

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES
En vue de l'obtention de Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

**ÉTUDE DES TRAITEMENTS THERMIQUES QUI
PERMETTENT LA PRÉCIPITATION DES
CARBURES DANS L'ACIER INOXYDABLE
AUSTÉNITIQUE 304L**

Proposé et encadré par :

Mr. A.DAIMELLAH

Réalisé par :

Mr. KALEM MOHAMED

ELGHEZALI

Promotion Juin 2014

ENP 10, Hacén-Badi, El-Harrach, 16200 Alger

Tel: 021.52.53.01-03, Fax: 021.52.29.73 www.enp.edu.dz

نهدف من خلال هذه الدراسة الى تشخيص ظاهرة ترسب الكريبيدات في حديد صلب غير قابل للتأكسد أستينيبي تعرض لمعالجة حرارية ثم تبريد سريع في الماء في درجة حرارة 1050°م ثم إعادة تسخين في درجات حرارة مختلفة (200°م 600°م 700°م 800°م 900°م) خلال أوقات زمنية مختلفة لمدة الإبقاء في نفس درجة الحرارة.

سنتتبع إذن تطور نسبة ترسب الكريبيدات بدلالة مدة الإبقاء في نفس درجة الحرارة , ومدى تأثير هذا الترسيب على صلابة الحديد الصلب.

كلمات مفتاحية : الترسيب ، الكريبيدات ، حديد صلب غير قابل للتأكسد أستينيبي ، الصلابة ، معالجة حرارية

Résumé

L'objectif de cette étude est la caractérisation microstructurale de la précipitation des carbures d'acier inoxydable austénitique 304L hypereffé à 1050 °C puis revenu à différentes températures (200 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C et 900 °C) pendant différentes durées de maintien.

On suivra ainsi : l'évolution du taux des carbures qui précipitent en fonction de durée de maintien, et l'effet de cette précipitation sur la micro-dureté.

Mots clefs : Précipitation, carbures, acier inoxydable austénitique, micro-dureté, traitement thermique.

Abstract

The aim of this study is to characterise the precipitation of carbides in an austenitic stainless steel 304L weld quenched from 1050 °C then tempered at many temperatures (200 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C and 900 °C).

We follow the evolution of carbides contents that precipitate depending on the time of stabilisation, and the effect of this precipitation on the micro-hardness.

Key words: precipitation, carbides, austenitic stainless steel, micro-hardness, heat treatment.

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord Allah le tout puissant, de m'avoir donné le courage et la patience afin de mener à bien mon projet de fin d'études.

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur A. DAIMELLAH, mon encadreur, pour m'avoir dirigé, orienté, soutenu et dont les compétences intellectuelles, l'expérience, la modestie, la patience et la disponibilité ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je voudrais particulièrement remercier les membres du jury dont Mr F. HELLAL pour avoir accepté la présidence du jury ainsi que les examinateurs Mr CHITROUB et Mr DELLALI pour m'avoir honoré d'être membres de mon jury de soutenance.

Je souhaiterais également remercier tous mes enseignants de l'ENP spécialement ceux du département de métallurgie, pour avoir participé à ma formation.

Finalement, mes remerciements vont à tous ceux qui ont contribué d'une quelconque manière à l'aboutissement de ce travail.

Dédicaces

A mes parents qui me sont les plus chers au monde, que Dieu les protège, et que ce travail fasse qu'ils soient fiers de moi.

A ma grande sœur et Mon petit frère que j'aime très fort, et à qui je souhaite tout le bonheur et la réussite du monde,

A mon plus cher ami Soualhani Mohamed Elseddik

A tous mes amis chacun par son nom,

A tous les étudiants de 5eme année du département de métallurgie,

A tous ceux que j'aime et qui m'aiment, ou ` qu'ils soient,

A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Mohamed Elghezali

Liste des illustrations

Figure I.1. <i>Diagramme Fe-Cr</i>	6
Figure I.2. <i>Le détail de la boucle gamma</i>	7
Figure I.3. <i>Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-nickel</i>	8
Figure I.4. <i>Les ternaires Fe-Cr-C</i>	9
Figure I.5. <i>L'influence du Ni sur la boucle</i>	10
Figure I.6. <i>Section à 1000 °C (isotherme) du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni</i>	10
Figure I.7. <i>L'influence du Carbone et du l'Azote sur la boucle</i>	11
Figure I.8. <i>Structure des alliages Fe Cr Mn en fonction de la teneur en Ni</i>	12
Figure I.9. <i>Diagramme de Pryce et Andrews donnant la Structure des aciers inoxydables</i>	13
Figure I.10. <i>Diagramme des aciers inoxydables d'après Schaeffler</i>	14
Figure I.11. <i>Diagramme de DeLong</i>	14
Figure I.12. <i>Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 304L</i>	15
<hr/>	
Figure III. 1 : <i>Création d'un plan de macle (x y) dans un réseau atomique</i>	27
Figure III. 2 : <i>La morphologie de $M_{23}C_6$ dans un acier inoxydable austénitique obtenu par microscopie électronique à transmission</i>	29
Figure III.3 : <i>Diagramme d'équilibre ternaire Fe – Cr – Ni</i>	33
<hr/>	
Figure IV.1: <i>traitement d'hypertrempe à 1050°C de l'acier 304L</i>	39
Figure IV.2 : <i>les différentes durées de maintien pour une température de revenu donnée</i>	40
Figure IV.3 : <i>la machine utilisée pour le découpage des échantillons</i>	40
Figure IV.4 <i>les échantillons après l'enrobage</i>	41

Figure IV.5 polisseuse utilisée.	41
Figure IV.6 : dispositif de l'attaque électrolytique	42
Figure IV.7: Microscope métallographique Optika équipé d'une caméra CMEX	43
Figure IV.8: traitement d'image par Fiji a) image initiale, b) mettre l'image en noir et blanc.....	44
Figure IV.9: Machine de Micro-dureté Vickers HM-100.....	45
—————	
Figure V.1 : microstructure du 304L après l'hypertrempe à 1050 °C et l'attaque électrolytique GX500	48
Figure V.2 : La microstructure de l'échantillon après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 200°C pendant 72 heures, GX500	49
Figure V.3 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 600°C pendant :(a) 30mn;(b) 120mn ;(c) 240mn, (d) 3420mn. GX500.....	50
Figure V.4 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 700°C pendant :(a) 30mn;(b) 120mn ;(c) 1200mn	51
Figure V.5 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 800°C pendant :(a) 30mn GX200;(b) 240mn GX500 ;(c) 1200mn GX500, (d) 2880mn GX200.....	52
Figure V.6 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 900°C pendant :(a) 30mn;(b) 240mn ;(c) 480mn, (d) 1440 mn. GX500	53
Figure V. 7 : Effet de la durée du revenu à 200°C sur la micro-dureté de l'acier 304L	54
Figure V. 8 : Effet de la durée du revenu à 600°C sur la micro-dureté de l'acier 304L.....	55
Figure V. 9 : Effet de la durée du revenu à 700°C sur la micro-dureté de l'acier 304L	56
Figure V. 10 : Effet de la durée du revenu à 800°C sur la micro-dureté de l'acier 304L	56
Figure V. 11 : Effet de la durée du revenu à 900°C sur la micro-dureté de l'acier 304L	57
Figure V.12 : variation de taux de la phase sigma en fonction du temps, pour les échantillons hypertextempés à 1050°C et revenus à 700°C	58

Figure V.13 : Variation de la fraction transformée en fonction du temps, pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 700°C	59
Figure V.14 : variation de taux de la phase sigma en fonction du temps, pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 900°C	59
Figure V.15 : Variation de la fraction transformée en fonction du temps, pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 900°C	60
Figure V.16 : Evolution de la micro-dureté de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 700 °C	61
Figure V.17 : Evolution de la micro-dureté de joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 700 °C	62
Figure V.18 : Evolution de la micro-dureté de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 900 °C	62
Figure V.19 : Evolution de la micro-dureté de joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 900 °C	63

Liste des Tableaux

Tableau I.1 Classification des aciers inoxydables ferritiques.....	16
Tableau I.2 Principales propriétés mécaniques des aciers ferritiques.....	16
Tableau I.3 Principales propriétés physiques des aciers ferritiques.....	17
Tableau I.4 Classification des aciers inoxydables martensitiques.....	17
Tableau I.5 Principales propriétés mécaniques des aciers martensitiques.....	18
Tableau I.6 Principales propriétés physiques des aciers martensitiques.....	18
Tableau I.7 Principales propriétés mécaniques des aciers austénitiques.....	19
Tableau I.8 Principales propriétés physiques des aciers austénitiques.....	19

Tableau II.1. Exemples de nuances d'aciers austénitiques.....	22
Tableau II.2. La composition chimique du 304L d'après ASTM.....	22
Tableau II.3. Les propriétés mécaniques du 304L à température ambiante d'après ASTM.....	23
Tableau II.4: Choix d'un acier inoxydable, en fonction des principaux critères techniques, pour les principales applications.....	24

Tableau III. 1 : Principaux carbures présentes dans les aciers inoxydables austénitiques.....	30
Tableau III. 2 : Les principales phases intermétalliques présentes dans les aciers inoxydables austénitiques.....	30
Tableau III.3 : Caractéristiques mécaniques après laminage contrôlé.....	34
Tableau III.4 : Durcissement structural après traitement thermomécanique.....	35

Tableau IV.1 La composition chimique du 304L d'après ASTM.....	38
Tableau IV.2 Les propriétés mécaniques du 304L à température ambiante d'après ASTM...38	38
Tableau IV.3 Les différentes durées de maintien effectuées pour chaque température de revenu.....	39
Tableau IV.4 les paramètres de l'attaque chimique.....	42

Tableau V.1 : les précipités qui possible apparaitre dans l'acier 304L.....	47
Tableau V. 2 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 200 °C.....	54
Tableau V. 3 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 600 °C.....	55
Tableau V. 4 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 700 °C.....	55
Tableau V. 5 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 800 °C.....	56
Tableau V. 6 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 900 °C.....	57
Tableau V.7 : Résultats du calcul du taux et la fraction de la précipitation à 700 °C.....	58
Tableau V.8 : Résultats du calcul du taux et la fraction de la précipitation à 900 °C.....	59
Tableau V.9 : Résultats rassemblent la micro-dureté du grain et du joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 700 °C.....	61
Tableau V.10 : Résultats rassemblent la micro-dureté du grain et du joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 900 °C.....	62

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	2
-----------------------------	---

PREMIERE PARTIE: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : LES ACIERS INOXYDABLES

I. Historique	5
I.1. Introduction	5
I.2. Système fer chrome et ses dérivés	6
I.2.1. Système Fe-Cr	6
I.2.2. Système Fe-Ni	8
I.2.3. Système Fe-Cr-C	8
I.2.4. Système Fe-Cr-Ni	9
I.2.5. Système Fe-Cr-Ni-M	11
I.3. influence des éléments d'alliages	11
I.4. diagrammes de corrélation des différents éléments	12
I.4.1. Le diagramme de PRYCE et ANDREWS	12
I.4.2. Le diagramme de SCHAEFFLER	13
I.4.3. Le diagramme de DE LONG	14
I.5. Diagramme Température-Temps-Précipitation	15
I.6. Les principales familles d'aciers inoxydables	16
I.6.1. Les Aciers inoxydables ferritiques	16
a. Propriétés mécaniques	16
b. Propriétés physiques :	17
I.6.2. Les aciers inoxydables martensitiques	17
a. Propriétés mécaniques	18
b. Propriétés physiques	18
I.6.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)	18
I.6.4. Les aciers inoxydables austénitiques	18
a. Propriétés mécaniques	19
b. Propriétés physiques	19

CHAPITRE II : LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

II. Les aciers inoxydables austénitiques	21
II.1. Introduction	21
II.2. Les principaux types d'aciers inoxydables austénitiques	21
II.3. Les aciers inoxydables austénitiques au nickel	22
II.4. Domaines d'utilisation des aciers inoxydables	23
II.4.1. Domaines d'application liés aux propriétés utilisées	23
II.4.2. Applications particulières liées à la structure austénitique	24

CHAPITRE III : LES CONSTITUANTS DE LA MICROSTRUCTURE ET LES TRAITEMENTS THERMIQUES

III.1. CONSTITUANTS DE LA MICROSTRUCTURE	27
III.1. 1. Les joints de grains	27
III.1. 2. Les macles	27
III.1.3. Les carbures	28
III.1. 3. a. Carbures type $M_{23}C_6$	28
III.1. 3. b. Carbures type MC	29
III.1. 3. c. Carbures type M_6C	29
III.1. 3. d. Carbures type M_7C_3	29
III.1.4. Les phases intermétalliques	30
III.2. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUE.....	31
III.2.1 Traitement d'hypertrempe	31
III.2.1.1 Considérations métallurgiques	31
III.2.1.2 Choix de la température d'hypertrempe	32
III.2.1.3 Durée du maintien à la température d'hypertrempe	32
III.2.2 Traitement anti-ferrite des nuances inoxydables austénitiques	32
III.2.3 Traitement thermomécanique des aciers inoxydables austénitiques...	34
III.2.4 Traitement d'optimisation de la tenue au fluage des aciers inoxydables austénitiques.....	35

DEUXIEME PARTIE : EXPÉRIENCES ET RÉSULTATS

CHAPITRE IV : MATÉRIAU ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

IV.1 Introduction	38
IV.2 La composition chimique	38
IV.3.Traitement de normalisation	39
IV.3.1 hypertrempe	39
IV.3.2 Le revenu	39
IV.4 La métallographie	40
IV.5 Observation microscopique	43
IV.6 Traitement d'image.....	43
IV. 7 Teste de la micro-dureté	45

CHAPITRE V : EXPLOITATION DES RESULTATS

V.1 Introduction.....	47
V.1.1 Les carbures	47
V.1.2 Les phases intermétalliques	47
V. 2. Résultats de l'observation métallographique	48
V.2.1. Etat microstructural après l'hypertrempe à 1050 °C et après l'attaque électrolytique	48
V.2.2 Observation métallographique après les traitements de revenus	49
a) Revenu à 200 °C	49
b) Revenu à 600°C	50
c) Revenu à 700 °C	51
d) Revenu à 800 °C	52
e) Revenu à 900 °C	53
V.3 Résultats de la micro-dureté	54
a) Revenu à 200 °C	54
b) Revenu à 600 °C	55
c) Revenu à 700°C	55
d) Revenu à 800°C	56
e) Revenu à 900 °C	57

V.4 Cinétique de la précipitation	58
a) Revenu à 700 °C	58
b) Revenu à 900 °C	59
V.5 Etude de la variation de micro-dureté en fonction de taux de précipités	61
a) Revenu à 700 °C	61
b) Revenu à 900 °C	62
CONCLUSION GENERALE	65
BIBLIOGRAPHIE	67

INTRODUCTION

Introduction

La métallurgie des aciers inoxydables prend de plus en plus de l'ampleur et reste encore un domaine de recherche et d'actualité pour les différentes possibilités qu'ils peuvent engendrer. Les aciers inoxydables sont largement utilisés dans l'industrie en particulier dans la fonderie pour leur propriétés mécaniques et physiques telle que, la faible densité, la très haute résistance à la corrosion, la bonne ductilité pour certain aciers allié avec de Cu, la très bonne usinabilité, la bonne soudabilité et la faible conductivité thermique par rapport a des aciers au carbone.

Cependant, les aciers inoxydables présentent une bonne dureté qui représente un grand avantage pour l'utilisation des aciers inoxydables dans l'industrie. Les aciers inoxydables austénitiques du la famille 304 sont considérés parmi les aciers inoxydables les plus utilisé.

Nous avons étudié le phénomène de précipitation et en se basant particulièrement sur les carbures qui précipitent dans les aciers inoxydables austénitiques lorsqu'ils sont dans l'intervalle de température comprise entre 600 et 1000°C. On a utilisé dans notre étude l'acier inoxydable austénitique 304L, qui a subi des traitements thermiques pendant différentes durées du maintien. Après on a préparé les échantillons pour étudier la cinétique de précipitation et en tirer des images. Ces images sont traitées par un logiciel de traitement d'image **FIJI** pour calculer le taux des précipités, Nous avons aussi mesuré la micro-dureté pour évaluer l'influence des précipités sur la microstructure de notre acier.

Notre travail est réparti en trois parties principales. La première partie concerne la recherche bibliographique qui comporte trois chapitres. Le premier chapitre traite des généralités sur les aciers inoxydables, on cite les familles des aciers inoxydables avec l'influence des éléments d'addition. Le deuxième chapitre sur les aciers inoxydables austénitiques. Le troisième chapitre, traite Les constituants de la microstructure, et les traitements thermiques appliqués sur cet acier.

La deuxième partie est consacrée aux techniques expérimentales utilisées.

La troisième partie est consacrée aux résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs interprétations.

Enfin, ce travail sera achevé par une conclusion générale et les perspectives.

**SYNTHÈSE
BIBLIOGRAPHIQUE**



CHAPITRE I

LES ACIERS INOXYDABLES



Historique

L'histoire des aciers inoxydables est intimement liée à celle du chrome et des travaux menés par le chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui, en 1797 fut le premier à isoler cet élément. Les premières observations des propriétés « inoxydables » du fer allié au chrome furent faites par Berthier qui, en 1821, montra que l'alliage fer-chrome était d'autant plus résistant à certains milieux acides que sa teneur en chrome était élevée.

Le passage au stade industriel est attribué à Harry Brearley pour les aciers inoxydables martensitiques. Il serait à l'origine de la première élaboration réalisée à Sheffield (Angleterre) en 1913. Un mérite analogue revient aux allemands Benno Strauss et Eduard Maurer pour la production des aciers inoxydables austénitiques et aux américains Frederick Becket et Christian Dantsizen pour celle des aciers inoxydables ferritiques.

La première description de la passivité des aciers inoxydables est attribuée à l'allemand Philipp Monnartz. Les recherches ultérieures ont notamment porté sur le rôle des éléments d'alliage. Elles ont conduit à la mise au point des nuances à durcissement structural dont les propriétés aux températures élevées ont été mises en évidence par Pierre Chevenard.

Si la période comprise entre 1904 et 1920 a été riche en travaux de laboratoire, il a fallu attendre presque un demi-siècle pour atteindre un stade véritablement industriel [1].

I.1. Introduction

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer ou plus exactement à base d'acier (alliage : fer-carbone) qui doivent contenir au moins 11% de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène [2]. Cette quantité de chrome confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Cette résistance est due à la formation spontanée d'une couche superficielle d'un oxyde métallique, qui protège le métal et le rend passif [3]. Cependant l'ajout du chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de chrome et des phases intermétalliques [1].

L'emploi des aciers inoxydables doit être considéré sous deux aspects principaux [4] :

- La résistance à la corrosion dans le milieu de service.
- Les propriétés mécaniques exigées par la mise en œuvre et les conditions d'utilisation.

I.2. Système fer chrome et ses dérivés

I.2.1. Système Fe-Cr

Sur l'axe des ordonnées du diagramme Fe-Cr figure I.1, on retrouve, bien entendu, les températures de transformation du fer :

- 910 °C pour la transformation Fe $\alpha \rightarrow$ Fe γ ,
- 1 390 °C pour la transformation Fe $\gamma \rightarrow$ Fe δ .

On notera que le domaine d'existence de l'austénite, ou boucle γ est d'autant plus faible quand la teneur en chrome est élevée. Par conséquent, le chrome favorise l'existence du fer α (cubique centré) ; il est dit alphasène. En l'absence de carbone, au-delà de 11 % Cr environ, la phase γ disparaît complètement. Par contre, si l'on ajoute du carbone, cette boucle γ augmente [5].

On peut délimiter deux régions de teneur en chrome [4]:

- %Cr<13: Ces alliages ont la possibilité d'être austénitiques totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation Fe $\gamma \rightarrow$ Fe α par refroidissement lent ou rapide.
- %Cr>13: Ces alliages, toujours « ferritiques », ne peuvent pas subir de durcissement par trempe martensitique. Pour des teneurs suffisantes en Cr, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire, phase sigma (σ), qui pour des refroidissements lents précipite dans la matrice ferritique ou aux joints des grains, entraînant une fragilisation importante de l'alliage.

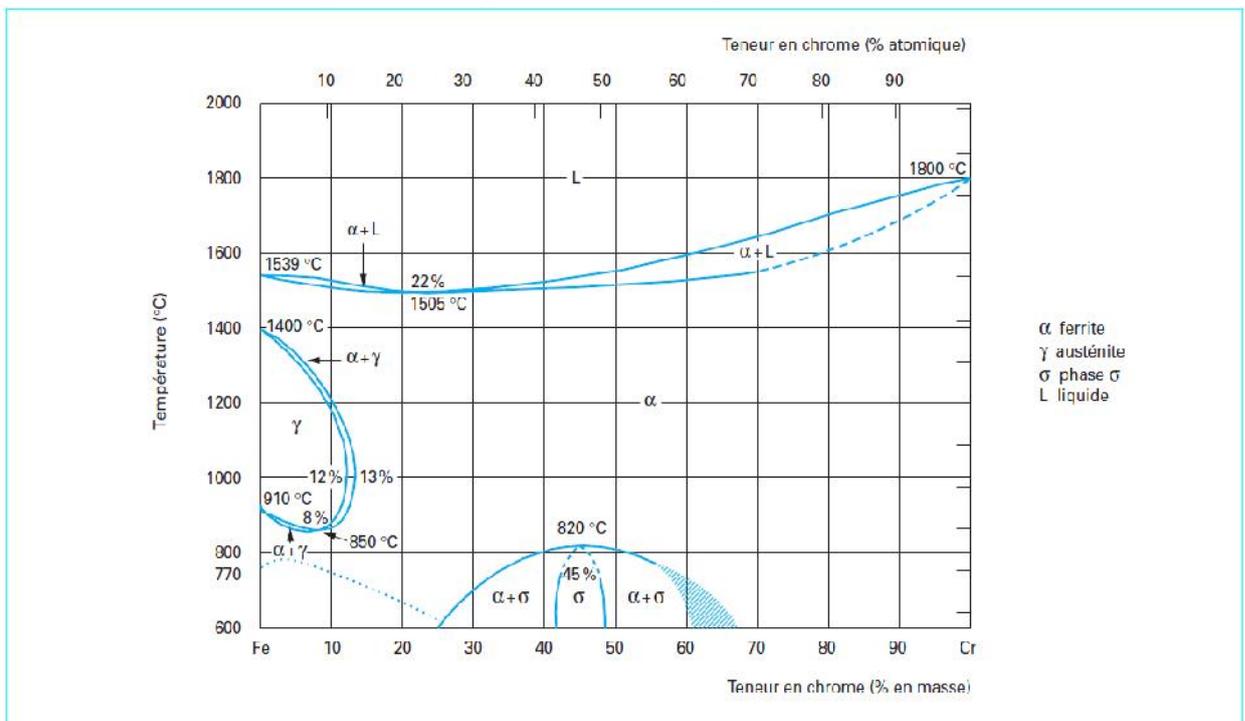


Figure I.1. Diagramme Fe-Cr [1].

