si et montrant un faciès de rupture fragile à clivage intracristallin, nous avons dressé un parallèle entre les résultats d'essais de traction et d'essais de résilience effectués à différentes températures. Dans chaque cas, nous avons déterminé l'évolution des faciès de rupture.

Les essais de traction mettent en évidence suivant l'allongement à la rupture, trois comportements successifs différents du métal quand la température d'essai diminue. On peut ainsi définir trois zones limitées par les températures T_1 et T_2 . A chacune de ces zones correspond un type particulier de rupture :

- ruptures à faciès en partie ductiles pour les températures supérieures à T_1 .

- ruptures plasclivaniques pour les températures comprises entre T_1 et T_2 .
- ruptures perclivaniques pour les températures inférieures à T_2 .

Pour chaque acier étudié, l'examen de son diagramme de traction permet de déterminer simplement la contrainte σ_p qui caractérise la facilité de propagation d'une fissure de clivage.

L'évolution de la répartition des macles s'explique bien en admettant qu'il existe une contrainte critique de maclage. Les ruptures fragiles peuvent être amorcées à basse température par décohesion à l'interface entre une macle et la matrice. L'existence conjointe de ce mécanisme et d'un mécanisme classique d'amorçage par glissement conduit à une répartition bimodale des valeurs de la charge de rupture aux basses températures (10).

CHAPITRE III

INFLUENCE D'UNE PRECIPITATION INTERGRANULAIRE DE CARBURES
SUR LA RUPTURE INTRACRISTALLINE D'ALLIAGES Fe-Si

La construction de courbes de transition de la résilience et de diagrammes de traction nous a permis de comparer les propriétés mécaniques de plusieurs séries de ferrites au silicium à teneur en carbone variable de 100 à 1000 parties par million, après deux traitements thermiques différents :

Un traitement de trempé à l'eau à 800°C fournit un état de référence dans lequel les joints ne contiennent pas de carbures.

Un traitement de trempé et revenu amène une précipitation de cémentite aux joints des grains. Le volume de cette précipitation est variable suivant la teneur en carbone des échantillons.

La présence des précipités intergranulaires provoque, par rapport à l'état de référence une fragilisation dont nous avons cherché à déterminer l'importance et le mécanisme (21).

3,1 - ALLIAGES UTILISES

Dans cette partie de notre étude, nous avons utilisé plusieurs séries d'alliages à teneur en silicium comprise entre 2 % et 6 %, et à teneur en carbone variable de 100 à 1000 parties par million. Les résultats décrits ci-dessous sont valables quelle que soit la teneur en silicium des alliages, dans les limites indiquées.

Le plus grand nombre d'expériences a été réalisé sur une série de ferrites à teneurs en silicium voisines de 4,5 % et ce sont les résultats de ces expériences qui seront généralement pris comme exemple dans la suite de ce chapitre. Les mesures effectuées sur les autres séries nous ont permis d'affirmer que les phénomènes obser-

vés se reproduisaient de façon identique pour des ferrites à teneurs en silicium différentes.

Au cours des traitements thermiques effectués, la température maximale atteinte n'a jamais dépassé 800°C : tous les alliages considérés sont, à cette température, en phase ferritique homogène.

3,2 - TRAITEMENTS THERMIQUES EFFECTUES

Plusieurs auteurs ont signalé que la fragilité inhérente aux aciers au silicium était aggravée par la précipitation de carbures aux joints des grains, qui peut se produire, par exemple, au cours du refroidissement dans les fours industriels utilisés pour le traitement des tôles de transformateurs (22, 23, 24). Des essais préliminaires nous ont montré que l'on peut obtenir, par un traitement de trempe et revenu, une précipitation qui a même nature et même influence sur les propriétés mécaniques que celle formée par refroidissement lent (40°C/h par exemple) à partir de 800°C.

Pour chaque acier étudié, nous avons donc comparé les propriétés mécaniques obtenues après les deux traitements thermiques suivants :

- d'une part, un traitement de trempe à l'eau à 800°C après un maintien de 3 h. Nous dirons que les échantillons ayant subi ce traitement sont dans l'état trempé. Ils ne montrent aucune trace de précipitation aux joints des grains.

- d'autre part, un traitement comprenant la trempe décrite ci-dessus, suivie d'un revenu de 3 h à 500°C arrêté à l'eau. Le revenu provoque la formation, aux joints des grains, de précipités qui sont colorés par attaque au picrate de soude alcalin et sont donc essentiellement formés de cémentite. Nous dirons que les échantillons ayant subi ce traitement sont dans l'état trempé et revenu.

Il est vraisemblable que les précipités formés au cours du revenu contiennent également des nitrures. Toutefois, la teneur en azote de tous les alliages considérés étant voisine de 50 parties par million, on considérera dans la suite de l'étude que

la précipitation de nitrures est identique et son influence sur les propriétés mécaniques constante pour toutes les expériences réalisées.

3,3 - DEPLACEMENT DE LA COURBE DE TRANSITION DUE
A LA PRECIPITATION DES CARBURES

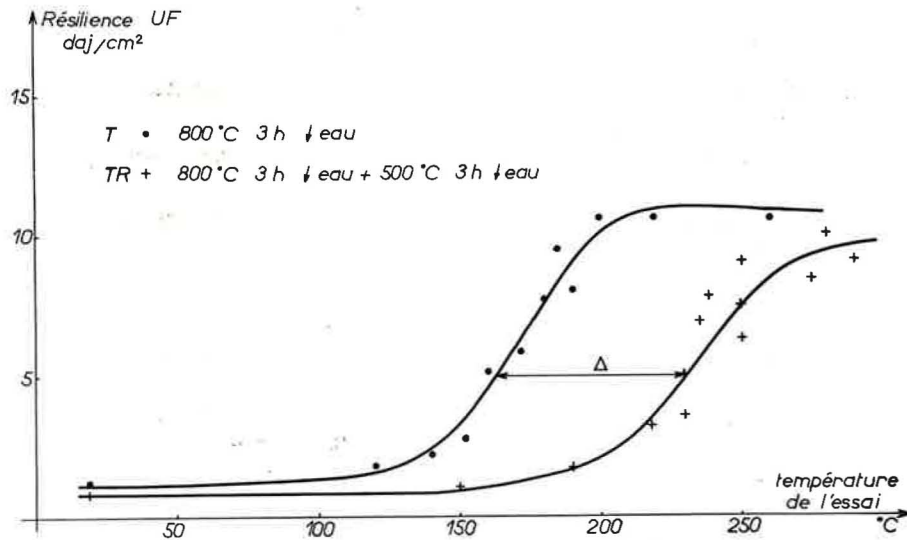


Figure 31 - Courbes de transition d'échantillons trempés et trempés puis revenus.
Acier à 4,45 % Si et 275 ppm de C.

La figure 31 donne l'exemple des courbes de transition obtenues après chacun des traitements décrits ci-dessus pour un acier à 4,45 % de silicium et 275 parties par million de carbone. On voit que la courbe de transition relative aux échantillons trempés puis revenus est déplacée vers les hautes températures. Par contre, le revenu ne modifie pas la hauteur de la branche résiliente.

Les aciers qui ont été ainsi fragilisés par précipitation de carbures aux joints des grains peuvent être régénérés. En effet, si l'on fait subir aux échantillons trempés puis revenus un traitement supplémentaire de trempe à 800°C après

maintien de 3 h, on constate que les précipités de carbures disparaissent et que la courbe de transition reprend sa position initiale. C'est donc bien la présence de précipités qui gouverne le phénomène de fragilisation.

On prendra comme mesure de l'importance de cette fragilisation, l'écart entre les courbes de transition relatives aux échantillons dans les états trempé et trempé puis revenu ($\Delta = 70^\circ\text{C}$ pour l'acier de la figure 31). En effet, la précipitation de carbures ne modifie pas la forme de la courbe de transition mais uniquement sa position dans l'échelle des températures : plus la fragilisation est importante, plus la courbe se déplace vers les hautes températures. La couche de transition des échantillons trempés étant donnée, la connaissance de Δ permet alors de déterminer entièrement la courbe de transition des échantillons trempés puis revenus. Δ peut donc bien servir à caractériser numériquement la fragilisation. On mesure Δ entre les points de chaque courbe correspondant à une résilience de 5 daJ/cm^2 . Δ est donc la différence entre la température de transition des échantillons trempés puis revenus et celle des échantillons trempés (voir 2,13).

La précipitation de cémentite aux joints des grains se traduit également par les déplacements ΔT_1 et ΔT_2 des températures T_1 et T_2 définies au chapitre précédent pour les diagrammes de traction (2,22). Ces écarts ΔT_1 et ΔT_2 sont toutefois plus faibles, pour un même acier, que le déplacement Δ de la courbe de transition de résilience.

3,4 - INFLUENCE DE LA QUANTITE DE CARBURES
PRECIPITEE AUX JOINTS DES GRAINS

3,41 - COURBE DE TRANSITION DES ECHANTILLONS TREMPES A TENEUR EN CARBONE VARIABLE

On a comparé pour chacun des alliages d'une série à teneur en silicium voisine de 4,5 % et à teneur en carbone variable de 100 à 1000 parties par million, les courbes de transition établies après les traitements de trempé et de trempé puis revenu.

La position de la courbe de transition relative aux échantillons trempés ne dépend pas de la teneur en carbone des alliages. A la dispersion des mesures près, on peut en effet considérer que la température de transition est la même pour tous les alliages dans l'état trempé, quelle que soit leur teneur en carbone, ainsi que le montre la figure 32.

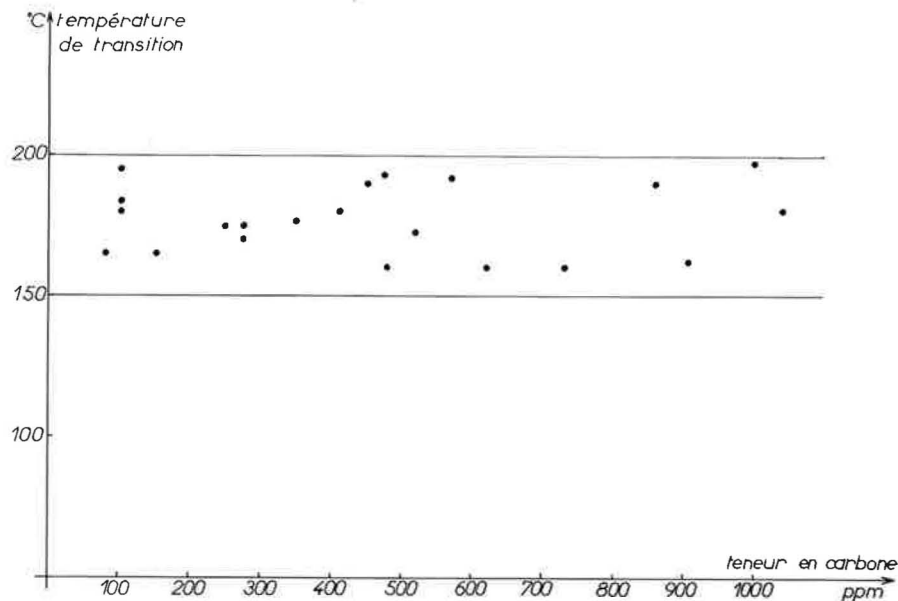


Figure 32 - Température de transition d'aciers ayant des teneurs en carbone variables après le traitement suivant : trempe à l'eau à 800°C après maintien de 3 h.

