

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



DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

**Projet Fin d'Études pour l'obtention du Diplôme
d'Ingénieur d'État en Métallurgie**

**ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES ACIERS
INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES EN FONCTION DU
TAUX DE DÉFORMATION**

Proposé et encadré par :

Pr. M. CHITROUB

Réalisé par :

Mr. GRINE Mohamed

Promotion Juin 2012

ENP 10, Hacen-Badi, El-Harrach, 16200 Alger
Tel: 021.52.53.01-03, Fax: 021.52.29.73 www.enp.edu.dz

ملخص

يهدف هذا العمل إلى إجراء عملية درفلة على البارد لثلاث أنواع من الفولاذ عديم الأكسدة من فئة الأوستنيتية بهدف التمييز المجهري الذي يسمح لنا بشرح اختلاف الصلابة من عينة إلى أخرى.
كلمات مفتاحية: درفلة ، الأوستنيتية، تلميد بنويي، الصلابة المجهرية.

Résumé

Le but de ce travail est d'étudier l'évolution des microstructures et de la dureté de trois nuances d'aciers inoxydables austénitiques (304L, 310 et 316L) en fonction du taux de déformation appliqué par le laminage à froid. L'étude de l'évolution des microstructures a été faite par l'intermédiaire des estimations de la taille moyenne des grains à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images "Image j". Les résultats obtenus ont montré qu'il faut encore pousser nos investigations (réalisation des essais de traction), pour qu'on puisse conclure et choisir la nuance la plus adaptée du point de vue des propriétés mécaniques, en vue de l'utiliser comme paroi dans les réservoirs de stockage.

Mots clés : laminage, déformation, micro dureté, microstructure, taille des grains et acier inoxydable austénitique.

Abstract

The aim of this work is to study the evolution of microstructure and hardness of three grades of austenitic stainless steels (304L, 316L and 310) depending on the strain rate applied by cold rolling. The study of evolution of the microstructure was made through estimates of the average grain size using an image analysis software "Image j". The results obtained showed that we must still push our investigations (achieving tensile tests), so that we can find and choose the most suitable grade in terms of mechanical properties for use as wall in storage tanks.

Key words: rolling, deformation, hardness, microstructure, grain size and austenitic stainless steel.

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'étude.

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur M. CHITROUB, 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 A DAIMELLAH et Mr N. MESRATI pour m'avoir honoré d'être membre de mon jury de soutenance.

Je souhaiterais également remercier tous mes enseignants du département de métallurgie de l'ENP, 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 mon grand père.

A mes sœurs que j'aime très fort, et à qui je souhaite tout le bonheur et la réussite du monde,

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, où qu'ils soient,

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

M^{ED}

LISTE DES FIGURES

<i>Figure I. 1.</i> Diagramme Fe-Cr.....	3
<i>Figure I. 2.</i> Le détail de la boucle gamma.....	4
<i>Figure I. 3.</i> Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-nickel.....	5
<i>Figure I. 4.</i> Les ternaires Fe-Cr-C.....	6
<i>Figure I. 5.</i> L'influence du Ni sur la boucle γ	7
<i>Figure I. 6.</i> Section à 1000 °C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.	7
<i>Figure I. 7.</i> L'influence du C et du N sur la boucle γ	8
<i>Figure I. 8.</i> Structure des alliages Fe Cr Mn en fonction de la teneur en Ni.....	9
<i>Figure I. 9.</i> Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables.....	11
<i>Figure I. 10.</i> Diagramme des aciers inoxydables d'après Schaeffler.....	12
<i>Figure I. 11.</i> Diagramme de Delong.	12
<i>Figure III.1.</i> Schéma de la filière d'élaboration des aciers inoxydables.	24
<i>Figure III.2.</i> Différents procédés utilisés dans le monde pour l'affinage des aciers inoxydables.....	25
<i>Figure III.3.</i> Four électrique à arc.	26
<i>Figure III.4.</i> Enthalpie libre de formation des oxydes de chrome et de carbone.	26
<i>Figure III.5.</i> Coupe schématique d'un convertisseur AOD.	28
<i>Figure III.6.</i> Schéma d'une tuyère de convertisseur AOD.	28
<i>Figure III.7.</i> Coupe schématique d'une installation d'affinage sous vide VOD.	30
<i>Figure III.8</i> Évolution de la teneur en carbone du bain en fonction du temps suivant les procédés AOD et VOD pour un acier inoxydable de type X2CrNi18-9 / 1.4307.....	31

<i>Figure III.9.</i> Principes des machines de coulée continue.....	32
<i>Figure III.10.</i> Évolution de la structure ferrite perlitique brute de coulée lors d'un traitement de normalisation ou de recuit de pièces en aciers moulés non ou faiblement alliés.....	35
<i>Figure III.11.</i> Températures de normalisation de pièces en aciers moulés au carbone.....	36
<i>Figure III.12.</i> Coupes verticales du diagramme Fe-Cr-Ni, à fer constant et situation des diverses familles d'aciers inoxydables austénitiques et austéno ferritiques.	38
<i>Figure III.13.</i> Hypertrempe des aciers inoxydables austénitiques Moulés.....	39
<i>Figure III.14.</i> Effet de la température d'hypertrempe sur la mise en solution de la phase sigma dans une pièce en acier superausténitique GX2CrNiMoCuN20-18-6.....	39
<i>Figure IV.1.</i> Polisseuse utilisée.	48
<i>Figure IV.2.</i> Polisseuse de finition utilisée de type " MECAPOL P300 ".	48
<i>Figure IV.3.</i> Montage utilisé pour l'attaque électrolytique	50
<i>Figure IV.4.</i> Microstructure du 316L après l'attaque électrolytique.	50
<i>Figure IV.5.</i> Microstructure du 304L après l'attaque chimique	51
<i>Figure IV.6.</i> Microstructure du 304L après l'attaque électrolytique	51
<i>Figure IV.7.</i> Microstructure du 310 après l'attaque électrolytique	52
<i>Figure IV.8.</i> Schéma de principe de la structure du microscope sur l'aspect optique.....	53
<i>Figure IV.9.</i> Microscope optique" OLYMPUS BX51M "	54
<i>Figure IV.10.</i> Photographie de logiciel d'analyse d'image de travail "Archimed".....	54
<i>Figure IV.11.</i> Microduromètre utilisé de type " SHIMADZU HMV-M3 ".....	55
<i>Figure IV.12.</i> Dimensions de l'empreinte selon l'essai de la dureté Vickers.....	55
<i>Figure IV.13.</i> Une photo du laminoir électrique.	56

<i>Figure IV.14</i> microstructure d'acier inoxydable « image J », méthode de cercle	58
<i>Figure V.1.</i> Évolution de la microstructure de 304L en fonction du Taux de déformation, a) 0%, b) normalisée 0%, c) 10%, d) 20%, e) 40% et f) 60%.....	60
<i>Figure V.2.</i> L'évolution de la taille moyenne des grains avec le taux de déformation de 304L	60
<i>Figure V.3.</i> L'évolution de la dureté avec le taux de déformation dans 304L.....	61
<i>Figure V.4.</i> Évolution de la microstructure de 304L en fonction du taux de déformation, a) 0%, b) normalisée 0%, c) 20%, d) 30%, e) 40%.....	62
<i>Figure V.5.</i> L'évolution de la taille moyenne des grains avec le taux de déformation de 310	63
<i>Figure V.6.</i> L'évolution de la dureté avec le taux de déformation dans 310.....	64
<i>Figure V.7.</i> Évolution de la microstructure de 316L en fonction du Taux de déformation, a)0%, b) normalisée 0%,c) 20%,d) 30%,e) 50%,f) 60%.....	65
<i>Figure V.8.</i> L'évolution de la taille moyenne des grains avec le taux de déformation de 316L.....	66
<i>Figure V.9.</i> L'évolution de la dureté avec le taux de déformation dans 316L.....	66
<i>Figure V.10.</i> Comparaison de la taille moyenne des grains des trois aciers étudiés.....	67
<i>Figure V.11.</i> Comparaison de la dureté des trois aciers étudiés.....	68

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau I. 1.</i> Classification des aciers inoxydables ferritiques.....	13
<i>Tableau I. 2.</i> Principales propriétés mécaniques des aciers ferritiques.....	14
<i>Tableau I. 3.</i> Principales propriétés physiques des aciers ferritiques.....	14
<i>Tableau I. 4.</i> Classification des aciers inoxydables martensitiques	15
<i>Tableau I. 5.</i> Principales propriétés mécaniques des aciers martensitiques.....	15
<i>Tableau I. 6.</i> Principales propriétés physiques des aciers martensitiques.....	15
<i>Tableau I. 7.</i> Principales propriétés mécaniques des aciers austénitiques.	16
<i>Tableau I. 8.</i> Principales propriétés physiques des aciers austénitiques.	17
<hr/>	
<i>Tableau II. 1.</i> Exemples de nuances d'aciers austénitiques.....	19
<i>Tableau II. 2.</i> La composition chimique du 304L d'après ASTM.....	20
<i>Tableau II. 3.</i> Les propriétés mécaniques du 304L à température ambiante d'après ASTM.....	20
<i>Tableau II. 4.</i> La composition chimique du 316L d'après ASTM.....	20
<i>Tableau II. 5.</i> La composition chimique du 310 d'après ASTM.....	21
<i>Tableau II. 6.</i> Les propriétés mécaniques du 310 à température ambiante d'après ASTM	22
<hr/>	
<i>Tableau IV. 1.</i> La composition chimique du 304L d'après ASTM	44
<i>Tableau IV. 2.</i> Les propriétés mécaniques du 304L à température ambiante d'après ASTM.....	44
<i>Tableau IV. 3.</i> La composition chimique du 310 d'après ASTM	45
<i>Tableau IV. 4.</i> La composition chimique de l'acier AISI 316L (Z3 CND 17-12-02).	45
<i>Tableau IV. 5.</i> Le temps de maintien pour chaque échantillon.	46
<i>Tableau IV. 6.</i> pour les aciers 304L, 310 d'épaisseur 2 mm.	57
<i>Tableau IV. 7.</i> taux de déformation pour les aciers 304L, 316L d'épaisseur 1 mm.	57

SOMMAIRE

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
CHAPITRE I : LES ACIERS INOXYDABLES	
Historique.....	2
I.1. Introduction	2
I.2. Système fer chrome et ses dérivés.....	3
I.2.1. Système Fe-Cr.....	3
I.2.2. Système Fe-Ni.....	4
I.2.3. Système Fe-Cr-C.....	5
I.2.4. Système Fe-Cr-Ni.....	6
I.2.5. Système Fe-Cr-Ni-M.....	8
I.3. Influence des éléments d'alliages.....	8
I.4. Diagrammes de corrélation des différents éléments.....	10
I.4.1. Le diagramme de Pryce et Andrews (Figure I.9).....	10
I.4.2. Le diagramme de Schaeffler (Figure I.10).....	11
I.4.3. Le diagramme de De Long (Figure I.11).....	12
I.5. Les principales familles d'aciers inoxydables.....	13
I.5.1. Les Aciers inoxydables ferritiques.....	13
a. Propriétés mécaniques	14
b. Propriétés physiques	14
I.5.2. Les aciers inoxydables martensitiques.....	14
a. Propriétés mécaniques	15

b. Propriétés physiques	15
I.5.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).....	16
I.5.4. Les aciers inoxydables austénitiques.....	16
a. Propriétés mécaniques	16
b. Propriétés physiques	17

CHAPITRE II : LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUE

II. Les aciers inoxydables austénitiques.....	18
II.1. Introduction	18
II.2. Principaux types des aciers inoxydables austénitiques.....	18
II.3. Les aciers inoxydables austénitiques au nickel.....	19
II.3.1. L'acier inoxydable austénitique 304L.....	20
II.3.2. L'acier inoxydable austénitique 316L.....	20
II.3.3. L'acier inoxydable austénitique 310.....	21
II.4. Domaines d'utilisation des aciers inoxydables.....	22
II.4.1. Domaines d'application liés aux propriétés utilisées.....	22
II.4.2. Applications particulières liées à la structure austénitique.....	22

CHAPITRE III : FABRICATION, DÉFORMATION ET TRAITEMENT

III.1. Fabrication	24
III.1.1. Elaboration.....	24
III.1.1.1. Elaboration au four à arc (FEA).....	25
III.1.1.2. Procédés d'affinage sous pression réduite.....	27
III.1.1.3. Coulée continue.....	31
III.2. Laminage.....	32

Introduction.....	32
III.2.1. Laminage à chaud.....	32
III.2.2. Laminage à froid.....	33
III.3.Traitement thermique.....	33
III.3.1. Principaux types de traitements thermiques.....	33
III.3.2. traitement thermique de normalisation.....	34
III.3.3. traitement thermique de Hypertrempe.....	36
III.3.4. Traitement thermique de recuit.....	40
III.4. Traitements de finition.....	42
III.4.1. Décapage.....	42
III.4.2. Passivation.....	42
III.4.3. Décontamination.....	43
 CHAPITRE IV : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES	
IV. 1. Introduction.....	44
IV. 2. Présentation des matériaux utilisés.....	44
IV.2.1 Acier inoxydable austénitique 304L.....	44
IV.2.2 Acier inoxydable austénitique 310.....	44
IV.2.3 Acier inoxydable austénitique 316L.....	45
IV.3.Traitement de normalisation.....	46
IV.4.Enrobage à froid.....	46
IV.5. Observation microscopique.....	47
VI. 5.1. Polissage.....	47
IV. 5. 1. 1. Pré - polissage.....	47

IV. 5. 2. Ultra - sons : « META-SON »	48
IV. 5. 3. Attaque chimique.....	48
IV.5.4 L'attaque électrolytique :	49
IV.6. Structure référentielle	50
IV. 7. Examen au microscope optique.....	53
IV. 7. 1. Principe de fonctionnement.....	53
IV. 7.2. Diaphragmes et pupilles	53
IV. 8. La dureté	55
IV.9. Mode opératoire.....	56
IV.9.1 Laminage	56
IV .10. Traitement d'image	58

CHAPITRE V : RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

V. Résultats et Interprétations.....	60
V.1. L'acier inoxydable austénitique 304L.....	60
V.1.1 Evolution structurale	60
V.1.2 Evolution de la taille moyenne des grains	61
V.1.3 Evolution de la dureté	62
V.2 L'acier inoxydable austénitique 310.....	62
V.2.1 Evolution structurale	62
V.2.2 Evolution de la taille moyenne des grains	64
V.2.3 Evolution de la dureté.....	64
V.3 L'acier inoxydable austénitique 316L.....	65
V.3.1 Evolution structurale	65

V.3.2 Evolution de la taille moyenne des grains	66
V.3.3 Evolution de la dureté.....	67
V.4 Interprétations.....	68
CONCLUSION GÉNÉRALE	70
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	

INTRODUCTION GÉNÉRALE

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 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 304 L, 316L et 310 sont considérés comme les aciers inoxydables les plus utilisés.

Ce travail s'inscrit justement dans le cadre de la recherche d'un acier adéquat, qui remplit les conditions requises (ductilité, haute limite élastique soudabilité, résistance à la corrosion, etc.) pour son utilisation dans l'industrie des réservoirs de stockage de produit chimique. On s'intéresse plus particulièrement à étudier l'influence de la déformation résiduelle sur la microstructure et la dureté des aciers inoxydables austénitiques.

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 la déformation par laminage ou par traction des aciers inoxydables austénitiques et les traitements thermiques appliqués sur ces aciers.

La deuxième partie est consacrée aux techniques expérimentales utilisée.

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.

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 alphagène. 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 particulièrement 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.

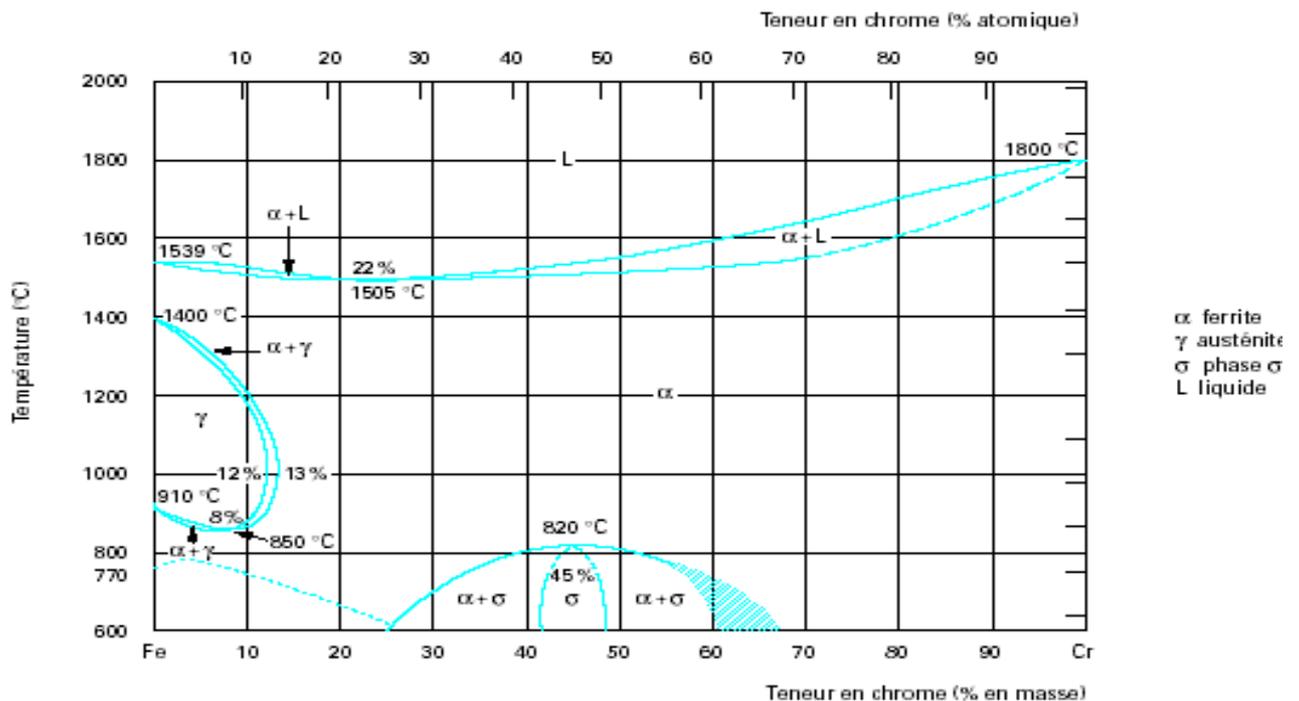
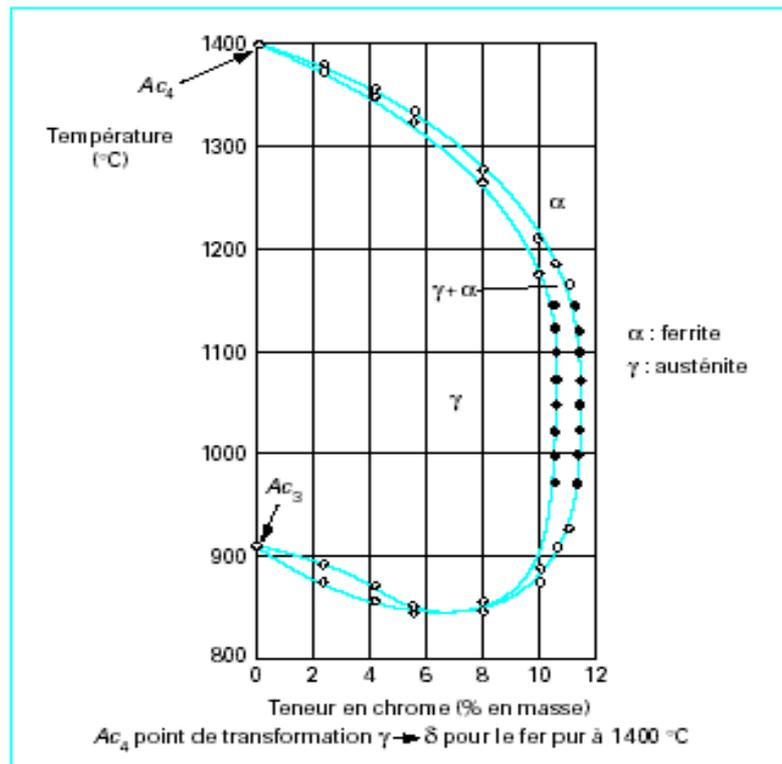


Figure I.1. Diagramme Fe-Cr [1].

Le détail de la boucle γ figure I.2, montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation $\alpha \longrightarrow \gamma$ 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 γ et α coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\gamma + \alpha$.

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 γ , 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].

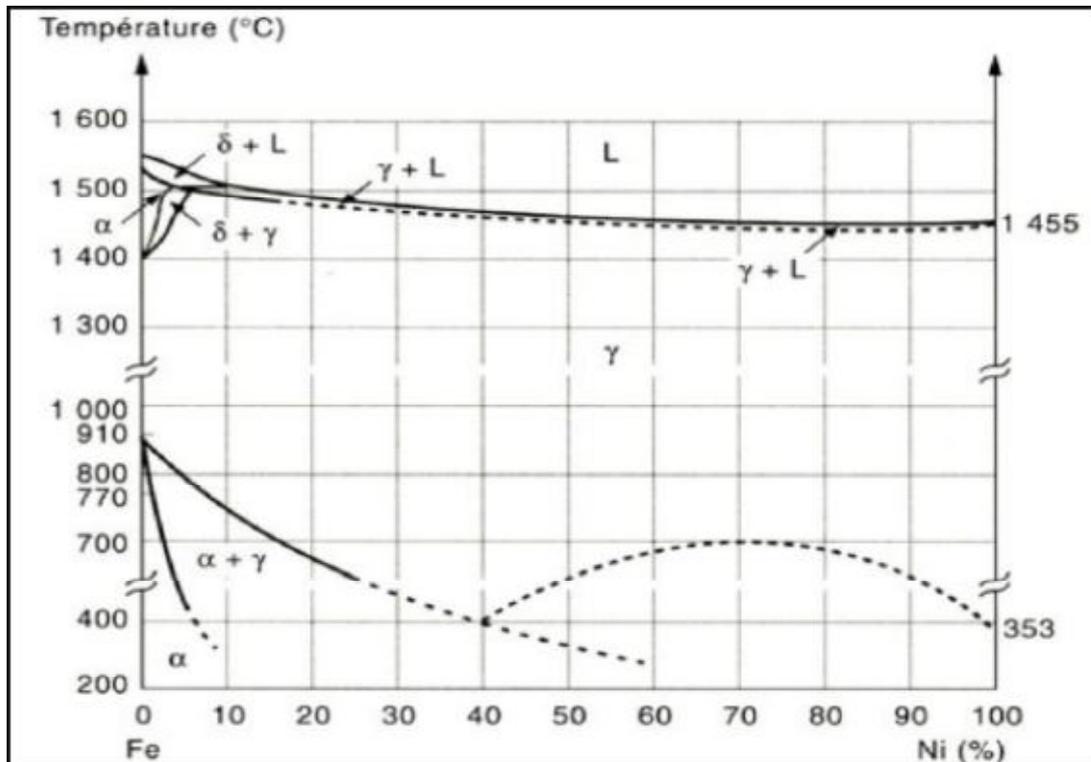


Figure I.3. Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-nickel [11].

I.2.3. Système Fe-Cr-C

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 α -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].

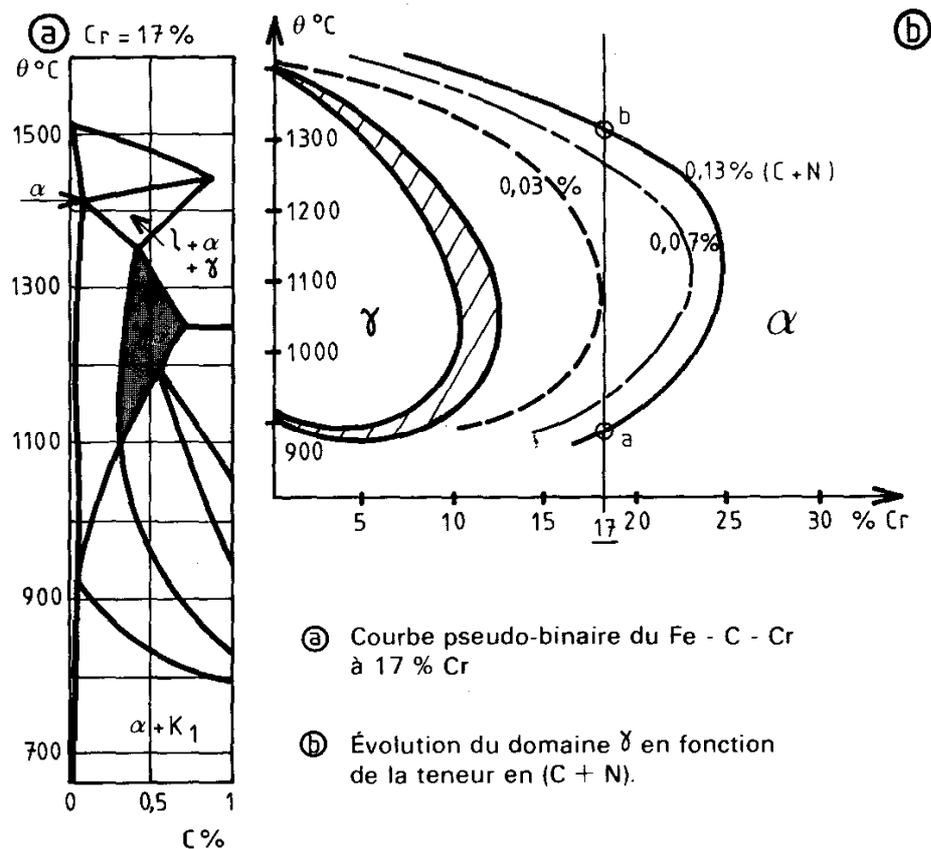


Figure I.4. Les ternaires Fe-Cr-C [8].

