

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



DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

Projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en métallurgie

**Etude de l'évolution microstructurale de l'acier
inoxydable austénitique 316L traité thermiquement puis
déformé par traction.**

Réalisé par:

Mohammed FILALI

Proposé et dirigé par:

Mr. M. CHITROUB

Promotion 2007/2008.

الملخص

في هذا المشروع المعنون ب: دراسة تطور التركيب المجهرى لحديد الأستينيتي المقاوم للصدأ 316L عولجت حراريا ثم ميكانيكيا بالتمديد. (س=60%، 40%، 20%) و معالجة حرارية أساسية لهذه الدراسة.

إن المعالجة الحرارية المختارة كالتالي:

- مجانسة الأوستينيت

- العزل الحراري لمدة ساعتين من الزمن

-التبريد في الفرن إلى درجة الحرارة البينية.

إن النتائج الرئيسية المكتسبة كالتالي:

- التكوين المجهرى يتخذ بنية نسيجية من أجل نسب تمديد أكبر أو تساوي 20%.
- القسوة تزداد مع نسبة قمع المعدن لتبلغ 200% من أجل التمديد أكثر من 40% نسبتنا إلى القيمة الأولية (على الحالة).
- الملاحظة البصرية لا تجعل من الممكن اكتشاف ابر المارتونزيت و مطر الكوربيد.

الكلمات الدليلية : AISI 316L، الدرفلة على البارد، قمع المعدن.

Résumé

Dans ce projet intitulé " Etude de l'évolution microstructurale de l'acier inoxydable austénitique 316L traité thermiquement puis déformé par traction". Nous avons choisi la déformation par traction ($e = 20\%$, 40% 60%) et un traitement thermique de base pour réaliser cette étude.

Le traitement thermique choisi est le suivant :

- Homogénéisation : température égale 900°C .
- Maintien : temps de maintien égale à deux heures.
- Refroidissement dans le four jusqu'à la température de l'ambiante.

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- La microstructure s'habille d'une texture pour un taux de déformation supérieure à 20% .
- La dureté augmente avec le taux d'écrouissage, elle atteint 200% de la valeur initiale (brut de laminage) pour un taux de déformation supérieure à 40% .
- L'observation optique ne permet pas de détecter les aiguilles de martensite ou précipitation des carbures.

Mots clés : AISI 316L, laminage à froid, écrouissage.

Summary

In this project entitled "Study of the microstructural evolution of the austenitic stainless steel 316L treated thermally then deformed by traction". We chose the deformation by traction ($e = 20\%$, 40% 60%) and a basic heat treatment to make this study.

The selected heat treatment is as follows:

- Homogenization: temperature equal 900C .
- Maintenance: maintenance time equals to two hours.
- Cooling in the furnace until the ambient temperature.

The principal results obtained are as follows:

- The microstructure gets dressed with a texture for a rate of deformation higher than 20% .
- Hardness increases with the work hardening rate, it reaches 200% of the initial value (gross of rolling) for a rate of deformation higher than 40% .
- The optical observation does not make it possible to detect the martensite needles or precipitation of carbides.

Key words: AISI 316L, cold rolling, work hardening.

Remerciements

Je tiens à remercier mon promoteur Mr. M.CHITROUB pour sa direction attentive et pour ses conseils.

Je tiens aussi à remercier le président Mr. F.HELLAL et les membres de jury Mr. A.KASSER et Mr. A.DAIMELLAH qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail.

Je remercie toutes les personnes qui m'ont aidée, de près ou de loin.

Mes remerciements vont aussi à tous les enseignants du département de Métallurgie de l'ENP.

Dédicaces

Ce travail est dédié :

- **A ma mère et mon père**
- **A mes chers frères et sœurs**
- **A tous mes amis**
- **A tous mes collègues**
- **ET a tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.**

Sommaire :

Introduction générale	1
Chapitre I: Etude bibliographique	2
I.1. Aciers inoxydables	3
I.2. Les aciers inoxydables austénitiques	3
I.3. Acier inoxydable austénitique 316L	4
I.4 Microstructure et propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austénitique 316L	5
I.4.1. Durcissement par écrouissage	7
I.4.2. Transformation martensitique par écrouissage	9
I.5. Traitements thermiques	10
Chapitre II : Techniques expérimentales	15
II. 1. Matériau étudié	16
II.1.1. Historique	16
II.1.2. Traitement thermique	17
II.1.3. Déformation par traction	18
II.1.3.1. Dimensions et formes des éprouvettes	18
II.1.3.2. Mode opératoire	18
II.2. Méthodes de caractérisation	19
II.2.1. Observation métallographique	19
1. Enrobage à froid	19
2. Polissage	19
3. Procédure d'attaque pour métallographie	20
1) Attaque chimique	20
2) Attaque électrolytique	21
II.2.2. Mesure des duretés	23
Chapitre III : Résultats et interprétation	24
III.1. Résultats expérimentaux	25
III.1.1. Observation métallographique	25
III.1.2. L'évolution de la micro dureté des microstructures	30
III.2. Interprétation	37
Conclusion générale	43
Références bibliographiques	45

Introduction générale

Introduction générale

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent des propriétés mécaniques très bien adaptées, notamment de par leur bonne absorption d'énergie lors d'un choc, leur résistance à la corrosion, et leurs excellentes propriétés en emboutissage. De plus, ces aciers présentent un très bon compromis résistance-ductilité, qui permet la réalisation de pièces de structure plus légères. En effet, suivant leur composition chimique et les traitements thermomécaniques préalables qu'ils subissent, la résistance mécanique (R_m) de ces aciers varie entre 800MPa et plus de 1200 MPa. L'allongement à la rupture ($A\%$) varie entre 35 et 50%.

Mon sujet de fin d'étude concerne l'étude de l'évolution microstructurale de l'acier inoxydable austénitique 316L traité thermiquement puis déformé par traction.

Cette étude entre dans le cadre d'un projet de recherche de CNEPRU dont la thématique est l'amélioration des propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques.

L'augmentation de la dureté de la matrice austénitique peut être réalisé par deux méthodes :

- La première méthode consiste à transformer l'austénite en martensite par déformation mécanique.
- La seconde, compte tenu que l'acier 316L contient des éléments fortement carburigènes (Cr, Mo, Mn), consiste à choisir un traitement thermique approprié afin de permettre la précipitation des carbures dans la matrice austénitique.

Nous avons choisi la déformation par traction ($e = 20\%, 40\% 60\%$) et un traitement thermique de base pour réaliser ces deux méthodes. Le traitement thermique choisi est le suivant :

- Homogénéisation : température égale 900°C.
- Maintien : temps de maintien égal à deux (02) heures.
- Refroidissement dans le four jusqu'à la température ambiante.

Nous proposerons donc de partager ce travail en trois chapitres. Le premier chapitre sera consacré à une étude bibliographique. Les techniques expérimentales utilisées seront exposées dans le deuxième chapitre. Les résultats expérimentaux et l'interprétation seront présentés dans le troisième chapitre. Enfin, on terminera ce travail par une conclusion générale.

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1. Aciers inoxydables

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

L'acier inoxydable trouve ses applications dans des domaines où la corrosion n'est pas admissible pour des raisons techniques, esthétiques ou médicales comme par exemple l'industrie alimentaire, les brasseries, les installations de cuisine, l'appareillage médical, etc. Il existe quatre familles principales d'aciers inoxydables, ce sont [4] :

- Aciers inoxydables martensitiques.
- Aciers inoxydables ferritiques.
- Aciers inoxydables austénitiques.
- Aciers inoxydables austéno-ferritiques.

I.2. Les aciers inoxydables austénitiques

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

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

Cette structure du réseau cristallin permet d'obtenir des alliages présentant une faible susceptibilité magnétique, malgré la proportion en éléments ferromagnétiques. La teneur en carbone est inférieure à 0,12%. Ces aciers sont ductiles, résistants aux chocs. A partir de 20% de nickel, on obtient une augmentation de la résistance à la corrosion sous tension. Leur résistance à la corrosion est excellente même à la haute température.

Ces aciers sont utilisés dans les industries chimiques, alimentaires, pharmaceutiques, automobiles et papetières. La nuance la plus connue est le 18/8 (ou 304) utilisé dans la plupart des applications alimentaires. Pour des applications plus nobles, on a généralement recours au 316L dopé à l'azote [5].

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

I.3. Acier inoxydable austénitique 316L

316L ou ASTM F139 est la norme américaine. Cet acier contient moins de 0,03% de carbone. Sa teneur en fer varie entre 60 et 65%. Ses principaux éléments d'alliage sont le chrome, le nickel, le molybdène et le manganèse. La composition chimique exacte est donnée dans le tableau 1.

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

Tableau 1 : La composition chimique de 316L d'après ASTM [6].

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

Le motif le plus important du choix de l'acier à bas carbone se relie à la corrosion. Si la teneur en carbone de l'acier excède de manière significative 0,03%, il y a un danger élevé de la formation de carbures comme Cr_{23}C_6 . Ceux-ci tendent à précipiter aux joints de grains quand la concentration en carbone et l'histoire thermique ont été favorables à la cinétique de la croissance de carbures. Alternativement, cette précipitation de carbure épuise les régions limitrophes de joints de grains du chrome, qui a l'effet de diminuer la formation de la base de l'oxyde de chrome protecteur Cr_2O_3 . Les aciers dans lesquels de tels carbures ont été formés s'appellent "sensibilisés" et deviennent sensibles aux ruptures aidées par la corrosion qui commencent aux joints de grains (affaiblies) sensibilisées [6].

Les applications de l'acier 316L sont très nombreuses. Sa biocompatibilité permet une utilisation soit comme implant (prothèse de hanche), soit en contact direct avec le corps humain (montre, piercing, etc.). Son excellente tenue au froid permet une utilisation à des très basses températures (conduits pour hélium liquide), sa résistance à l'oxydation lui autorise des applications dans les domaines mécaniques (pompes, ...). Une nouvelle norme européenne parue sur le Journal Officiel Français N° 165 du 19 Juillet 2000 limite l'utilisation de produits contenant plus de 0,05% en masse de nickel. Il devient par conséquent nécessaire de revêtir les aciers 316L pour limiter l'échange de nickel avec le corps humain [7].

I.4 Microstructure et propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austénitique 316L

Selon les spécifications de l'ASTM, la forme souhaitable de 316L est l'austénite monophasée de structure cubique à faces centrées (CFC). Il ne devrait y avoir aucune phase libre de ferrite (CC) ou de carbure dans la microstructure. En outre, l'acier devrait être exempt d'inclusions telles que les sulfures de manganèse. Ces derniers résultent principalement des pratiques sidérurgiques malpropres et prédisposent l'acier à la corrosion par piqûre aux interfaces métalliques d'inclusion. L'ASTM recommande une taille plus fine.

