



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ «Abbès LAGHROUR» DE KHENCHELA
FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE



Département des Sciences de la Matière

N° de série :.....

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (L.M.D)

Filière : physique.

Spécialité : physique des matériaux

Intitulé :

**Etude des phénomènes de précipitation dans
l'espace directe et réciproque : application aux
alliages maraging**

Réalisé par :

Encadreur : Pr. Nouredine BOUZID

- BERRAH chahinez
- BERKANE zineb

Devant le jury : Pr .BOUMAZA Abdecharif

Dr. AISSANI Linda

Soutenu le : 15/06/2019.

Note : 17

/ mention : très bien

Dédicaces

Nous dédions ce travail :

. A nos pères

Grace à vous nous avons pu aller à l'école. En guise de reconnaissance, trouvez ici notre amour filial. « Notre réussite est la vôtre ! Qu'ALLAH vous accorde longue vie dans la santé ! »

. A nos mères

Par les inestimables sacrifices que vous avez consentis pour nous, vous avez tant souhaité que nous parvenions à ce but. Nous vous serons reconnaissant toute notre vie.

« Qu'ALLAH vous accorde longue vie dans la santé ! »

. A Nos chers frères et sœurs

Qu'ALLAH vous donne santé, bonheur, courage et surtout réussite

. A nos enseignants

Du primaire, du moyen, du secondaire et de l'université.

BERRAH Chahinez

BERKANE Zeineb

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer notre gratitude et nos remerciements pour toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Nous tenons tout d'abord à remercier notre encadreur, Monsieur BOUZID Nouredine, Professeur à l'université Abbes LAGHROUR DE KHENCHELA, pour son aide, ses conseils, son encouragement et sa disponibilité dans ce projet. Son encouragement permanent et son dynamisme organisateur nous ont énormément facilité la tâche ; nous le remercions vivement pour tout.

Nous adressons nos sincères remerciements à Monsieur BOUMAZA Abdecharif, Professeur à l'université Abbes LAGHROUR DE KHENCHELA, pour avoir accepté d'examiner ce travail et d'être membre de jury de notre mémoire.

Nous exprimons toute notre gratitude à l'égard de Madame AISSANI Lynda, Maître de conférence à l'université Abbes LAGHROUR DE KHENCHELA, d'avoir accepté de juger ce travail.

SOMMAIRE

Liste des figures	I
Liste des tableaux	II
Liste des symboles	III
Liste des abréviations.....	IV
Introduction générale.....	2-3

CHAPITRE I : *ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE*

I .1-Définition des alliages maraging.....	5
I .2-Composition des alliages maraging.....	5
I .3-Propriétés et caractéristiques des alliages maraging	5
I .4-Procédé de fabrication des alliages maraging : frittage	6
I .4.1-Caractérisation des poudres.....	7
I .4.2- Mélange des poudres.....	7
I .4.3- Mise en forme.....	8
I .4.4- Frittage.....	8
I .4.5- Finition.....	9
I .5-traitement de revenu	9
I .6- Transformation martensitique.....	10
I .7-Précipitation	11
I .7.1-Différents types de précipitation	12
I .7.1.a-Précipitation continue.....	12
I .7.1.b-Précipitation discontinue.....	12
I.8-Mécanisme de précipitation.....	13

I.8.1-Germination.....	13
I.8.1.a-Interprétation de la formation des germes à l'aide de considérations thermodynamiques	13
I.8.1.b-Influence de la température sur le processus de la germination	14
I.8.2-Croissance.....	15
I.8.3-Coalescence	15

CHAPITRE II:

ETUDE DE LA PRECIPITATION DANS L'ESPACE DIRECT ET RECIPROQUE.

II.1-Etude statistique de la précipitation par Microscopie électronique à transmission(M.E.T).....	18
II.2- Etude de la précipitation par diffusion anormale des rayons X aux petits angles (DAXPA): Analyse dans l'espace réciproque.....	19
II.2.1- Diffusion anormale des rayons X aux petits angles	19
II.2.2- Expression de l'intensité diffusée, fonctions de structure partielles $s_{ij}(q)$	20
II.2.2.a-Occupation des sites du réseau	20
II.2.2.b-Amplitude diffusée.....	21

CHAPITRE III :
APPLICATION AU CAS DES ALLIAGES MARAGING
QUATERNAIRE Fe-17,5Ni-8,57Co-4,77Mo
(%ATOMIQUE)

III.1- Analyses par microdureté et microscopie électronique des phénomènes de précipitation se produisant en condition isothermes dans la martensite des alliages quaternaires au Ni.....26

III .1.1-Structure métallographique de l’alliage maraging Fe - 17,5Ni - 8,57Co - 4,77Mo.....26

III .1.2-Effet du traitement thermique de revenu sur la précipitation dans l’alliage maraging27

III.2-Etude de la démixtion des alliages maraging.....28

III.2.1-Expression de l’intensité diffusée dans le cas d’un alliage ternaire.....28

III.2.2-Formalisme et accès au rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$ 28

III.2.3 -Calcul du rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$ 31

III .2.4-Détermination de la composition en éléments d’alliage des phases résultant de la démixtion de la martensite de départ.....36

Conclusion générale40

Résumé

Références Bibliographiques

Liste des figures

Figure		Page
Figure I.1	Principales étapes de la métallurgie des poudres.	6
Figure I.2	Etapes de frittage.	6
Figure I.3	Différentes morphologies des poudres métalliques.	7
Figure I.4	Presse hydrostatique utilisée pour la préparation des pastilles.	8
Figure I.5	Cycle thermique du frittage.	9
Figure I.6	Cellule Unitaire Tétragonale martensite Centrée Sur Le Corps.	10
Figure I.7	Photomicrographie de la structure.	10
Figure I.8	Schéma représentant la transformation martensitique.	11
Figure I.9	Représentation schématique du phénomène de la précipitation.	12
Figure I.10	Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation.	13
Figure III.1	Structure micrographique de l'alliage 71Fe – 12Mn – 9Co – 8Mo -a) observée par microscopie optique -b) observée par microscopie électronique en champ clair montrant une martensite en lattes contenant une forte densité de dislocations.	26
Figure III.2	Précipité de phase w dans une matrice martensitique.	27
Figure III.3	Courbes de diffusion anormale des rayons X aux petits angles de l'alliage Fe Ni Co Mo vieilli à la température de 438°C pendant des durées croissantes et à des énergies comprises entre 6875 et 7098 eV	30
Figure III.4	Graphes $\frac{\rho_{diss}}{\phi} = g \left(\frac{\rho_s}{F} \right) t$ tracés pour la température de 438°C.	36

Liste des tableaux

Tableau		Page
Tableau III.1	Valeurs réelles et imaginaires de la correction anormale $\frac{f''}{f'CE}$ et $\frac{f''}{f'}$ (E) du facteur de diffusion atomique du fer pour les différents énergies (6875 eV $E_T \leq 7098$ eV).D'après SATOSHI SASAKI	33
Tableau III.2	Valeurs du rapport $\frac{\Delta_{C1}}{\Delta_{C2}}$	34
Tableau III.3	Valeurs des différentes concentrations $\frac{C_1^{Fe}}{C_1^{Fe} + C_1^{Ni}}$ et $\frac{C_2^{Fe}}{C_2^{Fe} + C_2^{Ni}}$	38

Liste des symboles

Symbole	Définition
\AA	angström, Unité de mesure correspondant à 10^{-10} m .
$^{\circ}\text{C}$	degré Celsius, Unité de température de l'échelle Celsius.
K	kelvin, Unité du SI de température $T \text{ K} = T^{\circ}\text{C} + 273.15$.
%	pourcentage massique.
MPa	méga pascal (10^6 Pa).
$\alpha, \beta, \gamma, \dots$	phases.
ΔG°	l'enthalpie libre de formation du premier germe.
ΔG°_v	enthalpie spécifique de volume de phase α .
ΔG°_v	enthalpie spécifique de volume de phase β .
ΔG°_s	variation d'enthalpie libre inter faciale proportionnelle à l'air de l'embryon.
ΔG°_s	enthalpie libre superficielle.
R	rayon du germe.
G	variation totale de l'enthalpie libre.
R_c	Rayon critique du germe.
T	la température.
ΔH	variation d'enthalpie libre volumique.
H^{α}	enthalpie de la phase α .
H^{β}	enthalpie de la phase β .
T_e	température d'équilibre.
H	variation d'enthalpie.
S^{α}	entropie de la phase α .
S^{β}	entropie de la phase β .
S	variation d'entropie.
T	variation de la température.
$\hat{\sigma}_{ij}$	opérateur d'occupation des sites.
i, j	type d'atomes.
\bar{c}_i	la concentration moyenne du cristal en atome i .
N_i	Nombre d'atome.
δ	écart à l'occupation moyenne.
$\langle \dots \rangle$	moyenne thermodynamique.
γ_{ij}	fonction de corrélation de paires.
$\gamma_{ij}(p, r)$	probabilité, un atome de type i étant dans le site p , d'en trouver un atome de type j au site $(p+r)$.
r	vecteur de réseau.
$A(\mathbf{r})$	amplitude de l'onde diffusée.
$A^*(\mathbf{r})$	conjugué de l'amplitude diffusée.
$I(\mathbf{r})$	intensité diffusée.
D_i	Facteur de diffusion atomique de l'espèce i .
D_i^*	Valeur conjuguée du facteur de diffusion atomique de l'espèce i .
$\rho(\mathbf{q})$	la transformé de Fourier de la fonction de corrélation de paire $\gamma_{ij}(\mathbf{r})$.

D_{i0}	Facteur de diffusion atomique.
E_0	partie indépendante de l'énergie.
f_{i0}	partie réelle de la correction anormale.
f_{i0}''	partie imaginaire de la correction anormale.
λ	longueur d'onde.
E	énergie.
h	constante de Planck $h=6.6210^{-34} \text{ J.s}$
c	vitesse de la lumière dans le vide $c=3.10^8 \text{ m/s}$
M	La masse.
eV	électron volt unité d'énergie.
q	fonction de structure partielle.
$S_{ij}(q)$	facteur de forme des précipités.
c_{im}	concentration de l'atome de type i dans la matrice m.
c_{ip}	concentration de l'atome de type i dans le site p.
Fe	Fer, élément #26, masse atomique 55.845g/mol
Ni	Nickel, élément #28, masse atomique 58.693g/mol
Co	Cobalt, élément #27, masse atomique 58.933g/mol
Mo	Molybdène, élément #42, masse atomique 95.9g/mol
D_{Fe}	Facteur de diffusion atomique de fer.
D_{Mo}	Facteur de diffusion atomique du molybdène.
D_{Co}	Facteur de diffusion atomique du cobalt.
D_{Ni+Co}	Facteur de diffusion atomique de (Ni+Co)..
N(q)	Pré facteur.
f_{i0}	moyenne de f_{i0} correspondant aux six énergies
τ	temps de revenu.
T_R	température de revenu.
E_{seuil}	énergie du seuil d'absorption.
V_w	fraction volumique de la phase w
c_{Fe}^w	concentration du fer dans la phase w
c_{Fe}^m	concentration du fer dans la matrice
c_{Mo}^w	concentration du molybdène dans la phase w
c_{Mo}^m	concentration du molybdène dans la matrice
c_{Ni+Co}^w	concentration du (Ni +Co) dans la phase w
c_{Ni+Co}^m	concentration du (Ni +Co) dans la matrice

Liste des abréviations

	Définition
MET	Microscope électronique en transmission.
SSS	Solution solide sursaturée.
RX	Rayon X.
DAXPA	Diffusion anormale des rayons X aux petits angles.

Introduction

Générale

Introduction générale

Introduction

Les premiers travaux sur les alliages « Maraging » sont dus au chercheur CLARENCE BIEBER [1] du laboratoire de Bayonne de l'International Nickel Company ; Ce chercheur qui travailla sur des aimants de type Al-Ni, Al-Ni-Co, avait considéré en 1958 certains alliages à base de fer de type Fe-Ni-Al contenant de 20 à 25% de nickel avec de faibles additions de Ti et de Nb, il constata alors que ces alliages acquièrent des propriétés mécaniques intéressantes lorsqu'ils subissent un traitement thermique de revenu de quelques heures autour de 500°C

A partir de 1962 de nouvelles nuances d'aciers furent élaborées pour résoudre des problèmes particuliers de soudabilité et de résistance à la corrosion ; ces nouvelles nuances d'aciers sont caractérisées par un titre inférieur en nickel (18 à 20% en masse) avec addition de constituants spécifiques tels que le cobalt, le molybdène, le manganèse et le tungstène [2].

