

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE**  
**DEPARTEMENT DE METALLURGIE**  
**Laboratoire de Science et Génie des Matériaux**

**MEMOIRE DE MAGISTER**

Présenté par

**ROUIBAH Lidya**

Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Pour l'obtention du Diplôme de Magister en Métallurgie

**Thème**

**Corrélation entre les comportements électrochimique  
et mécanique d'un acier inoxydable austénitique et sa  
microstructure initiale**

Proposé et dirigé par : **Pr HELLAL F.**

Soutenu devant un jury composé de :

Mr MESRATI Nadir	Président	Professeur E.N.S.P.
<b>Mr HELLAL Fatah</b>	<b>Directeur de thèse</b>	<b>Professeur E.N.S.P.</b>
Mr LARIBI Merzak	Examineur	Maître de Conférences E.N.S.P.
Mr KASSER Abdelmadjid	Examineur	Chargé de Cours (PhD) E.N.S.P.
Mr DAIMELLAH Abderrahmane	Examineur	Chargé de Cours E.N.S.P.

Année universitaire **2007-2008**

**ملخص** – تم تحديد و ربط السلوكين الالكتروكيميائي و الميكانيكي فيما بينهما لأربع عينات من الفولاذ الأوستينيبي المضاد للتأكسد و المحتو على نسبة ضعيفة من الكربون 316L ، ذات تركيب داخلي مختلف : حيث أن التركيب الداخلي لهذه العينات الأربع يحتوي على خطوط متوازية خاصة بالفولاذ من نوع cfc و ينقسم إلى : رقيق ابتدائي و غليظ ناتج عن علاجات حرارية عند 1100 و 925°م و لفترات تتراوح ما بين 30- و 5سا. تم إظهار دور الكربون في حالة العينات المعالجة، بترسبات كربونية مستقرة من نوع MC هذه الظاهرة أدت إلى تغير في منحنيات الاستقطاب تيار- توتر و صلادة مجهرية فيكرس Vickers في وسط يحتوي على الكلور، العينة التي بقيت لأطول مدة عند درجة حرارة 925°م (5سا) بينت مقاومة للتأكسد أكبر من العينات المعالجة الأخرى.

**كلمات ذات دلالة** – فولاذ أوستينيبي مضاد للتأكسد، استقطاب مهبطي، صلادة مجهرية HV، حجم الحبيبات، تحليل و معالجة الصور.

**Résumé** - Les comportements électrochimique et mécanique ont été déterminés puis corrélés pour quatre échantillons en acier inoxydable austénitique à bas carbone 316L, de microstructures différentes à savoir une microstructure initiale fine maclée caractéristique des aciers type cfc et une microstructure grossière maclée issue de traitements thermiques à 1100 et 925°C à des temps de maintien allant de 30 min à 5h. Le rôle du carbone a été mis en évidence dans le cas des échantillons traités, conduisant à une précipitation de carbures du type MC stables. Ce phénomène a conduit à une modification des courbes de polarisation intensité-potentiel et des microduretés Vickers. Dans un milieu chloruré, l'échantillon maintenu le plus longtemps (5h) à 925°C a montré une plus grande résistance à la corrosion que pour les autres traitements.

**Mots clés** – Acier inoxydable austénitique, polarisation anodique, microdureté HV, taille de grain, analyse et traitement d'images.

**Abstract** - The electrochemical and mechanical behaviours have been determined then correlated for four samples in austenitic stainless steels containing low carbon. Those samples have different microstructures namely, fine twined initial microstructure characteristic of fcc steels and coarse twined microstructure resulting from heat treatments at 1100 and 925°C at maintained times from 30 min to 5h. The role of carbon has been highlighted in case of treated samples, leading to precipitation of MC type stable carbides. This phenomenon led to a modification of intensity-potential polarization curves and Vickers micro hardness. In a middle chloride, sample that have been maintained the longest time (5h) at 925°C have showed more resistance to corrosion, than for the other treatments.

**Key words** - Austenitic stainless steel, anodic polarization, micro hardness HV, grain size, image analysis and treatment.

## *Remerciements*

*Je tiens à remercier tout particulièrement les personnes suivantes:*

*Monsieur F. HELLAÏ, mon directeur de thèse, de sa disponibilité, son  
professionnalisme et sa générosité.*

*Madame HELLAÏ, Professeur à l'E.N.S.P., de son aide précieuse.*

*Monsieur DEMRI, Maître de Conférences à l'E.N.S.P., de son aide.*

*Madame BELAROUSSI du Centre de Développement des Technologies  
Avancées (C.D.T.A.) – Baba Hassen, de sa disponibilité.*

*Les membres du jury, d'avoir accepté de juger mon travail.*

*Les Enseignants du Département de Métallurgie, d'avoir contribué à ma  
formation supérieure, aussi bien en graduation qu'en poste-graduation.*

*Toute personne ayant voulu m'aider sans pouvoir le faire.*

## *Dédicaces*

*a*

*Ma Mère, mon Père*

*Mes Sœurs, Nassima, Nawel et l'adorable Yasmine*

*Mon Mari Mohamed*

*Aux*

*Familles ROUIBAH, MAUCHE et ADDA*

*Je dédie ce travail.*

# Sommaire

<b>INTRODUCTION</b>	1
<b>Partie Bibliographique</b>	3
<b>Chapitre I. ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES</b>	4
I.1. Généralités.....	5
I.2. Microstructure.....	5
I.2.1. Précipitation de carbures .....	5
I.2.1.1. Carbures $M_{23}C_6$ .....	6
I.2.1.2. Carbures $M_6C$ .....	8
I.2.1.3. Carbures $MC$ .....	9
I.2.2. Inclusions non métalliques.....	9
I.2.3. Macles.....	10
I.3. Traitements thermiques.....	11
I.3.1. But des traitements thermiques.....	11
I.3.2. Diagrammes de phase et phases typiques des aciers inoxydables....	12
I.3.2.1. Diagrammes d'équilibre.....	12
I.3.2.2. Diagramme de Schaeffler (diagramme hors d'équilibre).	14
I.3.3. Choix des traitements thermiques.....	15
I.3.3.1. Recuit de dissolution .....	16
I.3.3.2. Recuit de stabilisation.....	18
I.3.4. Formation de la martensite.....	18
I.3.4.1. Transformation durant le refroidissement.....	19
I.3.4.2. Transformation sous contrainte.....	20
I.4. Propriétés .....	20
I.4.1. Microdureté .....	21
I.4.2. Résistance à la corrosion.....	22
I.5. Conclusion.....	23

<b>Chapitre II. CORROSION LOCALISEE PAR PIQUES</b>	24
II.1. Définition.....	25
II.2. Mécanismes d'amorçage des piqûres.....	25
a) Adsorption des ions Cl <sup>-</sup> .....	25
b) Pénétration des ions Cl <sup>-</sup> .....	25
c) Rupture du film par électrostriction.....	25
d) Formation d'un chlorure métallique stable aux dépens du film passif...	26
e) Coalescence des lacunes cationiques présentes dans le film.....	26
f) Amincissement localisé du film passif.....	26
g) Variations locales de composition du milieu corrosif.....	26
II.3. Sites d'amorçage des piqûres.....	27
II.3.1. Les sulfures.....	27
II.3.2. Les carbures.....	28
II.4. Croissance des piqûres.....	28
II.5. Conclusion .....	29
<b>Partie Expérimentale</b>	30
<b>Chapitre III. MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES</b>	31
III.1. Caractérisation chimique et microstructurale.....	33
III.2. Préparation des échantillons.....	35
III.2.1. Polissage mécanique.....	35
III.2.2. Effets du découpage et du polissage mécanique.....	36
III.2.3. Polissage électrolytique.....	37
III.3. Méthodes expérimentales.....	38
III.3.1. Traitements thermiques.....	38
III.3.2. Essais mécaniques de microdureté.....	39
III.3.3. Essais électrochimiques de corrosion.....	40
III.4. Méthodes d'analyse.....	42
III.4.1. Analyse électrochimique.....	42

III.4.1.1. Extrapolation des droites de Tafel .....	42
III.4.1.2. Résistance de polarisation.....	43
III.4.2. Méthodes d'examen métallographique.....	44
III.4.2.1. Détermination de la taille de grains.....	44
III.4.2.1.a. Méthode manuelle de l'intersection linéaire moyenne .....	44
III.4.2.1.b. Méthode numérique d'analyse et de traitement d'image.....	45
<b>Chapitre IV. EXPLOITATION DES RESULTATS</b>	46
IV.1. Présentation des résultats.....	47
IV.1.2. Etat métallographique du matériau.....	47
IV.1.2.1. Microstructure.....	47
IV.1.2.2. Microdureté.....	53
IV.1.2.3. Taille de grain.....	57
IV.1.2.3.a. Méthode manuelle de l'intersection linéaire moyenne.....	57
IV.1.2.3.b. Méthode numérique d'analyse et de traitement d'image.....	58
IV.1.3. Courbes de polarisation potentiostatique.....	59
IV.2. Analyse des résultats .....	62
IV.3. Corrélation entre les paramètres.....	66
IV.3.1. Relation microdureté – taille de grain.....	66
IV.3.2. Relation vitesse de corrosion– temps de maintien à 925°C.....	66
IV.3.3. Relation microdureté – potentiel de corrosion.....	67
IV.4. Discussion .....	67
<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b>	70
<b>ANNEXE</b>	72
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	81

---

**FIGURES**

<b>Figure 1:</b> Précipitation des carbures $M_{23}C_6$ au joint de grain dans un acier inoxydable austénitique, observée en microscopie électronique (D'après A.F. Padilha et P.R. Rios: ISIJ International (Japon), 42, 325–337, 2002).....	7
<b>Figure 2:</b> Interfaces (a) cohérente (remarquer les distorsions élastiques pour accommoder l'écart de paramètre de maille entre les phases a (atomes blancs) et b (atomes noirs)), (b) semi-cohérente (remarquer les dislocations d'accommodation géométrique), (c) incohérente (remarquer la structure très perturbée à l'interface). D'après D.A. Porter et K.E. Easterling, Phase transformations in metals and alloys, Chapman & Hall, London, 1992, pp.144-147..	11
<b>Figure 2:</b> Diagramme d'équilibre binaire Fe-C (D'après J.R. Davis (Ed.) ASM Speciality Handbook: Handbook: Stainless Steels, ASM International, Materials Park, OH, 1994).....	13
<b>Figure 4 :</b> Vue tridimensionnelle du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni (D'après H.-J.Eckstein: Korrosionsbeständige Stähle, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie GmbH, Leipzig, 1990).....	14
<b>Figure 5:</b> Constitution du diagramme de Schaeffler pour les aciers inoxydables. Les taux des compositions des alliages ferritiques, austénitiques, et duplexes ont été super-imposés sur ce diagramme).....	15
<b>Figure 6:</b> Principaux traitements thermiques pour les aciers inoxydables austénitiques entre la température ambiante et l'état liquide (d'après A.F. Padilha, R.L. Plaut, et P.R. Rios: ISIJ International (Japon), 43, 135–143, 2000.....	16
<b>Figure 7:</b> Modèle de piqûre unidirectionnelle.....	29
<b>Figure 8 :</b> Effet du produit $x \cdot i$ sur le pH dans la piqûre (d'après J.R. GALVELE), $x$ profondeur, $i$ intensité de dissolution....	29



---

<b>Figure 9:</b> Dispositif expérimental utilisé pour les essais électrochimiques.....	32
<b>Figure 10:</b> Photographie de la microstructure de l'acier 316L, prise au MEB...	33
<b>Figure 11:</b> Photographie de la microstructure de l'acier 316L (poli mécaniquement), prise au microscope optique.....	34
<b>Figure 12:</b> Photographie de la microstructure de l'acier 316L (poli électrolytiquement), prise au microscope optique.....	35
<b>Figure 13:</b> État de surface après polissage à l'abrasif de 1 $\mu$ m.....	37
<b>Figure 14:</b> Montage utilisé pour le polissage électrolytique.....	37
<b>Figure 15:</b> Photographie du four à moufle type Nüve MF 120 utilisé pour les traitements thermiques... ..	38
<b>Figure 16:</b> Schématisation du Pénétrateur et de l'empreinte laissée après enlèvement de la charge.....	39
<b>Figure 17:</b> Photographie du microduromètre SHIMADZU HMV-M Micro Hardness Tester.....	40
<b>Figure 18:</b> Dispositif utilisé pour la réalisation de mesures électrochimiques sous contrôle de potentiel.....	40
<b>Figure 19:</b> Schématisation du porte échantillon escamotable en guise d'électrode de travail.....	41
<b>Figure 20:</b> Photographie de l'électrode de travail: échantillon et porte échantillon (vue de face et de côté).....	41
<b>Figure 21:</b> Electrode de référence au calomel saturé (ECS): électrode et capillaire de Luggin.....	42
<b>Figure 22:</b> Mesure de $i_{cor}$ par la méthode d'extrapolation de Tafel .....	43
<b>Figure 23:</b> Mesure de la vitesse de corrosion par la résistance de polarisation.....	44

---

<b>Figure 24:</b> Photographie de la microstructure du matériau 1 après polissage mécanique.....	48
<b>Figure 25:</b> Photographie de la microstructure du matériau 1 après polissage électrolytique.....	48
<b>Figure 26:</b> Photographie de la microstructure du matériau 2 après polissage mécanique.....	49
<b>Figure 27:</b> Photographie de la microstructure du matériau 2 après polissage électrolytique.....	49
<b>Figure 28:</b> Photographie de la microstructure du matériau 3 après polissage mécanique.....	50
<b>Figure 29:</b> Photographie de la microstructure du matériau 3 après polissage électrolytique.....	50
<b>Figure 30:</b> Photographie de la microstructure du matériau 4 après polissage mécanique.....	51
<b>Figure 31:</b> Photographie de la microstructure du matériau 4 après polissage électrolytique.....	51
<b>Figure 32.a:</b> Photographie du matériau 4 observé au MEB.....	52
<b>Figure 32.b:</b> Photographie du matériau observé au MEB.....	52
<b>Figure 33.a :</b> Analyse X d'un regroupement de précipités dans la matrice de l'échantillon 4.....	53
<b>Figure 33.b :</b> Analyse X d'un regroupement de précipités dans un joint de grain de l'échantillon 4 .....	53
<b>Figure 34:</b> Diagramme de la microdureté Vickers moyenne de l'acier 316L, pour les différents traitements thermiques.....	54

<b>Figure 35.a:</b> Photographie de l’empreinte de l’indenteur Vickers sur la surface de l’échantillon 1 .....	55
<b>Figure 35.b:</b> Photographie des empreintes de l’indenteur Vickers sur la surface de l’échantillon 4 .....	55
<b>Figure 36:</b> Diagramme des microduretés Vickers des grains, joints de macles et carbures.....	56
<b>Figure 37:</b> Technique de microdureté par filiation appliquée à l’échantillon 4.	57
<b>Figure38:</b> Evolution de la microdureté par filiation de l’échantillon 4 ".....	57
<b>Figure 39:</b> Diagramme représentant la taille de grain déterminée par la méthode manuelle pour chaque échantillon.....	58
<b>Figure 40:</b> Diagramme représentant la taille de grain déterminée par la méthode numérique pour chaque échantillon.....	59
<b>Figure 41 :</b> Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l’échantillon 1 .....	60
<b>Figure42 :</b> Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l’échantillon 2.....	60
<b>Figure 43 :</b> Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l’échantillon 3.....	61
<b>Figure 44 :</b> Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l’échantillon 4.....	61
<b>Figure 45 :</b> Photographies des microstructures des quatre échantillons après polarisation électrochimique. a) matériau 1. b) matériau 2. c) matériau 3. d) matériau 4. ....	62
<b>Figure 46 :</b> Courbes de polarisation logi-E de l’échantillon 1.....	63
<b>Figure47:</b> Courbes de polarisation logi-E de l’échantillon 2.....	63

---

<b>Figure48</b> : Courbes de polarisation logi-E de l'échantillon 3 .....	64
<b>Figure49</b> : Courbes de polarisation logi-E de l'échantillon 4.....	64
<b>Figure 50</b> : Superposition des courbes i – E des quatre échantillons.....	65
<b>Figure 51</b> : Superposition des courbes logi – E des quatre échantillons.....	65
<b>Figure 52</b> : Représentation de l'évolution de la taille de grains et des valeurs des microduretés pour chaque échantillon.....	66
<b>Figure 53</b> : Comportement à la corrosion de chaque échantillon.....	67
<b>Figure 54</b> : Evolution de la microdureté et du potentiel de corrosion des échantillons.....	67
<b>Figure 55</b> : Diagramme température – temps - précipitation d'un acier inoxydable austénitique 18Cr-12Ni-2Mo.....	69
<b>Figure 56</b> : Organigramme de la procédure suivi dans le traitement d'image...	74
<b>Figure 57</b> : Image initiale « img 0 ».....	78
<b>Figure 58</b> : Image fermée « img 1 » .....	78
<b>Figure 59</b> : Image seuillée « img 2 » .....	78
<b>Figure 60</b> : Image ouverte « img 3 » .....	78
<b>Figure 61</b> : Image binaire « img 4 » .....	78
<b>Figure 62</b> : Image érodée « img 5 » .....	78
<b>Figure 63</b> : Image reconstruite «img 6 » .....	78
<b>Figure 64</b> : Image labellisée « img 7 » .....	78

## TABLEAUX

<b>Tableau 1</b> : structures cristallines et compositions des carbures rencontrés dans les aciers inoxydables.....	6
<b>Tableau 2</b> : Teneur en éléments d'alliage du 316L en pourcentage massique.....	33
<b>Tableau 3</b> : Notation des traitements thermiques effectués.....	47
<b>Tableau 4</b> : Valeurs de la microdureté Vickers moyenne de l'acier 316L.....	54
<b>Tableau 5</b> : Valeurs des microduretés Vickers des grains, joints de macles et joints de grains pour les différents traitements.....	55
<b>Tableau 6</b> : Taille moyenne du grain, calculée par la méthode de l'intersection linéaire moyenne.....	58
<b>Tableau 7</b> : Taille moyenne du grain, calculée via le logiciel « Aphelion v3.0 »..	59
<b>Tableau 8</b> : Evolution du pH de la solution après essai électrochimique.....	61
<b>Tableau 9</b> : Tableau récapitulatif des résultats des essais électrochimiques.....	65
<b>Tableau 10</b> : Quelques valeurs typiques d'énergie d'interface pour un acier inoxydables de type AISI 304 .....	67
<b>Tableau 11</b> : Rôle des opérateurs utilisés dans le programme d'analyse et de traitement d'image .....	75
<b>Tableau 12</b> : Signification de chaque paramètre de calcul .....	76
<b>Tableau 13</b> : Résultats de calculs effectués par le logiciel et transférés vers Excel.....	78

# ***INTRODUCTION***

## INTRODUCTION

Les aciers inoxydables se distinguent par leur excellente résistance à la corrosion, en particulier celle qui est due à l'oxydation par l'air et par les acides. Ceux de type austénitique présentent une grande dureté et une ténacité élevée. Utilisés dans de nombreuses applications telles que les ustensiles de cuisine, les éviers, les équipements destinés à l'industrie alimentaire et à celle des boissons, les équipements médicaux et hospitaliers, les prothèses humaines, etc., ces aciers sont tout à fait sains et ne sont pas de nature à altérer la santé de l'homme.

La présente étude qui concerne l'acier inoxydable austénitique AISI 316L (EN 1.4404) montre qu'un acier inoxydable est loin d'avoir un comportement exemplaire. Celui-ci n'est pas un alliage Fe-Cr-Ni simple mais un alliage complexe contenant, en plus du Cr et du Ni, d'autres éléments d'addition tels le V, Mo, Nb qui, combinés au carbone dans des conditions favorables, tendent à influencer le comportement de l'acier en milieu défini.

L'objectif de l'étude est de pallier au problème de la sensibilisation à la corrosion intergranulaire et améliorer le comportement vis-à-vis de la corrosion de l'acier inoxydable austénitique en jouant sur le contrôle de sa microstructure. Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une continuité de travaux menés sur l'acier 316L (F. HELLAL, F. ATMANI, H. SEDJAL, L. ROUIBAH).

Pour ce faire, l'acier subira divers essais dans des conditions précises. Des essais électrochimiques de corrosion dans une solution chlorurée agitée, de concentration 0,1 M en  $\text{FeCl}_3$  et à 38°C. Les recuits de dissolution et de stabilisation, effectués, respectivement à 1100 et à 925 °C, modifient nettement la microstructure initiale de l'acier et ainsi son comportement.

La présente étude se fera en deux parties principales:

- Partie bibliographique , qui détaille en deux chapitres les différentes propriétés de notre acier ainsi que son mode de corrosion par piqûres.
- Partie expérimentale , qui, en deux chapitres également, montre les différentes techniques expérimentales utilisées dans cette étude, les résultats obtenus ainsi que leurs évaluations statistiques.

# *Partie Bibliographique*



# *Chapitre I*

## **ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES**

## Chapitre I. ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

### I.1. Généralités

Les aciers susceptibles de résister à l'attaque électrochimique sont dits inoxydables. Ils constituent une vaste famille d'alliages métalliques qui ont tous en commun de contenir du fer et du chrome. Suivant leur teneur en chrome dont le seuil minimal est de 10,5 % et les traitements métallurgiques qu'ils ont subis, ils présentent un large éventail de propriétés [1]. Les nuances austénitiques dites couramment 18-8, contenant 18% de chrome et 8% de nickel [2], sont des alliages fer-chrome-nickel (molybdène), dont les propriétés sont dues à l'influence isolée ou combinée des éléments d'alliage :

Le **chrome**, élément de base de tous les aciers inoxydables, augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et à l'oxydation à chaud.

Le **nickel**, grâce à son rôle gammagène, stabilise l'austénite aussi bien à la température ambiante qu'aux températures très basses. Il favorise ainsi la mise en œuvre par déformation plastique.

Le **carbone**, élément fortement gammagène (cf. diagramme de Schaeffler, figure5) contribue à stabiliser l'austénite lors de déformations à froid. Par contre, il peut provoquer la formation de carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  intergranulaires diminuant la résistance à la corrosion intergranulaire.

Le **molybdène**, élément alphagène, fréquemment utilisé à la hauteur de 2 à 5 % pour améliorer la corrosion dans presque tous les milieux, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

### I.2. Microstructure

Les macles et les inclusions sont caractéristiques des aciers austénitiques, des carbures peuvent aussi précipiter.

#### I.2.1. Précipitation de carbures

Les aciers austénitiques forgés contiennent généralement plus de 0,25% massique de carbone, alors que certains alliages moulés peuvent en

contenir plus de 0,75% massique. La solubilité du carbone dans l'austénite décroît rapidement lorsque la température diminue; aussi une teneur élevée en Ni diminue la solubilité du carbone. Par conséquent, la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$ , où M représente Cr, Fe, Mo et Ni, est très commune à cette classe d'aciers. La présence de Mo dans certains alliages peut causer la précipitation de phase- $\eta$  ainsi que des carbures  $M_6C$ , où M représente Fe, Mo et Cr. Pour les teneurs usuelles en carbone des aciers inoxydables austénitiques forgés, la précipitation des carbures  $M_7C_3$ , où M représente Cr et Fe, ne se produit pas. Les carbures de type  $M_3C$  (M=Fe, Mn, Cr) ne sont pas rencontrés dans les aciers austénitiques.

Dans ce qui suit, le détail des deux types de carbures précipités le plus souvent dans les aciers inoxydables austénitiques à faible taux de carbone [3].

Le tableau 1 résume les principaux carbures rencontrés dans les aciers austénitiques .

**Tableau 1** : structures cristallines et compositions des carbures rencontrés dans les aciers inoxydables [3].

Carbure	Structure cristallo-graphique	Atomes par unité cristallo-graphique	Groupe spatial	Paramètres de maille (nm)	Principaux éléments métalliques
$M_{23}C_6$	cfc	116	Fm3m	a=1,057-1,068	Cr, Fe, Mo, Ni
$MC$	cfc ordonné	8	Fm3m	a=0,4131-0,4698	Ti, Nb, V et/ou Zr
$M_6C$	cfc	112	Fd3m	a=1,085-1,128	Fe, Mo, Cr
$M_7C_3$	pseudo hex.	40	Pnma	a=0,6928-0,6963; c=0,4541-0,4511	$(Cr,Fe)_7C_3$

### 1.2.1.1. Carbures $M_{23}C_6$

Ces carbures ont une structure cfc, et le Fe, le Mo et le Ni peuvent se substituer au Cr lorsque le B et le N peuvent partiellement se substituer au C. Leur paramètre de maille vaut trois fois celui de l'austénite. Le paramètre de maille augmente avec la teneur en Mo et décroît avec le taux de Fe. La teneur en Ni du carbure est normalement inférieure à 5% massique et son effet sur le paramètre de maille n'a pas été rapporté. Selon Goldschmidt,  $Cr_{23}C_6$  peut théoriquement dissoudre plus de 35% atomique des éléments métalliques. Philibert et collaborateurs ont trouvé que plus de 45% massique de Fe dans le carbure de l'acier Fe-18%Cr-8%Ni (% massique) après un court traitement

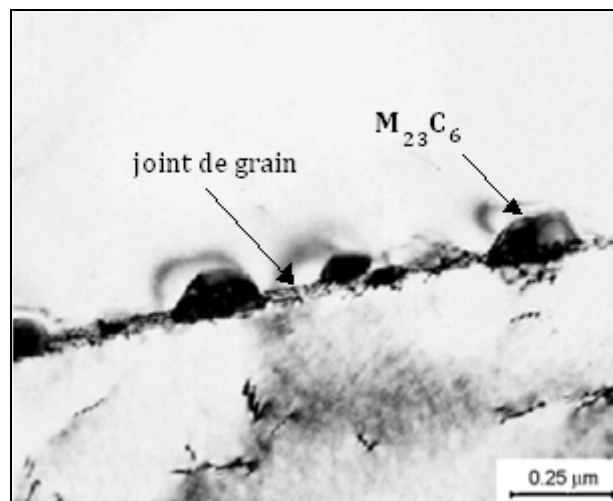
thermique à 750°C. Dans les aciers contenant du Mo, tels que AISI 316 et 316L, l'augmentation du paramètre de maille avec la durée de maintien peut être expliquée par une augmentation de la teneur en Mo dans le carbure. Les atomes de Mo et de W occupent seulement certaines positions dans la structure du carbure. La composition chimique suivante a été trouvée pour les  $M_{23}C_6$  dans l'acier AISI 316 : 63% mass. Cr, 18% Fe, 14% Mo et 5% Ni, qui correspond approximativement à  $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$ .

Les sites les plus favorables de la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  sont les joints de grains, suivis par les joints de macles incohérents, les joints de macles cohérents et finalement les dislocations à l'intérieur des grains. A l'intérieur des grains les précipités s'exposent aux orientations suivantes ayant un rapport avec la matrice austénitique :

$$\{001\}_\gamma // \{001\}_{M_{23}C_6}$$

$$\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_{M_{23}C_6}$$

La figure 1 illustre la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  dans un joint de grain d'un acier inoxydable austénitique stabilisé au Ti après un maintien de 1000 h à 600°C.