3,42 - EXISTENCE D'UN MAXIMUM DE LA FRAGILISATION EN FONCTION DE LA TENEUR EN CARBONE

Pour chaque alliage de la série, nous avons mesuré la valeur Δ du déplacement de la courbe de transition consécutif à la précipitation de carbures aux joints.

La figure 33 montre l'évolution de Δ en fonction de la teneur en carbone des aciers considérés. On voit que la fragilisation est maximale pour des teneurs en carbone de l'ordre de 300 parties par million : le déplacement Δ , voisin de

20°C pour une teneur de 100 parties par million, croît régulièrement jusqu'à une valeur de 75°C pour la teneur de 300 parties par million; au-delà de cette dernière teneur Δ décroît de façon régulière et, pour des teneurs supérieures à 500 parties par million, il retrouve des valeurs de l'ordre de 20°C.

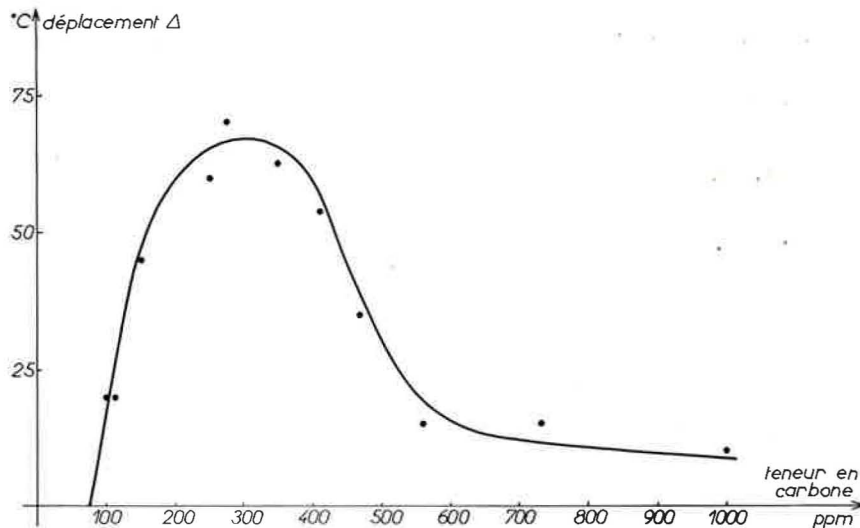


Figure 33 - Variations de l'écart Δ entre les températures de transition dans les états trempé et trempé puis revenu en fonction de la teneur en carbone, pour une série d'aciers à teneurs en silicium voisines de 4,5 %.

3,43 - EXISTENCE D'UN MAXIMUM DE LA QUANTITE DE CARBURES PRECIPITEE AUX JOINTS EN FONCTION DE LA TENEUR EN CARBONE

L'étude micrographique de nos aciers nous a permis de mettre en évidence l'existence d'un maximum du volume de la précipitation de carbures aux joints, quand la teneur en carbone augmente. En effet, par suite du rôle graphitisant du silicium, il y a compétition entre la précipitation du carbone sous forme de graphite d'une part, et sous forme de carbures d'autre part.

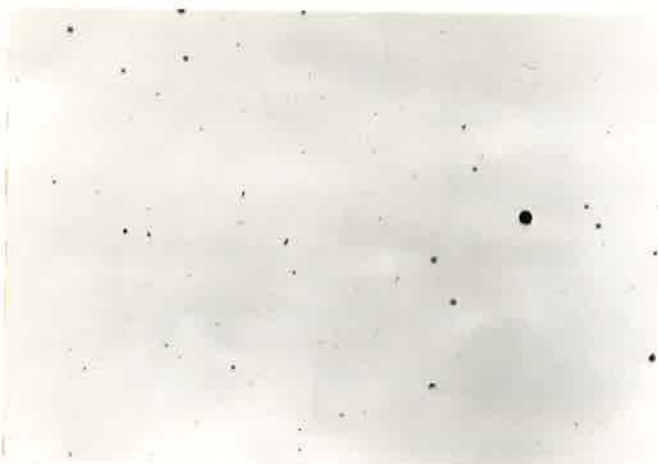
Les micrographies 34 à 39 sont relatives à trois ferrites à teneurs en silicium voisines de 4,5 % et à teneur en carbone de 100, 200 et 910 parties par million respectivement.

La série des figures 34, 35 et 36, montre l'état de précipitation du graphite dans les trois ferrites précédentes. Les observations ont été faites après polissage sur échantillon non attaqué : pour l'alliage à teneur en carbone 100 parties par million, on ne relève aucun nodule de graphite, les seules inclusions visibles étant des inclusions rondes de silice; pour la ferrite à 200 parties par million de carbone, on peut observer seulement quelques rares nodules de graphite; ces nodules sont, par contre, très nombreux et très gros dans l'acier à 910 parties par million de carbone.

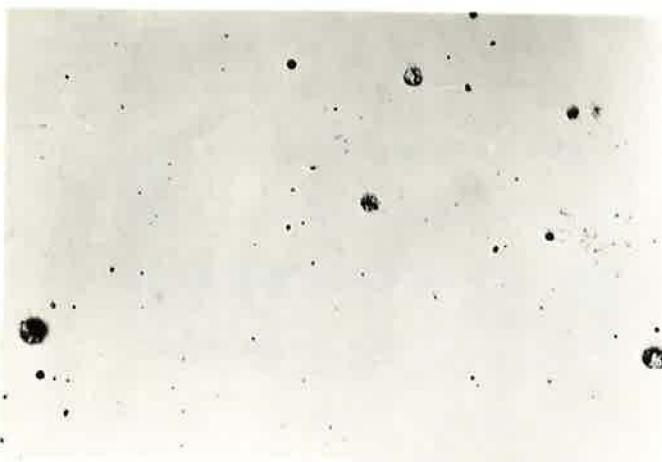
Les micrographies 37, 38 et 39 montrent l'état de précipitation des carbures après revenu, révélé par attaque au picrate de soude alcalin. On voit que la précipitation la plus importante est obtenue pour l'alliage à teneur en carbone intermédiaire de 200 parties par million : on observe en effet dans cette ferrite, un film continu de carbures dans tous les joints et dans un certain nombre de sous-joints, alors que pour les deux autres aciers, la précipitation est discontinue.

Pour ces mêmes ferrites, nous avons pu comparer les teneurs en carbone combiné dans les échantillons qui ont subi un revenu. Pour chaque acier une prise d'essai de 0,5 g a été dissoute dans 30 cm³ d'acide nitrique. La solution obtenue est d'autant plus colorée qu'elle contient plus de carbures. Les mesures faites au spectrophotomètre pour une longueur d'onde de 4 200 Å ont donné les résultats suivants :

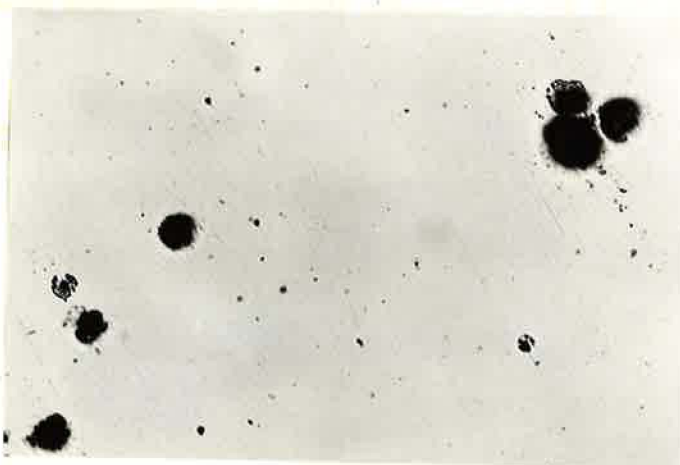
<u>Acier</u>	<u>Déviatiion lue au spectrophotomètre</u>
4,65 % Si 100 ppm de C	70
4,45 % Si 200 ppm de C	80
4,4 % Si 910 ppm de C	67

ETAT DE PRECIPITATION DU GRAPHITE APRES REVENUECHANTILLON NON ATTAQUE G = 200Figure 34

Acier à 4,65 % Si
et 100 ppm de C

Figure 35

Acier à 4,45 % Si
et 200 ppm de C

Figure 36

Acier à 4,4 % Si
et 910 ppm de C

ETAT DE PRECIPITATION DES CARBURES APRES REVENU
ATTAQUE AU PICRATE DE SODIUM ALCALIN G = 800



Figure 37

Acier à 4,65 % Si

et 100 ppm de C

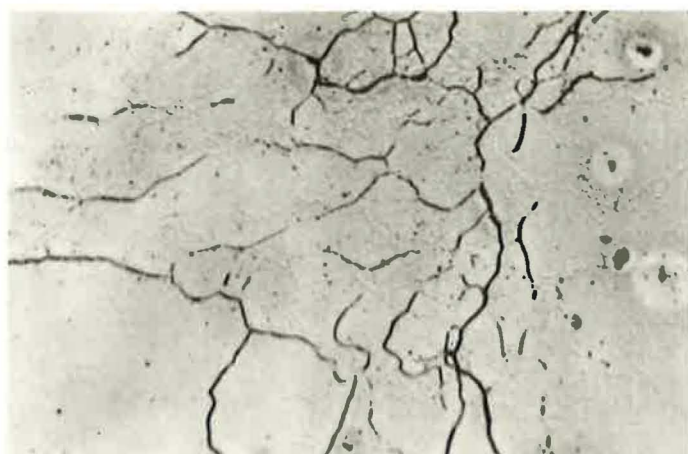


Figure 38

Acier à 4,45 % Si

et 200 ppm de C



Figure 39

Acier à 4,4 % Si

et 910 ppm de C

L'absorption de la solution finale est donc maximale pour l'acier contenant 200 parties par million de carbone, ce qui confirme bien l'existence d'un maximum de précipitation des carbures pour les teneurs en carbone intermédiaires.

Ces observations recourent les résultats obtenus par T. YENSEN dans l'étude micrographique d'alliages à teneur en silicium comprise entre 4 % et 6 % élaborés à partir de fer pur électrolytique (25).

3,44 - INFLUENCE, SUR L'IMPORTANCE DE LA FRAGILISATION, DE LA QUANTITE DE CARBURES PRECIPITEE AUX JOINTS

Mise à part une minime réduction de la grosseur de grain qui n'est pas susceptible d'expliquer la décroissance de la fragilisation pour les alliages à teneurs en carbone supérieures à 300 parties par million, l'augmentation de la teneur en carbone ne produit de modifications notables sur aucun phénomène autre que le volume de la précipitation de carbures.

Nous avons, d'autre part, montré ci-dessus que l'existence de la fragilisation est liée à celle de précipités de carbures dans les joints de grains.

Enfin, nous avons vu dans les paragraphes précédents que, lorsqu'en augmente la teneur en carbone des échantillons, la précipitation des carbures, d'une part, et la fragilisation, évaluée numériquement par le déplacement Δ de la courbe de transition, d'autre part, présentent un maximum dans la même zone de teneurs.

Cet ensemble de résultats permet d'affirmer que l'importance de la fragilisation ne dépend que de la quantité de carbures précipitée aux joints et croît régulièrement avec elle.