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].

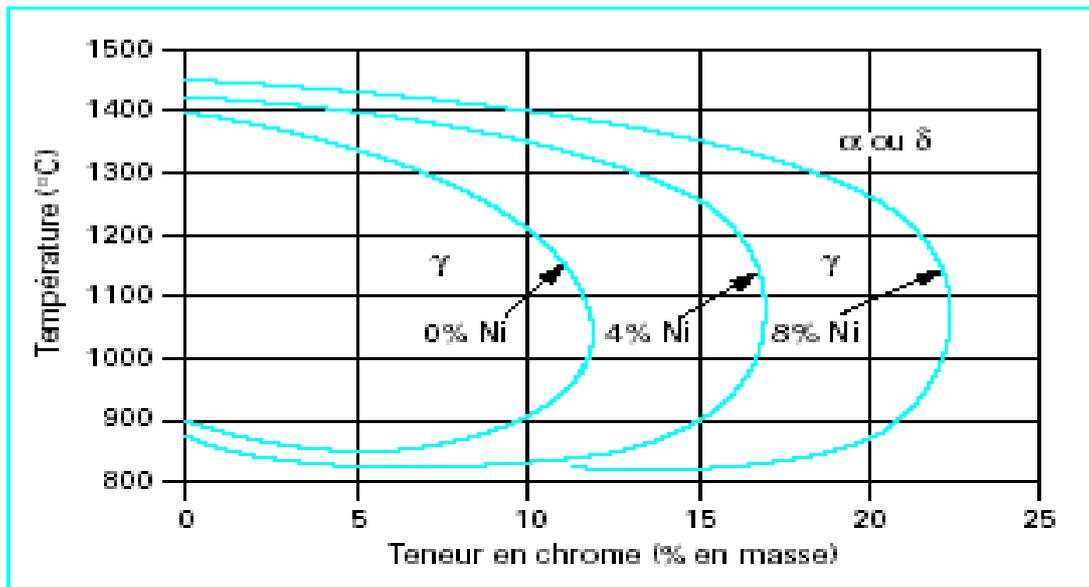


Figure I.5. L'influence du Ni sur la boucle γ [1].

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

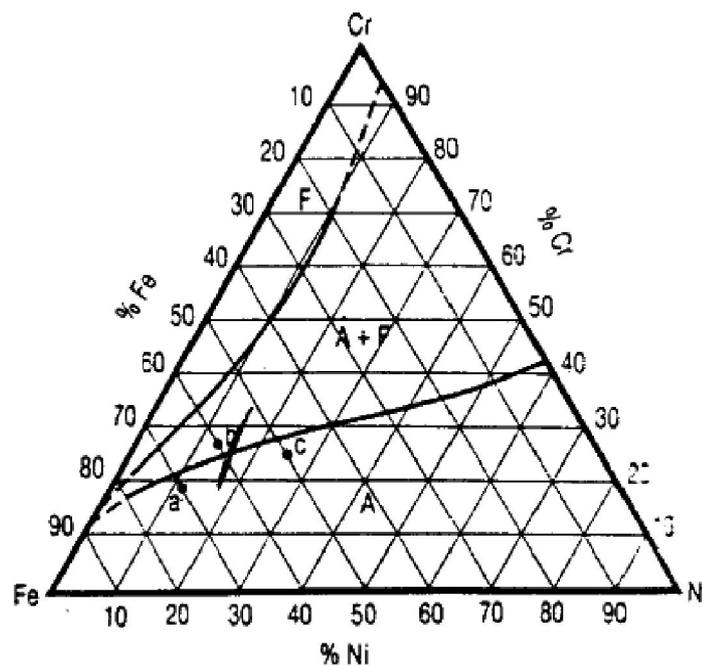


Figure I.6. Section à 1000 °C (isotherme) du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [8].

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 $Cr_{23}C_6$ 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].

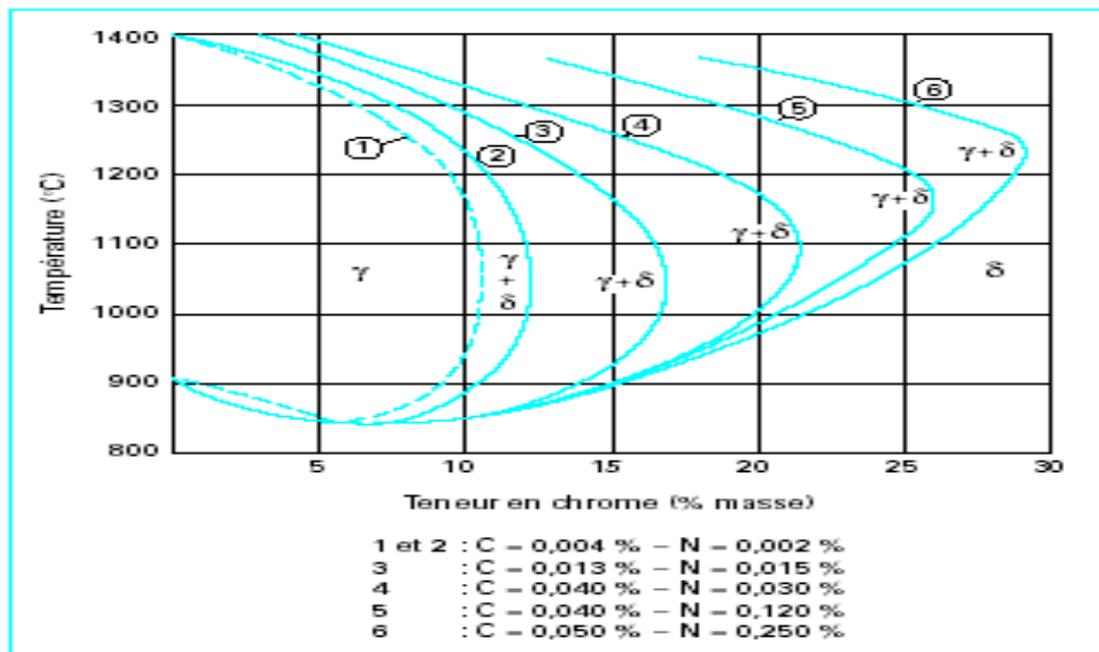


Figure I.7. L'influence du carbone et l'azote sur la boucle γ [1].

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 œuvre 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.

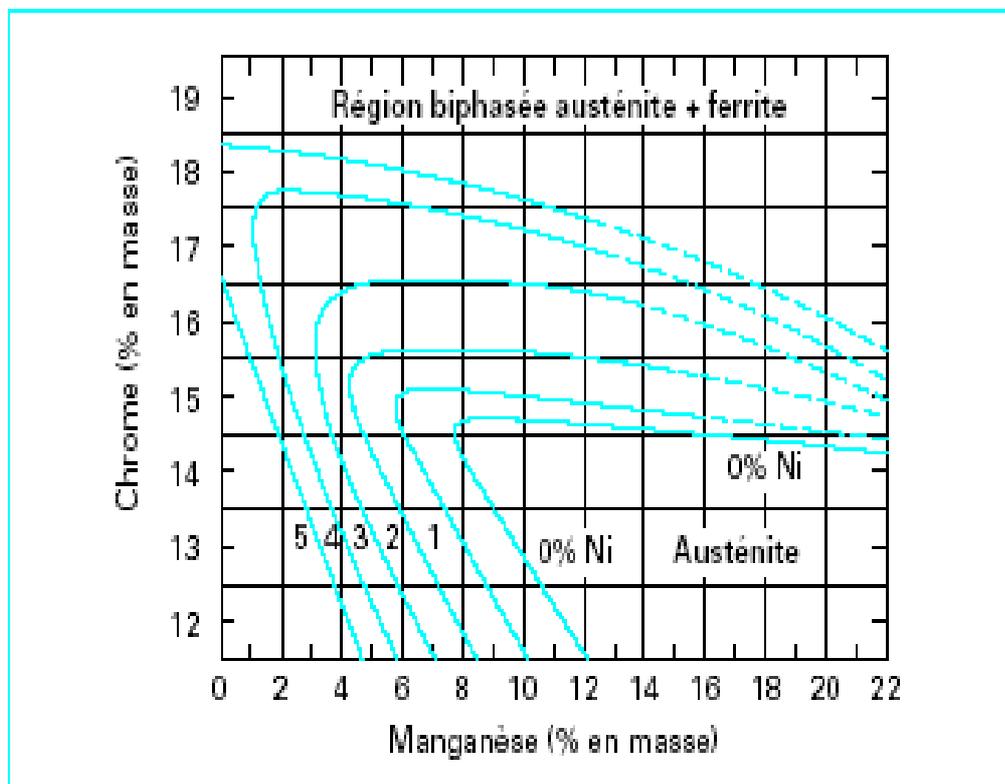


Figure I.8. Structure des alliages Fe Cr Mn en fonction de la teneur en Ni [1].

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 α -gènes) et d'équivalent nickel Ni* (pour les principaux éléments γ -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) [8].
- Prévoir les structures d'équilibre à 1100 °C [8].

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

$$\text{Cr eq} = \% \text{ Cr} + 3 (\% \text{ Si}) + \% \text{ Mo} ;$$

$$\text{Ni eq} = \% \text{ Ni} + 0,5 (\% \text{ Mn}) + 21 (\% \text{ C}) + 11,5 (\% \text{ N}).$$

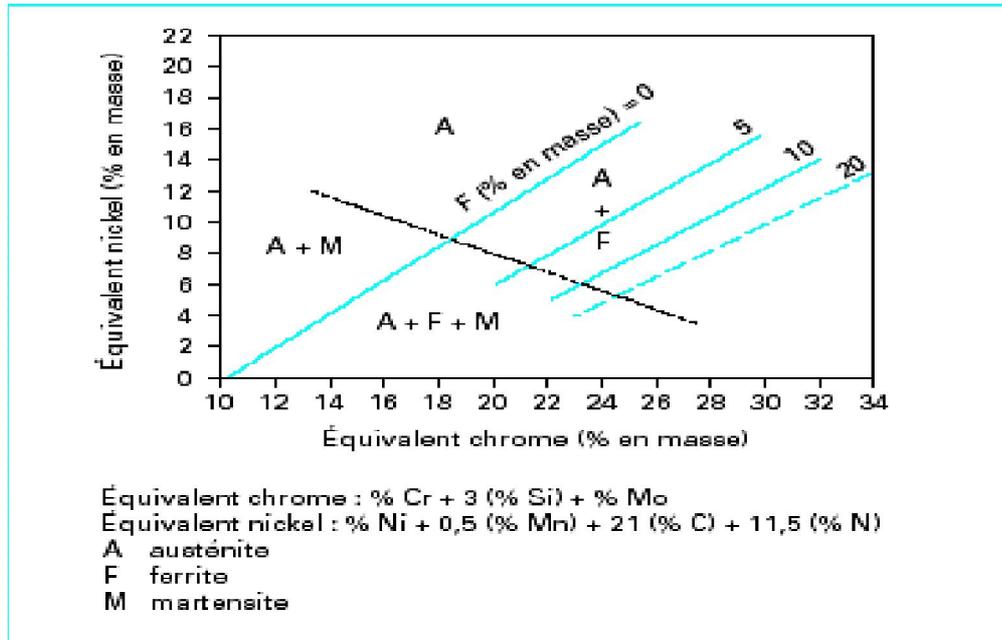


Figure I.9. Diagramme de Pryce et Andrews donnant la Structure des aciers inoxydables [1].

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] :

$$\text{Cr eq} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 (\% \text{ Si}) + 0,5 (\% \text{ Nb}) ;$$

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

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].

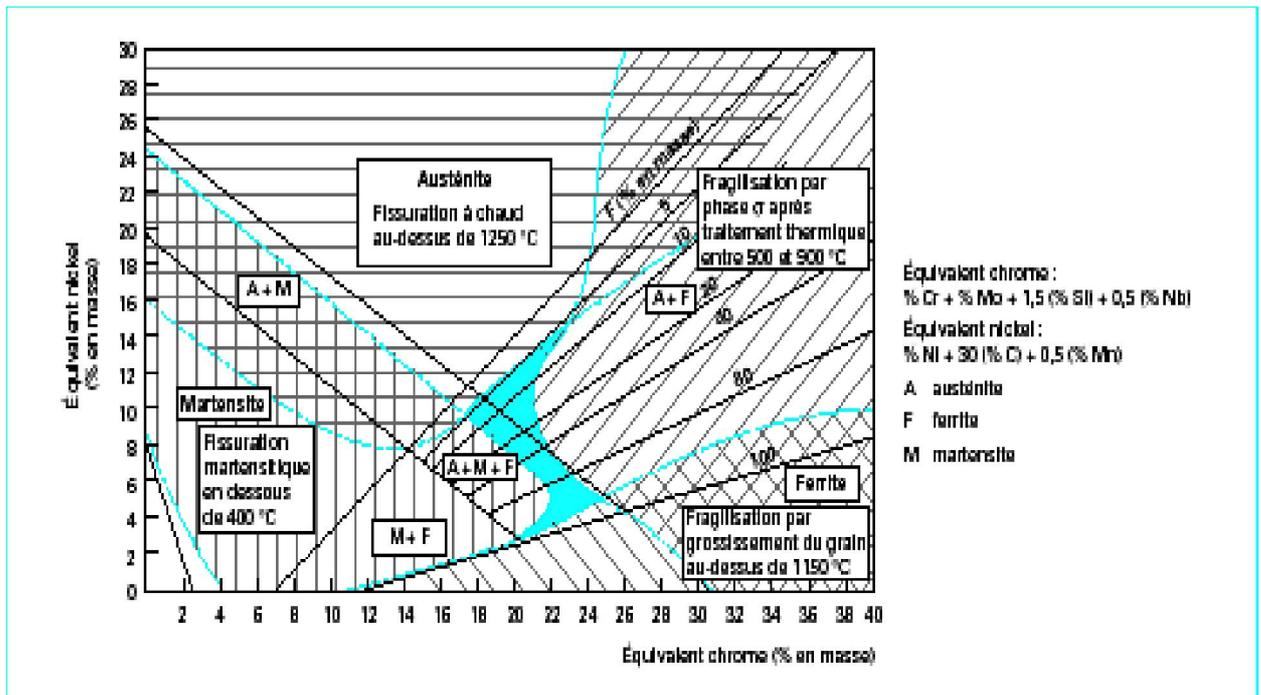


Figure I.10. Diagramme des aciers inoxydables d'après Schaeffler [1].

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] :

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

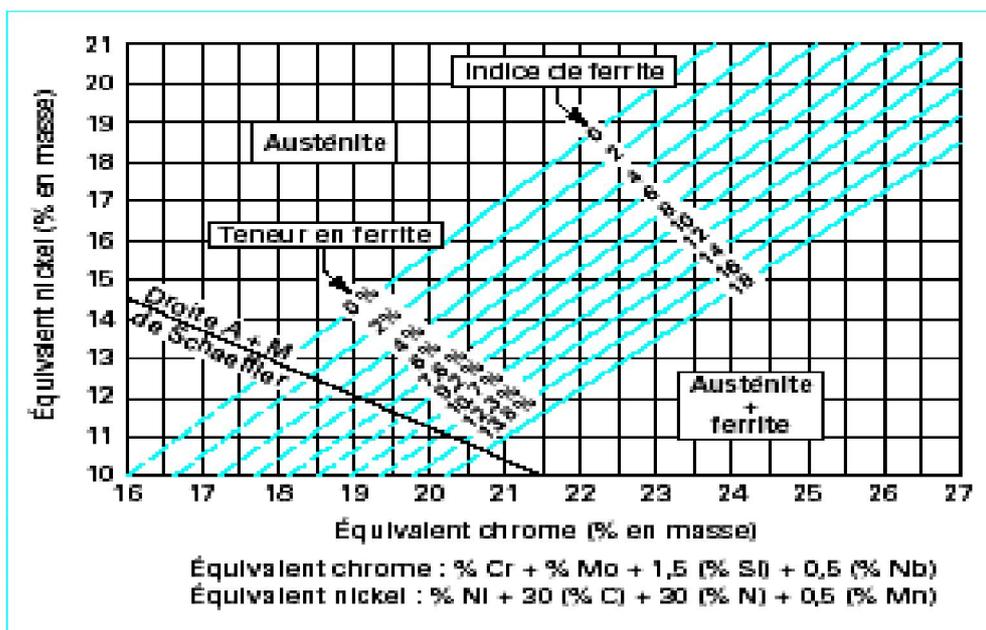


Figure I.11. Diagramme de De Long [1].

I.5. 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.5.1. 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 $\alpha \leftrightarrow \gamma$, 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 1.2** Principales propriétés mécaniques des aciers ferritiques [1].

Structure	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (N / mm ²)	Résistance à la rupture R_m (N / mm ²)	Allongement à rupture A (%)
Ferritiques	370	500	26

b. Propriétés physiques :**Tableau 1.3** Principales propriétés physiques des aciers ferritiques [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.Ω.m)
7.7	220 000	10	460	0.6

I.5.2. 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 œuvre 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 1.4 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 1.5 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	$R_{p0.2} > 280$	$450 < R_m < 800$	$A(\%) > 12$
	Trempé	$R_{p0.2} > 850$	$950 < R_m < 2000$	$A(\%) > 5$

b. Propriétés physiques :

Tableau 1.6 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 ($\mu\Omega.m$)
7.7	215000	10.5	460	0.55

I.5.3. 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 α - γ pour des compositions du même ordre. La phase γ reste métastable pour les mêmes raisons, la phase α est inchangée. On obtient donc une structure mixte ($\alpha + \gamma$) 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.5.4. 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 1.7 Principales propriétés mécaniques des aciers austénitiques [1].

Structure	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (N / mm ²)	Résistance à la rupture R_m (N / mm ²)	Allongement à rupture A (%)
Austénitique	270	620	56

b. Propriétés physiques :***Tableau 1.8*** 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.Ω.m)
7.9	220 000	16,0	500	0.73

Chapitre

II

*LES ACIERS
INOXYDABLES
AUSTÉNITIQUES*

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. Principaux types des 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	

II.3.1. 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 [22].

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P
% mini	-	-	-	8,00	18,00	-	-	-	-	-
% maxi	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 [22].

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

II.3.2. L'acier inoxydable austénitique 316L

316L ou ASTM F139 est la norme américaine. Cet acier contient moins de 0,03% de carbone. Sa teneur en fer varie entre 60 et 65%. Ses principaux éléments d'alliage sont le chrome, le nickel, le molybdène et le manganèse. La composition chimique exacte est donnée dans le Tableau II.4.

Tableau II.4. La composition chimique du 316L d'après ASTM [4].

Elément	Fe	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	N	P	Si	S
Composition chimique	60	Max	17	12	2	Max	Max	Max	Max	Max	Max
(%massique)	-	0,03	-	-	-	2	0,5	0,1	0,025	0,75	0,01
	65		19	14	3						

Les éléments d'alliage influent sur la microstructure et la surface du métal. La fonction principale du chrome est de permettre le développement d'un acier résistant à la corrosion en formant un oxyde extérieur fortement adhérent (Cr_2O_3). Cependant, le souci est que le chrome tend à stabiliser la phase de ferrite (cubique centré, CC). Le molybdène et le silicium sont également des stabilisateurs de ferrite. Pour se débarrasser de cette tendance à former la ferrite, du nickel est ajoutée pour stabiliser la phase austénitique.

Le motif le plus important du choix de l'acier à bas carbone se relie à la corrosion. Si la teneur en carbone de l'acier excède de manière significative 0,03%, il y a un danger élevé de la formation de carbures comme Cr_{23}C_6 . Ceux-ci tendent à précipiter aux joints de grains quand la concentration en carbone et l'histoire thermique ont été favorables à la cinétique de la croissance de carbures. Alternativement, cette précipitation de carbure épuise les régions limitrophes de joints de grains du chrome, qui a l'effet de diminuer la formation de la base de l'oxyde de chrome protecteur Cr_2O_3 . Les aciers dans lesquels de tels carbures ont été formés s'appellent "sensibilisés" et deviennent sensibles aux ruptures aidées par la corrosion qui commencent aux joints de grains (affaiblies) sensibilisées [4].

Les applications de l'acier 316L sont très nombreuses. Sa biocompatibilité permet une utilisation soit comme implant (prothèse de hanche), soit en contact direct avec le corps humain (montre, piercing, etc.).

Son excellente tenue au froid permet une utilisation à des très basses températures (conduites pour l'hélium liquide), sa résistance à l'oxydation lui autorise des applications dans les domaines mécaniques (pompes, ...).

Une nouvelle norme européenne parue sur le Journal Officiel Français N° 165 du 19 Juillet 2000 limite l'utilisation de produits contenant plus de 0,05% en masse de nickel. Il devient par conséquent nécessaire de revêtir les aciers 316L pour limiter l'échange de nickel avec le corps humain [5].

II.3.3. L'acier inoxydable austénitique 310

La composition chimique et les propriétés mécaniques de cette nuance selon ASTM sont données respectivement dans les tableaux II.5 et II.6.

Tableau II.5. La composition chimique du 310 d'après ASTM [23].

	C	SI	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P
% mini				19,00	24,00	/	/			
% maxi	≤0,08	≤0,75	≤2,00	21,00	26,00	/	/	0,100	0,015	0,035

Tableau II.6. Les propriétés mécaniques du 310 à température ambiante d'après ASTM [23]

	limite d'élasticité (N /mm ²)		Résistance à la traction(N /mm ²)	Allongement après rupture		dureté
	Rp0 ,2%	Rp1%	Rm	A5	50mm	HRB
mini	205	/	515 ,700	40	/	200
maxi						

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].

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].

A magnétisme

Sous réserve d'équilibrer leur composition pour éviter la présence de phase α , à l'inverse de la plupart des autres aciers, ces produits sont amagnétiques. Cela explique des applications très diverses, en particulier pour de nombreux appareils scientifiques [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

*FABRICATION,
DÉFORMATION
ET TRAITEMENT*

III.1. Fabrication

III.1.1. Élaboration

La filière d'élaboration des aciers inoxydables comprend trois étapes essentielles, schématiquement représentées à la figure III.1 [17]:

- fusion de la charge dans un four électrique à arc à revêtement réfractaire basique ;
- affinage sous pression réduite ;
- la coulée généralement sous la forme d'une coulée continue et exceptionnellement sous la forme d'une coulée en lingots.

Ce schéma, même s'il est simplifié, montre qu'il existe plusieurs voies d'affinage possibles pour obtenir sensiblement le même résultat. De plus, toutes ne sont pas utilisées avec la même fréquence. Comme l'illustre la figure III.2, c'est le procédé AOD (Argon Oxygen Decarburization) qui, avec un taux d'utilisation de 70 % de la capacité mondiale, domine les autres procédés. Pour obtenir des alliages à très basse teneur en carbone (de l'ordre de 0,005%C), la combinaison associant un convertisseur et un affinage VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) constitue une filière intéressante et, de ce fait, arrive en seconde position avec un taux d'utilisation de 18 % alors que le VOD seul ne représente que 7 % [17].

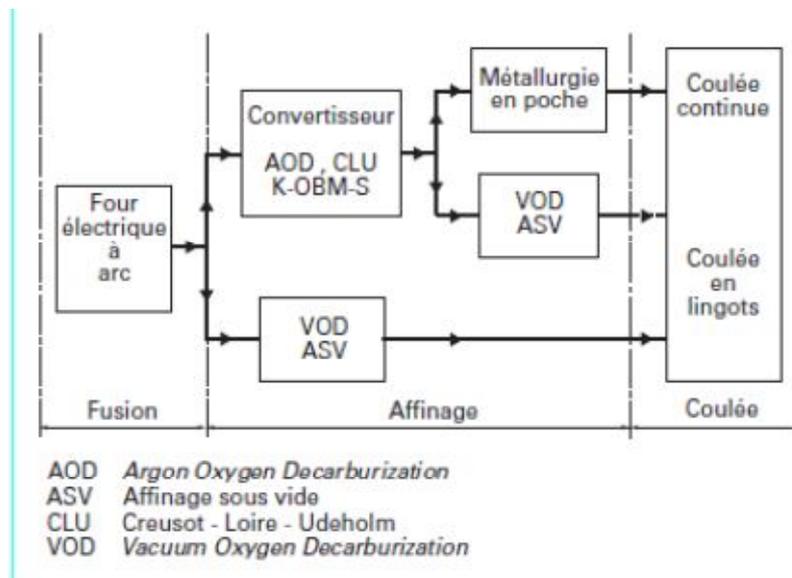


Figure III.1. Schéma de la filière d'élaboration des aciers inoxydables [17].