Les éléments d'addition sont rajoutés dans un but bien précis : le nickel et le manganèse favorisent la transformation martensitique ; le molybdène et le tungstène sont des éléments durcisseurs responsables de la précipitation, le cobalt abaisse le point de solubilité du molybdène dans le fer ce qui entraîne une précipitation à des températures relativement basses.

La teneur en carbone a été maintenue très basse afin d'éviter la formation de carbures dont l'effet est la fragilisation de l'acier.

Les principales caractéristiques de ces aciers sont la transformation en martensite après homogénéisation dans le domaine austénitique; le traitement thermique de revenu qui conduit à un vieillissement de l'acier, amena les chercheurs à l'appellation « maraging », abréviation des mots Martensite vieillie (AGING).

La dureté de ces aciers augmente après un traitement de revenu, à cause principalement de la précipitation de fines particules réparties au sein de la matrice martensitique. La nature, la morphologie et la taille de ces précipités sont fonction de la température et du temps de revenu, ils se présentent sous forme sphérique, globulaire ou en bâtonnets.

L'objectif de ce travail est l'étude par microscopie électronique à transmission et diffusion anormale des rayons X aux petits angles, des phénomènes de précipitation observée dans l'alliage maraging Fe-17,5Ni-8,57Co-4,77Mo (%atomique).

Introduction générale

Le mémoire est organisé en trois chapitres,

Le premier est consacré à l'étude théorique et bibliographique,

Dans le deuxième chapitre nous exposons avec détails, l'approche mathématique qui permet de caractériser les phénomènes de précipitation ;

Dans le troisième chapitre nous avons étudié la démixtion de la martensite de l'alliage quaternaire au nickel de composition atomique Fe - 17,5Ni - 8,57Co - 4,77Mo sont exposés les résultats obtenus par diffusion anormale des rayons X aux petits angles; la détermination de la composition chimique de la phase précipitée a été possible grâce au modèle de démixtion à deux phases proposé.

CHAPITRE I :
ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE

I.1-Définition des alliages maraging

Le terme maraging fut ensuite étendu à l'acier lui-même en guise de qualification, l'appellation maraging vient donc de la contraction des mots mar (martensite) vieillie (ageing), c'est-à-dire maturation de la martensite, ces aciers (qui sont des alliages à base de fer) sont connus pour leur résistance et leur ténacité élevées sans perte de ductilité [3].

Ils sont des aciers martensitiques dont les propriétés finales sont obtenues par un traitement thermique de revenu autour de 500°C. Le développement de nouveaux aciers maraging plus performants passe simultanément par une modification de leur composition chimique et par l'ajustement de leur traitement thermique.

I.2-Composition des alliages maraging

Il est essentiel de maintenir une faible teneur en carbone, afin d'obtenir une martensite dont la structure cristalline est cubique, qui soit formée uniquement d'atomes de fer, elle n'est pas sous tension donc ductile. Le carbone doit être maintenu en dessous de 0.01-0.03% en poids. Les éléments d'addition tels que le nickel, le manganèse; le molybdène et le tungstène sont rajoutés dans un but bien précis. Le nickel et le manganèse favorisent la transformation martensitique ; le molybdène et le tungstène sont des éléments durcisseurs responsables de la précipitation, le cobalt abaisse le point de solubilité du molybdène dans le fer ce qui entraîne une précipitation à des températures relativement basses.

le nickel sont présent en quantités relativement importantes, entre 15% et 20%, la teneur en cobalt varie de 7 à 10%. Le molybdène, le titane et l'aluminium se trouvent avec des concentrations pouvant atteindre 5%, 0.15 à 0.5% et 0.005 à 0.15% respectivement. [4].

I.3-Propriétés et caractéristiques des alliages maraging

Le développement très rapide des alliages maraging au cours de ces quinze dernières années est dû à la conjugaison d'un certain nombre de propriétés remarquables; ils ont d'excellentes caractéristiques mécaniques (limite élastique et charge à la rupture élevées, bonnes caractéristiques de ductilité), ils sont facilement soudables et ont une bonne aptitude au formage et à l'usinage à l'état adouci; leur résistance à la corrosion est supérieure à celle des aciers peu alliés possédant des caractéristiques mécaniques voisines.

Ces aciers sont caractérisés par une matrice fer-nickel de structure martensitique, à faible teneur en carbone (< 0,03 %). Des éléments d'addition tels que (Co, Mo, Ti, Al) permettent un durcissement du matériau par précipitation, au cours de revenus à température

modérée, de phases ou de composés intermétalliques cohérents avec la matrice martensitique (il y a continuité du réseau cristallin entre le précipité et la matrice) et qui confèrent à l'acier des propriétés mécaniques remarquables (la résistance à la traction est de 2000 à 2000 MPa, avec une ductilité appréciable : inférieure à 10%), [5]

I.4-Procédé de fabrication des alliages maraging : frittage

Les alliages maraging sont élaborés à partir de poudres de très haute pureté par la technique de frittage, c'est un processus faisant évoluer par traitement thermique en deçà de son point de fusion, un système constitué de particules individuelles vers un matériau cohérent.

Ce procédé est utilisé pour fabriquer des pièces dans de nombreux domaines :

Dans le domaine médical, il intervient dans la fabrication des prothèses de hanches et dentaires, dans le transport il intervient dans la fabrication des engrenages, des bougies d'allumage, des pare-chocs, des cliquets-ressort, des ancrés...etc. Les aciers maraging sont utilisés dans des industries très diverses (aéronautique, aérospaciale, automobile, cryogénique, de mécanique de précision et autres.)

Le frittage est une étape très importante du procédé de la métallurgie des poudres métalliques ou céramiques. Les principales étapes de la métallurgie des poudres peuvent être résumées selon le schéma de la figure suivante, [6].

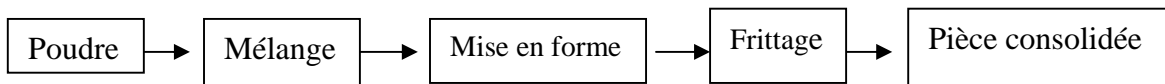


Figure I. 1 :- Principales étapes de la métallurgie des poudres [6].



Figure I. 2 : Etapes du frittage [7].

I.4.1-Caractérisation des poudres

La nature granulaire des matériaux peut être caractérisée par la morphologie des grains qui peut être aciculaire, sphériques, agrégats polygonaux, allongés, ainsi que par la distribution en taille des particules. La figure I.3. illustre des exemples de morphologies les plus rencontrées [6].

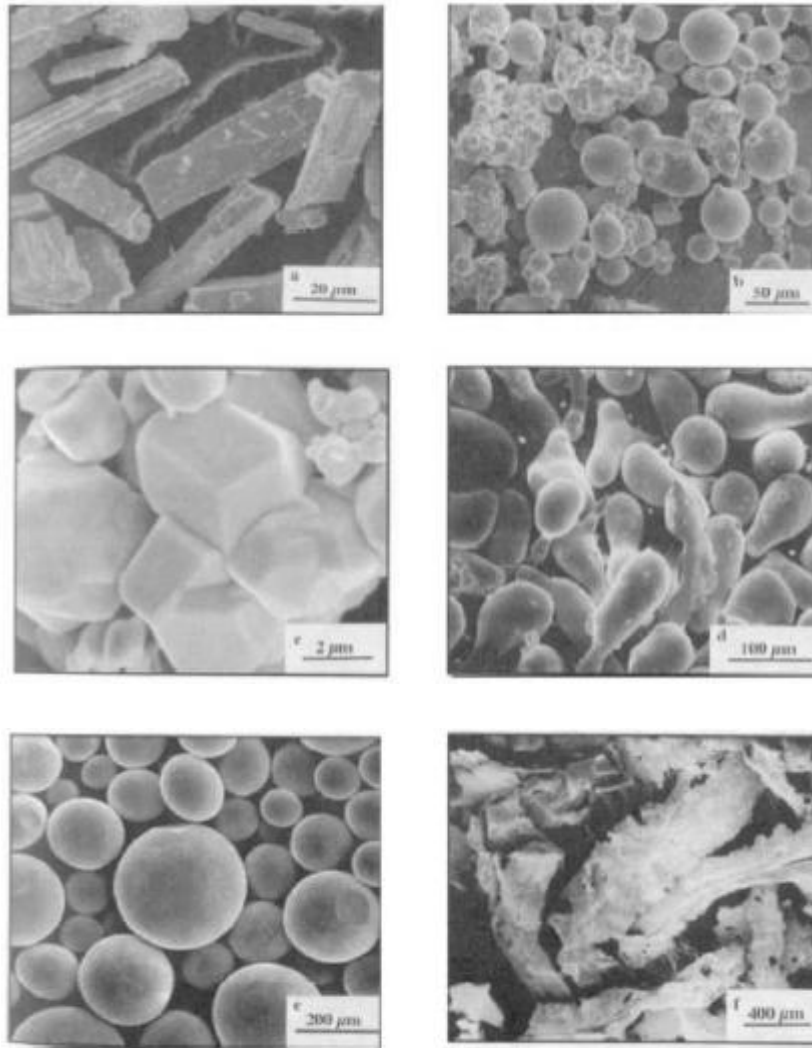


Figure I. 3 : Différentes morphologies des poudres métalliques. [8].

I.4.2- Mélange des poudres

Après la pesée des différents constituants de poudres, l'ensemble est mélangé pendant une durée importante pour rendre le mélange homogène, [6].

I.4.3- Mise en forme

Selon l'objectif visé concernant la forme finale de la pièce à réaliser, la compaction de la poudre est réalisée dans des moules adaptés, généralement à température ambiante. Les techniques de compaction à froid les plus utilisées sont la compression hydrostatique (figure I.4), la compression uniaxiale, le moulage par injection et l'extrusion. A l'issue de la mise en forme, la pièce dite "pièce à vert" est encore mécaniquement très fragile, pour la consolider il faut procéder à l'étape du frittage. Pour les échantillons destinés aux études de laboratoire, les agglomérés verts sont mis en forme sous une pression de 500 MPa à 20°C. [9]



Figure I. 4 : Presse hydrostatique utilisée pour la préparation des pastilles [7].

I.4.4- Frittage

Le frittage consiste en la consolidation de la "pièce à vert" par un traitement thermique. C'est cette étape qui confère à la pièce ses propriétés mécaniques, à travers le contrôle de l'évolution de la microstructure et de la densification. Le cycle thermique se déroule généralement en trois étapes comme indiqué dans la figure I. 5, il est composé d'un chauffage à la température du frittage généralement de l'ordre de 1200°C appelé traitement thermique d'homogénéisation, avec maintien isotherme pendant 2 heures à cette température jusqu'à la transformation complet de l'austénite, suivis d'un refroidissement rapide avec une vitesse supérieure à la vitesse critique de la trempe. Le but du refroidissement rapide est d'obtenir une structure martensitique, donc d'éviter la transformation perlitique. La transformation de l'austénite donne de la martensite qui est susceptible de subir des

phénomènes de vieillissement par précipitation, l'acier acquiert alors une dureté maximale, conduisant à une structure propice pour le durcissement par revenu, [6].