3,5 - MECANISME DE L'ACTION FRAGILISANTE DES
CARBURES DANS LES JOINTS DE GRAINS

3,51 - FACIES DE RUPTURE FRAGILE DES ECHANTILLONS CONTENANT DES CARBURES

Le déplacement de la courbe de transition vers les hautes températures, consécutif à la précipitation des carbures aux joints des grains, ne s'accompagne pas d'un changement du faciès des ruptures fragiles. Pour les aciers considérés, les éprouvettes correspondant au palier fragile de la courbe de transition montrent en effet un faciès de clivage intracristallin aussi bien dans l'état trempé puis revenu que dans l'état trempé.

Le rôle des carbures dans les joints de grains n'est donc pas de permettre une rupture totalement intergranulaire mais de modifier les conditions d'amorçage ou de propagation des fissures intracristallines.

On pourrait par exemple envisager le mécanisme suivant (26, 27) : le rôle des carbures serait bien d'abaisser la cohésion le long du joint; des fissures prendraient naissance à l'interface entre un carbure et le métal ou par clivage des carbures eux-mêmes, mais les amorces intergranulaires ainsi formées se propageraient plus facilement le long de plans de clivage à l'intérieur des grains.

Les nombreux examens micrographiques que nous avons réalisés sur des coupes longitudinales médianes des éprouvettes rompues, n'ont jamais permis de déceler d'amorces intergranulaires. Par contre, un échantillon fragilisé contenant 4,9 % de silicium et 210 parties par million de carbone, a été examiné par microfractographie dans les laboratoires de l'IRSID : on décèle sur la surface de rupture des zones intergranulaires recouvertes de précipités (figure 40). Ces amorces ne représentent toutefois qu'une faible partie de la surface de rupture (moins de 5 %), et il est difficile d'affirmer que leur présence suffit, à elle seule, à expliquer le déplacement de la température de transition.



Figure 40 - Zone de rupture intergranulaire dans un alliage à 4,9 % Si et 210 ppm de C, après revenu. Température de l'essai 20°C. Microfractographie réalisée à l'IRSID. $G = 5\ 000 \times 1,4$

3,52 - INFLUENCE DU REVENU SUR LES VALEURS DE LA LIMITE ELASTIQUE

La fragilisation observée pourrait également être due à une augmentation de la limite élastique du métal ayant subi un revenu. On sait en effet que pour un acier donné, un accroissement de la limite élastique peut entraîner une fragilité plus importante. Si on considère un diagramme de traction, par exemple, on voit que, la contrainte

σ_p qui caractérise la facilité de propagation d'un clivage restant constante, une augmentation de E produirait un déplacement vers les hautes températures de la température T_2 de transition entre les ruptures perclivanique et plasclivanique (Cf. 2,223). La température T_1 et la température de transition de résilience suivraient une évolution analogue.

Or, les essais de traction que nous avons effectués montrent que la limite élastique est, au contraire, abaissée par le revenu. La diminution de E reste du même ordre de grandeur (3 à 5 hbar pour une ferrite à 5 % Si) quelle que soit la vitesse de déformation employée (entre 0,01 %/s et 3 %/s).

3,53 - INFLUENCE DU REVENU SUR LA VALEUR DE LA CONTRAINTE σ_p

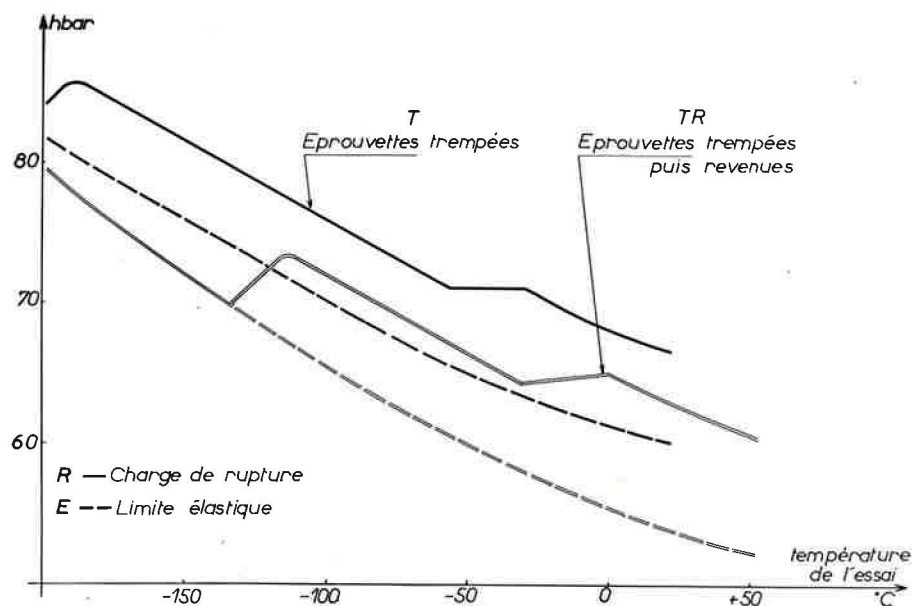


Figure 41 - Diagrammes de traction d'éprouvettes d'un même acier dans les états trempé et trempé puis revenu.
Acier à 4,14 % Si et 370 ppm de C.

La figure 41 montre les diagrammes de traction obtenus pour une ferrite à 4,14 % de silicium et 370 parties par million de carbone dans les états trempé et trempé puis revenu. On voit que la transition de l'allongement est déplacée vers les hautes températures pour les échantillons revenus. Le déplacement ΔT_1 est d'autant

plus important que la vitesse de déformation est plus élevée, ce qui peut expliquer en partie que, pour un même acier, cet écart soit plus faible que l'écart Δ des températures de transition de résilience.

On observe également un déplacement ΔT_2 de la température T_2 . De façon générale, ΔT_2 est supérieur à ΔT_1 . La figure 42 montre que l'augmentation de T_2 , consécutive au revenu, se produit malgré l'abaissement de la limite élastique et qu'elle traduit une diminution de la contrainte σ_p , que nous avons interprétée comme étant la contrainte nécessaire à la propagation d'une fissure de clivage (2,223). Suivant cette interprétation, le rôle des carbures dans les joints de grains serait donc de faciliter la propagation des fissures de clivage.

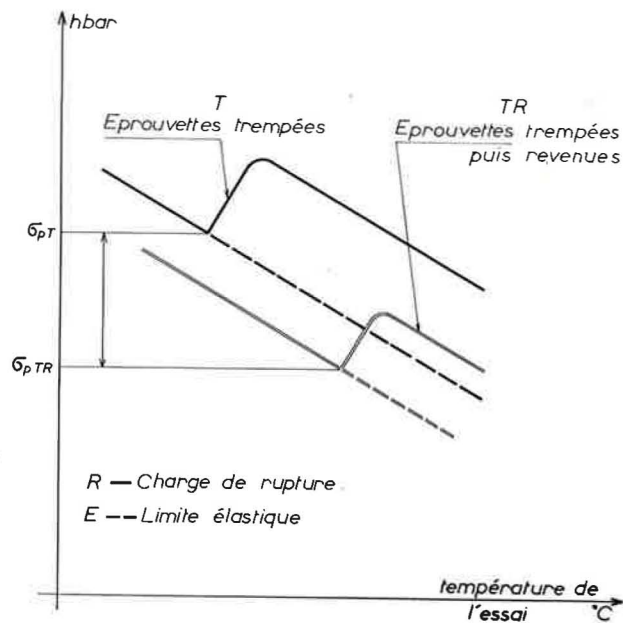


Figure 42 - Diminution de la valeur de la contrainte σ_p consécutive au revenu.

3,54 - MECANISME PROPOSE

L'observation des faciès de rupture et l'interprétation des diagrammes de traction conduisent donc à penser que la présence de carbures aux joints agit sur les conditions de propagation des clivages plutôt que sur leurs conditions d'amorçage.

Nous suggérons alors d'expliquer le rôle fragilisant de la cémentite aux joints des grains par le mécanisme décrit ci-dessous.

Lorsque la fissure progresse à l'intérieur d'un grain, l'énergie nécessaire à cette propagation ne dépend pas de ce qui se passe au joint. Or, mise à part une réduction minime de la limite élastique, les propriétés mécaniques des cristaux isolés ne sont pas modifiées par le traitement de revenu. La progression d'une fissure à l'intérieur même du grain n'est donc pas affectée par le traitement de revenu ni par la précipitation de carbures aux joints qui en résulte.

Mais, lorsque la fissure arrive sur un joint, elle est bloquée. Pour qu'elle reparte, il faut lui fournir une énergie supplémentaire, énergie qui ne peut être créée que par une déformation supplémentaire de l'échantillon. Cette déformation serait d'autant plus faible que la cohésion des régions intergranulaires est plus faible.

Le développement d'une rupture fragile comporte trois stades successifs (14, 28) : l'amorçage d'une fissure de clivage, sa propagation à l'intérieur du grain et enfin sa propagation d'un grain à l'autre qui permet à la fissure d'atteindre une taille du même ordre de grandeur que les dimensions de l'échantillon. C'est donc le stade du franchissement des joints de grains qui serait facilité par la présence de carbures dans le joint. Certaines zones limitées de décohésion intergranulaire peuvent d'ailleurs se former au cours du franchissement des joints. L'explication proposée n'est donc nullement incompatible avec l'existence d'amorces intergranulaires de faible étendue.

3,6 CONCLUSION

Nous avons comparé les propriétés mécaniques de plusieurs séries de ferrites à teneurs en silicium comprises entre 2 % et 6 % et à teneurs en carbone variables de 100 à 1000 parties par million, après deux traitements thermiques différents.

Après un traitement de trempe à l'eau à 800°C, fournissant un état de référence dans lequel les joints de grains ne contiennent pas de carbure, la position de la courbe de transition est indépendante de la teneur en carbone des échantillons.

Un traitement de trempe et revenu amène une précipitation de cémentite aux joints des grains. Cette précipitation provoque, par rapport à l'état de référence, une fragilisation dont l'importance peut être évaluée par le déplacement qui en résulte, de la courbe de transition vers les hautes températures.

Ce déplacement croît avec la quantité de carbures précipités aux joints, quantité qui est elle-même variable suivant la teneur en carbone des échantillons. Il ne se traduit pas par un changement du faciès des ruptures fragiles qui se produisent dans tous les cas par clivage intracristallin.

Le rôle fragilisant des carbures consiste probablement à faciliter la propagation des fissures de clivage d'un grain à l'autre, à travers le joint, ainsi que cela est suggéré par l'examen des diagrammes de traction.

CHAPITRE IV

FRAGILITE INTERGRANULAIRE DES FERS & DES FERRITES
AU SILICIUM A TRES BAS CARBONE

Par un traitement de maintien sous vide à haute température en phase solide, nous avons pu obtenir une décarburation et une dénitruration importantes, dans des fers et des ferrites au silicium qui contenaient au départ de 60 à 100 parties par million de carbone et environ 50 parties par million d'azote. Pour chaque alliage décarburé, nous avons tracé la courbe de transition de la résilience après trempe à l'eau à 800°C.

En faisant varier les conditions du traitement de décarburation, il était possible de préparer des séries de ferrites à teneurs en carbone et azote décroissantes. Pour des séries d'alliages à pourcentage en silicium constant, nous avons donc pu déterminer l'évolution des propriétés mécaniques quand les teneurs en carbone et en azote diminuent.