Le nombre n qui caractérise la taille moyenne des grains selon les normes de l'ASTM est calculé par la relation suivante :

$$N = 2^{n-1} \quad (1)$$

N est le nombre de grains dans 1 inch^2 ($1 \text{ mm}^2 = 0,0645 \text{ inch}^2$) avec un grossissement de 100. A titre indicatif pour $n = 6$ la taille moyenne des grains est d'environ $100 \mu\text{m}$. En outre, la taille des grains devrait être relativement uniforme. Une microstructure typique de 316L travaillé à froid est montrée sur la figure I.1.

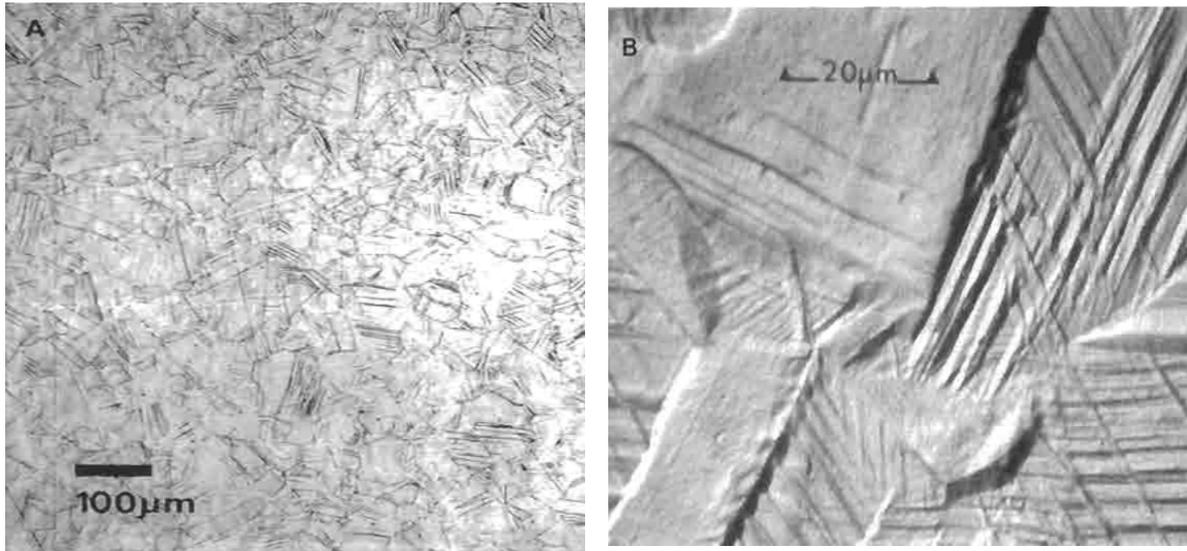


Figure I.1 : A – Microstructure typique 316L travaillé à froid dans une section transversale prise à travers une tige spinale de distraction.

B - Détaille des grains en acier inoxydable 316L travaillé à froid mettant en évidence la déformation plastique [6].

I.4.1. Durcissement par écrouissage

Sous l'action d'une déformation à froid, les aciers subissent un durcissement (la limite élastique (R_e) et la résistance à la traction (R_m) augmentent) et leur ductilité baisse (l'allongement à la rupture $A\%$ diminue). Plus la déformation plastique est grande, plus l'effort pour produire une nouvelle déformation est élevé : ce phénomène est désigné sous le nom d'écrouissage ou de durcissement par écrouissage. L'origine de ce durcissement est liée au mouvement de plus en plus difficile des dislocations dont la densité croît avec la déformation [8].

Les aciers inoxydables austénitiques sont fortement durcissables. La figure I.2 montre les variations de R_m , R_e et $A\%$ en fonction de la réduction en section en % pour un acier austénitique 18Cr-10Ni-0.1C. La réduction de section en %, appelée taux d'écrouissage, est obtenue par un laminage à froid (tôle) ou par tréfilage (fil).

Le carbone, élément fortement gamma gêne, stabilise l'austénite. De ce fait, les austénites à bas carbone (0,02%) s'écrouissent plus vite que les austénites à carbone élevé (>0,06%) [8].

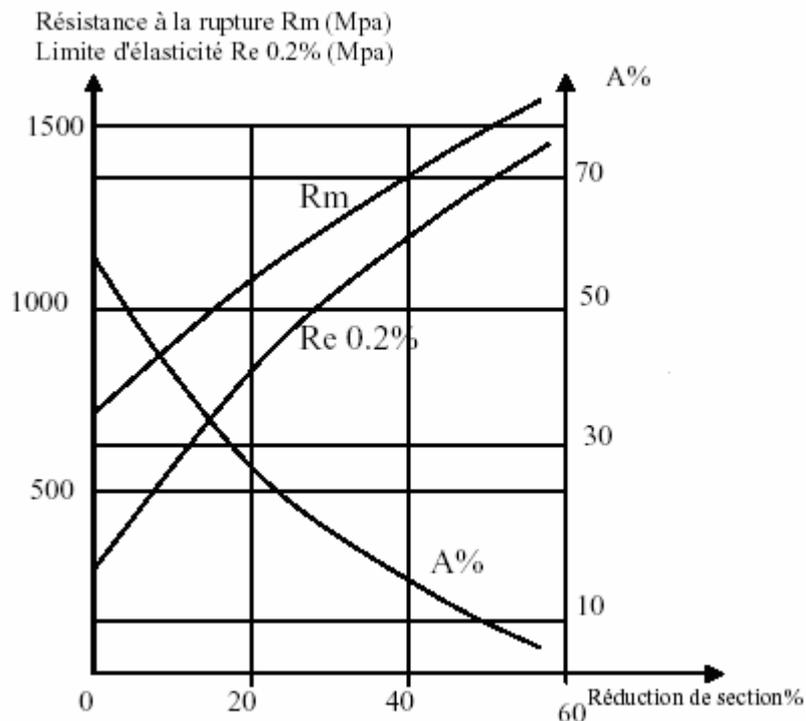


Figure I.2 : Courbes d'écrouissage de l'acier inoxydable austénitique 18Cr-10Ni-0,1C [12].

Le laminage à froid modifie la texture du métal de deux façons (figure I.3) :

- Il provoque un changement de forme de l'ensemble des grains du métal.
- Il modifie l'orientation cristalline de chacun des grains.

Pendant le laminage, les grains s'allongent dans la direction de laminage tandis que dans la direction perpendiculaire au plan de laminage, la dimension des grains diminue. Le laminage à froid transforme un empilement de grains plus ou moins équiaxes en un empilement de strates peu épaisses et très longues.

Structuralement, l'existence de telle ou telle texture "lignée" est souvent responsable plus ou moins directement de défauts constatés sur les produits finis laminés, recuits ou non.

Le laminage à froid n'allonge pas que le grain du métal, il allonge également les porosités et les phases déformables qui se trouvent, après déformation, alignées avec les inclusions du laminage [9].

La déformation par traction engendre les mêmes effets que le laminage à froid, sauf que celle-ci ne modifie pas profondément la texture initiale du métal.

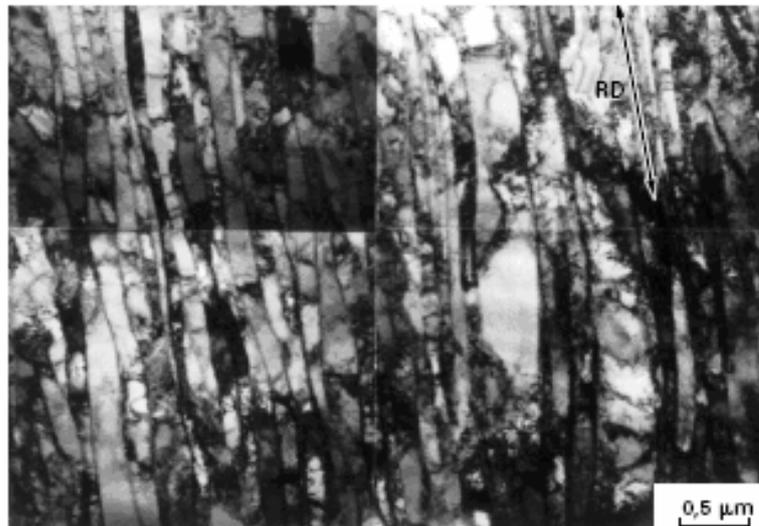


Figure I.3 : Microstructure lamellaire de déformation du nickel fortement laminé (MET sur coupe longitudinale) [9].

I.4.2. Transformation martensitique par écrouissage :

On distingue deux températures de transformation martensitique de l'austénite instable :

- La première, M_s , correspond à l'apparition de martensite d'origine thermique.
 $M_s(^{\circ}\text{C}) = 502 - 810(\% \text{C}) - 1230(\% \text{N}) - 13\%(\% \text{Ni}) - 12\%(\% \text{Cu}) - 6\%(\% \text{Mo})$.
- La seconde, M_d , caractérise la possibilité de la formation de martensite sous l'effet d'une déformation plastique.

Sous l'effet de la déformation à froid, l'austénite peut se transformer en martensite α' au-dessus de la température M_s . La température M_d ($M_d > M_s$) a été définie comme la température au-dessus de laquelle aucune transformation ne se produit quelle que soit la déformation.

La quantité de martensite formée est en fonction à la fois de la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, du mode, du taux et de la vitesse de déformation et naturellement, de la température. La figure I.4 indique le taux de transformation martensitique en fonction de la l'allongement vraie dans l'acier austénitique du type 18-8 [8].