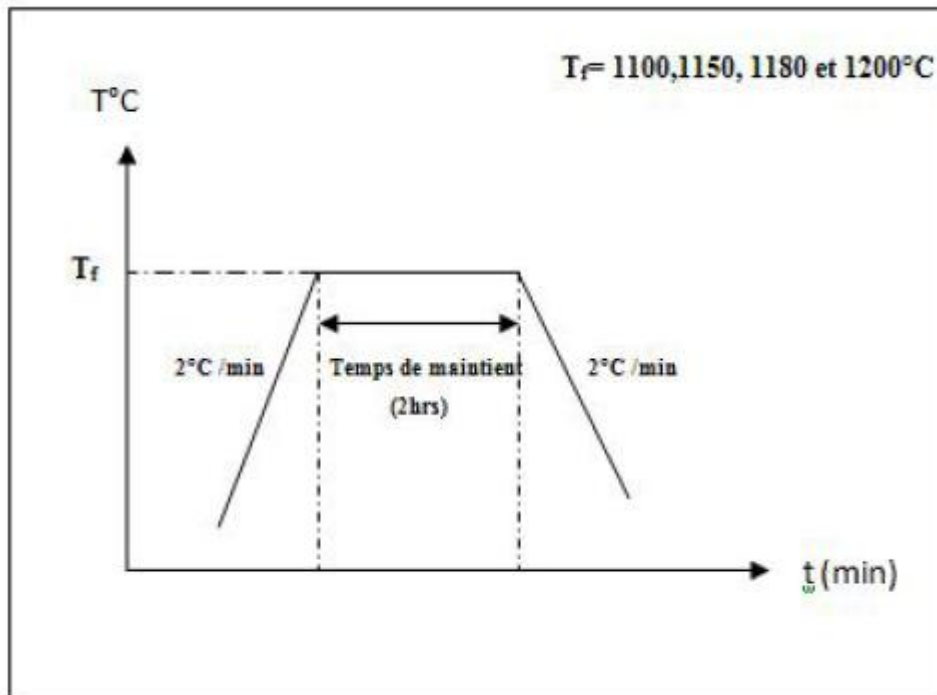


Figure I. 5: Cycle thermique du frittage [7].

I.4.5- Finition

La finition est une étape supplémentaire, elle dépend de l'application visée et peut consister en une étape d'usinage ou de traitement de surface. La température de frittage doit rester largement inférieure à la température de fusion des différents constituants de l'alliage pour que ces derniers restent en phase solide, [6].

I.5-Traitement de revenu

La trempe anisotherme est en général un traitement énergétique conférant à un métal des propriétés mécaniques élevées du fait de la présence recherchée de martensite, mais dont la ductilité et la résilience sont faibles. Le revenu permet un contrôle aisé des transformations et des propriétés du métal, il est réalisé sous atmosphère d'hydrogène, dans un four préalablement chauffé à la température désirée (généralement inférieure à 550°C) avec maintien isotherme pendant différentes durées à cette température puis s'ensuit un refroidissement sous un soufflage énergétique d'air comprimé, [10].

I.6-Transformation martensitique

La transformation martensitique est la transformation de l'austénite qui se forme à haute température en martensite par refroidissement rapide pour éviter la diffusion, c'est une transition structurale displacive du premier ordre, cela signifie que la transformation s'effectue par de petits déplacements atomiques, de sorte que les atomes ne se dispersent pas pendant la transition. Ces déplacements présentant une déformation homogène de réseau cristallographique, essentiellement par un cisaillement. [11].

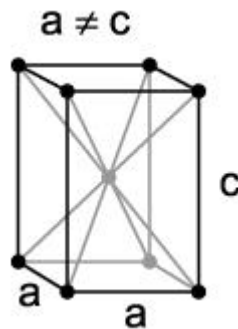


Figure I. 6 : Cellule Unitaire Tétragonale Centrée martensite [12]

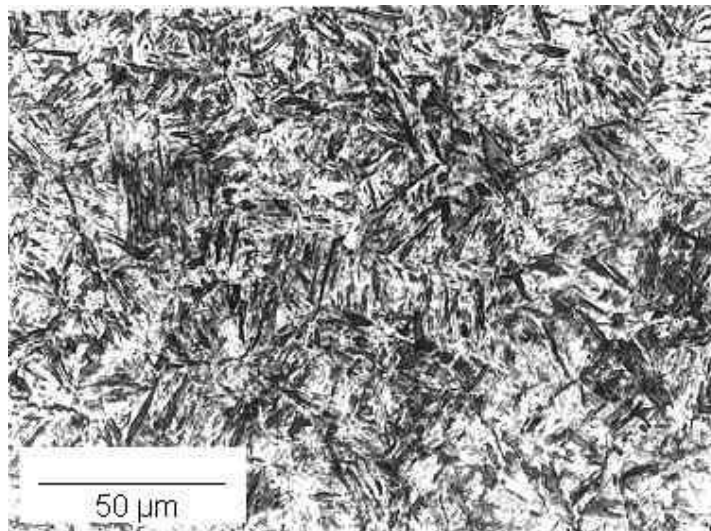


Figure I. 7 : Photomicrographie de la structure martensitique [12]

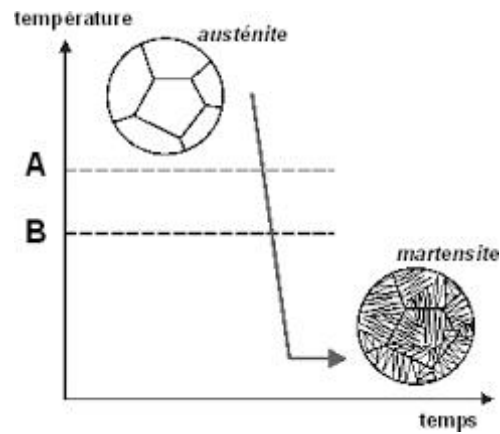


Figure I. 8: Schéma représentant la transformation martensitique :

Refroidissement avec changement de phase \longrightarrow - durcissement (figer la structure) [13].

I.7-Précipitation

La Précipitation est un processus qui correspond à une transformation à l'état solide caractérisé par une germination et une croissance d'une ou de plusieurs phases. Elle consiste en général en une décomposition de la solution solide sursaturée de la matrice mère en deux nouvelles phases : la matrice appauvrie et la phase précipitée. Un alliage, qui serait monophasé à une certaine température ; peut devenir biphasé à des températures plus basses. L'alliage homogène sursaturé est relativement mou, sa dureté et sa limite élastique sont faibles. La précipitation d'une seconde phase provoque un durcissement structural qui augmente la dureté et la limite élastique. [14].

La présence de cette deuxième phase provoque une hétérogénéité dans le métal et une différence de potentiel chimique. [15].

Pour déclencher une réaction de précipitation, il faut effectuer les trois étapes suivantes :

- ✓ Un traitement d'homogénéisation qui permet de dissoudre les précipités, s'il y a lieu, d'éliminer toute ségrégation dans l'alliage et d'arriver à un système monophasé homogène. La température d'homogénéisation est choisie au-dessus de celle de la limite de solubilité, dans le domaine monophasé,
- ✓ Une trempe ou refroidissement rapide pour obtenir une seule phase hors équilibre, dite solution solide d'équilibre à cette température,
- ✓ Un traitement de vieillissement à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou de plusieurs phases,

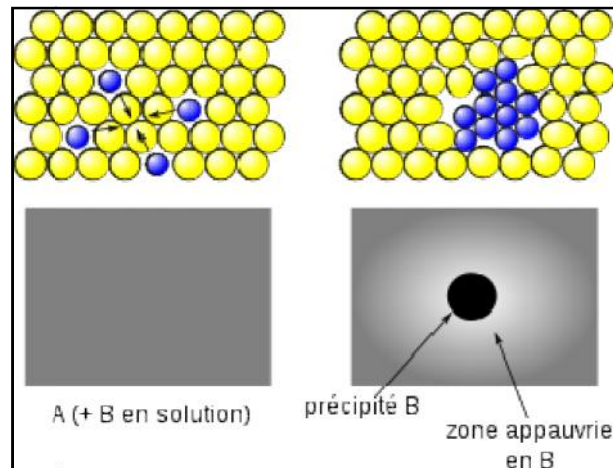


Figure I. 9: Représentation schématique du phénomène de la précipitation. [16].

I.7.1-Différents types de précipitation

On distingue en général deux grands types de précipitation, continue et discontinue :

I.7.1.a-Précipitation continue

La précipitation est continue (Figure I.10.a) lorsque la saturation des cristaux mixtes métastables est faible. Elle est appelée aussi précipitation localisée ou hétérogène. D'où la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont l'évolution sera continue. Parfois la précipitation continue apparaît principalement dans les joints de grains et les plans de glissement.

I.7.1.b-Précipitation discontinue

La précipitation est dite discontinue (Figure I.10.b) lorsqu'au cours de la transformation il y a apparition de deux régions :

- l'une où la transformation est complète,
- et l'autre où la solution solide est encore sursaturée.

La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules (d'où l'appellation précipitation cellulaire). Lors de cette précipitation le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes.

Dans le cas de la précipitation hétérogène, le produit de la réaction ne se forme qu'en certains sites ; parfois on confond la précipitation hétérogène et la précipitation discontinue qui n'en est en fait qu'un cas particulier, [17].

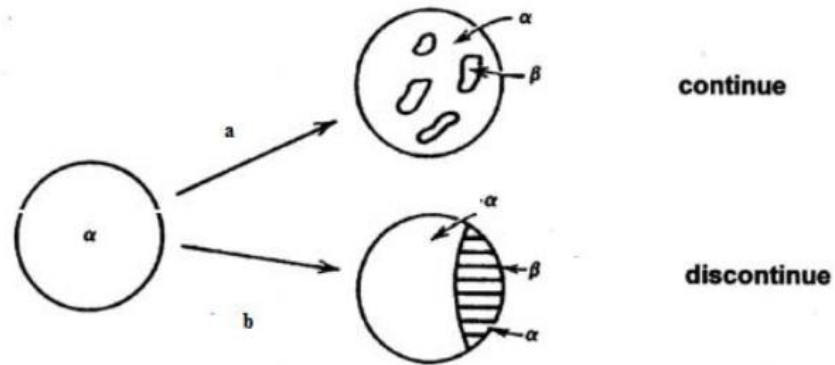


Figure I.10 : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation, [18].

I.8-Mécanisme de la précipitation

I.8.1-Germination

La germination est l'étape initiale de la précipitation, c'est la formation, à partir de la matrice, de germes stables, riches en soluté et dotés d'une interface définie avec la matrice.

I.8.1.a-Interprétation de la formation des germes à l'aide de considérations thermodynamiques

Lorsqu'une phase supposée au départ homogène donne naissance à une nouvelle (après qu'elle soit portée à une température où elle devient instable); la phase β ne devient effectivement stable que lorsqu'elle aura atteint un volume critique.

L'enthalpie libre de formation du premier germe (ΔG_v) doit être négative pour que ce germe soit stable, elle comprend deux termes :

-l'un lié à la variation d'enthalpie libre volumique :

$$G_v = G_\beta - G_\alpha < 0$$

Où G_α et G_β sont les enthalpies spécifiques de volume des phases α et β

-l'autre lié à la variation d'enthalpie libre interfaciale α/β qui est proportionnelle à l'aire de l'embryon :

$$\Delta G_s = 4 r^2 \sigma$$

σ est l'enthalpie libre superficielle de l'interface α/β

Supposant que les germes sont sphériques et de rayon r , la diminution d'enthalpie libre du système est proportionnelle au volume du germe, soit :

$$G_v = \frac{4}{3} \pi r^3 (G_\beta - G_\alpha)$$

La variation totale de l'enthalpie libre liée à la formation du germe β est la somme des deux termes précédents :

$$G = G_v + \Delta G_s = \frac{4}{3} \pi r^3 (G_\beta - G_\alpha) + 4 \pi r^2 \sigma$$

ΔG présente un maximum pour $r=r_0$ correspondant $\frac{d\Delta G}{dr} = 0$

r_0 est le rayon critique du germe, il peut être déterminé de la manière suivante :

$$\frac{d\Delta G}{dr} = 0 \Rightarrow 4 \pi r_0^2 (G_\beta - G_\alpha) + 8 \pi r_0 \sigma = 0 \text{ donc } r_0 = \frac{2\sigma}{(G_\beta - G_\alpha)} = \frac{-2\sigma}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}}$$

Les valeurs particulières de r_0 dépendent de T à travers $\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}$

En effet :

Si $r < r_0 \Rightarrow \frac{dG}{dr} > 0$ donc pour tout germe dont le rayon est inférieur au rayon critique r_0 , une augmentation du rayon entraîne un accroissement de l'enthalpie, cette situation est improbable,

Si $r > r_0 \Rightarrow \frac{dG}{dr} < 0$ alors tout accroissement de volume du germe de rayon supérieur à r_0 entraîne une diminution de l'enthalpie libre du système c'est-à-dire une augmentation de la stabilité.