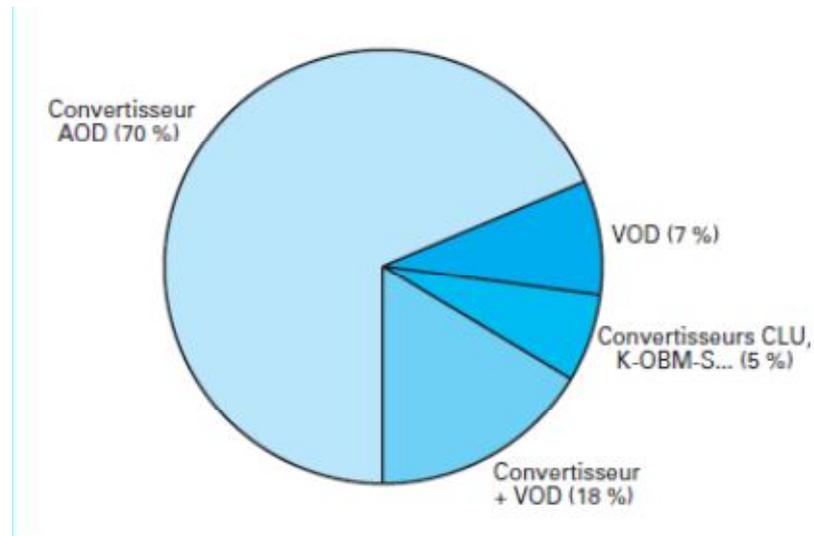


Figure III.2. Différents procédés utilisés dans le monde pour l'affinage des aciers inoxydables [17].

III.1.1.1 Élaboration au four à arc (FEA)

L'élaboration des aciers inoxydables s'effectue principalement par fusion dans un four électrique à arc à revêtement réfractaire basique figure III.3.

La charge introduite dans le four est constituée par des ferrailles, des chutes d'acier inoxydable triées en fonction de leur composition chimique, des ferroalliages (ferrochrome, ferromanganèse, ferrosilicium) et des métaux purs.

La capacité d'un four électrique moderne est de l'ordre de 100 t de métal liquide. L'alimentation électrique des trois électrodes en carbone, dont le diamètre est d'environ 600 mm, est assurée par un transformateur triphasé de 100 MVA [16].

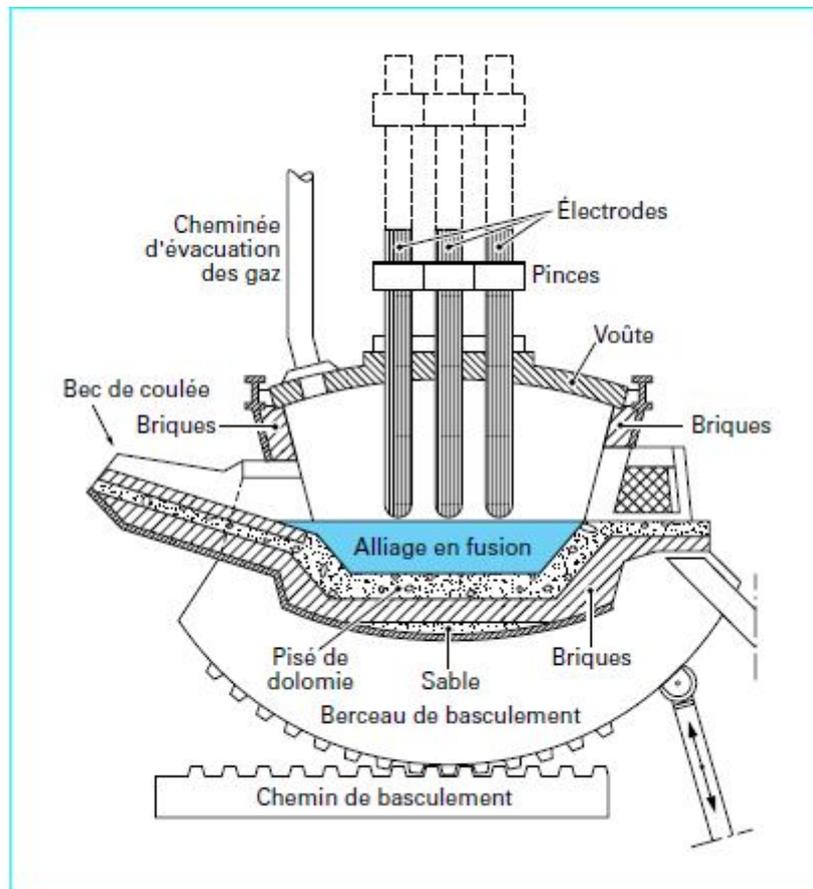


Figure III.3. Four électrique à arc [16].

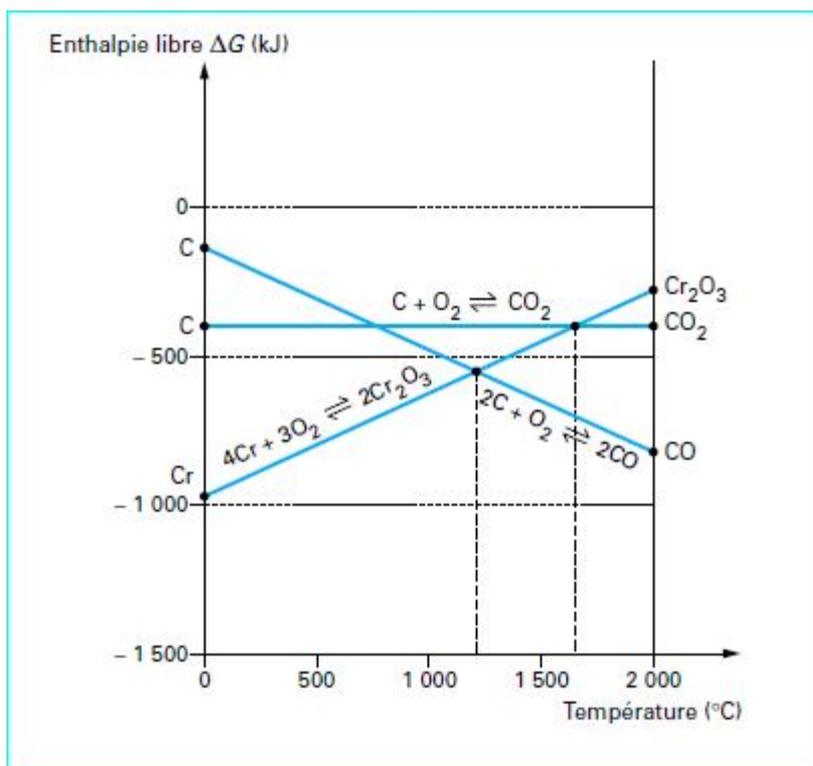


Figure III.4. Enthalpie libre de formation des oxydes de chrome et de carbone [16].

III.1.1.2 Procédés d'affinage sous pression réduite

b.1. Principe

Le principe de la décarburation des alliages à haute teneur en chrome, c'est-à-dire sensiblement supérieure à 9 % Cr a été rappelé au paragraphe 2. Il est basé sur l'abaissement de la pression partielle de CO soit en diluant le CO avec un autre gaz (procédé AOD et dérivés), soit en travaillant sous vide (procédé VOD). Pour le procédé AOD et ses dérivés (essentiellement CLU et K-OBM-S) le gaz neutre utilisé pour la dilution joue également un rôle important dans le refroidissement des tuyères d'injection [17].

b.2. Procédé AOD

Après avoir réalisé l'opération de fusion des éléments constituant le futur alliage dans un **four électrique à arc** (FEA), la charge liquide est transférée dans le convertisseur AOD (Argon Oxygen Decarburization) figure III.5.

b.2.1. Description d'un convertisseur AOD

Le convertisseur AOD, appelé aussi **cornue AOD**, se compose d'une cuve et d'un chapeau de forme conique. Il est constitué par une enveloppe métallique (ou blindage) garnie intérieurement de réfractaire généralement à base de dolomie [carbonate double de calcium et de magnésium : $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$]. Grâce à l'anneau à tourillons, le convertisseur peut être incliné pour les opérations de remplissage avec la charge liquide brute, de décrassage (élimination du laitier) et de versement de la charge liquide affinée dans une poche qui sera transférée vers la machine de coulée continue ou le dispositif de coulée en lingotière. La partie inférieure de la cuve est traversée par des tuyères de soufflage disposées latéralement. Suivant la capacité du convertisseur, généralement comprise entre 50 et 150 t, leur nombre varie de trois à sept. Au travers de ces tuyères, on injecte un mélange gazeux composé d'argon et d'oxygène, ou d'azote et d'oxygène dont le rôle est de décarburer l'alliage métallique en fusion. En fonction de l'évolution de la décarburation, le mélange argon (azote)-oxygène insufflé dans l'alliage en fusion voit le rapport O_2/Ar évoluer d'une valeur initiale de 3/1 à une valeur finale de 1/3 voire 1/9.

Ainsi, la réaction de décarburation se produit au niveau de chaque bulle gazeuse dans le bain figure III.6. La dilution par l'argon entraîne une baisse de la pression partielle de CO qui peut être importante pour les fortes concentrations en argon.

Après la phase de décarburation, suit la phase de réduction pendant laquelle on ajoute une certaine quantité de ferrosilicium, les tuyères étant alimentées en argon pur. Le brassage énergique et l'action du laitier à forte basicité permettant d'obtenir des **teneurs en soufre très basses** couramment 0,015 % voire 0,010 % ou moins.

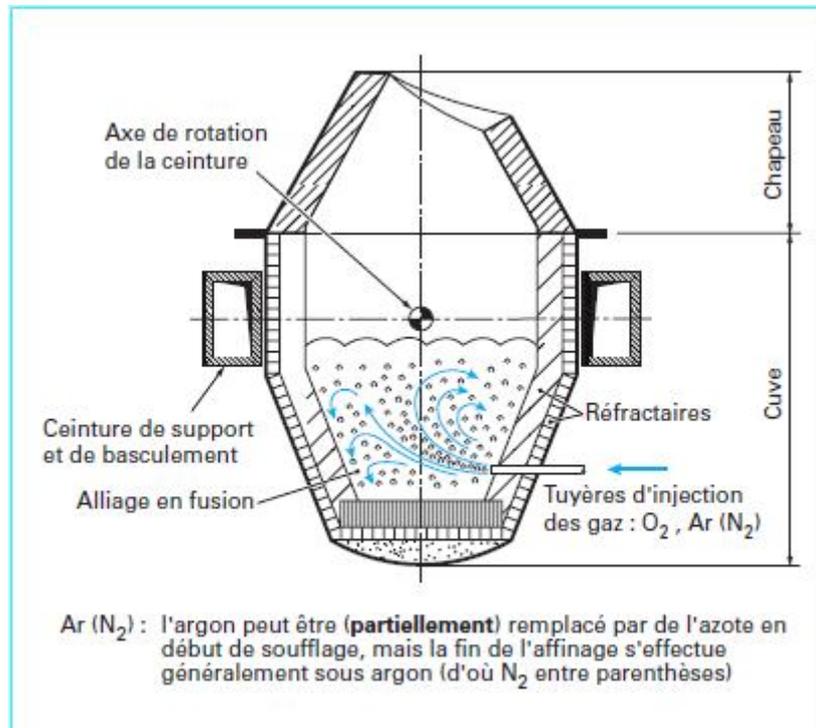


Figure III.5. Coupe schématique d'un convertisseur AOD [17].

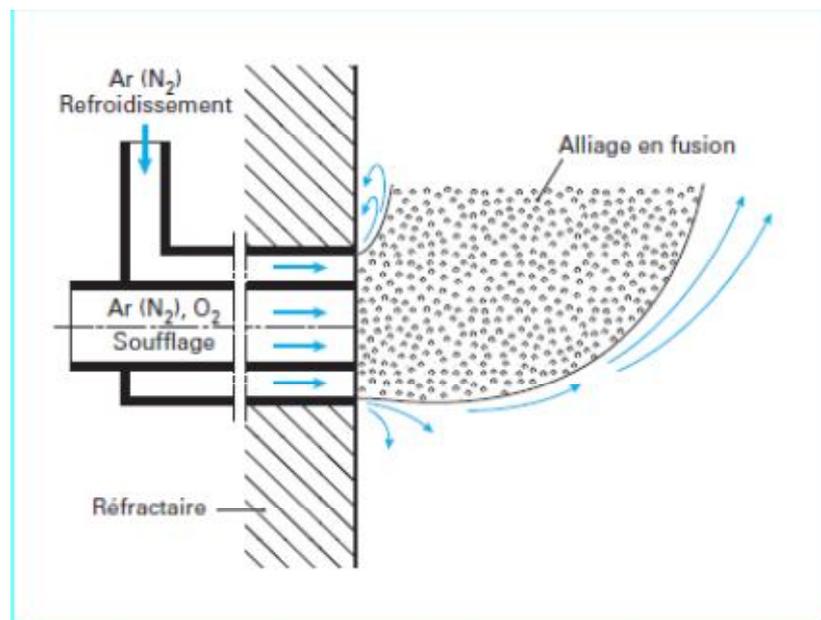


Figure III.6. Schéma d'une tuyère de convertisseur AOD [17].

b.3. Procédé VOD

Dans le procédé VOD, appelé aussi ASV (affinage sous vide), l'alliage en fusion est traité sous vide. On obtient ainsi des pressions partielles de CO très faible ; la pression de l'enceinte pouvait être abaissée à 100 hPa pendant la décarburation. La décarburation est effectuée en injectant de l'oxygène à l'aide d'une lance alors qu'un peu de gaz inerte (argon) est injecté au niveau des tuyères simples situées à la base de la cuve figure III.7.

Si le procédé VOD est bien adapté à la production d'aciers inoxydables spéciaux [nuances ferritiques à haute teneur en chrome ($\% \text{Cr} \gg 30 \%$), aux nuances austéno-ferritiques (duplex) et à certaines nuances super austénitiques, il présente des performances technico-économiques, moins intéressantes que celles du procédé AOD, pour la majorité des aciers inoxydables. Pour avoir un temps d'affinage comparable à celui du procédé AOD, il est nécessaire de partir d'une charge liquide dont la teneur initiale en carbone est de l'ordre de 0,5% figure III.8. Pour obtenir cette valeur, il est nécessaire de réaliser une pré décarburation dans un convertisseur de type AOD (cf. schéma de la filière d'élaboration de la figure III.1 ; opération qui peut également être réalisée lors de la fusion dans le four électrique en y insufflant de l'oxygène. Dans ce dernier cas, une partie significative du chrome est oxydée. On la retrouve dans le laitier dont la réduction permet d'en récupérer la majeure partie [17].

La décarburation est effectuée en insufflant de l'oxygène à l'aide d'une lance sous un vide initial d'environ 250 hPa qui diminue progressivement pour atteindre un niveau de l'ordre de 15 hPa en fin d'opération. La durée de l'opération de décarburation proprement dite varie entre 45 et 60 min, à la suite de quoi le métal en fusion continue à être brassé sous vide pour en réduire la teneur en oxygène. Cette dernière étape est nécessaire, car lorsque la décarburation est quasi terminée, on observe une brusque remontée de la teneur en oxygène dans le bain. Le brassage final favorise les échanges métal-laitier, ce qui est favorable pour l'obtention de basses teneurs en oxygène, mais également en soufre. Comme cela est indiqué sur la figure III.2, la filière VOD seule représente 7 % des procédés d'affinage, alors que la filière utilisant un convertisseur associé à un affinage VOD représente environ 18 %, soit au total 25 %. Les plus grosses installations actuellement en service ont une capacité de l'ordre de 100 t et on admet qu'une aciérie équipée de deux unités de 100 t, telles que celle de YIEH United (Taïwan), peut produire environ 800 000 t d'acier inoxydable par an.

Les principaux avantages du procédé VOD

Peuvent se résumer comme suit [17]:

- obtention de très basses teneurs en carbone (couramment $C < 0,010 \%$). Cette faculté présente un réel intérêt vis-à-vis des nuances d'acier inoxydable déjà mentionnées ;
- obtention de très basses teneurs en soufre ($S < 0,002 \%$) et en oxygène ($O < 0,04 \%$), ce qui permet d'améliorer très sensiblement la forgeabilité des nuances réputée comme étant difficile à transformer à chaud ;
- obtention d'une excellente propreté inclusionnaire ;
- diminution de l'usure des réfractaires au voisinage des tuyères.

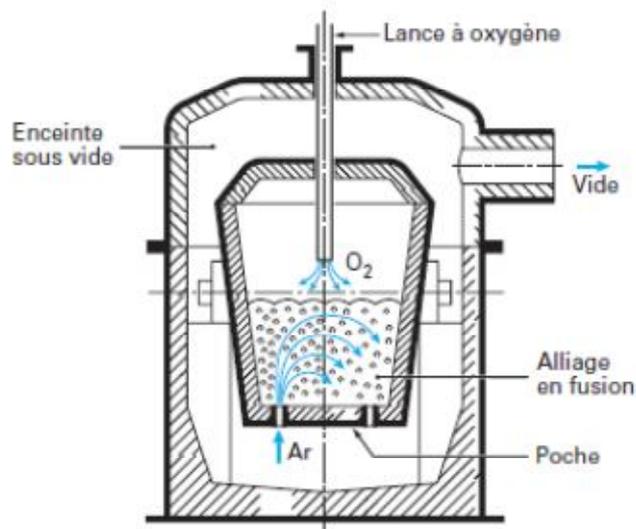


Figure III.7. Coupe schématique d'une installation d'affinage sous vide VOD [17].

b.4. Séquence d'affinage

L'alliage en fusion préparé dans le four électrique a une teneur en carbone de l'ordre de 1,5%. Suivant la nuance à élaborer, sa teneur en chrome est comprise entre 13 et 30 %, et il peut contenir du nickel (nuances austénitiques essentiellement) et du molybdène. L'opération de décarburation proprement dite, dont la durée est de l'ordre de 40 min, peut être divisée en trois étapes. Quant à l'opération de réduction, elle dure environ 10 min soit un total d'environ 50 min pour l'ensemble de l'opération d'affinage. Les différentes étapes de l'**opération de décarburation** peuvent se résumer comme suit [17]:

- pendant la première étape, dont la durée est d'environ 20 min, le mélange insufflé dans le bain a un rapport oxygène / argon de l'ordre de 3/1. On passe ainsi d'une teneur en carbone de 1,5 % à une valeur de 0,3 % ;
- pendant la seconde étape, dont la durée est de l'ordre de 10 min, le mélange insufflé dans le bain voit le rapport oxygène / argon ramené à une valeur voisine de 1/1. La décarburation se poursuit plus lentement pour atteindre un niveau de carbone compris entre 0,1 et 0,2 % ;
- lors de la troisième étape, le rapport oxygène / argon peut varier de 1/3 à 1/9. À l'issue de cette étape, dont la durée est également de l'ordre de 10 min, la teneur finale en carbone est atteinte sans avoir produit une oxydation notable du chrome.

L'évolution de la teneur en carbone au sein du bain est schématiquement représentée à la figure III.8 pour la nuance austénitique à bas carbone X2CrNi18-9 / 1.4307 contenant 18 % de chrome et 9 % de nickel.

Après la phase de décarburation, suit la phase de réduction pendant laquelle on ajoute une certaine quantité de ferrosilicium, les tuyères étant alimentées en argon pur.

Le brassage énergique et l'action du laitier à forte basicité permettent d'obtenir des teneurs en soufre très basses, couramment 0,015 % voire moins de 0,010 %.

En plus de l'obtention de basses teneurs en carbone et en soufre, le procédé AOD permet une grande précision analytique sur l'ensemble des éléments.

Les plus gros convertisseurs AOD ont une capacité de l'ordre de 150 t, la capacité la plus courante étant de l'ordre de 110 à 120 t. quant au temps total d'affinage, il est généralement inférieur à 90 min quelle que soit la nuance.

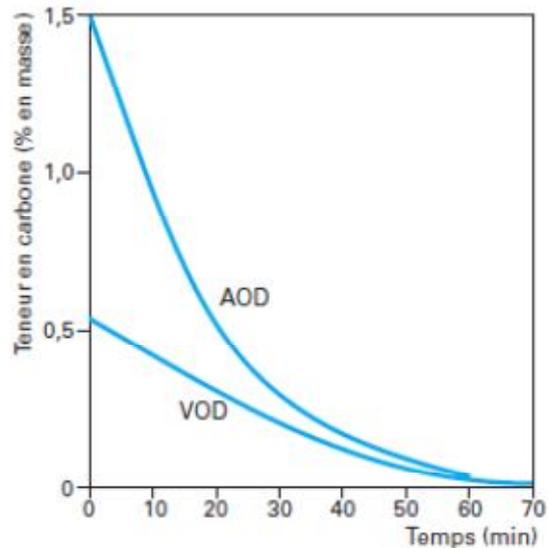


Figure III.8 Évolution de la teneur en carbone du bain en fonction du temps suivant les procédés AOD et VOD pour un acier inoxydable de type X2CrNi18-9 / 1.4307 [17].

III.1.1.3 Coulée continue

Le procédé de coulée continue s'est imposé depuis les années 1970 aussi bien pour les produits plats que pour les produits longs.

Le principe de la coulée continue est basé sur l'obtention rapide et en continu d'une peau capable de contenir le métal liquide jusqu'à sa solidification complète et de résister à la pression ferrostatique.

La technologie la plus courante est basée sur deux types d'installations figure III.9 :

- les installations « verticales » ;
- les installations « courbes ».

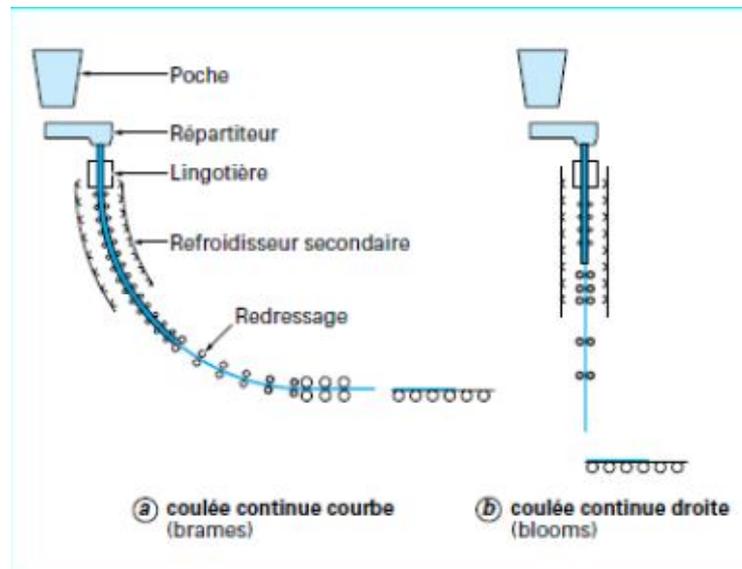


Figure III.9. Principes des machines de coulée continue [16].

III.2. Laminage

Introduction

Le laminage consiste en une mise à forme du métal solidifié (ou de l'alliage) par compression (écrasement) entre des cylindres lisses ou cannelés. L'acier de départ soit un lingot, soit un demi-produit coulé en continu (il peut s'agir de brames, billettes... selon les produits à fabriquer). Dans le cas des produits plats, les technologies récentes de coulée continue de produits minces permettent de solidifier des demi-produits de plus en plus proches des épaisseurs finales, ce qui simplifie les opérations de laminage à chaud. Le laminage confère également au produit les propriétés mécaniques et les qualités de surface et de structure interne souhaitées. Cette transformation à la fois physique et métallurgique implique généralement plusieurs « passes » de laminage dans diverses « cages » de laminoirs [18].