**Figure 1:** Précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  au joint de grain dans l'acier inoxydable austénitique 304L, observée en microscopie électronique (D'après A.F. Padilha et P.R. Rios: ISIJ International (Japon), 42, 325-337, 2002) [3].

Ces carbures germés au joint de grain ont un rapport d'orientation défini avec seulement un grain austénitique et croient préférentiellement dans le grain avec lequel il n'a pas de rapport d'orientation défini. La tendance des  $M_{23}C_6$  à précipiter intergranulairement dépend de la structure du joint de grain.

Les températures de recuit de dissolution élevées peuvent accélérer le début de précipitation. Une déformation à froid après recuit de dissolution et avant maintien accélère aussi la précipitation et favorise les sites de précipitation à l'intérieur du grain.

Les carbures  $M_{23}C_6$  sont normalement la première phase à se former dans les aciers inoxydables austénitiques. Selon la teneur en C, un taux significatif de carbures peut se former après seulement quelques minutes entre 650 et 750°C. Ceci est intéressant puisque aussi bien dans les nuances stabilisées que dans les non-stabilisées, il y a dissolution partielle des  $M_{23}C_6$  pour une longue durée de maintien. Dans les nuances non-stabilisées, la dissolution de  $M_{23}C_6$  peut aussi se produire s'il y a une importante précipitation des phases intermétalliques telles que les phases  $\sigma$ ,  $\chi$  et Laves. La précipitation de phases intermétalliques peut abaisser les teneurs en Cr et Mo dans la matrice, en élevant la solubilité du carbone conduisant à une dissolution partielle des carbures  $M_{23}C_6$ .

### I.2.1.2. Carbures $M_6C$

Les carbures du type  $M_6C$  ( $M=Fe, Cr, Mo, W, Nb$  et  $V$ ), aussi dits carbures- $\eta$ , sont souvent retrouvés dans les aciers inoxydables austénitiques contenant du W, Ni et essentiellement du Mo. Le carbure  $M_6C$  contient plus d'un élément métallique, nécessitant la présence d'au moins trois types d'atomes et est généralement formulé par  $A_3B_3C$  ou  $A_4B_2C$ . Le nombre d'atomes de C par unité est variable et il y a une évidence qu'il s'agisse de carbure à carbone sub-stoechiométrique.

Ce type de carbure possède une structure cfc, type diamant. A mesure que les  $M_{23}C_6$  absorbent le Mo pendant le maintien et que le Mo contenu dans les  $M_{23}C_6$  excède le seuil toléré, la transformation *in situ*  $M_{23}C_6 \rightarrow M_6C$  est possible, comme suggérée initialement par Goldschmidt. A cause de la taille de l'unité élémentaire,  $M_6C$  et l'austénite peuvent présenter une relation d'orientation cube-sur-cube.

Une moindre attention a été apportée à ces carbures par la littérature, car ils ne sont pas rencontrés (ou uniquement en petites quantités) dans la plupart des aciers inoxydables.

### I.2.1.3. Carbures MC

Les carbures MC (M=Ti, Zr, Hf, V, Nb et Ta) sont très stables et invariablement présents dans les aciers inoxydables austénitiques stabilisés tels AISI 321 (stabilisé au Ti), AISI 347 et 348 (stabilisé au Nb). L'addition d'éléments stabilisateurs a pour but de gêner la précipitation de  $M_{23}C_6$  et ses conséquences indésirables associées, particulièrement la sensibilisation à la corrosion intergranulaire.

Les carbures MC ont une structure cfc, type NaCl. Une étude des diagrammes de phases des carbures montre une miscibilité considérable des carbures MC, aussi que ceux-ci dissolvent quelques Cr, Mo et W. la précipitation de ces carbures est préférentiellement intergranulaire, sur les dislocations et défauts d'empilement. Cependant, MC précipitent aussi aux joints de grains.

La différence de paramètres de maille entre matrice et carbures MC est supérieure à 10%. Une relation cube-sur-cube est fréquemment trouvée entre le MC et l'austénite parente :

$$\{001\}_{\gamma} // \{001\}_{MC}$$

$$\langle 100 \rangle_{\gamma} // \langle 100 \rangle_{MC}$$

L'évidence expérimentale montre que la transformation de MC en  $M_{23}C_6$  peut se produire dans certains aciers austénitiques après de longs temps de maintien.

### I.2.2. Inclusions non métalliques

Les inclusions sont inévitables puisque les appareils d'observation ont permis d'observer des « matières étrangères » de plus en plus fines, de quelques millimètres à quelques nanomètres. Les inclusions non métalliques sont des composés chimiques n'ayant pas les propriétés métalliques de la matrice des aciers. Ce sont des composés métal-métalloïde mais leur caractère non métallique varie avec la nature de chaque partenaire.

Tous les oxydes et les sulfures sont des inclusions non métalliques qui sont nettement visibles après polissage fin des surfaces métalliques.

Les inclusions peuvent se former avant ou pendant la solidification; certaines apparaissent dans le métal solide. Lorsqu'elles se forment à partir des éléments habituels de l'acier, on parle d'inclusions *endogènes*. Si des composés

chimiques proviennent de l'extérieur, c'est alors une pollution accidentelle, il s'agit d'inclusions *exogènes*; ces dernières réagissent au moins en partie avec le métal pour donner des inclusions *mixtes*.

Les inclusions naissent sous des dimensions, formes, états, et en des sites variables avec de nombreux paramètres. Celles qui restent piégées dans le métal solide ont des dimensions de quelques nanomètres à quelques millimètres. Les inclusions exogènes et mixtes nées de l'entraînement de composés étrangers sont les plus grosses et l'on convient de fixer leurs limites inférieures à 100nm. Les inclusions très fines, inférieures à 0,1mm peuvent être appelées *précipités* et leur localisation est particulière. La finesse de ces particules est due à leur basse température de formation dans l'acier solide. Elles se situent alors aux joints de grains  $\gamma$  qui existent à cette température. Leur finesse est de plus fonction directe de celle du grain [4].

### I.2.3. Macles

Quand deux cristaux sont accolés de façon à ce que l'un soit le miroir de l'autre, l'ensemble est dit former une macle et le plan miroir est appelé plan de macle.

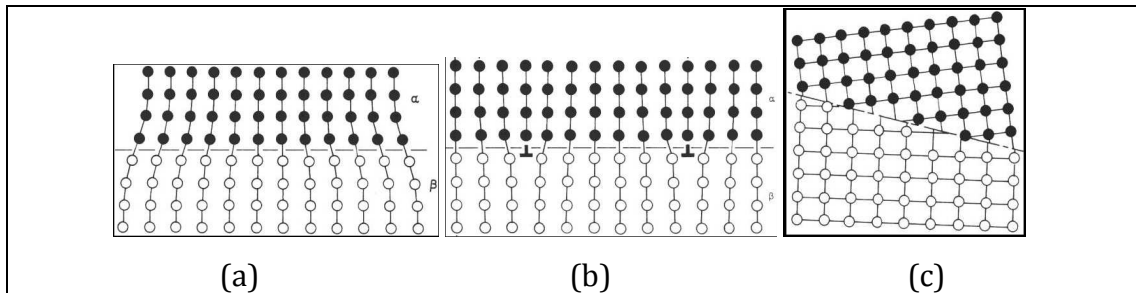
Les macles sont produites fréquemment dans de nombreux métaux par déformation plastique à basses températures, lors de trempes (contraintes dues au gradient de température), ou au contraire lors de recuits à hautes températures, surtout lorsque l'énergie de faute d'empilement est faible.

Dans un cristal cfc, une macle sur plan de macle (111) se traduit par la séquence d'empilement ABCABC A CBACBA ..., A étant le plan miroir. Une faute d'empilement peut être considérée comme la succession de deux macles sur plans d'empilements voisins. L'énergie d'une faute d'empilement est donc grossièrement le double de l'énergie d'une macle [5].

Un joint cohérent est parallèle à un plan cristallin dense ( $\{111\}$  dans un système CFC), ce qui implique au voisinage du joint un état de distorsion très faible (figure 2).

Un joint incohérent est incliné d'un angle  $\varphi$  par rapport à un joint cohérent et par conséquent au plan dense. On note une distorsion importante au

voisinage du joint. L'énergie d'une interface incohérente est relativement élevée mais reste inférieure à une énergie de joint classique.



**Figure 2:** Interfaces (a) cohérente (remarquer les distorsions élastiques pour accommoder l'écart de paramètre de maille entre les phases a (atomes blancs) et b (atomes noirs)), (b) semi-cohérente (remarquer les dislocations d'accommodation géométrique), (c) incohérente (remarquer la structure très perturbée à l'interface).  
D'après D.A. Porter et K.E. Easterling, Phase transformations in metals and alloys, Chapman & Hall, London, 1992, pp.144-147 [6].

### I.3. Traitements thermiques

L'importance industrielle des traitements thermiques tient d'abord au fait qu'une pièce brute de fonderie ou de forge est presque toujours affectée d'une hétérogénéité structurale qu'il est nécessaire d'atténuer au moins par un recuit dès lors qu'il s'agisse d'une fabrication soignée.

D'autre part, dans bien des cas, les caractéristiques que l'on est en droit d'escompter après traitement judicieux sont de beaucoup supérieures à celles que présente la pièce brute [4].

#### I.3.1. But des traitements thermiques

Les traitements thermiques confèrent aux aciers inoxydables des propriétés qui conviennent à leur emploi, pour l'essentiel il s'agit des caractéristiques mécaniques (ductilité, ténacité et dureté) et de la résistance à la corrosion. Ces traitements sont spécifiques à chaque famille d'aciers inoxydables et apportent des modifications structurales qui contribuent souvent à une diminution des coûts, car elles permettent l'emploi d'alliages bon marché quand on sait les traiter convenablement, ou la diminution du nombre de nuances à utiliser pour un type de fabrication donné, en choisissant un traitement bien adapté à chaque propriété recherchée.



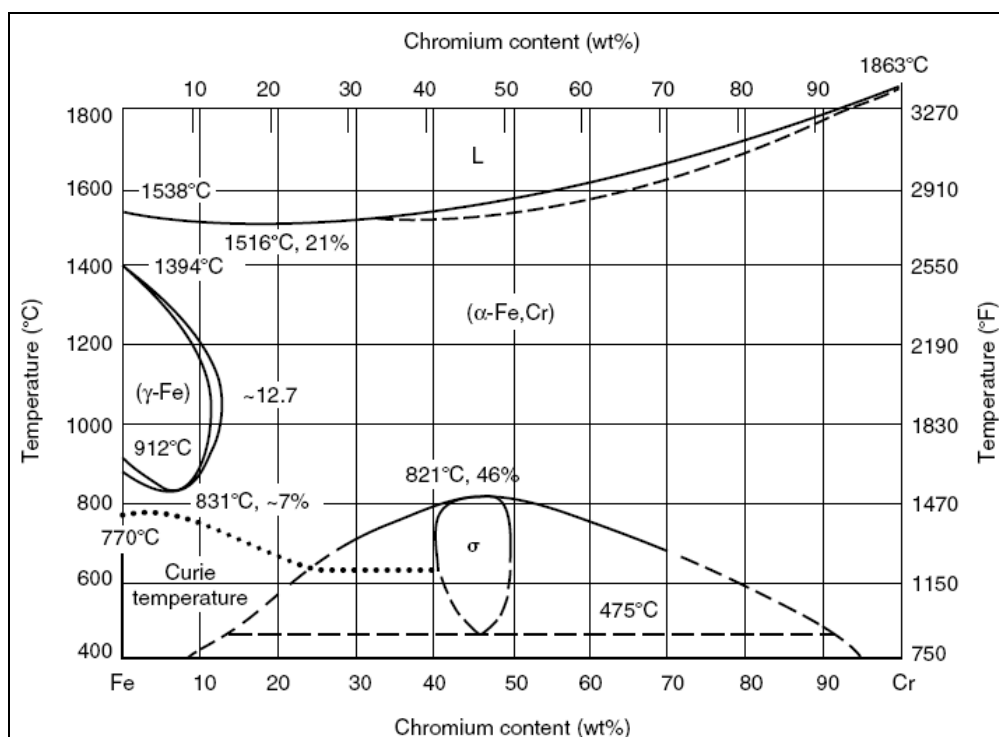
Quand un alliage doit être utilisé sous des sollicitations diverses et simultanées, il est souvent nécessaire de faire des choix entre les propriétés et de faire des concessions à certaines d'entre elles; car bien que les traitements thermiques permettent une modification de toutes les propriétés des matériaux, souvent, l'amélioration de l'une d'elles va généralement de pair avec une dégradation d'autres propriétés [7].

### **I.3.2. Diagrammes de phase et phases typiques des aciers inoxydables**

Les diagrammes de phase sont importants pour prédire les phases en présence dans les aciers inoxydables; par conséquent, ils sont considérés comme étant un guide de choix de leurs traitements thermiques. Cependant, ces diagrammes doivent comporter des limites dues à la complexité des multiconstituants thermodynamiques et aux cinétiques de transformations qui peuvent prédire quand les phases d'équilibre sont obtenues. Concernant la première limite, le nombre de constituants effectifs est souvent supérieur à cinq et les diagrammes publiés comportent rarement plus de quatre constituants. La deuxième limite est la lenteur de la diffusion des éléments d'alliage à l'état solide, spécialement dans le cas des aciers inoxydables austénitiques où la précipitation de certains composants intermétalliques peut prendre des milliers d'heures.

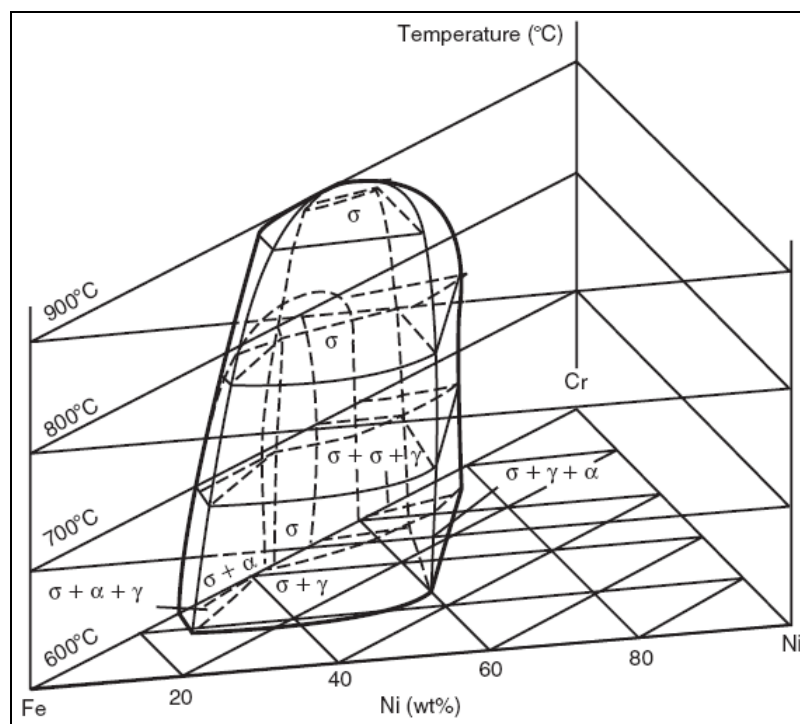
#### **I.3.2.1. Diagrammes d'équilibre**

Les principales caractéristiques du diagramme Fe-Cr (figure 3), qui concernent les aciers inoxydables, sont le caractère alphagène du Cr et la présence des phases sigma ( $\sigma$ ) et ( $\alpha'$ ).



**Figure 3:** Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr (D'après J.R. Davis (Ed.) ASM Speciality Handbook: Handbook: Stainless Steels, ASM International, Materials Park, OH, 1994) [3].

Le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni est le diagramme de base des aciers inoxydables (figure 4). Il montre la présence de seulement trois phases solides : austénite, ferrite et phase sigma. Pour un rapport élevé Cr/Ni la ferrite delta ( $\delta$ ) peut apparaître durant la solidification et la phase sigma, durant le maintien entre 550 et 900°C. Le domaine de la phase sigma augmente tant que la température est inférieure à 900°C.

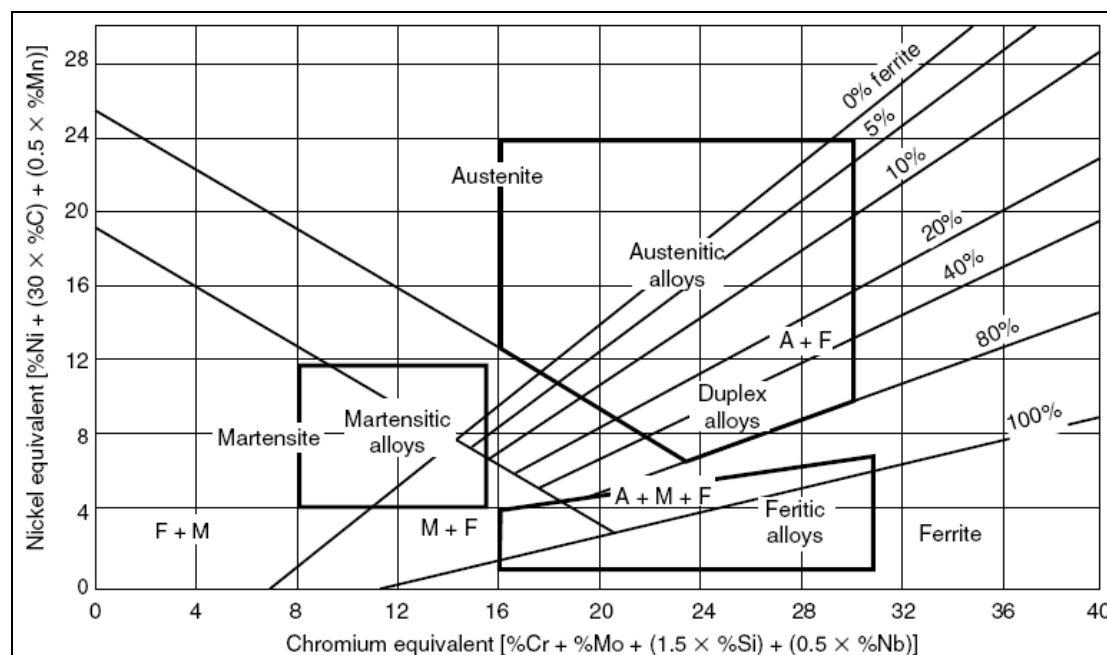


**Figure 4:** Vue tridimensionnelle du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni (D'après H.-J. Eckstein: Korrosionsbeständige Stähle, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie GmbH, Leipzig, 1990) [3].

Les trois phases intermétalliques les plus fréquentes dans les aciers inoxydables sont la phase sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ) et Laves ( $\eta$ ). D'autres phases intermétalliques peuvent aussi être occasionnellement rencontrées telles que la phase G, R,  $\mu$ ,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$ ,  $\eta$ -Ni<sub>3</sub>Ti, et  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb. La précipitation des phases intermétalliques est normalement associée à des conséquences indésirables comme l'appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage tels que le Cr, Mo, et Nb aussi bien que la perte de ductilité, dureté et la résistance à la corrosion.

### I.3.2.2. Diagramme de Schaeffler (diagramme hors d'équilibre)

Schaeffler a divisé les éléments d'alliage en deux groupes : stabilisateurs de ferrite (alphagènes) et stabilisateurs d'austénite (gammagènes). Il a aussi développé une formule par laquelle les éléments de chaque groupe peuvent être exprimés en tant qu'équivalents en Cr ou en Ni. Un exemple d'un tel diagramme est représenté en figure 5.



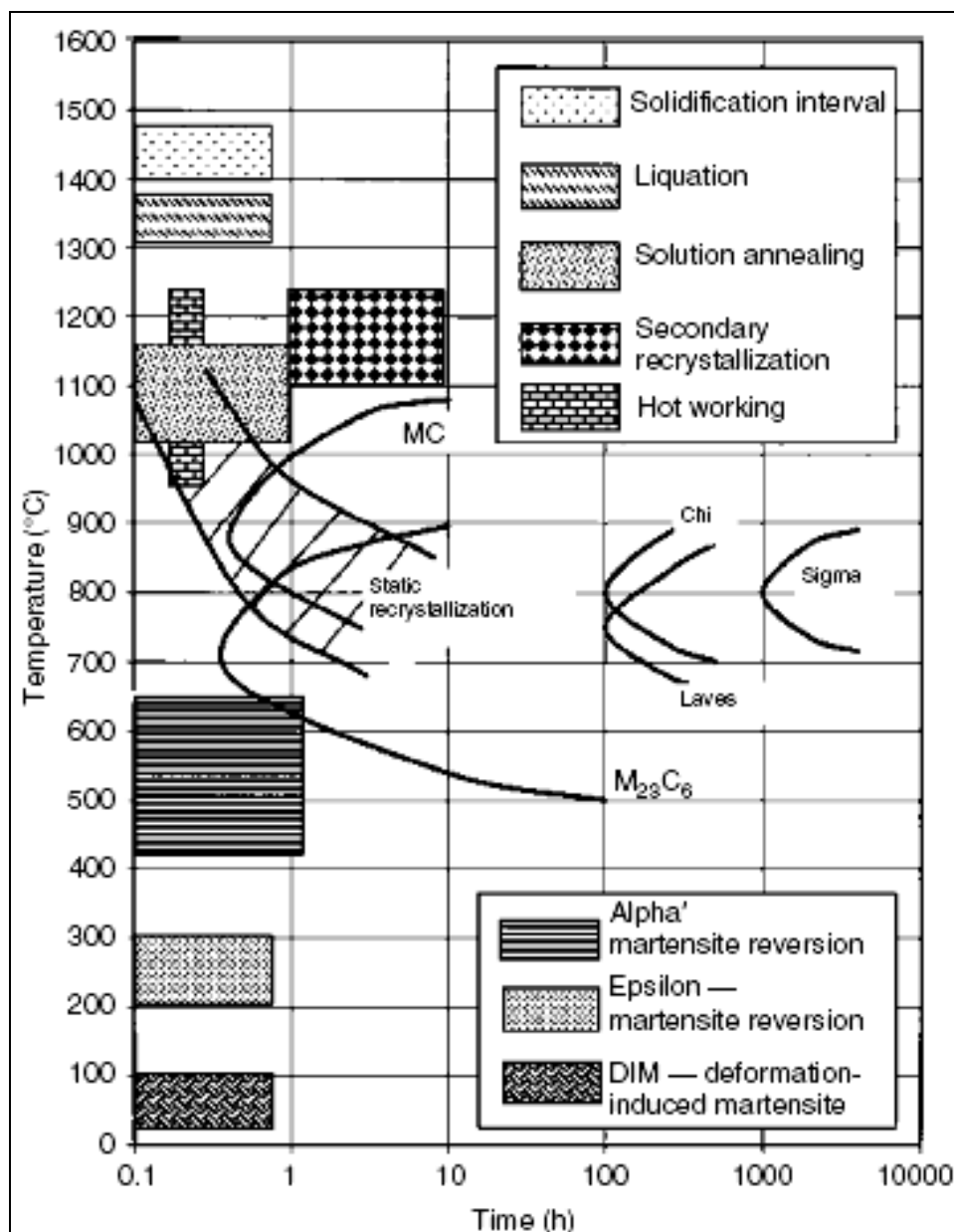
**Figure 5:** Constitution du diagramme de Schaeffler pour les aciers inoxydables. Les taux des compositions des alliages ferritiques, austénitiques, et duplexes ont été super-imposés sur ce diagramme) [3].

Les régions du diagramme représentent les microstructures qui peuvent être observées pour chaque classe d'aciers inoxydables. La méthode de Schaeffler permet cependant une évaluation sommaire de la microstructure comme fonction de la composition de l'acier, elle ne tient pas compte de l'influence de la vitesse de refroidissement et de la durée des traitements thermiques.

### I.3.3. Choix des traitements thermiques

Le choix d'un traitement thermique résulte souvent d'un compromis entre plusieurs propriétés contradictoires. Les solutions sont souvent multiples et le choix de la place des traitements thermiques dans une gamme de fabrication est d'une importance capitale [8].

La figure 6, reposant sur le un diagramme TTT, présente schématiquement les principales transformations qui peuvent survenir dans les aciers inoxydables austénitiques durant la transformation ou l'utilisation [3].



**Figure 6:** Principaux traitements thermiques pour les aciers inoxydables austénitiques entre la température ambiante et l'état liquide (d'après A.F. Padilha, R.L. Plaut, et P.R. Rios: ISIJ International (Japon), 43, 135-143, 2003) [3].

### I.3.3.1. Recuit de dissolution

Un acier est inoxydable grâce à la répartition homogène en solution solide du chrome dans une solution austénitique de fer et de nickel, assurant une passivation. Malgré une très faible teneur en carbone des aciers austénitiques, certaines conditions peuvent conduire à la précipitation de carbures de chrome, conditions qui se rencontrent par suite de cycles thermiques particuliers comme en soudage ou par suite d'érouissage. La zone voisine des carbures précipités se

trouve dépassivée et sera à l'origine de piqûres de corrosion, d'où la nécessité de dissoudre ces carbures.

Ce recuit est le traitement thermique le plus fréquent pour les aciers inoxydables austénitiques, avant leur utilisation finale et s'effectue le plus souvent par chauffage sous vide afin de ne pas altérer chimiquement la surface et éviter les décapages après traitement. Toutefois, il n'y a pas d'impossibilité à traiter à l'air [9]. L'objectif principal de ce traitement, tel que son nom l'indique, est de dissoudre les phases qui ont précipité durant le traitement thermomécanique du matériau, spécialement les carbures riches en Cr du type  $M_{23}C_6$ , où  $M = Cr, Fe, Mo$ . Comme la précipitation des  $M_{23}C_6$  se produit entre 450 et 900°C (840 à 1650°F), la limite inférieure de température du traitement de recuit de dissolution doit dépasser 900°C. Les carbures devraient être complètement dissous mais lentement. Le grossissement du grain définit la limite supérieure de la température du traitement. Le grossissement du grain anormal, aussi connu sous le nom de « recristallisation secondaire », doit être évité.

Concernant les aciers les plus conventionnels, tels que AISI 201, 202, 301, 302, 303, 304, 304L, 305, et 308, les températures de dissolution recommandées sont de 1010 à 1120°C (1850 à 2050°F). Pour les aciers à haute teneur en C tels que AISI 309 et 310 ou ceux contenant du Mo tels que AISI 316, 316L, 317, et 317L, la température minimale devrait être élevée à 1040°C alors que la maximale devrait être maintenue à 1120°C (1900 à 2050°F).

Le refroidissement depuis la température de dissolution doit être suffisamment rapide pour éviter la précipitation de carbure de chrome. D'autre part, des vitesses de refroidissement aussi rapides causent des zones de distorsion.

Les aciers contenant du Mo tels que AISI 316, 316L, 317, et 317L, présentent une tendance intermédiaire à la sensibilisation comparés aux nuances conventionnelles non stabilisées et stabilisées, c'est-à-dire qu'elles ne nécessitent pas de refroidissement à l'eau depuis la température de recuit de dissolution cependant, leur utilisation entre 540 et 760°C (1000 à 1400°F) devrait être évitée.