Le détail de la boucle figure I.2, montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5%, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ et inversement au refroidissement. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine α existe. L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase α). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases α et γ coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\alpha + \gamma$.

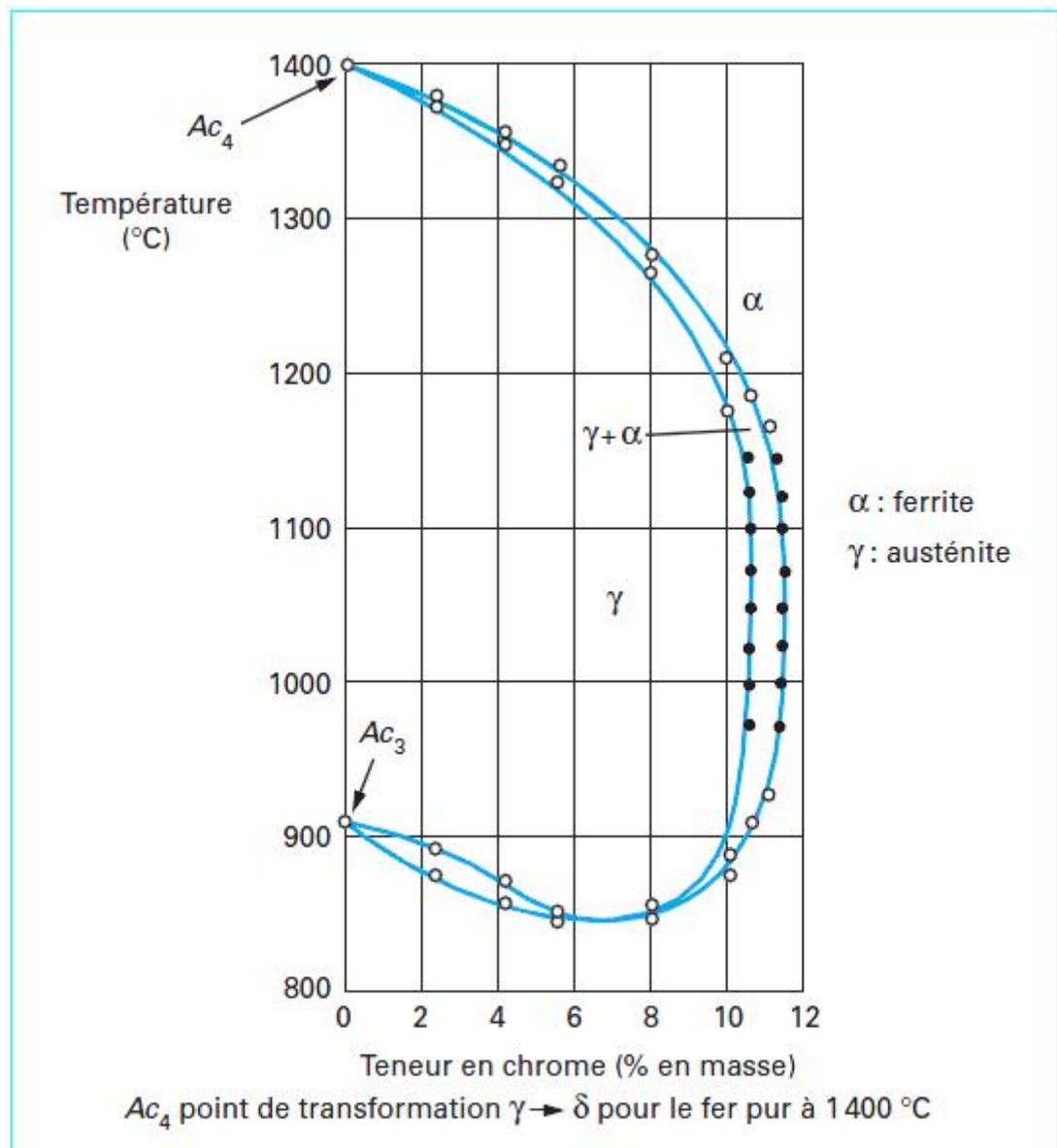


Figure I.2. Le détail de la boucle gamma [1].

I.2.2. Système Fe-Ni

Le nickel, de structure C.F.C, favorise à l'inverse du chrome, la formation d'une solution solide austénitique C.F.C. Le nickel est donc un élément gammagène [6-7]. Aussi aux fortes teneurs en nickel, les alliages sont austénitiques C.F.C ; à la température ambiante alors qu'aux faibles teneurs en Ni (< 5 à 6%) ils peuvent être ferritiques C.C. Aux teneurs intermédiaires, les alliages Fe-Ni par refroidissement lent depuis le domaine δ , se transforment en $\alpha + \gamma$, mais par trempe la structure austénitique hors équilibre peut être obtenue à la température ambiante, du moins pour les plus fortes teneurs en nickel [7].

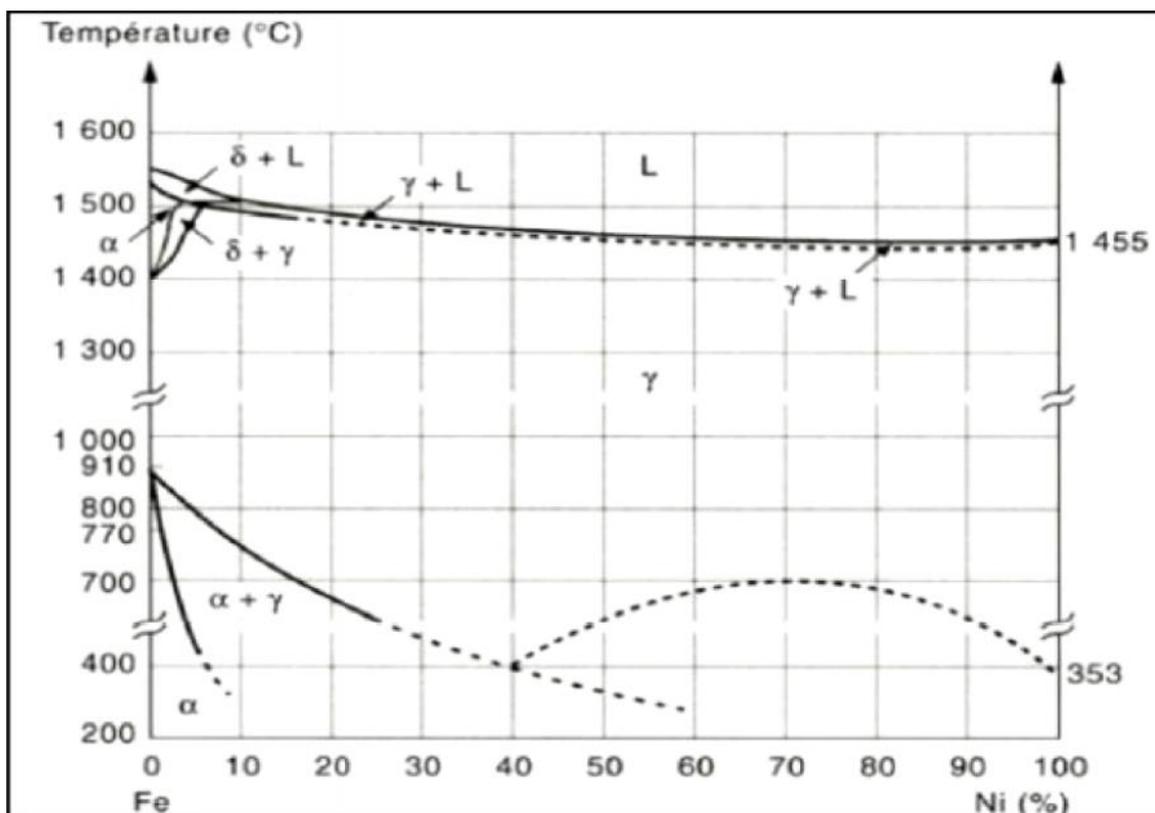


Figure I.3. Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-nickel [11].

I.2.3. Système Fe-C-Cr

Le carbone possède une action γ -gène puissante; il élargit en température et en concentration le domaine austénitique. Sa teneur est souvent associée à celle de l'azote. La figure (I.4.b) montre de quelle façon agit le couple C + N sur la transformation de la boucle austénitique [6-7].

Le carbone entre ainsi en compétition avec le chrome (élément γ -gène prépondérant) comme le montre les coupes pseudo-binaires des ternaires Fe-Cr-C figure (I.4.a). Il a aussi une action stabilisatrice sur l'austénite formée à haute température [8].

Par addition d'une teneur suffisante en carbone, un alliage binaire par exemple à 17 % de Cr, ferritique dans tous les domaines de température, peut être austénitique entre T_1 et T_2 . Un traitement d'austénitisation entre T_1 et T_2 suivi d'une trempe peut donc donner des structures hors équilibre de type martensitique.

Le carbone peut donner lieu à la précipitation de carbures en présence d'un élément carburigène tel que le Cr. Bien que deux types de carbures puissent se former, les teneurs en carbone étant le plus souvent inférieures à 0,5 %, seul le carbure de type $M_{23}C_6$ sera observé. Malgré leur pouvoir durcissant, ces carbures peuvent conduire à des problèmes de tenue à la corrosion [8].

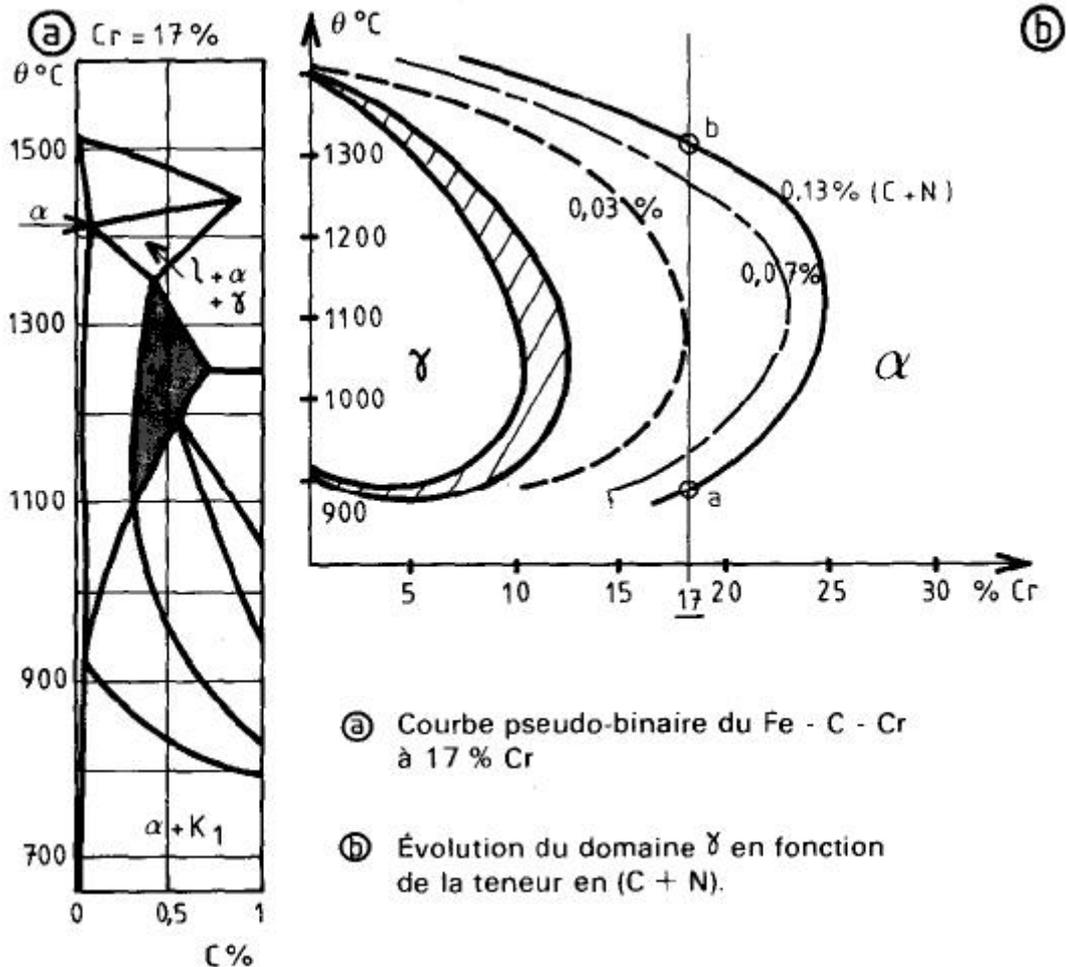


Figure I.4. Les ternaires Fe-Cr-C [8].

I.2.4. Système Fe-Cr-Ni

Le nickel, élément gamma gène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure I.5 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel.

Mais généralement, il est remarquable qu'il faille une teneur beaucoup plus importante en Ni pour élargir la boucle γ qu'il n'en faut avec l'addition de carbone ceci démontre que le carbone a un pouvoir gamma gène beaucoup plus prononcé que le nickel [1].

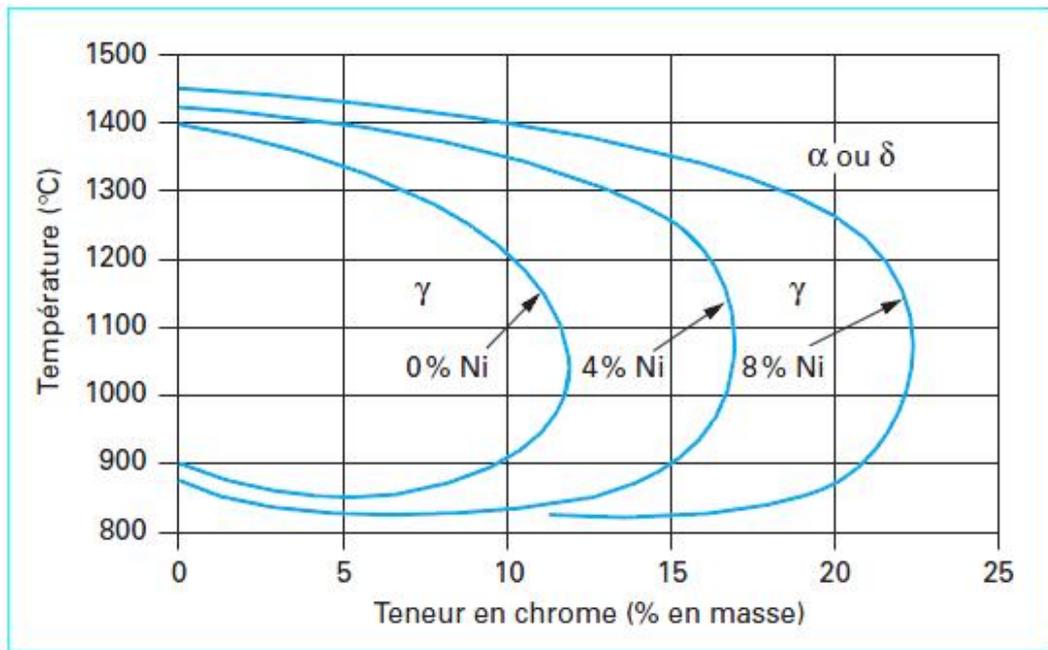


Figure I.5. L'influence du Ni sur la boucle [1].

Le nickel augmente la capacité de trempe des aciers en abaissant la vitesse critique de refroidissement figure I.6 [8].

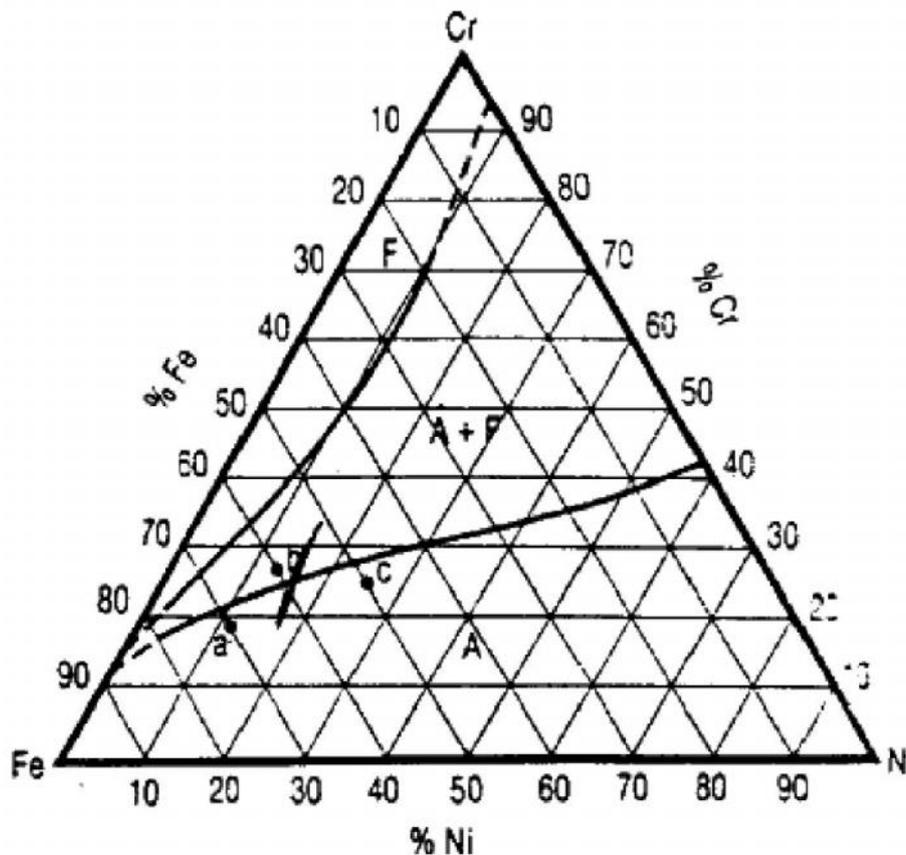


Figure I.6. Section à 1000 °C (isotherme) du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [8].

I.2.5. Système Fe-Cr-Ni-M

On note par M, les principaux éléments d'alliages fréquemment rencontrés dans les alliages Fe-Cr-Ni, dans ce paragraphe on va présenter brièvement l'influence de ces éléments sur le système Fe-Cr-Ni.

I.3. Influence des éléments d'alliages

Le carbone et l'azote : Le carbone et l'azote, deux éléments fortement gamma gènes, contribuent à stabiliser l'austénite. Cet effet de stabilisation est montré sur la Figure I.7.

La solubilité de carbone diminue lorsque la température décroît et une certaine proportion de carbone précipite lentement sous forme de carbures riches en chrome Cr₂₃C₆ qui sensibilise l'acier à la corrosion inter granulaire [9]. L'azote associé à une basse teneur en carbone permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion inter granulaire [9].

Le chrome, élément essentiel à tous les aciers inoxydables qui favorise leur résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et à l'oxydation à haute température. Il améliore aussi leur résistance mécanique. Cet élément est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable [1].

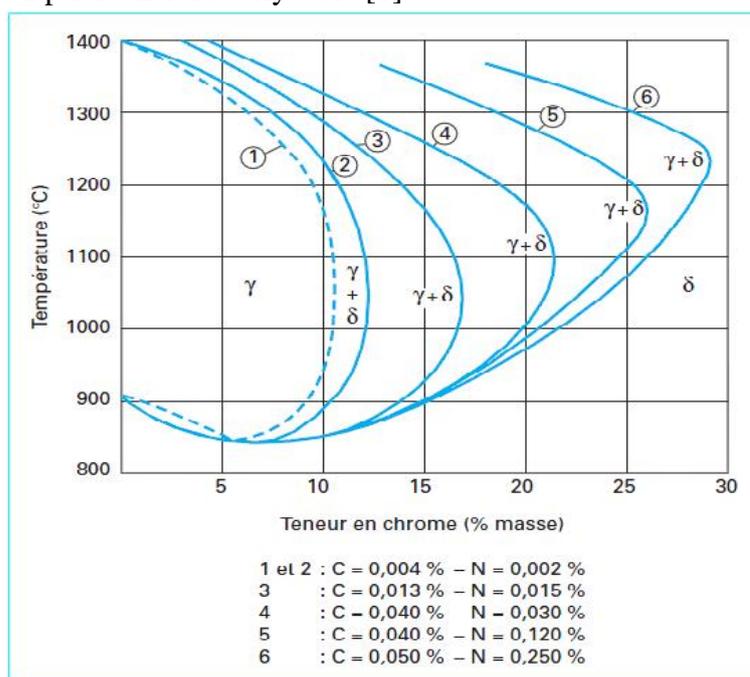


Figure I.7. L'influence du Carbone et de l'Azote sur la boucle [1].

Le chrome, élément essentiel à tous les aciers inoxydables qui favorise leur résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et à l'oxydation à haute température. Il améliore aussi leur résistance mécanique. Cet élément est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable [1].

Le nickel, élément gamma gène qui stabilise l'austénite à toutes les températures, favorisant ainsi leur mise en oeuvre par déformation plastique. Il assure aux aciers inoxydables leur caractère amagnétique indispensable à un élément prothétique. Cet

élément permet de réduire l'aptitude de l'austénite à la transformation martensitique lors d'un écrouissage, par exemple [1].

Le manganèse, bien qu'il soit gamma gène tient un rôle alpha gène au-delà de 7% renforçant ainsi leur résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides [1]. La figure I.8 montre, en fonction des teneurs respectives en chrome et en nickel, les limites entre les aciers inoxydables monophasés et biphasés austénitiques suivant la teneur en manganèse.

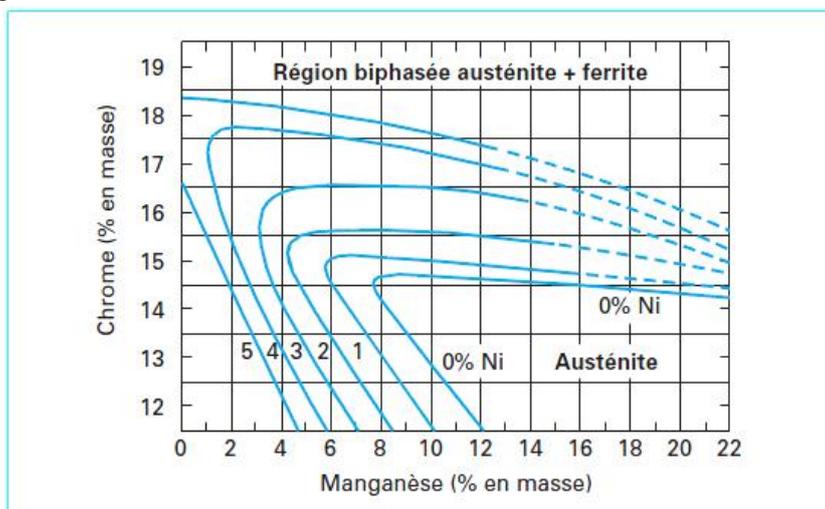


Figure I.8. Structure des alliages Fe Cr Mn en fonction de la teneur en Ni [1].