A une température T donnée et pour une population de précipités de rayons quelconque, ceux dont les rayons des germes sont inférieurs à r_0 vont disparaître, alors que ceux dont le rayon est supérieur vont se développer.

I.8.1.b-Influence de la température sur le processus de la germination

la variation d'enthalpie libre volumique $G_{\alpha \rightarrow \beta}$ peut s'écrire

$$G_{\alpha \rightarrow \beta} = G_\beta - G_\alpha = (H_\beta - H_\alpha) - T(S_\beta - S_\alpha)$$

à la température d'équilibre T_E on a $G_{\alpha \rightarrow \beta} = 0$

$$\Rightarrow S_{\beta} - S_{\alpha} = \frac{H_{\beta} - H_{\alpha}}{T_E} = \frac{\Delta H}{T_E}$$

$\Rightarrow G_{\alpha \rightarrow \beta} = H - T S = H - T \frac{\Delta H}{T_E} = \Delta H \left(1 - \frac{T}{T_E}\right) = \Delta H \left(\frac{T_E - T}{T_E}\right) = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E}$, en supposant H et S indépendants de la température (tant que T reste proche de T_E).

$$\Rightarrow r_0 = -\frac{2\sigma}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}} = -\frac{2\sigma T_E}{\Delta H \Delta T}$$

Pour atteindre une taille critique (r_0) un germe doit franchir la barrière G_c donnée par :

$$G_c = \Delta G(r=r_0) = \frac{4}{3}\pi r_0^3 \Delta G_{\alpha \rightarrow \beta} + 4\pi r_0^2 \sigma$$

$$= \frac{4}{3}\pi \left(-\frac{2\sigma}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}}\right)^3 \Delta G_{\alpha \rightarrow \beta} + 4 \left(-\frac{2\sigma}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}}\right)^2 \sigma$$

$$G_c = \frac{16\pi}{3} \frac{\sigma^3}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}^2}$$

Soit en remplaçant par : $\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta} = \frac{\Delta H \Delta T}{T_E}$

$$G_c = \frac{16\pi}{3} \sigma^3 \frac{T_E^3}{\Delta H^2 \Delta T^2} = \text{cte} \left(\frac{T_E}{\Delta H \Delta T}\right)^2.$$

I.8.2-Croissance

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la phase précipitée se fait à l'aide de deux types de flux: un échange d'atomes à travers l'interface / et la diffusion en volume de ces atomes. Au début du phénomène la quantité d'atomes qui traversent l'interface / par unité de temps est faible car l'aire de l'interface est limitée et parce que la distance sur laquelle la diffusion doit se produire est voisine de zéro, c'est donc la traversée de l'interface qui est la plus lente. Mais lorsque les précipités sont plus gros, c'est l'inverse qui est vrai : le flux de diffusion diminue progressivement parce que la disparition continue du soluté de la solution solide réduit le gradient de concentration qui est la force motrice de la diffusion tandis que le flux total à travers l'interface augmente avec l'aire de ce dernier, [19].

I.8.3-Coalescence

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée (le précipité) est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente ; c'est le phénomène de la coalescence. Pendant cette coalescence, les grandes particules croissent aux dépens des plus petites

CHAPITRE I :ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

particules car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces, [20].

La coalescence des précipités prend place quand la concentration des atomes du soluté est plus importante aux voisinages des particules fines par rapport à celle du volume adhérent aux grandes particules. Cette différence de concentration fait que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules.

CHAPITRE II:
ETUDE DE LA PRECIPITATION DANS
L'ESPACE DIRECT ET RECIPROQUE.

II.1-Etude statistique de la précipitation par Microscopie électronique à transmission (M.E.T)

D'une manière générale, le MET est utilisé pour visualiser la matière dans son volume, simultanément dans l'espace réel et dans l'espace réciproque (espace de Fourier).

Il existe plusieurs modes d'utilisation en microscopie électronique en transmission : le mode image, le mode diffraction et la haute résolution.

En mode image, les électrons traversent l'échantillon. Selon l'épaisseur, la densité ou encore la nature chimique locale de cet échantillon, les électrons sont plus ou moins absorbés. On observe ainsi en plaçant le détecteur dans le plan image (plaque photographique) une image agrandie de la zone soumise au faisceau d'électrons.

Le mode diffraction est basé lui sur le comportement ondulatoire des électrons. De Broglie affirma en 1924 que toute matière possédait une nature ondulatoire. Un électron se comporte donc comme une onde. Lorsque cette onde rencontre les cristaux, il y a alors diffraction : l'onde est déviée et la direction de l'onde diffractée dépend de la nature et de l'agencement des particules des cristaux. En recueillant plusieurs faisceaux diffractés dans le plan focal (écran), on obtient alors un cliché de diffraction de l'échantillon. On peut ainsi visualiser les directions dans lesquelles vont les électrons et ainsi caractériser les cristaux (organisation des atomes, orientation...)

Les observations effectuées en microscopie électronique en transmission permettent non seulement la reconnaissance des précipités mais aussi de les compter et de mesurer leurs tailles. Il est ainsi possible d'analyser quantitativement les différentes populations des précipités présentes dans le matériau.

Dans le domaine des aciers, on s'oriente de plus en plus vers ce genre d'études afin de corréler le comportement macroscopique des matériaux étudiés aux paramètres microstructuraux [21 ,22].

Les deux paramètres principaux définissant une population de précipités sont la fraction volumique d'une part et la distribution en taille d'autre part.

Le choix d'effectuer l'analyse statistique à partir d'observations sur des lames minces ou à partir de répliques d'extraction est souvent dicté par la taille des précipités. Si les tailles

des particules sont trop importantes pour qu'ils soient extraits par réplique, la quantification est menée sur des lames minces.

II.2- Etude de la précipitation par diffusion anormale des rayons X aux petits angles (DAXPA): Analyse dans l'espace réciproque

II.2.1- Diffusion anormale des rayons X aux petits angles

Lorsqu'un faisceau de rayon X d'énergie E proche d'une discontinuité d'absorption, par exemple k ($E_{k\text{ seuil}}$) d'un élément A interagit avec un échantillon contenant l'élément A, le facteur de diffusion f de A est modifié, la correction due à cet effet, dit effet anormal est :

$$f(q, E) = Z_0(q) + f'(q, E) + if''(q, E)$$

Où $Z_0(q)$ est la partie indépendante de l'énergie de la radiation employée, du facteur de diffusion atomique dans le domaine de q utilisé, elle vaut Z pour q petit ;

$f'(q, E)$ est la partie réelle de la correction anormale qui dépend fortement de l'énergie au voisinage du seuil d'absorption ;

$f''(q, E)$ est sa partie imaginaire.

$$q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda} \quad \text{et} \quad \lambda = \frac{hc}{E}$$

Les mesures du coefficient massique d'absorption déterminent f'' puisque l'on a, [23].

$$f'' = \frac{mc}{4\pi e^2} \frac{E}{h} \mu(E)$$

f' peut se déduire par calcul en utilisant la relation de Kramers-Kronig, [24].

$$f'(w_0) = \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{w f''(w_0)}{w^2 - w_0^2} dw$$

On constate que f' devient appréciable près du seuil d'absorption et entraîne une variation de 25 à 30 % du facteur de diffusion $f(q, E)$. Cet effet n'est devenu vraiment utilisable qu'avec l'essor du rayonnement synchrotron, source intense de rayons X, délivrant un faisceau poly

chromatique. Sélectionné par un monochromateur à deux cristaux parallèles, un faisceau de photons X de bande passante étroite (1 eV) peut sonder spécifiquement l'élément de l'alliage dont l'énergie du seuil d'absorption est proche de celle des photons incidents. L'intensité diffusée change alors fortement à cause des variations rapides du facteur de diffusion anormale dans une gamme d'énergie relativement étroite autour du seuil d'absorption. On observe alors, au niveau de la diffusion centrale d'un alliage, la variation des « contrastes » des intensités diffusées, [25].

II.2.2- Expression de l'intensité diffusée , fonctions de structure partielles

$s_{ij}(\mathbf{q})$:

II.2.2.a-Occupation des sites du réseau

En général, la distribution des défauts sur les sites d'un réseau ne se fait pas de façon aléatoire. Il existe une certaine corrélation que nous allons examiner pour voir comment on peut la relier à l'intensité diffusée ; pour cela, nous allons définir l'opérateur d'occupation des sites $\sigma_i(p)$ de la façon suivante :

Soit une matrice contenant $i, j \dots$ types d'atome de soluté, et soit un réseau p , $\sigma_i(p)$ est défini comme suit :

$$\sigma_i(p) = \begin{cases} 1 & \text{Si l'atome de type } i \text{ est dans le site } p \\ 0 & \text{Si l'atome de type } j \neq i \text{ est dans le site } p \end{cases} \quad (1)$$

Avec $i=0, 1, 2, 3, \dots, n$

L'indice $i=0$ est relatif au "solvant".

La concentration moyenne du cristal en atome i est définie par :

$$\bar{C}_i = \frac{1}{N} \sum_p \sigma_i(p) \quad (2)$$

La somme \sum_p est étendue sur tous les sites du réseau du cristal et l'écart à l'occupation moyenne est donné par :

$$\gamma_i(p) = \sigma_i(p) - \bar{C}_i = \begin{cases} 1 - \bar{C}_i & \text{si l'atome } i \text{ est en site } p \\ -\bar{C}_i & \text{si l'atome } j \text{ est en site } p \end{cases} \quad (3)$$

On peut écrire les règles de conservation suivantes :

$$\sum_{i=0}^n \sigma_i(p) = \sum_{i=0}^n \bar{C}_i = 1 \quad (4)$$

On a

$$\sum_{i=0}^n \gamma_i(p) = \sum_{i=0}^n \sigma_i(p) - \sum_{i=0}^n \bar{C}_i = 1 - 1 = 0$$

Cette relation implique :

$$\sum_{i=0}^n \gamma_i(p) = \sum_p \gamma_i(p) = 0 \quad (5)$$

Dans une solution à (n+1) composants, il existe donc n concentrations indépendantes à température finie, l'opérateur d'occupation $\sigma_i(p)$ est une moyenne thermodynamique

$$\langle \sigma_i(p) \rangle = \bar{C}_i \quad (6)$$

Ceci signifie que tous les points du réseau sont équivalents.

On définit alors la fonction de corrélation de paires définie par :

$$s_{ij}(r) = \langle \sigma_i(p) \cdot \sigma_j(p+r) \rangle - \bar{C}_i \bar{C}_j \quad (7)$$

Ou encore en appliquant le théorème de la valeur moyenne

$$s_{ij}(r) = \bar{C}_i [\overline{p_{ij}(r)} - \bar{C}_j] = \bar{C}_j [\overline{p_{ij}(r)} - \bar{C}_i] \quad (8)$$

$$\text{Ou } \overline{p_{ij}(r)} = \langle \sigma_i(p) \sigma_j(p+r) \rangle / \langle \sigma_i(p) \rangle \quad (9)$$

est la probabilité, un atome de types i étant dans le site p, d'en trouver un atome de type j au site (p+r), r étant un vecteur du réseau.