Une étude parallèle menée sur des ferrites au silicium élaborées sous vide, a permis de confirmer les résultats obtenus avec des alliages décarburés en phase solide.

Nous avons cherché à expliquer le comportement particulier des fers et ferrites au silicium à très bas carbone (29).

4,1 - DECARBURATION SOUS VIDE EN PHASE SOLIDE

Nous avons fait subir un traitement de décarburation sous vide en phase solide, à plusieurs séries de ferrites contenant de 1 à 6 % de silicium d'une part et d'alliages Fe-C d'autre part. Il se produit également une dénitruration au cours de ce traitement.

4,11 -- DESCRIPTION DU TRAITEMENT4,111 -- Principe du traitement.

Les échantillons étaient maintenus à haute température sous une pression résiduelle de l'ordre de 5×10^{-3} mm de mercure. Le carbone est probablement extrait sous forme de CO résultant de la combinaison avec l'oxygène du métal. Une oxydation superficielle préalable des échantillons permet éventuellement d'accélérer la décarburation.

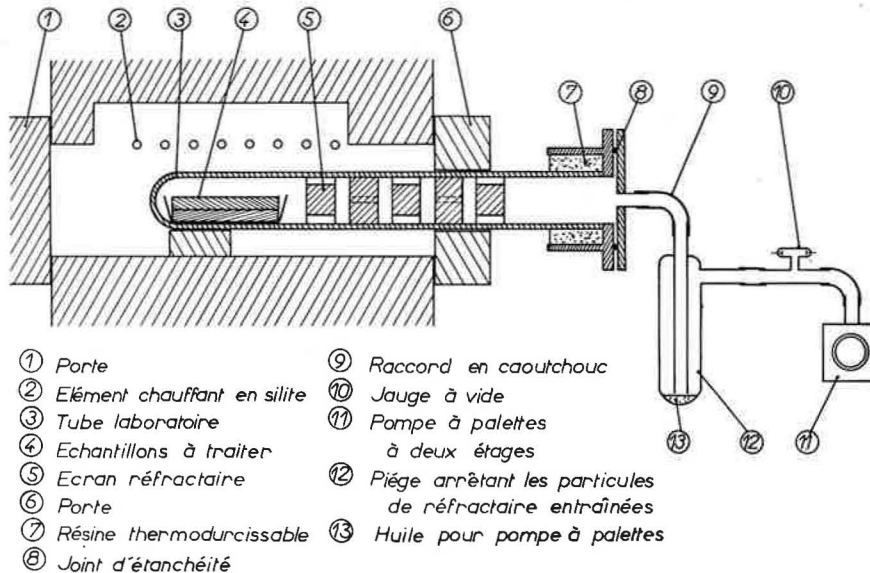
4,112 -- Dispositif utilisé.

Figure 43 -- Dispositif employé pour la décarburation des fers et ferrites au silicium.

La figure 43 montre le four et le système de pompage utilisés. Nous avons successivement employé des tubes laboratoire en sillimanite et en alumine frittée,

Les nacelles supportant les échantillons étaient en alumine pure.

Un flasque est scellé à l'extrémité du tube laboratoire à l'aide de résine thermodurcissable. L'emploi conjugué, d'écrans thermiques à l'intérieur du tube d'une part, et d'un refroidissement par air pulsé sur l'extrémité du tube d'autre part, évite la fusion de la résine au cours du fonctionnement.

4,113 - Conditions du traitement.

La teneur en carbone initiale des échantillons était comprise entre 60 et 100 parties par million; leur teneur en azote était voisine de 50 parties par million.

La décarburation était pratiquée sur des ébauches carrées de côté 12 mm, en général brutes d'usinage. Certains échantillons étaient parfois préalablement recouverts d'une couche superficielle d'oxyde : le traitement employé pour cela comprenait un maintien de quelques heures à 1000°C suivi d'un refroidissement dans le four, suffisamment lent pour que la couche oxydée reste adhérente au métal.

Suivant l'importance de la purification recherchée, nous avons fait varier la température de traitement entre 1250°C et 1400°C et le temps de maintien entre 20 heures et 80 heures.

Le refroidissement se faisait four coupé : la température tombe à 900°C en 2 heures, il faut ensuite 24 heures environ pour atteindre des températures voisines de 100°C permettant le défournement.

4,12 - RESULTATS DU TRAITEMENT

4,121 - Teneurs finales obtenues.

Nous avons couramment préparé, grâce au traitement décrit, des alliages à teneurs de 20 parties par million en carbone et 30 parties par million en azote. Les teneurs les plus basses qui aient été obtenues sont de 9 parties par million en carbone et 15 parties par million en azote : il est certes plus difficile de les atteindre, mais il ne semble pas, toutefois, qu'elles constituent la limite inférieure des teneurs accessibles par la méthode décrite. En particulier, l'emploi de cycles

faisant alterner décarburations sous vide et traitements d'écrouissage ou d'oxydation superficielle devrait permettre l'obtention de teneurs encore plus basses.

4,122 - Perte en silicium.

Au cours de la décarburation, il se produit une perte en silicium par évaporation qui peut atteindre 0,5 % au maximum (un acier à 5 % de silicium avant décarburation aurait dans ce cas une teneur finale de 4,5 %). La perte observée est évidemment d'autant plus importante que la température de traitement est plus élevée et le temps de maintien plus long.

4,123 - Grossissement du grain.

Le maintien à haute température produit un grossissement important du grain. On peut en effet atteindre dans les cas les plus défavorables des dimensions correspondant à 2 ou 3 grains/mm². Il ne nous a pas été possible d'affiner le grain par des traitements ultérieurs d'écrouissage et recristallisation.

Le grossissement observé est régulier c'est-à-dire qu'il n'y a pas de croissance exagérée de certains grains par rapport aux autres.

La diminution de la température de traitement et, dans une moindre mesure, celle du temps de maintien, permettent de limiter le grossissement du grain. Nous verrons ci-dessous que, de toute façon, l'accroissement des dimensions du grain n'est pas susceptible d'expliquer à lui seul les phénomènes de fragilisation observés.

4,124 - Modification de l'aspect micrographique des joints.

Les micrographies 44 et 45 sont relatives à une même ferrite contenant au départ 4,65 % de silicium. La figure 44 montre l'aspect du joint avant le traitement de décarburation : la teneur en carbone de l'alliage est alors de 65 parties par million, et la teneur en azote de 50 parties par million. On voit que le joint a une allure très tourmentée.

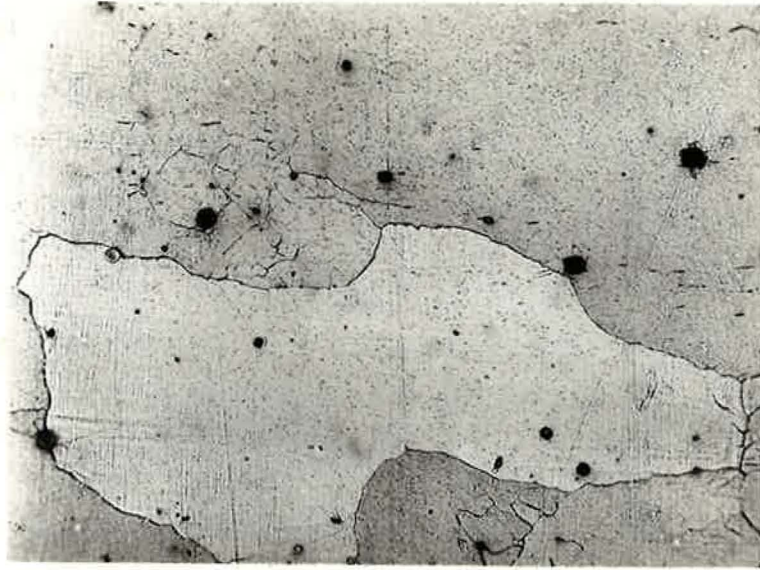


Figure 44 - Aspect micrographique des joints dans un acier non décarburé.
Attaque : Nital 10 % G = 250

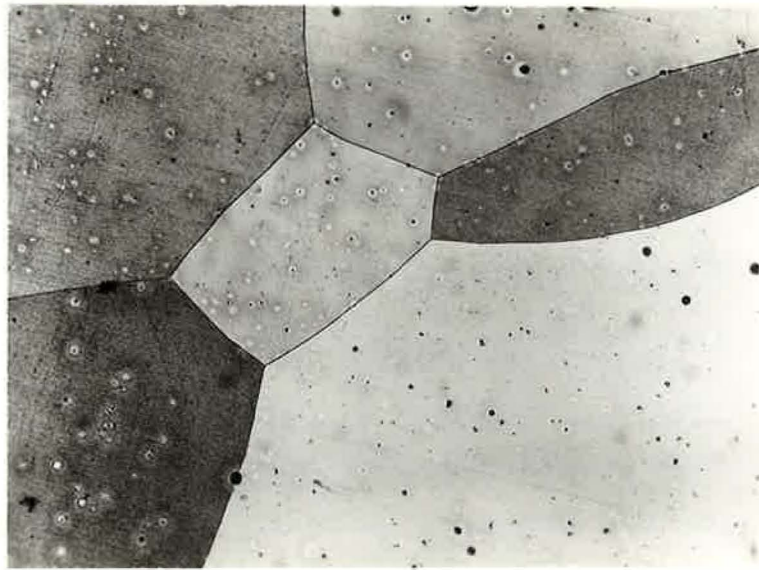


Figure 45 - Aspect micrographique des joints dans le même acier après décarburation de 20 heures à 1350°C.
Attaque Nital 10 % G = 150

Après un maintien de 20 heures à 1350°C, l'acier a une teneur en carbone de 10 parties par million et une teneur en azote de 20 parties par million. Le pourcentage de silicium est tombé à 4,45 %. Comme le montre la figure 45, les joints ont alors un aspect net et rectiligne.

4,2 - RUPTURE INTERGRANULAIRE DES ALLIAGES A TENEUR EN
CARBONE INFERIEURE A UNE TENEUR CRITIQUE

Nous avons donc pu construire les courbes de transition de la résilience d'alliages à teneurs en carbone et azote décroissantes.

4,21 - REALISATION DES EXPERIENCES

Pour chaque acier, nous avons procédé de la manière suivante. Le traitement de décarburation était effectué sur des ébauches carrées de côté 12 mm ainsi qu'il a été indiqué ci-dessus. On faisait ensuite subir à ces ébauches un traitement thermique comprenant un maintien de 3 heures à 800°C suivi d'une trempe à l'eau. Les éprouvettes de résilience étaient alors usinées et la courbe de transition tracée. Enfin, sur un certain nombre d'éprouvettes rompues, on prélevait des copeaux pour les dosages du carbone, de l'azote et du silicium.

4,22 - FACIES DE RUPTURE A TEMPERATURE AMBIANTE

L'examen du faciès des ruptures fragiles à température ambiante permet de classer les alliages décarburés en deux catégories différentes.

Certains aciers montrent un faciès de clivage intracristallin, comme les ferrites non décarburées (figure 46).

Dans d'autres cas, au contraire, la rupture à température ambiante se fait par décohésion intergranulaire (figure 47).