Le silicium, élément alpha gène qui diminue la résistance à la fissuration lors du soudage [1].

Le soufre, à des teneurs avoisinant 0,2%, améliore considérablement l'usinabilité (tournage, fraisage, perçage, etc.), au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres [1].

Le molybdène, souvent ajouté à des teneurs comprises entre 2 et 5%, améliore la résistance à la corrosion dans différents milieux corrosifs sauf dans les milieux nitriques bouillants [1].

Le vanadium, élément alpha gène, il élève la résistance mécanique à chaud [9].

Titane et niobium, ce sont deux éléments alpha gènes. Ils fixent les éléments gamma gènes C et N à l'état de carbures et de nitrures [9].

Le cuivre, il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid [9].

I.4. Diagrammes de corrélation des différents éléments

Il existe des diagrammes qui donnent à partir d'équivalent chrome Cr* (pour les principaux éléments -gènes) et d'équivalent nickel Ni* (pour les principaux éléments -gènes) la structure des aciers inoxydables. Cette détermination permet généralement d'évaluer quelques propriétés [8].

I.4.1. Le diagramme de Pryce et Andrews (Figure I.9)

Il permet de [8] :

- Déterminer la structure de l'alliage à 1150°C (température de laminage).
- Prévoir les structures d'équilibre à 1100 °C.

Les équivalents Cr-Ni sont calculés à partir de [8] :

- ❖ $Cr_{eq} = \% Cr + 3 (\% Si) + \% Mo$;
- ❖ $Ni_{eq} = \% Ni + 0,5 (\% Mn) + 21 (\% C) + 11,5 (\% N)$.

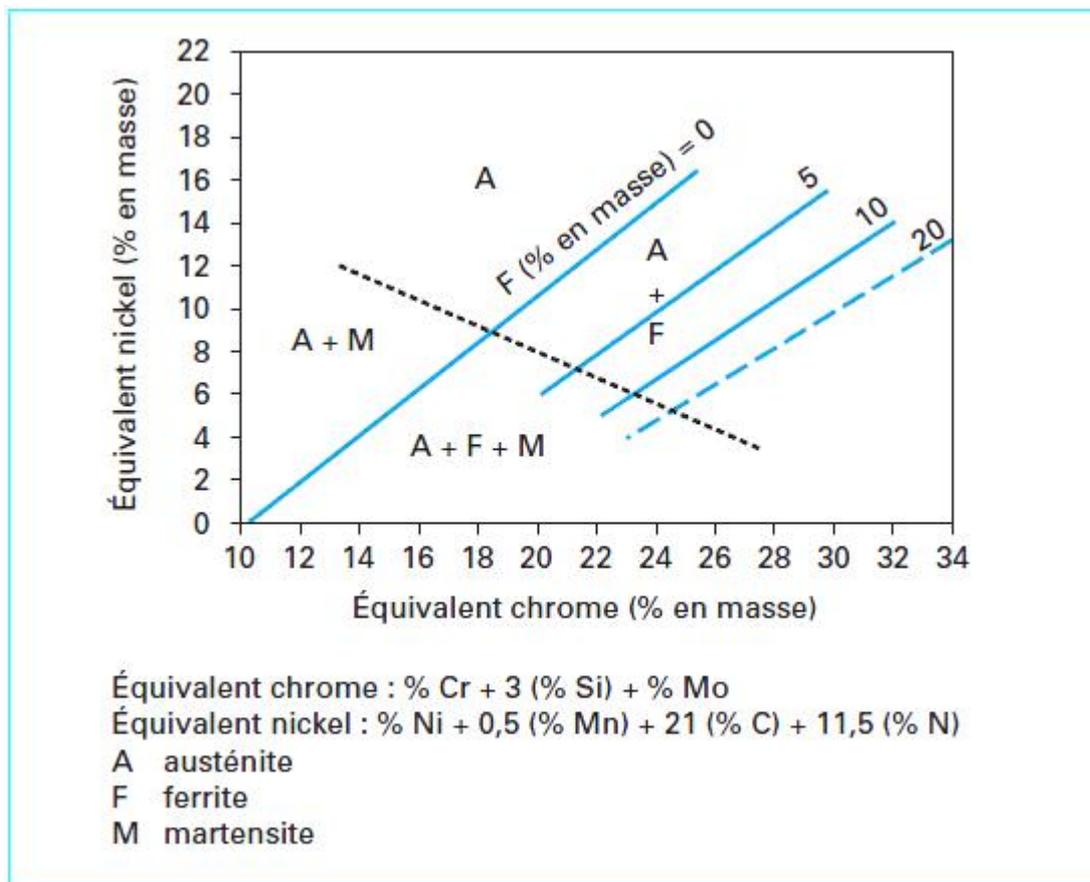


Figure I.9. Diagramme de Pryce et Andrews donnant la Structure des aciers inoxydables [1].

I.4.2. Le diagramme de Schaeffler (Figure I.10)

Il permet d'identifier la structure aux joints soudés des alliages Cr-Ni en fonction des équivalents chrome et nickel suivants [8] :

- ❖ $Cr_{eq} = \% Cr + \% Mo + 1,5 (\% Si) + 0,5 (\% Nb)$;
- ❖ $Ni_{eq} = \% Ni + 30 (\% C) + 0,5 (\% Mn)$.

Il est particulièrement utilisé dans le cas d'un soudage hétérogène (cas où les deux métaux de base et le métal d'apport sont de nature différente) et donne une bonne approximation de la structure dans le cordon de soudure [8].

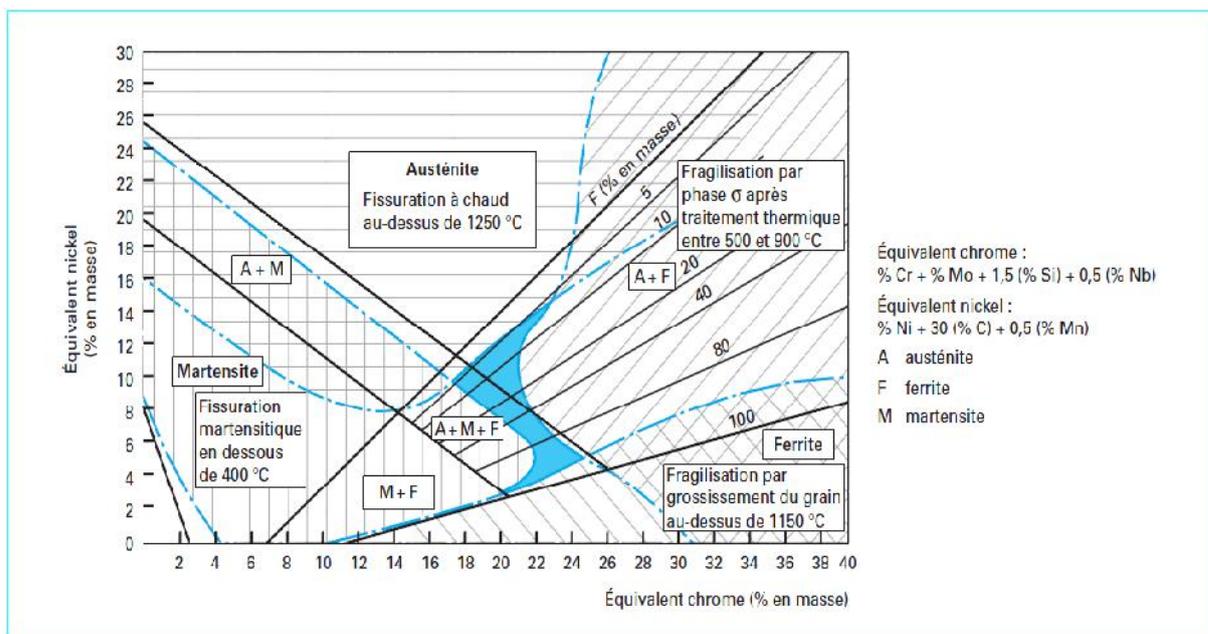


Figure I.10. Diagramme des aciers inoxydables d'après Schaeffler [1].

I.4.3. Le diagramme de De Long (Figure I.11)

Il constitue un détail du diagramme de Schaeffler, il joue exactement le même rôle et indique la teneur en ferrite dans les joints soudés, en tenant compte de la teneur en azote.

L'équivalent chrome reste inchangé tandis que l'équivalent nickel devient [8] :

$$\diamond Ni_{eq} = \% Ni + 30 (\% C + \% N) + 0,5 (\% Mn).$$

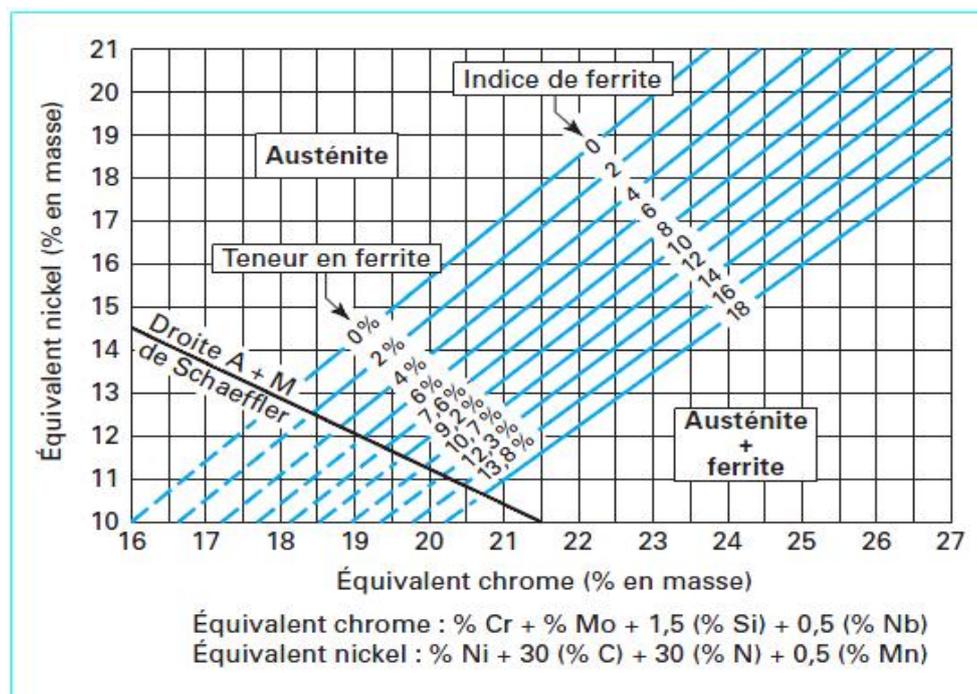


Figure I.11. Diagramme de DeLong [1].

I.5. Diagramme Température-Temps-Précipitation

Les domaines de stabilité des différentes phases sont représentés par les courbes en C caractéristiques de chaque réaction de précipitation. Le diagramme T.T.P (Temps–Température– Précipitation) de l'acier AISI 304L est illustré en figure I. 4.

Le nez de la précipitation se situe entre 700 et 900 °C, domaine de température dans lequel les premières particules se forment pour des temps de l'ordre de la minute [25].

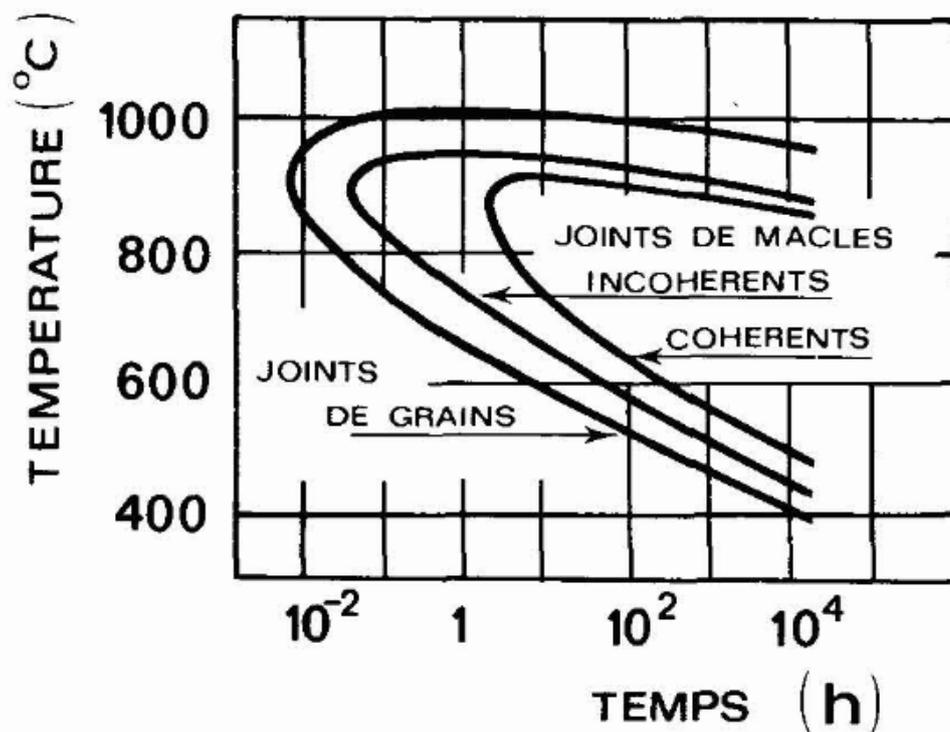


Figure I.12. Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 304 [25].

I.6. Les principales familles d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont plus couramment classés selon leurs compositions et selon aussi leurs structures ou constitution métallurgique. Ce type de classification a permis de mettre en évidence cinq grandes familles d'aciers inoxydables [3] :

- Les aciers inoxydables ferritiques (structure cubique centrée) ;
- Les aciers inoxydables martensitiques (structure quadratique) ;
- Les aciers inoxydables austénitiques (structure cubique à faces centrées) ;
- Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).

I.6.1. Les Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par le fait que leurs structures restent ferritique dans tout l'intervalle de température, c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation , ils sont magnétiques; insensibles à la trempe; sensibles au grossissement des grains à chaud [5, 10].

Aujourd'hui, pratiquement la teneur en Cr dans les aciers ferritiques est comprise entre 13 et 30% et le carbone est inférieur à 0.10%, Ils ne contiennent pas de nickel. On préfère additionner ceux qui stabilisent la Ferrite comme par exemple le Mo pour améliorer la résistance à la corrosion. Pour des résistances à la corrosion élevées les aciers inoxydables ferritiques sont élaborés avec des teneurs en C et N extrêmement basses [11].

Selon leur teneur en chrome les aciers inoxydables ferritiques sont divisés en trois groupes :

Tableau I.1. : Classification des aciers inoxydables ferritiques [1].

Groupe	Teneur en chrome (% en masse)	Teneur en carbone (% en masse)	Autre éléments (dont stabilisants)
1	10.5 à 13	0.080	Stabilisant : Ti
2	16 à 18	0.080	Stabilisants : Ti, Nb, Zr, V Résistance à la corrosion : Mo
3	> 20	0.020	Stabilisants : Ti, Nb Résistance à la corrosion : Mo

a. Propriétés mécaniques :

Tableau I.2 Principales propriétés mécaniques des aciers ferritiques [1].

Structure	Limite d'élasticité Rp0.2 (N / mm ²)	Résistance à la rupture Rm (N /mm ²)	Allongement à rupture A (%)
Ferritiques	370	500	26

b. Propriétés physiques :**Tableau I.3** Principales propriétés physiques des aciers ferritiques [1].

Masse volumique	Module d'Young	Coefficient de Dilatation linéaire entre 20 et 200°C (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (j. Kg ⁻¹ .K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20°C (μ. .m)
7.7	220 000	10	460	0.6

I.6.2. Les aciers inoxydables martensitiques

Ils sont représentés par les nuances à 13% Cr ayant une teneur en carbone suffisante (>0.08) pour pouvoir être entièrement austénitiques. Les aciers inoxydables martensitiques ont un comportement comparable à celui des aciers de traitements thermiques classiques. Leurs trempabilités sont excellentes : la vitesse de refroidissement critique martensitique correspond à un refroidissement à l'air [4].

Ils sont magnétiques; sensibles à la trempe et au revenu comme les aciers pour traitement thermique; fragiles au-dessous de 400°C; mise en oeuvre difficile [10].

Les propriétés d'emploi des aciers martensitiques au chrome, qui se différencient de tous les autres groupes d'aciers inoxydables par leurs hautes duretés et leurs valeurs de résistance mécanique élevées, dépendent fortement de l'état structural obtenu après traitement thermique et varient dans une large mesure [11].

Suivant la composition chimique les aciers inoxydables martensitiques sont divisés en quatre groupes :

Tableau I.4 Classification des aciers inoxydables martensitiques [1].

Groupe	Composition chimique (% en masse)			
	Carbone	Chrome	Nickel	Molybdène
1	≤ 0.15	11.5 à 13.5	≤ 1.0	≤ 0.60
2	0.15 à 0.50	12.0 à 14.5	≤ 1.0	≤ 0.8
3	0.6 à 1.20	14.0 à 18.0	≤ 1.0	≤ 0.80
4	≤ 0.22	12.0 à 18.0	1.5 à 6.0	≤ 1.5

a. Propriétés mécaniques :*Tableau I.5 Principales propriétés mécaniques des aciers martensitiques [1].*

Nuance	A l'état	Limite d'élasticité (MPa)	Charge à la rupture (MPa)	Ductilité
Aciers Inoxydables martensitiques	Recuit	Rp0.2 >280	450 < Rm < 800	A(%) >12
	Trempé	Rp0.2 >850	950 < Rm < 2000	A(%) > 5

b. Propriétés physiques :*Tableau I.6 Principales propriétés physiques des aciers martensitiques [1].*

Masse volumique (Kg / dm ³)	Module d'Young (N / mm ²)	Coefficient de Dilatation linéaire entre 20 et 200°C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (j. Kg ⁻¹ .K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20°C (μ. .m)
7.7	215000	10.5	460	0.55

I.6.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Dans la structure à la température ambiante est mixte ; c'est-à-dire, elle est constituée par un mélange des grains de ferrite et des grains d'austénite. Pour obtenir les aciers austénitiques, nous avons refroidi une composition du domaine austénitique à 1 100 °C.

Supposons que l'on fasse la même opération à partir du domaine biphasé - pour des compositions du même ordre. La phase reste métastable pour les mêmes raisons, la phase est inchangée. On obtient donc une structure mixte (+) métastable identique à celle à l'équilibre aux hautes températures. La proportion de phase peut donc être directement déterminée par le diagramme de Pryce et Andrew figure I.10. Les nuances austéno ferritiques développées industriellement sont équilibrées pour contenir entre 40 et 60 % de ferrite [5].

I.6.4. Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques ont deux caractéristiques métallurgiques principales : Ils contiennent suffisamment de chrome pour conférer le caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gamma gènes, comme le nickel, pour leur conférer leurs structures (cubique à faces centrées). Il s'agit des solutions solides obtenues par hypertrempe depuis une température de l'ordre de 1100°C [11].

Ils se caractérisent par leurs hautes résistances à la corrosion chimique, à l'ambiante qu'aux températures élevées. Ils sont les alliages de base pour l'élaboration d'un grand nombre d'aciers réfractaires et d'aciers inoxydables [12].

Ils ne peuvent pas être durcis par trempe à température ordinaire. Quelle que soit la vitesse de refroidissement, l'austénite ne se transforme pas en martensite. Par déformation à froid certains aciers inoxydables austénitiques moins stables subissent une transformation martensitique partielle [1].

a. Propriétés mécaniques :

Tableau I.7 Principales propriétés mécaniques des aciers austénitiques [1].

Structure	Limite d'élasticité Rp0.2 (N / mm ²)	Résistance à la rupture Rm (N /mm ²)	Allongement à rupture A (%)
Austénitique	270	620	56

b. Propriétés physiques :

Tableau I.8 Principales propriétés physiques des aciers austénitiques [1].

Masse volumique (Kg / dm ³)	Module d'Young (N / mm ²)	Coefficient de Dilatation linéaire entre 20 et 200°C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (j. Kg ⁻¹ .K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20°C (μ. .m)
7.9	220 000	16,0	500	0.73



CHAPITRE II

LES ACIERS INOXYDABLES
AUSTENITIQUES



II. Les aciers inoxydables austénitiques

II.1. Introduction

C'est la famille la plus importante des aciers inoxydables. Les aciers inoxydables austénitiques présentent deux caractéristiques principales:

- Ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable (durabilité et résistance à la corrosion) ;
- Ils contiennent suffisamment d'éléments gamma gènes (Ni, Mn, C, N...) par rapport aux éléments alpha gènes (Cr, Si, Mo, Nb), pour stabiliser une structure austénitique (cubique à faces centrées) à température ambiante.

La structure du réseau cristallin de ces aciers permet d'obtenir des alliages présentant une faible susceptibilité magnétique, malgré la proportion en éléments ferromagnétiques. La teneur en carbone est inférieure à 0,12%.

Ces aciers sont ductiles, résistants aux chocs. A partir de 20% de nickel, on obtient une augmentation de la résistance à la corrosion sous tension. Leur résistance à la corrosion est excellente même à la haute température.

Ces aciers sont utilisés dans les industries chimiques, alimentaires, pharmaceutiques, automobiles et papetières. La nuance la plus connue est le 18/8 (ou 304) utilisé dans la plupart des applications alimentaires. Pour des applications plus nobles, on a généralement recours au 316L dopé à l'azote.

L'austénite, phase hors d'équilibre à l'ambiante peut se transformer au cours du temps en martensite par des sollicitations mécaniques. Les nuances qui subissent ce phénomène sont connues sous le nom "aciers maraging" (transformation en martensite par vieillissement) [13].

II.2. Les principaux types d'aciers inoxydables austénitiques

La classification générale suivante des aciers inoxydables austénitiques peut être proposée [12] :

1. Les nuances de base du type 18-10 contenant 0,02 à 0,15% de carbone, plus ou moins sujettes à la sensibilisation à la corrosion inter granulaire selon leur teneur en carbone ;
2. Les nuances dites stabilisées vis-à-vis de la sensibilité à la corrosion inter granulaire par des additions de titane ou de niobium ;
3. Les nuances à basse teneur en nickel pour favoriser le durcissement par écrouissage;
4. Les nuances à haute teneur en nickel pour accroître l'aptitude à l'emboutissage profond et pour les applications cryogéniques ;
5. Les nuances à résistance mécanique accrue par addition de l'azote ;
 - Les nuances où le manganèse est substitué en partie au nickel ;
 - Les nuances à résistance à la corrosion générale améliorée par addition de molybdène et par fois de cuivre ;
 - Les nuances plus résistantes à l'oxydation à chaud grâce à une addition de N, Mo, W, V, Ti, Nb et B ;
 - Les nuances pour électrodes de soudage ;
 - Les nuances à usinabilité améliorée par addition de soufre, de sélénium, de cuivre,...

II.3. Les aciers inoxydables austénitiques au nickel

Le plus gros tonnage de ces aciers sert à fabriquer des produits dits plats. Quatre qualités principales sont exigées :

1. ne pas former de martensite à basse température même sous contrainte ;
2. avoir une bonne tenue mécanique ;
3. ne pas former de phase fragilisant dans les conditions d'utilisation ;
4. ne pas être sensible à la corrosion localisée. Le choix de composition est orienté suivant la priorité donnée à l'un des objectifs.