III.2.1. Laminage à chaud

Lorsque la déformation s'opère à une température supérieure à la température de recristallisation du métal on dit que la déformation est plastique. Ce laminage concerne autant les produits longs que les produits plats. Comme opération et installations normalement liées au laminage à chaud, on doit mentionner [18]:

- L'acheminement, les manipulations, les conditionnements préalables, le triage et le stockage des lingots et des demi-produits dans les halles ou les parcs à matières,
- Les opérations de préparation de surface et d'élimination des défauts (écricquage, meulage, ébavurage,..) des lingots et des demi-produits, les traitements de mise à température des lingots et des demi-produits dans des fours de réchauffage à alimentation continue ou discontinue, avec enfournement froid, chaud ou direct (car particulier des fours tunnels), les fours de réchauffage des bobineuses, les opérations de décalaminage mécanique (eau sous pression, grenailleuse, sableuse, dresseuse,...),

- Le laminage à chaud proprement dit qui comporte, selon la matière entrante les produits fabriqués, des passes de dégrossissage (laminoirs à tôles fortes, à larges bandes, à feuillard,...pour les produits plats et laminoirs à profilés pour les produits longs.) dans des laminoirs de type réversible ou continu, y incluses les opérations de changement des cylindres et réglage des cages.

III.2.2. Laminage à froid

Le laminage à froid s'opère à une température inférieure à la température de recristallisation. Il concerne essentiellement la fabrication de produits plats (épaisseurs inférieures à quelques mm). Comme opérations et installations normalement liées au laminage à froid, on doit mentionner [18]:

- Le laminage à froid proprement dit dans des laminoirs du type réversible ou continu, avec simple ou double réduction (cas de la fabrication des tôles très fines (ép. <0,15mm) et des foils), avec ou sans application directe d'huile sur la tôle à laminier, y incluses les opérations de changement des cylindres et de réglage des cages, de préparation et traitement des émulsions, des huiles et graisses, des fumées et vapeurs,...
- Les opérations de recuit dans des fours à cloches (recuit base ou recuit statique) ou des fours continus (recuit continu), y incluses les opérations intégrées de chauffage, de maintien en température, de refroidissement contrôlé (direct ou indirect) à l'aide d'air, de gaz d'atmosphère ou d'eau, de décapage (cas d'un refroidissement direct humide),...
- Les opérations de planage, de skin pass à sec (Ecrouissage sec), skin pass humide (Ecrouissage humide) notamment avec émulsion, de skin pass avec double réduction. Pour les deux types de laminoirs, on retrouve les opérations et installation qui suivent : les opérations de réchauffage ou autres traitements des produits par résistance électrique ou induction, les autres opérations de conditionnement, parachèvement et finition des produits telles que décapage (pour les laminés à chaud), découpe et refendage (sciage ou cisailage en vue de la mise à longueur, l'élimination des rives, le chutage de tête et de queue, l'élimination des défauts,...), contrôle et inspection, marquage, huilage, emballage, transfert, stockage et expédition des produits.

III.3.Traitement thermique

III.3.1. Principaux types de traitements thermiques

- **Traitements classiques de qualité**
 - Normalisation ou recuit
 - Trempe et revenu
 - Hypertrempe

➤ **Traitements thermiques de qualité additionnels**

- Homogénéisation
- Traitement inter critique

➤ **Traitements thermiques particuliers**

- Recuits d'adoucissement
- Recuit de régénération
- Traitements de réduction des contraintes

III.3.2. traitement thermique de normalisation

Il arrive que l'acier possède une structure impropre à la trempe, que le recuit normal ne peut faire disparaître ; par exemple : lorsque des carbures précipitent au joints des grains d'austénite lors du refroidissement après forgeage ou laminage ; c'est le cas notamment pour les aciers d'outillage à chaud et à froid contenant du chrome et du tungstène. Le remède à ces divers défauts consiste à effectuer un chauffage à haute température remettant tous les carbures en solution dans l'austénite, suivi d'un refroidissement à l'air qui ne permet pas la trempe, mais est suffisamment rapide pour que les carbures précipitent en fins globules. Ce chauffage, appelé normalisation, est fait à des températures comprises entre 1 000 et 1 200 °C selon la composition chimique de l'acier [19].

Les traitements de normalisation ou recuit consistent à affiner cette structure ferrito-perlitique brute de coulée grossière, par transformation en austénite à grains fins, en portant les pièces à une température comprise entre A_{c3} , limite supérieure de stabilité de la ferrite, et la température critique de grossissement du grain austénitique T_c figure III.10 [20].

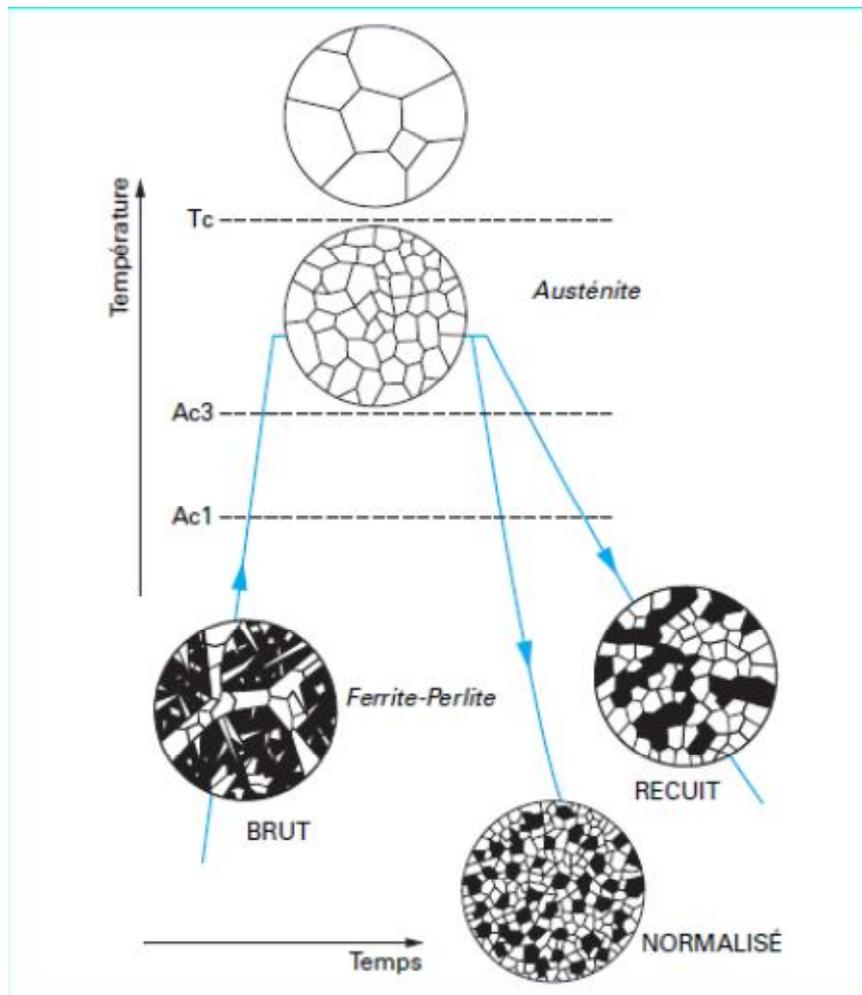


Figure III.10. Évolution de la structure ferrito-perlitique brute de coulée lors d'un traitement de normalisation ou de recuit de pièces en aciers moulés non ou faiblement alliés [20].

Les températures Ac_3 des aciers moulés non alliés sont indiquées sur la figure III.11 pour les vitesses habituelles de chauffage comprises entre 100 °C/h et 300 °C/h . Dans les pièces en aciers moulés, nécessairement calmés, généralement à l'aluminium, la température critique de grossissement du grain est toujours supérieure à $1\ 000\text{ °C}$, (et le plus souvent de l'ordre de $1\ 100\text{ °C}$, température de mise en solution des précipités de nitrure d'aluminium qui ancrent les joints de grains austénitiques) [20].

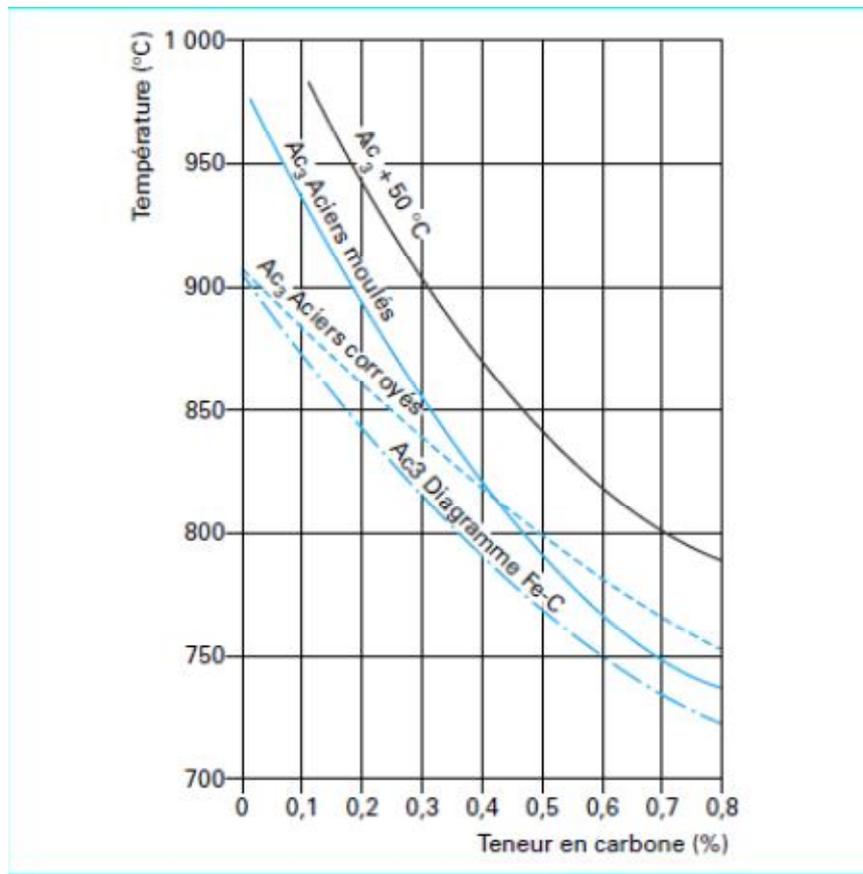


Figure III.11. Températures de normalisation de pièces en aciers moulés au carbone [20].

III.3.3. traitement thermique d'hypertrempe

Le traitement d'hypertrempe consiste en une « homogénéisation physique », ou mise en solution, à haute température de carbures ou phases intermétalliques indésirables, précipités lors du refroidissement des pièces dans le moule [20].

C'est le traitement thermique appliqué aux aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques qui ne subissent pas de transformation allotropique $\alpha \rightarrow \gamma$, ainsi qu'aux aciers austénitiques au manganèse dont la trempabilité est telle que l'austénite formée lors de la solidification ne se transforme que très partiellement lors du refroidissement des pièces dans le moule.

1. Pour des aciers inoxydables austénitiques

Avec des teneurs en chrome et en nickel plus élevées que celles des aciers inoxydables martensitiques, ce qui leur confèrent leur structure et une résistance mécanique modérée mais une résistance à la corrosion dans des milieux plus agressifs, ces aciers moulés comportent deux familles, distinguées dans les normes NF EN 10283 et NF A 32-060 [20]:

- les **nuances « austénitiques »** qui se caractérisent par des teneurs en chrome de 17 % à 20 %, en nickel de 9 % à 14 % et éventuellement en molybdène de 2 % à 4,5 % et/ou de niobium avec des teneurs maximales en carbone inférieures à 0,07 %.

Bien que le diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni de la figure III.12.a prévoie pour ces compositions une transformation totale de la ferrite en austénite à haute température, il subsiste toujours dans les aciers moulés, notamment en présence de molybdène, une petite quantité de ferrite qui résulte de l'apparition de cette phase lors de la solidification et de sa transformation incomplète en austénite à l'état solide, compte tenu des ségrégations et de la partition des éléments alphas et gammas entre ferrite et austénite.

- les **nuances « entièrement austénitiques »** ou « **superausténitiques** », plus alliées, donc résistant à la corrosion dans des milieux particulièrement agressifs, avec des teneurs en nickel de 18 % à 30 %, en chrome de 19 % à 26 %, en molybdène de 2 % à 7 %, en azote jusqu'à 0,25 % et éventuellement du cuivre jusqu'à 4 %, les teneurs en carbone maximales étant le plus souvent limitées à 0,03 %.

Comme le montre le diagramme d'équilibre de la figure III.12.b ces aciers se solidifient totalement en austénite et ne subissent aucune transformation à haute température au cours du refroidissement.

Cependant, dans ces deux catégories d'aciers moulés inoxydables austénitiques, les joints de grains se trouvent plus ou moins « sensibilisés » par précipitation de phases riches en chrome, à des températures inférieures à 1 000 °C, lors du refroidissement dans le moule : carbures et dans le cas des aciers moulés austénitiques contenant un peu de ferrite, cette dernière peut se transformer partiellement en austénite + phase sigma (s). La précipitation de cette phase directement à partir de l'austénite, bien que prévue par le diagramme d'équilibre n'est pas à craindre lors du refroidissement des pièces dans le moule, en raison de la lenteur de la cinétique de précipitation dans ce cas.

Par contre dans les aciers superausténitiques à haute teneur en molybdène (5 à 7 %), compte tenu du coefficient de ségrégation élevé de cet élément à la fois sigmagène et alphas, un peu de ferrite riche en molybdène peut apparaître en fin de solidification et se transformer en phase intermétallique sigma ou chi (c) (plus riche en molybdène que sigma) à très haute température [20].

C'est le cas par exemple de la nuance GX2CrNiMoCuN20-18-6 figure III.12.b. La précipitation de ces phases, carbures ou intermétalliques, s'accompagne d'un appauvrissement local en chrome de la matrice austénitique environnante, ce qui est nuisible à la résistance à la corrosion intergranulaire ou par piqûres.

Ces précipités sont également susceptibles de fragiliser les pièces et d'en réduire l'usinabilité. Leur remise en solution s'effectue au dessus de 1 000 °C en l'absence de molybdène et au-dessus de 1 080 °C en présence de cet élément qui élève le domaine de stabilité de la phase sigma Fe-Cr-Ni-Mo [20].

Les **traitements d'hypertrempe** des pièces sont par suite effectués à des températures croissantes avec la teneur en molybdène des diverses nuances :

- dans le cas des aciers austénitiques figure III.13 à une température égale ou supérieure :
 - à 1 050 °C pour les nuances sans molybdène,
 - à 1 080 °C en présence de 2 % de molybdène,
 - à 1 140 °C avec 4 % de molybdène ;
- dans le cas des aciers super austénitiques à une température égale ou supérieure :

- à 1 080 °C en présence de 2 % de molybdène,
- à 1 160 °C avec 5 % de molybdène,
- à 1 200 °C avec 6 % de molybdène.

La figure III.14 montre ainsi l'inefficacité d'un traitement effectué à une température trop basse de 1 160 °C sur l'acier GX2CrNiMoCuN20-18-6 qui n'a eu pour effet que de faire coalescer la phase intermétallique σ au lieu de la remettre en solution, ce qui a été obtenu en élevant la température à 1 240 °C.

Dans tous les cas le refroidissement doit être rapide afin d'éviter une reprecipitation des phases nuisibles entre 1 000 °C et 600 °C : il est effectué à l'eau [20].

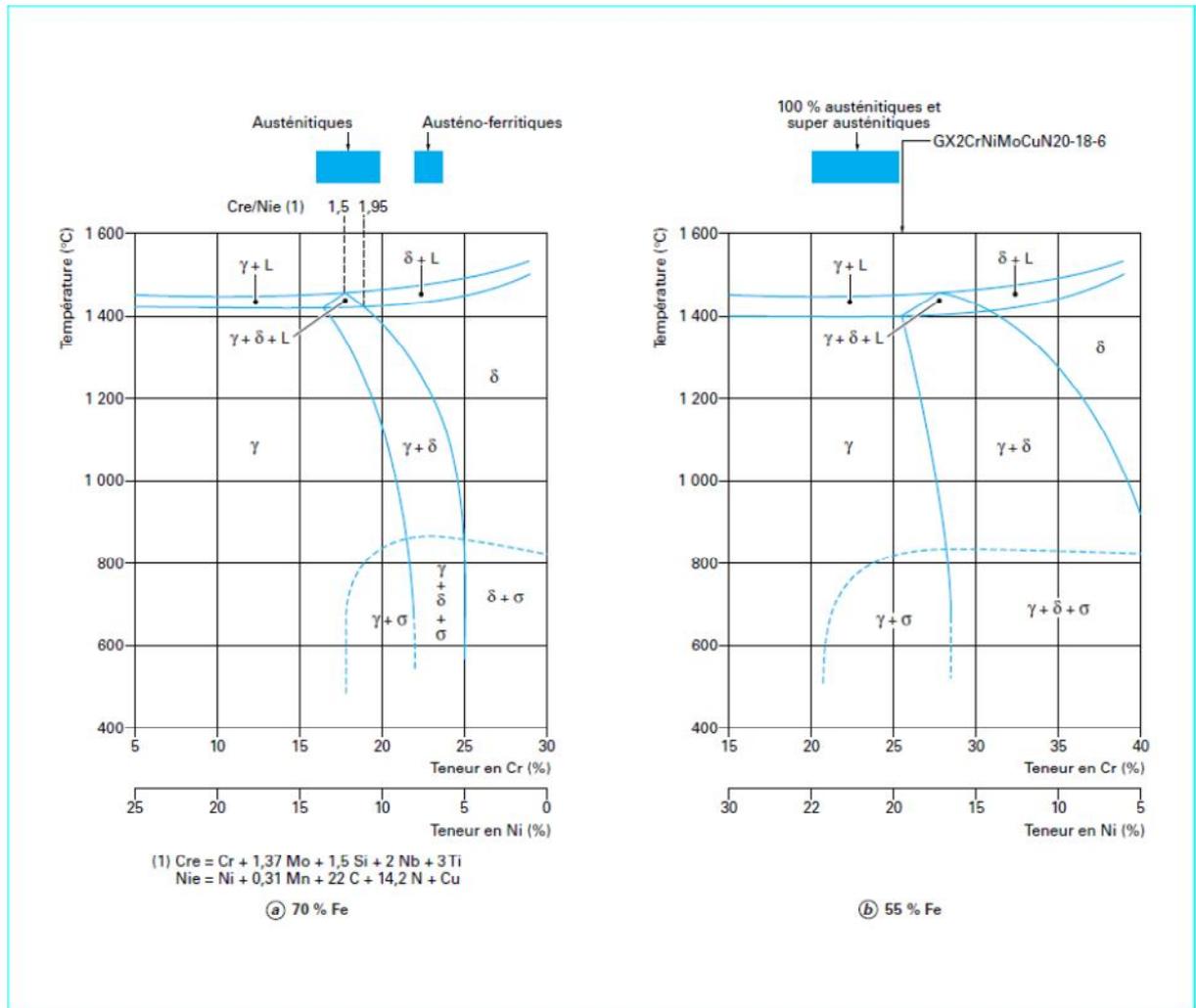


Figure III.12 Coupes verticales du diagramme Fe-Cr-Ni, à fer constant et situation des diverses familles d'aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques[20].

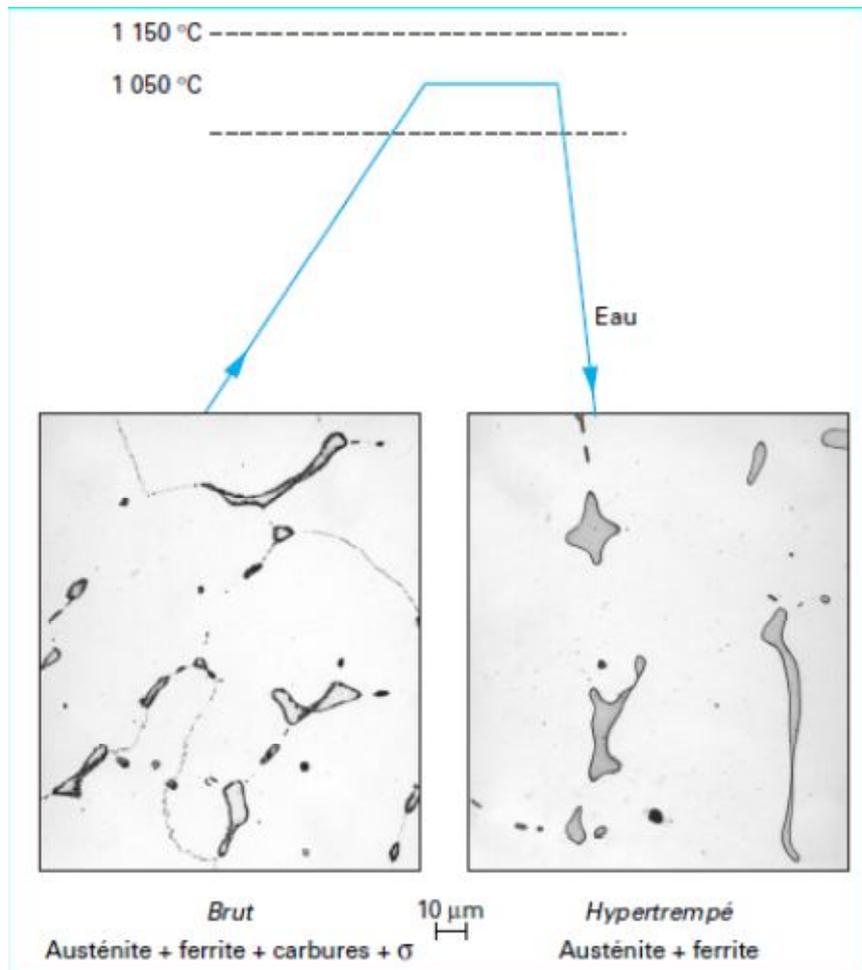


Figure III.13. Hypertrempe des aciers inoxydables austénitiques moulés [20].

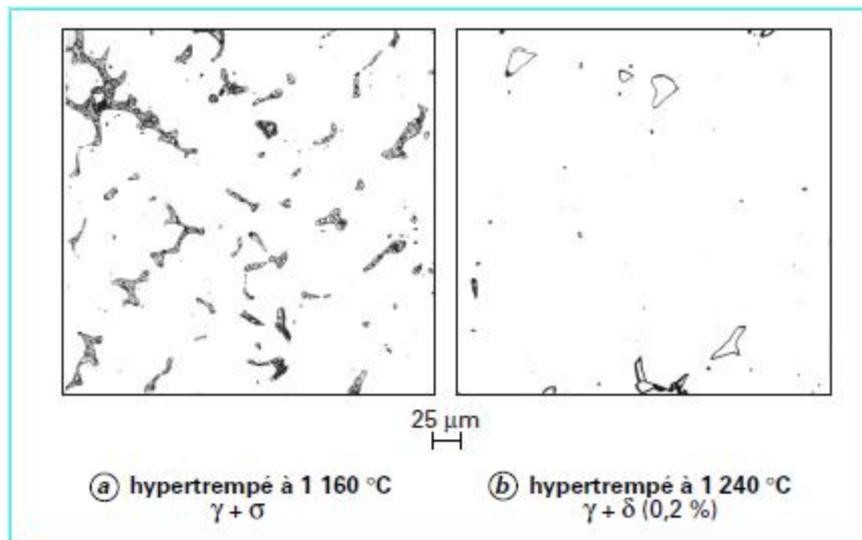


Figure III.14. Effet de la température d'hypertrempe sur la mise en solution de la phase sigma dans une pièce en acier superausténitique GX2CrNiMoCuN20-18-6 [20].

III.3.4. Traitement thermique de recuit

4.1. Différents types de recuit

Le terme de recuit comporte l'idée de réaliser un état stable à froid (température ambiante) ou de tendre vers cet état s'il a été perturbé par des traitements thermiques ou thermomécaniques antérieurs.

L'état stable à froid est constitué par un mélange de ferrite et de carbures dont la répartition varie suivant l'histoire thermomécanique antérieure. En outre, du point de vue mécanique, l'état stable comporte l'absence de contraintes résiduelles. Suivant l'état structural ou mécanique de l'acier et le but à atteindre, on peut distinguer plusieurs genres de recuit[19]:

- le **recuit complet**, généralement appelé simplement **recuit**, qui a pour but de provoquer la formation d'une structure de dureté minimale favorable à l'usinage ou à la déformation à froid ;
- le **recuit de détente**, dont la finalité est de faire relâcher plus ou moins complètement les tensions résiduelles dues aux opérations thermiques ou mécaniques antérieures ;
- le **recuit de globalisation** (ou **sphéroïdisation**), qui donne à l'acier une structure la plus homogène possible avec des carbures globulaires très favorables pour la déformation ou la frappe à froid ;
- la **normalisation**, dont le but est d'effacer des précipitations de carbures aux joints de grains, néfastes pour les propriétés d'emploi ;
- le **recuit d'adoucissement**, qui atténue l'état des contraintes le plus complètement possible, sans changer la structure de trempe.

4.1.1. Recuit complet

Il comporte un chauffage au-dessus du point de transformation Ac_3 , c'est-à-dire à des températures comprises entre 760 et 890 °C selon les nuances d'aciers (on sait que les éléments d'alliages Mo, Cr, W, V entraînent une élévation de Ac_1 alors que c'est l'inverse pour les éléments Mn et Ni) avec un maintien minimal de 1 h par 25 mm d'épaisseur des produits, qui permet de réaliser l'équilibre de la structure, et un refroidissement très lent (vitesse inférieure à 25 °C/h) pour assurer la décomposition de l'austénite dans le domaine supérieur en agrégats de ferrite et de cémentite globalisée.