Dans le cas de ces derniers aciers les maintiens de longue durée à des températures comprises entre 650 et 870°C (1200 to 1600°F) doivent être évitées afin de ne pas avoir de précipitation des phases intermétalliques (voir figure 2), telles que sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ), et Laves ( $\text{Fe}_2\text{Mo}$ ) [3].

### I.3.3.2. Recuit de stabilisation

Dit aussi recuit de détensionnement, il est utilisé pour stabiliser les aciers inoxydables austénitiques afin de leur assurer une résistance maximale à la corrosion intergranulaire. Après le recuit de dissolution, seulement une partie du carbone est regroupé sous forme de phases primaires, telles que les carbures MC, les carbonitrides  $\text{M}(\text{C}, \text{N})$ , nitrides MN, ou carbosulfures  $\text{M}_4\text{C}_2\text{S}_2$ , où  $\text{M} = \text{Ti}$ , Nb, ou V. Le reste du carbone reste en solution solide et peut précipiter sous forme de carbures secondaires MC ou  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  aux basses températures, puisque la solubilité du carbone dans l'austénite en dessous de 900°C (1650°F) est très lente.

Une observation soigneuse de la figure 6 révèle que la température de début de précipitation des carbures les plus thermodynamiquement stables est déplacée aux hautes températures comparées à celles de début de précipitation des carbures de Cr moins stables du type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Cependant, le maintien de l'acier, après recuit de dissolution, entre 845 et 955°C (1550 et 1750°F) au-delà de 5h (selon la taille du constituant), favorise la précipitation des carbures MC au détriment des  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Les fours à atmosphère contrôlée doivent être utilisés afin d'éviter des conditions de carbonisation ou oxydation excessives, et la teneur en S dans les fours chauffés à l'huile ou au gaz doit être maintenue aux niveaux bas [3].

Le comportement des aciers inoxydables austénitiques vis-à-vis de l'élimination des contraintes résiduelles est comparable aux autres matériaux, la seule obligation est de ne pas dépasser la température à laquelle il pourrait y avoir précipitation de phase affectant les propriétés de l'acier [5].

### I.3.4. Formation de la martensite

L'austénite, dans les aciers inoxydables austénitiques en général et dans les nuances 300 en particulier, n'est pas une phase stable. Dans les

conditions de mise en solution, la température  $M_s$  est normalement en dessous de l'ambiante. Pour la plupart de ces aciers, la température  $M_d$  (température en dessous de laquelle la martensite se forme sous déformation) est supérieure à l'ambiante.

Deux types de martensite peuvent se former dans les aciers inoxydables :  $\alpha'$  (CC, ferromagnétique) et  $\varepsilon$  (HC, nonferromagnétique). Les paramètres de maille sont typiquement :

$$a_{\alpha'} = 0,2872 \text{ nm et } a_{\varepsilon} = 0,2532 \text{ nm; } c_{\varepsilon} = 0,4114 \text{ nm}$$

En supposant  $a_{\gamma} = 0,3585 \text{ nm}$ , on peut estimer que la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  produit une augmentation du volume de 2,57%, tandis que la transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  produit une diminution du volume de 0,81% [3].

#### I.3.4.1. Transformation durant le refroidissement

Il existe diverses équations empiriques qui relient la température  $M_s$  à la composition chimique. L'équation de Eichelman et Hull est la plus utilisée:

$$M_s (\text{°C}) = 1302 - 42 (\%Cr) - 61 (\%Ni) - 33 (\%Mn) - 28 (\%Si) - 1667 (\%[C + N]) \dots\dots\dots(I)$$

Où les compositions sont données en % massique.

Cette relation suggère qu'un certain nombre d'aciers austénitiques dont le 316L, lors du refroidissement aux températures cryogéniques vont former la martensite  $\alpha'$ . La capacité à former cette martensite devient plus significative pendant le refroidissement après sensibilisation. La précipitation des  $M_{23}C_6$  dans les joints de grains cause l'appauvrissement en Cr, C, et autres éléments d'alliage au voisinage des joints de grains. Ceci entraîne une température  $M_s$  plus élevée, rendant le matériau plus susceptible à la formation de la martensite  $\alpha'$  près des joints de grains durant le refroidissement. Concernant la martensite  $\varepsilon$ , aucune équation telle que la précédente n'a été rapportée. Cependant, il est raisonnable de s'attendre à ce que la formation de cette dernière martensite augmente avec la diminution de l'énergie de défaut d'empilement de l'austénite.



### I.3.4.2. Transformation sous contrainte

Le cas le plus fréquent de formation de martensite à température ambiante dans les aciers inoxydables est celui de la martensite induite sous contrainte.

La formation et le taux de formation de  $\alpha'$  et de  $\varepsilon$  dépendent de la composition de l'acier, de son énergie de défaut d'empilement; et de la température, le taux, et la vitesse de déformation. Selon Kaieda et Oguchi, le taux de  $\alpha'$  dépend aussi de l'état de contrainte pendant la déformation.

Il existe diverses équations empiriques qui relient la température  $M_d$  avec la composition chimique. L'une des plus courantes est celle de Angel :

$$M_d (30/50)(^{\circ}\text{C}) = 413 - 13,7 (\% \text{Cr}) - 9,5 (\% \text{Ni}) - 8,1 (\% \text{Mn}) - 18,5 (\% \text{Mo}) - 9,2 (\% \text{Si}) - 462 (\% [\text{C} + \text{N}]) \dots \dots \dots \text{(II)}$$

Où les compositions sont données en % massique.

$M_d (30/50)(^{\circ}\text{C})$  est la température à laquelle 50% vol de  $\alpha'$  est formée après une déformation en traction pure de 30%.

Pour la majorité des aciers austénitiques, la température  $M_d$  est au dessus de l'ambiante. Pour la martensite  $\varepsilon$ , de telles équations empiriques ne sont pas valables. La susceptibilité de l'austénite à former de la martensite ainsi que le taux de martensite formée augmentent avec la diminution de la température de déformation.

Lorsque les aciers inoxydables contenant de la martensite induite sous contrainte sont recuits, la martensite peut se transformer en austénite. Cette réversibilité se produit habituellement aux températures à environ 100°C plus bas et pour des durées plus courtes que celles nécessitées par la recristallisation d'un acier inoxydables déformé.

## I.4. Propriétés

Les aciers austénitiques ont deux propriétés particulièrement importantes, à savoir, leur conductivité thermique basse et leur coefficient de dilatation thermique élevé. Leur conductivité thermique équivaut à 1/5 de sa valeur pour le fer pur et 1/3 celle de l'acier au carbone AISI 1025. Le coefficient de dilatation thermique des aciers inoxydables est environ 50% plus élevée que pour le fer pur ou pour l'acier AISI 1025.

Les nuances à bas carbone "nuance-L" (exemple, 316L) remédient à la sensibilisation ou à la corrosion intergranulaire. Elles présentent souvent une excellente combinaison entre la résistance à la corrosion, ductilité, dureté et soudabilité. Cependant, pour les nuances communes leur ténacité, en particulier le module d'Young dans les conditions de recuit, est relativement bas, autour de 200 à 250 MPa [10].

#### **I.4.1. Microdureté**

La dureté caractérise la résistance à la déformation. Les essais de dureté se distinguent des essais de microdureté par le fait que les premiers intéressent un nombre quelquefois très important de grains de métal, alors que les seconds sont destinés en principe à définir les propriétés à l'intérieur des grains soit de la matrice, soit de ses divers constituants.

On peut distinguer, en pratique, deux domaines qui correspondent en général à des types d'appareils différents :

- la dureté sous charge réduite allant de 1,96 à 98 N, le domaine le plus caractéristique comprenant les charges de 1,96 à 19,6 N ;
- la microdureté, depuis 1,96 N jusqu'à des charges descendant au centième de newton, le domaine le plus courant comportant des charges comprises entre 0,049 et 0,49 N.

Ces domaines correspondent à des techniques expérimentales entièrement différentes. La pénétration des plus petites micro-empreintes est de l'ordre de 0,5  $\mu\text{m}$ , c'est-à-dire de l'ordre de grandeur des rugosités d'une pièce ayant subi une rectification, alors que les charges réduites provoquent des empreintes de 7 à 40  $\mu\text{m}$ . Les mesures de microdureté, pour donner des résultats satisfaisants, doivent être faites en précisant tous les paramètres : charge appliquée, vitesse de mise en charge, préparation de l'échantillon (mode de polissage), structure micrographique; elles nécessitent des précautions multiples, comme l'élimination des vibrations au cours des mesures, et des qualités particulières pour les appareils (forme du diamant, caractéristiques optiques, précision mécanique) [11].

### I.4.2. Résistance à la corrosion

On appelle corrosion la destruction des métaux sous l'action du milieu ambiant. L'attaque corrosive débute par la surface, c'est-à-dire par la limite métal-milieu et se propage progressivement en profondeur. Il est fréquent que les métaux perdent leur éclat métallique et se couvrent de produits de corrosion (se rouillent). Les propriétés mécaniques se dégradent alors brusquement, même lorsque l'aspect extérieur de la surface ne subit aucune modification [12].

La passivation est en rapport avec l'existence, à la surface de l'acier inoxydable, de films formés essentiellement d'oxyde ferrique hydraté avec une proportion variable de silice, mais sans chrome. Si l'acier contient du Mo, la structure de ces films se rapproche de celle des hétéropolyacides, comme l'acide silicomolybdique (le fait qu'on puisse définir un degré de passivation ne pourrait pouvoir être expliqué que par la variabilité des propriétés de ces films d'oxydes, notamment de leur épaisseur et de leur porosité). Cependant il est curieux de noter que la passivité se conserve dans les milieux acides de pH très inférieur à celui à partir duquel  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  est stable. Sans doute faut-il admettre qu'avant formation de la couche d'oxydes, il se produit une chimisorption d'oxygène, favorisée par le défaut de saturation de l'avant-dernière couche (3d) d'électrons dans les atomes de fer et de chrome ; le nombre de places libres dans la couche 3d du chrome étant de 5, une proportion d'un atome de chrome pour 5 de fer permet d'ailleurs d'enlever un électron à chaque atome de fer, ce qui est également favorable à la passivité. En tout état de cause, en deçà de 13% de Cr, la passivité n'est plus assurée. Ainsi, on a observé qu'au cours du recuit à haute température, les tôles minces en acier inoxydable austénitique Ni-Cr du type 18-8 risquaient de s'oxyder rapidement, avec formation d'une couche superficielle très mince (moins de  $10\mu\text{m}$  d'épaisseur), où la teneur en chrome tombe à 10% environ. En pareil cas, l'alliage devient sujet à la corrosion par piqûres par simple exposition à l'atmosphère, même non spécialement agressive, ce qui a conduit à certains déboires dans les applications qu'en a faites l'industrie du bâtiment.

Les aciers austénitiques Ni-Cr ne résistent pas en milieu réducteur, en particulier en milieu chlorhydrique (la corrosion dans l'acide chlorhydrique en l'absence d'oxygène est une corrosion généralisée sensiblement uniforme). L'addition d'un oxydant énergétique, par exemple l'eau oxygénée, transforme le

phénomène en une corrosion par piqûres; ce type de corrosion est généralement observé au voisinage de neutralité en présence d'ions chlore (en solution de chlorure de fer, par exemple).

La sensibilité des aciers inoxydables austénitiques à la corrosion intergranulaire est éliminée par l'addition des éléments stabilisateurs Ti, Nb et V, même en faibles quantités. Ces éléments forment des carbures de type MC très stables, durs et qui ont des potentiels de corrosion élevés [2,3].

### **I.5. Conclusion**

La propriété la plus digne de remarque est la résistance à la corrosion dans de très nombreux milieux et réactifs. Cette résistance qui, pour atteindre sa pleine valeur, exige un bon polissage des surfaces, suivi d'un décapage soigné, éliminant la couche écrouie créée en surface par ce polissage, est attribuée à la passivation de la surface en milieu oxydant.

La passivation reste imparfaite en certains points correspondant à des inclusions ou à des imperfections de structure, lesquels, devenant anodique se trouvent être le siège des piqûres. La diminution du nombre d'inclusions décroît sensiblement la tendance aux piqûres, qui, de plus, cesse alors d'être plus marquée sur les coupes orthogonales à la direction du corroyage.

## *Chapitre II*

# **CORROSION LOCALISEE PAR PIQUES**

## Chapitre II. CORROSION LOCALISEE PAR PIQURES

### II.1. Définition

La corrosion par piqûres désigne une attaque locale d'une surface passive. Elle nécessite la présence d'anions agressifs, notamment les ions  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  et  $\text{I}^-$ , et d'un oxydant. Elle se manifeste par la formation de petites cavités (piqûres), alors que la surface passive reste intacte. Le nombre et la forme des piqûres de corrosion varient selon les conditions expérimentales. Lors d'essais potentiostatiques, les piqûres sont souvent hémisphériques brillantes et de dimension variant de quelques micromètres à quelques millimètres [13].

### II.2. Mécanismes d'amorçage des piqûres

Les mécanismes possibles de rupture du film passif en milieu chloruré se transposent directement au problème de l'amorçage de la corrosion par piqûre, sans que l'on puisse toujours dire avec précision lequel est effectivement déterminant [14].

#### *a) Adsorption des ions $\text{Cl}^-$*

Pour certains auteurs, la piqûre intervient lorsque la quantité d'ions  $\text{Cl}^-$  adsorbés dépasse une valeur critique. Ce modèle permet de retrouver la variation logarithmique du potentiel de germination des piqûres  $E_p$  avec la concentration en chlorures. Il permet de prévoir l'action inhibitrice de certains ions. Il ne suffit pas cependant à lui seul à définir la nature du phénomène qui entraîne la piqûration à partir d'une certaine teneur en  $\text{Cl}^-$  adsorbée.

#### *b) Pénétration des ions $\text{Cl}^-$ dans le film passif*

Certains auteurs ont supposé que la piqûre se produisait lorsque les ions  $\text{Cl}^-$  atteignaient l'interface métal-film passif (mf) par migration à travers le film. On en déduit le temps d'incubation nécessaire à la piqûration; cette hypothèse est controversée car les temps d'incubation estimés ne sont pas toujours très réalistes.

#### *c) Rupture du film par électrostriction*

Les ions  $\text{Cl}^-$  éventuellement présents dans le film en abaisseraient la tension superficielle; le film se romprait alors sous l'effet de la pression d'électrostriction induite par le champ électrique qui règne dans le film.

**d) Formation d'un chlorure métallique stable aux dépens du film passif**

Suivant cette hypothèse, à partir d'une certaine teneur en chlorure en solution, conjuguée à une différence de potentiel métal solution élevée, le chlorure  $MCl_n$  (où  $n$  est la valence des cations métalliques  $Mn^+$  présents dans le film) deviendrait plus stable que l'oxyhydroxyde que constitue le film passif. Le potentiel de piqûre (fonction de la teneur en  $Cl^-$  de la solution) correspondrait à la transition thermodynamique oxyhydroxyde  $\rightarrow MCl_n$ . Cette formation du chlorure  $MCl_n$  peut *a priori* se produire à l'interface (fs), à l'intérieur même du film (f), ou à l'interface (mf) à partir des  $Cl^-$  présents dans le film et du métal sous jacent. On doit noter que cette hypothèse est en contradiction formelle avec celle de la formation possible d'un chlorure  $MCl_n$  instable à l'interface (fs), avancée par Hoar pour expliquer un accroissement de la vitesse de dissolution en présence de  $Cl^-$ .

**e) Coalescence des lacunes cationiques présentes dans le film**

L'accroissement du courant de dissolution des cations à travers le film peut entraîner une augmentation de la quantité de lacunes cationiques présentes dans le film. A partir d'une certaine teneur critique, ces lacunes peuvent former des cavités à l'interface (fs) et ainsi provoquer la rupture mécanique du film. Récemment, un modèle de nucléation a été proposé pour étudier la vitesse de formation des cavités de taille critique, et donc de la vitesse d'amorçage des piqûres  $g$  définie plus haut. On explique ainsi le caractère stochastique de l'amorçage de la piqûration.

**f) Amincissement localisé du film passif**

Suivant Hoar, l'augmentation de la vitesse de dissolution cationique entraîne un amincissement du film. Cet auteur suppose aussi qu'un amincissement localisé aura tendance à s'amplifier du fait de la création d'un champ électrique localement plus intense. De façon générale, une perturbation aléatoire de la distribution locale des potentiels peut s'amplifier (amorçage d'une piqûre) ou au contraire s'amortir (repassivation ...).

**g) Variations locales de composition du milieu corrosif**

Le courant cationique traversant le film passif est susceptible de produire une faible acidification locale de la solution au voisinage de l'interface film-solution fs (tout au moins si la diffusion des produits de corrosion depuis

(fs) vers le coeur de la solution n'est pas assez rapide). Suivant cette idée, l'amorçage des piqûres aurait une origine analogue à celle des crevasses, mais sur une surface libre. Cependant, les valeurs de pH attendues de cette acidification semblent largement insuffisantes pour expliquer les phénomènes observés. Il n'en va sans doute pas de même si la germination des piqûres a lieu aux voisinages d'inclusions non métalliques, où l'acidité peut atteindre des valeurs plus importantes. De façon générale, on peut concevoir que des variations locales de composition (teneur en  $\text{Cl}^-$ , pH, ...) puissent s'amplifier (conduisant ainsi une instabilité irréversible du film passif) ou au contraire régresser, suivant les conditions.

### II.3. Sites d'amorçage des piqûres

Bien que les aciers inoxydables soient souvent considérés par les théoriciens comme idéaux; les défauts cristallographiques (dislocations, joints de grains) sont parfois pris en compte dans les modèles, mais les métallurgistes sont conscients de la trop grande simplicité de cette approche. Carbures, nitrures, sulfures, oxydes, phases secondaires peuvent souvent poser des problèmes et ces défauts sont vraisemblablement à l'origine de germes de piqûration.

#### II.3.1. Les sulfures

Les sulfures (en particulier les sulfures de manganèse) ont un rôle particulièrement nocif, car ils ne sont probablement pas stables dans le milieu corrosif et leur dissolution provoque une forte acidification locale, ainsi qu'un enrichissement en espèces soufrées nocives. On peut lutter contre ce phénomène en ajoutant des éléments tels que le titane dans l'acier, qui privilégie la formation de sulfure de titane pendant l'élaboration du métal; ce sulfure est insoluble en milieu aqueux et ne présente donc pas les inconvénients du  $\text{MnS}$ . D'autres solutions telles que : adjonction de Mo ou de Cu dans le métal sont également efficaces et l'on pense qu'elles ont pour principal effet d'intervenir au moment de la dissolution du  $\text{MnS}$  en limitant les effets néfastes.

D'autres inclusions, dont la plupart des oxydes, sont insolubles, mais leur différence de plasticité avec la matrice métallique est telle que, lors de la



transformation de l'acier, des petites décohésions apparaissent à l'interface matrice-inclusion. Ces microcavités sont des germes de piqûration extrêmement efficaces. Le cas le plus nocif est celui, malheureusement fréquent, où des sulfures entourent une inclusion non malléable, car alors les deux effets sont combinés. Les progrès dans les méthodes d'élaboration industrielle de l'acier (aciers à teneurs en soufre inférieures à 50 ppm par exemple) ont considérablement amélioré la résistance à la corrosion par piqûre des aciers.

Les propriétés électriques et électrochimiques particulières des inclusions peuvent également jouer un rôle. Enfin certains oxydes sont plus nocifs que d'autres. De façon générale la résistance à la piqûration dépend du plus faible maillon de la chaîne : sulfures de manganèse, oxydes, matrice. Ces sulfures de manganèse, lorsqu'ils sont en quantité suffisante sont les sites privilégiés de piqûres. Lorsque ce n'est pas le cas, les oxydes (MgO, puis SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) jouent ce rôle. Enfin, les joints de grains et les dislocations peuvent intervenir.

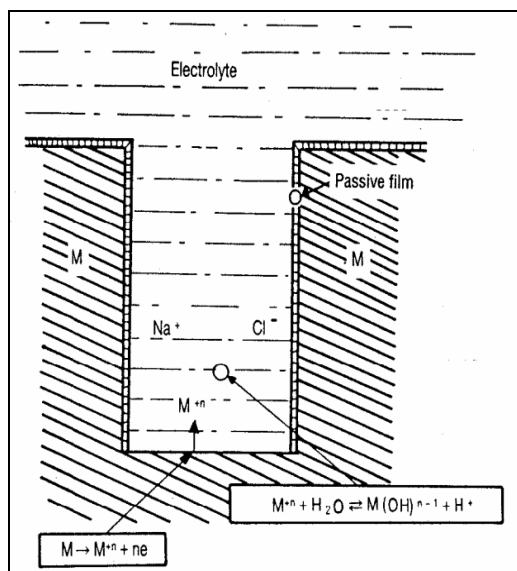
### II.3.2. Les carbures

Les carbures (qui sont des précipités et non des inclusions) et dont la présence correspond souvent à un souci d'améliorer les caractéristiques mécaniques, peuvent également être des sites de piqûration privilégiés. Le cas des carbures de chrome est à ce titre exemplaire : si le métal n'est pas parfaitement recuit, une zone déchromée peut entourer le carbure et ainsi sensibiliser l'acier à la corrosion par piqûre. Ce phénomène est analogue à celui de la corrosion intergranulaire et les remèdes sont ceux que l'on utilise dans ce type de corrosion (recuit, adjonction de stabilisants tels que Nb ou Ti ...).

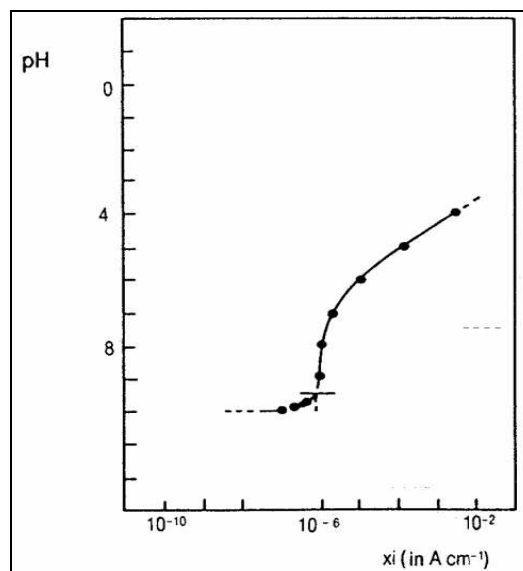
### II.4. Croissance des piqûres

Une fois amorcées, les piqûres sont susceptibles de croître si les valeurs locales du pH et/ou la teneur en chlorure sont assez grandes pour inhiber toute repassivation. A titre d'exemple, considérons une piqûre idéale, comme celle de la figure 7 On montre que le paramètre déterminant vis à vis de l'acidification est le produit de la profondeur  $x$  de la piqûre par la densité du courant  $i$  en fond de piqûre. La figure 8 montre l'évolution du pH local en

fonction du produit  $x.i$ . On conçoit que lorsqu'une piqûre atteint une profondeur critique, le pH atteint une valeur assez basse pour que toute repassivation devienne impossible.



**Figure 7 :** Modèle de piqûre unidirectionnelle [14].



**Figure 8 :** Effet du produit  $x.i$  sur le pH dans la piqûre (d'après J.R. GALVELE),  $x$  profondeur,  $i$  intensité de dissolution [14].

## II.5. Conclusion

Comme on a tenté de le montrer ci-dessus, les mécanismes imaginés pour rendre compte de l'amorçage des piqûres sont nombreux, et parfois contradictoires. Cette contradiction n'est cependant peut être qu'apparente car ces mécanismes ne sont pas exclusifs l'un de l'autre. Ainsi une phase d'adsorption préalable peut précéder la pénétration éventuelle des ions  $\text{Cl}^-$  et/ou la formation de chlorures métalliques. De même, l'un ou l'autre de ces mécanismes peut devenir prépondérant en fonction des conditions expérimentales réelles, de l'état du film passif concerné et bien entendu du matériau testé. Notons cependant qu'ils impliquent tous un effet accélérateur de la différence de potentiel métal-solution et de la concentration en  $\text{Cl}^-$  de la solution. On peut aussi toujours définir un "potentiel" d'amorçage de piqûres, fonction décroissante de la teneur en  $\text{Cl}^-$ , en dessous duquel la piqûration ne peut s'amorcer.

# *Partie Experimentale*

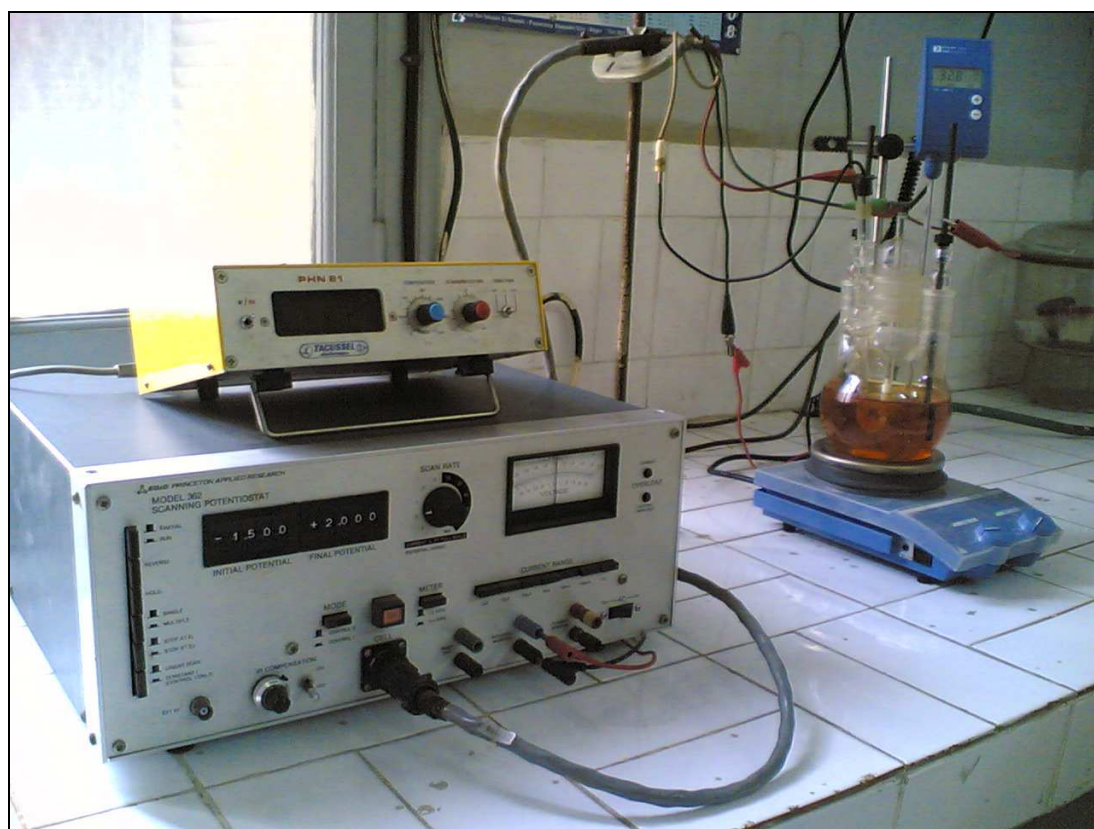
## Chapitre III

# MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES

### Chapitre III. MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES

Il s'agit d'étudier le comportement de l'acier inoxydable 316L, en milieu aéré contenant des chlorures ferriques. Les différents essais présentés dans ce qui suit sont effectués au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP- El Harrach, Alger). Ils sont réalisés dans différentes conditions, à savoir une concentration de 0,1M en  $\text{FeCl}_3$ , une température de  $38^\circ\text{C}$  et un milieu agité. L'acier subit des traitements thermiques à différentes températures ( $1100$  et  $925^\circ\text{C}$ ) et différents temps de maintien (de 30min à 5h). L'observation de la microstructure se fait à l'aide d'un microscope optique, de marque Zeiss-Universal, relié à une caméra CCD. Une carte d'acquisition et de traitement (Matrox Meteor) permet l'exploitation, via le logiciel Aphelion-ADCIS, des images numériques obtenues.