Tous ces aciers ont une teneur en chrome suffisante pour les rendre inoxydables.

Leur optimisation consiste à équilibrer l'effet alpha gène du chrome par le nickel.

Le rapport Cr/Ni est tellement un paramètre essentiel que ces aciers sont souvent désignés par ce rapport, par exemple 18/8 pour les nuances 302 ou 304, 25/20 pour la nuance 310. La nuance 310 représente un acier réfractaire dont la teneur en chrome est à la limite maximale tolérable pour éviter la phase σ [14]. Le tableau II.1 donne quelques exemples de nuances d'aciers austénitiques.

Tableau II.1. Exemples de nuances d'aciers austénitiques [14].

	EN	AISI/UNS	Remarques
X12CrNi18-8	1,4300	302	
X8CrNiS18-9	1,4305	303	S=0,3
X2CrNi18-9	1,4307	304L	
X8CrNi25-21	1,4845	310	
X1NiCrMo25-20-5	1,4539	904L	Ni>Cr
X2CrNiMoN18-14-3	1,4439	317LNM	
X2CrNiMo17-12-2	1,4404	316L	
X6CrNiTi18-10	1,4541	321	
X6CrNiNb18-10	1,4550	347	
X12CrMnNi18-7-5	1,4372	201	
X12CrMnNi18-9-5	1,4373	202	

L'acier inoxydable austénitique 304L

La composition chimique et les propriétés mécaniques de cette nuance selon ASTM sont données respectivement dans les tableaux II.2 et II.3.

Tableau II.2. La composition chimique du 304L d'après ASTM.

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P
% min	-	-	-	8,00	18,00	-	-	-	-	-
% max	0,03	0,75	2,00	10,50	19,50	-	-	0,100	0,015	0,045

Tableau II.3. Les propriétés mécaniques du 304L à température ambiante d'après ASTM.

	limite d'élasticité		Résistance à la traction	Allongement après rupture		Dureté
	Rp0,2%	Rp1%	Rm	A5	50mm	HRB
Min	210	250	520	45	45	-
Max	-	-	700	-	-	92

II.4. Domaines d'utilisation des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables trouvent des applications très nombreuses et très variées.

Pratiquement tous les domaines industriels et grands publics les utilisent. Les deux raisons principales en sont [5] :

- Des propriétés très variées, qu'il s'agisse d'abord de résistance à la corrosion, mais aussi des caractéristiques mécaniques, de mise en œuvre, etc.
- L'existence de toutes les formes de produits : produits plats minces et épais, produits longs, fils, produits forgés et moulés, tubes, tôles plaquées, soudure, etc.

Les aciers austénitiques représentent 70 à 80 % de la production d'aciers inoxydables.

Contrairement à d'autres produits sidérurgiques, ils se développent car ils connaissent de

Nouvelles utilisations dans plusieurs domaines : automobile, centrales nucléaires, alimentaire, ménager et plates-formes pétrolières [14].

II.4.1. Domaines d'application liés aux propriétés utilisées

On peut, au moins schématiquement, classer les utilisations des aciers inoxydables en fonction de la propriété principale utilisée. Dans ce cadre, cette propriété principale peut être, soit une caractéristique de corrosion, soit une caractéristique liée à la structure, cubique face centrée, des nuances austénitiques [5].

a) Équipements pour l'industrie

Les équipements pour les industries chimiques/pétrochimiques, agroalimentaires et pharmaceutiques sont pour l'essentiel des appareils chaudronnés travaillant généralement à la pression atmosphérique mais qui, dans le cas des réacteurs, peuvent être soumis à des pressions élevées.

b) Électroménager, ménager et coutellerie

Ce vaste domaine du ménager et de l'électroménager (appareils électroménagers, ustensiles

ménagères, platerie, couverts) n'est pas homogène en termes de choix de nuance. Par contre,

quelle que soit la nuance retenue, elle devra présenter un état de surface permettant un lavage facile afin d'éviter tout risque de rétention d'origine bactérienne.

c) Industrie automobile

Il s'agit du système d'échappement, de décoration, d'organes de sécurité et d'éléments de structure.

d) Industrie des transports terrestres et maritimes

Il s'agit des wagons et voitures ferroviaires, des conteneurs citernes et citernes routières, et des conteneurs frigorifiques.

e) Tuberie et piping

Pour les tubes destinés au transport de fluides et hydrocarbures, applications structurales, à équiper des échangeurs de chaleur et à la décoration.

f) Bâtiment

Il s'agit d'un très vaste domaine dans lequel l'acier inoxydable est utilisé aussi bien à l'extérieur (couverture, murs rideaux, entrées d'immeubles, mobilier urbain) qu'à l'intérieur des immeubles (décoration, escaliers mécaniques, cage d'ascenseurs, escaliers).

- Le tableau suivant résume les principales situations rencontrées :

Tableau II.4: Choix d'un acier inoxydable, en fonction des principaux critères techniques, pour les principales applications

Application	Famille de nuances	Résistance à la corrosion	Caractéristiques mécaniques	Formage, emboutissage, cintrage	Soudage
Équipements pour la restauration collective, les hôpitaux, l'industrie alimentaire, l'industrie laitière, la fermentation et le stockage du vin, etc.	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-(Mo)	***	*	*	**
Ustensiles ménagers, éviers	Austénitiques : Fe-Cr-Ni	***	*	***	*
Échappement automobile	Ferritiques : Fe-Cr-(Ti/Nb)	**	**	***	*
Cuves d'appareils électroménagers	Austénitiques : Fe-Cr-Ni Ferritiques : Fe-Cr-(Ti)	**	*	***	**
Structures pour matériels de transport	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-(N) Ferritiques : Fe-Cr	**	***	**	**
Couteaux, instruments chirurgicaux, etc.	Martensitiques : Fe-Cr-(Ni-Mo)	**	***		
Équipements pour les industries chimiques et papetières	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-Mo Austénoferritiques : Fe-Cr-Ni-Mo	***	**	*	***
Exigences : *** : très élevées ; ** : élevées ; * : moyennes					

II.4.2. Applications particulières liées à la structure austénitique

La structure CFC des nuances austénitiques leur confère des propriétés très particulières en plus de leur résistance à la corrosion.

Applications : chaudronnerie lourde, industrie chimique, pétrochimie, industrie pétrolière,

Industrie nucléaire, retraitement des combustibles, énergie, gaz liquéfiés (cryogénie), appareillage scientifique, électronique [5].

Cryogénie

Sous réserve d'équilibrer convenablement leur composition, la phase austénitique très ductile peut être maintenue à très basse température, pratiquement à proximité de 0K.

Parallèlement d'ailleurs, les caractéristiques de résistance augmentent. Ces aciers vont donc trouver des applications intéressantes en cryogénie, qu'il s'agisse de réservoirs, canalisations ou appareils divers [5].

Fluage

Nous avons indiqué ci-dessus le bon comportement au fluage des austénites et en particulier celles avec addition de molybdène. Elles trouveront donc de nombreuses applications en fluage en général, jusqu'à des températures de 750 à 800 °C [5].

Nucléaire

Sous l'effet des rayonnements neutroniques, tous les métaux, les aciers en particulier, subissent un phénomène de fragilisation inévitable. Sans entrer dans le détail, on comprendra que la première solution consiste à utiliser un matériau ayant au départ la ductilité la plus élevée possible. Cela explique que les nuances austénitiques, avec ou sans molybdène, soient quasi exclusivement utilisées pour toutes les structures internes des réacteurs nucléaires [5].



CHAPITRE III

LES CONSTITUANTS DE
LA MICROSTRUCTURE
ET LES TRAITEMENTS THERMIQUES



III.1. CONSTITUANTS DE LA MICROSTRUCTURE

III.1.1. Les joints de grains

Lorsque deux cristaux adjacents sont faiblement désorientés l'un par rapport à l'autre, le joint de grains correspondant, appelé alors sous-joint, peut être décrit en termes de dislocations. Si la désorientation est grande, le joint de grains est souvent considéré comme un film de matière amorphe, d'épaisseur de l'ordre de quelques distances interatomiques. Les joints de faible désorientation peuvent être créés à partir d'une polyгонisation après une déformation plastique ou un recuit approprié. Lorsque la désorientation devient importante, on parle de recristallisation

Si l'on chauffe à haute température un échantillon métallique polycristallin, la taille des grains tend à subir une croissance dans le temps, accompagnée d'une réduction du nombre de grains. La force motrice de ce grossissement de grains est l'énergie interfaciale des joints, qui tend à diminuer. La vitesse de croissance de grains est d'ailleurs très facilement perturbée par la présence d'impuretés et de précipités.

Les joints de grains possèdent des propriétés remarquables ; ils agissent sur la déformation plastique et facilitent l'insertion des atomes d'impuretés ou des précipités. De plus, l'autodiffusion est plus rapide le long des joints de grains [15].

III.1.2. Les macles

Pour répondre à la sollicitation mécanique, le maclage apparaît comme un mode de déformation complémentaire du glissement. Au point de vue de la micrographie optique, le maclage se différencie du glissement par le fait qu'il peut être observé après polissage et attaque chimique [16]. A l'échelle atomique, quand deux cristaux sont scellés de sorte que l'un soit le miroir de l'autre, l'ensemble est dit former une macle (figure III. 1).

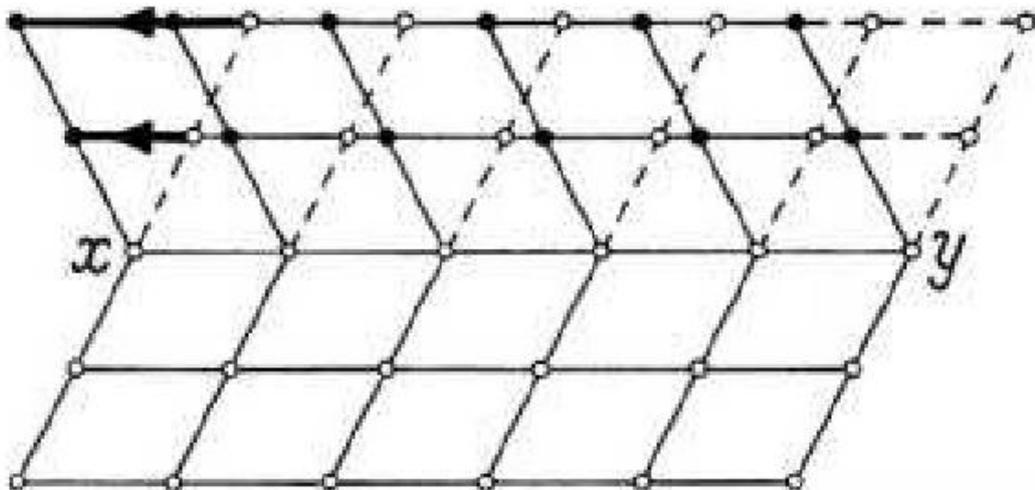


Figure III. 1 : Création d'un plan de macle ($x y$) dans un réseau atomique [15]

Le plan miroir (xy) est appelé plan de macle. Le maclage se traduit par la séquence d'empilement $ABCABCACBACBA\dots$, A est le plan miroir ; les parties inférieure et supérieure du cristal étant symétriques et formant une macle dite « spinelle », avec pour plan d'accolement un plan compact. Dans la création de défauts d'empilements, la régularité du système est peu perturbée ; le nombre d'atomes premiers voisins et seconds voisins n'est pas modifié. Dans un réseau cubique à faces centrées, les macles sont présentes dans le plan $\{111\}$ et à la direction $\langle 112 \rangle$ [17].

Les macles sont produites fréquemment dans les métaux à basse énergie d'empilement par déformation plastique à basse température, tels que les aciers inoxydables austénitiques qui maclent à la température ambiante. Leur énergie de création de défauts d'empilements est estimée entre 10 et 20 mJ/m² [15].

III.1. 3. Les carbures

Comme la solubilité du carbone dans l'austénite diminue pendant le refroidissement et en présence d'une forte teneur en chrome, la précipitation inévitable de carbures provient dans la plupart des aciers inoxydables austénitiques, suivie par les phases intermétalliques. La fraction volumique totale de ces précipités ne dépasse en général pas 10%. L'addition d'éléments stabilisateurs (titane, niobium ou vanadium) ainsi qu'en molybdène provoque toujours un appauvrissement en carbone de la matrice.

III.1. 3. a. Carbures de type $M_{23}C_6$

De formule chimique $Cr_{23}C_6$, ces carbures ont un réseau cristallin cubique faces centrées où le fer, le molybdène ou le nickel peuvent se substituer au chrome. Dans les aciers AISI 304L, la formule la plus probable est $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$ ($a = 1.063$). La cinétique de précipitation est régit par la vitesse de diffusion du chrome qui est plus rapide aux joints de grains. De ce fait, les carbures $M_{23}C_6$ précipitent préférentiellement dans les joints de grain, puis dans les joints doubles incohérents, les joints doubles cohérents et en fin dans les dislocations intragranulaires.

Les carbures $M_{23}C_6$ sont toujours les premiers carbures à précipiter dans les aciers inoxydables austénitiques. Les recuits entre 600° et 900°C activent la germination de ces carbures et favorise les sites de précipitation à l'intérieur des grains. Il est important de noter que l'addition d'éléments stabilisateurs n'élimine pas les carbures $M_{23}C_6$ précipités ; ces derniers se forment alors plus difficilement pendant le chauffage [17, 18] ; la précipitation des carbures $Cr_{23}C_6$ est retardée par la réduction de la teneur en carbone dans la solution solide quand les conditions cinétiques et thermodynamiques de la formation des carbures TiC sont favorables en présence de titane (at%Ti = 1,2 at%C) [19]. D'autre part, une addition d'azote donne lieu à la précipitation des nitrures de titane (TiN) qui constituent des sites de germination intragranulaire des carbures de chrome [20].

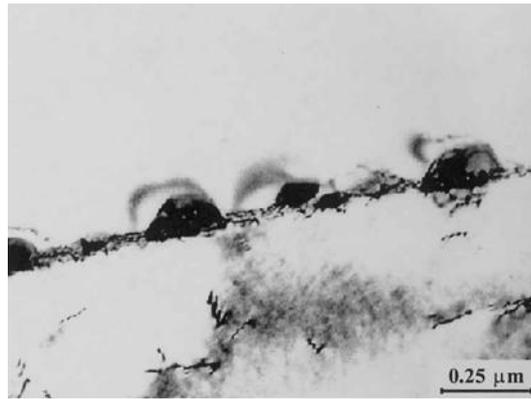


Figure III. 2 : La morphologie de $M_{23}C_6$ dans un acier inoxydable austénitique obtenu par microscopie électronique à transmission (d'après [18]).

III.1.3. b. Carbures de type MC

Les carbures MC ($M=Ti, Zr, Hf, Nb$ et Ta) sont très stables et tendent à précipiter au lieu des carbures $M_{23}C_6$. Ces carbures ont un réseau cristallin cubique à faces centrées et se répartissent selon deux distributions : (i) la distribution grossière dont la taille est de 1 à 10mm provenant des précipités primaires lors de la solidification, et (ii) la distribution fine, de taille 5 à 500 nm provenant des précipités secondaires. Dans les aciers stabilisés, une partie des carbures primaires peut être dissoute durant le traitement de mise en solution (ou de dissolution) à des températures comprises entre 1050° et 1150°C puis ils reprécipitent en des précipités secondaires plus fins pendant le traitement de stabilisation. La précipitation des carbures MC est essentiellement intragranulaire au niveau des dislocations. On a pu constater que la transformation des carbures $M_{23}C_6$ en MC peut avoir lieu après un long recuit [18].

III.1.3. c. Carbures de type M_6C

Les carbures de types M_6C ($M=Fe, Cr, Mo, W, Nb$ et V), appelés carbures h sont souvent présents dans les aciers inoxydables austénitiques et contiennent au moins trois types d'atomes. Leur réseau cristallin est cubique faces centrées type diamant ($a = 1.082$).

Une addition d'azote tend à favoriser la précipitation des carbures M_6C en détriment des $M_{23}C_6$, car le premier type est capable de dissoudre plus d'azote que le second [18].

III.1.3. d. Carbures type M_7C_3

Les carbures M_7C_3 ($M=Cr, Fe$) ont une structure cristalline pseudo hexagonale et précipitent uniquement dans les aciers inoxydables austénitiques dont le rapport des teneurs (C/Cr) est élevé, par exemple pendant une carburation. Entre 750 à 1000°C, les carbures M_7C_3 se transforment progressivement en $M_{23}C_6$ qui sont plus stables dans cet intervalle de température [18].

- ✚ Le tableau III. 1 résume les caractéristiques cristallographiques et la composition chimique des principaux carbures pouvant être identifiées dans les aciers austénitiques.

Tableau III. 1 : Principaux carbures présentes dans les aciers inoxydables austénitiques [18]

Carbide	Unit cell	Atoms per cell	Space group	Lattice parameters (nm)	Principal metallic elements	Occurrence
$M_{23}C_6$	fcc	116	Fm3m	a = 1.057-1.068	Cr, Fe, Mo, Ni	Nearly all stainless steels
MC	ord fcc	8	Fm3m	a = 0.4131-0.4698	Ti, Nb, V and/or Zr	AISI 321, AISI 347
M_6C	fcc	112	Fd3m	a = 1.085-1.128	Fe, Mo, Cr	AISI 316, AISI 316L
M_7C_3	pseudo hex.	40	Pnma	a = 0.6928-0.6963 c = 0.4541-0.4511	Cr, Fe	HH 40, HK 40, HP40

III.1.4. Les phases intermétalliques

Le tableau III. 2 résume les caractéristiques cristallographiques et la composition chimique des principales phases intermétalliques pouvant être identifiées dans les aciers austénitiques. Leur précipitation dans la matrice est associée à des conséquences indésirables comme l'appauvrissement en éléments d'alliages ainsi qu'une diminution de la ductilité, la ténacité [17] et la résistance à la corrosion [21].

Tableau III. 2 : Les principales phases intermétalliques présentes dans les aciers inoxydables austénitiques, d'après [23].

Phase	Unit cell	Atoms per cell	Space group	Lattice parameters (nm)	Composition	Occurrence
Sigma (σ)	bct	30	$P4_2/mnm$	a = 0.87-0.92 c = 0.4554-0.48	$(Fe, Ni)_x(Cr, Mo)_y$	AISI 304; AISI 304L; AISI 316; AISI 316L; AISI 321; AISI 347
Chi (χ)	bcc	58	I43m	a = 0.881-0.895	$(Fe, Ni)_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	AISI 316; AISI 316L; AISI 321
Laves (η)	hex.	12	$P6_3/mmc$	a = 0.473-0.483 c = 0.772-0.786	Fe_2Mo ; Fe_2Nb ; Fe_2Ta ; Fe_2Ti ; Fe_2W	AISI 316; AISI 316L; AISI 321; AISI 347
G	fcc	116	Fd3m	a = 1.115-1.120	$Ni_{16}Nb_5Si_7$; $Ni_{15}Ti_5Si_7$; $(Ni, Fe, Cr)_{16}(Nb, Ti)_5Si_7$	AISI 308; AISI 310S; AISI 329; Fe-20Cr-25Ni-Nb
R	hex.	53 (159)	R3	a = 1.090; c = 1.934	$Fe_{22}Mo_{18}Cr_{13}$; $(Fe, Ni)_{10}Cr_5Mo_3Si_2$	Duplex Fe-22Cr-8Ni-3Mo; Superaustenitic UNS S32654; Maraging Fe-12Cr-9Ni-4Mo
Mu (μ)	rhombohedral	13	R3m	a = 0.4762; c = 2.5015	$(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$; $(Cr, Fe)_7(Mo)_2(Cr, Fe, Mo)_4$	Fe-17Cr-14Ni-6W; Fe-15Cr-40Ni-4W-2Mo-Al-Ti
γ'	fcc	4	Pm3m	a = 0.3565-0.3601	$(Ni, Co, Fe, Cr)_3(Al, Ti)$	Incoloy 800 and alloy A-286
γ''	bct	8	$P4_2/mnm$ $I4/mmm$	a = 0.3624; c = 0.7406	Ni_3Nb	Inconel 718
η	hex.	8	$P6_3/mmc$	a = 0.5109; c = 0.8299	Ni_3Ti	Overaged Incoloy 800 and alloy A-286
δ	orthorombic	8	Pmmn	a = 0.5116 b = 0.4259 c = 0.4565	Ni_3Nb	Overaged Inconel 718

III.2. Les traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques

III.2.1 Traitement d'hypertrempe

Il s'agit du traitement thermique de qualité typiquement appliqué aux aciers inoxydables austénitiques. Il consiste en un maintien à haute température (de 1000 à 1150 °C) suivi d'un refroidissement rapide. Ce traitement a pour but d'obtenir à l'ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments, en particulier carbone et azote, se trouvent en solution solide [24].

III.2.1.1 Considérations métallurgiques

Nous commençons par présenter les considérations métallurgiques (ou pratiques) régissant le choix de la température de traitement, puis nous en déduisons la préconisation pour les diverses nuances.



Mise en solution des carbonitrides de chrome

Le carbone présent dans les aciers austénitiques peut précipiter à basse température sous forme de carbures ou de carbonitrides de chrome inter-granulaires de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ provoquant une sensibilité à la corrosion inter-granulaire par appauvrissement en chrome aux joints de grain. Ces carbonitrides sont solubles dans l'austénite à haute température, et contrairement au cas des aciers ferritiques, cette mise en solution peut être conservée à l'ambiante par refroidissement rapide.

Comme pour les aciers ferritiques, deux parades analytiques peuvent être employées pour échapper à la nocivité du carbone : limiter sa teneur au-dessus de 0,030 %, ou stabiliser l'acier à l'aide d'un élément carburigène (titane, niobium, zirconium), le carbone étant alors piégé dans des carbonitrides de cet élément stabilisant [24].



Obtention d'une phase austénitique homogène

À l'ambiante, la phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques peut être, suivant la composition de la nuance (équilibre des éléments alphagènes et gammagènes), métastable ou thermodynamiquement stable. La phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques est, quelle que soit la composition, stable à haute température (de 1000 à 1100°C par exemple). Refroidir le métal suffisamment rapidement de cette température à l'ambiante permet de conserver l'austénite à l'ambiante, même si celle-ci n'est pas stable thermodynamiquement (l'austénite est alors dans un état métastable et peut, en particulier, se transformer en martensite sous l'effet d'une déformation plastique, voire d'un simple maintien à basse température).

D'autre part, certains aciers austénitiques sont sujets à la formation de phases intermétalliques de type σ , χ , ou de Laves, dans des domaines de températures compris entre 600 et 1 050 °C suivant les nuances et les phases formées. Ces phases sont généralement préjudiciables à la tenue à la corrosion et causent une fragilité de l'acier.