La vitesse de refroidissement peut être accélérée au-dessous de 550 °C lorsque la transformation est terminée. Comme les aciers à outils ont une conductivité thermique relativement faible et que l'on traite la plupart du temps des pièces de dimensions importantes, il est nécessaire d'effectuer l'opération de chauffage en plusieurs étapes et de pratiquer tout d'abord un **dégourdissage** vers 350 °C, puis un préchauffage vers 600 °C.

Une variante du recuit complet est le **recuit isotherme**, qui comporte une austénitisation dans les mêmes conditions que le traitement précédent et un maintien dans un four à une température comprise entre 650 et 700 °C, au nez de la transformation perlitique indiquée par les courbes TTT (article *Transformations dans les aciers* [M 1 115] de ce traité), pendant une durée appropriée pour transformer complètement l'austénite en agrégats ferrite-perlite ou cémentite-perlite. Ce maintien est alors suivi par un simple refroidissement à l'air [19].

4.1.2. Recuit de détente

Ce traitement vise surtout à faire disparaître les contraintes résiduelles dues aux transformations thermomécaniques ou à l'usinage. Il ne comporte pas de changement de structure, mais un maintien au-dessous de A_{c1} (600 à 700 °C) et un refroidissement approprié, généralement lent (300 °C/h au maximum) pour éviter d'introduire de nouvelles contraintes notamment dans les outils de forme irrégulière. Ce recuit de détente est souvent utile après usinage pour atténuer le plus possible les déformations qui se produisent lors de la trempe ultérieure [19].

4.1.3. Recuit de globalisation

Celui-ci comporte un chauffage au-dessous de A_{c1} , un maintien à cette température – avec éventuellement des chauffages et des refroidissements cycliques autour de cette température – et un refroidissement généralement lent, inférieur à 150 °C/h. Ce traitement est intéressant pour avoir une structure de carbures la plus homogène possible, et l'efficacité des oscillations de température tient au fait que, au cours du chauffage au-dessus de A_{c1} , les petits globules se dissolvent dans l'austénite plus rapidement que les gros et, au refroidissement, les gros globules servent de germes pour la reprise des précipitations. Un tel type de recuit n'est pratiqué de nos jours que dans des petits fours qui présentent une souplesse suffisante au niveau du pilotage des oscillations thermiques autour des points de transformation. Par ailleurs, ce traitement ne présente de l'intérêt que pour les aciers à outils au carbone et les aciers de travail à froid les moins alliés (par exemple 105V et 102Cr6) en vue d'une optimisation de la ductilité pour faciliter les opérations de mise en forme à froid. En effet, pour les autres catégories d'aciers à outils plus alliés, les éléments d'alliage carburigènes (Cr, Mo, V) entraînent naturellement une globalisation de la cémentite [19].

4.1.4. Normalisation

Il arrive que l'acier possède une structure impropre à la trempe, que le recuit normal ne peut faire disparaître ; par exemple : lorsque des carbures précipitent au joints des grains d'austénite lors du refroidissement après forgeage ou laminage ; c'est le cas notamment pour les aciers d'outillage à chaud et à froid contenant du chrome et du tungstène. Le remède à ces divers défauts consiste à effectuer un chauffage à haute température remettant tous les carbures en solution dans l'austénite, suivi d'un refroidissement à l'air qui ne permet pas la trempe, mais est suffisamment rapide pour que les carbures précipitent en fins globules. Ce chauffage, appelé normalisation, est fait à des températures comprises entre 1 000 et 1 200 °C selon la composition chimique de l'acier [19].

4.1.5. Recuit d'adoucissement

Il correspond à un revenu effectué juste au-dessous du point de transformation A_{c1} ; il est pratiqué à des températures comprises entre 660 et 780 °C selon la valeur du point A_{c1} , avec des temps de maintien de 2 h après égalisation de la charge en température et des refroidissements tantôt à l'air, tantôt dans le four de traitement (vitesse inférieure à 150 °C/h). Les duretés Brinell obtenues sont comprises entre 210 et 290 HB. Ce type de recuit est pratiqué essentiellement pour éliminer les contraintes résiduelles liées à la mise en œuvre de l'acier par déformation à froid ou usinage [19].

III.4. Traitements de finition

Ils concernent essentiellement les joints soudés (et les pièces ayant subi un traitement thermique) qui, selon le procédé, peuvent être recouverts d'oxydes. La présence de ces oxydes signifie l'absence de couche passive et donc une résistance à la corrosion fortement diminuée. Avec certains procédés de soudage (soudage par résistance), la surface du matériau n'est pratiquement pas altérée et un brossage peut suffire. Dans le cas contraire, il faut procéder à un traitement de décapage-passivation [21].

III.4.1. Décapage

Lorsque le joint soudé ou l'ensemble d'une pièce est recouvert d'oxydes colorés, il faut les éliminer pour redonner ultérieurement à l'alliage son caractère passif. Plusieurs techniques peuvent être utilisées [21].

1.1. Décapage au bain

La composition type est :

- acide nitrique à 52 % en masse (36° Baumé ou densité : 1,33 à 15°C) ... 100 L ;
- acide fluorhydrique à 65 % (densité » 1,40) ... 20 L ;

Ou

- ou fluorure de sodium ... 30 kg ;
- eau ... 900 L.

Les durées d'immersion à la température de 20 °C varient généralement entre 1 et 3 h. La température du bain et la durée d'immersion doivent être soigneusement contrôlées pour prévenir une corrosion des pièces. Après décapage, les pièces doivent être abondamment rincées à l'eau claire.

1.2. Décapage à la pâte ou au gel

L'emploi de pâtes ou de gels permet de limiter le traitement aux seules zones oxydées. Leur composition est variable, mais elles contiennent toutes de l'acide nitrique. La pâte ou le gel est étendu au pinceau puis on procède à un brossage à l'aide d'une brosse en acier inoxydable. Comme précédemment, on termine l'opération par un rinçage à l'eau claire.

III.4.2. Passivation

Après l'opération de décapage, l'alliage n'est plus immédiatement protégé et il faut reconstituer la couche passive pour qu'il recouvre sa résistance à la corrosion [21].

2.1. Passivation au bain

Les pièces sont immergées dans un bain acide dont la composition approximative est [21]:

- acide nitrique à 52 % en masse (36 ° Baumé ou densité : 1,33 à 15 °C) ... 250 L ;
- eau ... 750 L.

Les durées d'immersion, à la température de 20 °C, varient généralement entre 15 min et 1 h. Après passivation, les pièces sont encore soigneusement rincées à l'eau claire.

2.2. Passivation à la pâte ou au gel

C'est également une méthode locale qui permet de ne traiter que les zones préalablement décapées. Le produit, à base d'acide nitrique, est étendu sur les surfaces à traiter puis il doit être totalement éliminé par brossage (brosses en acier inoxydable ou brosses en nylon). La surface passivée doit être rincée à l'eau claire.

III.4.3. Décontamination

Les différentes opérations effectuées en chaudronnerie (cisailage, pliage, formage...) peuvent laisser à la surface des particules ferreuses qu'il faut éliminer. Bien que le but soit différent, les méthodes utilisées pour décontaminer sont analogues à celles utilisées pour passiver [21].

Chapitre

IV



*TECHNIQUES
EXPÉRIMENTALES*

IV. 1. Introduction

Ce travail consiste à caractériser structurellement et mécaniquement les aciers inoxydables austénitiques suivants 304L, 316L et 310. L'objectif du travail est de faire appliquer une déformation par laminage à ces aciers pour déformer leur microstructure, après en révéler les microstructures acquises par les éprouvettes, et de mesurer la dureté.

IV. 2. Présentation des matériaux utilisés

IV.2.1 Acier inoxydable austénitique 304L

L'acier a été fourni par la société STAR FILTRE.

Il est fourni sous forme de tôle qui sont élaborées par coulée continue après il en est laminé à chaud et se voit un recuit et un décapage, en plus le produit est livré dans un état traité thermiquement d'un traitement d'hypertrempe est refroidie par l'air forcé.

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

Tableau IV.1. La composition chimique du 304L d'après ASTM [annexe(a)].

	C	SI	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P
Analyse coulée	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 [annexe(a)]

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

IV.2.2 Acier inoxydable austénitique 310

L'acier a été fourni par la société SARL INOXISIDE (société de distribution de tout produit inoxydable). El Makari. ORAN.

Le tableau IV.3 présente la composition chimique de l'acier 310.

Tableau IV.3. La composition chimique du 310 d'après ASTM [annexe(b)].

	C	SI	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P
% mini				19,00	24,00	/	/			
% maxi	≤0,08	≤0,75	≤2,00	21,00	26,00	/	/	0,100	0,015	0,035

IV.2.3 Acier inoxydable austénitique 316L

Le matériau utilisé dans cette étude est l'acier inoxydable austénitique AISI 316L (Z3 CND 17-12-02 selon la norme AFNOR) sous forme de tôle de 1 mm d'épaisseur.

Le tableau IV.4 présente la composition chimique de l'acier 316L.

Tableau IV.4 : La composition chimique de l'acier AISI 316L (Z3 CND 17-12-02).

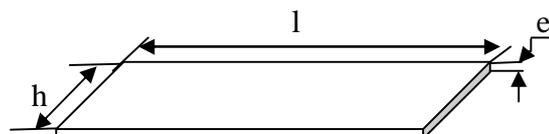
Eléments	C	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Cu	Co	W
%	<0,038	64,46	17,556	11,889	2,482	0,482	1,490	0,240	0,148	0,052
Elément	Ti	P	V	Al	As	S	Nb	Sn	Pb	
%	0,0028	0,043	0,041	0,008	0,011	0,017	0,011	0,009	0,0025	

Préparation des éprouvettes

La préparation des éprouvettes destinées à différents taux de laminage. Ce sont des tôles de dimension suivante :

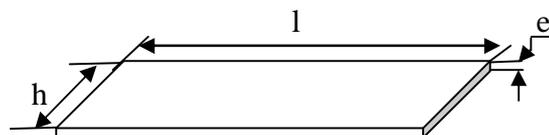
- Pour les aciers 304L et 310.

e = 2 mm
l = 75 mm
h = 10 mm



- Pour les aciers 304L et 316L

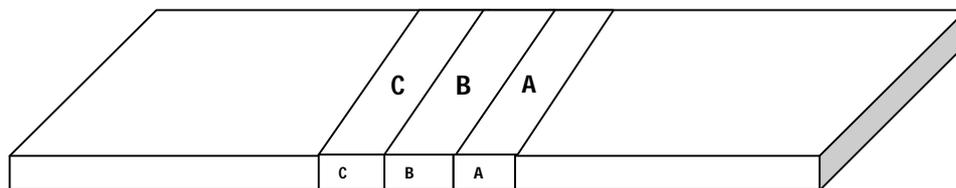
e = 1 mm
l = 56 mm
h = 10 mm



Prélèvement de l'échantillon

On lamine les éprouvettes à des différents taux, on passe au prélèvement des échantillons pour les enrober.

Dans cette figure en présente le schéma de découpe de ces échantillons.



En effectua cette opération pour toutes les éprouvettes.

	Face à observée
Echantillon A	
Echantillon B	
Echantillon C	

IV.3.Traitement de normalisation

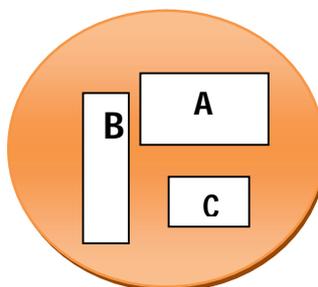
On effectuera ce traitement à l'acier inoxydable 304L, on, mais 11 échantillons dans le four et fixe la température à 1050°C et on fait varier le temps comme montre le tableau IV.5 suivant :

Tableau IV.5. *Le temps de maintien pour chaque échantillon.*

Echantillon à 1050°C	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Temps (min)	5	10	15	20	25	30	45	50	55	60	70

IV.4.Enrobage à froid :

Il consiste à mettre l'échantillon dans un moule et ajouter le mélange résine-durcisseur, et ensuite laisser la résine se solidifier pendant quelques minutes. Cette étape permet d'avoir une surface plane et une meilleure manipulation des échantillons pendant le polissage. Pour faciliter et gagner du temps on met les trois échantillons dans le même moule.



IV.5. Observation microscopique

Dans tout travail métallurgique se basant sur une observation microscopique, il est très important de bien préparer les échantillons afin d'aboutir aux meilleurs résultats possibles. Les échantillons doivent passer par des opérations connues et bien déterminées. Pour cela nous devons adopter divers étapes :

VI. 5.1. Polissage

Le polissage a pour but principal l'obtention d'une surface plane et la qualité de surface miroir. Cette opération de polissage est effectuée en deux étapes :

IV. 5. 1. 1. Pré - polissage

Il se fait par frottement de l'échantillon, à l'aide de tout moyen approprié, par exemple sur des papiers abrasifs de granulométries de plus en plus fines. Dans le cas où des papiers abrasifs sont utilisés, ceux-ci doivent être fixés sur des disques tournant à une vitesse donnée ou sur des platines planes immobiles à l'aide d'une polisseuse figure IV.1. L'échantillon étant alors frotté à la main sur les papiers. Le polissage se fait habituellement avec arrosage d'eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.

Le polissage consiste à éliminer successivement les traces de polissage d'un papier d'une granulométrie donnée par de nouvelles suivantes. À chaque changement de granulométrie, l'échantillon doit être lavé à l'eau et séché à l'air comprimé. De plus, lors du polissage manuel, à chaque changement de granulométrie, l'échantillon doit subir une rotation de 90° de façon à ce que les nouvelles raies de polissage soient perpendiculaires aux raies précédentes.



Figure IV. 1. Polisseuse utilisée.

IV. 5. 1. 2. Polissage de finition

Après avoir terminé l'opération de pré-polissage nous avons fait subir aux échantillons un polissage de finition. Cette opération permet d'améliorer davantage l'état de surface en utilisant des feutres imbibés de suspensions d'alumine diluées dans l'eau. La granulométrie de la poudre d'alumine utilisée est de $0,05 \mu\text{m}$. La figure IV.2, représente la polisseuse utilisée pour le polissage de finition avec une vitesse maximale de rotation de 400 tours/mn.



Figure IV. 2. Polisseuse de finition utilisée de type ‘ MECAPOL P300 ‘.

IV. 5. 2. Ultra - sons : « META-SON »

Les appareils de nettoyage aux ultra-sons se composent d'une cuve pour le liquide de nettoyage et d'un générateur qui produit un courant de haute fréquence qui se transforme en ultra-sons par les oscillateurs placés sous la cuve, pour ensuite se propager dans le liquide.

Les basses fréquences (40 kHz) délivrent plus d'énergie, les bulles produites par cavitation étant plus grosses ($100 \mu\text{m}$) ; par contre les fréquences plus élevées (1 MHz) donnent des bulles plus petites permettant de nettoyer des fissures très fines [18].

Avant l'attaque chimique, nous avons vérifié au microscope optique que les échantillons ne possèdent aucune rayure pour pouvoir finalement accéder à l'attaque chimique.

IV. 5. 3. Attaque chimique

Provoquant une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains. Comme montre le tableau IV.6

Tableau IV.6. *L'attaque chimique [18].*

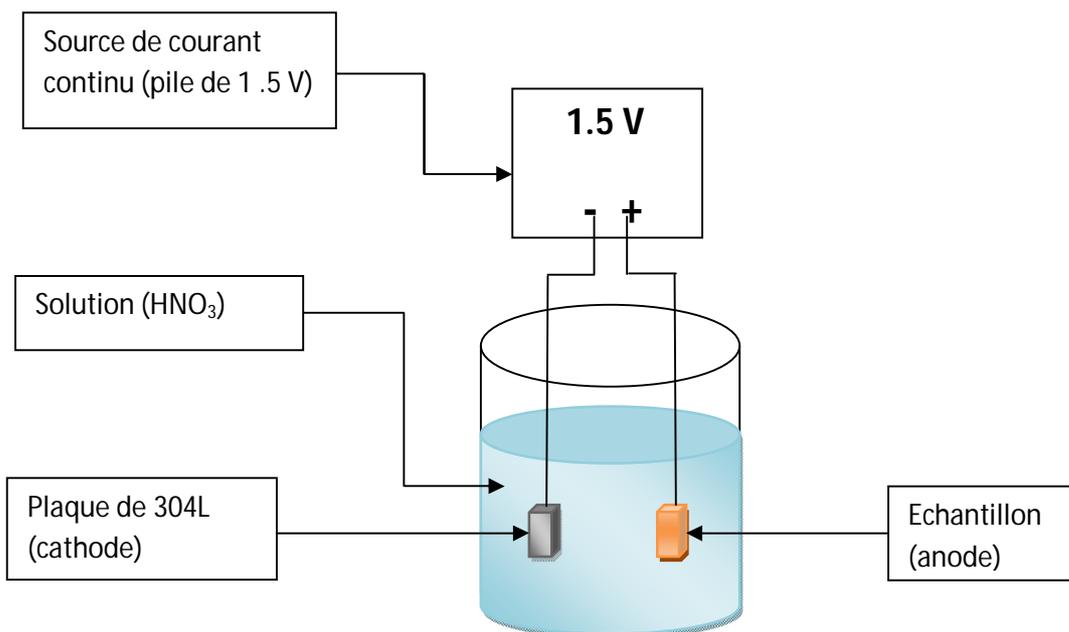
Réactifs	Composition chimique	Caractéristiques et révélations
Attaque chimique	HCl (40%) + HNO ₃ (30%) + H ₂ O (30%)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 30 à 45 secondes ▪ Révèle les joints de grains + macles

IV.5.4 L'attaque électrolytique :

C'est une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. Il est également possible d'imposer un potentiel à l'échantillon de façon à attaquer une seule phase du matériau. Comme montre le montage dans la figure IV.3.

Tableau IV.7. *L'attaque électrolytique [18].*

Réactifs	Composition chimique	Caractéristiques et révélations
Acide nitrique	HNO ₃ (60%) + H ₂ O	<ul style="list-style-type: none"> ▪ De 1.1 à 1.5 V ▪ 45 à 75 secondes ▪ Révèle juste les joints de grains

**Figure IV.3.** *Montage utilisé pour l'attaque électrolytique ;*

IV.6. Structure référentielle

Après les attaques chimique et électrolytique qu'on a faites, on obtient les structures représentée des aciers 304L, 316L et 310 dans les figures IV.4, IV.5, IV.6, IV.7.

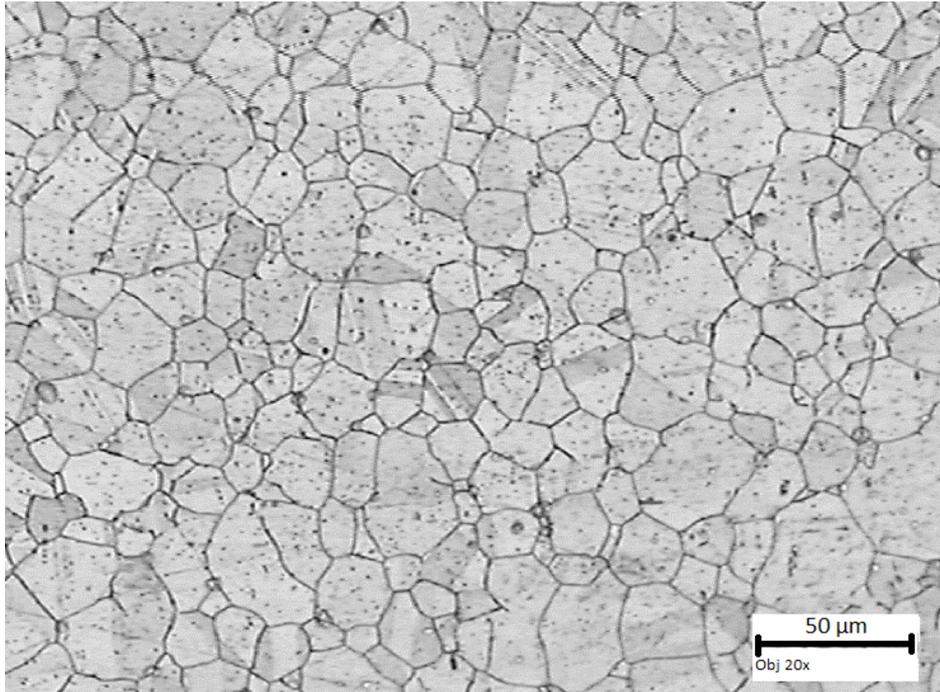


Figure IV.4 : microstructure du 316L après l'attaque électrolytique.

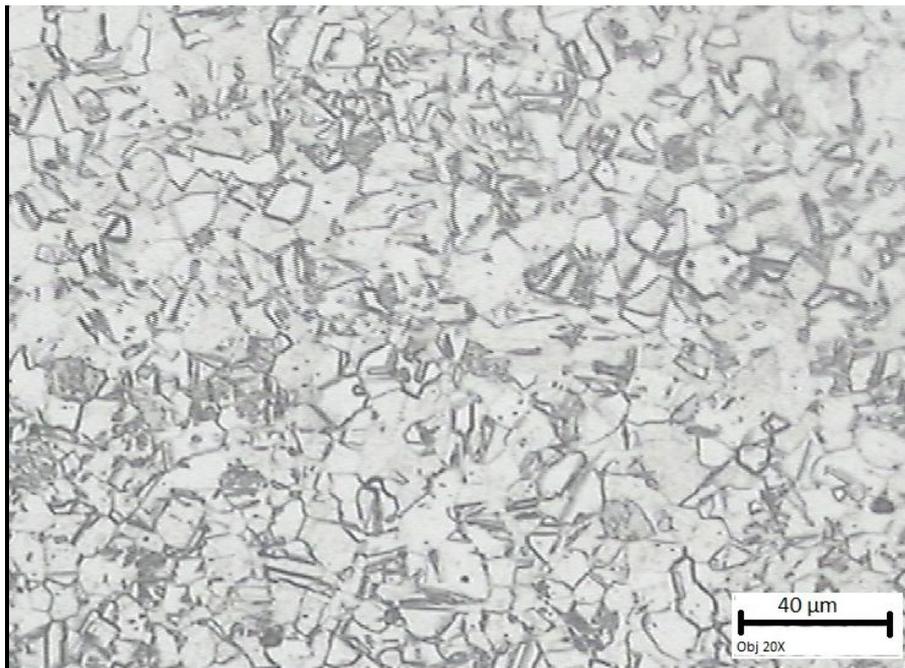


Figure IV.5 : microstructure du 304L après l'attaque chimique GX200.

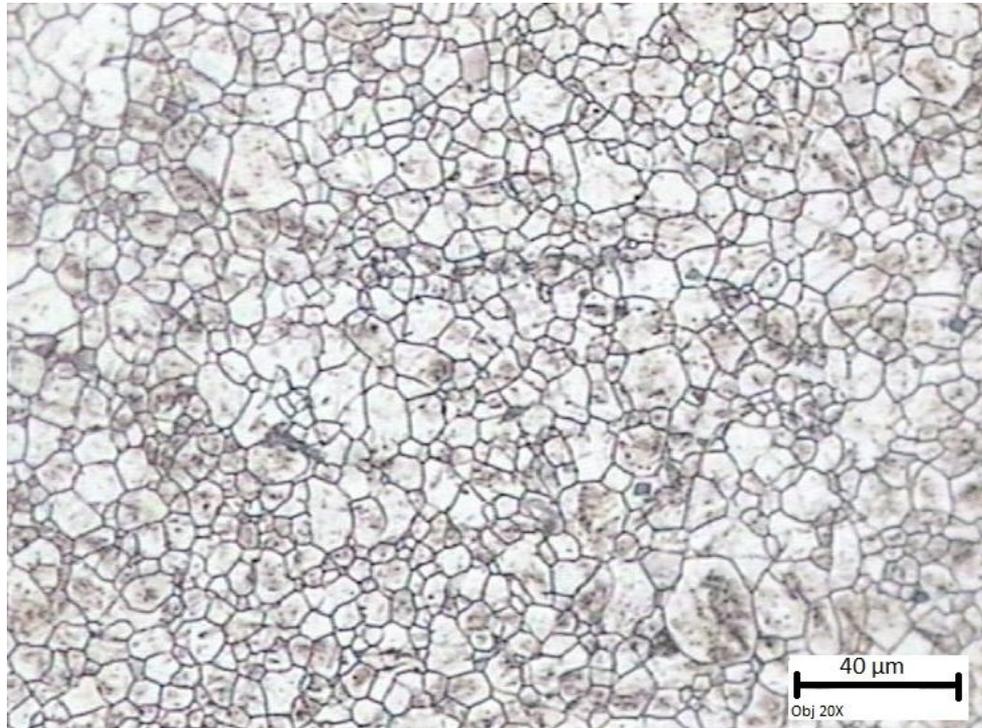


Figure IV.6 : microstructure du 304L après l'attaque électrolytique.