Le but du travail est de se rapprocher au mieux des conditions d'emploi de l'acier en question, à l'aide du dispositif expérimental de la figure 9.



**Figure 9:** Dispositif expérimental utilisé pour les essais électrochimiques.

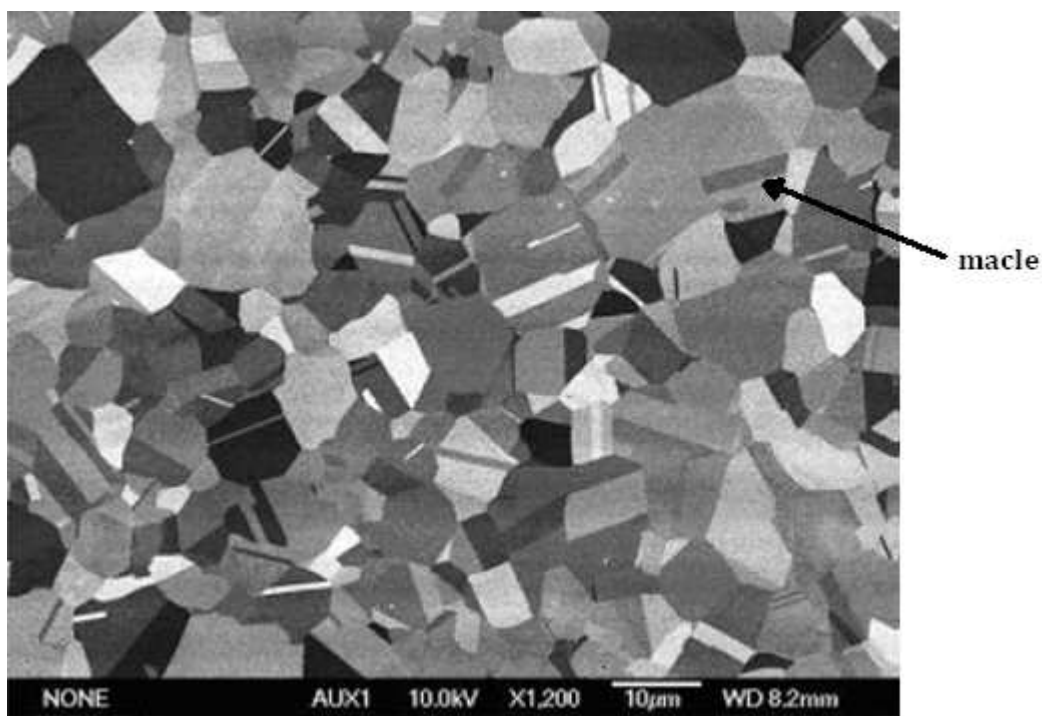
### III.1. Caractérisation chimique et microstructurale

Le matériau mis à notre disposition a une structure et une composition chimique connues. C'est l'acier inoxydable austénitique AISI 316L (EN 1.4404 selon la norme européenne) sous forme de tôle mince de 1 mm d'épaisseur. Sa composition chimique déterminée à l'ESTA (Ecole Supérieure des Techniciens en Aviation) de Dar El Beida (Alger) est montrée dans le tableau 2.

**Tableau 2:** Teneur en éléments d'alliage du 316L en pourcentage massique [15].

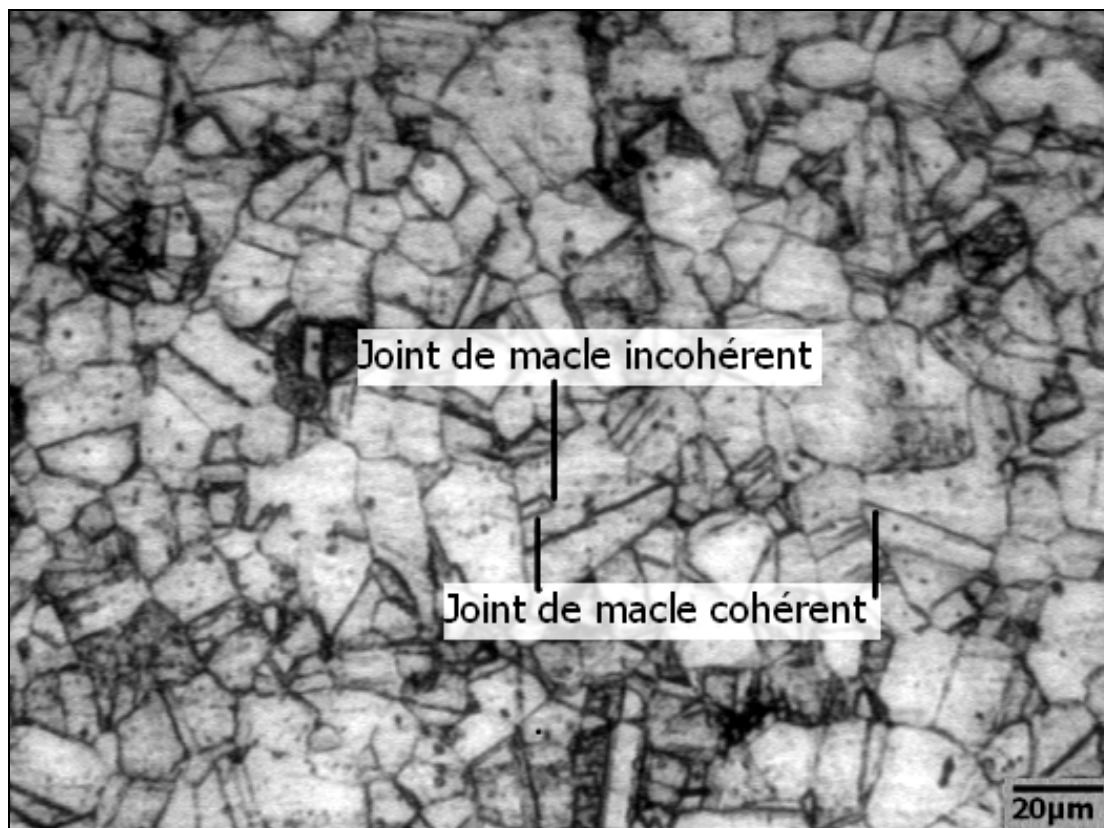
Eléts	C	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Cu	Co	W
%	<0,038	64,46	17,556	11,889	2,482	0,486	1,490	0,240	0,148	0,052
Eléts	Ti	P	V	Al	As	S	Nb	Sn	Pb	
%	0,0028	0,043	0,041	0,008	0,011	0,017	0,011	0,009	0,0025	

La microstructure de l'acier de la figure 10 a été observée, au microscope électronique à balayage (MEB) en électrons rétrodiffusés, au Laboratoire d'Etude de Texture et Applications aux Matériaux (LETAM – Metz, France). La photographie démontre des grains réguliers ainsi que la présence de macles, en grand nombre, caractéristiques des structures cfc.



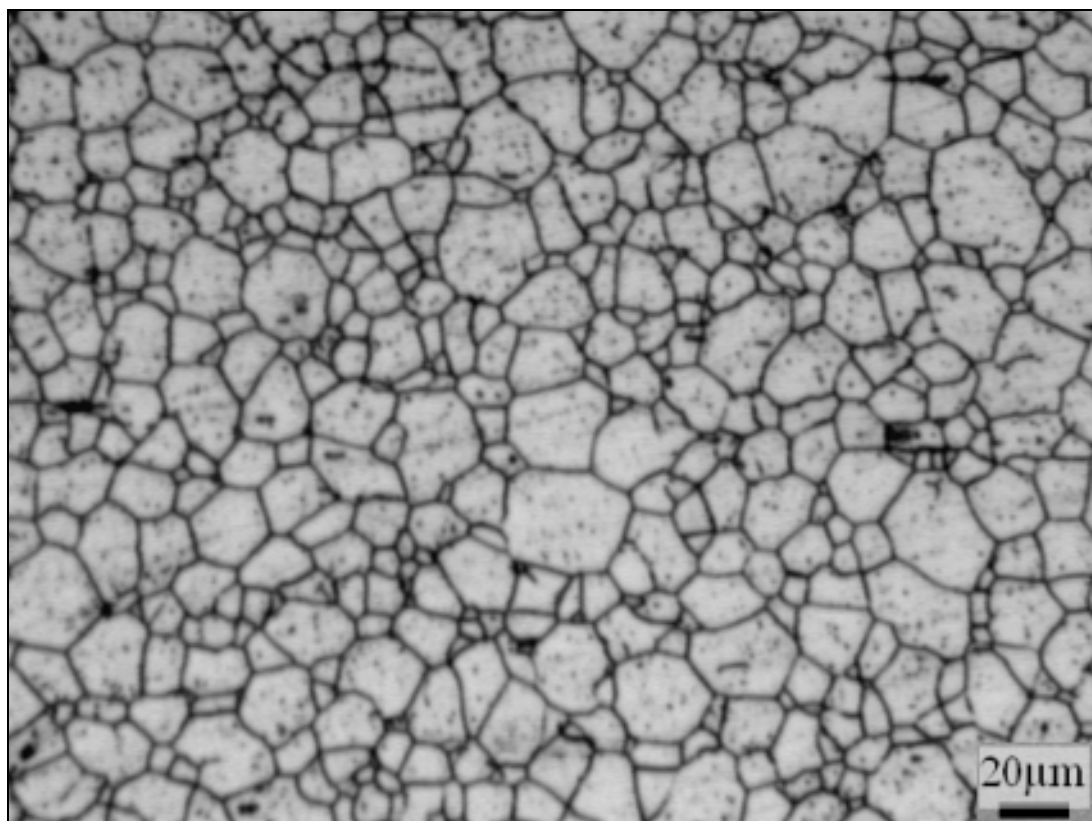
**Figure 10:** Photographie de la microstructure de l'acier 316L, prise au MEB [15].

La figure 11 montre la microstructure de cet acier observée au microscope optique. La préparation métallographique de la surface a été effectuée comme suit : polissage aux papiers-émeri (P180, P400, P600 puis P1000), polissage de finition à la suspension d'alumine de 0,3  $\mu\text{m}$  et attaque chimique pendant 2 min dans une solution composée de 30ml de  $\text{HNO}_3$ , 40ml d' $\text{HCl}$  et 40ml d'eau distillée.



**Figure 11:** Photographie de la microstructure de l'acier 316L (poli mécaniquement), prise au microscope optique.

La microstructure ci-dessus montre la présence de joints de macles cohérents et incohérents, ainsi que des grains austénitiques réguliers de taille moyenne de 20 $\mu\text{m}$ . La surface est parsemée de points sombres répartis sur toute la surface et à l'intérieur des grains; ces taches représentent des inclusions. La figure 12 montre la même microstructure, cette fois-ci, obtenue après polissage électrolytique.



**Figure 12:** Photographie de la microstructure de l'acier 316L (poli électrolytiquement), prise au microscope optique.

Le polissage électrolytique permet de ressortir les joints de grains en faisant abstraction des macles, le but est d'avoir une meilleure appréciation de la taille moyenne des grains.

La microstructure sur les deux photos vient conforter la nuance de l'acier désigné plus haut, à savoir; l'acier inoxydable austénitique 316L.

### III.2. Préparation des échantillons

Les échantillons sont découpés à partir de tôles minces de 1 cm de largeur et 1 mm d'épaisseur à l'aide d'une scie à métaux. Les surfaces à étudier sont sous forme de carrés de 1 cm<sup>2</sup> de surface, traités thermiquement à deux températures 1100 et 925°C à différents temps de maintien et refroidis à l'air calme.

#### III.2.1. Polissage mécanique

Les surfaces des échantillons sont amenées à un poli miroir, comme décrit précédemment, sur une polisseuse mécanique tournant à une vitesse

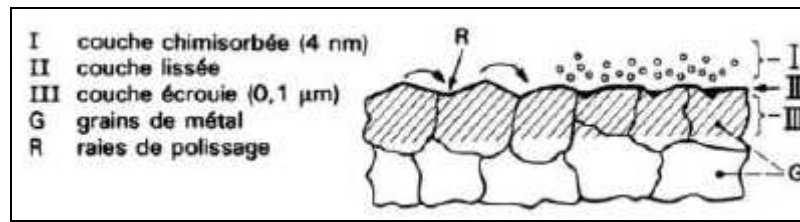


d'environ 150 trs/min. Pour chaque papier, le polissage est effectué pendant 1 à 2 min. L'opération est terminée par un polissage de finition réalisé sur un tissu en feutre imprégné de poudre d'alumine ( $Al_2O_3$ ) de  $0,3\mu m$ , en suspension dans de l'eau distillée, pendant environ 2 à 3min. En fin de polissage, les échantillons sont rincés à l'eau distillée puis nettoyés à l'acétone pour enlever toute trace d'alumine et séchés.

### III.2.2. Effets du découpage et du polissage mécanique

Les effets perturbateurs du découpage par tronçonnage sont avant tout d'ordre thermique et d'ordre mécanique. L'effet thermique affectant le métal sur plusieurs millimètres de profondeur. Il est important de noter que, même par meulage ou tronçonnage sous eau, la température superficielle, sur  $0,01mm$  de profondeur par exemple, peut largement dépasser  $200^\circ C$  et, par conséquent, affecter nombre de structures instables et même induire des microfissures très superficielles.

Le polissage mécanique donne une surface garnie de nombreuses raies de polissage juxtaposées, dont la profondeur dépend de la grosseur et du degré d'usure des grains d'abrasifs, ainsi que de la pression exercée. Les constituants durs restent légèrement en relief, surtout avec des abrasifs doux déposés sur supports mous. Chaque grain d'abrasif se comporte en gros comme un micro-outil d'usinage soumis à un certain effort, et écrouit le métal sous-jacent sur une épaisseur de 4 à 8 fois la profondeur du sillon (figure 13); ainsi, avant de changer le grade d'abrasif, il faut éliminer non seulement les raies produites par le grade précédent, mais aussi la couche écrouie qui accompagne ces raies. Le grade plus fin suivant donne aussi une couche écrouie, mais moins profonde. En plus de la couche écrouie, il se forme une couche lissée, c'est-à-dire du métal recouché sur le fond des raies, ou par-dessus les microfissures qu'il occulte souvent; ce phénomène est plus accusé pour les métaux mous, dont la ferrite des aciers, et pour les derniers stades du polissage [15].

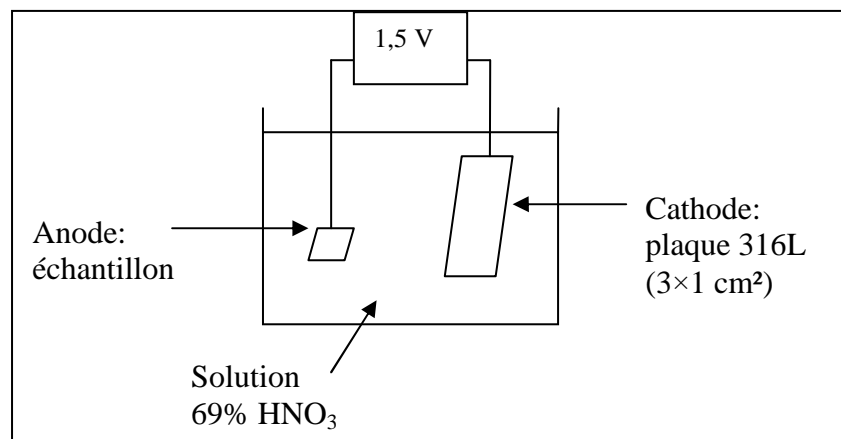


**Figure 13:** État de surface après polissage à l'abrasif de  $1\mu\text{m}$  [16].

Du fait que la dureté de l'inclusion soit souvent différente de celle du métal, le polissage entraîne des reliefs qui sont encore agrandis par l'effet "queue de comète" du au polissage. Ce sillon autour de l'inclusion est gênant en microscopie mais il est utile en observation macrographique (on l'accentue par polissage à l'alumine sur support doux) pour juger de la répartition des inclusions ainsi agrandies; dans ce dernier but l'échantillon peut être durci ou adouci pour accentuer la différence de dureté inclusion-métal [4].

### III.2.3. Polissage électrolytique

L'échantillon à polir électrolytiquement est plongé dans une solution d'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  69% et joue le rôle de l'anode. La cathode est un acier 316L de  $3\text{cm}^2$  de surface (figure 14). L'ensemble est sous une tension de 1,5Volts pendant 50secondes. L'échantillon est ensuite rincé à l'éthanol puis à l'eau distillée.



**Figure 14:** Montage utilisé pour le polissage électrolytique.

### III.3. Méthodes expérimentales

Différents travaux expérimentaux ont été effectués dans cette présente étude :

- Traitements thermiques.
- Essais mécaniques de microdureté.
- Essais électrochimiques de corrosion.

#### III.3.1. Traitements thermiques

Le recuit de dissolution ou la mise en solution consiste à chauffer l'acier 316L à la température de 1100°C pendant 30min pour que le carbone passe en solution. Après traitement, le matériau subit un refroidissement à l'air calme afin d'éviter la précipitation d'autres carbures indésirables. Le recuit de stabilisation consiste à maintenir l'acier à 925°C pendant 30min et 5h. Cette température est choisie de sorte qu'il ne se produise pas de précipitation de phases affectant les propriétés de l'acier. Le refroidissement de l'acier de 1100 à 925°C se fait à l'intérieur du four à l'air calme et à raison de 3°/min.

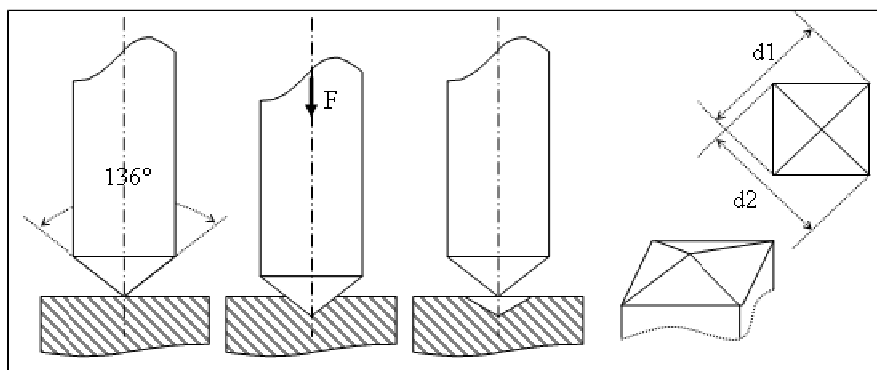
Les échantillons préalablement nettoyés à l'acétone puis séchés sont introduits dans un four à moufle de type NÜVE MF 120 (figure 15) dans une atmosphère oxydante composée d'air. Après refroidissement à l'air, les échantillons sont recouverts d'une couche superficielle très mince, *a priori* de calamine qui s'effrite rapidement.



**Figure 15:** Photographie du four à moufle type Nüve MF 120 utilisé pour les traitements thermiques.

### III.3.2. Essais mécaniques de microdureté

Le pénétrateur est de type Vickers. La mesure de la dimension de l'empreinte est réalisée à l'aide d'un microscope ( $\times 100$  ou  $\times 400$ ) [16]. Il s'agit d'imprimer dans la pièce à essayer un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet de  $136^\circ$  sous une charge donnée et à mesurer la diagonale  $d$  de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge (figure 16).



**Figure 16:** Schématisation du Pénétrateur et de l'empreinte laissée après enlèvement de la charge [17].

Les mesures de la microdureté ont été effectuées sur des surfaces polies mécaniquement. Elles ont été réalisées avec un microindenteur de type Vickers. Des charges de 100g ont été appliquées pendant 15 secondes sur les surfaces des échantillons non traité et traités thermiquement. Des charges de 25g ont été appliquées progressivement pendant 15 secondes pour la surface de l'acier 316L non traité et pour les mesures de microduretés localisées. L'appareillage utilisé est un microduremètre SHIMADZU HMV-M (figure 17) qui est équipé d'un pénétrateur diamant Vickers. Les valeurs de dureté obtenues résultent de la moyenne de 5 mesures.

La microdureté Vickers HV est liée à la longueur moyenne des diagonales de l'empreinte ( $d$ ) et à la charge appliquée ( $P$ ) par la relation :

$$HV = 1854,4 P/d^2 \dots\dots\dots(III)$$

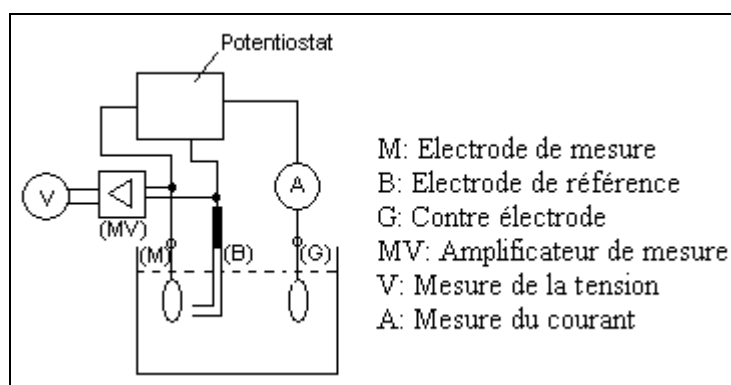
$P$  : charge appliquée (g) et  $d = (d_1 + d_2)/2$  ( $\mu\text{m}$ ).



**Figure 17:** Photographie du microduromètre SHIMADZU HMV-M Micro Hardness Tester.

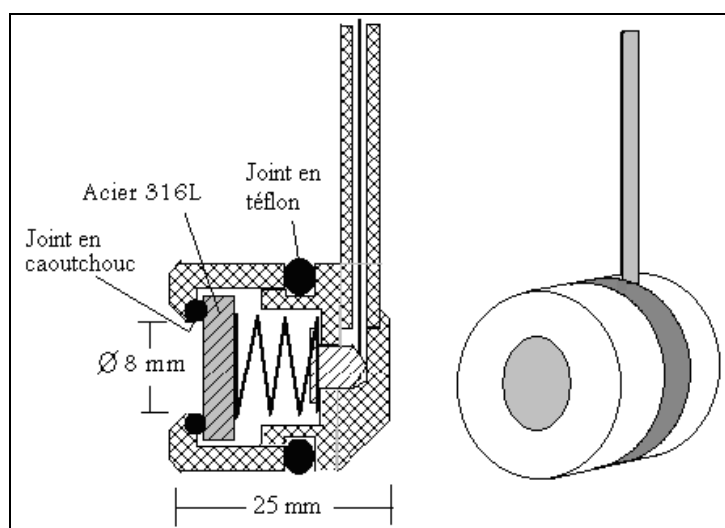
### III.3.3. Essais électrochimiques de corrosion

La figure 18 montre le dispositif utilisé pour ces essais. L'échantillon en acier 316L constitue l'électrode de travail connectée à travers le potentiostat, de type EGG-Princeton 263, à l'électrode de référence (montrée sur la figure 21). Ces deux électrodes sont plongées dans une solution électrolytique ( $\text{FeCl}_3$ ). La contre électrode ou l'électrode auxiliaire, en graphite, sert à mesurer le courant débité par l'électrode de travail. Les valeurs du potentiel imposé par le potentiostat (en mode manuel) varient entre  $-1500$  et  $+2000$  mV.



**Figure 18:** Dispositif utilisé pour la réalisation de mesures électrochimiques sous contrôle de potentiel.

L'électrode de travail est un porte-échantillon escamotable permettant de remplacer l'échantillon à volonté. La surface mise en contact avec le milieu (la surface utile) est circulaire de 8 mm de diamètre. Les deux joints en caoutchouc et en téflon assurent l'étanchéité du système. Le tout est représenté par les figures 19 et 20.



**Figure 19:** Schématisation du porte échantillon escamotable en guise d'électrode de travail.



**Figure 20:** Photographie de l'électrode de travail : échantillon et porte échantillon (vue de face et de côté).



**Figure 21:** Electrode de référence au calomel saturé (ECS) : électrode et capillaire de Luggin.

Afin d'approcher au mieux les conditions réelle de travail de l'acier, nous choisissons les conditions suivantes : milieu chloruré 0,1M  $\text{FeCl}_3$  et agité à raison de 250 trs/min à 38°C de température.

### III.4. Méthodes d'analyse

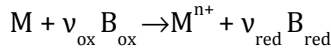
Diverses méthodes d'analyse doivent être combinées aux résultats expérimentaux pour déterminer les paramètres recherchés, et à chaque méthode expérimentale correspond une méthode d'analyse.

#### III.4.1. Analyse électrochimique

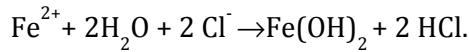
Afin de déterminer le potentiel de corrosion ( $E_{\text{cor}}$ ) et la densité de courant de corrosion ( $i_{\text{corr}}$ ), la représentation logarithmique de la densité de courant devient nécessaire. Cette représentation permet de mettre en évidence la relation entre le logarithme de  $i$  et la tension, lorsque cette dernière, en valeur absolue, est élevée.

##### III.4.1.1. Extrapolation des droites de Tafel

Dans notre étude, le système comporte une seule réaction anodique et cathodique du type :



M désignant le métal (Fe) et B<sub>ox</sub> l'oxydant (O<sub>2</sub>), cette réaction devient :



La densité de courant de corrosion peut être déterminée par l'équation de Butler-Volmer [13]:

$$i = i_{cor} \exp\left(\frac{E}{\beta_{a,M}}\right) - i_{cor} \exp\left(\frac{E}{\beta_{c,B}}\right) \dots\dots\dots(IV)$$

$\beta_a$  et  $\beta_c$  sont les coefficients de Tafel.

Si la polarisation E dépasse, en valeur absolue, 50 à 100 mV, un des deux termes logarithmiques devient négligeable et le courant mesuré correspond au courant partiel anodique ou cathodique. L'extrapolation de la droite de Tafel vers le potentiel de corrosion fournit la valeur de  $i_{cor}$  (figure 22).