Elles peuvent être remises en solution à haute température, lors du traitement d'hypertrempe. Les phases intermétalliques les plus stables en température (jusqu'à 1 050 °C environ) sont celles liées à la présence de molybdène dans le métal.

Pour finir, signalons que la phase ferritique peut apparaître pour certaines nuances au-dessus de 1100 °C et que cette phase peut être conservée lors du refroidissement, aggravant les risques de fragilisation ultérieurs (précipitation de phase). Ceci introduit donc une limitation par le haut à la température d'hypertrempe [24].

Grossissement de grain et déformation des pièces

Deux autres limitations par le haut à la température d'hypertrempe sont apportées par le risque de grossissement excessif du grain austénitique dont on verra plus loin les inconvénients et par le risque de déformations inacceptables par fluage sous leur poids propre des pièces traitées.

III.2.1.2 Choix de la température d'hypertrempe

Elle résulte des divers impératifs précédemment apparus et est donnée ci-dessous, pour notre cas :

- ❖ **nuances sans molybdène** : la température sera choisie entre 1050 et 1150 °C pour dissoudre les phases intermétalliques et le cas échéant les carbonitrides ; les nuances du type X5CrNiMo 17-12-2 (1.4401) ou X2CrNiMo 18-14-3 (1.4435) ne présentent d'autre part pas de ferrite au-dessus de 1 150 °C [24].

III.2.1.3 Durée du maintien à la température d'hypertrempe

Lors du chauffage des pièces massives, il faut limiter les vitesses de montée en température par rapport à des nuances ferritiques ou martensitiques (inoxydables ou non), l'austénite ayant une conductivité thermique faible (la moitié environ de celle d'une ferrite), ce qui augmente les gradients thermiques, et donc les contraintes d'origine thermique.

Cette faible conductivité thermique impose également des maintiens suffisamment longs à la température d'hypertrempe pour permettre la mise en température de toute la pièce.

En pratique, on peut préconiser des durées de chauffage de 0,7 à 2,5 minutes par millimètre d'épaisseur. On choisira le haut de fourchette pour une élimination complète des contraintes résiduelles et le bas si l'on souhaite limiter le grossissement de grain [24].

III.2.2 Traitement anti-ferrite des nuances inoxydables austénitiques

Il s'agit d'un traitement d'homogénéisation effectué sur demi-produits ou pièces moulées de grande dimension à une température supérieure à celle du traitement d'hypertrempe et la précédant.

Nous avons déjà mentionné les risques de fragilisation (en particulier par formation de phase entre 500 et 800 °C) liés à la présence de ferrite dans le métal. Dans le cas d'une opération de mise en forme intermédiaire, la présence de ferrite apporte d'autres risques car une structure biphasée austénite-ferrite dont la teneur en ferrite est comprise

entre 10 et 45 % présente une mauvaise forgeabilité. Pour les opérations difficiles, comme le filage à chaud de tubes, il faudra limiter la teneur en ferrite à 5 %.

Nous avons aussi mentionné que la ferrite d'équilibre peut apparaître sur certaines nuances à partir de 1100 °C. Une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni illustre la situation à 1100 °C et à la solidification (figure III.3 a et b). La teneur en ferrite atteint d'autre part sa teneur d'équilibre très rapidement (quelques minutes) lors de maintiens à haute température.

L'apparition de ferrite est favorisée par les ségrégations formées lors de la solidification : la composition locale peut avoir une tendance ferritique supérieure à celle de la matrice et cela peut amener une solidification en austénite plus ferrite (Figure III.3 montre que le domaine $\alpha + \gamma$ est, sous le liquidus, proche des compositions usuelles de nuances austénitiques). De la ferrite peut subsister lors de l'hypertrempe, dans ces zones ségréguées, qui ne sont pas forcément éliminées au cours des cycles de corroyage et chauffage ultérieurs, et dont la composition conduit à la présence de ferrite en dessous de 100 °C.

Pour éliminer ou minimiser ces ségrégations, on utilise un traitement d'homogénéisation de 24 à 36 h à une température allant de 1150 à 1200 °C durant lequel la diffusion accomplit son œuvre, suivi d'un refroidissement jusqu'à la température d'hypertrempe suffisamment lent pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la diminution de température [24].

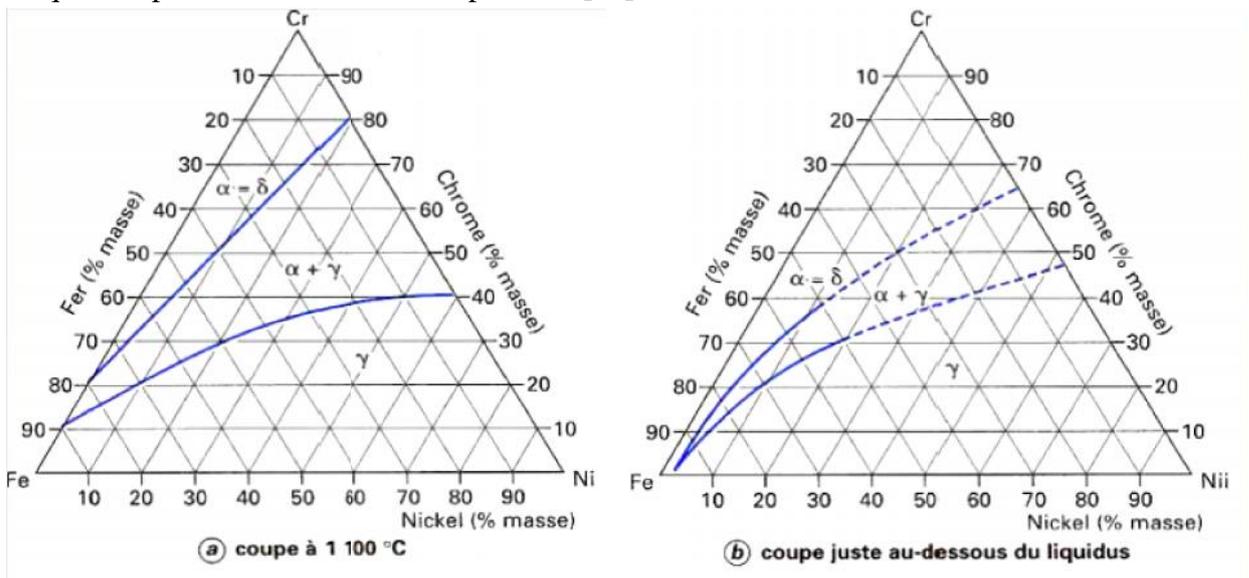


Figure III.3 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe – Cr – Ni [24]

Exemple

Un traitement type sur demi-produit sera :

- ✓ maintien de 36 h à 1150 °C ;
- ✓ refroidissement au four jusqu'à 1000 ou 1050 °C ;
- ✓ refroidissement rapide jusqu'à l'ambiante.

III.2.3 Traitement thermomécanique des aciers inoxydables austénitiques

On peut augmenter les caractéristiques mécaniques à l'ambiante d'un acier inoxydable austénitique en achevant le laminage, lors des dernières passes, à une température suffisamment basse pour qu'il n'y ait pas recristallisation ni entre passes ni après la dernière passe.

Une partie de l'écrouissage à chaud est ainsi conservée dans le métal, ce qui augmente la limite d'élasticité. Cette phase finale de laminage aura été précédée par une phase à plus haute température durant laquelle on affine le grain par des cycles écrouissage-recristallisation [24].

Un tel type de *laminage* est parfois appelé *contrôle*.

Le tableau III.3 donne deux exemples de caractéristiques ainsi obtenues par laminage contrôlé.

Il faut signaler ici deux problèmes liés au soudage de telles tôles :

- le premier, lié à la résistance du métal d'apport, peut être résolu en employant comme métal d'apport des nuances au manganèse et à l'azote et possédant donc une limite d'élasticité comparable à celle du métal de base ;
- le second est lié à l'adoucissement du métal de base en zone affectée thermiquement ; il peut être minimisé par l'emploi de paramètres de soudages appropriés.

Tableau III.3 : Caractéristiques mécaniques après laminage contrôlé [24]

Nuance (norme EN-10088)	Cycle de laminage contrôlé	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	KCU (J/cm ²)
X6 CrNiNb 18-10 (1.4550)	Neuf passes de l'épaisseur 48 mm à l'épaisseur 13 mm commençant à 1 250 °C et finissant à 850 °C	445	708	48	74
X5 CrNiMo 17-12-2 (1.4401)	Dix passes de l'épaisseur 70 mm à l'épaisseur 16 mm commençant à 1 280 °C et finissant à 800 °C	500	673	42	96

Une autre possibilité d'augmentation des caractéristiques mécaniques à l'ambiante est de précipiter des carbures ou carbonitrides fins et répartis. Ces carbonitrides seront de niobium si l'on veut ne pas sensibiliser l'acier à la corrosion inter-granulaire.

Pour obtenir des carbonitrides fins, il faut préalablement mettre en solution ceux existants par un traitement d'hypertrempe.

Ensuite, un écrouissage à froid ou à tiède de l'ordre de 10 % par exemple permet de créer des germes pour la précipitation intra-granulaire de carbonitrides lors du revenu ultérieur. L'addition de bore à des teneurs de quelques dizaines de p.p.m. masse favorise également la précipitation intra-granulaire. Le bore réduisant la solubilité du carbone dans l'austénite à chaud, il importe dans ce cas de réaliser le traitement d'hypertrempe au-dessus de 1 200 °C et d'adopter un refroidissement rapide (pour éviter de reprécipiter des carbonitrides entre 1 200 et 800 °C).

Le tableau III.4 donne deux exemples de durcissement structural ainsi obtenu sur une nuance au niobium et au bore (C = 0,052 %, Cr = 17,25 %, Ni = 12,90 %, Mo = 2,3 %, N = 0,051 %, Nb = 0,73 % B = 75 p.p.m. masse) avec ou sans écrouissage entre hypertrempe et revenu.

Tableau III.4 : Durcissement structural après traitement thermomécanique [24]

Traitement	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
Hypertrempe 1 150 °C	285	587	47
Hypertrempe 1 150 °C + revenu 100 h à 700 °C	353	655	51
Hypertrempe 1 150 °C + écrouissage 6 % à 600 °C + revenu 150 h à 720 °C	434	644	33

On remarquera que le traitement thermomécanique est le plus efficace pour augmenter la limite d'élasticité.

Pour finir, notons que ces traitements complexes ne sont pas toujours accessibles à l'utilisateur, qui dispose par ailleurs de feuillards ou de fils écrouis jusqu'à des niveaux de résistance pouvant atteindre 2 000 MPa ($R_m = 2\ 000$ MPa).

III.2.4 Traitement d'optimisation de la tenue au fluage des aciers inoxydables austénitiques

Une précipitation intra-granulaire fine et bien répartie de carbure ou de carbonitrures a également un effet favorable sur la tenue au fluage entre 650 et 750 °C de nuances du type X5CrNiMo 17-12-2.

On peut donc appliquer à ces nuances, en vue d'une application à chaud, le traitement thermique ou thermomécanique de durcissement structural explicité au-dessus. Dans ce cas, la sensibilisation à la corrosion inter-granulaire en milieu humide n'est pas un problème à prendre en compte et le durcissement structural peut être réalisé à l'aide de carbures de chrome. On peut donc employer des nuances avec ou sans niobium. Une autre facilité est que la précipitation des carbonitrures peut se dérouler durant l'utilisation de la pièce en température et que l'on peut donc supprimer le revenu volontaire de durcissement, en particulier pour les nuances contenant du bore [24].

EXPÉRIENCES ET RÉSULTATS



CHAPITRE IV

MATÉRIAU ET TECHNIQUES
ÉXPÉRIMENTALES



IV.1 Introduction :

Nous avons étudié la cinétique de la précipitation dans un acier inoxydable austénitique dans l'intervalle de température compris entre 200 à 900°C, pour cela on a préparé plusieurs échantillons pour faire des traitements de revenu pour chaque échantillon à des durées différentes. Après le revenu on a fait la métallographie pour observer la structure obtenue de chaque échantillon. L'observation métallographique se fait grâce à un microscope optique muni d'une caméra et connecté à un microordinateur. Les images obtenues sont analysés par le logiciel de traitement d'image FIJI. On a aussi mesurer la micro-dureté pour les différents échantillons.

IV.2 La composition chimique :

Le matériau utilisé dans notre étude est l'acier inoxydable austénitique 304L. Il est fourni sous forme de tôle.

La composition chimique et les propriétés mécaniques du 304L sont citées dans les tableaux IV.1, IV.2.

Tableau IV.1. La composition chimique du 304L d'après ASTM.

	C	SI	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P
(% en masse)	0,020	0,36	1,50	8,00	18,06	-	-	0,070	0,005	0,028

Tableau IV.2. Les propriétés mécaniques du 304L à température ambiante d'après ASTM

Obtenu	limite d'élasticité		Résistance à la traction	Allongement après rupture		Dureté
	Rp0,2%	Rp1%	Rm	A5	50mm	HRB
	300	336	628	58	58	84

IV.3. Traitement de normalisation :

IV.3.1 hypertrempe :

La trempe est fondée sur la conservation d'une phase à basse température qui n'est stable qu'à haute température et qui lors d'un refroidissement n'a pas le temps suffisant pour évoluer vers la structure d'équilibre.

Dans notre cas le but de la trempe est l'obtention d'une structure austénitique homogène.

Le traitement d'hypertrempe à 1050°C pour l'acier 304L consiste à :

Chauffer l'acier à 1050°, le maintenir à cette température pendant 30 minutes, puis le refroidir jusqu'à la température ambiante par immersion dans l'eau.

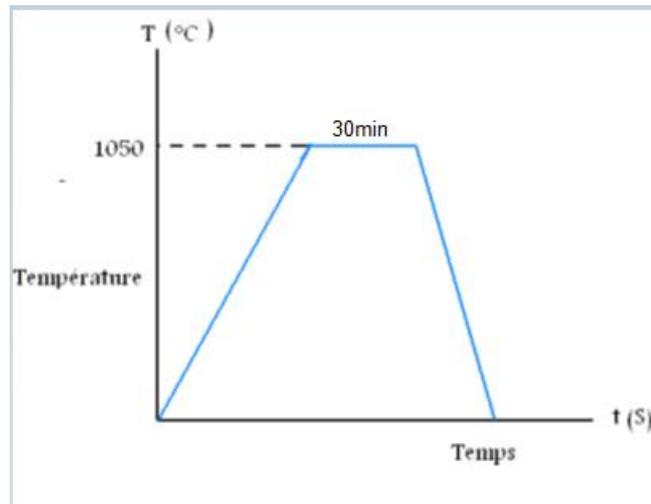


Figure IV.1: traitement d'hypertrempe à 1050°C de l'acier 304L.

IV.3.2 Le revenu :

Le but principal du revenu est de faire évoluer une structure hors d'équilibre, obtenue par hypertrempe, vers un état proche de l'équilibre. Il consiste à chauffer l'échantillon jusqu'à une température donnée, et de le maintenir à cette température pendant un temps donné, et enfin un refroidissement vers la température ambiante par immersion dans l'eau.

Les revenus des échantillons ont été faits dans un four à résistance.

On a découpé la pièce hypertrempe en 30 échantillons, pour traiter chaque échantillon pendant un temps de maintien donné à différentes températures de revenu.

Tableau IV.3 : Les différentes durées de maintien effectuées pour chaque température de revenu.

Température de revenu (°c)	durée de maintien (h)							
	0,5	2	4	8	20	24	48	72
200	✓	-	✓	✓	-	✓	-	✓
600	✓	✓	✓	-	✓	✓	-	✓
700	✓	✓	✓	✓	✓	-	-	-
800	✓	-	✓	-	✓	✓	✓	✓
900	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-	-

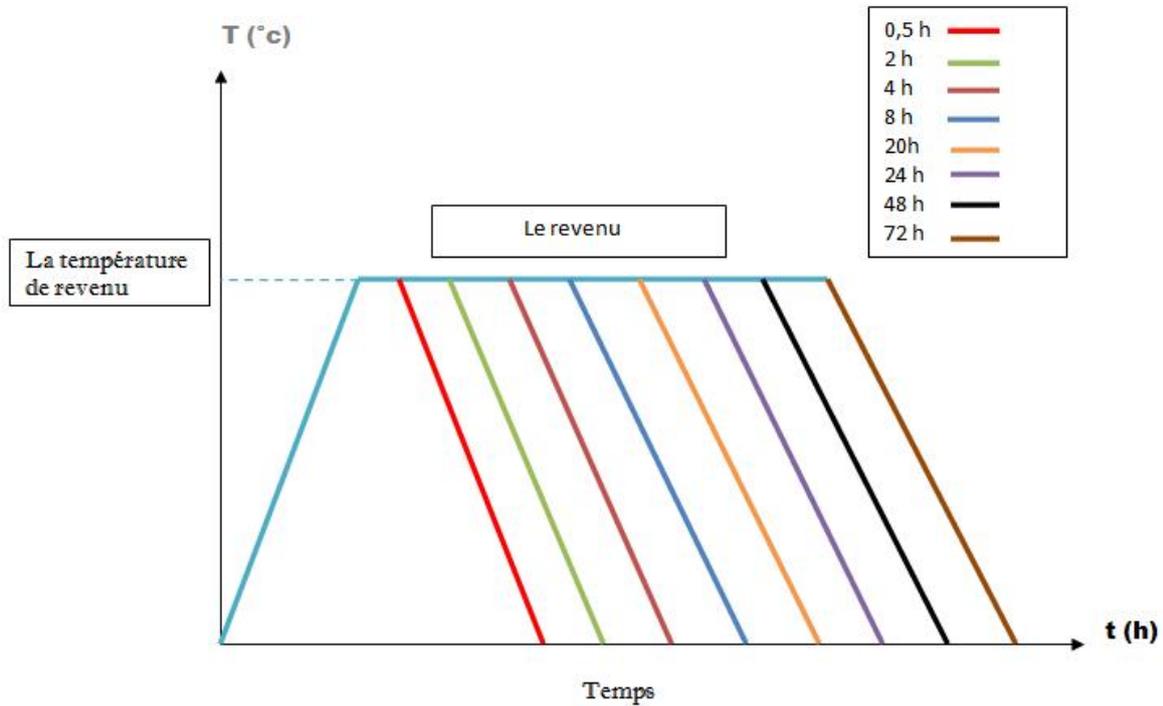


Figure IV.2 : les différentes durées de maintien pour une température de revenu donnée.

IV.4 La métallographie :

L'étude métallographique est un moyen de contrôle essentiel de la structure micrographique des matériaux métalliques. On commence par la préparation de l'échantillon : enrobage, polissage, attaque électrolytique et enfin l'observation micrographique à l'aide d'un microscope optique.

Découpage :

Au début il y a deux tôles d'aciers inoxydables austénitiques hypereux, on a coupé ces pièces à l'aide d'une Guillotine au niveau du département de Génie Mécanique pour avoir des échantillons en évitant toute augmentation de chaleur due au frottement. On coupe chaque pièce en 15 échantillons.



Figure IV.3 : la machine utilisée pour le découpage des échantillons

Enrobage :

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation au microscope, il se fait après les traitements thermiques des échantillons. Il consiste à mettre les échantillons dans des petits moules qu'on remplit avec un mélange résine-durcisseur que nous avons préparé. Après un certain temps sous l'effet de la température la résine se solidifie, et on obtient des échantillons enrobés.



Figure IV.4 : les échantillons après l'enrobage

Polissage :

Le polissage est l'étape finale avant l'observation micrographique, il permet d'obtenir une surface plane et miroir, et d'éliminer les défauts de surface pour faciliter l'observation.



Figure IV.5 polisseuse utilisée.

On distingue deux types de polissage :

- Un polissage grossier, qui se fait à l'aide de papiers abrasifs qui sont numérotés et placés dans l'ordre croissant de leur granulométrie (120,180,220, 400, 800, 1000,1200)
- Un polissage de finition donne une surface miroir.

Attaque électrolytique :

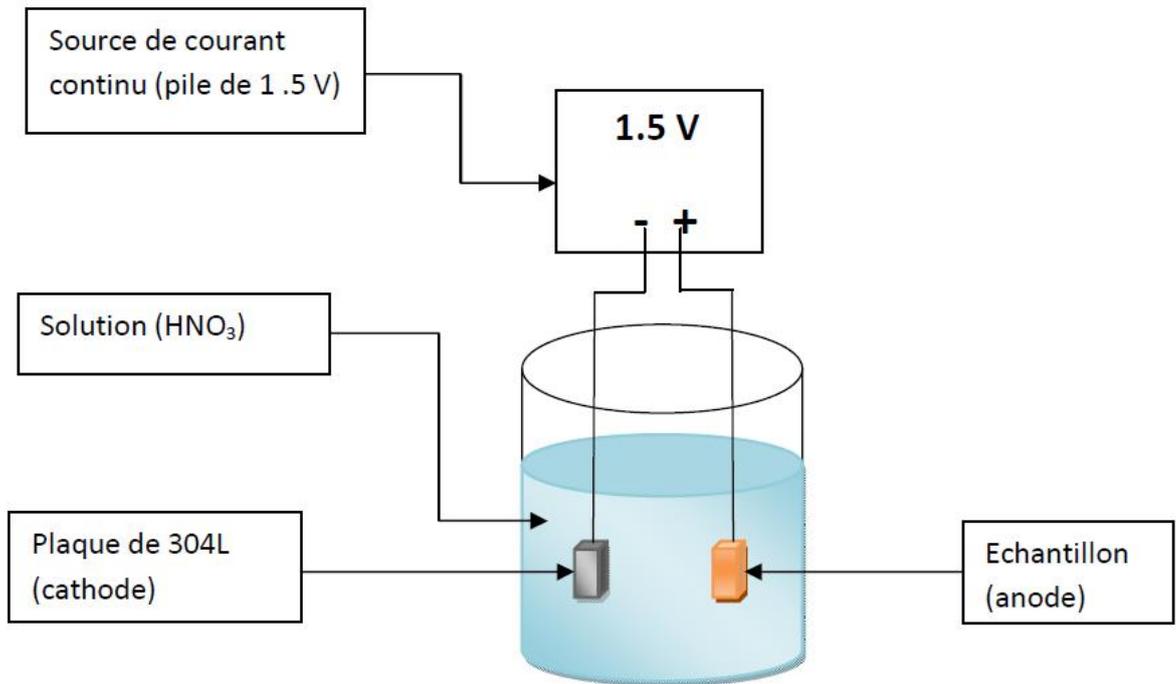


Figure IV.6 : dispositif de l'attaque électrolytique.

Les aciers inoxydables austénitiques sont difficilement attaqués par l'attaque chimique simple parce qu'ils contiennent des éléments d'addition (noble) qui ont des potentiels élevés, pour cela on utilise l'attaque électrolytique. L'attaque électrolytique a pour but de mettre en évidence une différence entre le précipité et les phases. Il consiste à immerger l'échantillon dans une solution aqueuse (HNO₃), et à l'aide d'une source de courant électrique extérieur on branche l'échantillon avec l'anode et on fait plonger aussi la cathode du générateur dans la solution pour fermer le circuit.