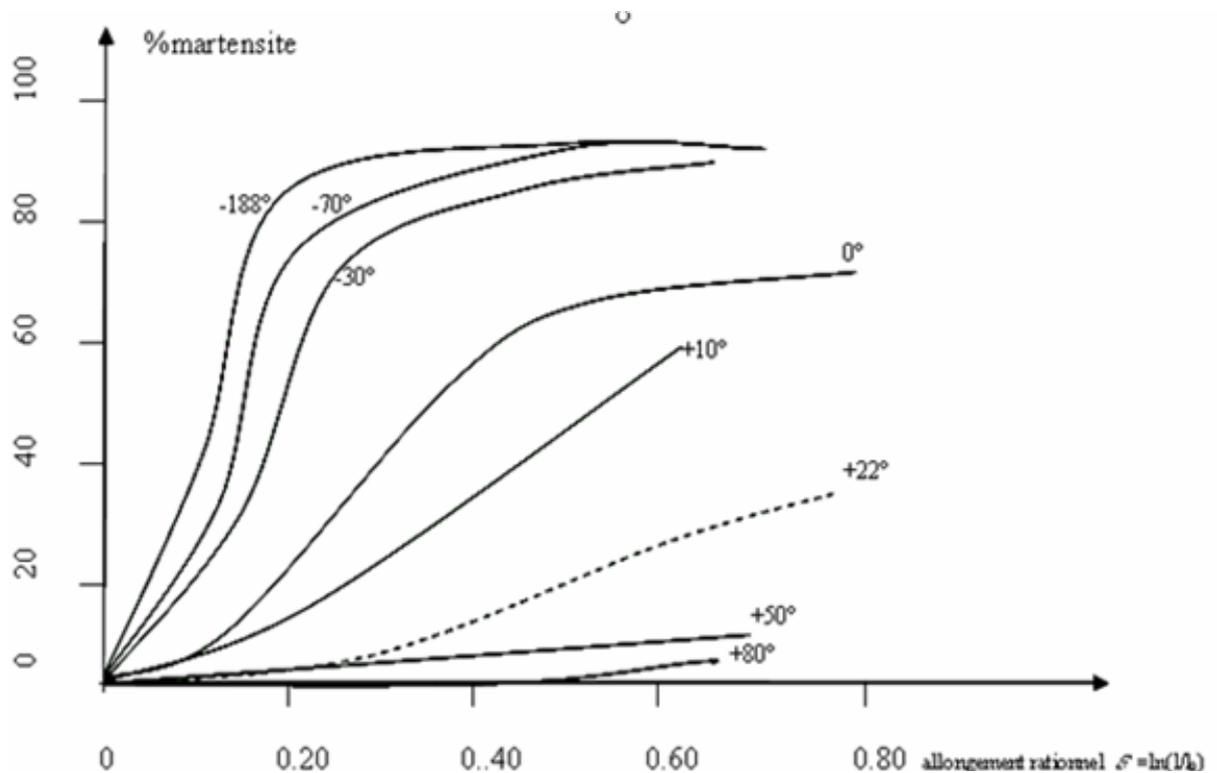


Figure I.4 : Formation à différentes température de martensite dans un acier austénitique du type 18-8 en fonction de la déformation rationnelle $\epsilon = \ln(l/l_0)$ [8].

L'effet des éléments d'alliage (%massique) est mis en évidence par la formule suivante :

$$M_{d30}(^{\circ}\text{C}) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 20(\%Ni) - 18,55(\%Mo) \quad [10].$$

Où : M_{d30} est la température à laquelle 50% de martensite est formée sous l'effet d'une déformation vraie de 30%.

Dans le cas de l'acier inoxydable austénitique 316L, pour former 50% de martensite sous l'effet d'une déformation vraie de 30%, il faut que la déformation s'effectue à $-61,43^{\circ}\text{C}$.

L'augmentation de la teneur en nickel inhibe la formation de martensite d'écroissage α' . La stabilisation par le titane exerce un effet contraire par réduction du carbone et de l'azote en solution solide [8].

L'énergie de défaut d'empilement (E.D.E) joue un rôle essentiel dans les transformations martensitiques induites par déformation à froid. Des relations empiriques permettent d'estimer cette énergie en fonction de la composition chimique (%massique) par exemple :

$$\text{E.D.E (mJ.m}^{-2}\text{)} = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \quad [12].$$

Le nickel accroît la valeur de l'énergie de défaut d'empilement tandis que l'azote et le manganèse le diminuent.

L'énergie de défaut d'empilement pour notre acier est de l'ordre de $41,152 \text{ mJ.cm}^{-2}$.

I.5. Traitements thermiques

Le but des traitements thermiques appliqués aux aciers inoxydables est d'améliorer leurs caractéristiques mécaniques ou leur résistance à la corrosion. Si la qualité première des aciers inoxydables est leur tenue en corrosion, il convient de rappeler qu'ils peuvent par traitement thermique approprié acquérir des caractéristiques mécaniques supérieures dont une grande dureté, ce qui permet des économies de matière et un allègement des structures.

La structure totalement martensitique confère aux aciers inoxydables une limite d'élasticité, une résistance mécanique et une dureté élevées. Leur ductilité est par contre moindre que celle des aciers inoxydables ferritiques ou austénitiques. Afin de l'améliorer, les aciers inoxydables martensitiques subissent en général un traitement de revenu plus ou moins prononcé, afin d'obtenir une structure ferrito-martensitique [11].

Divers traitements thermiques sont possibles :

- Trempe martensitique.
- Trempe de déstabilisation de l'austénite.
- Traitement de détensionnement ou de revenu.
- Traitement d'adoucissement ou de recuit.

Ces traitements thermiques nécessitent la connaissance des diagrammes d'équilibre binaires, ternaires et même quaternaires. Pour notre cas, les figures I.5, 6, I.7, I.8 et I.9 montrent les diagrammes d'équilibre utilisés pour définir notre traitement thermique.

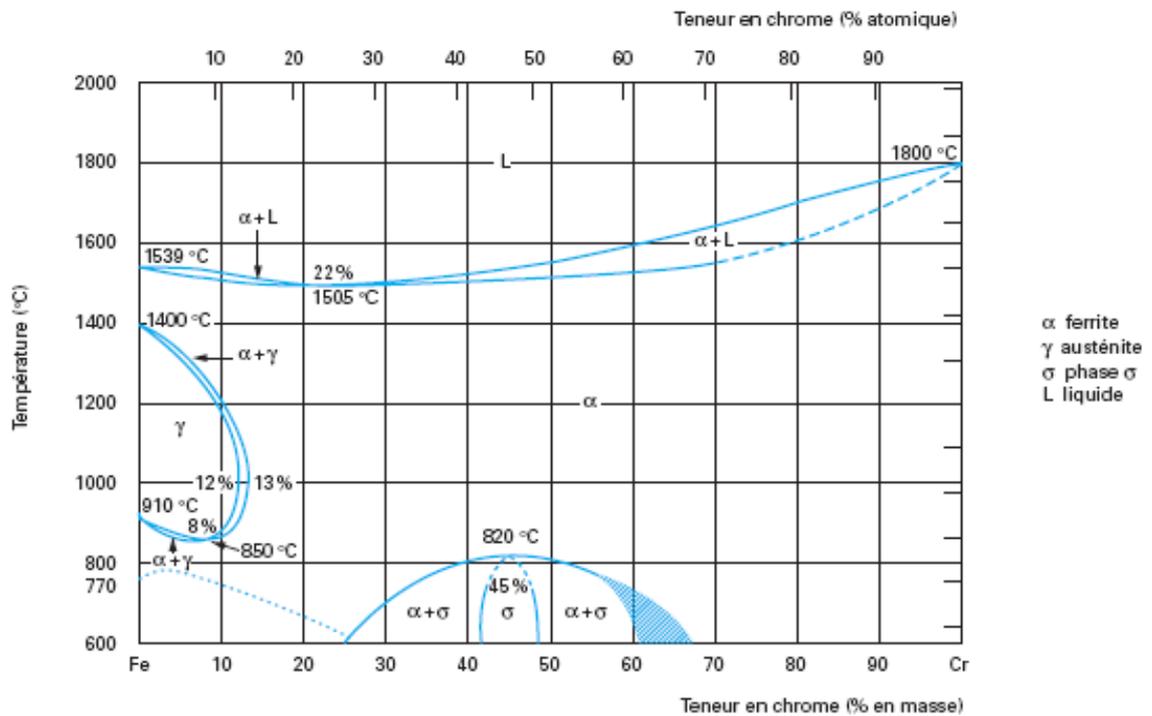


Figure I.5 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [3].

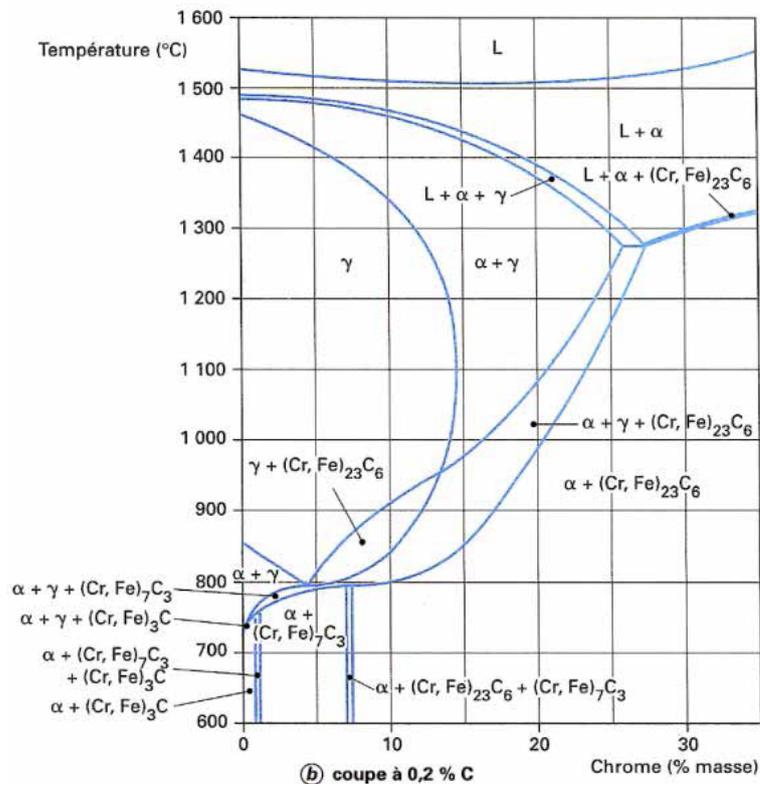
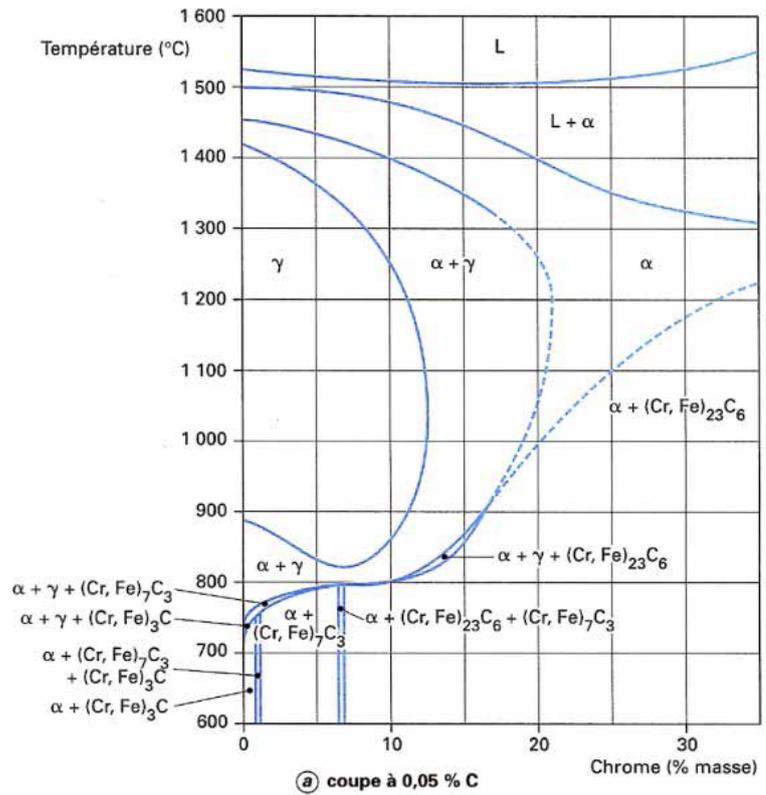


Figure I.6 : Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr pour a) coupe à 0.05% C et b) coupe à 0.2% C [16].