II.2.2.b-Amplitude diffusée

Dans l'approximation cinématique, l'amplitude de l'onde diffusée est donnée par :

$$A(q) = \sum_{j=0}^n f_j(q) \sum_p \sigma_j(p) \exp -iqp \quad (10)$$

$$\text{Avec : } q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}$$

L'intensité diffusée est donc :

$$I(q) \propto \langle A(q) A^*(q) \rangle = \langle |A(q)|^2 \rangle \quad (11)$$

$$I(q) \propto \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \sum_{p,r} \langle \sigma_i(p) \sigma_j(p+r) \rangle \exp + iqp \exp - iq(p+r)$$

$$I(q) \propto \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \sum_{p,r} \langle \sigma_i(p) \sigma_j(p+r) \rangle \exp - iqr \quad (12)$$

En remplaçant la quantité $\langle \sigma_i(p) \sigma_j(p+r) \rangle$ de la relation (7) dans (12), on aboutit à

$$I(q) \propto \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \left[\sum_r \overline{C_i} \overline{C_j} + s_{ij}(r) \right] \exp - iqr$$

$$I(q) \propto \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \sum_r \overline{C_i} \overline{C_j} \exp - iqr + \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \sum_r s_{ij}(r) \exp - iqr \quad (13)$$

$I(q)$ est donc la somme de deux termes :

-le premier qui n'est autre que l'intensité de Bragg

-le second qui représente la transformée de Fourier de la fonction de corrélation de paires, correspond à l'intensité diffusée et s'écrit :

$$I_D(q) \propto \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \sum_r s_{ij}(r) \exp - iqr$$

$$\text{On a : } s_{ij}(r) = \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle$$

$$\text{Donc : } I_D(q) \propto \sum_{i,j=0}^n f_i(q) f_j^*(q) \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle \exp - iqr \quad (14)$$

$$I_D(q) \propto \sum_{i,j=0}^n (f_i - f_0 + f_0) (f_j - f_0 + f_0)^* \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle \exp - iqr \quad]$$

$$I_D(q) \propto \sum_{i,j=0}^n (f_i - f_0) (f_j - f_0)^* \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle \exp - iqr$$

$$+ \sum_{i,j=0}^n f_0 f_j^* \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle \exp - iqr$$

$$+ \sum_{i,j=0}^n f_0^* f_i \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle \exp - iqr$$

$$- \sum_{i,j=0}^n f_0 f_0^* \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(p+r) \rangle \exp - iqr \quad] \quad (15)$$

Le deuxième, le troisième et le quatrième terme, respectivement notes B, C et D dans l'équation (15), sont nuls puisque

$$\sum_{i=0}^n \gamma_i(p) = \sum_{j=0}^n \gamma_j(r+p) = 0$$

En effet :

B=

$$\sum_{i,j=0}^n f_0 f_j^* \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr = \sum_{j=0}^n f_0 f_j^* \sum_{i=0}^n \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr$$

$$B = f_0 \sum_{j=0}^n f_j^* \sum_r \langle \gamma_j(r+p) \sum_{i=0}^n \langle \gamma_i(p) \rangle \rangle \exp - iqr = 0$$

C=

$$\sum_{i,j=0}^n f_0 f_i \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr = \sum_{i=0}^n f_0 f_i \sum_{j=0}^n \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr$$

$$C = f_0 \sum_{i=0}^n f_i \sum_r \langle \gamma_i(p) \sum_{j=0}^n \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr = 0$$

$$D = \sum_{j=0}^n f_0 f_0^* \sum_r \langle \sum_{i=0}^n \gamma_i(p) \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr = 0$$

$$D' \text{ où } I_D(q) \propto \sum_{i,j=0}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* \sum_r \langle \gamma_i(p) \gamma_j(r+p) \rangle \exp - iqr$$

$$I_D(q) \propto \sum_{i,j=1}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* \sum_r s_{ij}(r) \exp - iqr$$

$\sum_r s_{ij}(r) \exp - iqr = s_{ij}(q)$ sont les fonctions de structure partielles

$$I_D(q) \propto \sum_{i,j=0}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* s_{ij}(q) \quad (16)$$

$$I_D(q) \propto \sum_{i=0}^n \left[\underbrace{(f_i - f_0)(f_0 - f_0)^*}_{=0} s_{i0}(q) + \sum_{j=1}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* s_{ij}(q) \right]$$

$$D' \text{ où } I_D(q) \propto \sum_{i=0}^n \sum_{j=1}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* s_{ij}(q)$$

En faisant varier l'indice i, on aboutit à

$$I_D(q) \propto \sum_{j=1}^n \left[\underbrace{(f_0 - f_0)(f_j - f_0)^*}_{=0} s_{0j}(q) + \sum_{i=1}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* s_{ij}(q) \right]$$

En fin, $I_D(q)$ prend la forme finale

$$I_D(q) \propto \sum_{i,j=1}^n (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* s_{ij}(q) \quad (17)$$

CHAPITRE III :
APPLICATION AU CAS DES ALLIAGES
MARAGING QUATERNAIRE Fe-17,5Ni-
8,57Co-4,77Mo (%ATOMIQUE)

III .1-Analyse par microscopie électronique à transmission des phénomènes de précipitation se produisant en condition isothermes dans la martensite des alliages quaternaires au Ni

Parmi les différentes méthodes d'investigation utilisables, en conditions isothermes, nous avons :

- les techniques globales et indirectes telles que la microdureté, la dilatométrie, la thermorésistivité, la diffraction des rayons X , la diffusion des rayons X aux petits angles ;

Et les techniques plus ponctuelles qui permettent , l'observation directe des phases constituant l'alliage étudié telles que la microscopie et la microdiffraction électroniques qui nous permettent de déterminer la nature et l'évolution en taille et en nombre des précipités en fonction des paramètres de revenu.

III .1.1-Structure métallographique de l'alliage maraging Fe - 17,5Ni - 8,57Co - 4,77Mo

Après l'opération d'élaboration qui consiste à faire subir à l'aggloméré vert un traitement thermique d'homogénéisation à 1400 °C, l'échantillon est refroidit jusqu'à la température de 20°C à vitesse modérée de 450°C, au terme de ces traitements l'observation métallographique révèle une structure martensitique en latte (figure III .1), elle est donc susceptible de subir des phénomènes de durcissement par revenu.

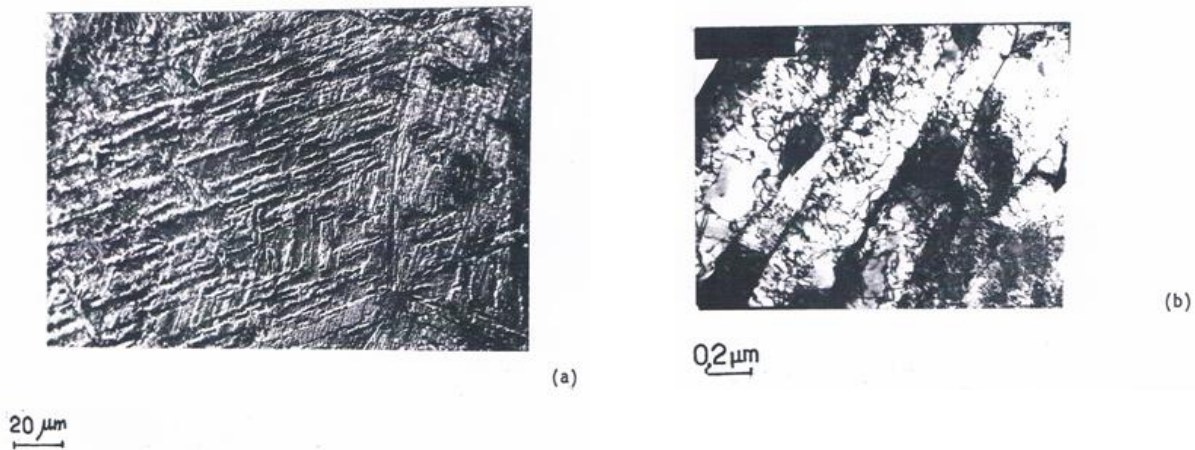


Figure III .1: Structure micrographique de l'alliage Fe - 17,5Ni - 8,57Co - 4,77Mo

-a) observée par microscopie optique;

-b) observée par microscopie électronique en champ clair montrant une martensite en lattes contenant une forte densité de dislocations.

III .1.2-Effet du traitement thermique de revenu sur la précipitation dans l'alliage maraging

La martensite des alliages maraging obtenue après trempe a subi un revenu isotherme à la température de 438°C pendant des durées variables; les observations par microscopie électronique sur lames minces de la microstructure ont révélé la présence de précipités d'une phase dite phase ω , de forme sphérique répartis uniformément au sein de la matrice martensitique, (figure III .2)

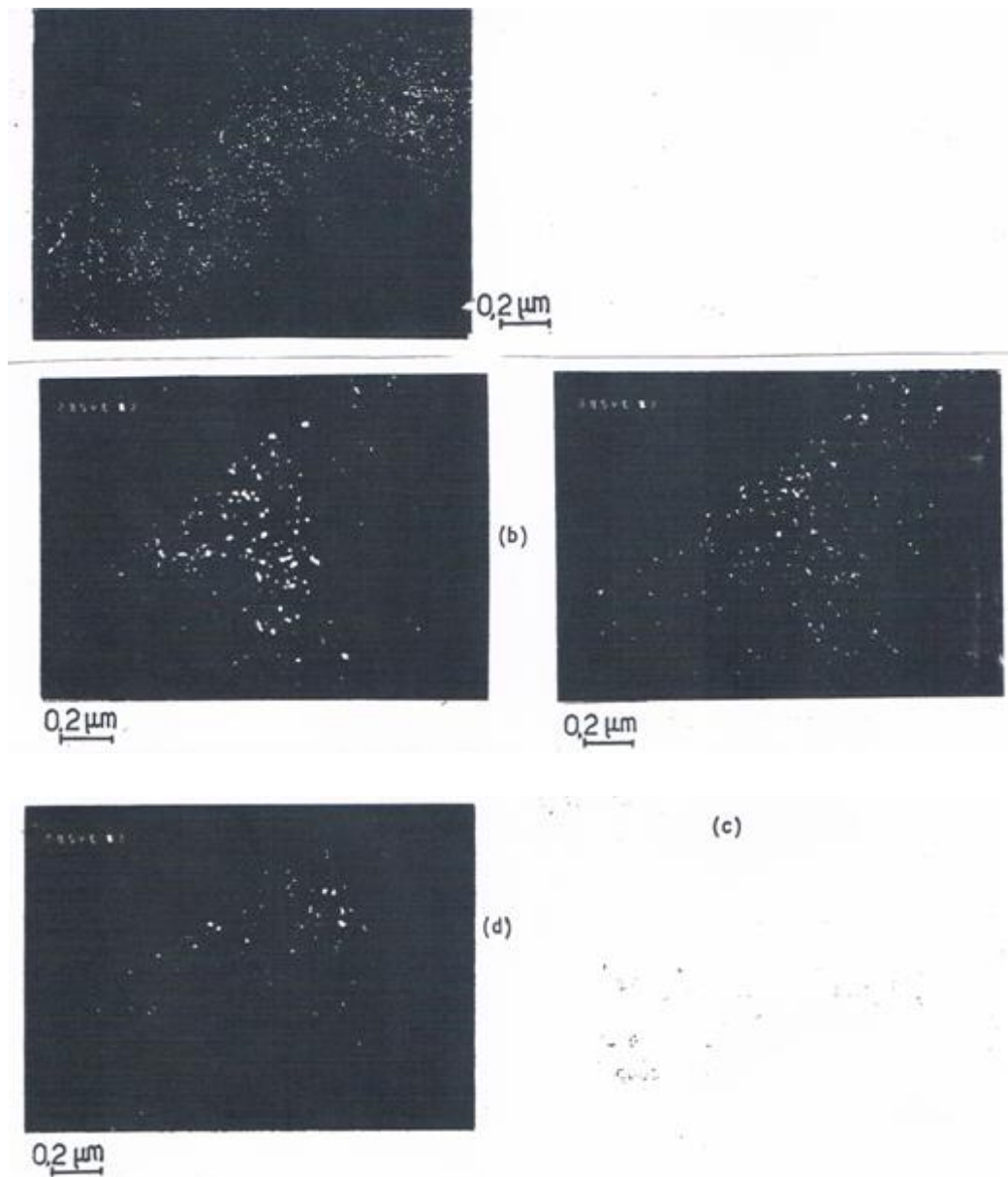


Figure III .2 : Précipités de phase ω dans une matrice martensitique.

III .2-Etude de la démixtion des alliages maraging

III .2.1-Expression de l'intensité diffusée dans le cas d'un alliage ternaire

Dans le cas d'un alliage ternaire ABC, l'intensité diffusée peut s'écrire comme une combinaison linéaire des fonctions de structure partielles S_{ij} :

$$I(q) \propto \sum_{i,j=1}^2 (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* S_{ij}(q)$$

Dans cette relation la somme est étendue sur toutes les espèces chimiques i et j , excepté sur l'élément majoritaire représenté par l'indice 0, f_i et f_j sont donc les facteurs de diffusion atomiques des élément solutés, f_0 est celui du fer.