Tableau IV.4 les paramètres de l'attaque électrolytique :

Réactifs	Composition chimique	Temps d'attaque
Acide nitrique	HNO ₃ (50%) + H ₂ O	De 1 à 3 s

IV.5 Observation microscopique :

Le but principal de l'observation est la mise en évidence de la structure des différents échantillons.

Nous avons fait l'observation micrographique des échantillons après l'attaque électrolytique par microscope métallographique équipé d'une caméra CMEX pour l'acquisition des micrographies sous format numérique (JPEG) connecté avec un micro-ordinateur et on prend des images par le logiciel « **Analysis** » qui permet de lire et sauvegarder les images sur le micro-ordinateur. Après l'obtention des images nous avons traité ces images par un logiciel qui permet d'identifier le taux de la précipitation. On calcule le taux pour différents échantillons.



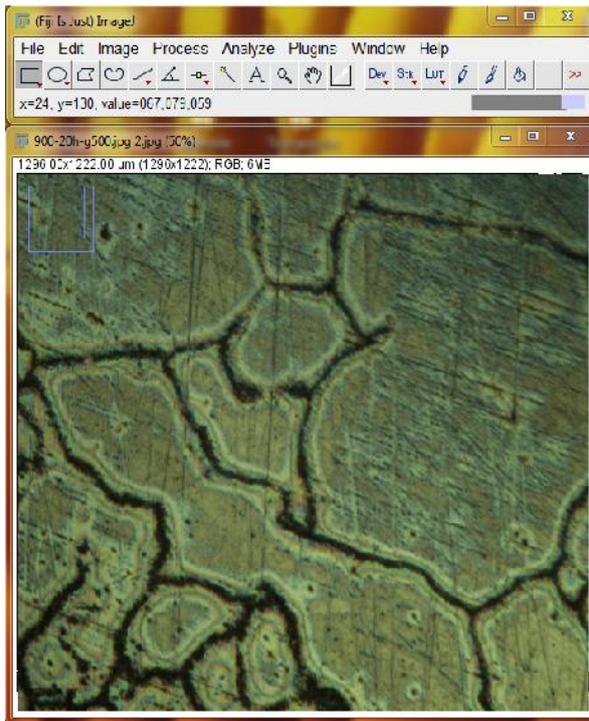
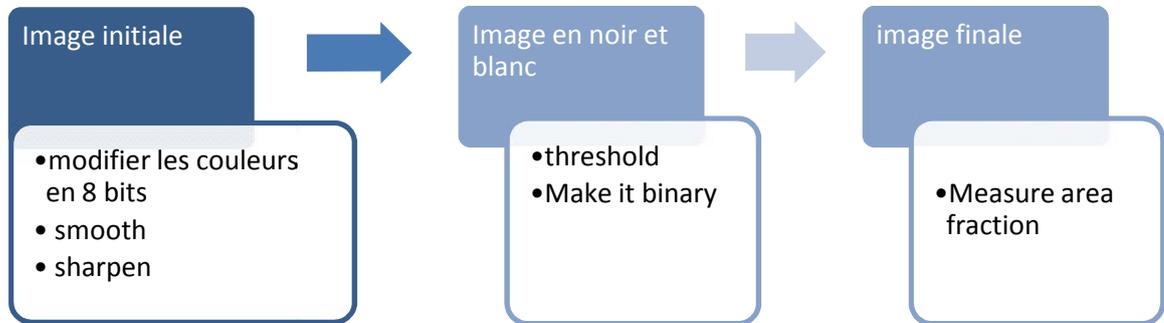
Figure IV.7: Microscope métallographique Optika équipé d'une caméra CMEX.

IV.6 Traitement d'image :

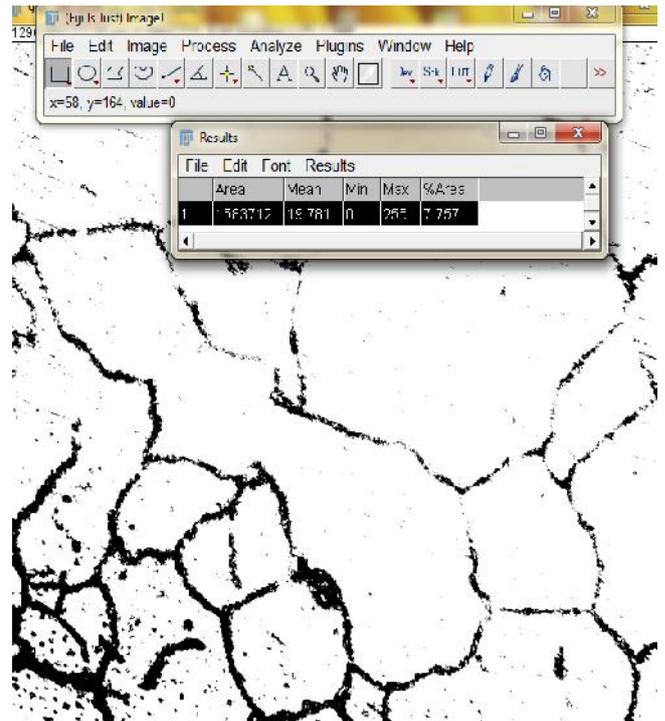
FIJI : est la dernière mise à jour d'un ancien programme **Image J**. Ils ont mis plusieurs améliorations et d'autres options pour faciliter l'utilisation. FIJI est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images. Le programme a été écrit en Java, ce qui en fait un logiciel utilisable sur différents systèmes d'exploitation. FIJI permet de dénombrer des particules, de mesurer diverses grandeurs (distances, surfaces, taux), d'extraire des coordonnées de contours. Dans notre cas on utilise ce logiciel pour avoir le taux surfacique des phases.

On a utilisé ce logiciel pour calculer le taux de la précipitation pour chaque échantillon.

Technique de traitement d'image par FIJI



(a)



(b)

Figure IV.8: traitement d'image par Fiji a) image initiale, b) mettre l'image en noir et blanc et calculer le taux de précipitation.

IV. 7 Teste de la micro-dureté :

La mesure de la dureté a été fait au laboratoire du département métallurgie (ENP) à l'aide d'un microduromètre (figure IV.7), qui permet de mesurer la microdureté. Le but est d'identifier l'évolution de la micro-dureté en fonction du temps de maintien.

Principe :

L'essai de microdureté consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui réduite. Nous avons utilisé un microduromètre de marque Mitutoyo HM 100 (Figure IV.7).

La taille de l'empreinte est tributaire de la charge appliquée. Les conditions opératoires de la caractérisation par microdureté sont : charge pondérale utilisée : 10g et durée : 10 secondes. La surface testée a été soigneusement polie jusqu'à l'état miroir ensuite attaquée chimiquement afin de mettre en évidence les joints de la microstructure. Ceci nous a permis de localiser les mesures au niveau des grains ainsi qu'au niveau des joints de grains.



Figure IV.9: Machine de Micro-dureté Vickers HM-100.



CHAPITRE V

EXPLOITATION DES RÉSULTATS



V.1 Introduction

Afin d'étudier les changements structuraux de l'acier 304L après les traitements thermiques appliqués aux différentes températures, on a besoin d'identifier les précipités qui apparaissent lors de ces traitements. D'après la bibliographie et les études de plusieurs chercheurs, les précipités qui peuvent apparaître dans notre cas d'étude (304L) sont donnés dans les deux tableaux : **III. 1**, **III.2** du troisième chapitre.

V.1.1 Les carbures

D'après tous les ouvrages qui ont traité de l'acier 304L, les seuls carbures qui peuvent apparaître aux différentes températures de traitement thermique est : **Cr₂₃C₆**.

Les carbures M₂₃C₆ précipitent préférentiellement dans les joints de grain, puis dans les joints de macles incohérents, les joints de macles cohérents et enfin dans les dislocations intra-granulaires, ils sont toujours les premiers carbures à précipiter dans les aciers inoxydables austénitiques. Les recuits entre 600° et 900°C activent la germination de ces carbures et favorisent les sites de précipitation à l'intérieur des grains [22].

V.1.2 Les phases intermétalliques

Dans les aciers inoxydables austénitiques il y a plusieurs phases qui peuvent apparaître comme : sigma, chi, laves En ce qui concerne notre acier qui a une teneur en carbone basse, on aura une seule phase qui peut précipiter lors des traitements thermiques, c'est : *la phase sigma*.

- On peut assembler les précipités de l'acier 304L dans ce tableau :

Tableau V.1 : les précipités qui peuvent apparaître dans l'acier 304L.

Type de précipité	Cellule unitaire	Atomes par cellule	groupe spatial	parametres de la maille(nm)	composition
Carbure M ₂₃ C ₆	cfc	116	Fm3m	a=1.0056-1.068	Cr, Fe, Mo, Ni
Phase sigma (6)	bct	30	P4 ₂ /mnm	A=087-092 C=0.4554-0.48	(Fe, Ni) _x (Cr, Mo) _y

V. 2. Résultats de l'observation métallographique

Afin d'analyser l'évolution de la précipitation après les traitements thermiques, les échantillons de l'acier AISI304L ont été observés au microscope optique d'après la procédure décrite au paragraphe IV.5. Ceci nous a permis de visualiser la microstructure des différents échantillons traités à des températures données.

V.2.1. Etat microstructural après l'hypertrempe à 1050 °C et après l'attaque électrolytique

La micrographie V. 1 illustre la structure de l'acier 304L hypertrempé observé au grossissement Gx500.

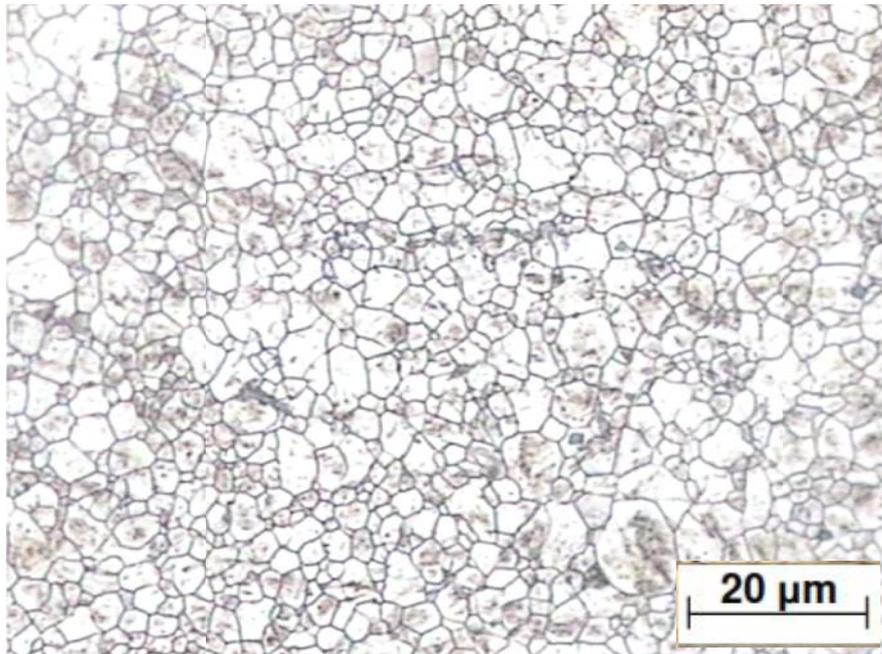


Figure V.1 : microstructure du 304L après l'hypertrempe à 1050 °C et l'attaque électrolytique GX500.

La trempe permet d'avoir une homogénéisation de la structure et d'éviter la précipitation des phases secondaires. On obtient après la trempe une structure grossière.

On remarque que l'acier, qui a subi une hypertrempe à 1050°C, a de gros grains.

Le but principal de la trempe est d'avoir une structure austénitique, et d'éviter aussi toutes les précipités.

V.2.2 Observation métallographique après les traitements de revenus

a) Revenu à 200°C

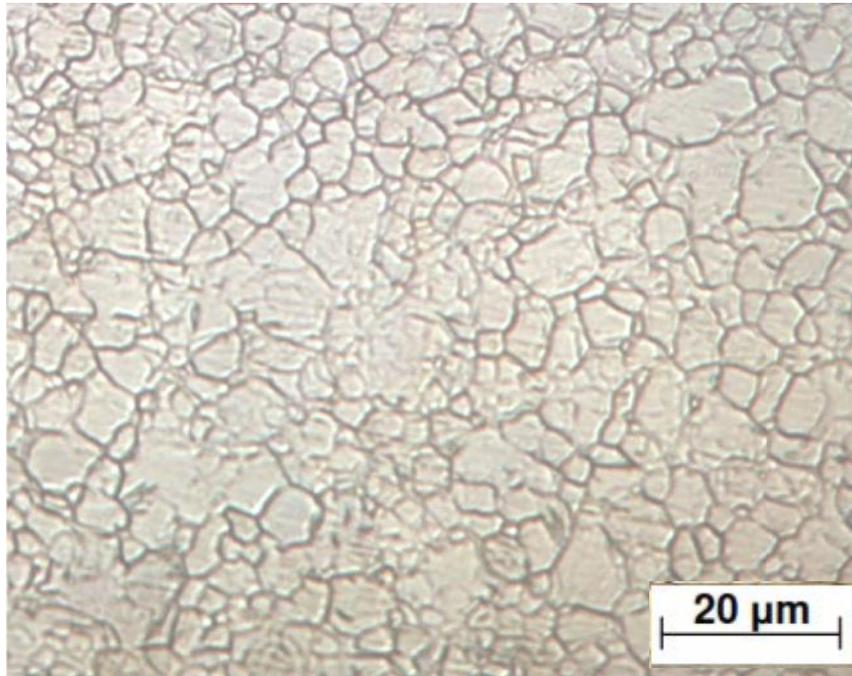


Figure V.2 : La microstructure de l'échantillon après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 200°C pendant 72 heures, GX500.

L'interprétation :

On remarque que la structure est presque la même que celle de l'échantillon référentiel, on ne peut définir aucune apparition des précipités ni des carbures ni des phases intermétalliques.

Généralement les traitements thermiques à basse température n'ont aucun effet sur la microstructure, c'est pour cela que je suis passé directement d'une température basse de 200 °C à une température plus élevée de 600 °C ou les changements structuraux peuvent apparaitre plus rapidement.

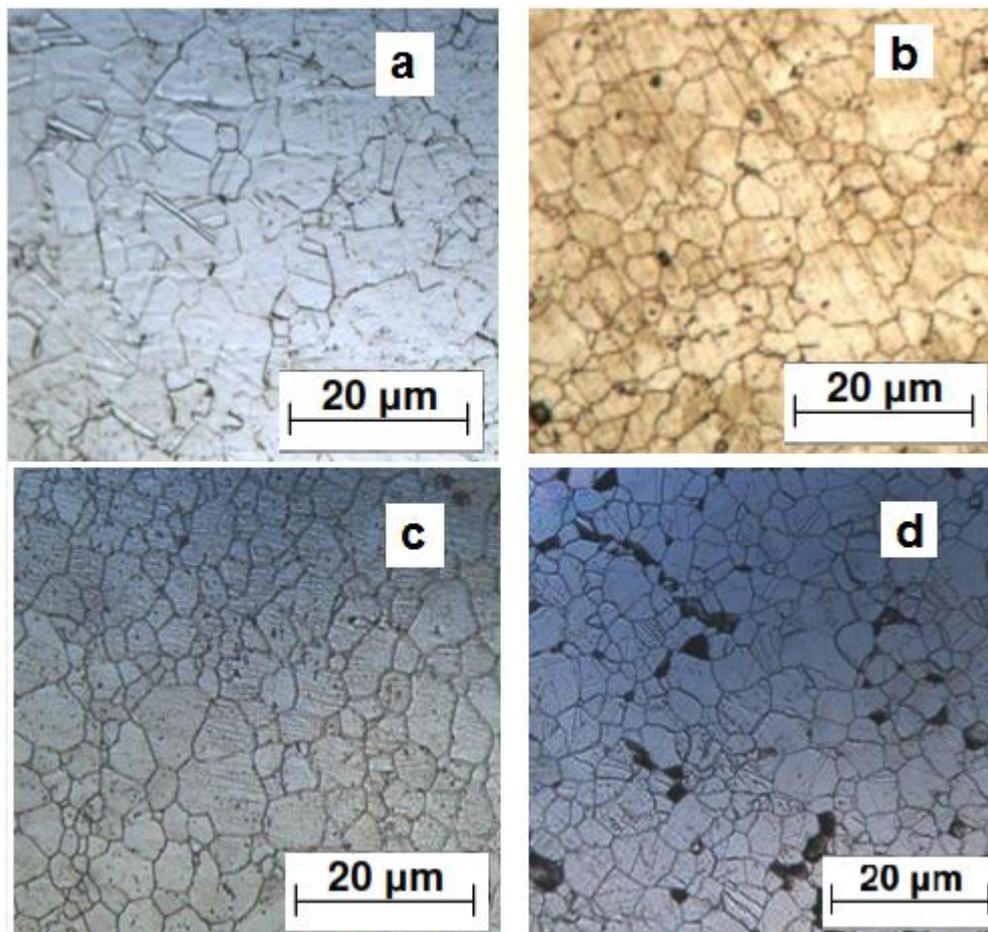
b) Revenu à 600°C

Figure V.3 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 600°C pendant : (a) 30mn; (b) 120mn ; (c) 240mn, (d) 3420mn. GX500

L'interprétation :

D'après les images obtenues on peut remarquer un léger grossissement de la taille des grains, il est plus remarquable pour le traitement de 240 minutes.

On a aussi l'apparition de petits points noirs dans les deux figures V.3. (a) et V.3. (b), on peut dire que c'est le début de l'apparition des précipités.

Dans l'échantillon qui a subi un traitement de longue durée (3420 minutes), l'apparition des précipités des carbures $Cr_{23}C_6$ et de la phase sigma est largement visible selon la bibliographie (tableau V.I).

c) revenu à 700 °C :

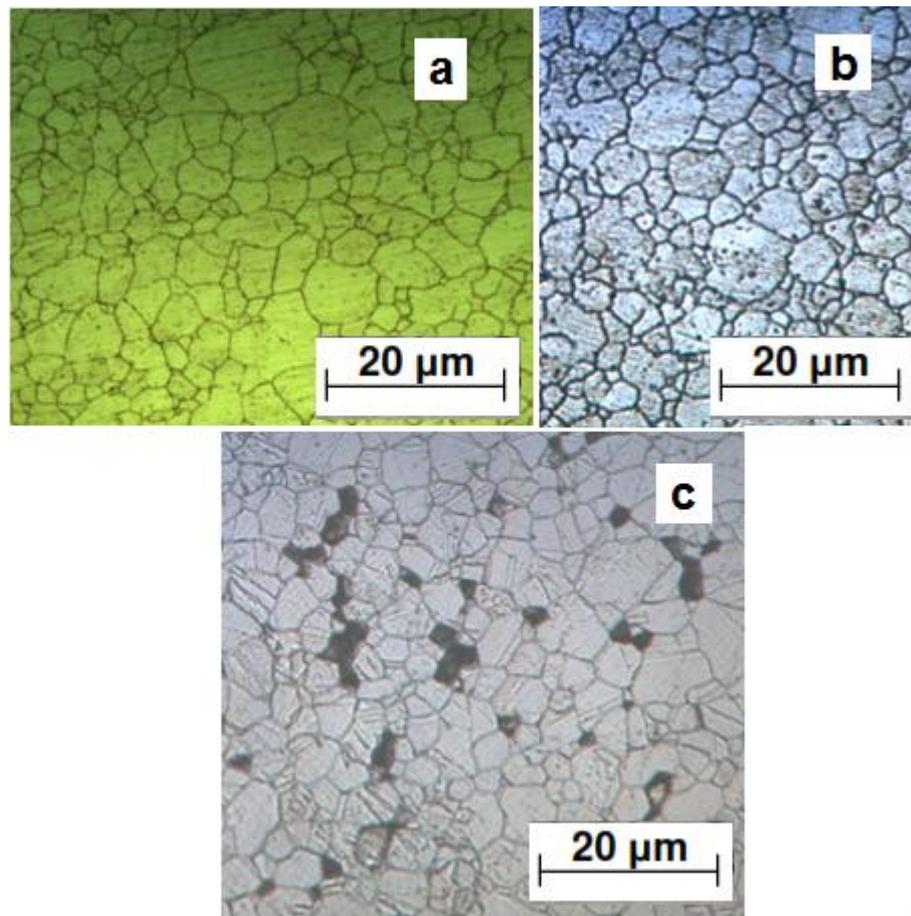


Figure V.4 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 700°C pendant :(a) 30mn;(b) 120mn ;(c) 1200mn

L'interprétation :

Le traitement de 700 °C donne pratiquement les mêmes changements que ceux de 600°C : un léger grossissement des grains, une apparition des petits points noirs qu'on définit comme un début de précipitation, où le taux de ces précipités augmente d'une température à une autre.

A une durée de maintien suffisante, on peut bien observer cette précipitation comme le montre la figure V.4. (c).

Une autre remarque : c'est que le taux des précipités à 700°C est plus élevé qu'à 600°C, (en comparant les deux figures V.3. (4) et V.4. (c)).

d) revenu à 800 °C :

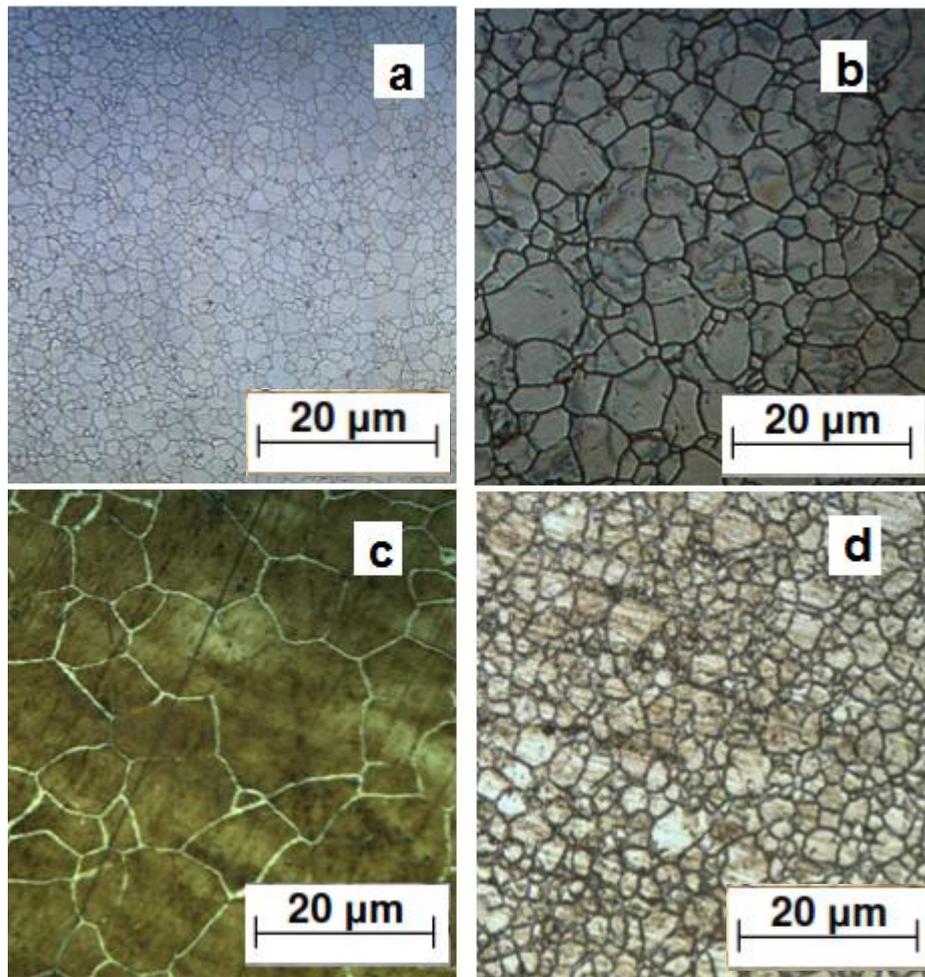


Figure V.5 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 800°C pendant :(a) 30mn GX200;(b) 240mn GX500 ;(c) 1200mn GX500, (d) 2880mn GX200.