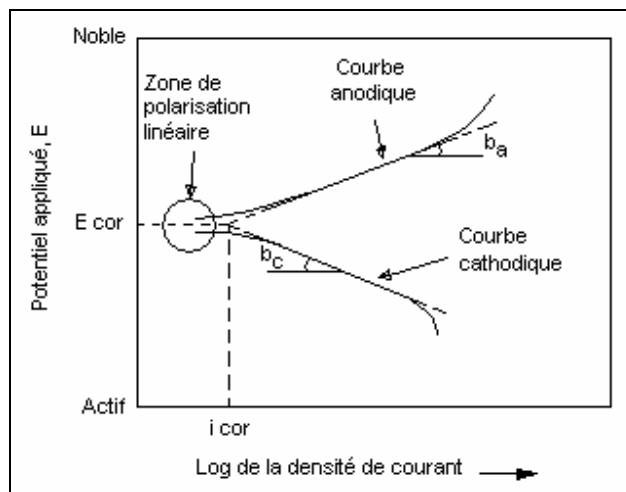


Figure 22: Mesure de  $i_{cor}$  par la méthode d'extrapolation de Tafel [18].

Au potentiel de corrosion, le courant vaut  $I = I_{cor}$ . La vitesse de corrosion est directement proportionnelle à ce courant :

$$V_{cor} = \frac{I_{cor}}{nFA} \text{ soit } V_{cor} = \frac{i_{cor}}{nF} \dots\dots\dots(V)$$

**III.4.1.2. Résistance de polarisation**

C'est une autre technique de détermination de la vitesse de corrosion. Une polarisation anodique et cathodique de quelques millivolts autour du



potentiel de corrosion suffit à déterminer la résistance de polarisation  $R_p$  d'une électrode.

Sur la figure 23,  $R_p$  représente la pente :

$$R_p = \left. \frac{dE}{di} \right|_E, (\Omega m^2) \dots\dots\dots (VI)$$

La résistance de polarisation au potentiel de corrosion,  $R_{p\text{ cor}}$ , vaut :  $\left. \frac{dE}{di} \right|_{E_{cor}}$

$$\text{Aussi : } R_p = \frac{1}{i_{cor}} \cdot \frac{\beta_{a,M} \beta_{c,B}}{\beta_{a,M} + \beta_{c,B}} [13] \dots\dots\dots (VII)$$

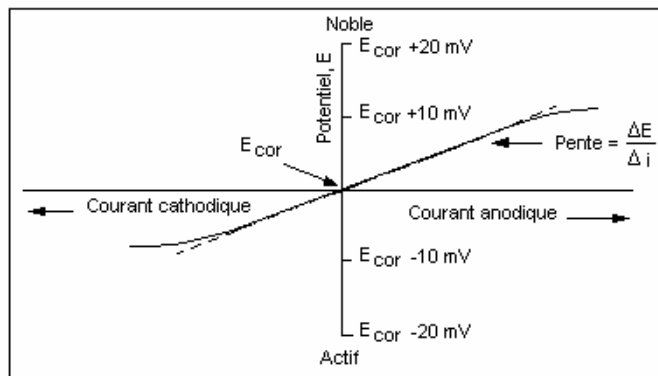


Figure 23: Mesure de la vitesse de corrosion par la résistance de polarisation [18].

**III.4.2. Méthodes d'examen métallographique**

Ce sont des méthodes purement géométriques et donc absolument indépendantes de l'alliage considéré.

**III.4.2.1. Détermination de la taille de grains**

La taille de grains d'une microstructure donnée peut être déterminée soit par l'une des méthodes manuelles conventionnelles soit par la méthode numérique, par le biais d'un logiciel. La grosseur du grain peut être caractérisée par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparée (par polissage électrolytique) pour faire apparaître les contours des sections des grains par le plan de coupe.

**III.4.2.1.a. Méthode manuelle de l'intersection linéaire moyenne**

La méthode de l'intersection linéaire moyenne consiste à mesurer la longueur du segment test pour un nombre donné de grains placés sur ce segment

(N). Pour des grains réguliers, la distance entre deux segments test parallèle doit être supérieure au diamètre du grain. Si la longueur du segment test est connue (L, mm), la taille du grain ( $\phi$ ,  $\mu\text{m}$ ) est alors donnée par l'équation suivante :

$$\phi = \frac{L \times 1000}{G \times N} \times X_v \dots\dots\dots \text{(VIII)}$$

Avec :  $X_v$ , fraction volumique des grains dont on veut calculer la taille et G, le grossissement utilisé.

#### III.4.2.1.b. Méthode numérique d'analyse et de traitement d'image

La théorie de l'interprétation d'images permet à l'utilisateur de concevoir une image comme une collection d'objets pouvant contenir des objets au lieu de contenir habituellement des points image. Ces objets peuvent être des particules, des chaînes de contours, des polygones, des segments, etc. Cette conversion en objets permet de réduire de manière significative le temps d'exécution des traitements et rend ainsi la phase de reconnaissance et d'interprétation beaucoup plus aisée. Un ensemble d'attributs est ensuite calculé pour chaque objet, comme la surface, le périmètre, la longueur, les diamètres de Féret, la direction principale, l'intensité lumineuse, etc. Les objets et leurs attributs associés sont stockés dans une base de données symbolique qui peut être visualisée dans un tableau 2D. Des outils de sélection, tri, regroupement et filtrage sont fournis à l'utilisateur afin de filtrer les mesures selon différents critères de forme, taille, etc. Chaque mesure peut être convertie dans une unité choisie par l'utilisateur.

Le logiciel utilisé est "Aphelion v3.0" et le calcul se fait à partir de quatre photos de microstructure pour chaque échantillon (voir annexe en fin de document).

# *Chapitre IV*

## **EXPLOITATION DES RESULTATS**

## Chapitre IV. EXPLOITATION DES RESULTATS

### IV.1. Présentation des résultats

Pour des raisons de simplicité et de clarté, les notations du tableau 3 seront adoptées pour le restant du document :

**Tableau 3:** Notation des traitements thermiques effectués.

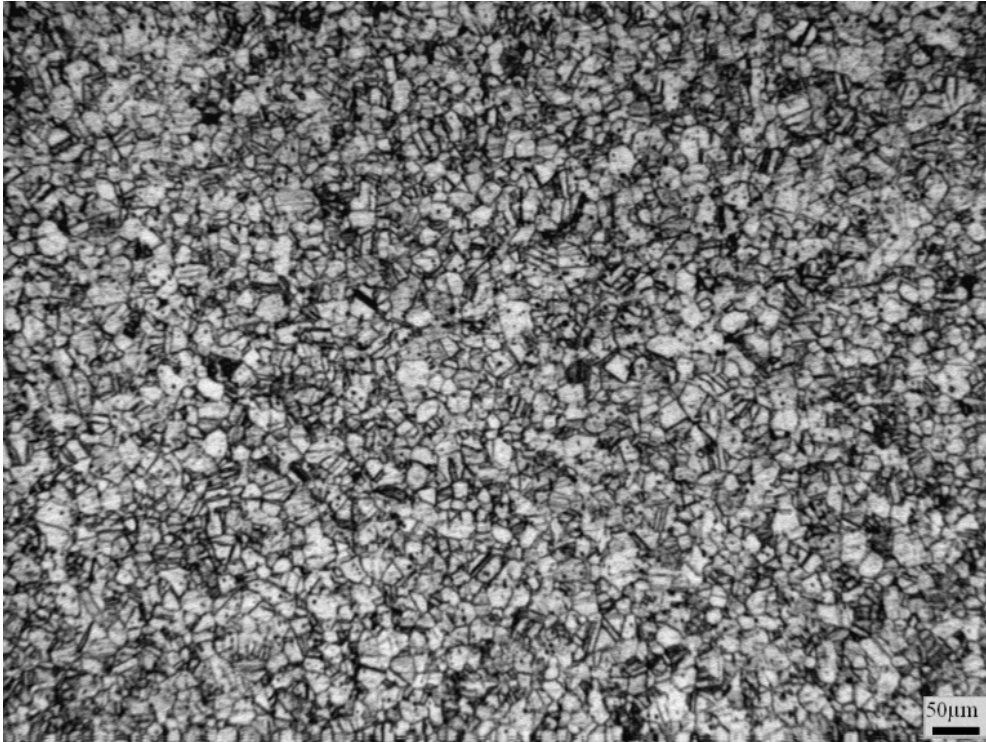
Traitement thermique	Indice
Acier sans traitement thermique	Matériau 1
30 min à 1100°C, puis refroidissement à l'air calme	Matériau 2
30 min à 1100°C suivi de 30 min à 925°C, puis refroidissement à l'air calme	Matériau 3
30 min à 1100°C suivi de 300 min (soit 5h) à 925°C, puis refroidissement à l'air calme	Matériau 4

#### IV.1.2. Etat métallographique du matériau

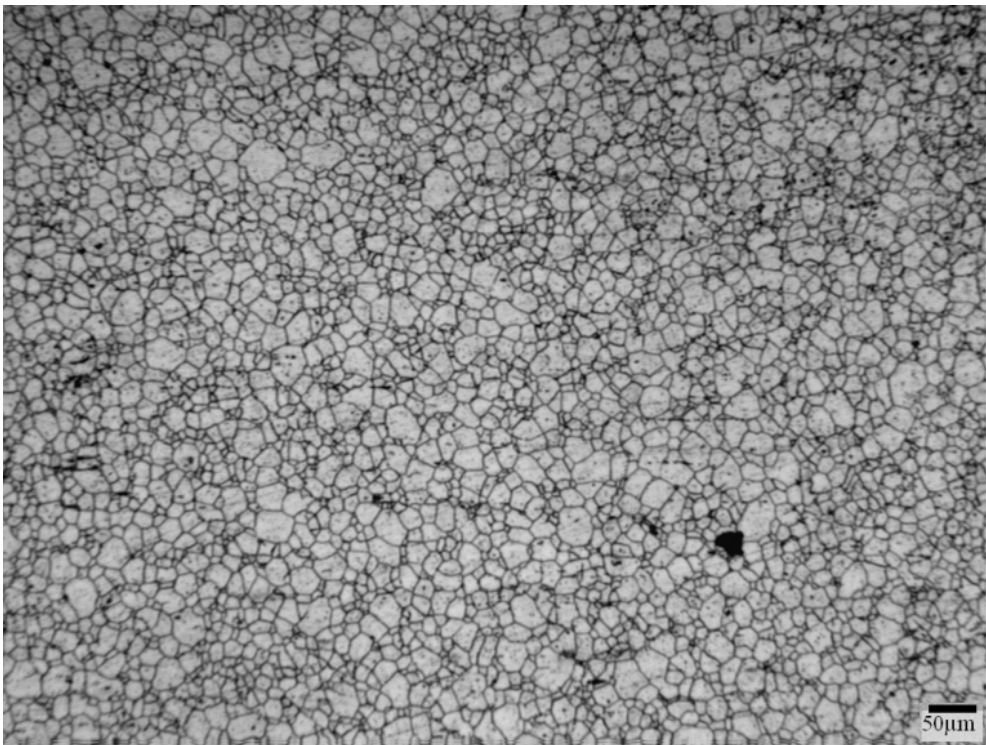
Afin de tenter de détecter une éventuelle évolution de la microstructure après un traitement thermique, certains échantillons prélevés ont été soumis aux cycles thermiques cités dans le tableau 3.

##### IV.1.2.1. Microstructure

Les échantillons prélevés ont été soumis à des traitements thermiques, et les figures suivantes (24 à 31) montrent l'évolution de la microstructure de l'acier de base.



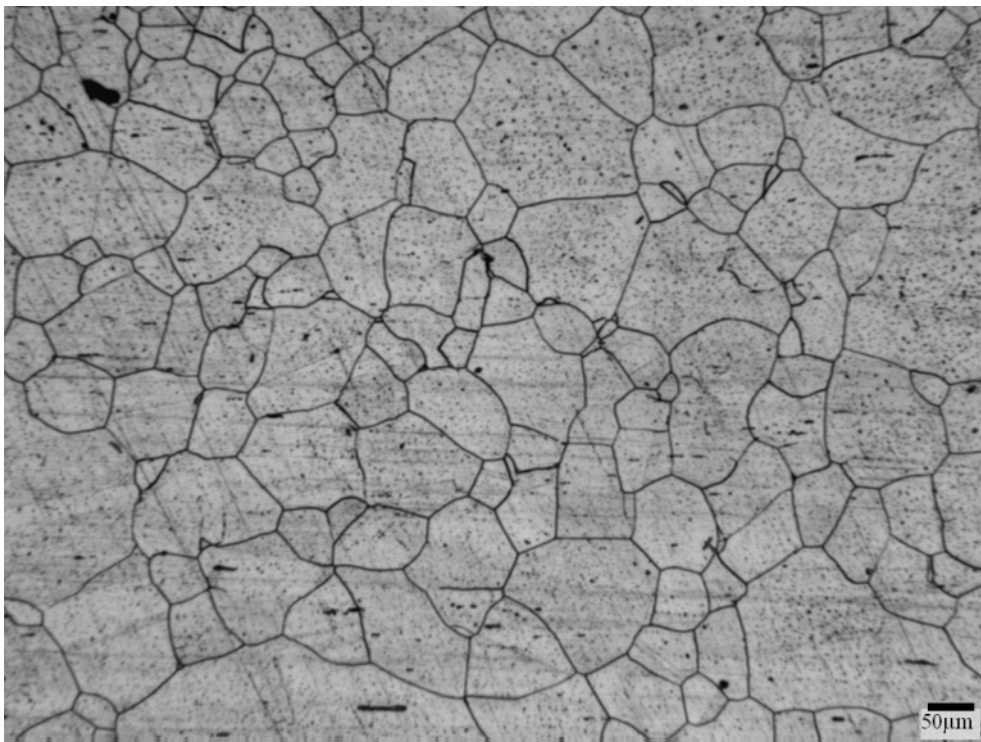
**Figure 24:** Photographie de la microstructure du matériau 1 après polissage mécanique.



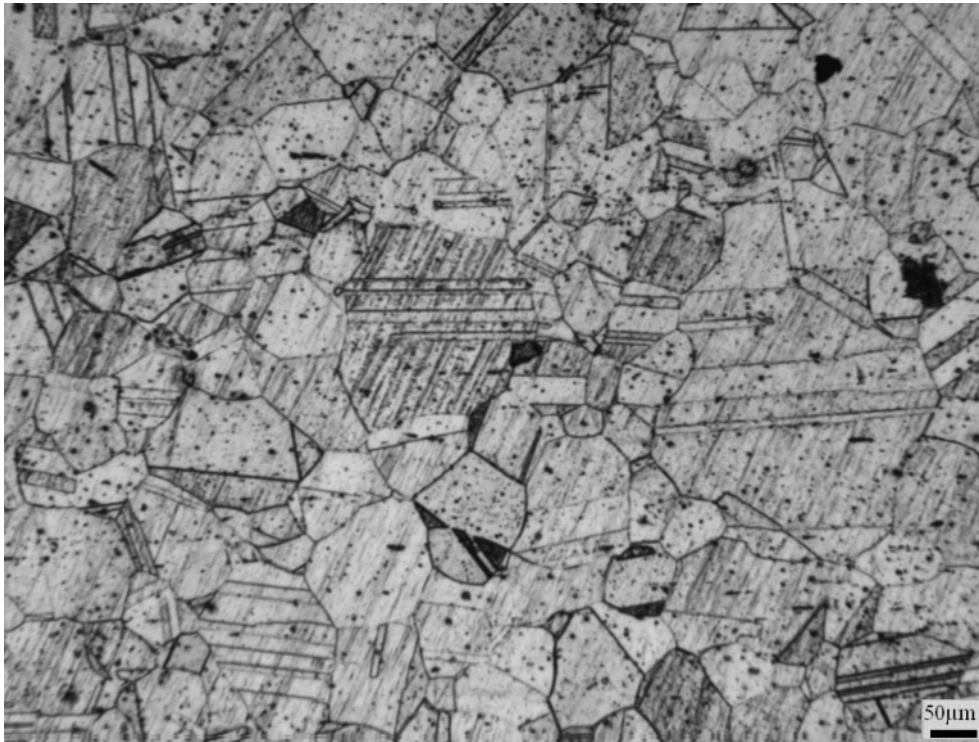
**Figure 25:** Photographie de la microstructure du matériau 1 après polissage électrolytique.



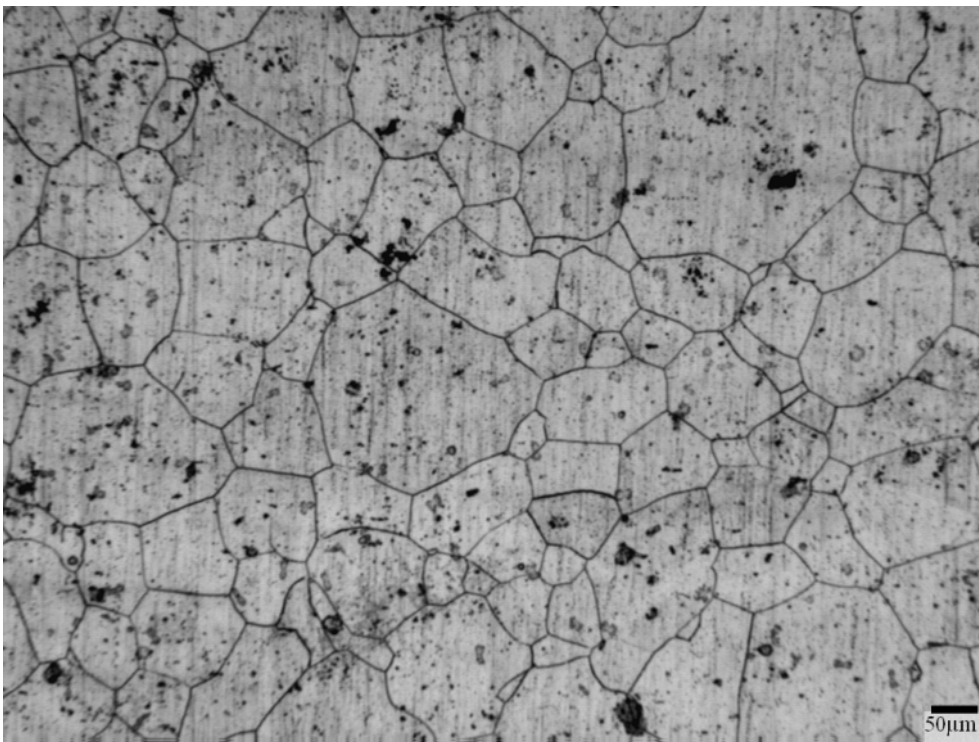
**Figure 26:** Photographie de la microstructure du matériau 2 après polissage mécanique.



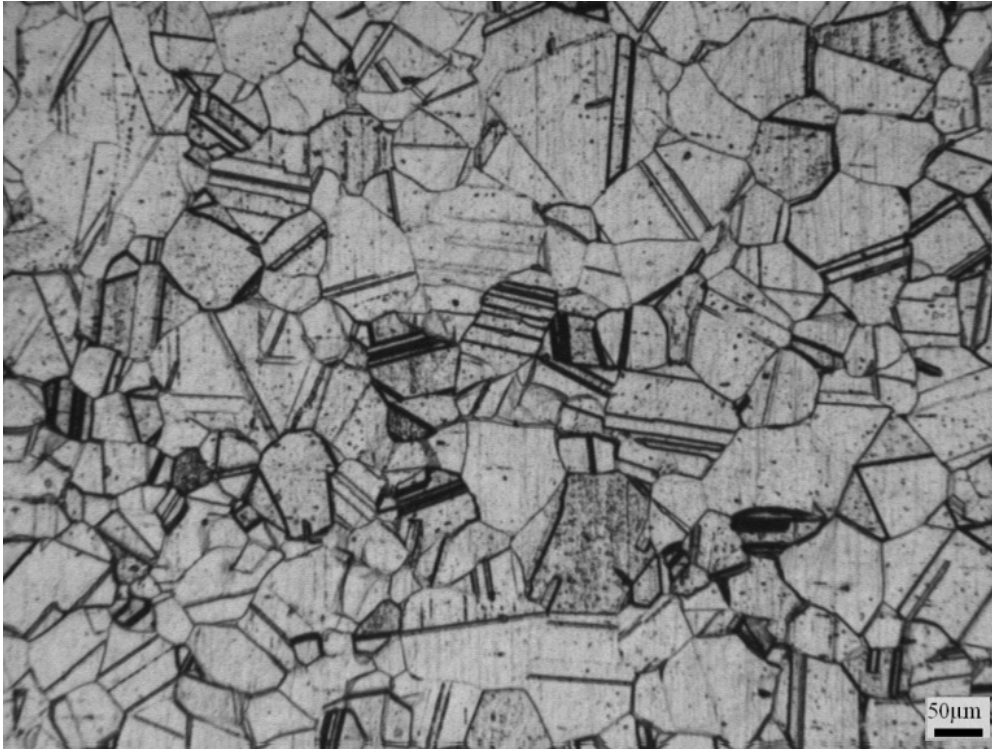
**Figure 27:** Photographie de la microstructure du matériau 2 après polissage électrolytique.



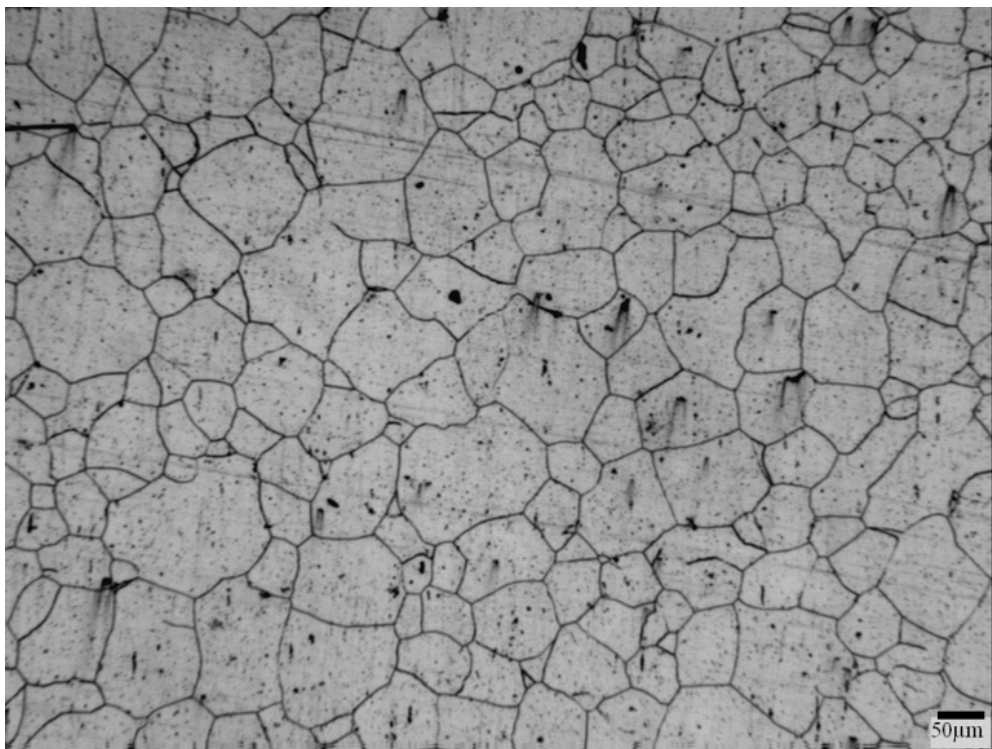
**Figure 28:** Photographie de la microstructure du matériau 3 après polissage mécanique.



**Figure 29:** Photographie de la microstructure du matériau 3 après polissage électrolytique.



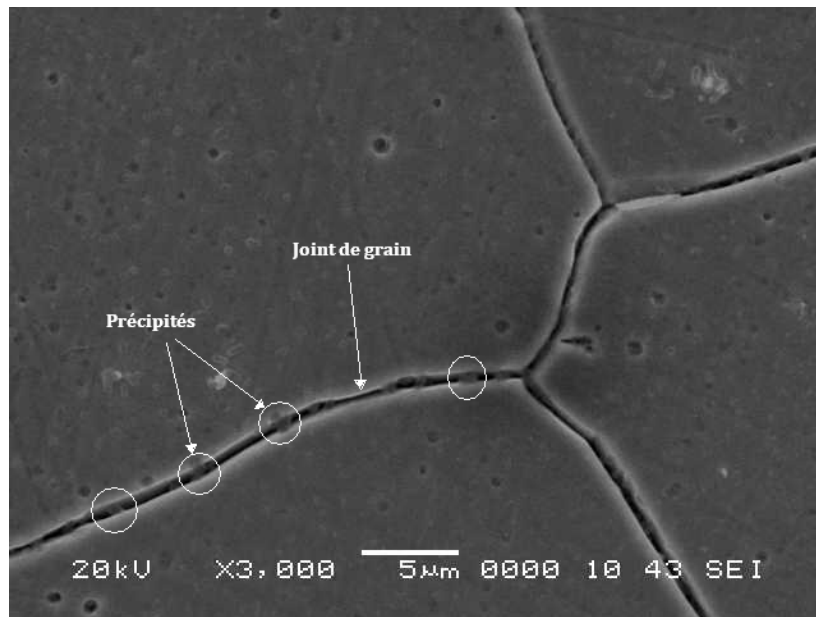
**Figure 30:** Photographie de la microstructure du matériau 4 après polissage mécanique.



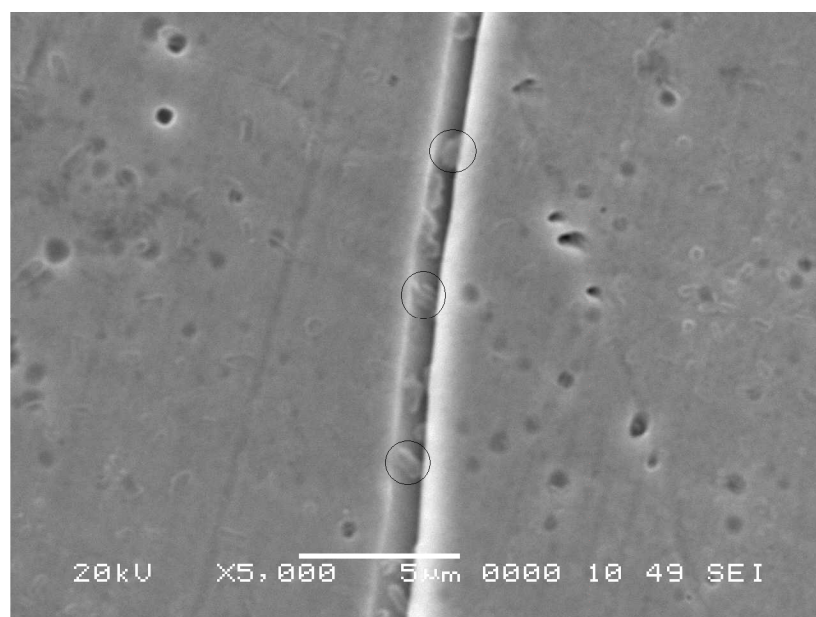
**Figure 31:** Photographie de la microstructure du matériau 4 après polissage électrolytique.



Après les trois cycles thermiques, une augmentation de la taille du grain austénitique est observée. Des précipités sont apparus à la suite du traitement « 1100°,30min+925°,300min », sur toute la surface de l'échantillon ainsi qu'à l'intérieur des joints de grains comme le montre la figure 32.a et 32.b prise au microscope électronique à balayage (MEB) à effet de champ type JEOL JSM-6360LV au Centre de Développement et des Technologie Avancées (CDTA) de Baba Hassen à Alger.