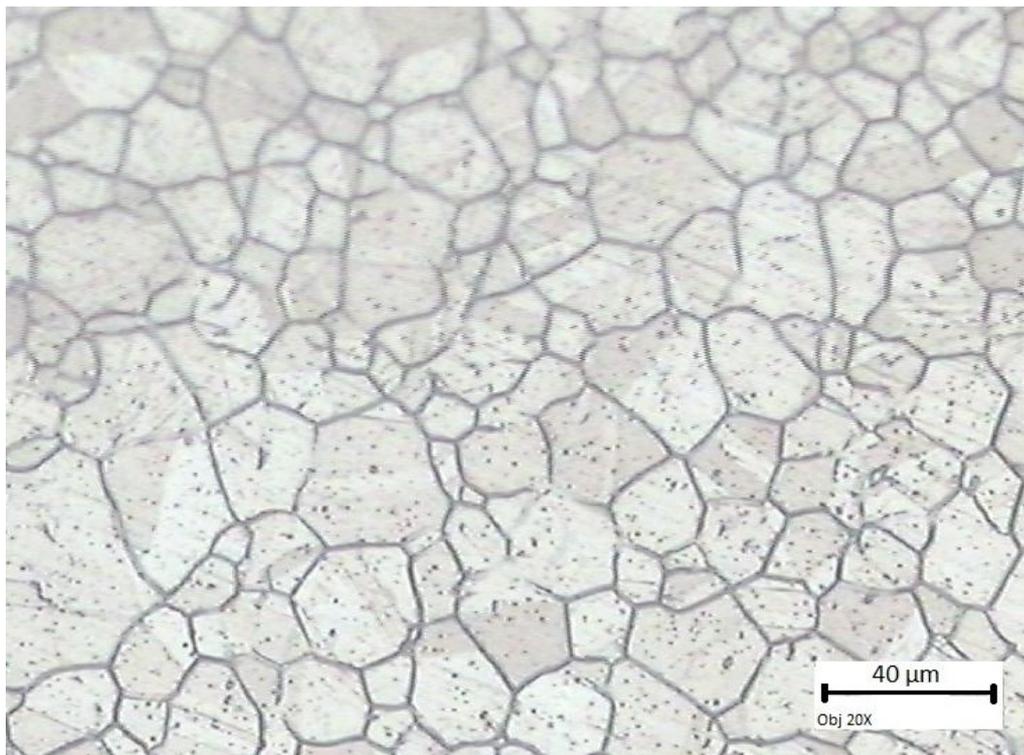


Figure IV.7 : microstructure du 310 après l'attaque électrolytique GX200.

IV. 7. Examen au microscope optique

Comme son nom l'indique, le microscope est un instrument permettant l'observation visuelle de petits objets ou détails d'objets, usuellement indiscernables à l'œil nu. Une des propriétés de cet appareil est son agrandissement angulaire, c'est-à-dire la possibilité de fournir une image agrandie d'un objet à étudier. Cependant, ce paramètre ne suffit pas à lui seul à caractériser les performances du dispositif. Il faut en effet que cette propriété s'applique à tous les détails de l'objet, y compris les plus fins [7].

La seconde propriété du microscope est donc sa résolution, dont découlent d'importantes conséquences pratiques, puisque cela implique de travailler avec des optiques de grande ouverture numérique, mais limitée par la diffraction. Les bons microscopes sont donc des systèmes optiques et mécaniques complexes et coûteux [7].

IV. 7. 1. Principe de fonctionnement

Le microscope est constitué comme le montre dans le schéma figure IV. 8:

- D'un objectif et d'un oculaire. Pour le moment, ils sont représentés par deux lentilles minces convergentes pour simplifier la compréhension. L'objectif et l'oculaire sont en réalité des systèmes épais composés de plusieurs lentilles, afin de limiter les aberrations [7].
- De deux diaphragmes DO et DC, respectivement diaphragme d'ouverture et diaphragme de champ de l'oculaire. L'objectif donne de l'objet AB une image (*intermédiaire*) réelle et agrandie A'B'. On place ensuite l'oculaire de telle sorte que l'image intermédiaire se trouve exactement à la position de son foyer objet Fo2. Dans cette configuration, l'image reprise par l'oculaire donne une image virtuelle à l'infini, observable par l'œil nu. Le grossissement global du microscope est donc le produit du grossissement de l'oculaire par l'agrandissement de l'objectif [7].

Pour assurer un agrandissement suffisant tout en limitant l'encombrement du microscope, l'objectif doit être de distance focale aussi courte que possible et l'objet AB placé très près en avant du foyer objet Fo1 [7].

IV. 7.2. Diaphragmes et pupilles

La pupille d'entrée de l'objectif se trouve à l'infini (*système télé-centrique objet*). Elle représente également la pupille d'entrée du microscope complet. La pupille de sortie de l'objectif est matérialisée par un diaphragme d'ouverture DO, se situant dans le plan focal image de l'objectif F_{i1xy} [7].

Ce diaphragme contrôle le flux de lumière entrant et représente donc l'ouverture numérique du système. La pupille de sortie du microscope est l'image par l'oculaire de la pupille de sortie de l'objectif (*le diaphragme d'ouverture DO*). Ainsi, le plan focal image F_{i2xy} du microscope est confondu avec le plan de sa pupille de sortie.

Cette pupille est l'anneau oculaire du microscope où l'observateur place son œil. Enfin, le diaphragme de champ DC se situe dans le plan focal, objet de l'oculaire Fi_{1xy} , et limite le champ observable [7].

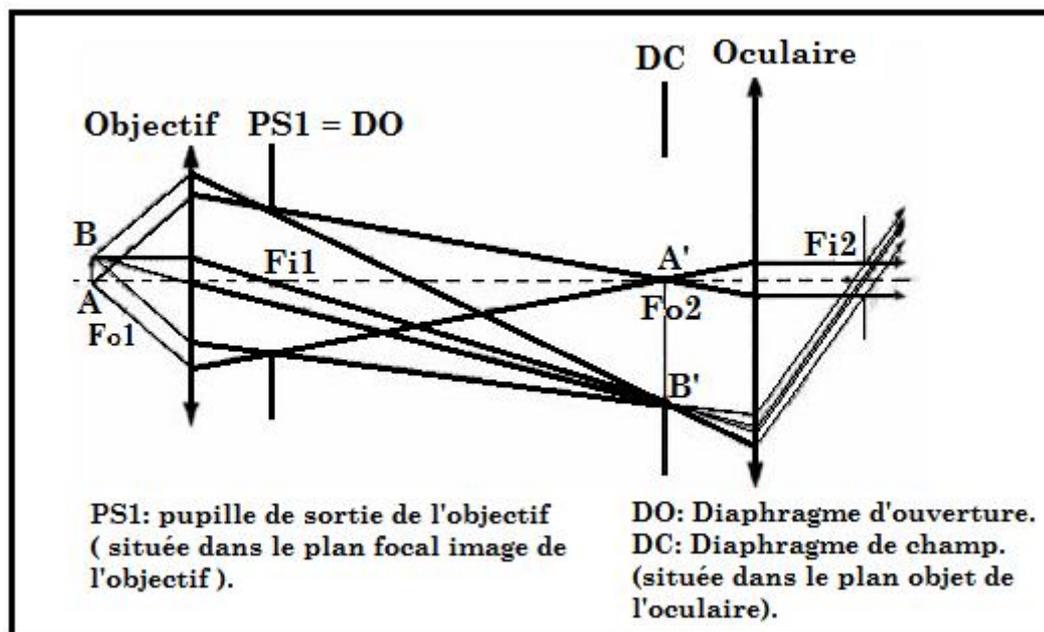


Figure IV. 8. Schéma de principe de la structure du microscope sur l'aspect optique [7].

À l'aide d'un microscope optique figure IV.9, nous avons visualisé et photographié les microstructures. Les photos sont prises par une caméra numérique reliée à l'ordinateur. Le logiciel d'acquisition des photos est le logiciel *Archimed* figure IV.10.

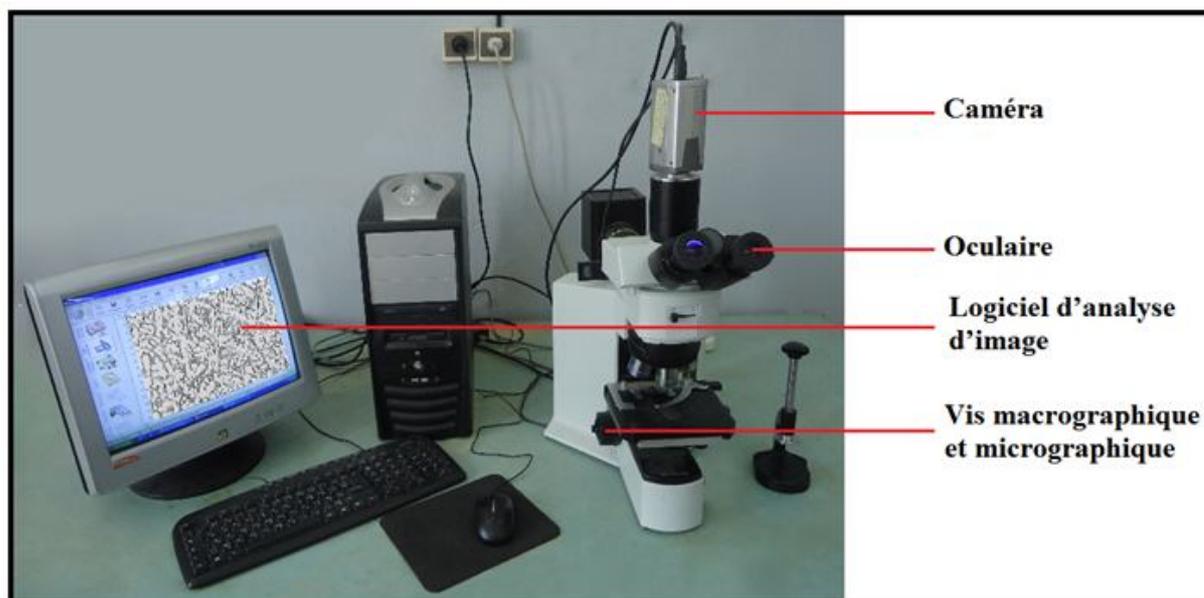


Figure IV. 9. Microscope optique "OLYMPUS BX51M".

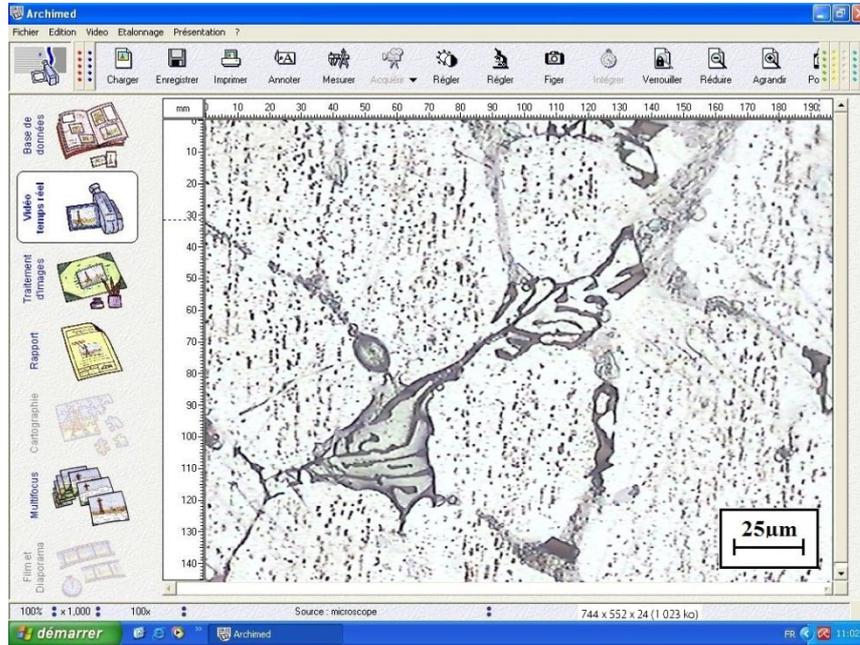


Figure IV. 10. Photographie de logiciel d'analyse d'image de travail 'Archimed'.

IV. 8. La dureté

La mesure de la dureté correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale du matériau considéré. La dureté est alors une propriété mécanique complexe et difficile à interpréter, qui dépend non seulement des caractéristiques de ce matériau, mais aussi de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration [19].

● Microduromètre

La microdureté est une l'une des propriétés mécaniques qui caractérisent les matériaux. Elle exprime la résistance d'un matériau soumis à une déformation plastique localisée.

L'essai de microdureté est réalisé à l'aide du microduromètre figure IV.11, le principe est de mesurer les diagonales des empreintes laissées par un cône, et avec une charge de 500g figure IV. 12.

La dureté Vickers par la mesure de la moyenne des diagonales, à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 1,8544 \cdot 10^3 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (\text{III.1})$$

Tel que :

d (μm) : La moyenne des diagonales.

F : La force appliquée en Kilo-Newton [19].



Figure IV. 11. *Microduromètre utilisé de type " SHIMADZU HMV-M3 ".*

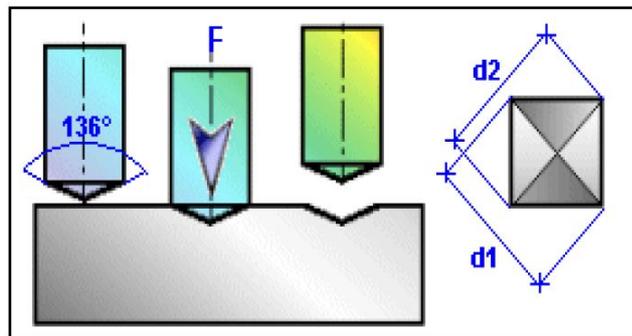


Figure IV. 12. *Dimensions de l'empreinte selon l'essai de la dureté Vickers.*

IV.9. Mode opératoire

IV.9.1 Laminage

Le laminage est un procédé de fabrication par déformation plastique. Cette déformation est obtenue par compression continue au passage d'un métal entre deux cylindres tournant dans des sens opposés appelés laminoir.

Un laminoir est une installation industrielle ayant pour but la réduction d'épaisseur d'un matériau (généralement du métal). On a utilisé pendant la manipulation un laminoir électrique dont la description montrée par la figure IV.13.

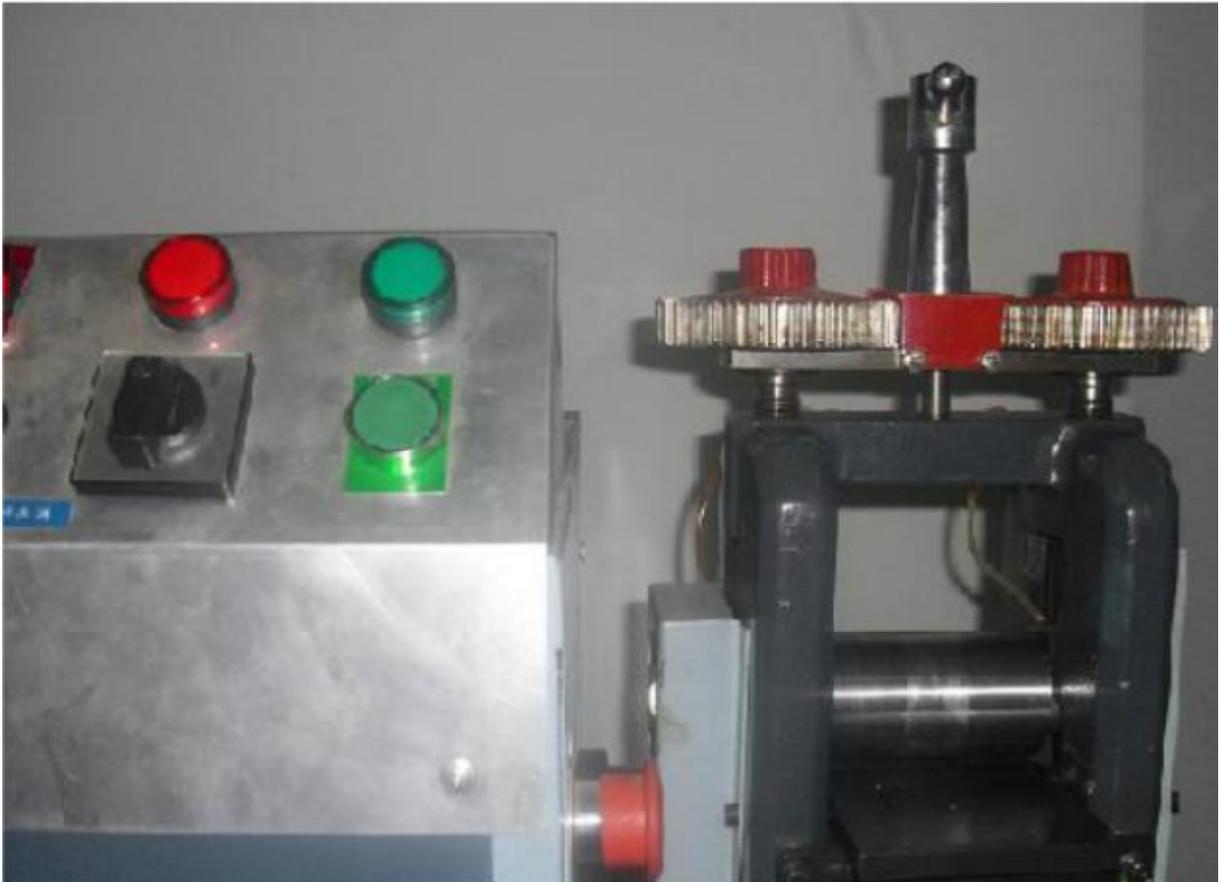


Figure IV.13. Une photo du laminoir électrique.

Les éprouvettes de dimension $75 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ et $53 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$ ont été laminées à froid, à différents taux de laminage : 20%, 30%, 40%, 50% et 60%. Le taux de laminage est calculé par la relation suivante :

$$\varepsilon \% = \ln \left(\frac{h_0}{h} \right)$$

h_0 : Épaisseur initiale.

h : Épaisseur finale.

Les tableaux IV.6, IV7 montre les dimensions finales des éprouvettes après chaque opération de laminage.

Tableau IV.6 Taux de déformation pour les aciers 304L, 310 d'épaisseur 2 mm.

taux ε %	Epaisseur	
	304L	310
0%	2	2
10%	1.8	1.8
20%	1.6	1.6
30%	1.4	1.4
40%	1.2	1.2
50%	1.0	1.0
60%	0.8	0.8

Tableau IV.7. Taux de déformation pour les aciers 304L, 316L d'épaisseur 1 mm.

taux ε %	Epaisseur (mm)	
	304L	316L
0%	1	1
10%	0.9	0.9
20%	0.8	0.8
30%	0.7	0.7
40%	0.6	0.6
50%	0.5	0.5
60%	0.4	0.4

IV .10. Traitement d'image

L'analyse d'image permet l'étude des échantillons à l'échelle microscopique. Les deux grands types d'utilisation sont l'analyse quantitative et la reconnaissance. Dans le premier cas, c'est l'exploitation de données numériques, portant aussi bien sur la taille, la densité, la couleur, la forme des objets ou l'organisation des structures, qui est primordiale. Dans le second cas, c'est l'identification des formes. Les formes peuvent être identifiées soit à partir de mesures, comme en analyse quantitative, soit à partir de transformations d'images suivies uniquement d'un dénombrement pour tester la présence ou non de la figure recherchée.

Après observation par le microscope optique, nous prenons les images obtenues sur l'ordinateur puis on les traite avec un logiciel de traitement d'image. Pour faire ce traitement on utilise le logiciel « image J » cf. *figure IV .14*.

▪ Image j : est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images. Le « J » indique que le programme a été écrit en Java, ce qui en fait un logiciel utilisable sur différents systèmes d'exploitation. Image j permet de dénombrer des particules, de mesurer diverses grandeurs (distances, surfaces), d'extraire des coordonnées de contours. Dans notre cas on utilise ce logiciel pour avoir la taille des grains.

A chaque application correspond un programme d'analyse d'images, qui comporte quatre étapes essentielles :

- L'acquisition de l'image ;
- La sélection des zones d'intérêt ;
- La mesure ;
- L'interprétation des résultats.

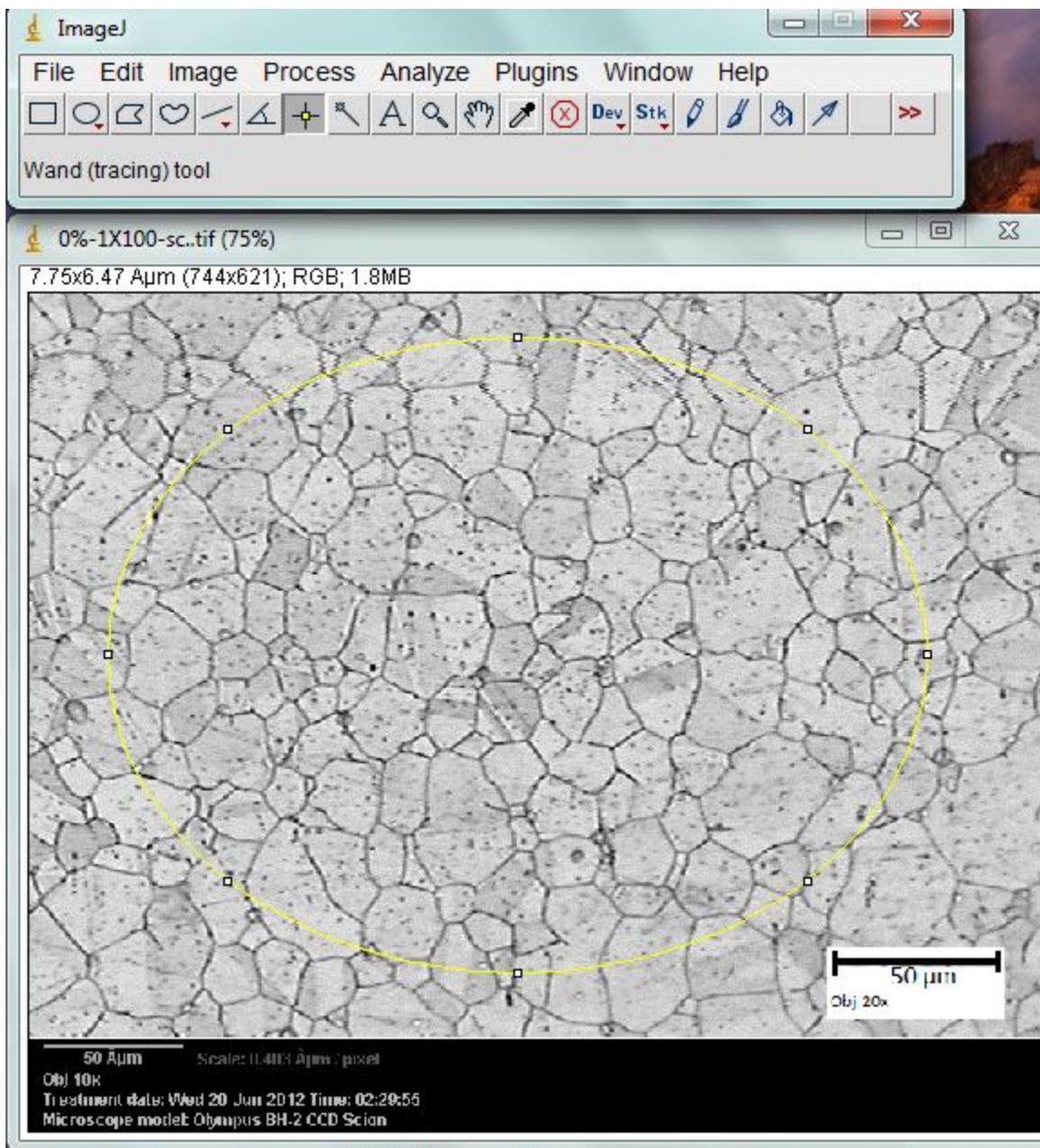


Figure IV.14. microstructure du l'acier inoxydable « image J », méthode de cercle.