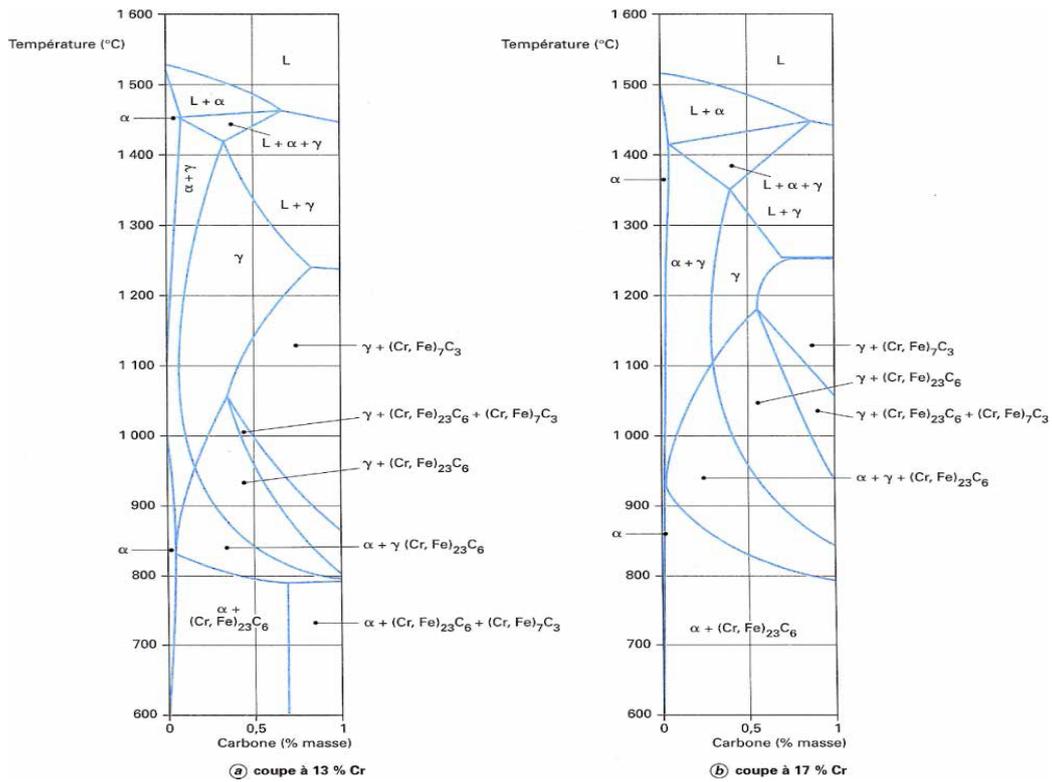


Figure I.7 – Diagramme pseudo-binaires Fe – C pour a) coupe à 13% Cr et b) coupe à 17% Cr [3].

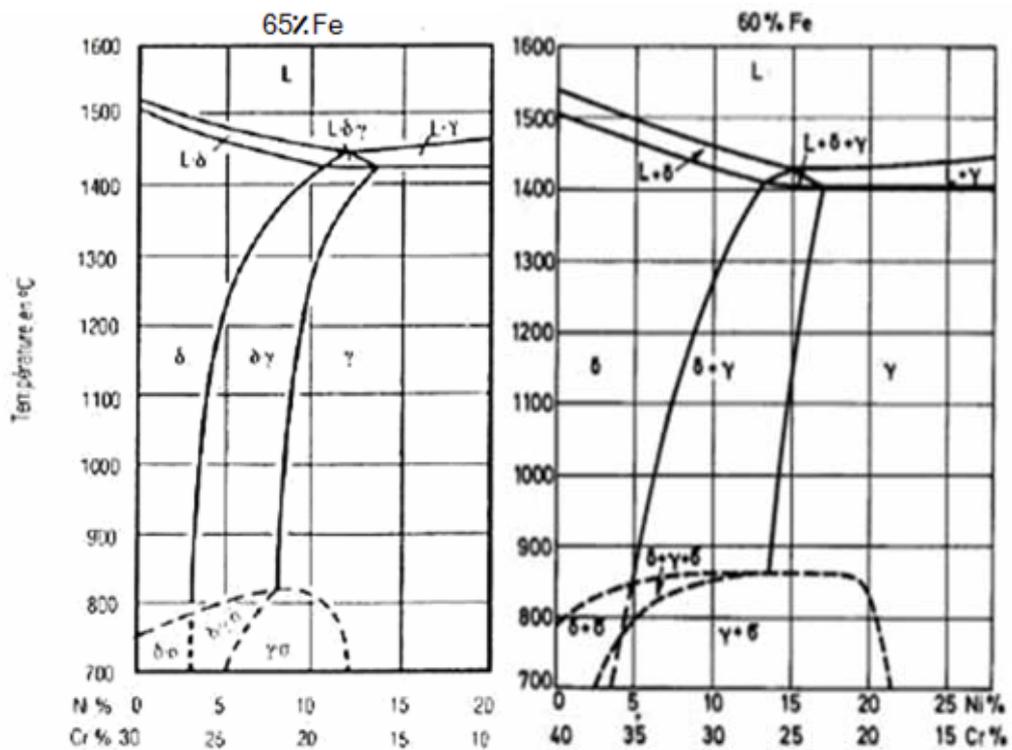


Figure I.8 : Coupe du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour 60% et 65% de fer [15].

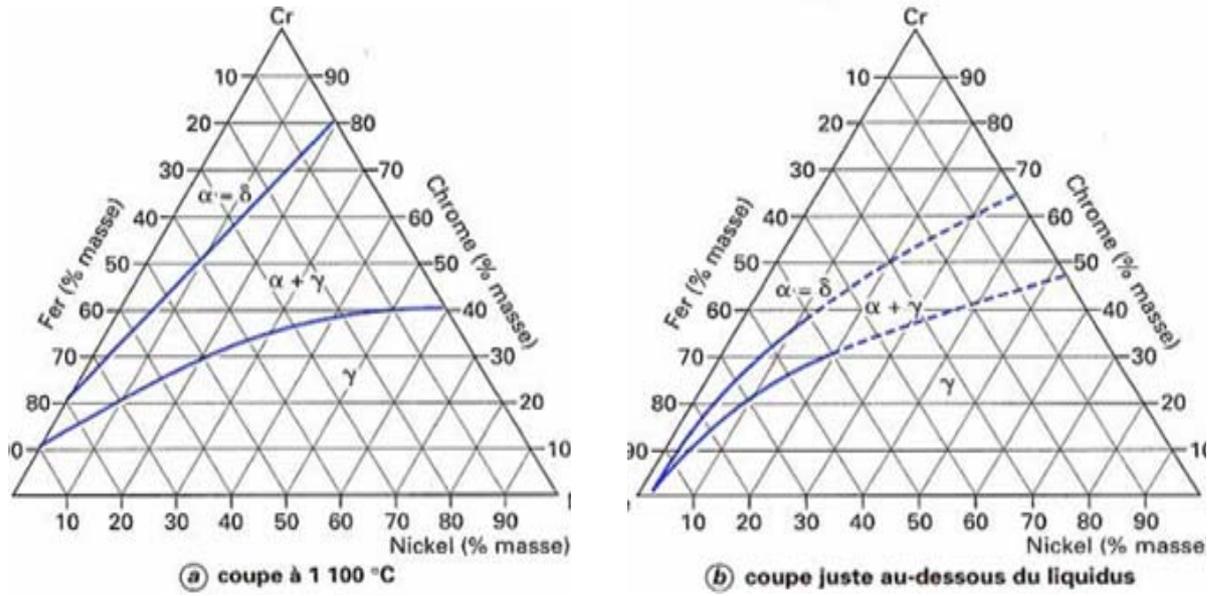


Figure I.9 – Diagramme d'équilibre ternaire Fe – Cr – Ni [16].

Chapitre II

Techniques expérimentales

II. 1. Matériau étudié

Le matériau étudié est l'acier inoxydable austénitique 316L qui correspond à Z8CND 17-12-02 selon la norme AFNOR. Il est fourni par la société GoodFellow Metals sous forme de tôle d'épaisseur de 1mm. La composition chimique en masse de cet acier déterminée par spectroscopie de masse à l'ESTA (Ecole Supérieure des Techniciens en Aviation) de Dar El Beida à Alger est résumée dans le tableau II.1.

Elément	C	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Cu	Co	W
Pourcentage (%massique)	<0.038	64.46	17.556	11.889	2.482	0.486	1.49	0.24	0.148	0.052
Elément	Ti	P	V	Al	As	S	Nb	Sn	Pb	
Pourcentage (%massique)	0.0028	0.043	0.041	0.008	0.011	0.017	0.011	0.009	0.0025	

Tableau II.1 : composition chimique en masses du 316L.

II.1.1. Historique

Des éprouvettes plates, de dimension 160 x 10 x 1mm², ont été découpés à partir d'une tôle brute. Ces éprouvettes ont été laminées à froid, à différents taux de laminage : 20%, 40% et 60%. Le taux de laminage est calculé par la relation suivante :

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

h_0 : Épaisseur initiale.

h : Épaisseur finale.

Le tableau II.2 montre les dimensions finales des éprouvettes après chaque opération de laminage.