Figure 46 - Rupture par clivage intracristallin dans un acier décarburé.
 Acier à 2,05 % Si et 30 ppm C.
 Température de l'essai : 20°C.
 Attaque Nital 10 % G = 140.

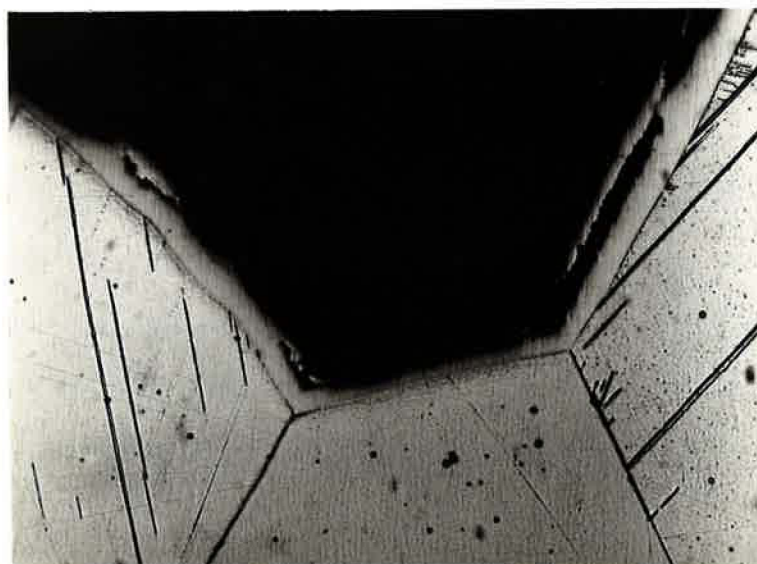


Figure 47 - Rupture intergranulaire dans un acier décarburé.
 Acier à 1,95 % Si et 20 ppm de C.
 Température de l'essai 20°C.
 Attaque Nital 10 % G = 200.

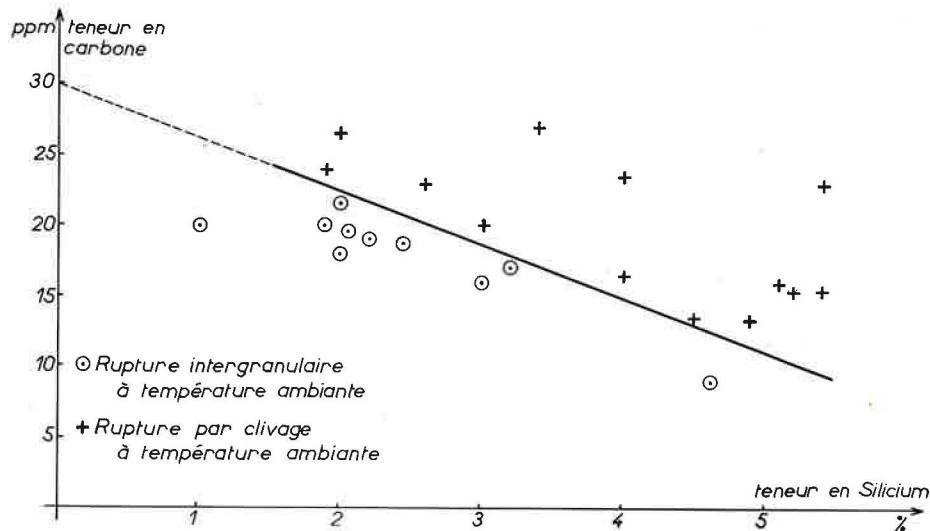
4,23 - EXISTENCE D'UNE TENEUR CRITIQUE EN CARBONE

Figure 48 - Evolution de la teneur critique en carbone en fonction de la teneur en silicium.

Sur le diagramme de la figure 48, nous avons porté, en abscisses la teneur en silicium, et en ordonnées la teneur en carbone, de différents alliages décarburés. Chaque alliage peut être représenté par un point du diagramme. Les aciers montrant à température ambiante un faciès de clivage intracristallin sont indiqués par des croix, alors que ceux qui se rompent par décohésion intergranulaire sont indiqués par des cercles.

On voit que l'on peut trouver une ligne transversale, divisant le diagramme en deux régions, telle que tous les alliages se rompant suivant un même mode à température ambiante aient leurs points représentatifs groupés dans une même région. Les aciers se rompant par décohésion intergranulaire se trouvent au-dessous de la ligne indiquée, alors que ceux qui montrent un faciès de clivage intracristallin sont tous situés au-dessus de celle-ci.

Il existe donc pour chaque pourcentage de silicium, une teneur critique en carbone en-dessous de laquelle apparaît la fragilité intergranulaire. La ligne frontière tracée sur le diagramme de la figure 48 représente la courbe des valeurs de cette teneur critique en fonction des pourcentages de silicium.

On voit que, pour faire apparaître la décohé-sion intergranulaire, il faut atteindre des teneurs en carbone d'autant plus basses que l'acier contient plus de silicium. Pour les teneurs inférieures à 1 % de silicium, la courbe des teneurs critiques remonte sans doute assez rapidement : on voit en effet qu'en prolongeant (figure 48) la courbe qui a été tracée pour des teneurs en silicium comprises entre 1,5 % et 5 %, on trouverait une valeur d'environ 30 parties par million pour la teneur critique d'alliages Fe-C ne contenant pas de silicium. Or des alliages Fe-C à 65 parties par million de carbone, que nous avons étudiés, montrent déjà des ruptures fragiles intergranulaires. Par contre, un fer contenant 100 parties par million de carbone montre une rupture fragile intracristalline. La teneur critique, pour les alliages Fe-C est donc comprise entre ces deux valeurs.

4,24 - EXPERIENCES DE RECARBURATION

De manière à déterminer si le phénomène observé était réversible, nous avons réintroduit du carbone dans un échantillon de fer décarburé qui contenait 40 parties par million de carbone et montrait donc une rupture fragile intergranulaire. La recarburation a été pratiquée en maintenant l'échantillon pendant 48 heures à 700°C dans un ciment en poudre. Ensuite l'échantillon a été homogénéisé par maintien de 3 heures à 1000°C sous atmosphère d'argon. Nous avons obtenu une teneur finale de 95 parties par million. Le faciès de rupture fragile est alors redevenu le clivage intracristallin.

Le même traitement a été appliqué à une éprouvette d'un acier décarburé contenant 1,95 % de silicium et 20 parties par million de carbone, teneur qui est inférieure à la teneur critique. Après recarburation, la teneur moyenne en carbone

était de 180 parties par million et la rupture fragile se faisait à nouveau par clivage intracristallin.

Malgré leur nombre restreint, ces expériences permettent de penser que l'on se trouve en présence d'un phénomène réversible qui est gouverné par la teneur en carbone. Des résultats analogues ont, d'ailleurs, été décrits, il y a une dizaine d'années, dans le cas d'alliages Fe-C (30). Le rôle bénéfique du carbone dans divers autres cas de fragilité intergranulaire d'alliages purs à base de fer a également été étudié (31).

4.25 - INFLUENCE DE LA GROSSEUR DE GRAIN

Il ne peut être question d'expliquer l'apparition de la rupture intergranulaire par le grossissement du grain qui accompagne la décarburation. En effet, les grosseurs de grain d'alliages ayant des teneurs en carbone situées de part et d'autre de la teneur critique sont semblables. Il est même fréquent que des alliages se rompant par clivage intracristallin aient un grain plus gros que des alliages montrant une rupture intergranulaire.

Nous avons voulu nous assurer définitivement que le facteur déterminant l'apparition de la fragilité intergranulaire n'était ni le grossissement du grain, ni un quelconque effet analogue à la surchauffe, dû au maintien prolongé à haute température et indépendant de la teneur en carbone finale des alliages. L'expérience suivante a donc été réalisée : deux lots d'éprouvettes d'une même ferrite à 2 % de silicium ont subi en même temps le traitement de décarburation; leurs grosseurs de grain après traitement se trouvaient donc identiques. Les échantillons du premier lot avaient été préalablement oxydés et leur teneur en carbone finale (22 ppm) se trouva inférieure à la teneur critique de l'acier considéré : ils ont donné une rupture entièrement intergranulaire à température ambiante. Les éprouvettes du second lot n'avaient pas été oxydées avant traitement : leur décarburation a donc été moins rapide et la teneur finale obtenue (28 ppm) resta supérieure à la teneur critique; les essais à température ambiante montrèrent un faciès de rupture de clivage intracristallin.

Si l'existence même du phénomène observé ne peut donc être liée aux variations de la dimension des grains, il est probable que ces variations sont néanmoins susceptibles de modifier pour chaque acier, les valeurs de la teneur critique.

4,26 - FACIES DE RUPTURE A LA TEMPERATURE DE L'AZOTE LIQUIDE

Pour des aciers qui ont, à température ambiante, un faciès de rupture entièrement intergranulaire, des essais à la température de l'azote liquide montrent une réapparition du faciès de clivage intracristallin.

Un acier à 4,5 % de silicium et 10 parties par million de carbone se rompt de façon entièrement intergranulaire dans un essai à température ambiante. Une éprouvette d'un tel acier, cassée à la température de l'azote liquide, montre au contraire une rupture entièrement intracristalline. Pour un tel alliage, il existe donc, entre la température ambiante et celle de l'azote liquide, une température de transition entre les modes de rupture fragile, intergranulaire d'une part et intracristallin d'autre part. Toutefois, pour aucun alliage nous n'avons déterminé cette température avec précision. Il est d'ailleurs probable qu'il existe une zone de transition assez large dans laquelle on rencontre conjointement les deux faciès.

Par exemple, dans le cas d'un acier à 2 % de silicium et 20 parties par million de carbone, la rupture à l'ambiante est entièrement intergranulaire alors que l'on observe à la température de l'azote liquide un faciès mixte : clivages et décohesion intergranulaire. On doit donc se trouver, à cette température, dans la zone de transition entre les deux modes de rupture fragile.

D'une manière générale, on observe que, dans tous les cas où le faciès de rupture est mixte, les ruptures par clivage affectent d'abord les grains les plus gros.

4,3 - INFLUENCE DE LA DECARBURATION SUR LES
PROPRIETES MECANIQUES

Pour chaque acier décarbure, nous avons tracé la courbe de transition de la résilience avec des éprouvettes de type UF après traitement de trempe à l'eau à 800°C. Comme nous disposons de séries d'alliages à teneur en silicium sensiblement constantes et à teneurs en carbone décroissantes, nous avons pu suivre l'évolution des propriétés mécaniques quand la teneur en carbone diminue.

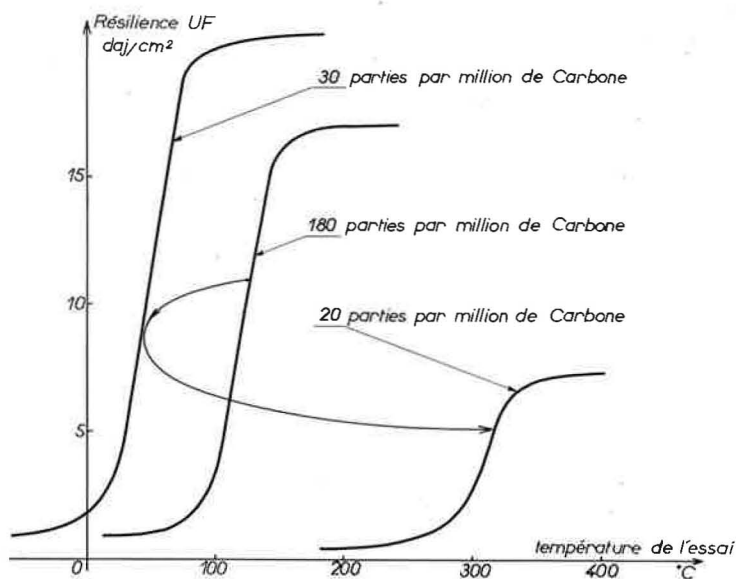


Figure 49 - Courbes de transition de trois aciers à teneurs en silicium voisines de 2 % et à teneurs en carbone différentes,
 Traitement : trempe à l'eau à 800°C après maintien de 3 heures.