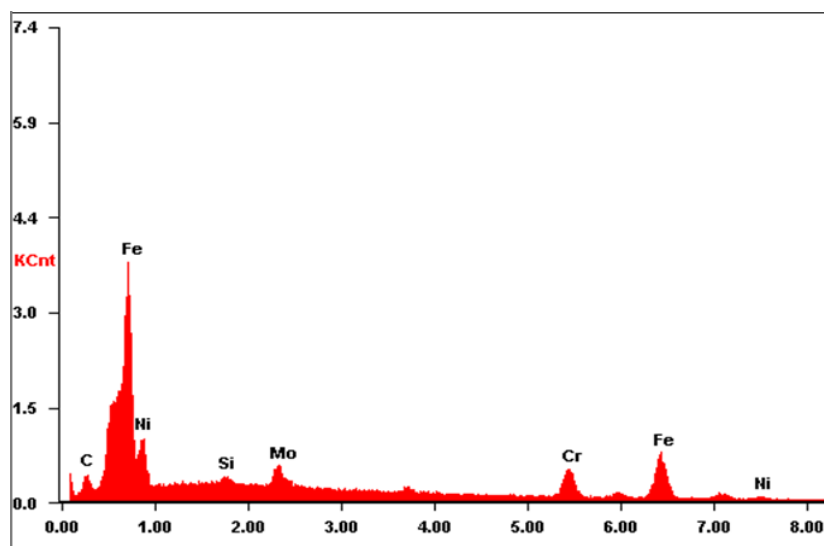
**Figure 32.a:** Photographie du matériau 4 observé au MEB.



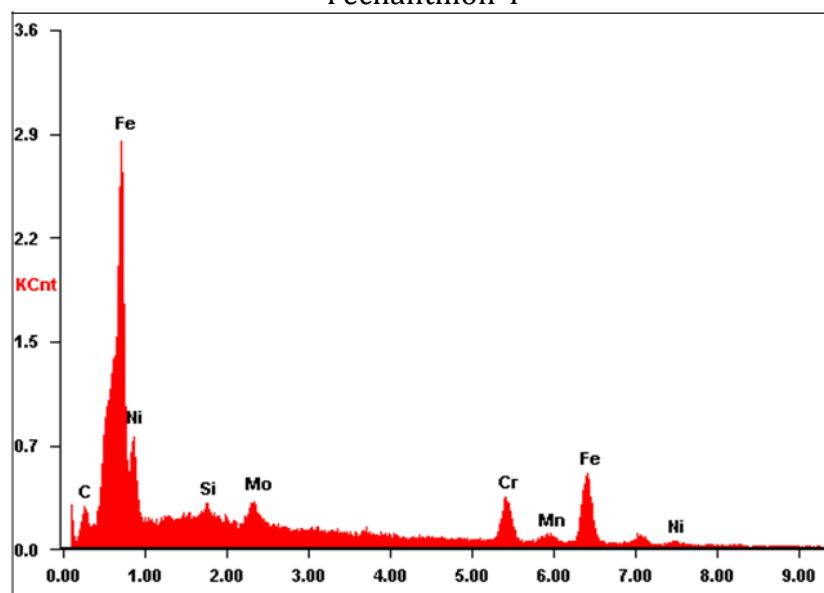
**Figure 32.b:** Photographie du matériau 4 observé au MEB.

### Analyse X de l'échantillon 4

Nous avons choisi à titre exploratoire d'analyser un regroupement de précipités dans la matrice et à l'intérieur d'un joint de grain (figure 33.a et 33.b).



**Figure 33.a :** Analyse X d'un regroupement de précipités dans la matrice de l'échantillon 4



**Figure 33.b :** Analyse X d'un regroupement de précipités dans un joint de grain de l'échantillon 4

L'analyse X montre que le taux de Cr des précipités a diminué. Ceci démontre bien que les précipités ne sont pas des  $Cr_{23}C_6$ .

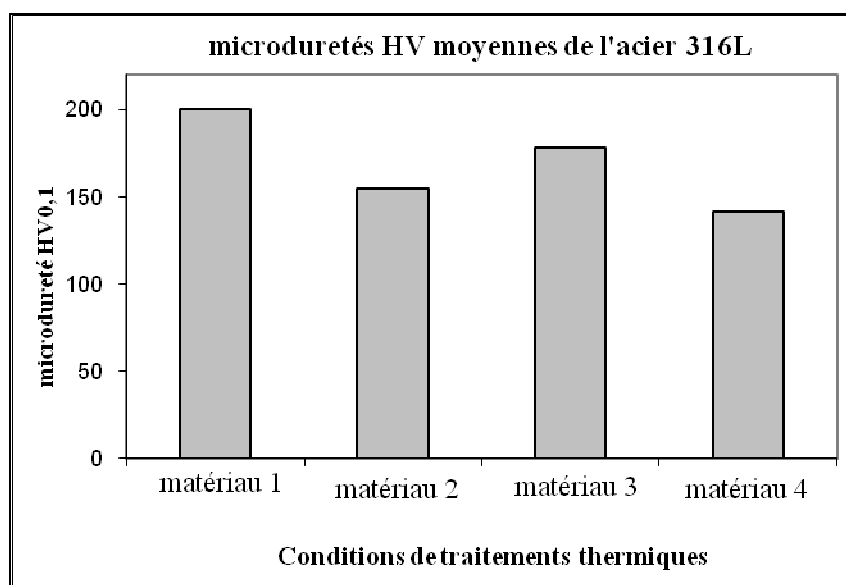
#### IV.1.2.2. Microdureté

Les valeurs de microdureté moyennes ont été déterminées à partir de 5 points pris sur les surfaces des échantillons et pour chacune des

microstructures. Les valeurs moyennes de microduretés sont données dans le tableau 4 et représentées par la figure 33.

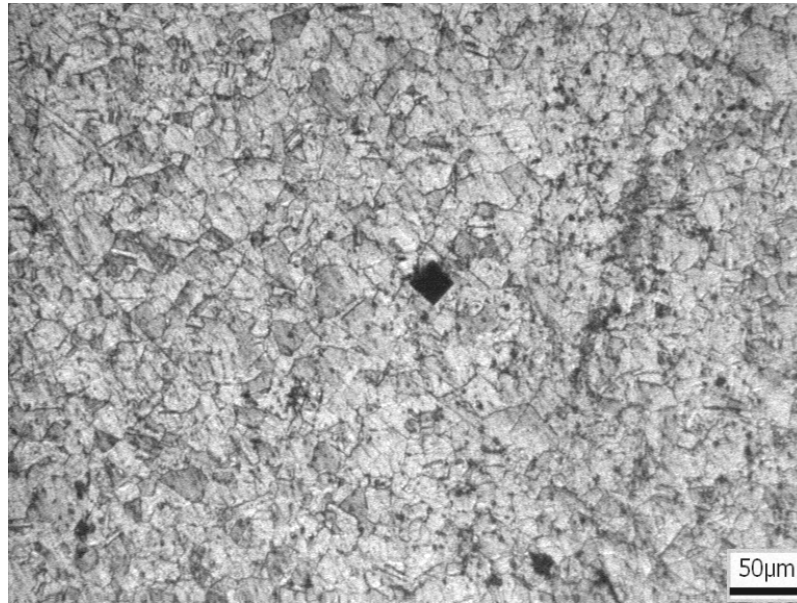
**Tableau 4:** Valeurs de la microdureté Vickers moyenne de l'acier 316L.

Echantillon	HV0.1
Matériau 1	200 ± 2
Matériau 2	154 ± 1
Matériau 3	178 ± 3
Matériau 4	141 ± 1

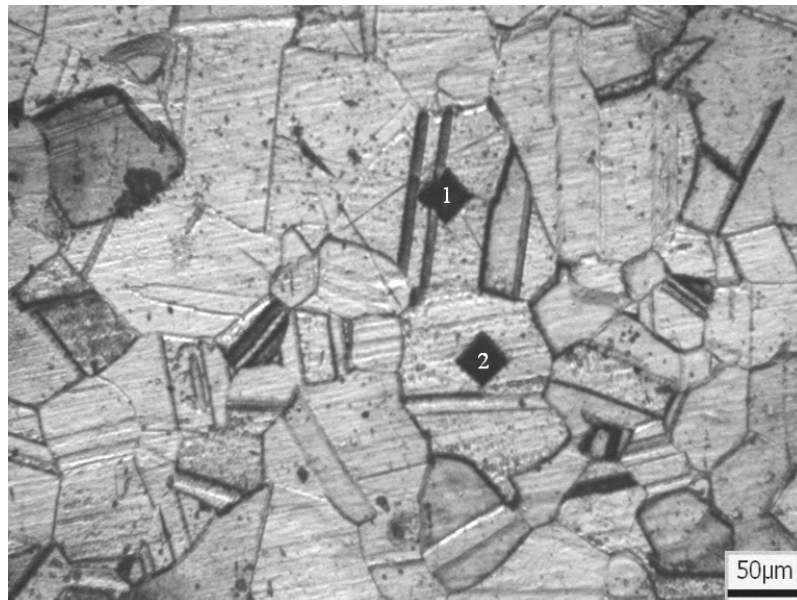


**Figure 34:** Diagramme de la microdureté Vickers moyenne de l'acier 316L, pour les différents traitements thermiques.

D'une part, les valeurs moyennes des diagonales des empreintes sont comprises entre 25 et 35 $\mu$ m pour la charge 100g. D'autre part, la taille moyenne des grains austénitiques n'ayant pas subi de traitement thermique est de l'ordre de 20 $\mu$ m soit inférieure à la taille de l'empreinte (figures 35.a et 35.b). Il devient nécessaire d'appliquer une charge moindre qui permet d'obtenir une empreinte plus petite.



**Figure 35.a:** Photographie de l'empreinte de l'indenteur Vickers sur la surface de l'échantillon 1.

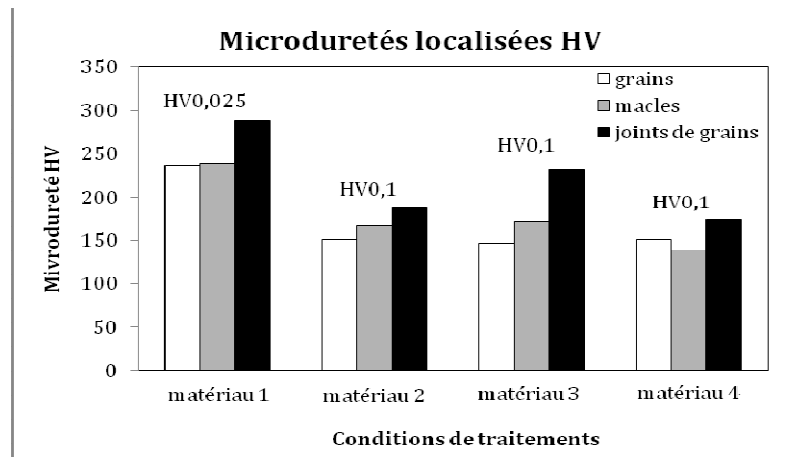


**Figure 35.b:** Photographie des empreintes de l'indenteur Vickers sur la surface de l'échantillon 4.

Le tableau 5 et la figure 36 résument les valeurs des microduretés des grains, joints de macles et joints de grains de l'échantillon brut.

**Tableau 5:** Valeurs des microduretés Vickers des grains, joints de macles et joints de grains pour les différents traitements.

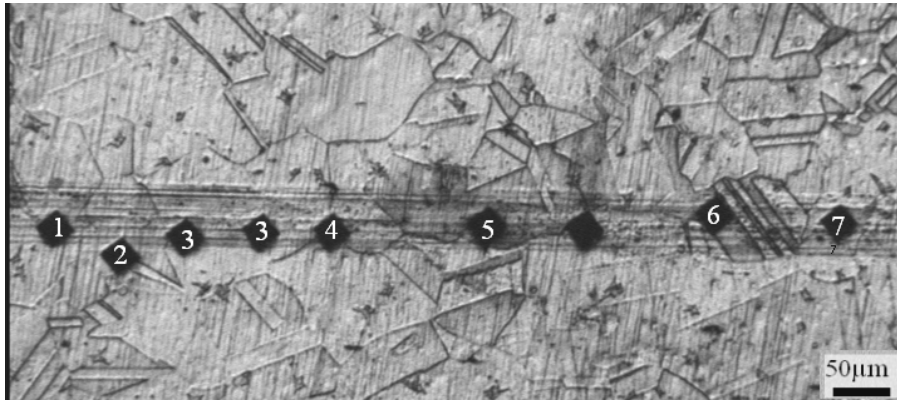
Echantillon	Matériau1	Matériau 2	Matériau 3	Matériau 4
Elément de la microstructure	(HV0,025)	(HV0,1)	(HV0,1)	(HV0,1)
Grains	236 ± 1	151 ± 7	147 ± 2	151 ± 7
Joints de macles	239 ± 4	168 ± 7	172 ± 8	139 ± 2
Joints de grains	289 ± 4	187 ± 4	232 ± 2	174 ± 1



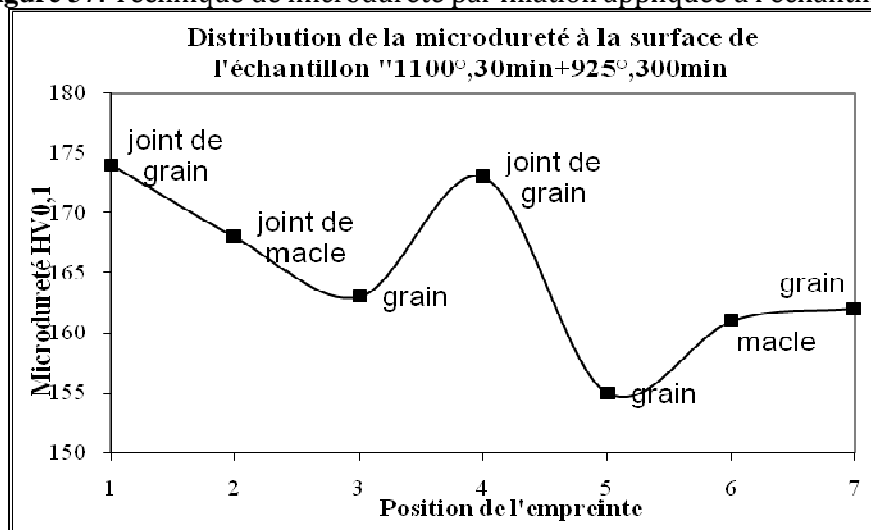
**Figure 36:** Diagramme des microduretés Vickers des grains, joints de macles et joints de grains.

La valeur de la microdureté des joints de grains reste la plus élevée pour tous les matériaux. La microdureté du matériau 3 est plus élevée que celle du matériau 2, et ceci est dû à la forte contribution des joints de grains comportant des précipités. La microdureté du matériau 4 baisse car la contribution de la microdureté des grains est supérieure à celle des joints. Ceci montre bien que pour le traitement de stabilisation pendant 30 min les précipités se sont bien formés et se trouvent au niveau des grains alors qu'au bout de 5 h de stabilisation les précipités ont migré vers les joints de grains pour créer le phénomène d'encrage de ceux-ci.

La microdureté par filiation (figures 37 et 38) permet de mieux rendre compte de la distribution de la microdureté à la surface de l'échantillon à travers les grains, joints de macles et carbures. Cette technique a été appliquée, à titre d'exemple, au matériau 4.



**Figure 37:** Technique de microdureté par filiation appliquée à l'échantillon



**Figure 38:** Evolution de la microdureté par filiation de l'échantillon 4.

Au vu des résultats obtenus, l'évolution de la microdureté de l'acier de base est très claire : la microdureté diminue au fur et à mesure du temps de recuit de stabilisation. Le microdureté des grains après traitement thermique baisse considérablement et passe de 236HV à environ 150HV.

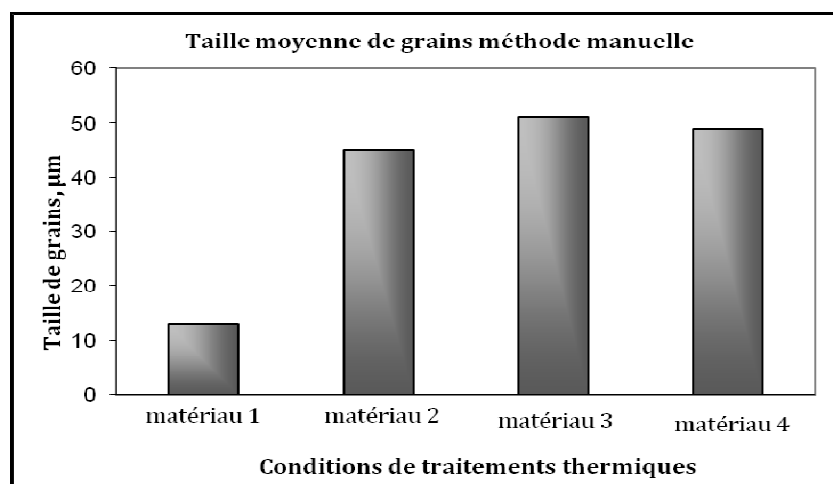
### IV.1.2.3. Taille de grain

#### IV.1.2.3.a. Méthode manuelle de l'intersection linéaire moyenne

La méthode décrite précédemment, appliquée aux quatre échantillons, donne les résultats du tableau 6, qui sont ensuite représentés sur la figure 39:

**Tableau 6:** Taille moyenne du grain, calculée par la méthode de l'intersection linéaire moyenne.

Echantillon	Taille moyenne du grain, $\mu\text{m}$
Matériau 1	13
Matériau 2	45
Matériau 3	51
Matériau 4	49

**Figure 39:** Diagramme représentant la taille de grain déterminée par la méthode manuelle pour chaque échantillon.

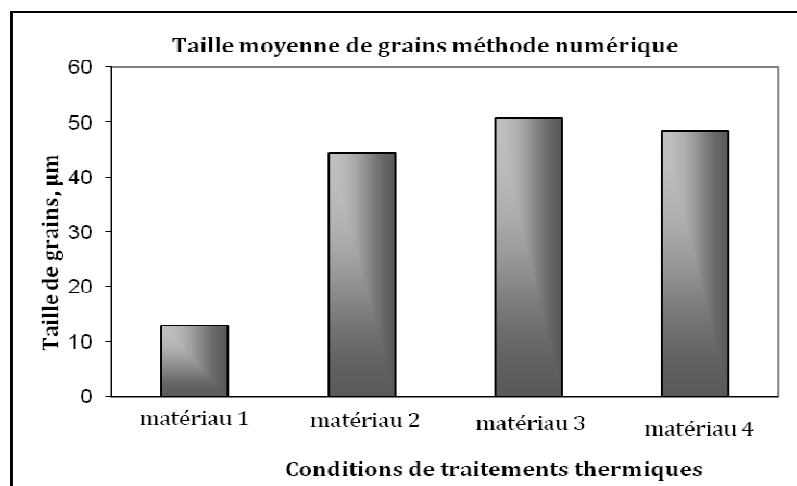
La taille de grain augmente du matériau 1 au 2 jusqu'à atteindre 4 fois sa taille initiale. La taille de grain continue d'augmenter avec la durée de stabilisation (matériau 3), puis diminue sensiblement pour le matériau 4. Ceci indique la présence de précipités qui ont bloqué le mouvement des joints de grains.

#### IV.1.2.3.b. Méthode numérique d'analyse et de traitement d'image

La méthode décrite précédemment, appliquées aux quatre échantillons, donne les résultats du tableau 7, qui sont ensuite représentés sur la figure 40:

**Tableau 7:** Taille moyenne du grain, calculée via le logiciel « Aphelion v3.0 ».

Echantillon	Taille moyenne du grain, $\mu\text{m}$
brut	10
1100°,30min+925°,0min	44
1100°,30min+925°,30min	49
1100°,30min+925°,300min	45

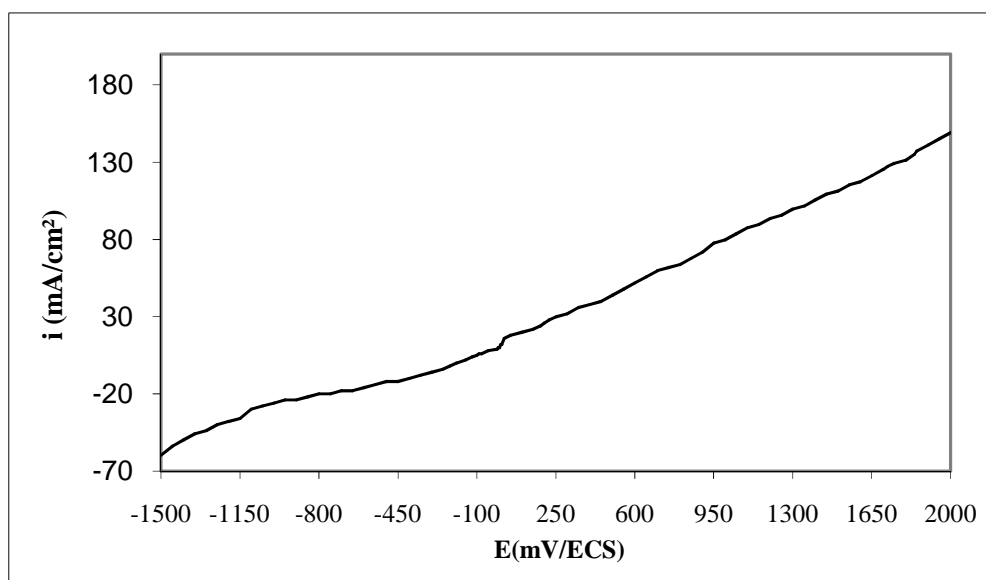


**Figure 40:** Diagramme représentant la taille de grain déterminée par la méthode numérique pour chaque échantillon

Les résultats de calcul de la taille de grain par la méthode numérique rejoignent ceux obtenus par la méthode de calcul manuelle, à savoir la taille de grain reste pratiquement stable après son évolution par rapport à l'état initial.

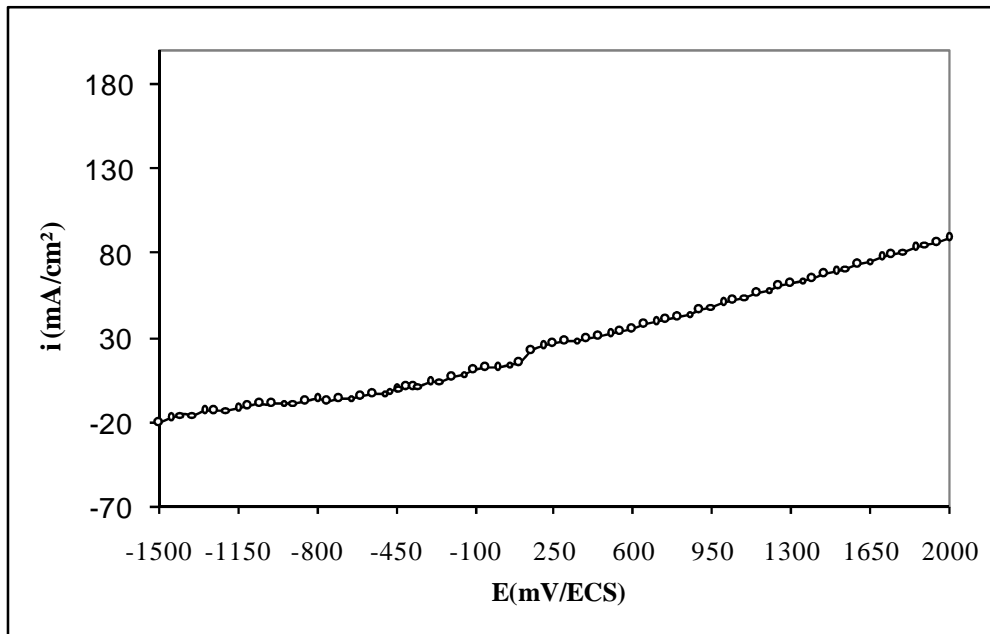
#### IV.1.3. Courbes de polarisation potentiostatique

Rappelons les conditions des essais électrochimiques : 0,1M  $\text{FeCl}_3$  à  $38^\circ\text{C}$  et en milieu agité à 300 trs/min. Les figures 41 à 44 suivantes représentent les courbes de polarisation i-E potentiostatique obtenues suite à ces essais.