L'interprétation :

En comparant les images **V.5. (a)** avec **V.5. (d)**, et **V.5. (b)** avec **V.5. (c)**, pour être dans le même calibre de grossissement.

- **(a) et (d) :** On remarque dans ce cas le grossissement des grains, on voit aussi des petites zones avec une couleur plus foncée dans la figure (d) que (a).
- **(c) et (b) :** on peut juste définir le changement de la taille des grains.

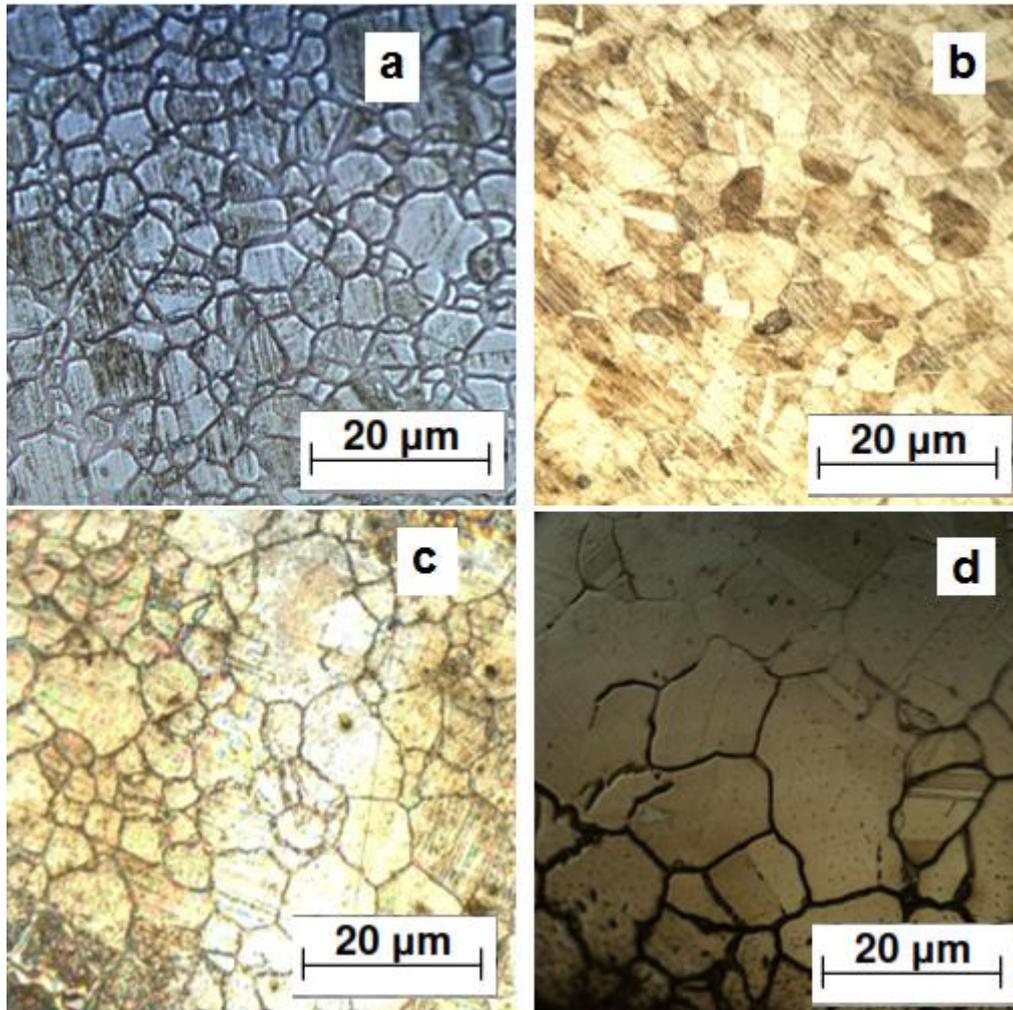
e) Revenu à 900 °C

Figure V.6 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 900°C pendant : (a) 30mn; (b) 240mn ; (c) 480mn, (d) 1440 mn. GX500.

L'interprétation :

- La fonction de la taille des grains est croissante en fonction des durées du maintien
- Les précipités des carbures apparaissent dans tous les échantillons soit sous forme des petits points noirs au centre des grains soit sous forme des phases.
- On voit aussi la formation des macles.

V.3 Résultats de la micro-dureté :

La micro-dureté réalisée sur chaque microstructure peut fournir des informations importantes concernant les sites de précipitation, éventuellement des carbures formés dans l'intervalle 600-900 °C. Ces derniers étant très durs par rapport à la matrice austénitique à cause de la forte énergie de liaison entre le carbone et un des éléments réputés carburigènes [22].

Pour donner des résultats appréciables, la micro-dureté est déterminée par la moyenne des trois mesures réparties sur la surface de l'échantillon. La micro-dureté est mesurée au niveau du grain et du joint de grain. Les résultats sont récapitulés dans les tableaux V. 2-6 puis représentés sur les figures V. 7-11.

a) Revenu à 200 °C

Tableau V. 2 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 200 °C.

Micro-dureté	Durée de maintien				
	0,5 h	4h	8h	24h	72h
Grain	290,1	293,4	312,9	323,5	348,0
Joint de grain	340,2	341,1	353,0	358,4	370,2

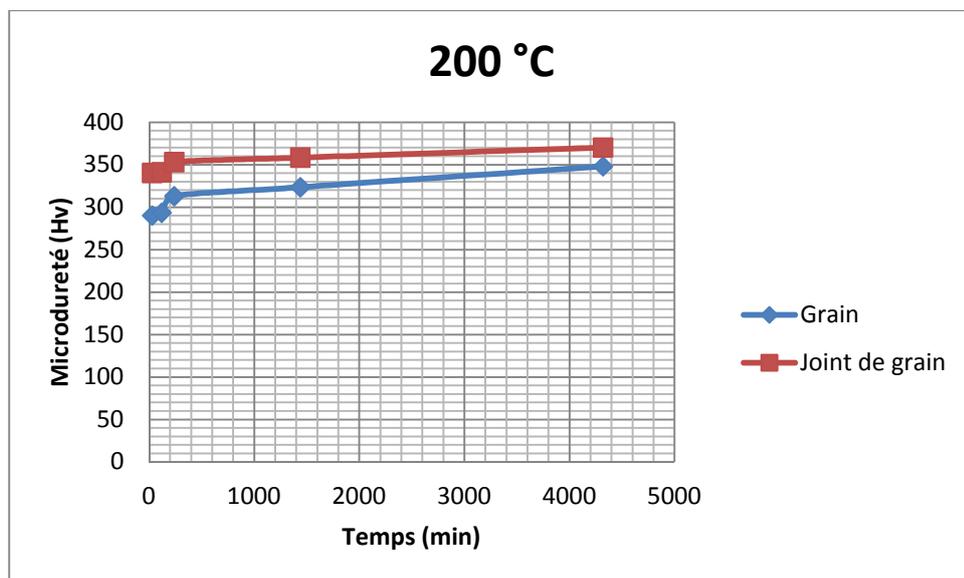


Figure V. 7 : Effet de la durée du revenu à 200°C sur la micro-dureté de l'acier 304L

L'interprétation :

Pour le traitement de 200 °C, on n'a pas remarqué un grand changement de micro-dureté en fonction de la durée du revenu, on peut déduire qu'il n'y avait pas assez d'énergie pour former des précipités.

b) Revenu à 600 °C

Tableau V. 3 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 600 °C.

Micro-dureté	Durée de maintien					
	0,5 h	2h	4h	20h	24h	72h
Grain	277,4	352,1	257,9	312,4	286,3	266,0
Joint de grain	309,3	308,5	382,3	398,3	387,2	390,1

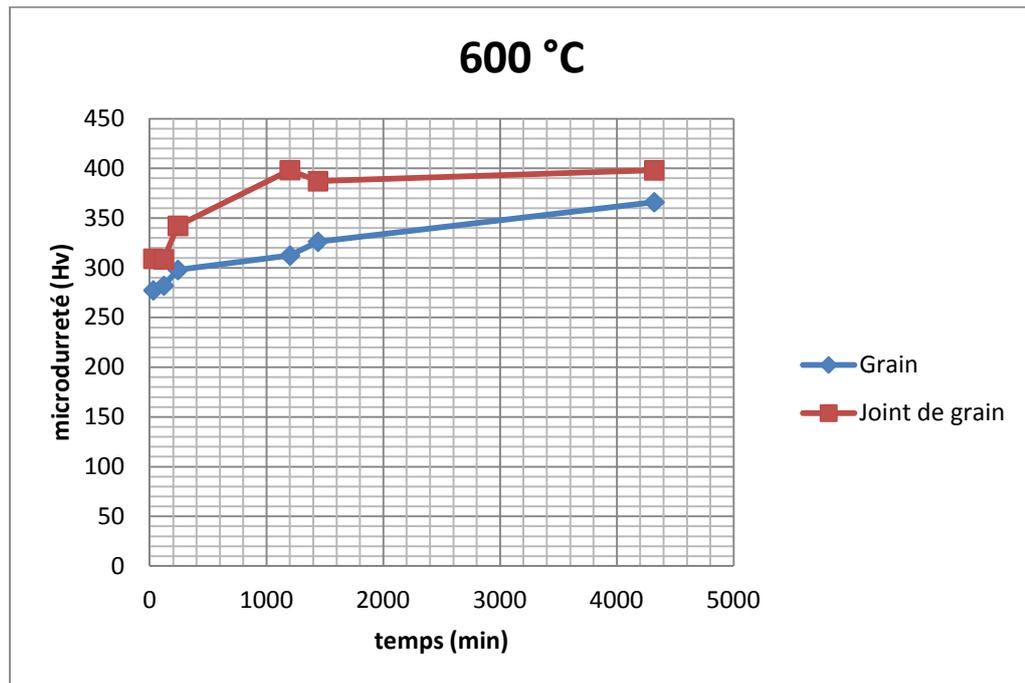


Figure V. 8 : Effet de la durée du revenu à 600°C sur la micro-dureté de l'acier 304L

c) Revenu à 700°C

Tableau V. 4 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 700 °C.

Micro-dureté	Durée de maintien				
	0,5 h	2h	4h	20h	24h
Grain	272,8	322,8	301,9	324,7	308,2
Joint de grain	291,3	490,3	492,3	383,9	391,8

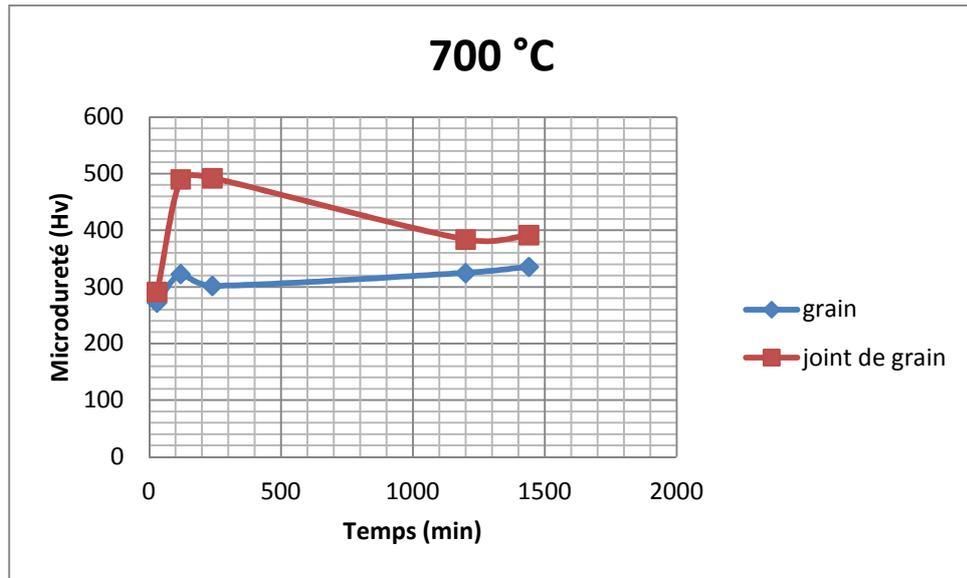


Figure V. 9 : Effet de la durée du revenu à 700°C sur la micro-dureté de l’acier 304L

d) Revenu à 800°C

Tableau V. 5 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 800 °C.

Micro-dureté	Durée de maintien					
	0,5 h	4h	20h	24h	48h	72h
Grain	280,7	370,2	348,5	334,0	310,5	320,2
Joint de grain	320,0	329,4	333,7	352,0	392,6	397,5

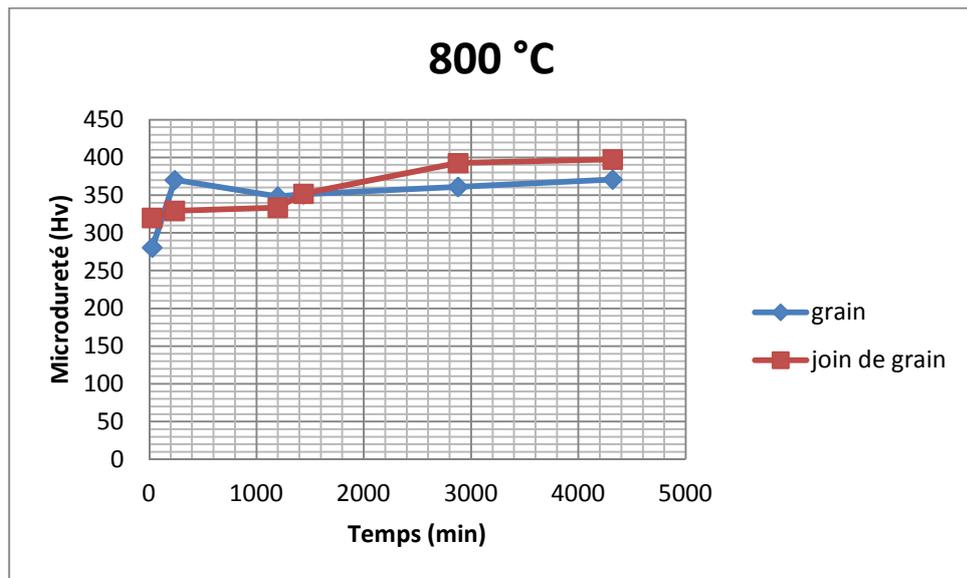


Figure V. 10 : Effet de la durée du revenu à 800°C sur la micro-dureté de l’acier 304L

e) Revenu à 900 °C

Tableau V. 6 : Résultats du calcul de la micro-dureté à 900 °C.

Micro-dureté	Durée de maintien					
	0,5 h	2 h	4 h	8 h	20 h	24 h
Grain	294,1	302,1	311,5	318,3	329,1	334,9
Joint de grain	320,0	329,4	333,7	352,0	392,6	397,5

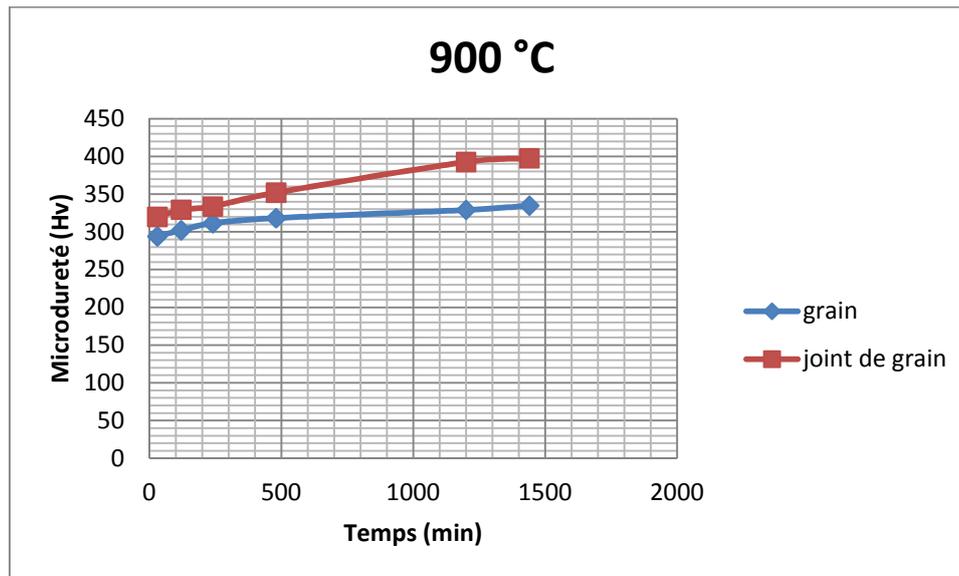


Figure V. 11 : Effet de la durée du revenu à 900°C sur la micro-dureté de l'acier 304L

Interprétation des résultats de la micro-dureté dans l'intervalle 600-900 °C :

D'après les résultats ci-dessus on peut découper les courbes en trois intervalles :

- $t < 30 \text{ min}$:

Les 30 premières minutes de stabilisation semblent suffisantes pour induire une précipitation inter-granulaire de carbures fins et très durs; ceci s'accompagne d'une augmentation de la taille de grains *probablement* à cause de leurs tailles trop faibles pour affronter le déplacement des joints.

- $30 \text{ min} < t < 1200 \text{ min}$:

L'augmentation de la taille de grain entre 30 et 1200 minutes favorise l'hypothèse d'un effet moins marqué des précipités qui se sont coalescés dans les grains, à cause d'une probable diffusion des précipités intra-granulaires vers les macles.

- $t > 1200 \text{ min}$:

La croissance de la micro-dureté continue aux durées de maintien élevées, à cause de continuité de formation des précipités. Les carbures germés et concentrés aux joints de grains provoquent le durcissement de ces derniers vu qu'ils croissent tout en restant dans le volume confiné du joint de grain. La structure amorphe des joints de grains ainsi que la précipitation qui y a eu lieu en feront la zone de la microstructure la plus durcie.

V.4 Cinétique de la précipitation

Pour étudier la cinétique de précipitation des carbures et de la phase sigma on a calculé le taux pour tous les échantillons hypereutectés à 1050°C puis revenu à 700 °C et 900°C pendant différentes durées. Après le traitement d'image que nous avons fait par le logiciel de traitement d'image **FIJI**, on a trouvé que le taux de la précipitation pour les échantillons hypereutectés à 1050°C puis ayant subi un traitement de revenu de 200 à 600°C est négligeable pour les premiers échantillons. Puis il croît avec l'augmentation du temps de maintien

- **Etude de la cinétique de précipitation par analyse métallographique**

Afin de déterminer le taux de la précipitation on a utilisé le logiciel de traitement d'image **FIJI** qui permet de donner la fraction surfacique de la précipitation. On voit alors que le taux est faible aux premiers temps puis il augmente avec l'augmentation du temps de maintien.

On a choisi d'étudier les températures de 700°C et 900 °C où on a suffisamment observé les précipités pour calculer le taux.

a) Revenu à 700 °C

Tableau V.7 : Résultats du calcul du taux et la fraction de la précipitation à 700 °C.

Temps (mn)	30	120	240	1200	1440
Taux (%)	1,205	2,634	4,841	8,366	12,003
Fraction	0,10039157	0,21944514	0,40331584	0,69699242	1

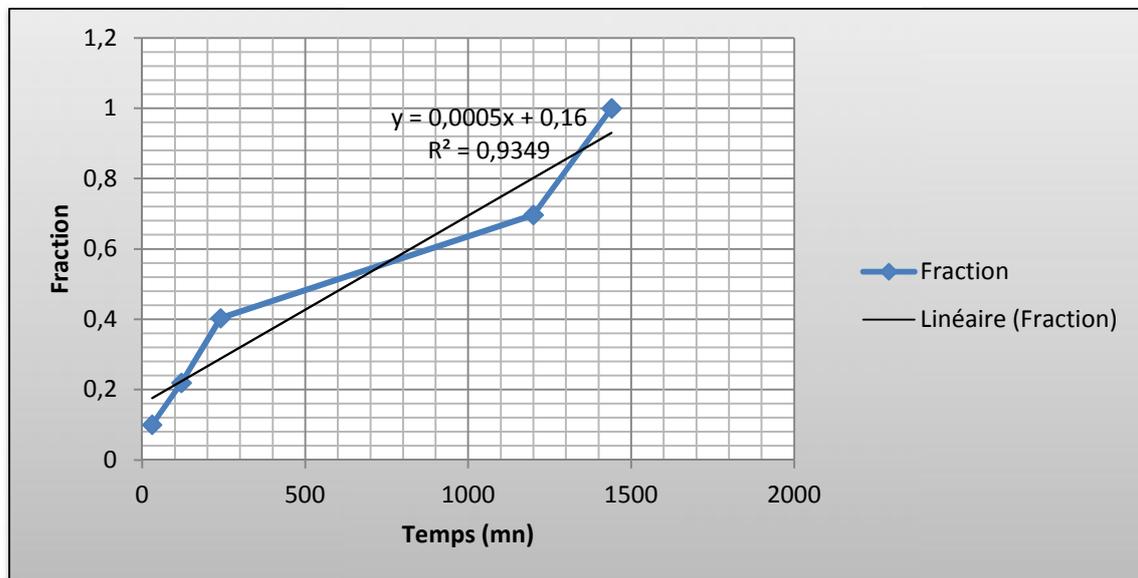


Figure V.12 : variation de taux de la précipitation en fonction du temps, pour les échantillons hypereutectés à 1050°C et revenus à 700°C.