Dans le cas de l'alliage quaternaire Fe Ni Co Mo considéré, que nous assimilerons à un pseudo ternaire, les indices i, j et 0 correspondent donc au Mo, (Ni+Co)= X et Fe respectivement. Le nickel et le cobalt se comportent de la même manière vu que leur numéros atomique sont très proches ($Z_{Ni}=28e$, $Z_{Co}=27e$)

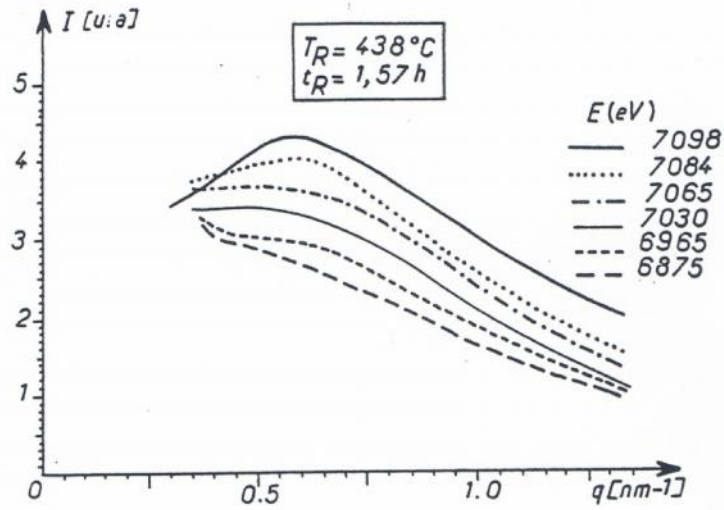
III .2.2-Formalisme et accès au rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$

L'examen par microscopie électronique sur lames minces a montré que le système est uniquement constitué de deux phases (précipités de phase ω au sein d'une matrice martensitique)

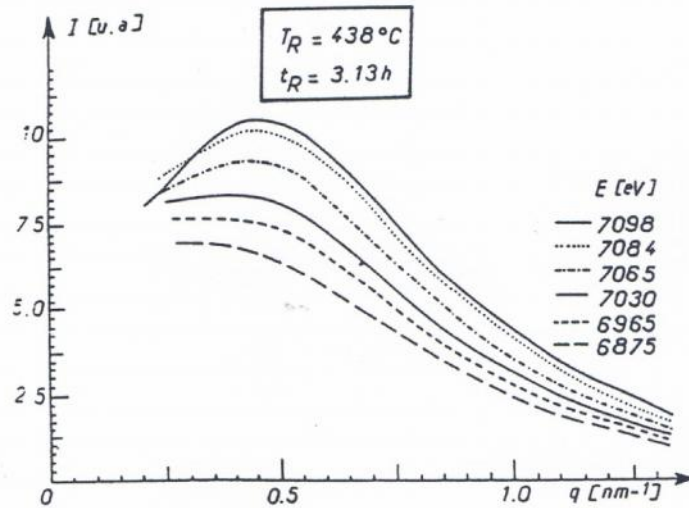
Dans la figure III .3 sont représentées les courbes de diffusion anormale des rayons X aux petits angles de l'alliage Fe Ni Co Mo vieilli à la température de 438°C pendant et à des énergies comprises entre 6875 et 7098 eV ; sur ces figures on constate que :

- Pour une température T donnée et quelque soit le temps de revenu t_R un effet anormal net est observable, l'intensité diffusée augmente de façon monotone quand l'énergie des rayons X incidents E_{RX} , croit de 6875 à 7098 eV, ceci est du à l'augmentation de la différence $\Delta f = f_{Mo} - f_{Fe}$, entre les facteurs de diffusion atomique f_{Mo} et f_{Fe} qui est une conséquence de l'effet anormal (f_{Fe} diminue au fur et à mesure que l'on s'approche du seuil d'absorption du fer).
- Pour une série de combes données, il existe un maximum de diffusion, il est le mieux définit quand l'énergie E approche celle du seuil d'absorption du fer ($E \leq E_{seuil}$).

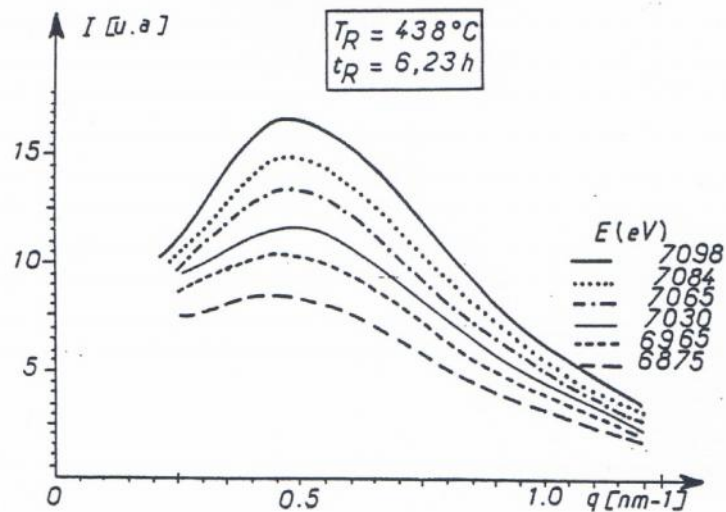
- La forme des courbes ne dépend pas de l'énergie des rayons X incidents donc les fonctions de structure $S_{ij}(q)$ sont proportionnelles.



(a)



(b)



(c)

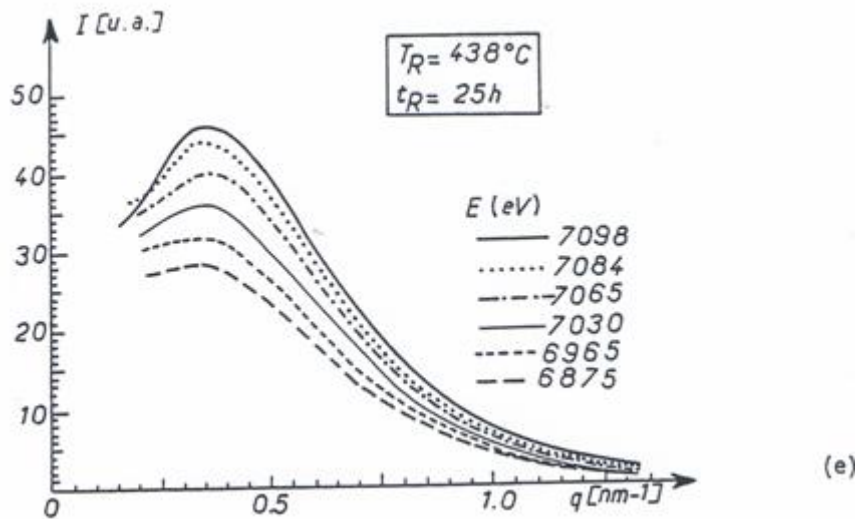
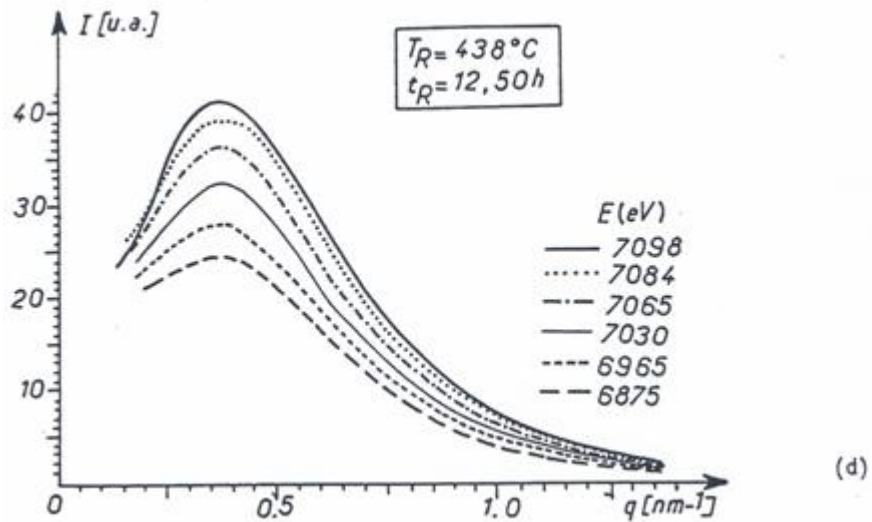


Figure III.3 : Courbes de diffusion anormale des rayons X aux petits angles de l'alliage

Fe Ni Co Mo vieilli à la température de 438°C pendant des durées croissantes et à des énergies comprises entre 6875 et 7098 eV

Comme les fonctions $S_{ij}(\mathbf{q})$ sont proportionnelles il est possible d'employer le formalisme relatif à un modèle de démixtion à 2 phases dans lequel les précipités (p) de concentration uniforme C_i^p ont une interface nette avec la matrice (m) de concentration également uniforme.

$S_{ij}(\mathbf{q})$ sont donc proportionnelles au facteur de forme des précipités $S_{pm}(\mathbf{q})$,

$$S_{ij}(q) \propto S_{pm}(q) \text{ soit } S_{ij}(q) = \Delta C_i \Delta C_j S_{pm}(q)$$

$$\text{Avec } \Delta C_i = C_i^m - C_i^p \quad i=1, 2$$

L'intensité s'écrit donc avec cette nouvelle formulation comme suit

$$I(q) = \sum_{i,j=1}^2 (f_i - f_0)(f_j - f_0)^* \Delta C_i \Delta C_j S_{pm}(q)$$

$$I(q) = \sum_{i,j=1}^2 [(f_{Mo} - f_{Fe})(f_j - f_{Fe})^* \Delta C_1 \Delta C_j + (f_X - f_{Fe})(f_j - f_{Fe})^* \Delta C_2 \Delta C_j] S_{pm}(q)$$

$$I(q) = [(f_{Mo} - f_{Fe})(f_{Mo} - f_{Fe})^* \Delta C_1 \Delta C_1 + (f_{Mo} - f_{Fe})(f_X - f_{Fe})^* \Delta C_1 \Delta C_2] S_{pm}(q) +$$

$$(f_X - f_{Fe})(f_{Mo} - f_{Fe})^* \Delta C_2 \Delta C_1 + (f_X - f_{Fe})(f_X - f_{Fe})^* \Delta C_2 \Delta C_2 S_{pm}(q)$$

$$I(q) = [(f_{Mo} - f_{Fe}) \Delta C_1 + (f_X - f_{Fe})^* \Delta C_2]^2 S_{pm}(q) \quad (a)$$

ΔC_1 et ΔC_2 sont données par les relations

$$\Delta C_1 = C_{Mo}^p - C_{Mo}^m \quad \Delta C_2 = C_X^p - C_X^m$$

III .2.3-Calcul du rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$:

On s'intéresse à déterminer le préfacteur de la relation (a) et nom à celle du facteur de forme $S_{pm}(q)$

Pour augmenté la précision, et ce pour une énergie E donnée, le préfacteur n'est pas déterminé pour une seule valeur de q mais sur les valeurs de q considérées :

$$N(q) = \sum_q I(q)$$

$$\text{Posons } \phi(q) = \sqrt{N(q)} = |(f_{Mo} - f_{Fe}) \Delta C_1 + (f_X - f_{Fe}) \Delta C_2| \sqrt{\sum_q S_{pm}(q)}$$

$$\phi(q) = |f_{Mo} \Delta C_1 + f_X \Delta C_2 - f_{Fe} (\Delta C_1 + \Delta C_2)| \sqrt{\sum_q S_{pm}(q)}$$

Cette formulation appliquée à chacune des énergies considérée, permet de tracer le graphe

$\phi(q) = h(f_{Fe})$ à partir de l'équation précédente que l'on peut mettre sous la forme :

$\phi(q) = a + bf_{Fe(E)}$, le calcul de la pente $b = -(\Delta C_1 + \Delta C_2)$ et de l'ordonnée à l'origine $a = f_{Mo}\Delta C_1 + f_X\Delta C_2$ permettent l'accès au rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$

En fait il existe une autre façon d'opérer pour accéder au rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$ en n'ayant à calculer qu'un seul paramètre (la pente) à condition de considérer le graphe $\frac{\Delta\phi}{\bar{\phi}} = g\left(\frac{\Delta F}{\bar{F}}\right)$ dans lequel :