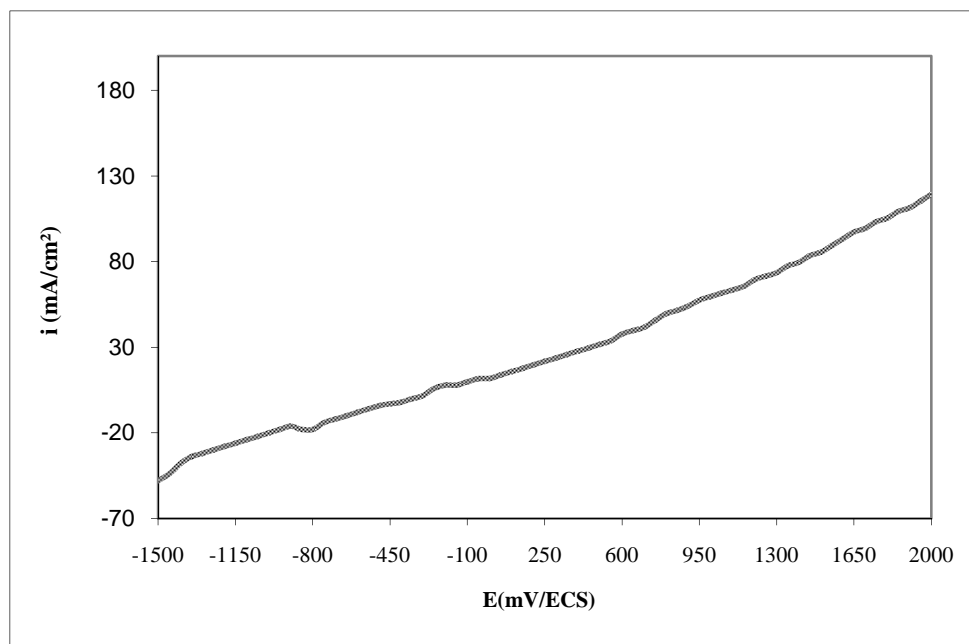


**Figure 41 :** Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l'échantillon 1 .

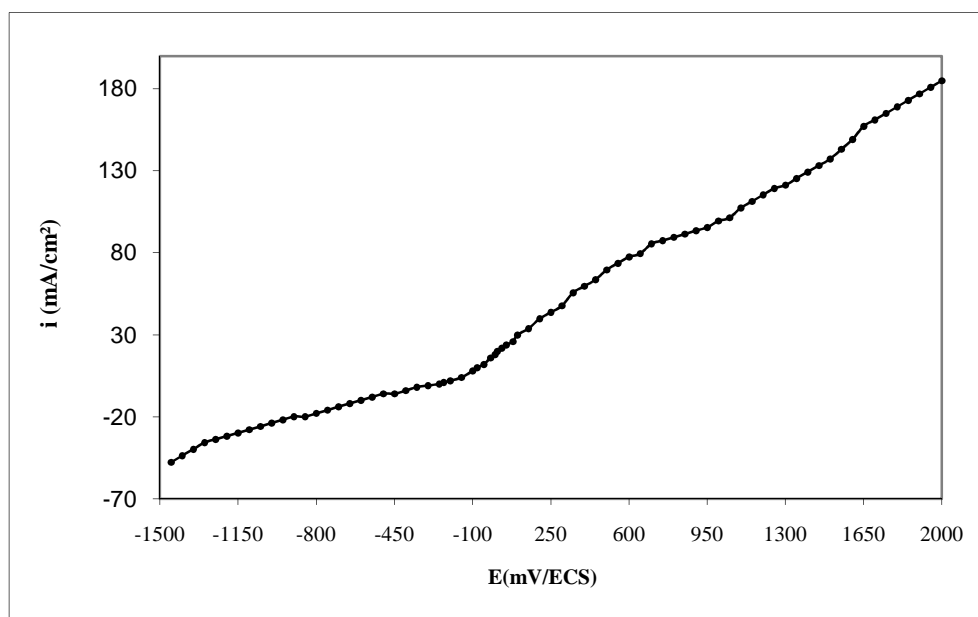




**Figure 42 :** Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l'échantillon 2

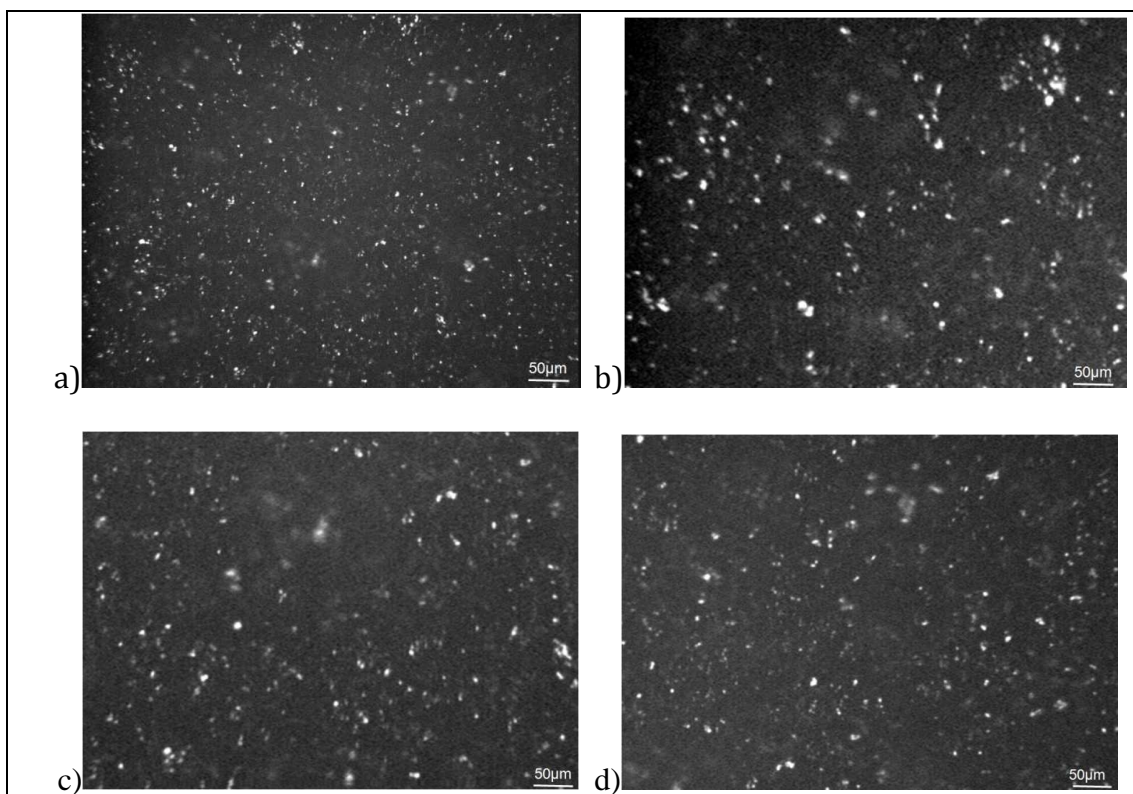


**Figure 43 :** Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l'échantillon 3.



**Figure 44 :** Courbes de polarisation i-E potentiostatique de l'échantillon 4.

Voici (figure 45) les microstructures des matériaux après polarisation électrochimique :



**Figure 45 :** Photographies des microstructures des quatre échantillons après polarisation électrochimique. a) matériau 1. b) matériau 2. c) matériau 3. d) matériau 4.

La figure 45 montre l'absence de piqûres et indique que la corrosion occurrente est plutôt généralisée. Les piqûres sont de nature métastables.

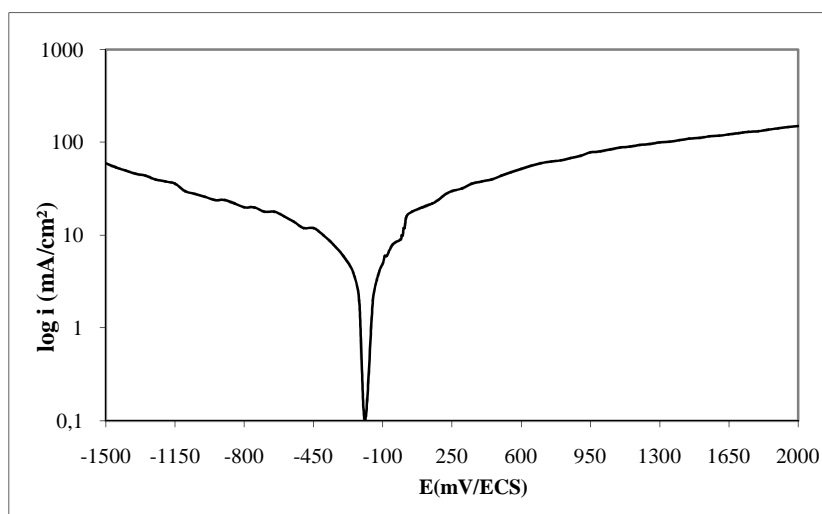
Le pH de la solution diminue considérablement (tableau 8) à chaque fois, ce qui montre que l'acidité du milieu augmente après essai de corrosion.

**Tableau 8:** Evolution du pH de la solution après essai électrochimique.

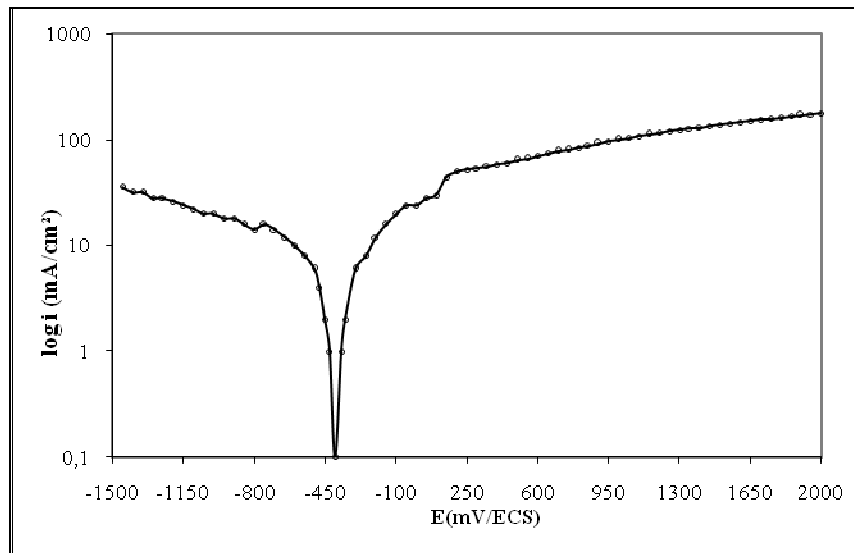
Echantillon	pH avant	pH après
Matériau 1	1.97	1.37
Matériau 2	1.91	1.21
Matériau 3	1.98	0.80
Matériau 4	1.75	0.90

## IV.2. Analyse des résultats

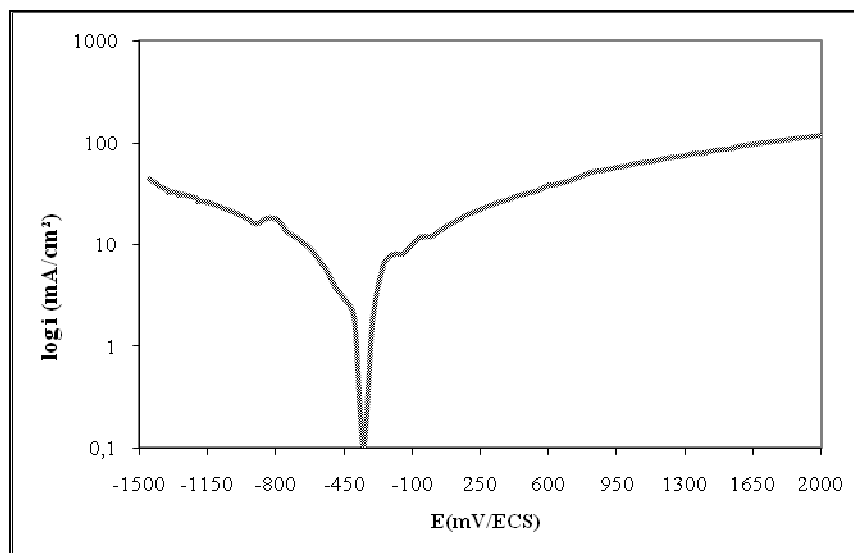
Afin d'exploiter les courbes de polarisation obtenues, il est nécessaire de passer aux courbes logi-E (figures 46 à 49).



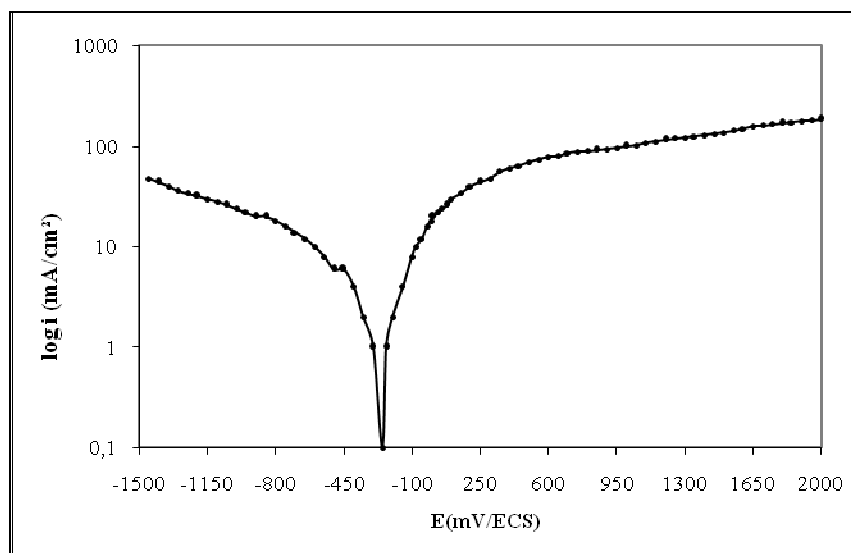
**Figure 46 :** Courbes de polarisation logi-E de l'échantillon 1.



**Figure 47 :** Courbes de polarisation logi-E de l'échantillon 2.

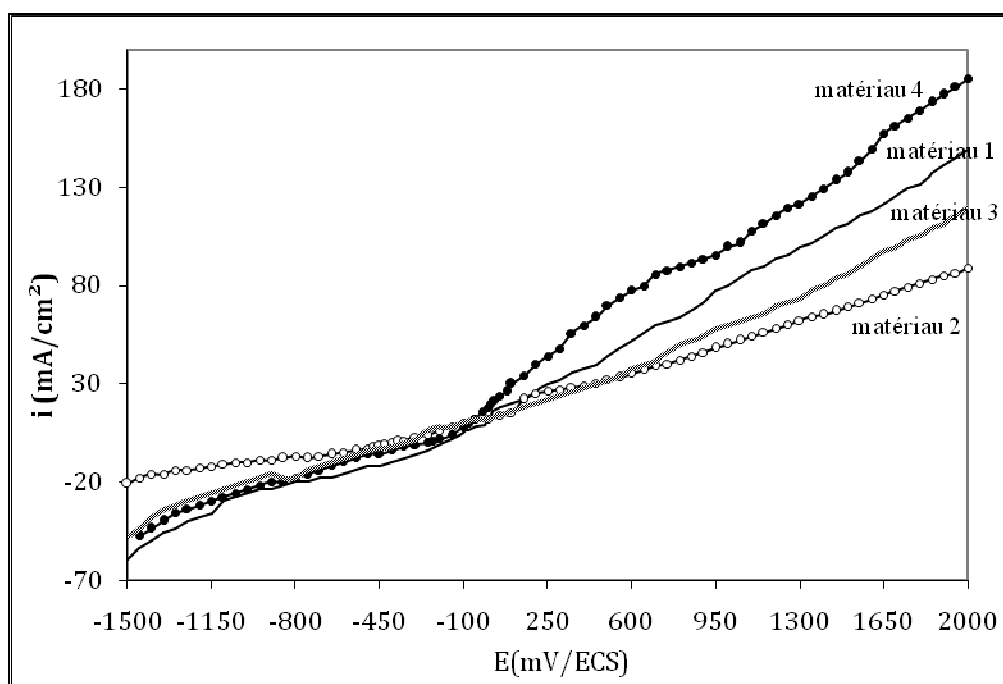


**Figure 48 :** Courbes de polarisation logi-E de l'échantillon 3.

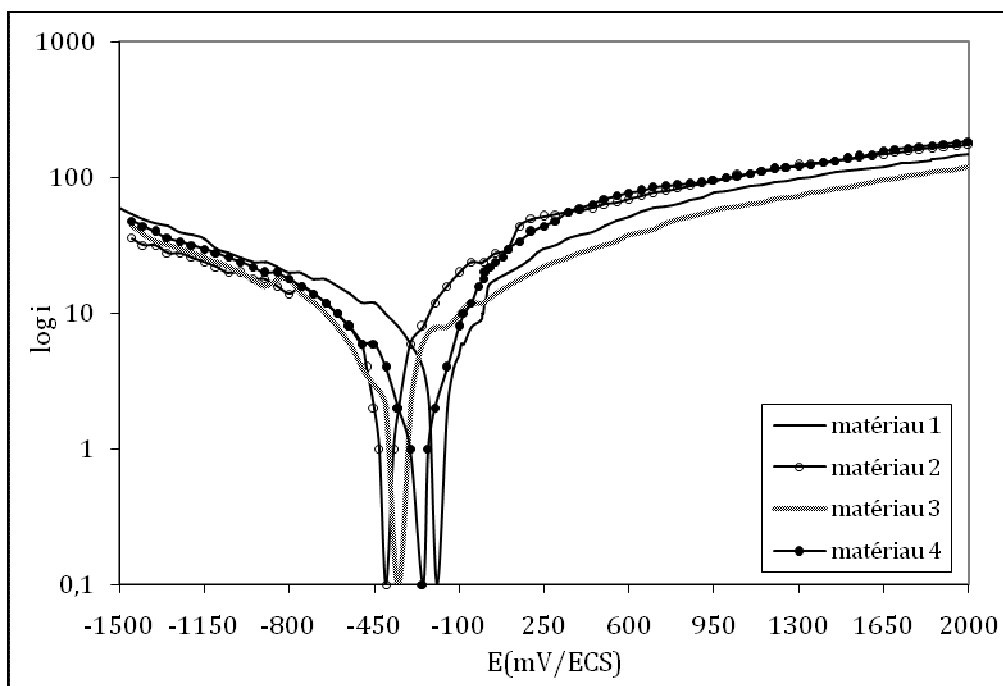


**Figure 49 :** Courbes de polarisation logi-E de l'échantillon 4.

Les courbes superposées  $i$ -E et logi-E (figure 49 et 50) permettent de mieux rendre compte du changement du comportement de l'acier brut après les traitements thermiques effectués.



**Figure 50 :** Superposition des courbes  $i$  - E des quatre échantillons.



**Figure 51** : Superposition des courbes  $\log i - E$  des quatre échantillons.

Les méthodes de calcul, expliquées au paragraphe III.4.1., appliquées aux nouvelles courbes obtenues ci-dessus, les valeurs des paramètres électrochimiques de l'acier 316L sous ses différents états sont données dans le tableau 9.

**Tableau 9**: Tableau récapitulatif des résultats des essais électrochimiques.

Echantillon	Microdureté HV0,1	$E_{cor}$ (mV/ECS)	Méthode d'extrapolation (Tafel)	Résistance de polarisation (Stern-Geary)	
			$i_{cor}$ (mA/cm <sup>2</sup> )	$R_p$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	$i_{cor}$ (mA/cm <sup>2</sup> )
<b>Matériau 1</b>	200 ± 2	-190 ± 5	8,685	16,867	9,552
<b>Matériau 2</b>	154 ± 1	-400 ± 5	4,715	20,628	5,242
<b>Matériau 3</b>	178 ± 3	-350 ± 5	3,237	20,625	4,035
<b>Matériau 4</b>	141 ± 1	-250 ± 5	2,812	28,125	3,224

L'augmentation de la durée du traitement de stabilisation diminue la valeur de la densité de courant de corrosion qui est proportionnelle à la vitesse de corrosion.

### IV.3. Corrélation entre les paramètres

Dans ce qui suit, les différents paramètres mesurés ou calculés précédemment, seront corrélés.

#### IV.3.1. Relation microdureté – taille de grain

La figure 52 montre l'évolution de la taille de grains et des valeurs des microduretés pour chaque échantillon.

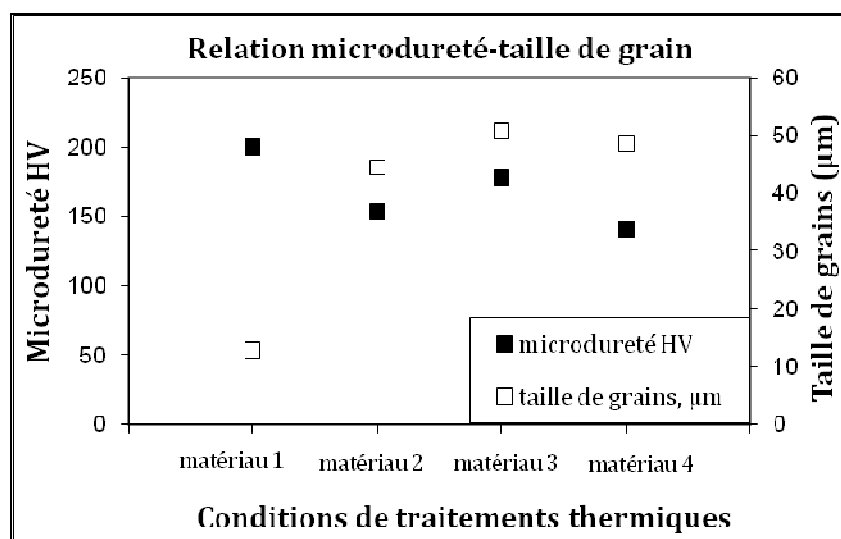


Figure 52 : Représentation de l'évolution de la taille de grains et des valeurs des microduretés pour chaque échantillon

#### IV.3.2. Relation vitesse de corrosion– temps de maintien à 925°C

Le comportement à la corrosion des quatre échantillons est mis en évidence par la figure 53.

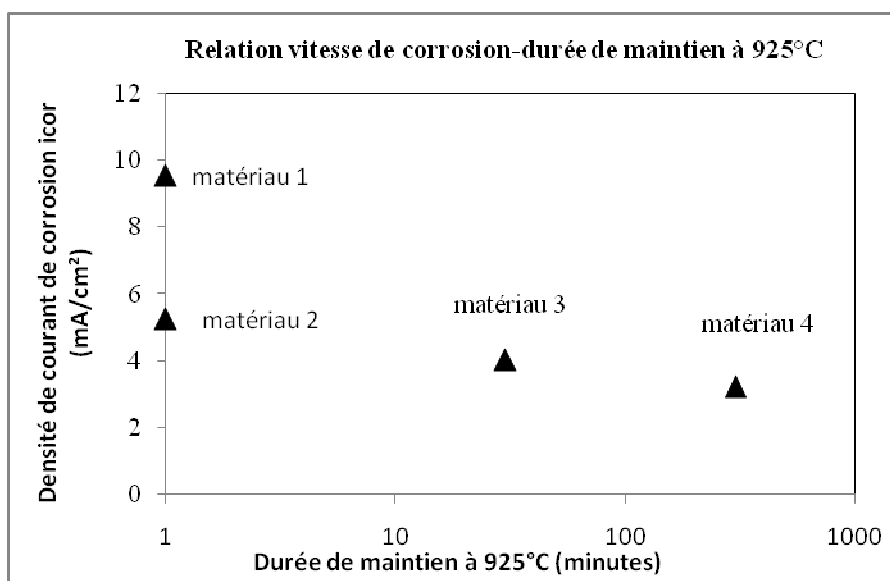


Figure 53: Comportement à la corrosion de chaque échantillon.

### IV.3.3. Relation microdureté – potentiel de corrosion

La figure 54 montre l'évolution de la microdureté et du potentiel de corrosion pour les quatre échantillons.

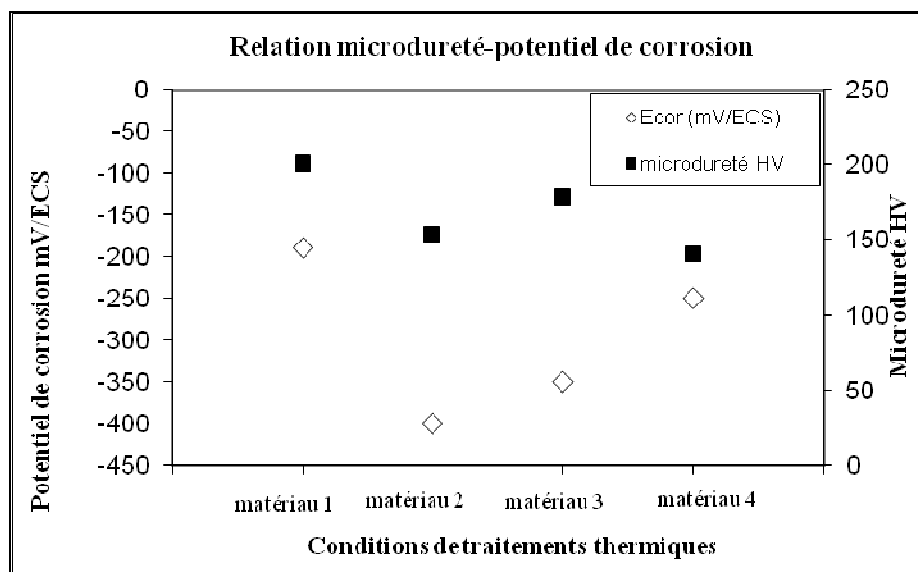


Figure 54 : Evolution de la microdureté et du potentiel de corrosion des échantillons.

### IV.4. Discussion

L'acier inoxydable austénitique 316L a subi trois traitements thermiques différents : chauffage à 1100°C pendant 30 min, chauffage à 1100°C pendant 30 min suivi d'un maintien à 925°C pendant 30 min et chauffage à 1100°C pendant 30 min suivi d'un maintien à 925°C pendant 5 h, suivis d'un refroidissement à l'air. Les observations des microstructures issues de ces traitements thermiques révèlent une croissance de la taille de grain austénitique pour atteindre environ 4 fois sa taille initiale puis rester pratiquement inchangée pour les échantillons 2, 3, 4, toutefois une taille de grains hétérogène est observée sur les photographies de ces derniers: une proportion de grains ayant grossi plus qu'une autre, phénomène expliqué par la présence de précipités dans la matrice gênant le glissement des joints de grains. Le grossissement du grain austénitique provoque une diminution de la microdureté sans risque de fragilisation lors des traitements thermiques [19].

Au cours du chauffage à 1100°C pendant 30 minutes, le carbone est dissout. Durant le maintien à la température 925°C, le carbone en sursaturation précipite sous forme de carbures du type MC (les plus stables thermodynamiquement), préférentiellement aux joints de grains (figure 32 de ce



chapitre) qui sont de plus grande énergie [10] (tableau 10 ci-dessous et figure 6 du chapitre I).

**Tableau10:** Quelques valeurs typiques d'énergie d'interface pour un acier inoxydables de type AISI 304 [6].

	<b>Joint de grains</b>	<b>Joint de macles incohérents</b>	<b>Joint de macles cohérents</b>	<b>Défauts d'empilement</b>
<b>Energie (mJ/m<sup>2</sup>)</b>	835	209	7 à 19	15

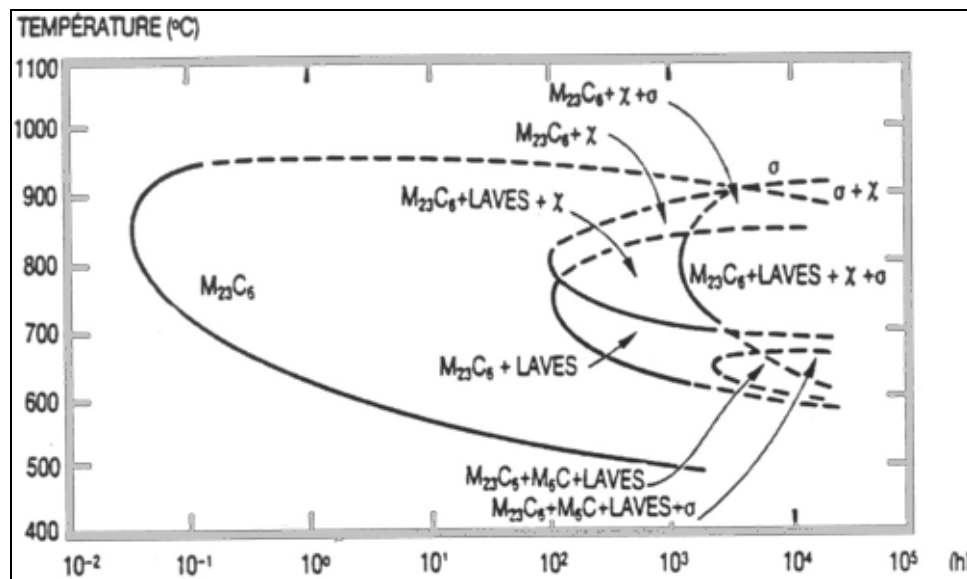
Le maintien à 925°C (température supérieure à 900°C) favorise la précipitation des carbures de type MC (M=Ti, V, Nb) au détriment des M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (M=Cr, Fe, Mo, Ni) [3].

Les joints de grains et interfaces solide/solide dans le polycristal génèrent, par suite de leur énergie supérieure à celle du cœur des cristaux, des précipitations.