Taux de laminage (%)	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)
0%	160	10.0	1.00
20%	181	10.0	0.83
40%	210	10.6	0.70
60%	234	11.3	0.57

Tableau II.2 : Dimensions des éprouvettes après laminage à froid.

II.1.2. Traitement thermique

Le traitement thermique choisi est schématisé sur la figure II.1.

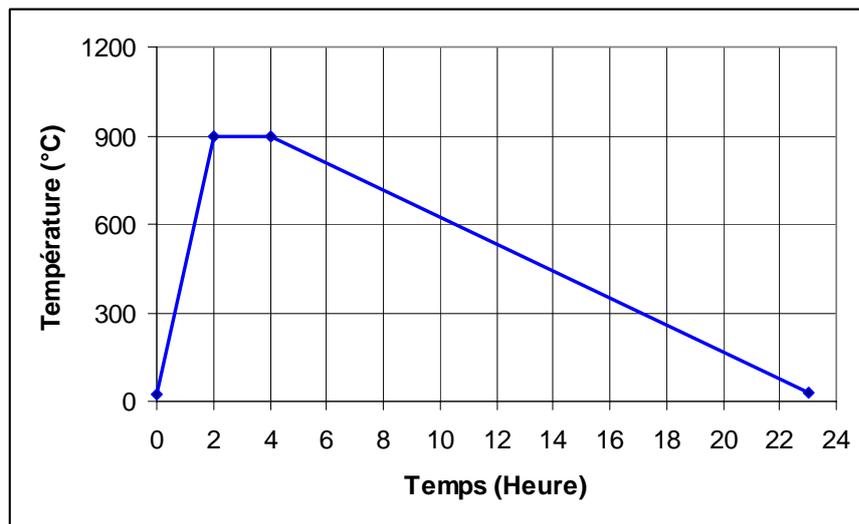


Figure II.1 : le traitement thermique appliqué à nos éprouvettes laminées.

Pour effectuer ce traitement, les éprouvettes ont été déposées dans un four électrique dont la température a augmenté jusqu'à 900°C après une durée de deux heures. Un maintien de deux heures à cette température est ensuite effectué. Enfin, les éprouvettes ont été laissées dans le four qui est hors tension jusqu'à atteindre la température ambiante dans le but d'effectuer un refroidissement suffisamment lent.

II.1.3. Déformation par traction

Après traitement thermique, les éprouvettes sont allongées manuellement par la machine de traction mécanique. Nous avons choisi des allongements de 20%, 40% et 60%.

II.1.3.1. Dimensions et formes des éprouvettes

Les essais de traction sont exécutés sur des éprouvettes proportionnelles (figure II.2), dont la largeur initiale entre repère L_0 est donnée par la relation suivante :

$$L_0 = k\sqrt{S_0}$$

S : section initiale.

$k = 8, 16$.

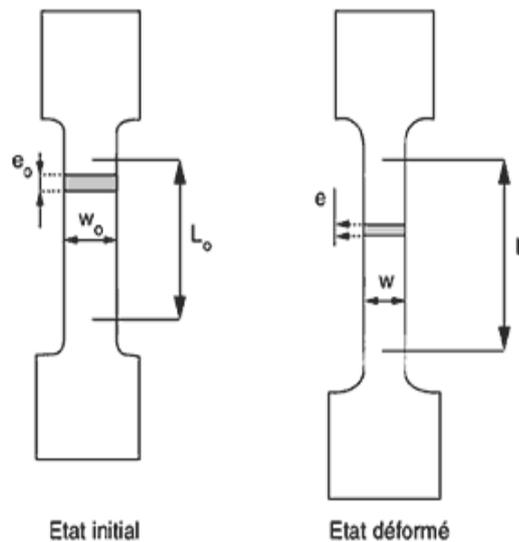


Figure II.2 : Forme de l'éprouvette de traction.

II.1.3.2. Mode opératoire

La vitesse linéaire de traction doit être aussi constante et uniforme que possible, pour que les résultats soient comparables au cours d'essais sur un même lot d'éprouvettes. Elle doit être de l'ordre de 20mm par minute. Le tableau II.3 montre les dimensions finales des éprouvettes après chaque opération de déformation par traction.

éprouvette	W :(mm)	e : (mm)	$S_0 = e.w$	L_0 (mm)	L (mm)	$\Delta L = L - L_0$
0%	10.0	1.00	10.00	25.80	25.80	0
20%	10.0	0.83	8.30	23.50	28.20	4.70
40%	10.6	0.70	7.42	22.23	31.12	8.89
60%	11.3	0.57	6.44	20.71	33.13	12,42

Tableau II.3 : Dimensions des éprouvettes après déformation par traction.

II.2. Méthodes de caractérisation

La caractérisation microstructurale des échantillons a été faite à l'aide d'un microscope optique Zeiss Universal équipé d'une caméra et lié au micro-ordinateur pour le traitement des photos. Les mesures de dureté ont été effectuées à l'aide d'un microduromètre.

II.2.1. Observation métallographique :

Avant toute observation, il faut préparer la surface de l'échantillon. Les échantillons ont été préparés selon les étapes suivantes :

1. Enrobage à froid: Consiste à mettre l'échantillon dans un moule et ajouter le mélange résine – durcisseur ; et ensuite laisser la résine se solidifier pendant quelques minutes. Cette étape permet d'avoir une surface plane et une meilleure manipulation des échantillons pendant le polissage.

2. Polissage :

Il permet d'obtenir une surface plane, non rugueuse et d'éliminer la couche d'oxyde superficielle. Le polissage a été effectué en deux étapes :

1) Polissage grossier (abrasion) : on a fait passer les échantillons enrobées sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante de 1000,1200 et 4000.

2) Polissage de finition : il a été réalisé sur du papier feutre à l'aide d'une suspension d'alumine de 0,3 et 0,05 μ m.

3. Procédure d'attaque pour métallographie optique

Après polissage, les échantillons sont attaqués chimiquement pour révéler la morphologie des différentes phases présentes ainsi que les joints de grains austénitiques.

Différentes attaques ont été essayées :

1) Attaque chimique : elle a été faite à l'aide d'une solution de composition suivante : 30% de HNO_3 , 40% de HCl et 30% de H_2O . La durée de l'attaque a été de l'ordre de 1 à 2 minutes.

La figure II.4 montre la microstructure observée au microscope optique après ces étapes de préparation d'un échantillon de l'acier 316L.

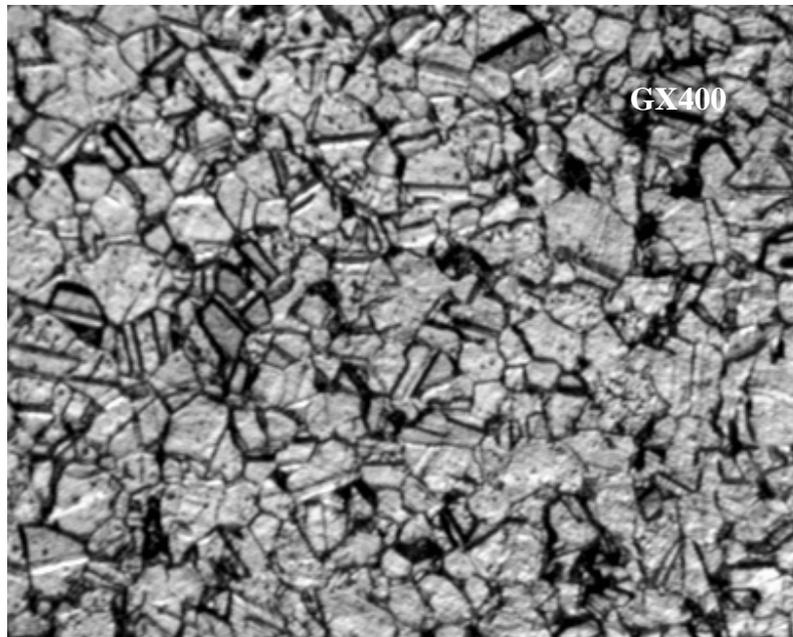


Figure II.4 : Microstructure du 316L (grossissement 400).

La présence des macles sur la microstructure de la figure II.4, nous a obligé à faire une attaque électrolytique à nos échantillons pour les éliminer.

2) Attaque électrolytique :

La solution utilisée est l'acide nitrique de concentration 60% dilué dans l'alcool et l'eau. L'échantillon à polir joue le rôle de l'anode. Pour la cathode nous avons placé une plaque de 316L (figure II.5). L'ensemble est parcouru par un courant continu dont la source est une batterie de 1,5V. L'attaque électrolytique a été effectuée à la température ambiante pendant 3 à 5 minutes.

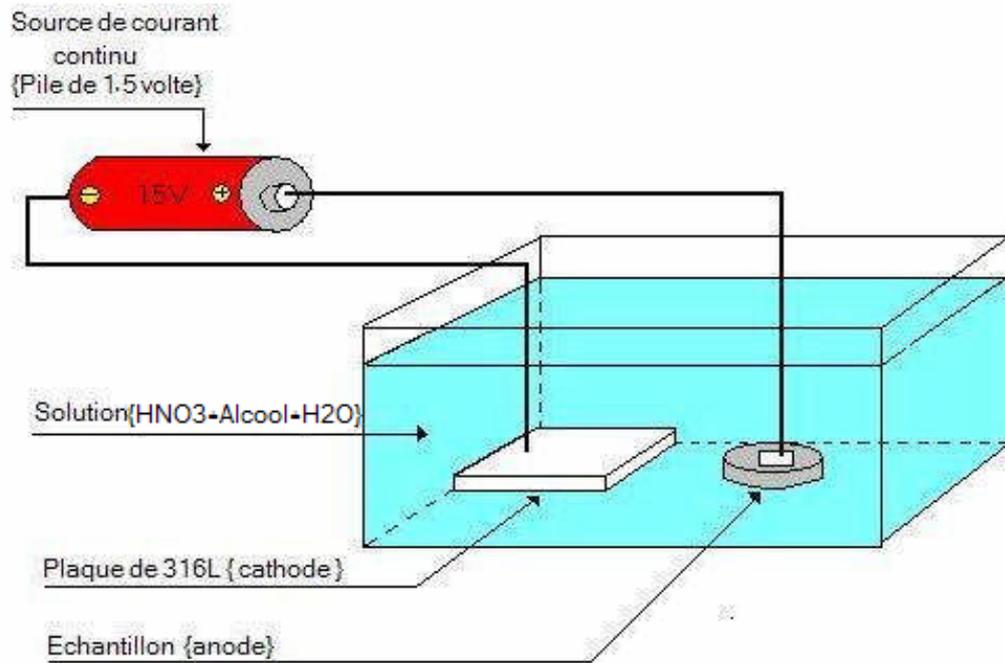


Figure II.5 : Montage utilisé pour l'attaque électrolytique.