La figure 49 montre, par exemple, les courbes de transition de trois aciers à pourcentage en silicium voisin de 2 % et à teneurs en carbone différentes. La courbe du milieu est relative à un alliage non décarbure qui contient 180 parties par million

de carbone ; elle constitue l'état de référence. Dans cet acier la rupture fragile se fait, naturellement, par clivage intracristallin.

La courbe de gauche correspond à un acier décarburé contenant 30 parties par million de carbone après décarburation ; cette teneur est supérieure à la teneur critique pour l'alliage considéré ; la rupture fragile se produit donc toujours par clivage intracristallin. On voit que la décarburation entraîne une amélioration importante des propriétés mécaniques : la courbe de transition s'est déplacée de 60°C environ vers les basses températures ; de même la résilience maximale atteinte est augmentée de 8 daJ/cm² par rapport aux valeurs prises dans le cas de l'acier non décarburé.

La courbe de droite est relative à un acier décarburé dont la teneur en carbone (20 parties par million) est inférieure à la teneur critique ; la rupture fragile se fait par décohésion intergranulaire. On voit que l'apparition de ces ruptures intergranulaires entraîne une fragilisation considérable : la courbe de transition est rejetée vers les hautes températures et la résilience maximale est abaissée à des valeurs très faibles.

Nous avons rassemblé les résultats obtenus pour une série d'alliages à teneur en silicium voisine de 2 % et à teneurs en carbone variables. Les figures 50 et 51 donnent les variations de la température de transition et de la résilience maximale en fonction de la teneur en carbone, après trempe à l'eau à 800°C. On peut distinguer trois régions différentes sur ces courbes ; Pour les alliages à forte teneur en carbone la température de transition et la résilience maximale sont indépendantes de la teneur en carbone après trempe à l'eau à 800°C. Pour des aciers à teneur en carbone intermédiaire, supérieure à la teneur critique, les propriétés mécaniques sont améliorées de façon sensible : la température de transition est abaissée et la résilience maximale est augmentée. Cette amélioration se produit malgré l'accroissement de la grosseur de grain qui accompagne toujours la décarburation. Mais, pour des alliages ayant des teneurs en carbone inférieures à la teneur critique, il y a détérioration

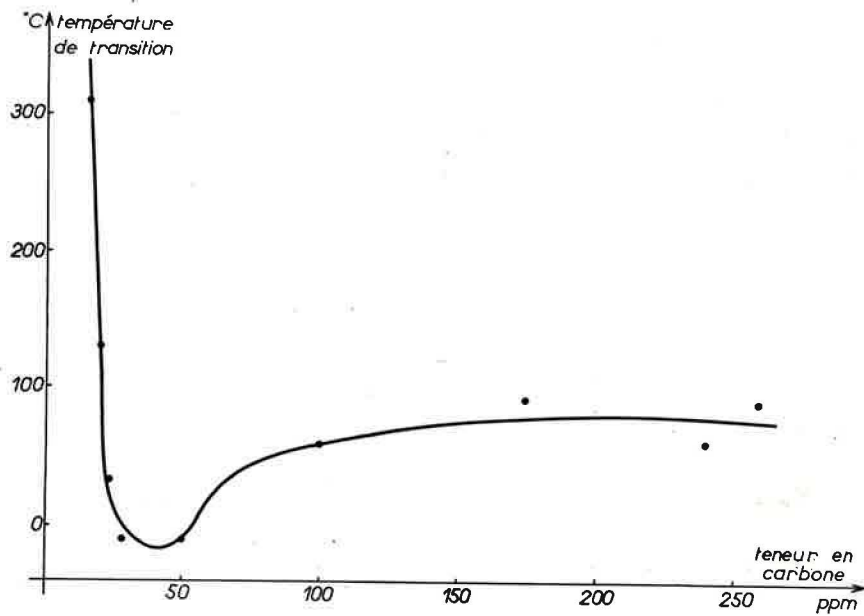


Figure 50 -- Variations de la température de transition en fonction de la teneur en carbone, pour des aciers à teneur en silicium voisine de 2 %.

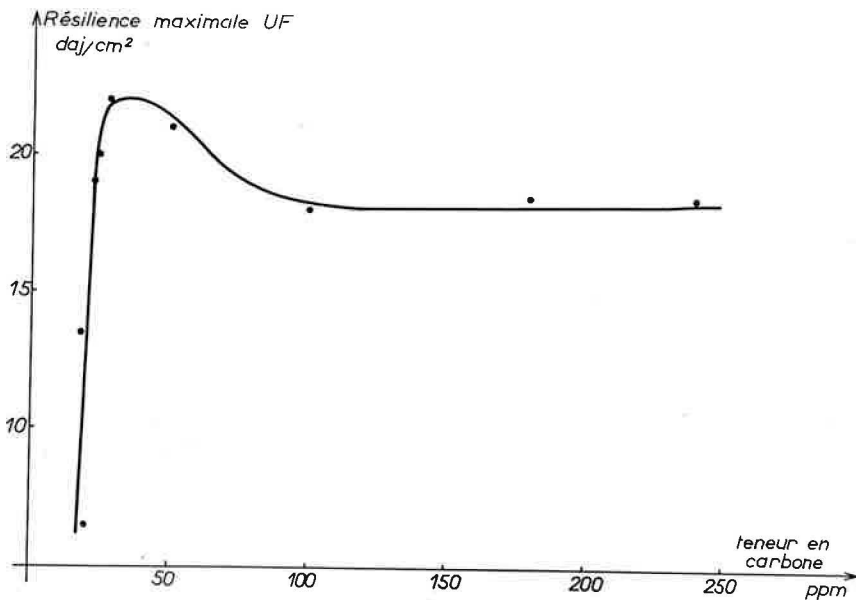


Figure 51 - Variations de la résilience maximale en fonction de la teneur en carbone, pour des aciers à teneur en silicium voisine de 2 %.

très rapide des propriétés mécaniques. La fragilisation intergranulaire observée est d'autant plus importante que la teneur en carbone de chaque alliage s'écarte de sa teneur critique.

4,4 - ALLIAGES ELABORES SOUS VIDE

Nous avons pu mener une étude parallèle sur des aciers élaborés sous vide, qui nous ont été fournis par le laboratoire du Département des Recherches d'Unieux de la Compagnie des Ateliers & Forges de la Loire. Il était très intéressant de pouvoir vérifier les résultats obtenus, au cours des expériences décrites ci-dessus, en utilisant des alliages élaborés de façon différente. En particulier, dans ces alliages élaborés sous vide, on compte 50 à 100 grains par mm^2 . La taille des grains est donc beaucoup plus faible que pour les aciers décarburés en phase solide à haute température. Nous avons disposé de deux séries d'alliages :

4,41 - ALLIAGES A TENEUR EN SILICIUM CONSTANTE

La première série était composée de cinq aciers qui avaient tous une teneur en silicium voisine de 3,25 % mais des teneurs en carbone échelonnées de 20 à 250 parties par million. Pour chaque acier nous avons déterminé la courbe de transition après trempe à l'eau à 800°C.

Les phénomènes décrits dans le paragraphe précédent pour les aciers décarburés en phase solide, se reproduisent de façon identique pour ces alliages élaborés sous vide : une purification limitée a un rôle bénéfique qui se traduit par une diminution de la température de transition et une augmentation de la résilience maximale; au-dessous d'une certaine teneur en carbone, par contre, la rupture fragile des échantillons se fait, au moins en partie, par décohésion intergranulaire ce qui entraîne un accroissement important de la température de transition et une diminution de la résilience maximale. Le remplacement des ruptures à clivage par des ruptures

intergranulaires se fait toutefois de manière plus progressive que pour les alliages décarburés en phase solide. D'autre part, la valeur de la teneur critique est plus forte pour ces alliages que pour un acier à 3,25 % de silicium décarburé en phase solide.

Le tableau ci-dessous donne les températures de transition et les résiliences maximales des cinq ferrites élaborées sous vide. Outre les teneurs en silicium et en carbone, nous avons indiqué les teneurs en azote et en oxygène pour chaque alliage.

Teneur en Si %	Teneur en C ppm	Température de transition °C	Résilience maximale daJ/cm ²	Faciès de rupture fragile à l'ambiante	Teneur en azote ppm	Teneur en oxygène ppm
3,27	250	+ 115	21	Clivage	35	26
3,5	45	+ 60	28	Clivage	45	30
3,16	28	+ 100	21	Clivage + Inter	65	24
3,36	24	+ 115	20	Clivage + Inter	40	28
3,27	20	+ 135	17	Inter + Clivage	35	26

4,42 - ALLIAGES A TENEUR EN CARBONE CONSTANTE

Les six aciers de la seconde série avaient des teneurs en carbone voisines de 30 parties par million (teneurs extrêmes 25 ppm et 40 ppm). Par contre leurs teneurs en silicium s'échelonnaient entre 1 et 6 %. Nous avons de même tracé la courbe de transition de la résilience après trempe à l'eau à 800°C.

Sur la figure 52, nous avons porté la température de transition de chaque alliage en fonction de sa teneur en silicium. L'évolution de la température de transition s'explique bien si l'on se rappelle que la teneur critique en carbone est décroissante quand le pourcentage en silicium augmente. La valeur de 30 parties par million de la teneur en carbone est égale à la teneur critique pour un acier qui contiendrait environ 3,5 % de silicium.

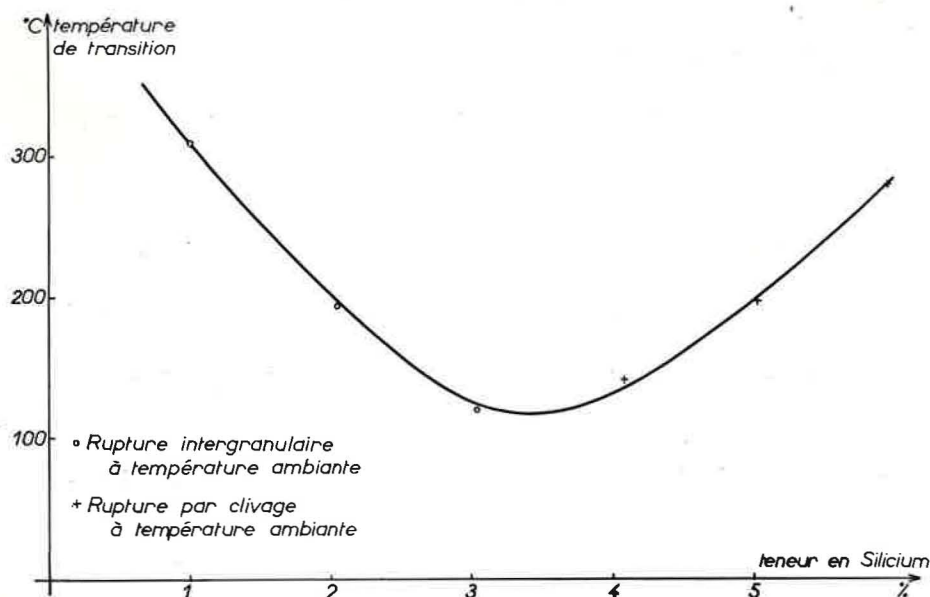


Figure 52 - Variations de la température de transition en fonction de la teneur en silicium, pour des aciers élaborés sous vide à teneur en carbone voisine de 30 ppm.