Chapitre

V

*RÉSULTATS ET
INTERPRÉTATIONS*

V. Résultats et Interprétations

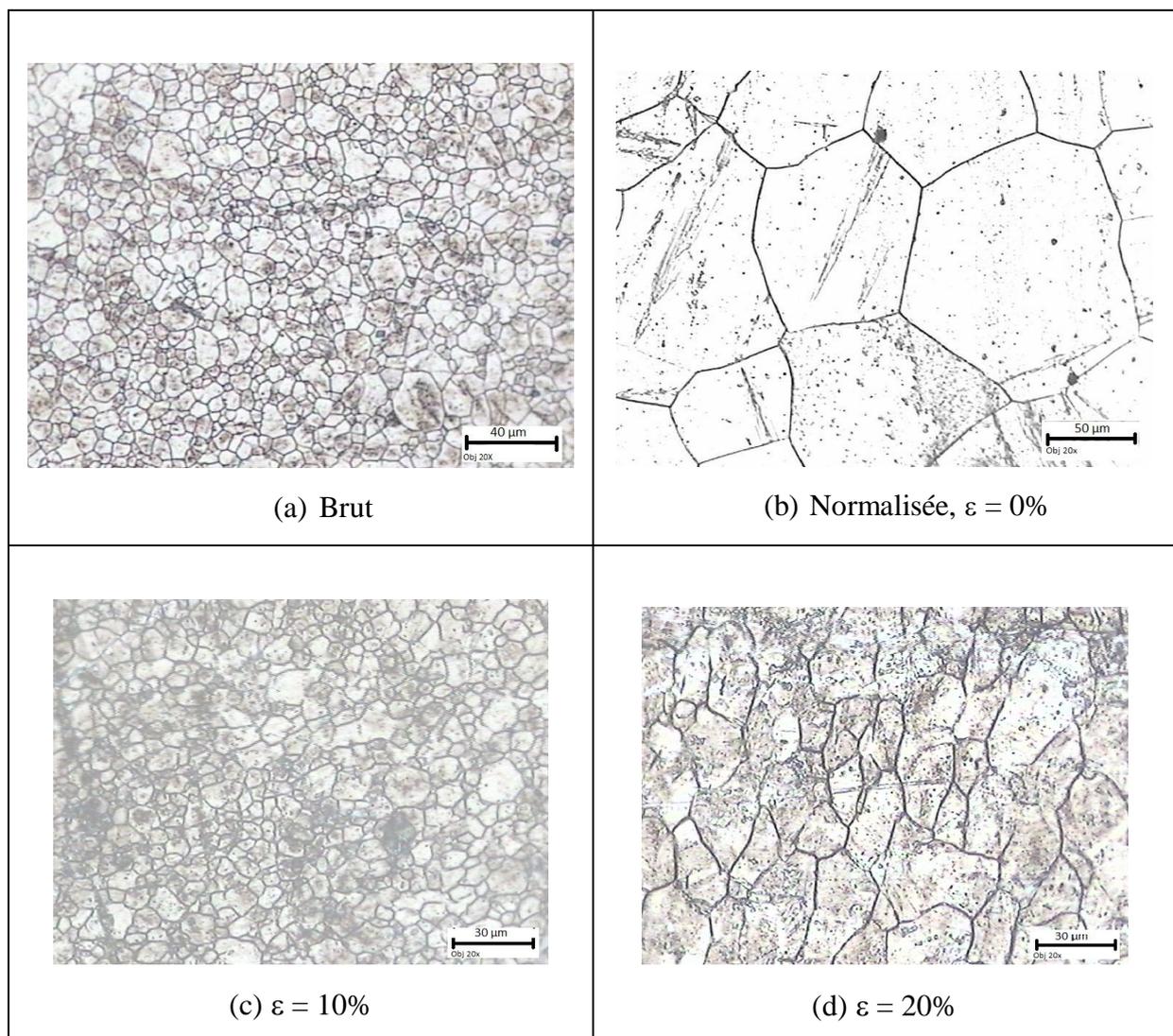
Nous allons d'abord, présenter les résultats expérimentaux sous forme d'images et de courbes, puis nous essaierons de les interpréter. Les résultats seront exposés dans l'ordre chronologique suivant : 304L, 310 et 316L.

V.1. L'acier inoxydable austénitique 304L

Les résultats de 304L concernent l'évolution de la microstructure, de la taille du grain et de la dureté en fonction du taux de déformation par laminage à froid.

V.1.1 Evolution structurale

La figure V.1 représente les différentes microstructures obtenues en fonction du taux de déformation appliqué par laminage à froid.



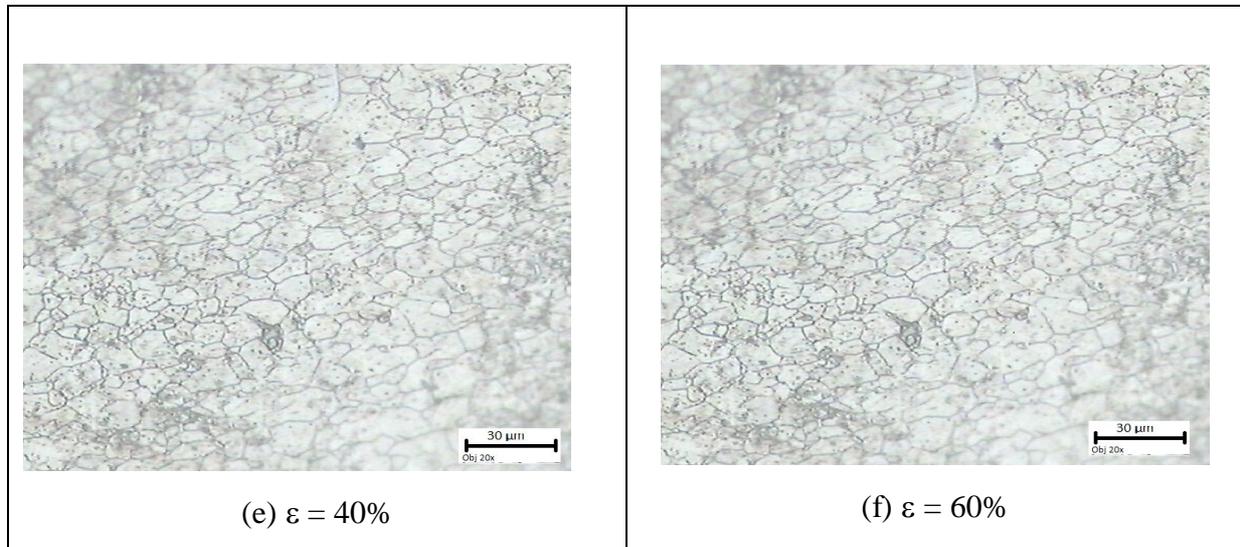


Figure V.1 : Evolution de la microstructure de 304L en fonction du Taux de déformation, a) 0%, b) normalisée 0%, c) 10%, d) 20%, e) 40% et f) 60%.

V.1.2 Evolution de la taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains a été estimée à partir de nos microstructures à l'aide du logiciel de l'analyse d'image "Image j". Les valeurs obtenues sont représentées sur la figure V.2. On constate qu'au-delà de la valeur 10% le diamètre devient presque constant.

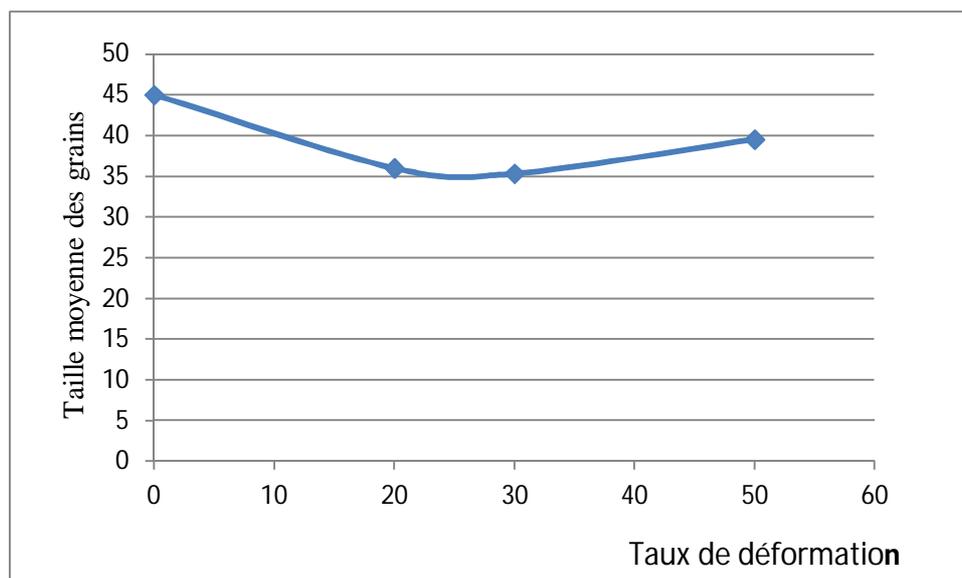


Figure V.2 : L'évolution de la taille moyenne des grains avec le taux de déformation de 304L.

V.1.3 Evolution de la dureté

La figure V.3 montre l'évolution de microdureté de nos microstructures en fonction du taux de déformation. On constate qu'elle est croissante avec le taux de déformation.

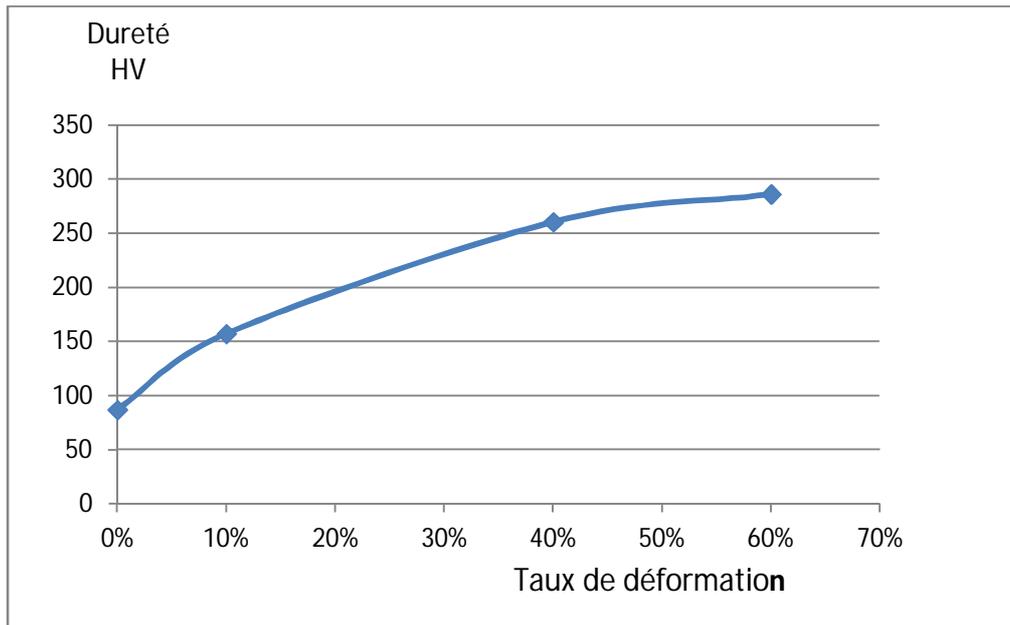


Figure V.3 : L'évolution de la dureté avec le taux de déformation dans 304L.

V.2 L'acier inoxydable austénitique 310

Les résultats de 310 concernent l'évolution de la microstructure, de la taille du grain et de la dureté en fonction du taux de déformation par laminage à froid.

V.2.1 Evolution structurale

La figure V.4 représente les différentes microstructures obtenues en fonction du taux de déformation appliqué par laminage à froid.

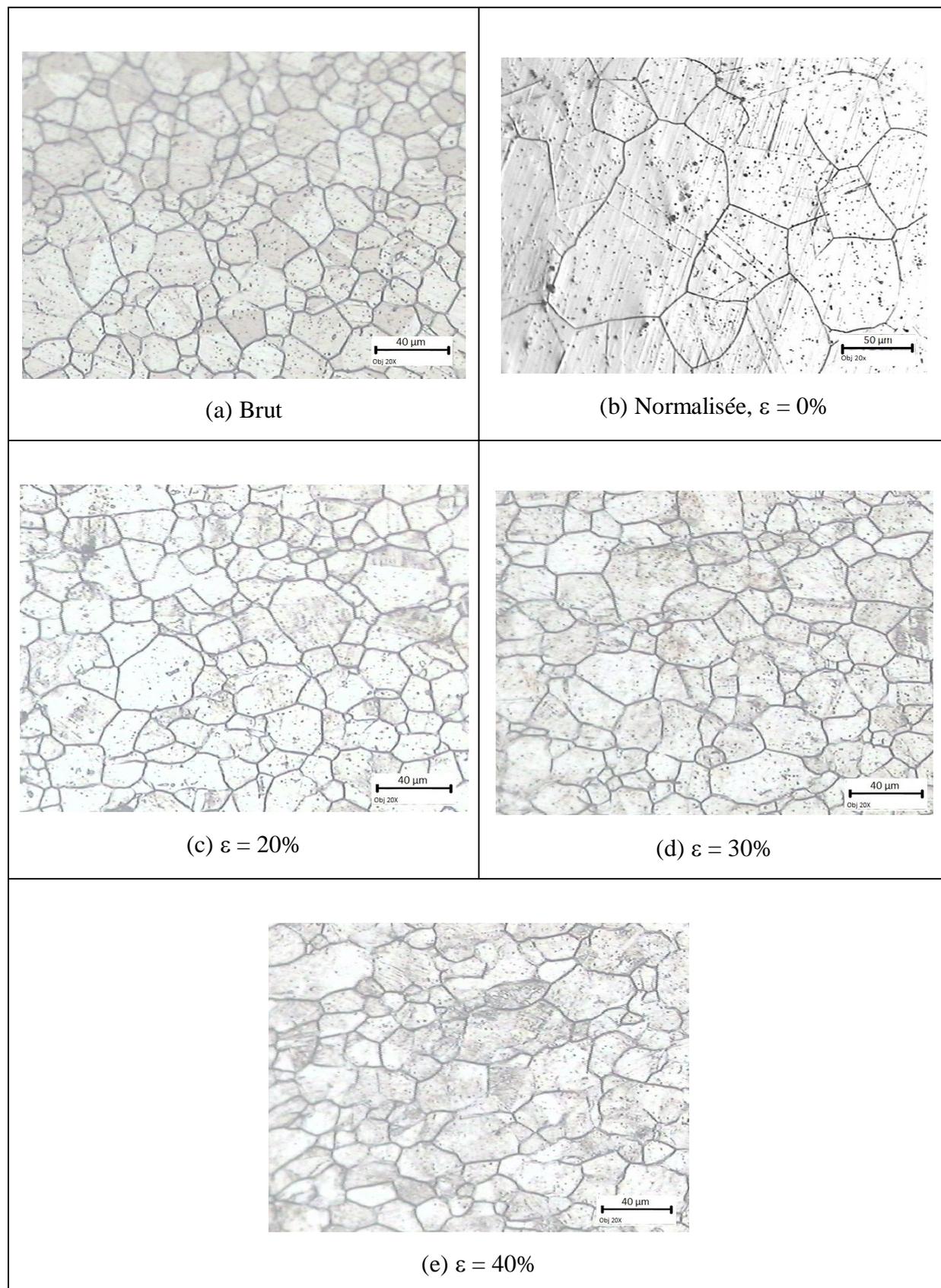


Figure V.4 : Evolution de la microstructure de 304L en fonction du Taux de déformation, a) 0%, b) normalisée 0%, c) 20%, d) 30%, e) 40%.

V.2.2 Evolution de la taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains a été estimée à partir de nos microstructures à l'aide du logiciel de l'analyse d'image "Image j". Les valeurs obtenues sont représentées sur la figure V.5. On constate qu'au-delà de la valeur 20% le diamètre devient presque constant et que sa taille est plus grande que dans le cas de l'acier inoxydable austénitique 304L.

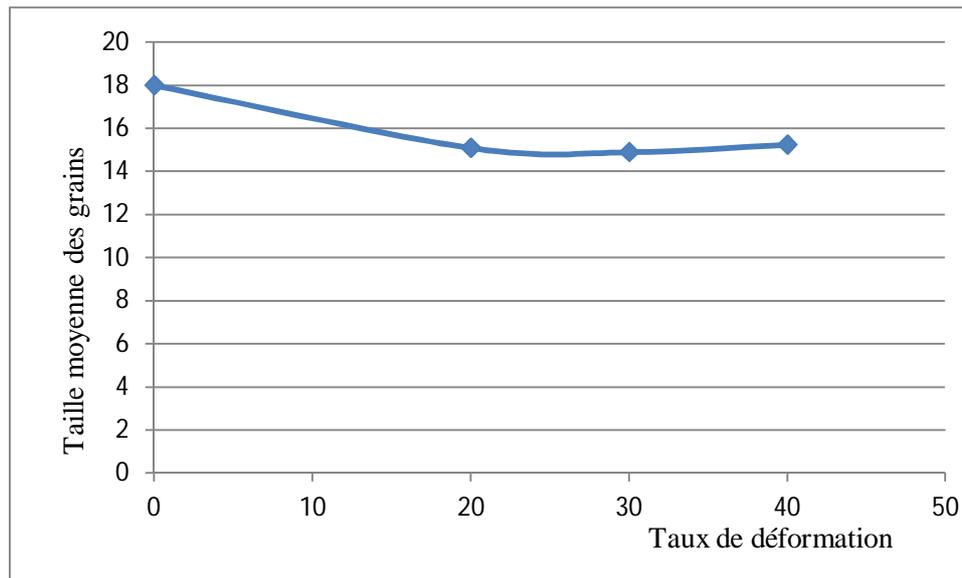


Figure V.5 : L'évolution de la taille moyenne des grains avec le taux de déformation de 310.

V.2.3 Evolution de la dureté

La figure V.6 montre l'évolution de microdureté de nos microstructures de cet acier en fonction du taux de déformation. On constate qu'elle est croissante avec le taux de déformation et sa valeur est plus grande que celle de l'acier inoxydable austénitique 304L.

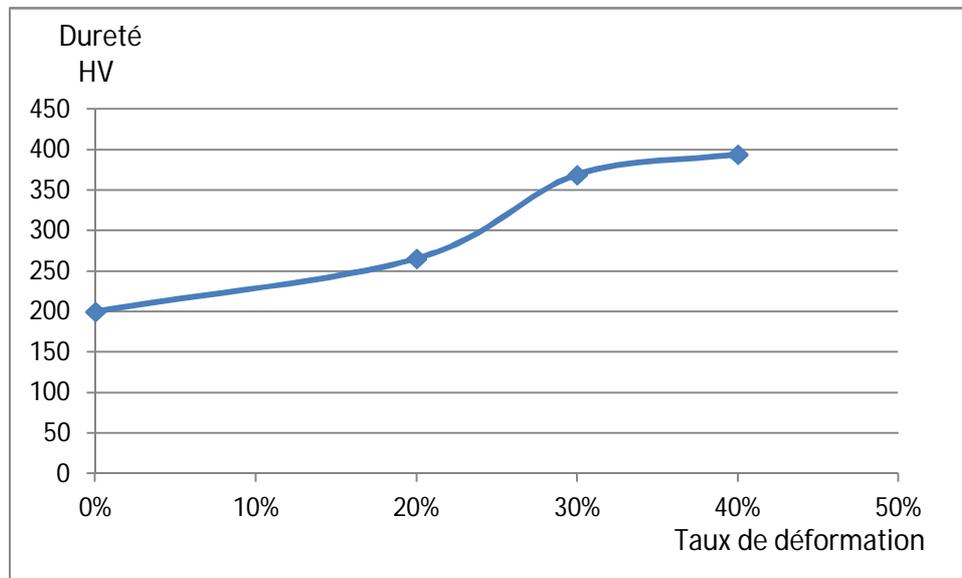


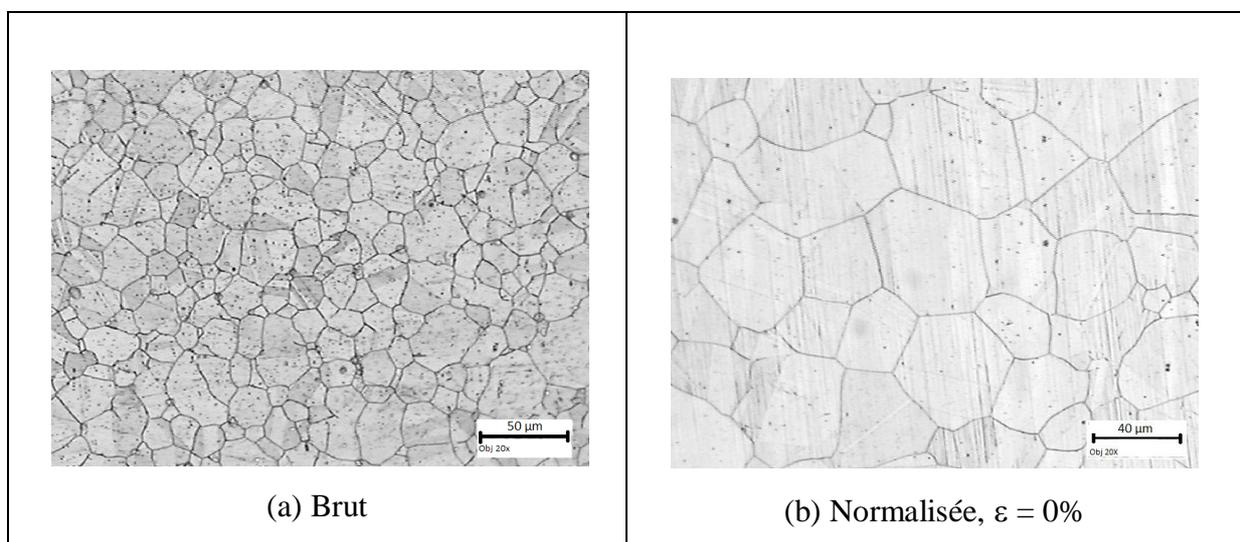
Figure V.6: L'évolution de la dureté avec le taux de déformation dans 310.

V.3 L'acier inoxydable austénitique 316L

Les résultats de 316L concernent l'évolution de la microstructure, de la taille du grain et de la dureté en fonction du taux de déformation par laminage à froid.

V.3.1 Evolution structurale

La figure V.7 représente les différentes microstructures obtenues en fonction du taux de déformation appliqué par laminage à froid.



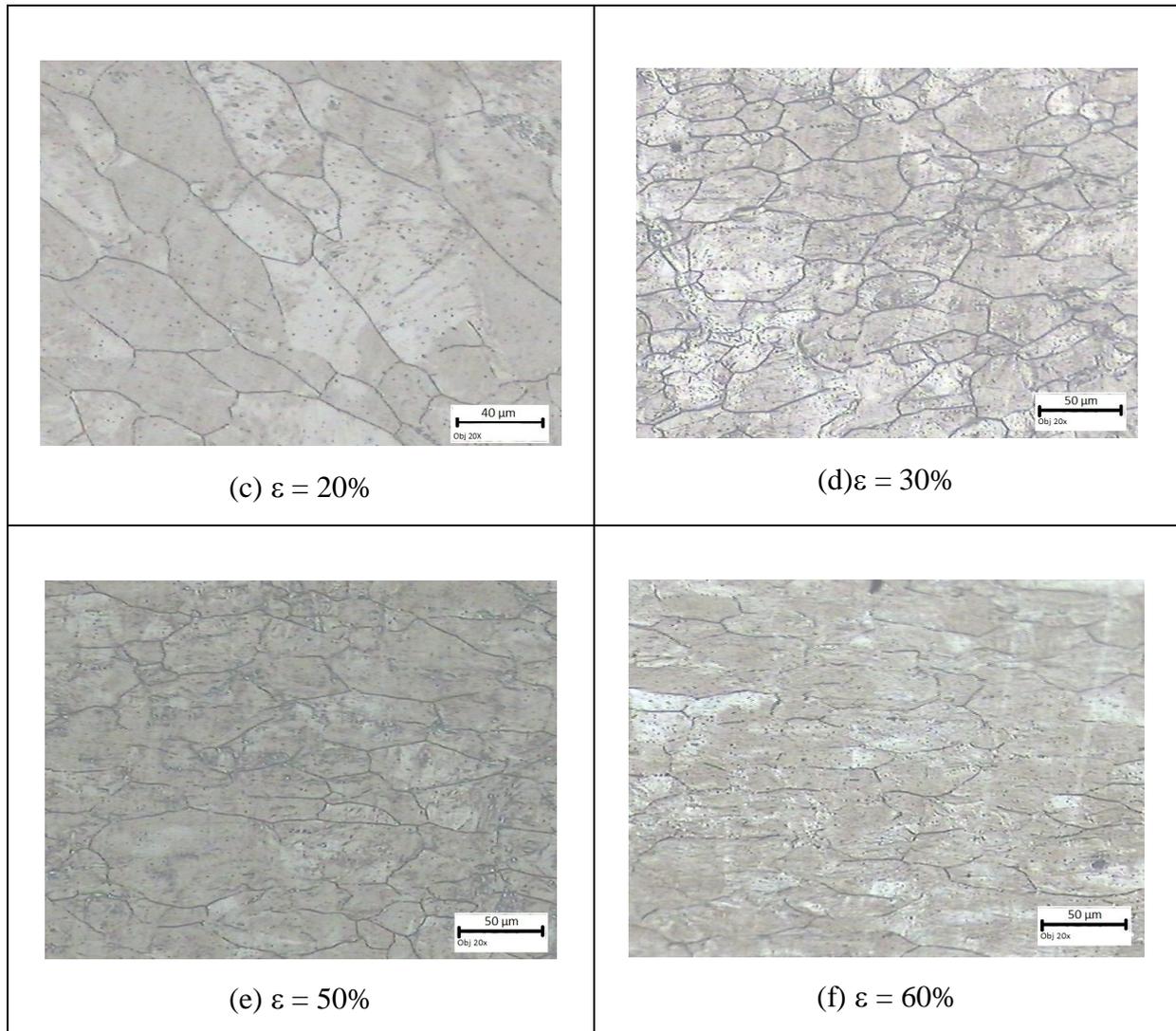


Figure V.7 : Evolution de la microstructure de 316L en fonction du Taux de déformation, a)0%, b)normalisée 0%,c) 20%,d) 30%,e) 50%,f) 60%.