La figure II.6 montre la microstructure du même échantillon obtenue avec l'attaque électrolytique.

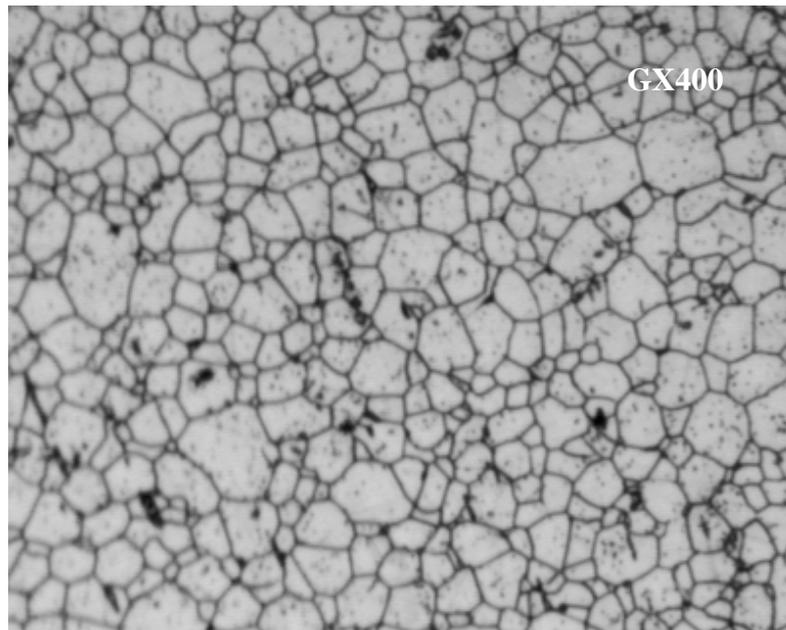


Figure II.6 : microstructure du 316L après l'attaque électrolytique.

La figure II.7 montre un microscope optique similaire à celui que nous avons utilisé. Les grossissements utilisés sont 100, 250, 300, 400 et 650.



Figure II.7 : microscope optique utilisé.

II.2.2. Mesure des duretés

Les duretés des phases ont été mesurées à l'aide d'un microduromètre de marque SHIMATZU HMV-M3 (figure II.8) disponible au niveau de notre département. La charge utilisée est de 50g (on ne peut pas descendre au-delà de cette valeur, l'empreinte devient indétectable).



Figure II.8 : microduromètre SHIMATZU HMV-M3.

Chapitre III

Résultats et interprétations

III.1. Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux de cette étude sont présentés sous forme d'images et de courbes.

III.1.1. Observation métallographique

Nous allons présenter les microstructures avec le plus grand grossissement utilisé, c'est à dire 650 et celles de 300 à titre de comparaison. Les figures III.1a, III.1b, III.1c et III.1d, représentent respectivement les microstructures de l'échantillon brut de laminage, laminé à froid à 20%, 40% et 60%.

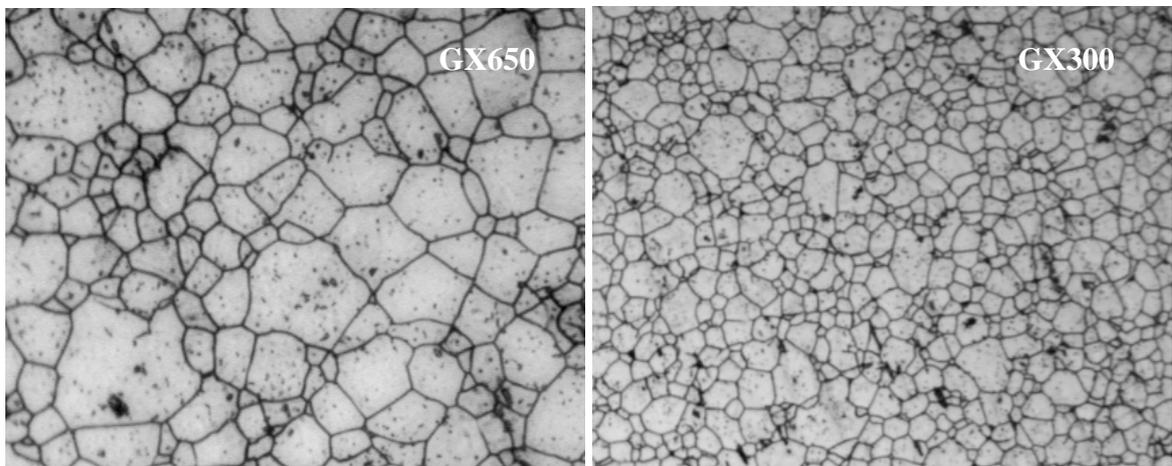


Figure III.1a : Microstructure de l'échantillon brut.

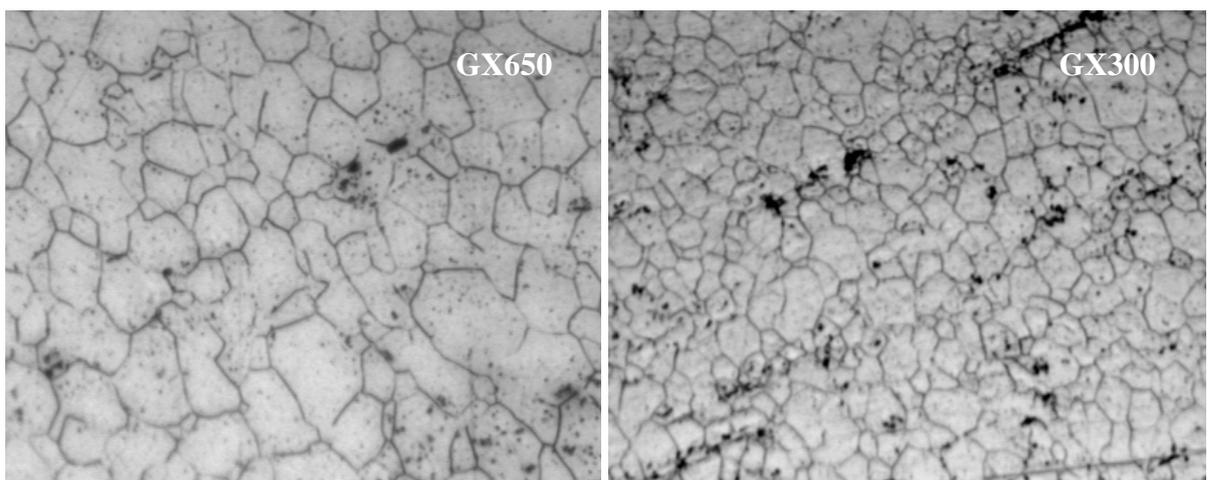


Figure III.1b : Microstructure d'échantillon laminé à 20%.

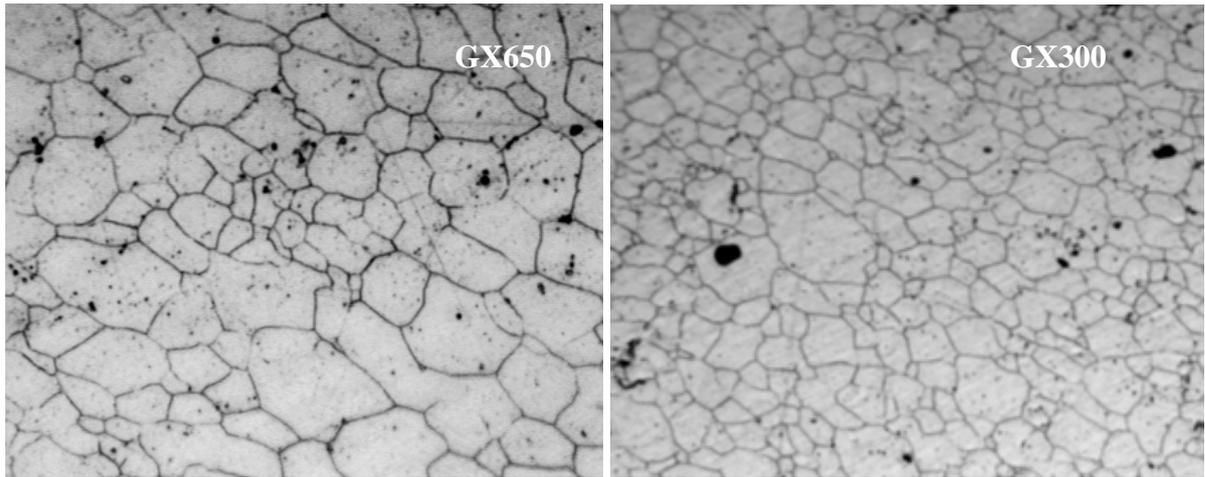


Figure III.1c : Microstructure d'échantillon laminé à 40%.

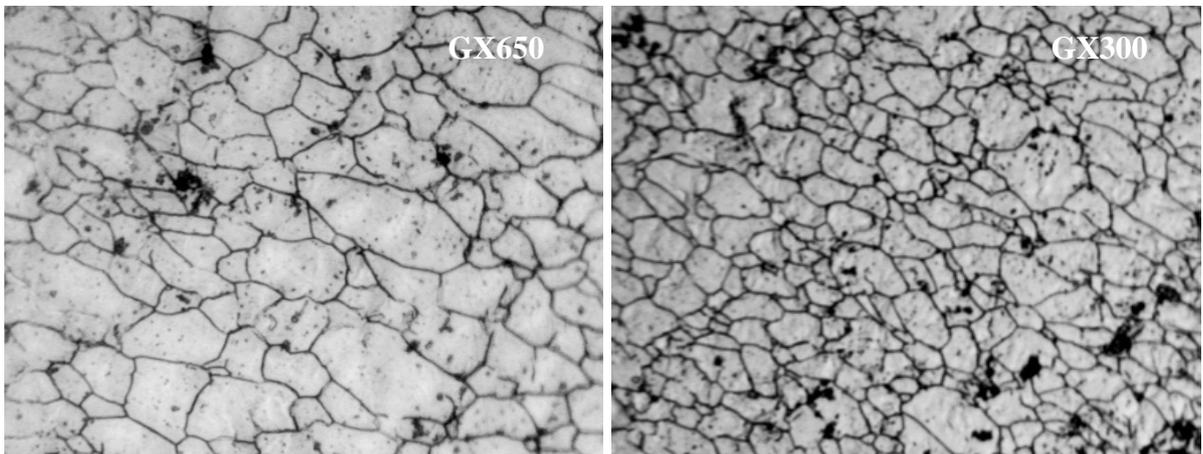


Figure III.1d : Microstructure d'échantillon laminé à 60%.