$\bar{\phi}$ représente la moyenne de ϕ sur les six mesures effectuées aux différents énergies

$$\Delta\phi = \phi(q, E) - \bar{\phi}$$

\bar{F} est la moyenne de f_{Fe} correspondant également aux six énergies

$$\text{et } \Delta F = F - \bar{F} = f_{Fe} - \bar{f}_{Fe}$$

La fonction $g\left(\frac{\Delta F}{\bar{F}}\right)$ devient: $g\left(\frac{\Delta F}{\bar{F}}\right) = g\left(\frac{f_{Fe} - \bar{f}_{Fe}}{\bar{f}_{Fe}}\right)$ et s'écrit $\frac{\Delta\phi}{\bar{\phi}} = \frac{\phi(q, E) - \bar{\phi}}{\bar{\phi}}$ dans laquelle:

$$\phi = a - bf_{Fe} \quad \text{et} \quad \bar{\phi} = a - b\bar{f}_{Fe} \quad \text{soit} \quad \Delta\phi = \phi - \bar{\phi} = -b(f_{Fe} - \bar{f}_{Fe}),$$

a et b sont données par : $a = f_{Mo}\Delta C_1 + f_X\Delta C_2$ et $b = (\Delta C_1 + \Delta C_2)$

$$\frac{\Delta\phi}{\bar{\phi}} = \frac{\sqrt{\sum_{q_0}^{q_c} I(q, E)} - \sqrt{\sum_{q_0}^{q_c} I(q, E)}}{\sqrt{\sum_{q_0}^{q_c} I(q, E)}} = \frac{-b(f_{Fe} - \bar{f}_{Fe})}{a - b\bar{f}_{Fe}} = \frac{(f_{Fe} - \bar{f}_{Fe})}{\bar{f}_{Fe}} \left(\frac{-b}{\frac{a}{\bar{f}_{Fe}} - b} \right) = \frac{\Delta F}{\bar{F}} p$$

où p est la pente du graphe $\frac{\Delta\phi}{\bar{\phi}} = g\left(\frac{\Delta F}{\bar{F}}\right)$, elle vaut : $p = \frac{b}{b - \frac{a}{\bar{f}_{Fe}}} = \frac{\Delta C_1 + \Delta C_2}{\Delta C_1 + \Delta C_2 - \frac{f_{Mo}\Delta C_1 + f_X\Delta C_2}{\bar{f}_{Fe}}}$

$$p = \frac{\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + 1}{\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + 1 - \frac{f_{Mo}\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + f_X}{\bar{f}_{Fe}}} = \frac{\left(\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + 1\right)\bar{f}_{Fe}}{\bar{f}_{Fe}\left(\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + 1\right) - f_{Mo}\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + f_X}$$

Dans le tableau III.1 sont regroupées les valeurs réelles et imaginaires de la correction anormale f' (E) et f'' (E) du facteur de diffusion atomique du fer pour les énergies utilisées dans ce travail. (6875 eV E_T 7098eV), l'énergie du seuil d'absorption de la raie K du fer est: $E_{k\text{ seuil}}(\text{Fe}) = 7112$ eV.

Energie (eV)	6875	6975	7030	7065	7084	7098
$f'_{Fe}(e)$	- 3.12	- 3.59	- 4.21	- 4.75	- 5.30	- 6.02
$f''_{Fe}(e)$	0.496	0.481	0.476	0.471	0.471	0.469

Tableau III.1 : Valeurs réelles et imaginaires de la correction anormale $f'(E)$ et $f''(E)$ du facteur de diffusion atomique du fer pour les différents énergies (6875 eV E_T 7098eV).

D'après SATOSHI SASAKI [26]

Les valeurs moyennes de la correction anormale sur les six mesures sont :

$$\overline{f'} = \frac{\sum_i f'_{Fe}}{6} = -4.49 e \quad \overline{f''} = \frac{\sum_i f''}{6} = 0.477 e$$

Les facteurs de diffusion atomique du Ni et du Co sont également modifiés au voisinage du seuil d'absorption du fer et sont corrigés de leurs facteurs respectifs ;

$$\overline{f'_{Co}} \cong -2.30 e \qquad \overline{f'_{Ni}} \cong -1.75 e$$

$$\overline{f''_{Co}} \cong 0.557 e \qquad \overline{f''_{Ni}} \cong 0.648 e$$

Le facteur de diffusion atomique $Z^0_{(Ni+Co)}$ ainsi que la correction anormale $\overline{f'_{(Ni+Co)}}$ et $\overline{f''_{(Ni+Co)}}$ sont calculées en tenant compte des proportions atomiques respectives des constituants Ni et Co comme suit, la composition atomique de l'alliage étant

[70.42 Fe – 17.74 Ni – 8.83 Co – 3.01 Mo (% at)] alors

$$\%Ni = \frac{17.74}{8.83+17.74} = 0.667 \qquad \%Co = \frac{8.83}{8.83+17.74} = 0.332$$

$$Z^0_{(Ni+Co)} = \% Ni Z^0_{Ni} + \% Co Z^0_{Co} = 27.64 e \quad (Z_{Ni} = 28 e \quad Z_{Co} = 27 e)$$

$$\overline{f'_{(Ni+Co)}} = -1.93 e \quad \text{et} \quad \overline{f''_{(Ni+Co)}} = 0.617 e$$

Le facteur de diffusion atomique du molybdène est pris égal à : $f_{Mo} = Z^0 = 42e$

Sur les figures III .4 sont reportés les graphes $\frac{\Delta\phi}{\phi} = g\left(\frac{\Delta F}{F}\right)$, à partir desquels on peut accéder à la valeur du rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$ qui s'obtient comme suit :

$$p\left[\left(\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + 1\right)\bar{f}_{Fe} - f_{Mo} \frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} - f_x\right] = \bar{f}_{Fe} \left(\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + 1\right)$$

$$P(\bar{f}_{Fe} - f_{Mo}) \frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} + p(\bar{f}_{Fe} - f_x) = \frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} \bar{f}_{Fe} + \bar{f}_{Fe}$$

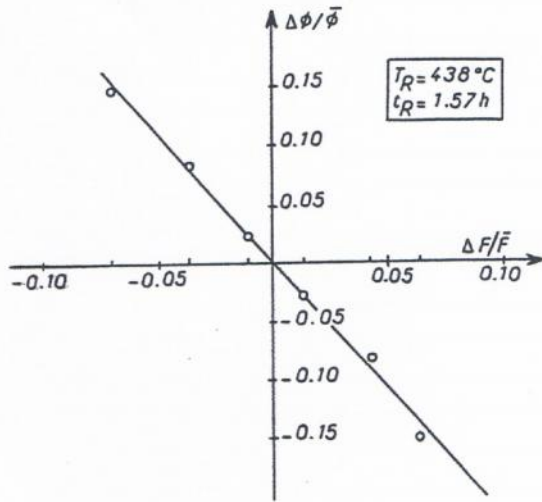
$$\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} [p(\bar{f}_{Fe} - f_{Mo}) - \bar{f}_{Fe}] = \bar{f}_{Fe} - p(\bar{f}_{Fe} - f_x)$$

$$\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} = \frac{\bar{f}_{Fe} - p(\bar{f}_{Fe} - f_x)}{p(\bar{f}_{Fe} - f_{Mo}) - \bar{f}_{Fe}}$$

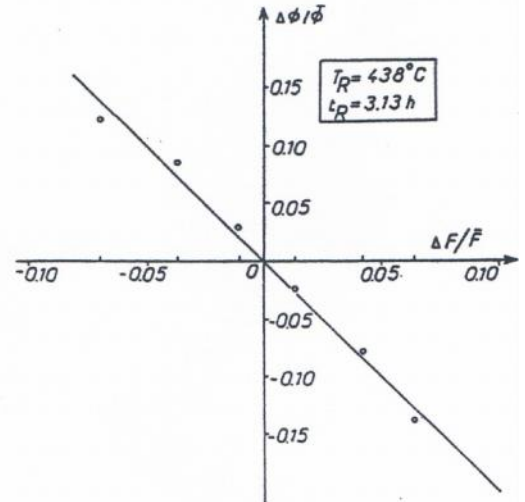
Les valeurs du rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$ sont regroupées dans le tableau III.2 :

T _R = 438 °C					
T _R (heures)	1.57	3.13	6.23	12.50	25
P	-2.144	-1.954	-1.855	-1.987	-1.878
$\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$	0.553	0.713	0.826	0.680	0.798

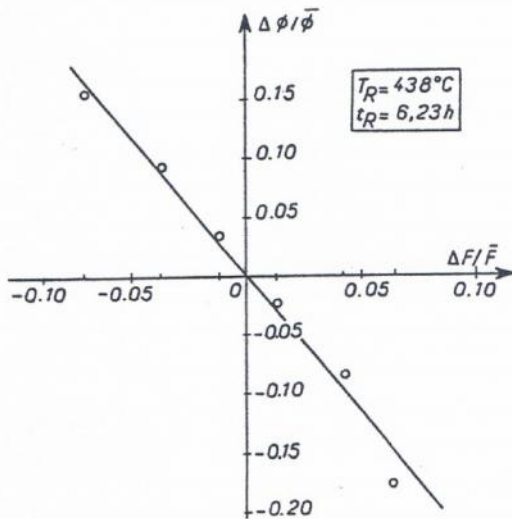
Tableau III.2 : Valeurs du rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2}$.



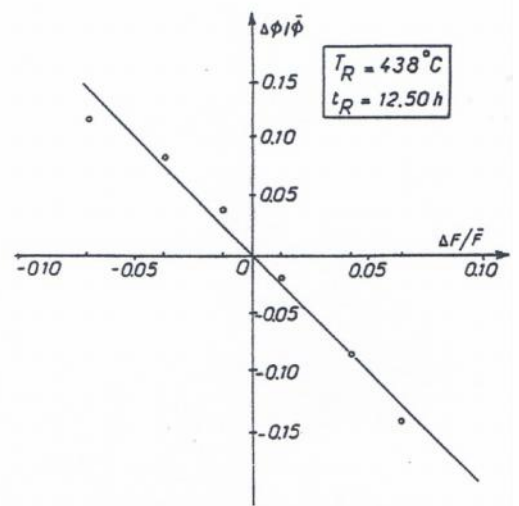
(a)



(b)



(c)



(d)

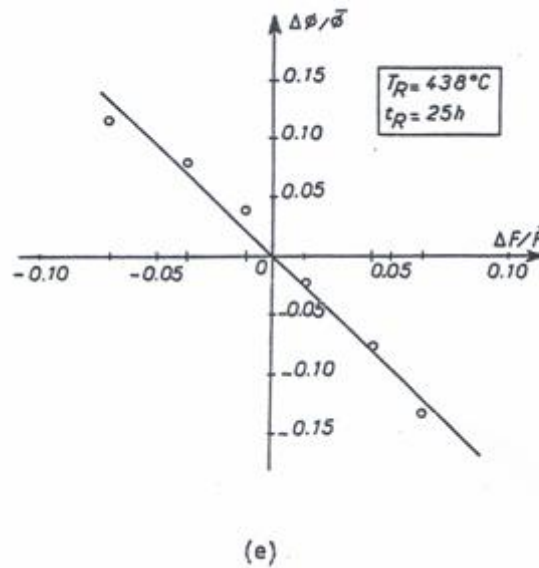


Figure III .4: Graphes $\frac{\Delta\phi}{\bar{\phi}} = g\left(\frac{\Delta F}{\bar{F}}\right)$ tracés pour la température de 438°C.

III .2.4-Détermination de la composition en éléments d'alliage des phases résultant de la démixtion de la martensite de départ

Pour déterminer la composition chimique de la phase ω et de la matrice après le processus de décomposition de la martensite, nous allons utiliser le principe de la conservation de la matière représenté par les équations suivantes:

- Conservation des constituants dans la phase ω :

$$\sum_{i=1}^3 C_i^{\omega} = 1$$

- Conservation des constituants dans la matrice :

$$\sum_{i=1}^3 C_i^m = 1$$

- Conservation du soluté, soit les 3 équations suivantes:

$$V_{\omega} C_i^{\omega} + (1-V_{\omega}) C_i^m = \bar{C}_i, \quad i = \begin{cases} Fe \\ Ni + Co \\ Mo \end{cases}$$

Où V_{ω} représente la fraction volumique de la phase ω .