Tous les alliages de la série ayant une teneur en silicium supérieure à 3,5 % ont donc une teneur critique inférieure à 30 parties par million. Leur rupture fragile se fait par clivage intracristallin et la température de transition évolue de façon habituelle : elle est croissante quand le pourcentage de silicium augmente.

Au contraire, dans les alliages de la série à teneur en silicium inférieure à 3,5 %, la teneur critique en carbone est supérieure à 30 parties par million. Pour ces aciers, il y a donc fragilisation intergranulaire (figure 53) : cette fragilisation est d'autant plus importante que l'écart, entre la teneur en carbone de chaque acier et sa teneur critique, est plus grand. Or la teneur en carbone de tous les alliages de la série reste sensiblement constante alors que leur teneur critique croît quand le pourcentage de silicium augmente. La fragilisation intergranulaire est donc d'autant plus forte que la teneur en silicium est plus basse. La température



Figure 53 - Rupture intergranulaire dans un acier élaboré sous vide.
 Acier à 1,01 % Si et 24 ppm de C
 Température de l'essai 20°C.
 Attaque Nital 10 % G = 540.

de transition est alors croissante quand la teneur en silicium décroît.

L'examen des faciès de rupture confirme bien que la rupture fragile est intracristalline pour les trois alliages à teneur en silicium supérieure à 3,5 %, et qu'elle est intergranulaire pour les trois alliages à faible teneur en silicium.

4,5 - INFLUENCE DE LA TENEUR EN AZOTE

Le rôle de l'azote est difficile à déterminer de façon précise car son action est en général masquée par celle du carbone. En effet, les traitements de décarburation provoquent en même temps une diminution de la teneur en azote.

4,6 - MECANISME PROPOSE POUR EXPLIQUER LA FRAGILITE INTERGRANULAIRE
DES FERS & FERRITES AU SILICIUM A TRES BAS CARBONE.

Nous avons donc mis en évidence, aussi bien dans les aciers élaborés sous vide que dans les alliages décarburés en phase solide, l'existence d'une teneur critique en carbone en-dessous de laquelle la rupture fragile se produit par décohé- sion intergranulaire. Nous avons cherché à déterminer le mécanisme de la fragilisa- tion intergranulaire.

4,61 - ABSENCE D'UNE PRECIPITATION INTERGRANULAIRE

Les résultats du chapitre III montrent qu'au-dessous d'une certaine teneur en carbone (80 ppm environ), il n'y a pratiquement plus de carbures intergranulaires. Si l'on fait subir un traitement de revenu à des échantillons d'un acier décarburé, on ne provoque pas de déplacement Δ de la courbe de transition, ce qui confirme l'absence de carbures intergranulaires en quantité notable. La fragilisation observée ne peut donc être liée à la présence de tels carbures.

Un examen par microfractographie, réalisé à l'IRSID, sur une ferrite à 2,27 % de silicium et 18 parties par million de carbone a, en fait, montré que de nombreux joints contiennent des précipités (figure 54). Toutefois, ces précipités, très dispersés, ne forment pas un film suffisamment continu pour pouvoir provoquer la décohé- sion le long des joints. Pour la ferrite considérée, les surfaces de rupture intergranulaire présentent d'ailleurs deux autres aspects : joints lisses avec quel- ques inclusions ou précipités (figure 55) ou bien joints striés (figure 56).

Dans les alliages purs à base de fer, plusieurs cas de fragilité intergra- mulaire qui ne sont pas liés à une précipitation ont d'ailleurs été décrits par différents auteurs (32 à 35).

Acier à 2,27 % Si et 18 ppm de C

EXAMEN MICROFRACTOGRAPHIQUE DES SURFACES DE
RUPTURES INTERGRANULAIRES

Photographies réalisées à l'IRSID



Figure 54

Joint recouvert de précipités

$G = 3000 \times 1,4$



Figure 55

Joint lisse

$G = 6500 \times 1,4$

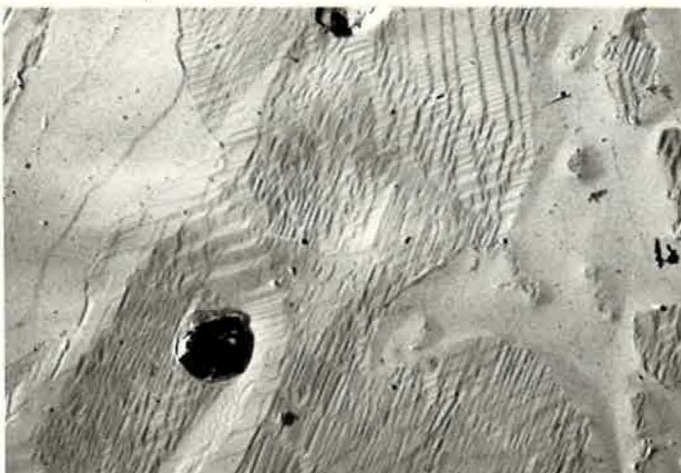


Figure 56

Joint strié

$G = 9200 \times 1,4$

4,62 - ROLE BENEFIQUE DU CARBONE

Les expériences que nous avons réalisées sur les fers et les ferrites au silicium étudiés montrent le rôle déterminant joué par le carbone : les alliages à très basse teneur en carbone sont susceptibles de décohésion intergranulaire; la rupture se fait au contraire le long de plans de clivage quand les aciers contiennent suffisamment de carbone.

Ce résultat peut être rapproché de nombreux autres cas, dans lesquels l'introduction de quantités, parfois très faibles, d'impuretés contrecarre la tendance à la fragilité intergranulaire de divers matériaux purs. Le rôle bénéfique du carbone dans plusieurs cas de fragilité intergranulaire du fer et d'alliages purs à base de fer a déjà été signalé (30 - 31).

On sait également que des additions de cuivre, d'argent ou de chrome permettent de supprimer la fragilité intergranulaire d'alliages purs Al-Zn et Al-Zn-Mg (36).

De même, on peut réduire considérablement l'importance de la fragilisation de l'aluminium par le mercure, en augmentant très peu sa teneur globale en impuretés : un aluminium de zone fondue peut être rendu très fragile par le mercure, alors que, dans les mêmes conditions, un aluminium contenant au total 35 parties par million d'impuretés n'est susceptible que d'une fragilisation limitée (37).

On peut alors penser que l'on se trouve en présence d'un phénomène général : un certain nombre de matériaux purs se rompraient habituellement par décohésion intergranulaire. L'addition d'impuretés, spécifiques ou non, permettrait de diminuer, et parfois de supprimer, la tendance à la fragilité intergranulaire de ces matériaux purs.

4,63 - MECANISME PROPOSE

Une série de travaux récents a permis d'apporter des preuves nombreuses que, dans les matériaux purs, les joints de grains (y compris les joints de forte désorientation) présentent une structure cristallographique régulière et périodique (37,38,39).

Une telle structure périodique implique l'existence de contraintes internes, localisées dans le joint et susceptibles d'en abaisser la cohésion.

Sans penser que ce mécanisme puisse, à lui seul, rendre compte de tous les cas de fragilité intergranulaire relevés dans les matériaux purs, nous suggérons cependant d'expliquer le rôle bénéfique des impuretés par leur action sur la structure cristallographique des joints. Par exemple, le rôle du carbone déterminant le comportement des ferrites au silicium étudiées pourrait s'expliquer de la manière suivante : dans les alliages Fe-Si ne contenant pas de carbone, la structure des joints, périodique et régulière, entraînerait l'existence de contraintes internes abaissant la cohésion intergranulaire. La rupture fragile serait donc intergranulaire. Lorsqu'on introduit du carbone dans de tels alliages, une partie vient se fixer dans les joints de grains. La présence d'atomes de carbone relâcherait alors les contraintes internes selon un processus analogue à l'interaction entre une dislocation et son nuage de Cottrell. La cohésion du joint serait donc renforcée et la rupture fragile devrait se faire suivant un nouveau mode qui ne peut être que le clivage intracristallin.

On peut penser de la même manière, que tout effet perturbant la structure du joint, comme l'écroutissage par exemple, contrecarre la tendance à la décohésion intergranulaire.

4.7 - CONCLUSION

Nous avons étudié l'évolution des propriétés mécaniques de fers et de ferrites contenant de 1 % à 6 % de silicium, quand on fait décroître leurs teneurs en carbone et en azote.

Des résultats concordants ont été obtenus pour des échantillons d'origine très différente à savoir, d'une part des alliages élaborés sous vide, d'autre part des aciers préalablement élaborés à l'air et qui ont ensuite subi un traitement supplémentaire de

décarburation en phase solide.

Tout d'abord nous avons montré qu'il était possible d'améliorer les propriétés mécaniques des ferrites au silicium, de la même manière qu'il est possible d'améliorer celle des ferrites au chrome (4, 5, 6) : c'est-à-dire en abaissant suffisamment leurs teneurs en carbone et accessoirement en azote, sans toutefois franchir une certaine teneur.

En effet, d'autre part, nous avons mis en évidence l'existence d'une teneur critique en carbone dans le fer et les alliages Fe-Si. En-dessous de cette teneur critique, la rupture fragile se fait, au moins partiellement, par décohésion intergranulaire ce qui provoque une détérioration considérable des propriétés mécaniques.

Nous avons émis l'hypothèse qu'un joint de structure régulière a une faible cohésion, et nous suggérons donc d'expliquer le rôle bénéfique du carbone par son action sur la structure cristallographique des joints de grains.

C O N C L U S I O N

Avant de résumer les résultats que nous avons obtenus, rappelons que notre travail a été inspiré par l'extrême fragilité que présentent divers aciers ferritiques à teneur élevée en élément d'alliage et qui limite considérablement leurs possibilités d'emploi; J. HOCHMANN avait cependant montré que l'on peut améliorer grandement les propriétés mécaniques d'alliages Fe-Cr contenant jusqu'à 45 % de chrome en abaissant leurs teneurs en carbone, azote et oxygène (4). C'est à la suite de ces travaux que nous avons cherché à déterminer l'influence des impuretés sur les propriétés mécaniques d'alliages Fe-Si. De manière à éliminer l'influence de modifications de la composition que nous n'aurions pas contrôlées, nous avons utilisé des matériaux aussi purs que possible, préparés à partir d'un fer électrolytique ayant une teneur globale en impuretés comprise entre 500 et 1000 parties par million. D'autre part, il nous est rapidement apparu que, pour dégager les phénomènes essentiels, il était nécessaire de replacer notre étude dans le cadre d'un examen plus systématique de la fragilité des ferrites au silicium à teneurs en silicium comprises entre 0 et 7 %. En particulier, la mise en évidence du rôle déterminant joué par le carbone nous a incité à faire varier la teneur en carbone de nos échantillons entre 10 et 1000 parties par million.