Les figures III.2a, III.2b, III.2c et III.2d, représentent respectivement les microstructures de l'échantillon brut de laminage traité, laminé à froid à 20% et traité, 40% et traité, et 60% et traité.

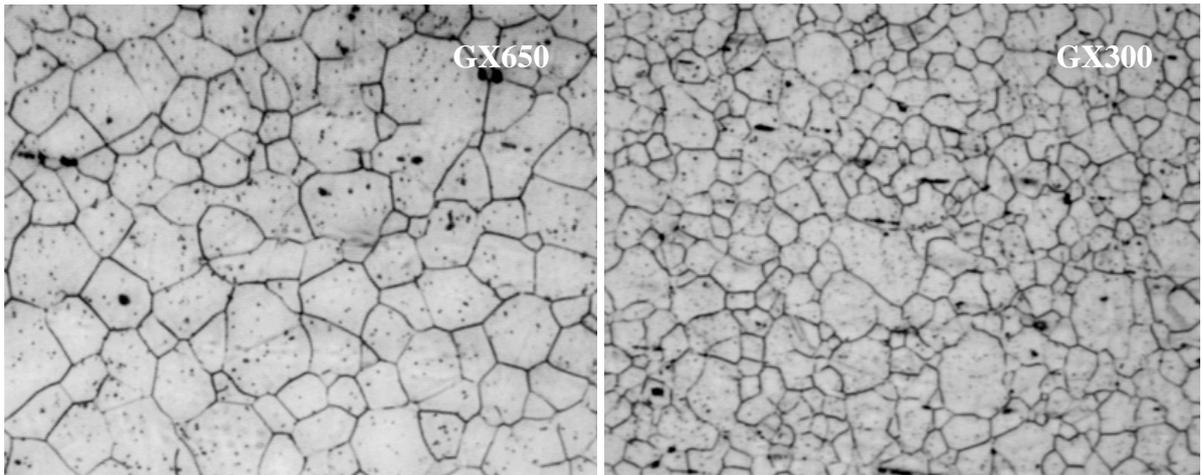


Figure III.2a : Microstructure d'échantillon brut et traité.

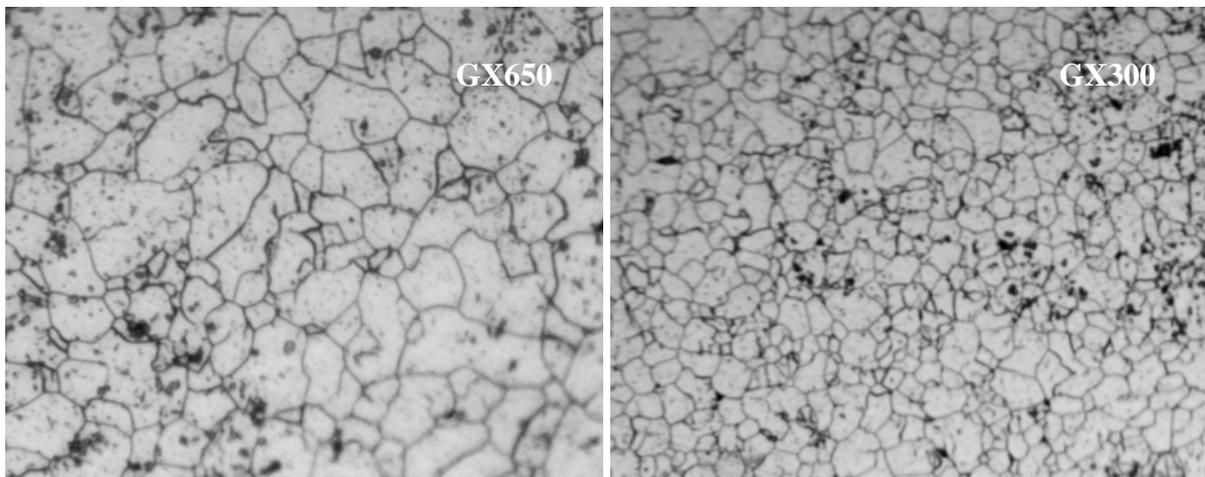


Figure III.2b : Microstructure d'échantillon laminé à 20% et traité.

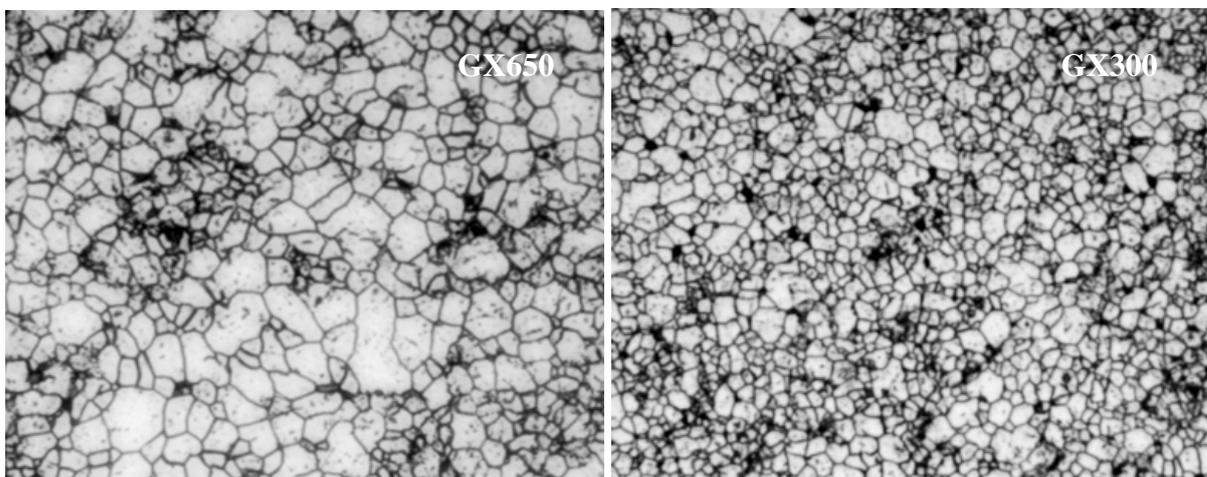


Figure III.2c : Microstructure d'échantillon laminé à 40% et traité.

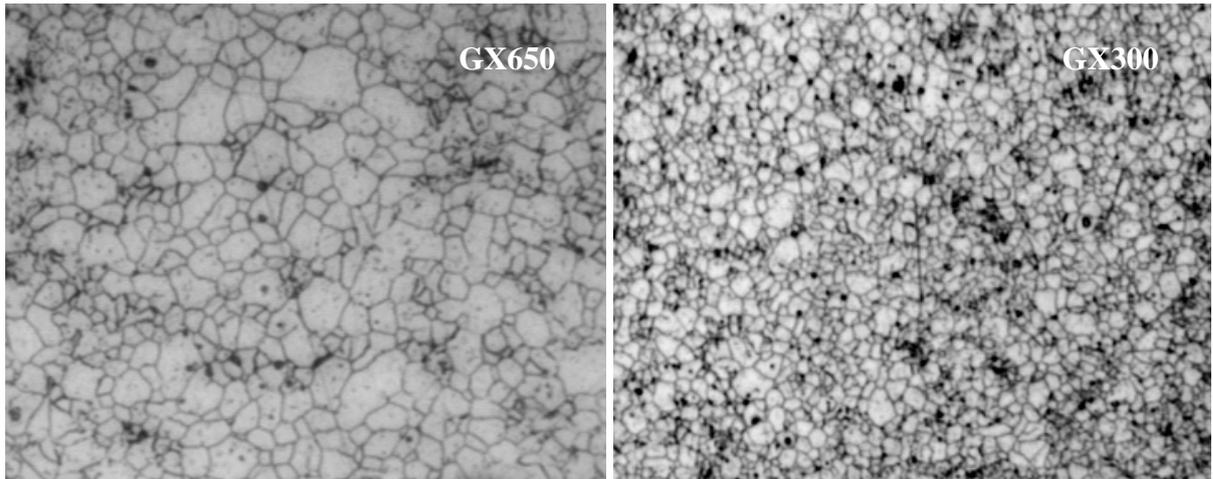


Figure III.2d : Microstructure d'échantillon laminé à 60% et traité.

Les figures III.3a, III.3b, et III.3c, représentent respectivement les microstructures de l'échantillon :

- laminé à 20% puis traité et déformé par traction à 20%,
- laminé à 40% puis traité et déformé à 40%,
- laminé à 60% puis traité et déformé jusqu'à la rupture (rompu).

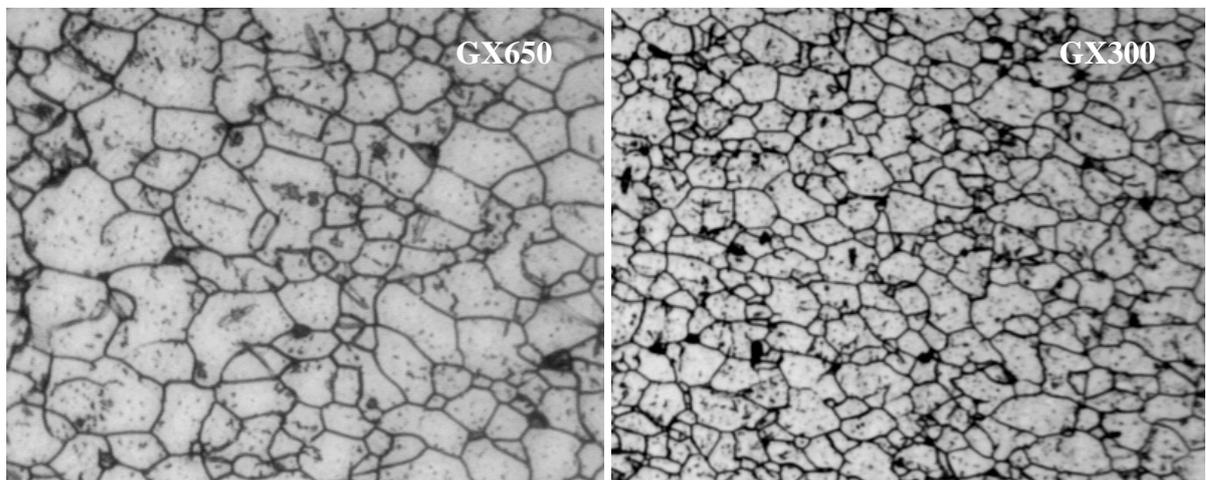


Figure III.3a : Microstructure d'échantillon traité et déformé par traction à 20%.