C_i^m et C_i^{ω} sont les concentrations atomique en éléments i (Fe, Co+Mo X, Mo) dans la matrice et dans la phase ω respectivement.

\bar{C}_i est la concentration atomique moyenne en élément i de l'alliage avant le processus de décomposition.

Les quantités inconnues sont $C_{Fe}^\omega, C_X^\omega, C_{Mo}^\omega, C_{Fe}^m, C_X^m, C_{Mo}^m$ et V_ω soit 7 inconnues;

Les équations dont nous disposons sont au nombre de cinq,

$$\begin{cases} C_{Fe}^\omega + C_X^\omega + C_{Mo}^\omega = 1 \\ C_{Fe}^m + C_X^m + C_{Mo}^m = 1 \end{cases} \quad \text{et} \quad \begin{cases} V_\omega C_{Fe}^\omega + (1 - V_\omega) C_{Fe}^m = \bar{C}_{Fe} \\ V_\omega C_{Mo}^\omega + (1 - V_\omega) C_{Mo}^m = \bar{C}_{Mo} \\ V_\omega C_X^\omega + (1 - V_\omega) C_X^m = \bar{C}_X \end{cases}$$

La résolution du système d'équations est mathématiquement impossible, à moins de prendre en compte d'autres données qui permettent de réduire le nombre d'inconnues. En effet,

Nous connaissons d'une part la valeur du rapport $\frac{\Delta C_1}{\Delta C_2} = \frac{C_{Mo}^\omega - C_{Mo}^m}{C_X^\omega - C_X^m} = \alpha$ déterminée à l'aide

des expériences de diffusion anormale des rayons X aux petits angles, d'autre part et dans le cas de l'étude faite par J.BOURGEOT et al [27], sur l'alliage Fe-17,6Ni-8,57Co-4,77Mo, de composition voisine de l'alliage objet de cette étude, aucune composante paramagnétique n'a été observée sur les spectres MOSSBAUER même après un revenu de 1024 heures à 350 °C, traitement conduisant à la formation de précipités de phase ω , donc $C_{Fe}^\omega \approx 0$.

Avec ces considérations la résolution du système d'équation précédent conduit aux résultats suivants :

$$\text{Martensite} \begin{cases} C_{Fe}^m = \frac{\bar{C}_{Fe}}{1 - V_\omega} \\ C_X^m = \bar{C}_X - \frac{V_\omega}{1 - V_\omega} \frac{\bar{C}_{Fe}}{1 + \alpha} \\ C_{Mo}^m = 1 - \bar{C}_X - \frac{\bar{C}_{Fe}}{1 - V_\omega} + \frac{V_\omega}{1 - V_\omega} \frac{\bar{C}_{Fe}}{1 + \alpha} \end{cases}$$

Et

$$\text{Précipité de phase } \omega \begin{cases} C_{Fe}^\omega \approx 0 \\ C_X^\omega = \bar{C}_X + \frac{\bar{C}_{Fe}}{1 + \alpha} \\ C_{Mo}^\omega = 1 - \bar{C}_X - \frac{\bar{C}_{Fe}}{1 - \alpha} \end{cases}$$

La composition de la phase ω est rendu possible grâce à la connaissance d'un seul paramètre, la fraction volumique V_ω ($0 \leq V_\omega \leq 1$).

La fraction volumique V_{ω} peut être déterminée à l'aide de la relation donnée par M.ROTH, [28], qui a montré que les variations de la position en q de la modulation, soit q_{max} sur les courbes des intensités diffusées se situent assez bien autour d'une loi de type :

$$\frac{\bar{N}}{V} = \frac{(q_{max})^3}{322}$$

Sachant que les précipités sont considérés comme quasi sphériques, la fraction volumique de la phase précipitée est donnée par la relation :

$$V_{\omega} = \frac{4}{3} \pi R^3 \frac{\bar{N}}{V} = \frac{4}{3} \pi R^3 \frac{(q_{max})^3}{322}$$

R étant le rayon des particules déterminé par MET. Les valeurs V_{ω} sont rassemblées dans le tableau III.3.

T _R =438°C					
t _R (h)	1.57	3.13	6.23	12.5	25
R(nm)	2.060	2.483	2.701	3.033	3.546
V_{ω}	0.024	0.029	0.026	0.030	0.025
C_{Mo}^m	0.024	0.022	0.021	0.021	0.022
$C_{(Ni+Co)}^m$	0.255	0.253	0.256	0.253	0.255
C_{Fe}^m	0.721	0.725	0.723	0.726	0.723
C_{Mo}^{ω}	0.28	0.32	0.35	0.32	0.34
$C_{(Ni+Co)}^{\omega}$	0.72	0.68	0.65	0.68	0.66
$\frac{C_{Mo}^{\omega}}{C_{(Ni+Co)}^{\omega}}$	0.39	0.047	0.51	0.47	0.51

Tableau III.3. Valeurs des différentes concentrations C_i^{ω} et C_i^m

Le fait de voir que la composition de la matrice n'évolue pas montre que la démixtion a atteint un état stationnaire, la valeur du rapport $\frac{C_{Mo}^{\omega}}{C_{(Ni+Co)}^{\omega}}$ reste sensiblement constante, on peut donc lui attribuer la composition suivante : (Ni,Co)₂Mo, elle est considérée de type A₂B.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Conclusion

L'étude que nous avons entreprise a porté sur les phénomènes de précipitation se produisant dans l'alliage maraging quaternaire au Nickel de composition atomique Fe-17,5Ni-8,57Co-4,77Mo.

La démixtion de la matrice martensitique a eu lieu après revenu à la température de 438°C, l'alliage présente une précipitation fine d'une phase dite ω , de forme sphérique répartie au sein de la phase mère,

Les courbes de diffusion anormales des rayons X aux petits angles effectuées au seuil d'absorption du fer ont montré l'existence d'un effet anormal très net,

La composition chimique de la phase ω en fonction des deux paramètres de revenu (température et temps) a été déterminé à l'aide du modèle de démixtion à deux phases en considérant l'alliage quaternaire comme un pseudo-ternaire : ceci nous a permis d'établir que la composition de la phase ω reste pratiquement constante ; elle est de type A_2B .

Références Bibliographiques

[1]	C.BIEBER 1952- Rapport de l'international Nickel Compagy
[2]	R.F. DECKER, J.T. EASH, A.J GOLDMAN (1962) –Trans A.S.M., 55
[3]	Degarmo, E. Paul; Black, J. T.; Kohser, Ronald A. (2003), Materials and Processes in Manufacturing (9th ed.), Wiley, p. 119, ISBN 0-471-65653-4
[4]	http://boowiki.info/art/inoxydable-2/acier-maraging.html
[5]	Yves TREMOUREUX.« Etude de la résistance à la corrosion d'alliages à hautes caractéristiques mécaniques dans quelques milieux de l'industrie alimentaire»Thèse de doctorat, l'université de Pierre et Marie CURIE -PARIS 6 -,1978
[6]	https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00979312 Submitted on 15 Apr 2014
[7]	Menasra Hayet. « Influence de la température de frittage sur les propriétés structurales, diélectriques et piézoélectriques dans le système ternaire: Pb _{0.95} (La _{1-z} , Biz) _{0.05} [(Zr _{0.6} , Ti _{0.4}) _{0.95} (Mn _{1/3} , Sb _{2/3}) _{0.05}]O ₃ », Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra ; 2015 .
[8]	RM German. Powder metallurgy science MPIF. Princeton, NJ, page 192, 1994.
[9]	Didier Bouvard. Métallurgie des poudres. Hermès Science Publications, 2002.
[10]	L Olmos. Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG, 2009.
[11]	M530 v2, Gérard GUÉNIN, «Transformations martensitiques Alliages à mémoire de forme», 10 janv. 1996
[12]	http://threeplanes.net/martensite.html
[13]	file:///C:/Users/PC/Downloads/Documents/05_trait_therm.pdf
[14]	W. Kurz, J. P. Mercier Et G. Zambelli, Introduction A La Science Des Matériaux,

[15]	M. Boufenghour, Mémoire De Magister, Université Mentouri Constantine (2001).
[16]	https://fr.wikiversity.org/wiki/M%C3%A9tallurgie_g%C3%A9n%C3%A9rale/Les_aciers_I_-_th%C3%A9orie
[17]	L.N. Larikov and O.A. Shmatko, Nauk. Dumka, Keiv, (1976).
[18]	W Kurz, J.P. Mercier, G. Zambili, 2ème édition, presse polytechnique et universitaires Romandes, Suisse Lausanne ,(1995).
[19]	S. P. Ringer, S. K. Caralrer, I. J. Polmear, Scripta Mater, vol. 39, p. 1559, (1998).
[20]	P. Zieba. Polish Academy of Sciences, Committee of Metallurgie, Archives pf Metallurgy, Krakow, Poland, p 655-662. (1991).
[21]	LOCQUET, J-N., Caractérisation métallurgique et mécanique de couches nitrurées, relation microstructure-comportement. Thèse de doctorat : Ecole National des Arts et Métiers Centre d'Aix-en-provence, France, 1998, 210p.
[22]	SOTO, R., Etude par microscopie électronique en transmission de la précipitation en relation avec les propriétés mécaniques dans les aciers Dual-Phase microalliés au titane. Thèse Sciences des Matériaux: Université de droit, d'économie et des sciences d'aixmarseille, 1997, 104p.
[23]	JAMES , R. W. , The optical principle of the diffraction of X-rays (Bell and sons Ltd .,London)1965.
[24]	KRONIG, R. et KRAMERS, H.A., Z. phys. 48 (1928) 174.
[25]	https://hal.archives-ouvertes.fr/jpa-00232508 Submitted on 1 Jan 1985
[26]	SATOSHI SASAKI, Janvier 1984, “Anomalous scattering factors for synchrotron radiation users, calculated using Cromer and Liberman’s method” , FKEK 83-220 National Laboratory for hight energy physics, Ohomachi-Tsukubagun – Ibaraki-Ken 305- Japan
[27]	J.BOURGEOT, Ph MAITRE PIERRE, J. MANENC et BTHOMAS (octobre 1972), Rapport IRSID, page 167
[28]	M.ROTH, Ecole d’hivers d’Aussois, 2008, Utilisation des faisceaux de neutrons en métallurgie page 241, Edité par le CEA (Paris)

RESUME:

Les premiers aciers maraging ont été élaborés pour résoudre des problèmes particuliers de soudabilité et de résistance à la corrosion, ces aciers sont caractérisés par un titre en nickel de 18 à 20% en masse avec des additions de constituants spécifiques tels que le cobalt, le molybdène, le manganèse et le tungstène. Les éléments d'addition sont rajoutés dans un but bien précis : le nickel et le manganèse favorisent la transformation martensitique, le molybdène et le tungstène sont des éléments durcisseurs responsables de la précipitation, le cobalt abaisse le point de solubilité du molybdène dans le fer ce qui entraîne une précipitation à des températures relativement basses. Les principales caractéristiques de ces aciers sont la transformation en martensite après homogénéisation dans le domaine austénitique. Le traitement thermique de revenu qui conduit à un vieillissement de l'acier, a conduit à l'appellation : maraging (Martensite vieillie).

L'étude des phénomènes de précipitation se produisant dans l'alliage maraging quaternaire au Nickel de composition atomique Fe-17,5Ni-8,57Co-4,77Mo a montré que la démixtion de la matrice martensitique a eu lieu après revenu à la température de 438°C, l'alliage présente une précipitation fine d'une phase dite ω , de forme sphérique répartie de manière homogène au sein de la matrice.

La diffusion anormale des rayons X aux petits angles effectués au seuil d'absorption du fer a révélée l'existence d'un effet anormal très net. La composition chimique de la phase ω en fonction des deux paramètres de revenu (température et temps) a été déterminé à l'aide du modèle de démixtion à deux phases en considérant l'alliage quaternaire comme un pseudo-ternaire [Fe-(X=Ni+Co)-Mo]. La composition de la phase ω reste pratiquement constante, elle est de type A_2B .