L'évolution des propriétés mécaniques des alliages étudiés en fonction de divers facteurs (teneur en silicium, teneur en carbone, traitements thermiques ...) a été suivie simultanément par deux moyens d'étude différents, à savoir la construction de la courbe de transition de la résilience en fonction de la température d'essai d'une part, et la réalisation d'essais de traction à différentes températures d'autre part.

Pour un état de référence obtenu après trempe à l'eau à 800°C, température à laquelle tous les aciers étudiés ont une structure purement ferritique, les essais

de résilience nous ont montré que la rupture fragile se produit toujours par clivage intracristallin. La courbe de transition de la résilience se déplace vers les hautes températures de 50°C environ par pour cent de silicium. De même, la résilience maximale atteinte est diminuée de 3 daJ/cm² par pour cent de silicium.

Les essais de traction permettent de définir pour chaque acier deux températures T_1 et T_2 délimitant trois zones dans chacune desquelles l'alliage étudié montre un comportement différent vis-à-vis de la rupture :

- pour les températures d'essai supérieures à T_1 , les ruptures sont à faciès en partie ductile et la rupture survient après un allongement important.

- pour les températures comprises entre T_1 et T_2 , les ruptures sont plasclivaniques, c'est-à-dire qu'elles se produisent par clivage et après un allongement limité (inférieur à 5 %).

- pour les températures inférieures à T_2 , les ruptures sont perclivaniques : elles se produisent par clivage, sans allongement à la rupture mesurable par les moyens que nous avons mis en oeuvre.

De même, pour chaque acier étudié, nous avons pu déterminer simplement une contrainte σ_p caractérisant la facilité de propagation d'une fissure de clivage. Les valeurs des températures T_1 et T_2 et celles de la contrainte σ_p sont variables avec la teneur en silicium et les autres facteurs susceptibles d'influer sur la fragilité (traitements thermiques, précipitation intergranulaire de carbures ...). L'évolution de la répartition des macles, quand la température d'essai décroît, s'explique bien en admettant qu'il existe une contrainte critique de maclage, dont les valeurs augmentent moins vite que celles de la limite élastique quand la température diminue. Nous avons montré que, dans les ferrites au silicium utilisées, l'amorçage d'une fissure de clivage peut se produire à basse température par décohésion à l'interface entre une macle et la matrice. L'existence conjointe du mécanisme ci-dessous et d'un mécanisme classique d'amorçage faisant intervenir le glissement, conduit à une répartition bi-

modale des valeurs de la charge de rupture, dans certaines zones de température.

Dans des alliages à teneurs en carbone supérieures à 100 parties par million, les propriétés mécaniques après trempe à l'eau à 800°C sont indépendantes de la teneur en carbone. Mais un traitement de trempe et revenu permet de faire précipiter de la cémentite aux joints des grains, et nous avons montré qu'il en résulte une fragilisation dont l'importance ne dépend que du volume de la précipitation intergranulaire. En particulier, nous avons mis en évidence que, lorsque la teneur en carbone croît, la quantité de carbures précipitée passe par un maximum pour des teneurs de l'ordre de 300 parties par million, ce qui entraîne un maximum de la fragilisation dans la même zone de teneurs : le déplacement de la température de transition atteint alors 70°C. L'existence de ce maximum de précipitation des carbures est due au fait qu'il y a compétition entre la précipitation du carbone sous forme de carbure et sous forme de graphite, par suite du rôle graphitisant du silicium. La fragilisation observée après revenu ne se traduit pas par un changement du faciès des ruptures fragiles qui se produisent dans tous les cas par clivage intracristallin. Certaines observations suggèrent que le rôle fragilisant des carbures intergranulaires consiste à favoriser le franchissement des joints par les fissures de clivage.

Pour les alliages à basse teneur en carbone, au contraire, les propriétés mécaniques, après trempe à l'eau à 800°C, dépendent fortement de la teneur en carbone. Nous avons mis en évidence l'existence d'une teneur critique en carbone en-dessous de laquelle la rupture fragile se produit par décohésion intergranulaire. Les valeurs de cette teneur critique sont décroissantes quand la teneur en silicium augmente : pour des alliages décarburés en phase solide, la teneur critique passe de 22 parties par million pour un acier à 2 % de silicium, à 12 parties par million pour une ferrite à 5 % de silicium. Les alliages à teneur en carbone légèrement supérieure à la teneur critique montrent un faciès de clivage intracristallin et des propriétés mécaniques améliorées par rapport à celles des alliages à forte teneur : la température de transition est abaissée de 50°C environ, et la résilience maximale augmentée de 5 daJ/cm².

L'apparition de la fragilité intergranulaire pour les alliages à teneur en carbone inférieure à la teneur critique provoque, au contraire, une détérioration considérable des propriétés mécaniques. En réintroduisant du carbone dans un alliage dont la rupture fragile se produisait par décohé-sion intergranulaire, nous avons fait réapparaître un faciès de clivage.

On connaît des cas typiques où la fragilité intergranulaire est due :

- soit à des précipités (carbures intergranulaires dans les aciers inoxydables de type 18-8 par exemple) (40).

- soit à des ségrégations (influence du bismuth dans le cuivre par exemple).

Il semble que l'on ait cherché à expliquer tous les cas de fragilité intergranulaire par l'un ou l'autre de ces deux mécanismes. Nous pensons que la fragilité intergranulaire peut également être intrinsèque. C'est ainsi que dans certains métaux ou alliages purs, l'addition d'un oligo-élément déterminé fait disparaître la fragilité intergranulaire (31, 36, 37). Dans notre cas particulier, la relation entre teneur en silicium et teneur critique en carbone, ainsi que l'expérience de recarburat-ion, montrent manifestement que le phénomène est sous la dépendance directe du carbone, et que la fragilité intergranulaire apparaît quand cet élément est absent. D'une manière plus précise, nous pouvons admettre à la suite d'études récentes (37, 38, 39) que, dans les joints intergranulaires, les atomes sont disposés suivant un schéma géométrique bien déterminé. Dans les métaux et alliages purs, cette structure implique l'existence de contraintes élevées susceptibles de justifier la fragilité intergranulaire du matériau. Les impuretés, et plus particulièrement les impuretés interstitielles, peuvent relâcher ces contraintes comme elles le font au voisinage d'une dislocation suivant le mécanisme proposé pour la première fois par A. COTTRELL (41).

On notera du reste que l'existence d'une fragilité intergranulaire intrinsèque a déjà été proposée par J. LOW et R. FEUSTEL (30) pour rendre compte de la fragilité intergranulaire du fer, mais que ces auteurs semblent s'être ralliés ultérieurement à une explication faisant intervenir une ségrégation intergranulaire. Nous pensons

que nos résultats constituent un argument solide en faveur d'une interprétation basée sur un phénomène de fragilité intrinsèque des joints de grains.

B I B L I O G R A P H I E

- 1 - V.N. KRIVOBOK
Trans. A.S.M., 27; 1935, 1
- 2 - N.B. PILLING
Trans. AIME, 69, 1923, 780
- 3 - C.S. BARRETT, G. ANSEL et R.F. MEHL
Trans. A.S.M., 29, 1937, 702
- 4 - J. HOCHMANN
C.R. Acad. Sci., 226, 1948, 2150
- 5 - R. MAYOUX, P. COULOMB et J. HOCHMANN
Mém. Tech. Rev. Mét., 61, 1964, 199
- 6 - J. HOCHMANN
Thèse, PARIS, 1950, N° 292
- 7 - J.B. LEAN
Thèse, PARIS, 1958, N° 842
- 8 - C.E. MORRIS
Metal Progress, 56, 1949, 696
- 9 - J.M. LESSELS
Strength and Resistance of Metals. Wiley. New-York, 1954, p. 112
- 10 - G. ODIN et C. GOUX
C.R. Acad. Sci., à paraître
- 11 - R. BORIONE
Bulletin C.E.M., tome VII, 1956, 3
- 12 - H.M. SCHNADT
Publication du Service de Recherches de la Cie Oerlikon - Zurich (Suisse)
Doc. N° 33, 1962
- 13 - D. HULL
Acta Met., 9, 1961, 191
- 14 - G.T. HAHN, B.L. AVERBACH, W.S. OWEN et MORRIS COHEN
Fracture. Technical Press of MIT and Wiley. New-York, 1959, p. 91
- 15 - A.H. COTTRELL
Trans. AIME, 212, 1958, 192

- 16 - N.J. FETCH
Phil. Mag., 3, 1958, 1089
- 17 - A.W. SLEESWYK et J.N. HELLE
Acta Met., 11, 1963, 187
- 18 - E. ANDERSON et J. SPREADBOROUGH
Rev. Mét., 62, 1965, 117
- 19 - J.R. LOW
Fracture. Technical Press of MIT and Wiley. New-York, 1959, p. 114
- 20 - D. HULL
Acta Met., 8, 1960, 11
- 21 - G. ODIN et C. GOUX
C.R. Acad. Sci. A paraître
- 22 - V. RAUNER et M. ZEZULOVA
Rev. Mét., Extraits 54, 1957, 108
- 23 - J. PETITFRERE et F. MARATRAY
IRSID - 1957, Micro N° 108
- 24 - P. COULOMB
Met. Corr. Ind., 399, 1958, 431
- 25 - T.D. YENSEN
J. Iron & Steel Inst., 120, 1929, 187
- 26 - N.P. ALLEN, W.P. REES, B.E. HOPKINS et H.R. TIPLER
J. Iron & Steel Inst., 174, 1953, 108
- 27 - J. GORRISSSEN
J. Iron & Steel Inst., 162, 1949, 16
- 28 - E. OROWAN
Fracture. Technical Press of MIT and Wiley. New-York, 1959, p. 147
- 29 - G. ODIN et C. GOUX
C.R. Acad. Sci. A paraître
- 30 - J.R. LOW et R.G. FEUSTEL
Acta Met., 1, 1953, 185
- 31 - B.E. HOPKINS et H.R. TIPLER
Rev. Mét., 58, 1961, 757
- 32 - C. de BEAULIEU
Rev. Mét., 55, 1958, 495
- 33 - J.R. LOW
Fracture of solids. 1962. Interscience publishers. New-York, p. 120

- 34 - W.P. REES, B.E. HOPKINS et H.R. TIPLER
J. Iron & Steel Inst., 177, 1954, 93
- 35 - B.E. HOPKINS et H.R. TIPLER
J. Iron & Steel Inst., 188, 1958, 218
- 36 - J. HERENGUEL
Rev. Mét., 44, 1947, 77
- 37 - C. GOUX
Rev. Mét., 58, 1961, 769
- 38 - C. GOUX
Acta Met., 11, 1963, 111
- 39 - M. BISCONDI et C. GOUX
C.R. Acad. Sci., 258, 1964, 2806
- 40 - J. VOETZEL, G. HENRY, J. PLATEAU et C. CRUSSARD
Rev. Mét., 60, 1963, 879
- 41 - A.H. COTTRELL et B.A. BILBY
Proc. Phys. Soc., 62 A, 1949, 49