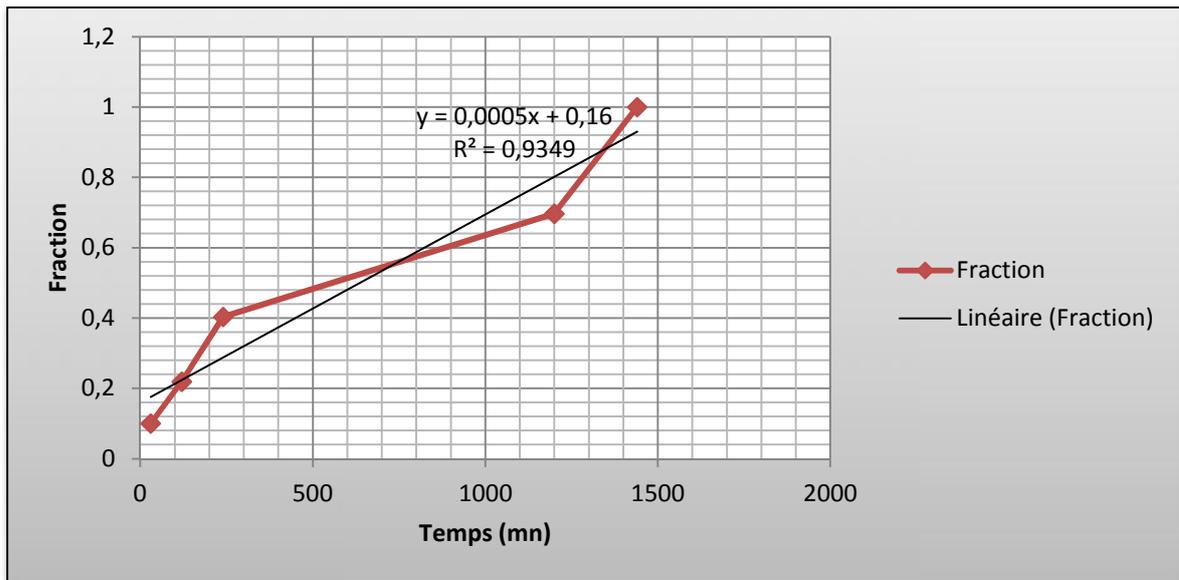


Figure V.13 : Variation de la fraction transformée en fonction du temps, pour les échantillons hypertrempés à 1050°Cet revenus à 700°C

b) Revenu à 900 °C

Tableau V.8 : Résultats du calcul du taux et la fraction de la précipitation à 900 °C.

Temps (mn)	30	120	240	480	1200	1440
Taux (%)	5,334	5,804	6,231	7,841	12,002	15,746
Fraction	0,338	0,368	0,395	0,497	0,762	1

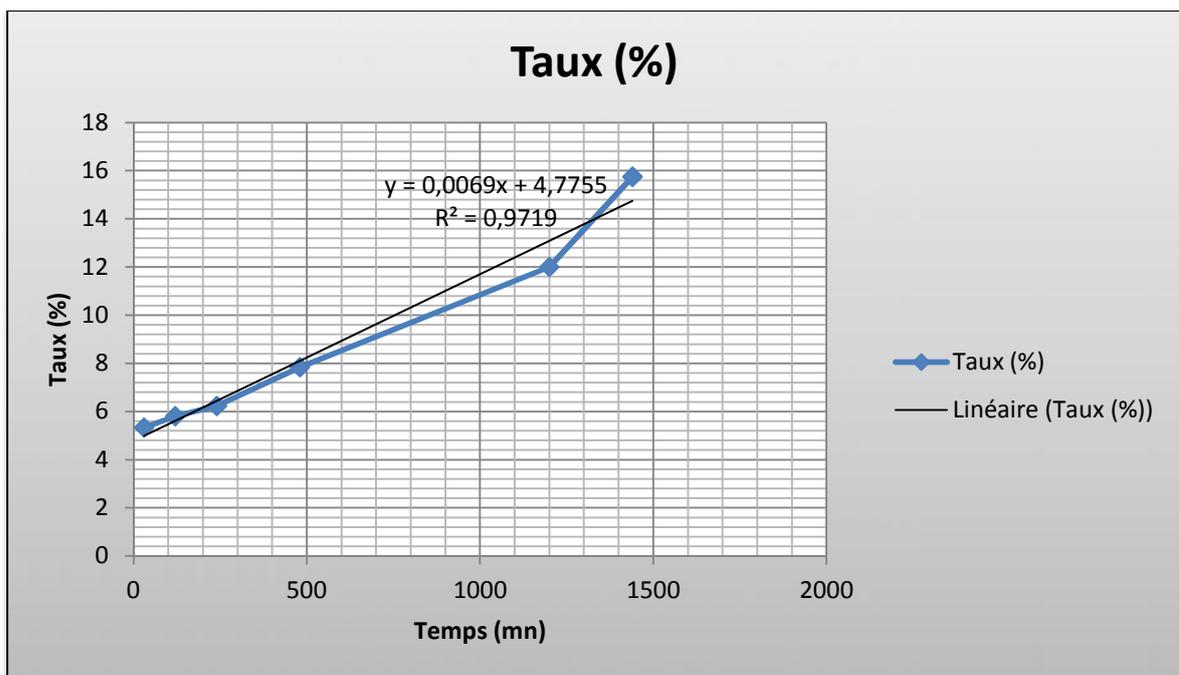


Figure V.14 : variation de taux de la précipitation en fonction du temps, pour leséchantillons hypertrempés à 1050°Cet revenus à 900°C.

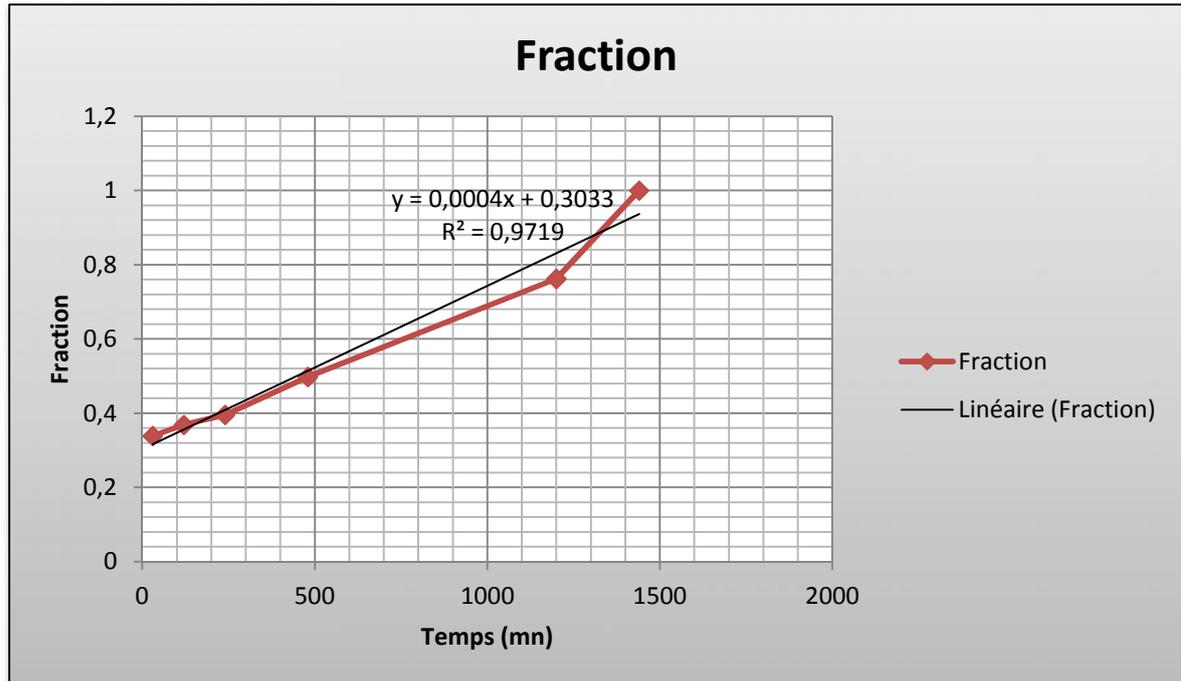


Figure V.15 : Variation de la fraction transformée en fonction du temps, pour les échantillons hypereutectés à 1050°C et revenus à 900°C

On remarque que les deux courbes d'évolution de la fraction transformée en fonction du temps sont comparables. Mais il y a également une petite différence entre elles. L'étude de la cinétique de précipitation des carbures par le calcul de la dureté est plus précise que la méthode d'analyse d'image. Parce que la taille des précipités n'est pas tellement visible à l'échelle du microscope optique. L'acier que nous avons étudié est un acier monophasé (austénite), donc la dureté calculée est la moyenne entre les duretés des phases. Donc cette méthode est une méthode indirecte pour étudier la cinétique de précipitation des carbures.

V.5 Etude de la variation de micro-dureté en fonction de taux de précipités

a) Revenu à 700 °C

Tableau V.9 : Résultats rassemblent la micro-dureté du grain et du joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 700 °C

Taux (%)	1,205	2,634	4,841	8,366	12,003
micro-dureté du grain (Hv)	272,8	322,8	301,9	324,7	335,6
micro-dureté de joint de grain (Hv)	291,3	490,3	492,3	383,9	391,8

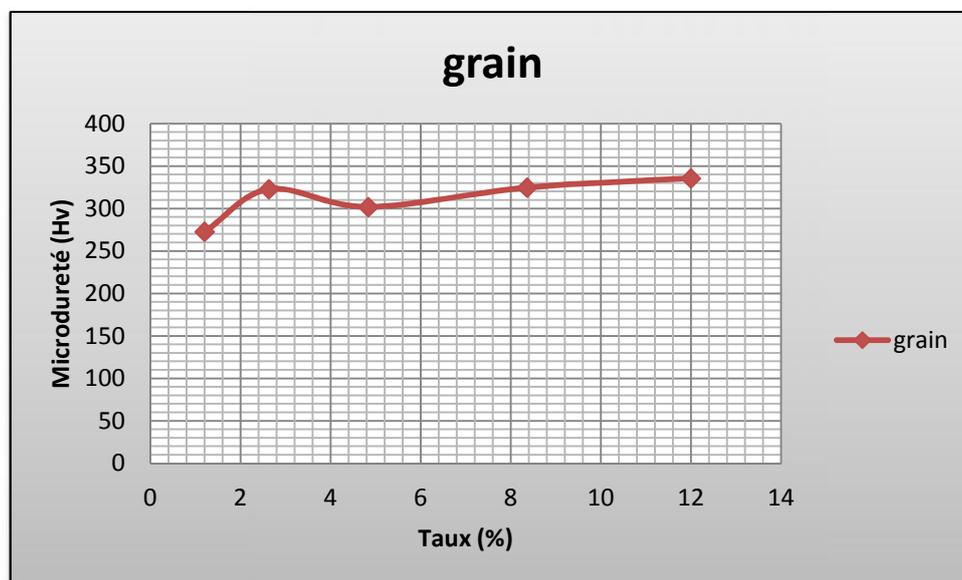


Figure V.16 : Evolution de la micro-dureté de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 700 °C

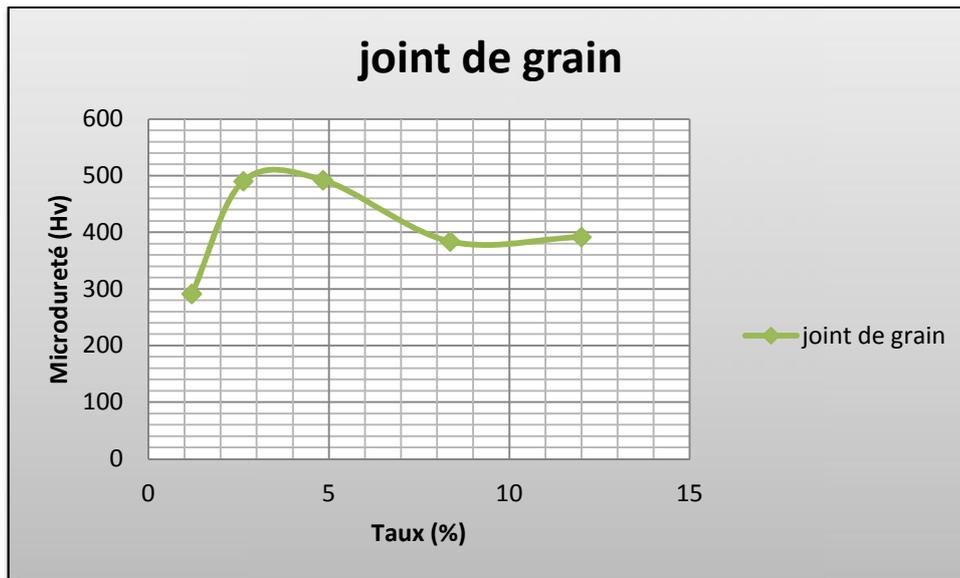


Figure V.17 : Evolution de la micro-dureté de joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 700 °C

b) Revenu à 900 °C

Tableau V.10 : Résultats rassemblent la micro-dureté du grain et du joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 900 °C

Taux	5,334	5,804	6,231	7,841	12,002	15,746
Grain	294,1	315,2	316,1	318,3	329,1	334,9
Joint de grain	320	329,4	333,7	352	392,6	397,5

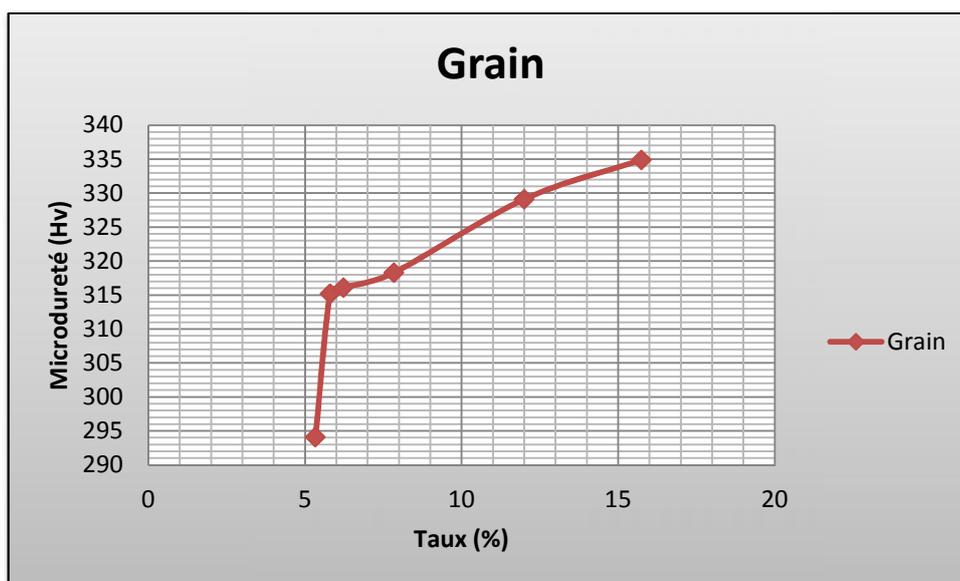


Figure V.18 : Evolution de la micro-dureté de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 900 °C

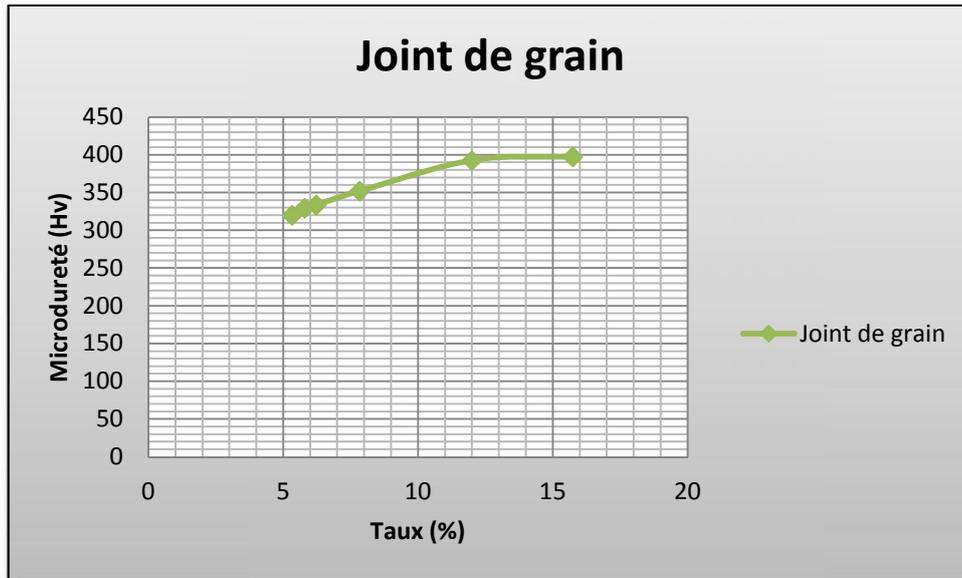


Figure V.19 : Evolution de la micro-dureté de joint de grain en fonction de taux de précipitation pour un revenu à 900 °C

On observe que la micro-dureté de l'acier augmente avec l'augmentation du taux de la précipitation ce qui veut dire que les carbures ont une influence directe sur l'état microstructural de l'acier inoxydable austénitique 304L. On observe aussi que la micro-dureté est plus élevée au niveau des joints des grains qu'aux grains, ce que signifie que les carbures précipitent préférentiellement dans les joints de grain, ensuite dans les grains.

CONCLUSION

CONCLUSION GÉNÉRALE

Nous présentons au terme de cette étude l'ensemble de nos constatations :

Le traitement d'hypertrempe à 1050° de l'acier inoxydable austénitique permet de donner une structure austénitique homogène sans précipités.

Après les traitements de vieillissement à 200°C on a trouvé que le taux des précipités est négligeable, ce que signifie que les précipités n'apparaissent pas aux basses températures

Dans l'intervalle 600 à 900 °C on a trouvé que le taux de la précipitation augmente avec l'augmentation du temps de maintien

On a trouvé que la micro-dureté de l'acier augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement ce qui veut dire que la précipitation des carbures provoque une fragilisation du matériau.

Dans notre cas, l'étude de la cinétique de précipitation des carbures par la méthode de caractérisation mécanique donne des résultats plus précis que la méthode de la métallurgie quantitative, parce qu'on ne peut être sûr que le logiciel a calculé que les précipités et pas d'autres phases ; malgré que, la caractérisation mécanique est une méthode indirecte, mais d'après le calcul de la micro-dureté moyenne, on peut avoir des résultats acceptables.

Les méthodes de caractérisation mécanique et par métallurgie quantitative donnent des résultats acceptables mais ne sont pas précis. On peut avoir des résultats plus précis si on utilise d'autres méthodes de caractérisation, comme par exemple la microscopie électronique à balayage ou diffraction des rayons X, qui permettent de donner des résultats plus proches de la réalité.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **P.J.CUNAT.** « *Aciers inoxydables, critères de choix et structure* ». Techniques de l'ingénieur. M4540.Traité des Matériaux 2003.
- [2] **J.SEDRIKS.** “*Corrosion of stainless steels*”. John Wiley and sons, Inc. 1979.
- [3] **Guy. DAVID.** « *Les aciers inoxydables* ». Techniques et documentations Lavoisier, les éditions de physique, 1990.
- [4] **J.BARRALIS, G.MADER.** « *Précis de Métallurgie, élaboration, structures-propriétés et normalisation* ».
- [5] **Michel COLOMBIE et Coll.** « *Matériaux métallique* ». 2eme édition, 2008.
- [6] **Michel COLOMBIE et Coll.** « *Matériaux métallique* ». DUNOD. Paris 2000.
- [7] **J.VARIOT.** « *Les aciers inoxydables austénitiques et la fabrication d'appareils en aciers austénitiques* », METAUX Corrosion-Industrie, 20 Novembre 1984.
- [8] **LAZAZI Khawla.** « *etudes de comportement de fatigue thermique d'une soudure en acier inoxydable austénitique de nuance AISI 304* », Mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, Alger. Janvier 2008.
- [9] **BERGUIGA Talha.** « *Caractérisation microstructurale d'une soudure en acier inoxydable austénitique 304L effet d'une deuxième passe laminage* ». Mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, Alger. Juin 2004.
- [10] **DUPEUX Michel.** « *Aide mémoire sciences des matériaux* », édition DUNOD, 2005.
- [11] **BOUABDELLAH Abdelhakim.** « *Etude de la restauration et de la recristallisation d'un acier inoxydable austénitique (316L) déformé par laminage* », Mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, Alger. Juin 2001.
- [12] **P.LACOMBE, B.BAROUX, G.BERANGER.** « *Les aciers inoxydables, les éditions de physique* », 1990.
- [13] **Rhône-Alpes.** « *La lettre de l'agence pour la maîtrise des matériaux* ». Numéro 4-octobre/décembre2002.
- [14] **Madeleine Durand-charre.** « *La microstructure des aciers et des fontes* ». Institut National Polytechnique de Grenoble.2003.
- [15] **De NOVION. C-H, LESUEUR. D,** « *L'état métallique : Propriétés atomiques* », Techniques de L'Ingénieur, M35.pdf (2000)
- [16] **BARRALIS J, MAEDER G,** « *Précis de Métallurgie* »—AFNOR/NATHAN (2005)

BIBLIOGRAPHIE

- [17] **PHYLIBERT. J, VIGNES. A, BRECHET. Y, COMBRADE. P.** « *Métallurgie : Du Minerais Au Matériau* », Edition MASSON (1998)
- [18] **PADILHA A. F, RIOS. P. R,** “*Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels*”, ISIJ International, Vol. 42 (2002), No. 4, pp. 325–337
- [19] **MOURA. V, ALINE YAE KINA , SERGIO SOUTO MAIOR TAVARES, LIMA L. D, FERNANDO B. MAINIER,** “*Influence of stabilization heat treatments on microstructure, hardness and intergranular corrosion resistance of the AISI 321 stainless steel*”, J Mater Science (2008) 43, pp.536–540
- [20] **KLIMENKO. M, RIETH .M, MOSLANG. A,** formation and growth of complex. “*Precipitates In 316L Austenitic Steel During Long-term Annealing Experiments*”, J Mater Science (2008) 43, pp. 2541–2549
- [21] **TERADA. M, ESCRIBA. D.M, COSTA. I, MATERNA-MORRIS. E, PADILHA. A.F,** “*Investigation on the intergranular corrosion resistance of the AISI 316L(N) stainless steel after long time creep testing at 600 °C*”, Materials Characterization No 59 (2008), pp. 663– 668
- [22] **HACHEMI Hania.** « *Etude de l'influence du milieu sur le comportement électrochimique de l'acier inoxydable AISI 316L* », Mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, Alger. Juin 2009.
- [23] **JANOVEC. J ET AL,** “*PHASES IN AUSTENITIC STAINLESS STEELS*”, MATERIAL IN TECHNOLOGIC 37 (2003)
- [24] **SASSOULAS Hervé.** « *Traitements thermiques des aciers inoxydables* ». Techniques de l'ingénieur. M 1155. Traité Matériaux métalliques (1997).
- [25] **G. HENRY, Ph. MAITREPIERRE, B. MICHAUT et B. THOMAS.** « *CINÉTIQUE ET MORPHOLOGIE DE LA PRÉCIPITATION INTERGRANULAIRE DE BOROCARBURES $M_{23}(B,C)_6$ DANS LES ACIERS* ». JOURNAL DE PHYSIQUE Colloque C4, supplément au n° 10, Tome 36, p C4-245, Octobre 1975.