La présence de porosités intragranulaires sur la microstructure de l'acier brut de départ est à noter (figure 12 du chapitre III), elles ont été probablement générées lors de l'élaboration. L'acier, du fait qu'il soit austénitique, montre des macles thermiques (séries de bandes minces en forme de fuseaux) traversant les grains. Elles ne constituent pas une discontinuité de la microstructure, mais sont un indice de fragilité potentielle liée aux conditions extérieures (température, vitesse de sollicitation) momentanées. Après traitements thermiques les macles semblent avoir évolué [20]. La méthode de calcul numérique exposée et utilisée dans cette étude est à développer pour plus d'informations concernant le rôle de ces macles quant aux comportements électrochimique et mécanique de l'acier, sachant qu'un joint de macle, comme celui d'un grain, peut être le siège de précipitation.

Les courbes de polarisation intensité-potentiel des quatre échantillons montrent l'absence de palier de passivation. L'instabilité du film passif facilite le transfert d'ions métalliques dans l'électrolyte. Ce phénomène augmente considérablement la densité de courant de corrosion et la diminution du pH de l'électrolyte confirme le caractère agressif du milieu.

L'étude de l'effet de la durée de maintien de l'acier à 925°C montre qu'il a une meilleure tenue à la corrosion. Il serait intéressant de prolonger la durée de maintien au-delà de 5h.



**Figure 55 :** Diagramme température - temps - précipitation d'un acier inoxydable austénitique 18Cr-12Ni-2Mo [21].

Les courbes de polarisation indiquent que la corrosion occurrente est celle généralisée. Ceci conforte la précipitation des carbures MC au détriment des  $Cr_{23}C_6$  (figure 55) qui auraient appauvri la matrice en Cr. Ce phénomène permet de croire en une meilleure tenue de l'acier à une sollicitation mécanique.

Les résultats présents peuvent être utiles à toute étude mécanique envisagée d'un acier inoxydable austénitique.

# CONCLUSION

### CONCLUSION

Les traitements thermiques effectués sur l'acier inoxydable austénitique 316L ont conduit à trois microstructures distinctes qui ont chacune des comportements électrochimique et mécanique différents de celui de l'état initial:

- La précipitation des carbures du type MC (plus stables et à potentiel noble) au détriment des carbures  $Cr_{23}C_6$  responsables de la corrosion intergranulaire.

- La diminution de la microdureté et grossissement du grain austénitique (phénomène d'adoucissement), ce qui rend l'acier plus malléable et facile à mettre en forme.

- Le comportement vis-à-vis de la corrosion a été amélioré, puisque la vitesse de corrosion a été nettement abaissée (en particulier après 5h de maintien à 925°C). Ceci prolonge la durée de vie des pièces en service.

### PERSPECTIVES

A l'issue des différents travaux effectués, nous suggérons de :

- Déterminer le rôle des macles quant aux comportements électrochimique et mécanique de l'acier.

- Affiner l'analyse des précipités.

- Prolonger la durée de maintien à 925°C au-delà de 5h.

- Soumettre l'acier à des sollicitations mécaniques.

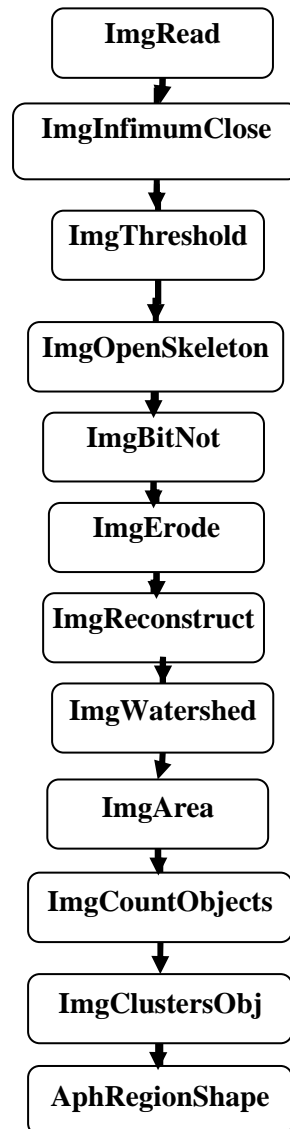
- Corréler entre les différents travaux effectués au préalable sur l'acier 316L (F. HELLAL, F. ATMANI, H. SEDJAL, L. ROUIBAH).

***ANNEXE***

## ANNEXE

Les traitement et analyse d'images ont été réalisés grâce au logiciel « Aphelion v3.0 » et selon la procédure suivante de la figure 56.

## Organigramme



**Figure 56** : Organigramme de la procédure suivi dans le traitement d'image.

## Programme écrit en langage Visual Basic

Sub main

```

    Dim Result() as Double
    AphImgFreeAll
    AphObjFreeAll

    img0= AphImgNew
    img1= AphImgNew
    img2= AphImgNew
    img3= AphImgNew
    img4= AphImgNew
    img5= AphImgNew
    img6= AphImgNew
    img7= AphImgNew

    AphImgRead img0
    AphImgInFimumClose img0, img1 , 9 , 44
    AphImgThreshold img1, img2, AphThreshold (0,107)
    AphImgOpenSkeleton img2, img3, AphNamedNgbGraph ("2D 8-
connected")
    AphImgBitNot img3, img4
    AphImgErode img1, img5, AphNamedSElement ("Square", 2)
    AphImgReconstruct img2, img5, img6, AphNamedNgbGraph ("2D 8-
connected")
    AphImgWatershed img6, img7, AphNamedNgbGraph("2D 8-connected")
    AphImgArea img7, Result
    aire=Result (0)
    AphImgCountObjects img7, Result
    AphImgClustersObj img7, AphObjNew("img7"), AphNamedNgbGraph("2D
4-connected")
    AphRegionShape AphObjNew("img"), "REGION"
    nombre = Result(0)
    D=2*sqr(aire*0.167^2/nombre*Pi)
    MsgBox "taille moyenne du grain en µm: " & Format(D,"Fixed")

Fin_de_Programme:
End Sub

```

Le tableau 11 résume le rôle de chaque opérateur utilisé dans le programme ci-dessus.

**Tableau 11** : Rôle des opérateurs utilisés dans le programme d'analyse et de traitement d'image [22].

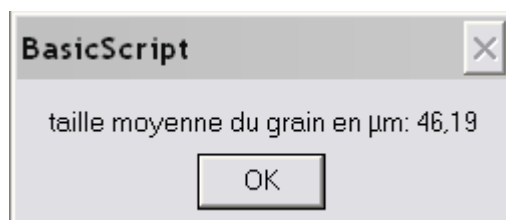
<b>ImgRead</b>	charge une image dont le format de fichier est supporté par APHELION, c'est-à-dire TIFF, BitMap, JPEG ou KBVision.
<b>ImgInfimumClose</b>	effectue l'intersection des fermetures de l'image d'entrée par des segments dans toutes les directions.
<b>ImgThreshold</b>	convertit l'image d'entrée en image binaire par seuillage interactif sur les niveaux de gris.
<b>ImgOpenSkeleton</b>	calcule le squelette par ouverture.
<b>ImgBitNot</b>	calcule le complément bit-à-bit des pixels de l'image d'entrée.
<b>ImgErode</b>	effectue l'érosion morphologique de l'image d'entrée en utilisant un élément structurant défini.
<b>ImgReconstruct</b>	effectue la reconstruction de l'image d'entrée sous une image de référence.
<b>ImgWatershed</b>	calcule la ligne de partage des eaux d'une image à niveaux de gris.
<b>ImgArea</b>	calcule l'aire totale des régions (pixels à 1) de l'image binaire source.
<b>ImgCountObjects</b>	calcule le nombre de régions 4-connexes de l'image.
<b>ImgClustersObj</b>	convertit les ensembles 4-connexes ou 8-connexes de l'image binaire d'entrée en objets de type Région.
<b>AphRegionShape</b>	Effectue les calculs montrés par le tableau 12.



**Tableau 12** : Signification de chaque paramètre de calcul [22].

<b>AREA</b>	surface calibrée de chaque région.
<b>BOUNDING_RECT_FILL</b>	rapport de surfaces de chaque région et de son rectangle circonscrit (dont les côtés sont horizontaux et verticaux).
<b>BR_TO_PERIMETER</b>	rapport de périmètres de chaque région (attribut PERIMETER) et de son rectangle circonscrit ( $2 \times \text{HEIGHT} + 2 \times \text{WIDTH}$ ).
<b>CIRCULARITY</b>	paramètre de forme égal à 1 pour un disque parfait et tendant vers 0 pour une région fine et longue. Sa formule est : $4 \times \pi \times \text{AREA} / \text{CROFTON\_PERMIETER}^2$
<b>COMPACTNESS</b>	paramètre de forme égal à 1 pour un rectangle parfait et tendant vers 0 pour les régions aux contours irréguliers ou pour les régions fines et allongées. Sa formule est : $16 \times \text{AREA} / \text{PERIMETER}^2$
<b>HEIGHT</b>	différence entre les coordonnées supérieure et inférieure sur l'axe Oy de la région, plus 1. C'est également la longueur de la projection de la région sur l'axe Oy.
<b>ELONGATION allongée.</b>	valeur absolue de la différence entre les axes principaux d'inertie, divisée par la somme des inerties. Cette mesure est égale à 0 pour un disque parfait et tend vers 1 pour une ellipse étroite et très
<b>LOG_HEIGHT_TO_WIDTH</b>	$\log_{10} (\text{HEIGHT} / \text{WIDTH})$ .

**Message affiché à la fin du déroulement du programme:**



Les figures 57 à 64 montrent un exemple de traitement et d'analyse d'une image représentant la microstructure de l'échantillon 1100°,30min+925°,300min. Les résultats de calculs effectués sur la même image sont transférés vers Excel (tableau 13).

## Images correspondant à chaque opérateur du tableau 11

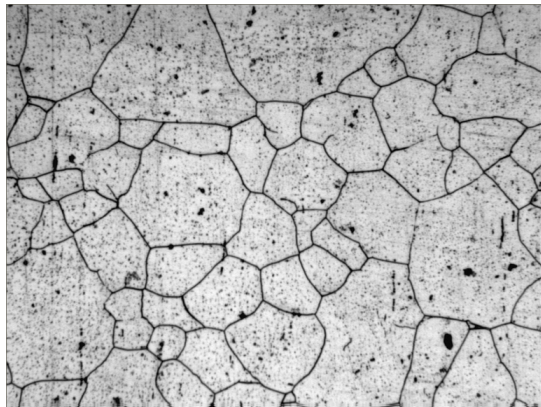


Figure 57 : Image initiale « img 0 »

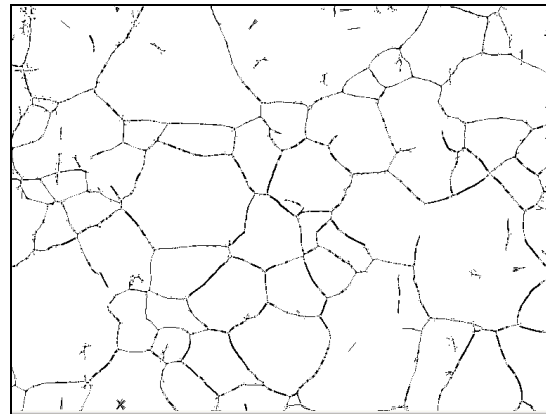


Figure 61 : Image binaire « img 4 »

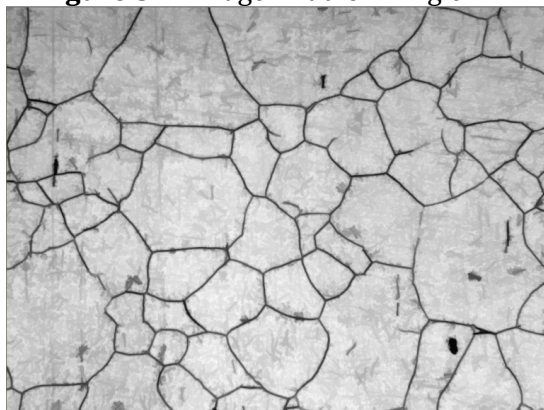


Figure 58 : Image fermée « img 1 »

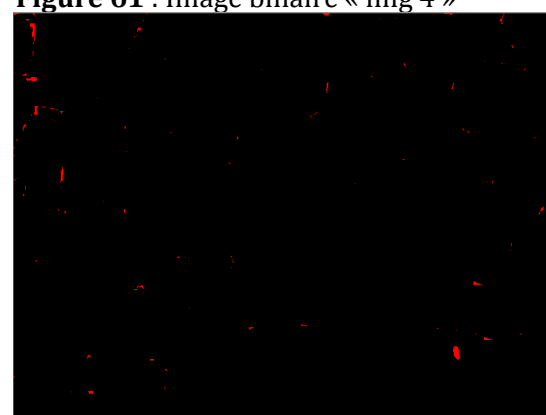


Figure 62 : Image érodée « img 5 »

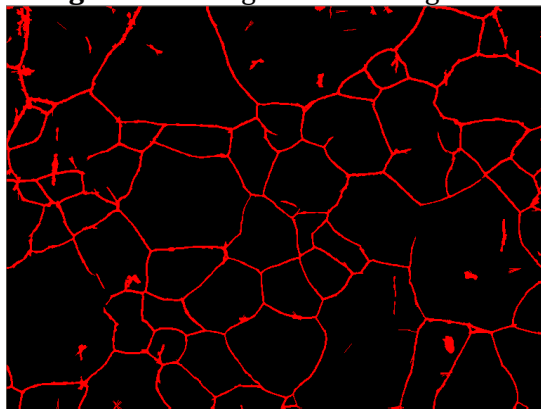


Figure 59 : Image seuillée « img 2 »

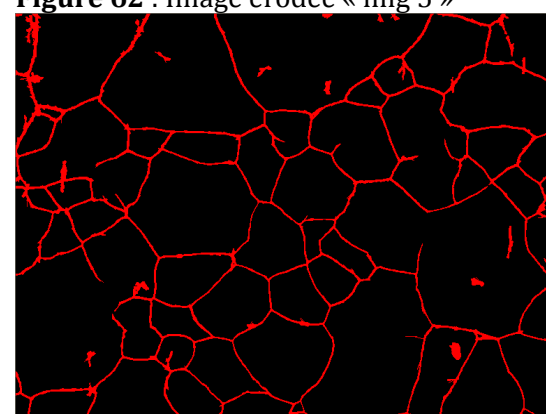


Figure 63 : Image reconstruite «img6 »

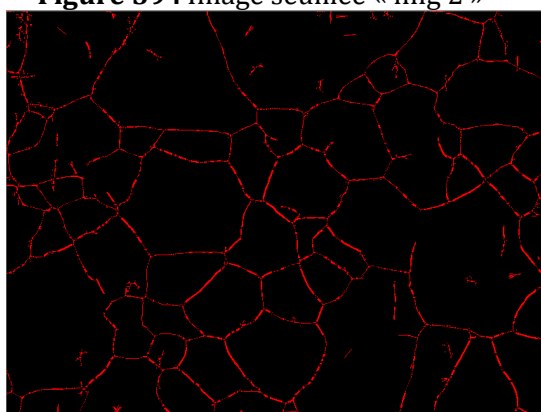


Figure 60 : Image ouverte « img 3 »

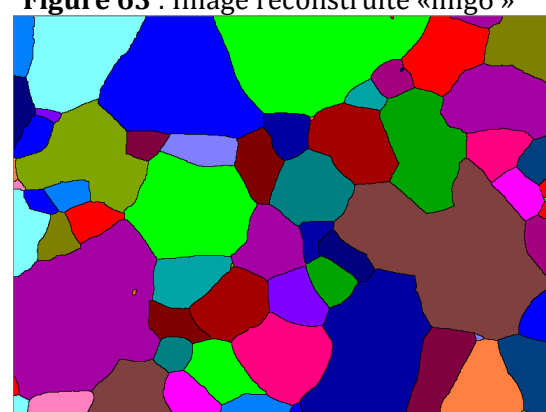


Figure 64 : Image labellisée « img 7 »

**Tableau 13** : Résultats de calculs effectués par le logiciel et transférés vers Excel.

<b>NDEX</b>	<b>AREA</b>	<b>BOUNDING_</b> <b>RECT_FILL</b>	<b>BR_TO_</b> <b>PERIMETER</b>	<b>CIRCULARITY</b>	<b>COMPACTNESS</b>	<b>ELONGATION</b>	<b>HEIGHT</b>	<b>WIDTH</b>
1.000000	2232.000000	0.884661	1.025862	0.625519	0.630464	0.812929	87.000000	29.000000
2.000000	16109.000000	0.686658	1.012987	0.736154	0.661941	0.348827	138.000000	170.000000
3.000000	28329.000000	0.692810	1.004890	0.795910	0.670822	0.199433	174.000000	235.000000
4.000000	29540.000000	0.668522	1.013274	0.640589	0.563300	0.592802	143.000000	309.000000
5.000000	6.000000	0.666667	1.000000	0.899536	0.666667	0.490754	3.000000	3.000000
6.000000	8907.000000	0.630093	1.000000	0.783483	0.628981	0.316047	114.000000	124.000000
7.000000	700.000000	0.556439	1.000000	0.361988	0.338123	0.895822	17.000000	74.000000
8.000000	6903.000000	0.749023	1.015625	0.753946	0.726154	0.155766	96.000000	96.000000
9.000000	2159.000000	0.655434	1.069565	0.761180	0.570824	0.095434	54.000000	61.000000
10.000000	12626.000000	0.746835	1.037736	0.768982	0.667821	0.468565	107.000000	158.000000
11.000000	10.000000	0.500000	1.000000	0.723670	0.493827	0.818390	5.000000	4.000000
12.000000	1941.000000	0.607892	1.007463	0.448492	0.426008	0.815869	103.000000	31.000000
13.000000	1562.000000	0.591667	1.000000	0.766867	0.577663	0.364743	44.000000	60.000000
14.000000	14449.000000	0.650973	1.069307	0.692218	0.550564	0.500323	179.000000	124.000000
15.000000	16216.000000	0.532913	1.048571	0.581401	0.481584	0.255470	161.000000	189.000000
16.000000	10175.000000	0.674154	1.008130	0.802544	0.661746	0.362215	117.000000	129.000000
17.000000	401.000000	0.556944	1.000000	0.598695	0.511480	0.768419	20.000000	36.000000
18.000000	3346.000000	0.756671	1.022556	0.825699	0.723616	0.146565	67.000000	66.000000
19.000000	2051.000000	0.599708	1.000000	0.733793	0.599313	0.547977	60.000000	57.000000
20.000000	15.000000	0.600000	1.000000	0.719629	0.600000	0.488495	5.000000	5.000000
21.000000	4785.000000	0.627130	1.016760	0.736822	0.577829	0.508054	109.000000	70.000000
22.000000	4629.000000	0.641136	1.005848	0.791174	0.625879	0.274077	76.000000	95.000000
23.000000	1877.000000	0.732631	1.000000	0.802698	0.707701	0.342707	42.000000	61.000000
24.000000	3919.000000	0.774506	1.006410	0.687202	0.635969	0.715546	46.000000	110.000000
25.000000	2341.000000	0.672895	1.000000	0.812118	0.650278	0.346309	71.000000	49.000000
26.000000	8865.000000	0.672151	1.004348	0.869052	0.664530	0.100176	109.000000	121.000000
27.000000	20293.000000	0.697210	1.011662	0.833914	0.674136	0.195264	154.000000	189.000000
28.000000	100.000000	0.505050	1.025641	0.254336	0.250000	0.973234	33.000000	6.000000
29.000000	42789.000000	0.531217	1.096491	0.557808	0.438159	0.412327	259.000000	311.000000
30.000000	3035.000000	0.539556	1.000000	0.784059	0.539556	0.468844	75.000000	75.000000

## ANNEXE

31.000000	336.000000	0.777778	1.000000	0.825073	0.726879	0.468934	27.000000	16.000000
32.000000	145.000000	0.647321	1.000000	0.755552	0.644444	0.446130	14.000000	16.000000
33.000000	1978.000000	0.676239	1.009091	0.772576	0.642156	0.418944	45.000000	65.000000
34.000000	3924.000000	0.608561	1.005682	0.537642	0.501005	0.687055	124.000000	52.000000
35.000000	1060.000000	0.630952	1.000000	0.747430	0.615474	0.560685	35.000000	48.000000
36.000000	57.000000	0.814286	1.000000	0.825470	0.788927	0.401034	7.000000	10.000000
37.000000	2921.000000	0.579563	1.006944	0.718245	0.555719	0.378907	60.000000	84.000000
38.000000	322.000000	0.745370	1.000000	0.808347	0.730159	0.392421	24.000000	18.000000
39.000000	7218.000000	0.624719	1.000000	0.777406	0.624597	0.082866	109.000000	106.000000
40.000000	2530.000000	0.601093	1.007692	0.705437	0.589709	0.302997	69.000000	61.000000
41.000000	2461.000000	0.744404	1.000000	0.702589	0.630016	0.656125	87.000000	38.000000
42.000000	38100.000000	0.705948	1.072805	0.710117	0.607169	0.320288	257.000000	210.000000
43.000000	1621.000000	0.560706	1.018519	0.611793	0.535868	0.487716	59.000000	49.000000
44.000000	2704.000000	0.462538	1.000000	0.638538	0.462045	0.740615	74.000000	79.000000
45.000000	6138.000000	0.724248	1.005319	0.793813	0.687327	0.481945	75.000000	113.000000
46.000000	3164.000000	0.601979	1.000000	0.834405	0.601950	0.342417	72.000000	73.000000
47.000000	12.000000	0.800000	1.000000	0.981969	0.750000	0.457301	5.000000	3.000000
48.000000	1.000000	1.000000	1.000000	1.000000	1.000000	0.000000	1.000000	1.000000
49.000000	7869.000000	0.650815	1.000000	0.864100	0.650331	0.305764	107.000000	113.000000
50.000000	5006.000000	0.685003	1.000000	0.829630	0.684792	0.301614	84.000000	87.000000
51.000000	26757.000000	0.607079	1.047619	0.641859	0.552831	0.461045	215.000000	205.000000
52.000000	2437.000000	0.715922	1.000000	0.763150	0.676944	0.450315	74.000000	46.000000
53.000000	21.000000	0.700000	1.000000	0.807250	0.694215	0.557531	6.000000	5.000000
54.000000	2987.000000	0.562842	1.033784	0.616306	0.510402	0.613405	61.000000	87.000000
55.000000	12079.000000	0.639913	1.003636	0.844645	0.634268	0.157253	132.000000	143.000000
56.000000	7444.000000	0.569636	1.000000	0.646974	0.558011	0.705111	132.000000	99.000000
57.000000	57.000000	0.593750	1.000000	0.707724	0.570000	0.483940	8.000000	12.000000
58.000000	6209.000000	0.669651	1.005051	0.678910	0.627156	0.615263	122.000000	76.000000
59.000000	2082.000000	0.757091	1.000000	0.927068	0.755374	0.106416	50.000000	55.000000
60.000000	5763.000000	0.534205	1.004785	0.681483	0.522721	0.412126	93.000000	116.000000
61.000000	9010.000000	0.658385	1.000000	0.751489	0.658193	0.117529	115.000000	119.000000
62.000000	8020.000000	0.706483	1.064220	0.696193	0.596017	0.257023	86.000000	132.000000
63.000000	3973.000000	0.692160	1.000000	0.843935	0.687846	0.449152	70.000000	82.000000

## ANNEXE

64.000000	136.000000	0.747253	1.000000	0.505781	0.499541	0.868104	26.000000	7.000000
65.000000	3358.000000	0.853150	1.007299	0.732569	0.705314	0.685087	41.000000	96.000000
66.000000	2980.000000	0.781947	1.000000	0.641679	0.608163	0.765738	37.000000	103.000000
67.000000	639.000000	0.829870	1.000000	0.807047	0.786704	0.478533	35.000000	22.000000
68.000000	196.000000	0.606811	1.000000	0.725552	0.604938	0.199852	17.000000	19.000000
69.000000	193.000000	0.618590	1.000000	0.657917	0.563915	0.484285	13.000000	24.000000
70.000000	7.000000	0.875000	1.000000	0.932852	0.777778	0.623845	2.000000	4.000000
71.000000	81.000000	0.675000	1.000000	0.407326	0.385256	0.921568	5.000000	24.000000

# ***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] P.-J.CUNAT, Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, 2000.
- [2] H. DE LEIRIS, Métaux et alliages, Ed. Masson & Cie. 1971.
- [3] A.F.PADILHA et P.R.RIOS, Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels, ISIJ International, Vol. 42, No. 4, pp. 325–337, 2002.
- [4] A. POKORNY et J. POKORNY, Inclusions non métalliques dans l'acier, Techniques de l'ingénieur, M220, 1999.
- [5] C.-H. de NOVION et D. LESUEUR, L'état métallique : Propriétés atomiques, Techniques de l'ingénieur, M35, 2000.
- [6] A.-F. GOURGUES-LORENZON, Matériaux pour l'ingénieur, Presses de l'Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [7] P.-J.CUNAT, Techniques de l'ingénieur, Aciers inoxydables : Mise en œuvre, M4542, 2001.
- [8] P.POUPEAU, Techniques de l'ingénieur, Traitements thermiques des métaux et alliages, M1105, 2001.
- [9] Guide de choix des traitements thermiques, Ed. Dunod, Paris, 2004.
- [10] A.F.PADILHA, R.L.PLAUT, et P.R.RIOS, Steel heat treatment: Metallurgy and technologies, Ed. Taylor & Francis group, Portland (USA), 2007.
- [11] D.FRANÇOIS, Essais mécaniques des métaux: Essais de dureté, Techniques de l'ingénieur, M123, 2000.
- [12] I.LAKHTINE, Métallographie et traitements thermiques des métaux, Editions Mir, Moscou 1971.
- [13] D.LANDOLT, Traité des matériaux vol 12 : Corrosion et chimie des surfaces des métaux, Presses polytechnique et universitaires Romandes, 1997.

- [14] B.BAROUX, Corrosion localisée, Les Editions de Physique, 1992.
- [15] N.DJELLIT, Caractérisation mécanique d'un dépôt de titane sur inox, DEA. Mécanique- Matériaux- Structures- Procédés, Metz, Juillet 2003.
- [16] J.POKORNY et A. POKORNY, Techniques de l'ingénieur, Métallographie, M90, 2000.
- [17] J.BARRALIS et G.MAEDER, Précis de métallurgie : Elaboration, structures- propriétés et normalisation, Ed. Nathan, 1990.
- [18] R.W.REVIE, Uhlig's corrosion handbook, Ed. John Wiley & sons (2 ème édition), 2000.
- [19] H. SASSOULAS, Techniques de l'ingénieur - Traité matériaux métalliques, Traitements thermiques des aciers inoxydables. Guide de choix, M1160, 2000.
- [20] A.POKORNY et J.POKORNY, Techniques de l'ingénieur - traité matériaux métalliques, Ingénieur en défautologie, Fractographie : Bases physiques, M4120, 2002.
- [21] M. BELGRADO, Nitruration et vieillissement d'acier inoxydable réalisées en une seule opération, Heat treating, Vol.15, No.11, novembre 1983.
- [22] Aphelion Guide d'Installation & Didacticiel Version 3.2, Edition révisée le 23 septembre 2003.