V.3.2 Evolution de la taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains a été estimée à partir de nos microstructures de cet acier à l'aide du logiciel de l'analyse d'image "Image j". Les valeurs obtenues sont représentées sur la figure V.8. On constate qu'au-delà de la valeur 20% le diamètre devient presque constant et que sa taille est plus grande que dans les cas d'aciers inoxydables austénitiques 304L et 310.

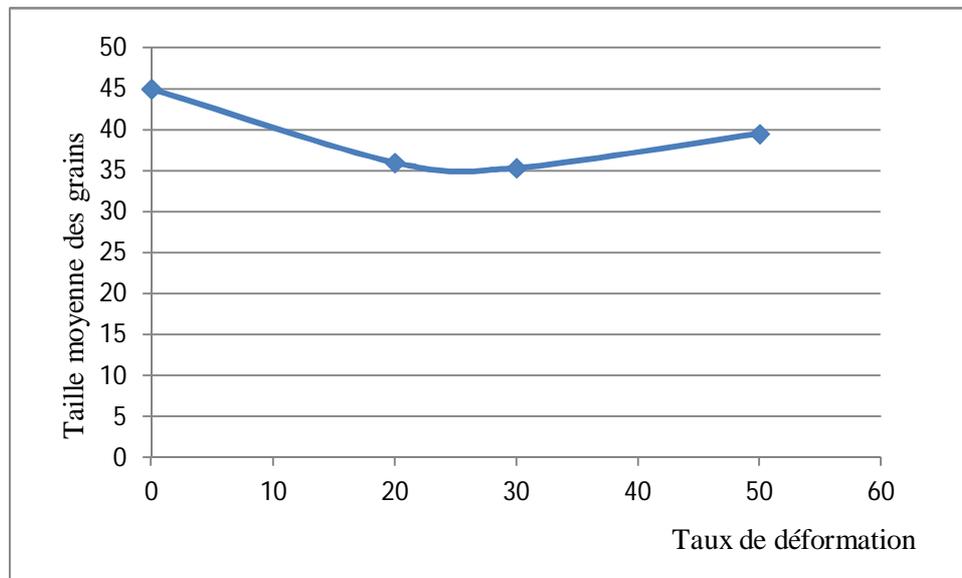


Figure V.8 : L'évolution de la taille moyenne des grains avec le taux de déformation de 316L.

V.3.3 Evolution de la dureté

La figure V.9 montre l'évolution de microdureté de nos microstructures de cet acier en fonction du taux de déformation. On constate qu'elle est croissante avec le taux de déformation et sa valeur est plus grande que dans les aciers inoxydables austénitiques 304L et 310.

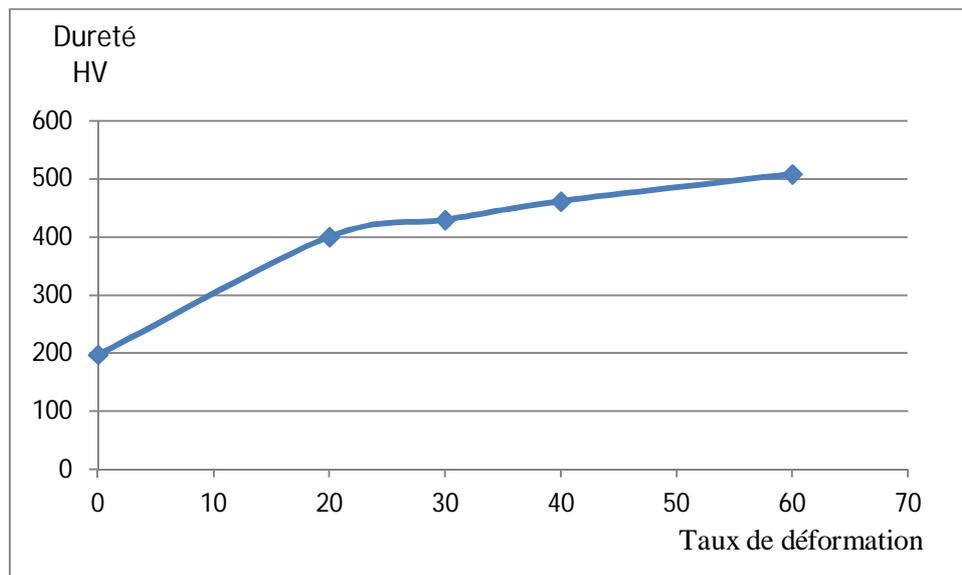


Figure V.9: L'évolution de la dureté avec le taux de déformation dans 316L.

V.4 Interprétations

Les microstructures de 304L ne dégagent aucune caractéristique significative, elles correspondent à des grains de l'austénite, dans quelques plages elles sont allongées dans le sens de la direction du laminage. Par contre les grains des microstructures de 310 sont petits et ils ont tendance à avoir une taille constante. Ceci est due au fait que l'excès de la teneur en chrome ($> 18\%$) peut former des carbures avec l'excès de carbone ($> 0,02\%$). La présence de ces carbures stabilise la taille du grain austénitique. Les microstructures de 316L sont caractérisées par la présence des plages noires surtout pour les déformations supérieures à 20%. Ces plages noires correspondent à l'austénite déformée, mais est-ce que c'est des lattes de la martensite ? La qualité médiocre de nos microstructures nous ne permet pas d'affirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

La figure V.10 montre une comparaison de la taille moyenne du grain estimée par le logiciel de l'analyse d'image "Image j" entre les trois aciers inoxydables austénitiques étudiés. On constate que quel que soit la valeur du taux de déformation, la plus grande valeur de la taille moyenne du grain est celle de 316L suivie de celle de 310 puis celle de 304L. Ce résultat reste pour le moment inexplicable et nécessite une vérification des estimations données par le logiciel de l'analyse d'image "Image j" ou carrément, on va utiliser une autre méthode pour confirmer ou infirmer ces résultats.

La figure V.11 compare les duretés mesurées des trois aciers inoxydables austénitiques étudiés. On constate que quel que soit la valeur du taux de déformation, la plus grande valeur de la dureté est celle de 316L suivie de celle de 310 puis celle de 304L. Ceci est due au fait que la composition chimique de 304L ne lui permet pas de former des carbures ou des précipités et il n'y a pas d'éléments d'alliages dans la solution solide austénitique en quantités suffisantes, à l'inverse de 310 et 316L.

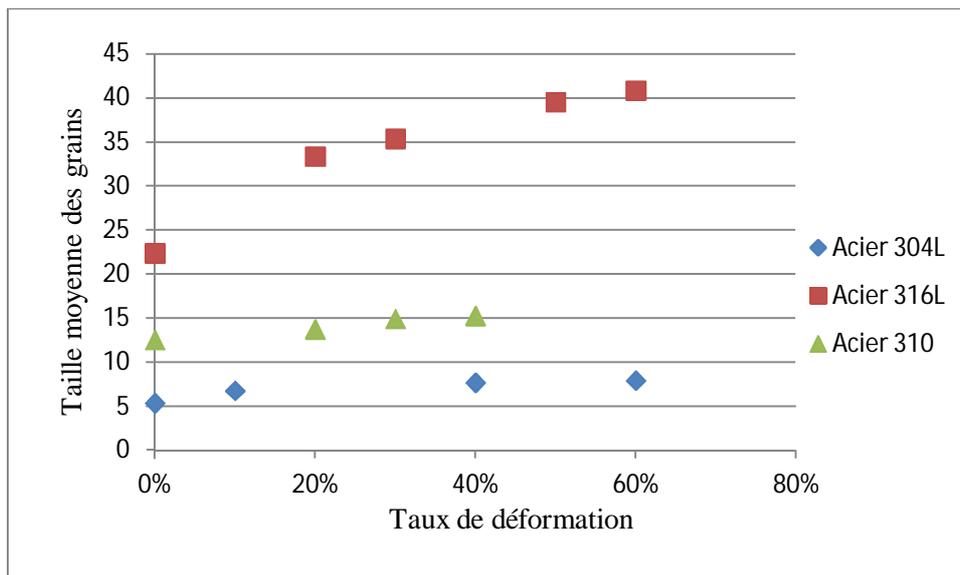


Figure V.10 : Comparaison de la taille moyenne des grains des trois aciers étudiés.

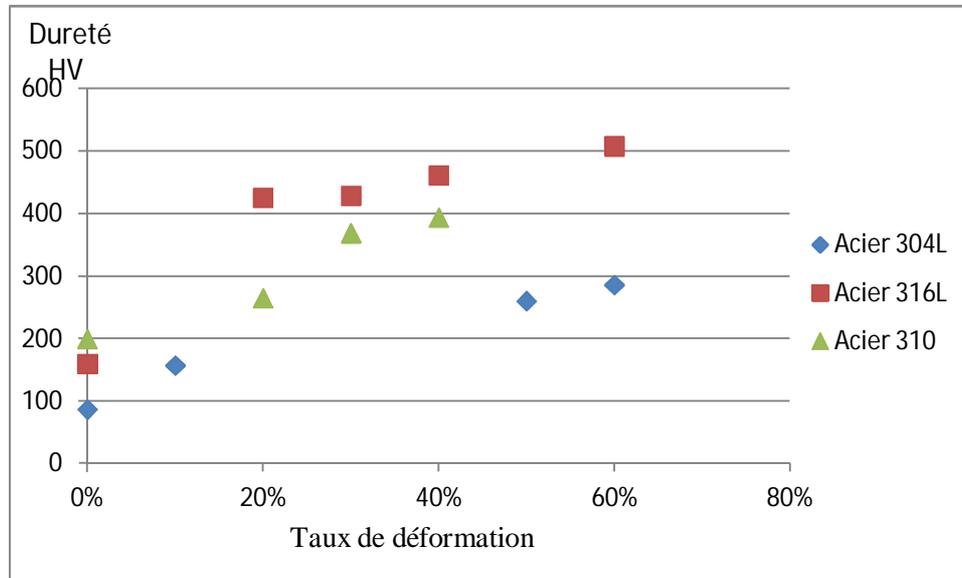


Figure V.11: *Comparaison de la dureté des trois aciers étudiés.*

On conclusion, ces aciers se durcissent et leurs microstructures ne présentent pas des changements radicaux au cours de sollicitations mécaniques.

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'objectif de cette étude est de mettre en évidence le comportement des microstructures des aciers inoxydables austénitiques 304L, 310 et 316L et l'évolution de leurs duretés, suite à des sollicitations mécaniques.

Nous signalons que les échantillons étudiés ont été prélevés sur des tôles déjà laminées.

L'étude de l'évolution des microstructures a été faite par l'intermédiaire de l'estimation de la taille moyenne des grains à l'aide d'un logiciel de l'analyse d'image "Image j".

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

Pour 304L

- La microstructure obtenue correspond à celle d'une microstructure monophasée.
- La taille moyenne des grains est de l'ordre de 35 μ m.
- La dureté oscille entre 100 et 250HV.

Pour 310

- La microstructure obtenue montre des grains fins avec une tendance à avoir une taille constante. Les joints de grains sont denses et noirs.

Pour 316L

- La microstructure présente des plages de couleur noires pour des taux de déformations supérieures à 20%.

Le classement de la dureté de ces aciers par ordre de croissance est le suivant 304L, 310 et 316L.

Par ailleurs, il y a lieu de signaler, que dans tout travail expérimental, il faut veiller à la reproductibilité des résultats, pour aboutir à une interprétation rigoureuse, et confirmer au mieux les phénomènes physiques. Et que les paramètres d'étude doivent être pris et varier un par un afin de dégager l'effet propre de chacun. Chose que nous n'avons pas pu faire, malheureusement, par manque de moyens et de temps, mais que nous recommandons vivement.

Suggestions

Mon travail a abouti à un certain nombre de résultats, mais il est certain qu'il est nécessaire de les affiner par d'autres investigations, telles que l'essai de traction, pour compléter nos connaissances sur les réponses de ces aciers pendant ses sollicitations mécaniques². Une fois que ce complément est fait, la décision de choisir une nuance pour fabriquer les parois des réservoirs de stockage sera facile à prendre.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [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 métalliques», 2e édition, 2008.
- [6] **M. COLOMBIE et coll.**
« Matériaux métalliques ». 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.**
Etude de comportement en fatigue thermique d'une soudure en acier inoxydable austénitique de nuance AISI 304 Mémoire de fin d'étude, École 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, École Nationale Polytechnique, Alger. (Juin 2004).
- [10] **Michel DUPEUX.**
« aide mémoire sciences des matériaux », édition Dunod, 2005

- [11] **Abdelhakim BOUABDALLAH.**
Etude de la restauration et de la recristallisation d'un acier inoxydable austénitique (316L) déformé par laminage Mémoire de fin d'étude, École Nationale Polytechnique, Alger. (Juin 2011).
- [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/décembre 2002.
- [14] **Madeleine Durand-charre**
La microstructure des aciers et des fontes .institut National polytechnique de
Grenoble.2003
- [15] **A. AMROUCHE A, M. BISKRI**
Influence du vieillissement à 700°C sur la microstructure d'un joint soudé
en inoxydable austénitique (316L), Mémoire de fin d'étude, École Nationale
Polytechnique, Alger. Juin 2011
- [16] **Pierre-Jean CUNAT**
Aciers inoxydables : Fabrication. Techniques de l'Ingénieur. M4543. Traité
Des Matériaux. 2003.
- [17] **Pierre-Jean CUNAT**
Affinage des aciers inoxydables. Techniques de l'Ingénieur. M7760. Traité
Des Matériaux. 2003.
- [18] **KAHLOUCHE Abdessalem**
Influence des variables thermomécaniques sur la structure et les propriétés
mécanique d'acier doux Mémoire de fin d'étude, École Nationale
Polytechnique, Alger. (Juin 2006).
- [19] **Robert LÉVÊQUE**
Traitements thermiques dans la masse des aciers à outils. Techniques de
l'Ingénieur. M1134. Traité Des Matériaux. 2003.

- [20] **Marie-Thérèse LEGER**
Traitements thermiques des pièces en aciers moulés. Techniques de l'Ingénieur. M1148. Traité Des Matériaux. 2003.

- [21] **Pierre-Jean CUNAT**
Aciers inoxydables Mise en œuvre. Techniques de l'Ingénieur. M4542. Traité Des Matériaux. 2003.

ANNEXE (a)

A04		MILL CERTIFICATE BS EN 10204/3.1 CERTIFICAT DE RECEPTION NF EN 10204/3.1 ABNAHMEPRUEFZEUGNIS DIN EN 10204/3.1						N-Nr-N 11K0041363-01 V01		A03
A01		Company Certificate: Certified acc. FED 97/23/EC Annex I § 4.3 by Certification Body 0036 of TÜV SÜD. Industrie Service GmbH with certificate No.: 314/2007/MUC. Resounded of counter signature agreed by TÜV SÜD (9/5/2007). Approved acc. AD 2000-Merkblatt W9/TRD 100 by TÜV SÜD Industrie Service GmbH. Confirmation letter from TÜV SÜD Industrie Service GmbH of 07/05/2010 about the uniformity of coils acc. AD 2000 W2 §4.1.1						A02		
A05		Surveyor's mark Cachet de l'expert Stempel des Werkstoffverständigen				Purchaser and/or consignee Client et/ou destinataire Besteller und/oder Empfänger		Purchaser's order number N° de commande client Kundenbestellnummer		A07
A06		Tech. Req.: AD 2000 W2/2008 -- AD 2000 W10/2007 -- EN 13445-2/2009 (cor.2010)						A08		
A09		Manufacturer's works order number N° de la commande usine productrice Werkauftragsnummer						A10		
A11		Product - Produit - Erzeugnis COILS, HOT ROLLED, ANNEALED AND PICKLED COILS, LAMINE A CHAUD, RECOITS + DRECAFE COILS, WARMGEWALZT, GEBLUBT UND GERBEIZT						A12		
A13		Steel designation Désignation de l'acier Stahlbezeichnung		Finish Présentation Ausführung		Steelmaking process Mode d'élaboration de l'acier - Stahlherstellungsverfahren Prod. process: Electric arc furnace - VOD/AOD - Continuous casting Proc. fabric.: Four à arc - VOD/AOD - Coulée continue Fertigungsablauf: Elektro-Ofen - VOD/AOD - Stranggussanlage		A14		
A15		EN 10028-7-2008 1.4307 / 1.4301 EN 10088-2-2005 1.4307 / 1.4301 ASTM A 240-2010 TYPE 304L / 304 ASME SA 240-2010 TYPE 304L / 304		1D 1D NO 1 NO 1		Any supplementary requirements Prescriptions supplémentaires - Zusätzliche Anforderungen		A16		
A17		Product delivery condition Etat de livraison du produit - Lieferzustand						A18		
A19		Solution treated: Hypertrempé; Lösungsgegl./abgesohrtekt:						A20		
A21		1050 C						A22		
A23		Forced air - Air forcé Gebläse Luft						A24		
NACE MR 0175 / ISO 15156-3 // ASTM A480 / A480M -10 -- ASME SA480 / SA480M -10 // CORROSION TEST: ASTM A362-E:OK										
B. 53943										
A25		Identification of the product Identification du produit - Identifizierung des Erzeugnisses MELTED IN BELGIUM, MADE IN BELGIUM						A26		
A27		Dimensions Dimensions - Abmessungen						A28		
A29		Thickness Épaisseur - Dicke						A30		
A31		Width Largeur - Breite						A32		
A33		Length Longueur - Länge						A34		
A35		Number of pieces Nb de pièces - Stückzahl						A36		
A37		Net weight Poids net - netto Gewicht						A38		
A39		13104410						A40		
A41		131044						A42		
A43		5.00 mm						A44		
A45		2000.00 mm						A46		
A47		8780 KG						A48		
CHEMICAL ANALYSIS - ANALYSE CHIMIQUE - CHEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG										
A49		C						A50		
A51		Si						A52		
A53		Mn						A54		
A55		Ni						A56		
A57		Cr						A58		
A59		Mo						A60		
A61		Ti						A62		
A63		N						A64		
A65		S						A66		
A67		P						A68		
A69		0.030						A70		
A71		0.75						A72		
A73		2.00						A74		
A75		8.00						A76		
A77		18.00						A78		
A79		10.50						A80		
A81		0.100						A82		
A83		0.015						A84		
A85		0.045						A86		
A87		0.026						A88		
A89		0.47						A90		
A91		1.47						A92		
A93		8.00						A94		
A95		18.04						A96		
A97		0.063						A98		
A99		0.005						A100		
A101		0.032						A102		
A103		C71						A104		
A105		C72						A106		
A107		C73						A108		
A109		C74						A110		
A111		C75						A112		
A113		C76						A114		
A115		C77						A116		
A117		C78						A118		
A119		C79						A120		
A121		C80						A122		
A123		C81						A124		
A125		C82						A126		
A127		C83						A128		
A129		C84						A130		
A131		C85						A132		
A133		C86						A134		
A135		C87						A136		
A137		C88						A138		
A139		C89						A140		
A141		C90						A142		
A143		C91						A144		
A145		C92						A146		
A147		C93						A148		
A149		C94						A150		
A151		C95						A152		
A153		C96						A154		
A155		C97						A156		
A157		C98						A158		
A159		C99						A160		
A161		C100						A162		
A163		C101						A164		
A165		C102						A166		
A167		C103						A168		
A169		C104						A170		
A171		C105						A172		
A173		C106						A174		
A175		C107						A176		
A177		C108						A178		
A179		C109						A180		
A181		C110						A182		
A183		C111						A184		
A185		C112						A186		
A187		C113						A188		
A189		C114						A190		
A191		C115						A192		
A193		C116						A194		
A195		C117						A196		
A197		C118						A198		
A199		C119						A200		
A201		C120						A202		
A203		C121						A204		
A205		C122						A206		
A207		C123						A208		
A209		C124						A210		
A211		C125						A212		
A213		C126						A214		
A215		C127						A216		
A217		C128						A218		
A219		C129						A220		
A221		C130						A222		
A223		C131						A224		
A225		C132						A226		
A227		C133						A228		
A229		C134						A230		
A231		C135						A232		
A233		C136						A234		
A235		C137						A236		
A237		C138						A238		
A239		C139						A240		
A241		C140						A242		
A243		C141						A244		
A245		C142						A246		
A247		C143						A248		
A249		C144						A250		
A251		C145						A252		
A253		C146						A254		
A255		C147						A256		
A257		C148						A258		
A259		C149						A260		
A261		C150						A262		
A263		C151						A264		
A265		C152						A266		
A267		C153						A268		
A269		C154						A270		
A271		C155						A272		
A273		C156						A274		
A275		C157						A276		
A277		C158						A278		
A279		C159						A280		
A281		C160						A282		
A283		C161						A284		
A285		C162						A286		
A287		C163						A288		
A289		C164						A290		
A291		C165						A292		
A293		C166						A294		
A295		C167						A296		
A297		C168						A298		
A299		C169						A300		
A301		C170						A302		
A303		C171						A304		
A305		C172						A306		
A307		C173						A308		
A309		C174						A310		
A311		C175						A312		
A313		C176						A314		
A315		C177						A316		
A317		C178						A318		
A319		C179						A320		
A321		C180						A322		
A323		C181						A324		
A325		C182						A326		
A327		C183						A328		
A329		C184						A330		
A331		C185						A332		
A333		C186						A334		
A335		C187						A336		
A337		C188						A338		
A339		C189						A340		
A341		C190						A342		
A343		C191						A344		
A345		C192						A346		
A347		C193						A348		
A349		C194						A350		
A351		C195						A352		
A353		C196						A354		
A355		C197						A356		
A357		C198						A358		
A359		C199						A360		
A361		C200						A362		
A363		C201						A364		
A365		C202						A366		
A367		C203						A368		
A369		C204						A370		
A371		C205						A372		
A373		C206						A374		
A375		C207						A376		
A377		C208						A378		
A379		C209						A380		
A381		C210						A382		
A383		C211						A384		
A385		C212						A386		
A387		C213						A388		
A389		C214						A390		
A391		C215						A392		
A393		C216						A394		
A395		C217						A396		
A397		C218						A398		
A399		C219						A400		
A401		C220						A402		
A403		C221						A404		
A405		C222						A406		
A407		C223						A408		
A409		C224						A410		
A411		C225						A412		
A413		C226						A414		
A415		C227						A416		
A417		C228						A418		
A419		C229						A420		
A421		C230						A422		
A423		C231						A424		
A425		C232						A426		
A427		C233						A428		
A429		C234						A430		
A431		C235						A432		
A433		C236						A434		
A435		C237						A436		
A437		C238						A438		
A439		C239						A440		
A441		C240						A442		
A443		C241						A444		
A445		C242						A446		
A447		C243						A448		
A449										

ANNEXE (b)



SARL INOXSIDE

ش. ذ. م. م انوكسييد

SOCIETE DE DISTRIBUTION DE TOUT PRODUITS INOXIDABLES

CLIENT : SMIF/UMI/SEG

ORAN, le 11/05/2004

ADRESSE : BOUIRA

CERTIFICAT DE CONFORMITE

TOLE ACIER INOXIDABLE AISI 310

NORME : Française AFNOR Z.8 CN 25.20
Equivalent aux normes internationales .

PROPRIETES MECANIQUES ORIENTER

Résiste. A la traction	515.700 N/mm ²
Lim. Elast.Alarg	250 N/mm ²
Alarg. Minim. %	40%
Durée Max.	200 HB

COMPOSITION CHIMIQUE (%)

C :	≤ 0,080
SI	≤ 0,75
Mn:	≤ 2,00
P.max :	0,035
S.max :	0,015
Cr:	24,00 - 26,00
Ni :	19,00 - 21,00
Mo :	/
Ti..Min :	/
Autre :	/

CODIFICATION

ACX 350

NORMES EUROP .EN 10088

N° ACIER : 1,4845
Design : X 8 Cr Ni Mo 25 -21
DIN EN ISO 9002