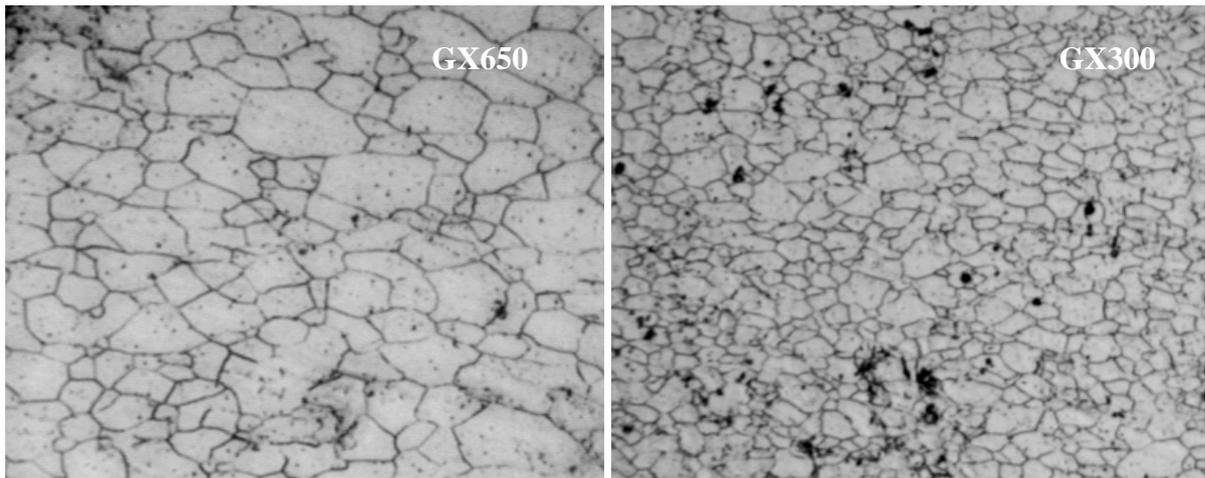


Figure III.3b : Microstructures des échantillons traité et déformé à 40%.

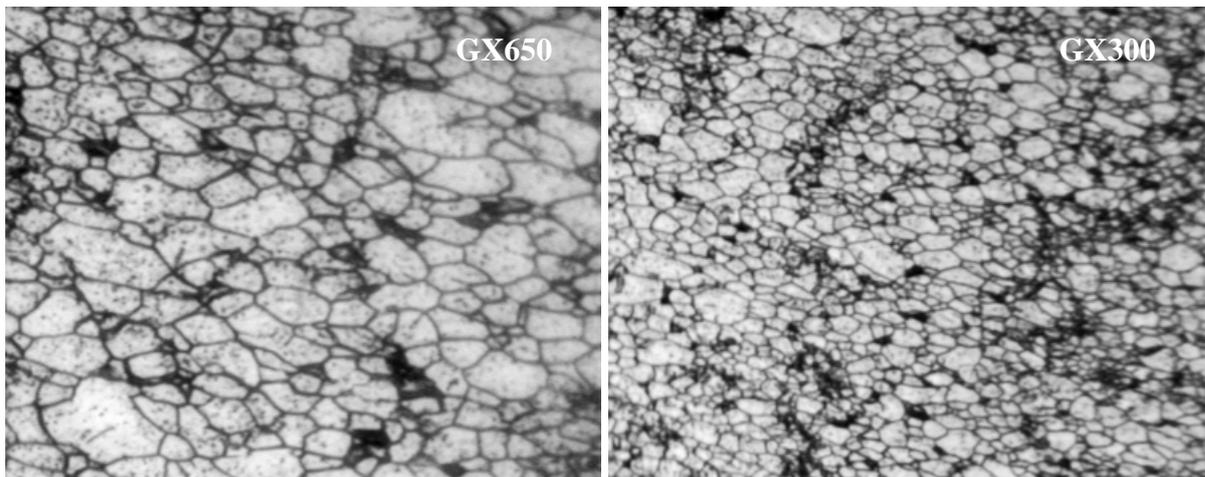


Figure III.3c : Microstructure d'échantillon traité et rompu.

III.1.2. L'évolution de la micro dureté des microstructures

La figure III.4 représente l'histogramme des valeurs de la microdureté de la microstructure : 4a - brut de laminage, 4b – brut et traité.

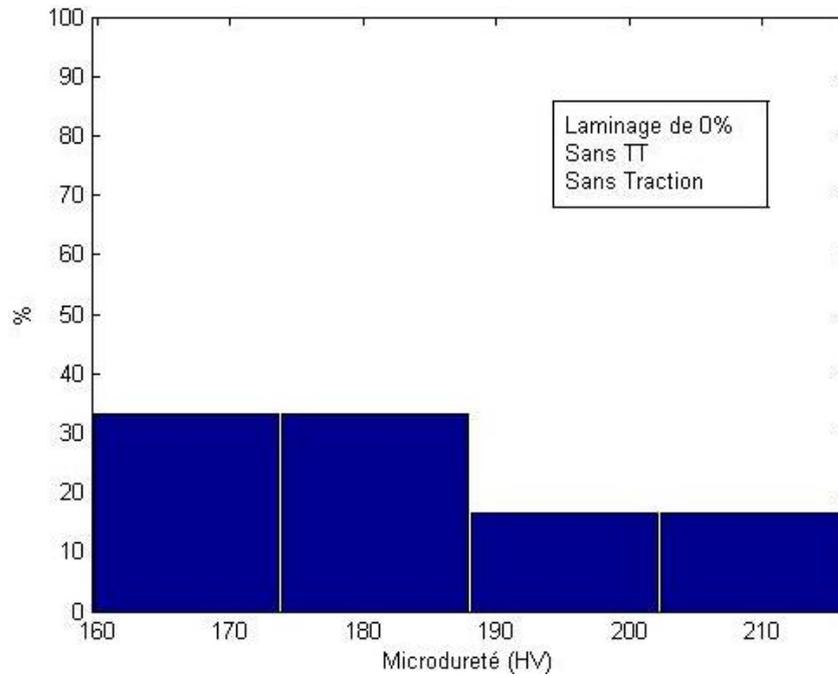


Figure III.4a : Histogramme de la microdureté d'échantillon brut.

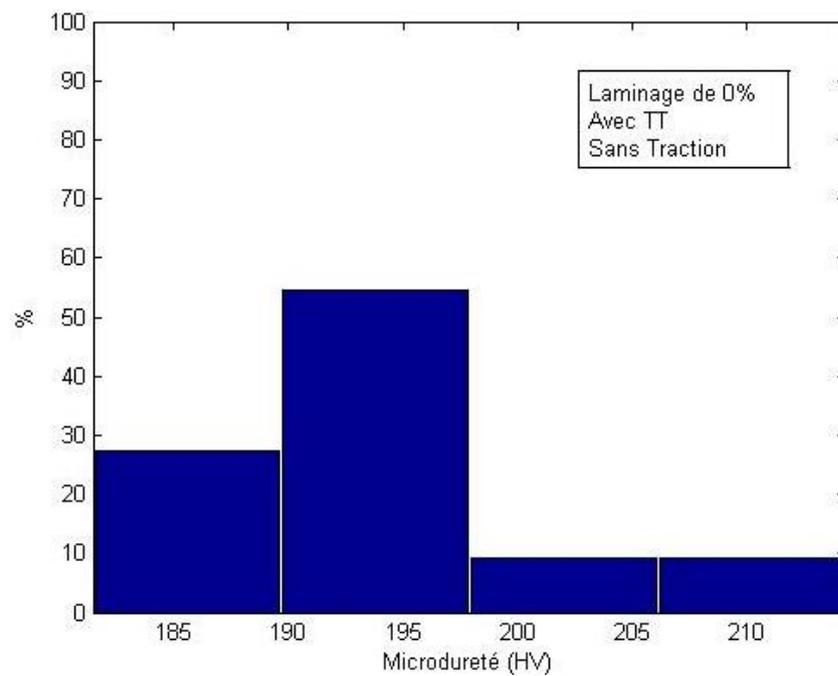


Figure III.4b : Histogramme de la microdureté d'échantillon brut et traité.

La figure III.5 représente l'histogramme des valeurs de la microdureté de la microstructure : 5a – laminé à 20%, 5b – laminé à 20% puis traité et 5c – laminé à 20% puis traité et déformé par traction à 20%.

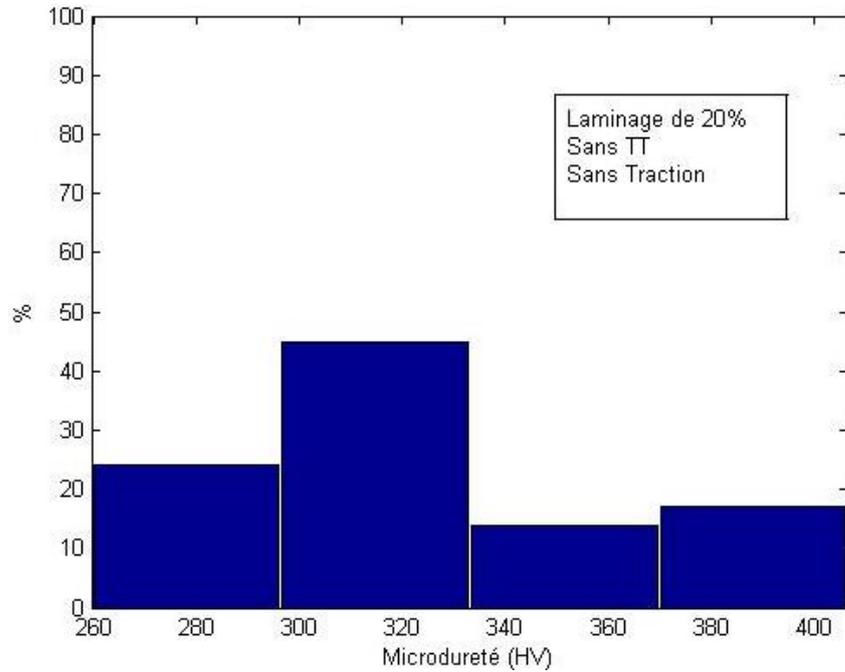


Figure III.5a : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 20%.

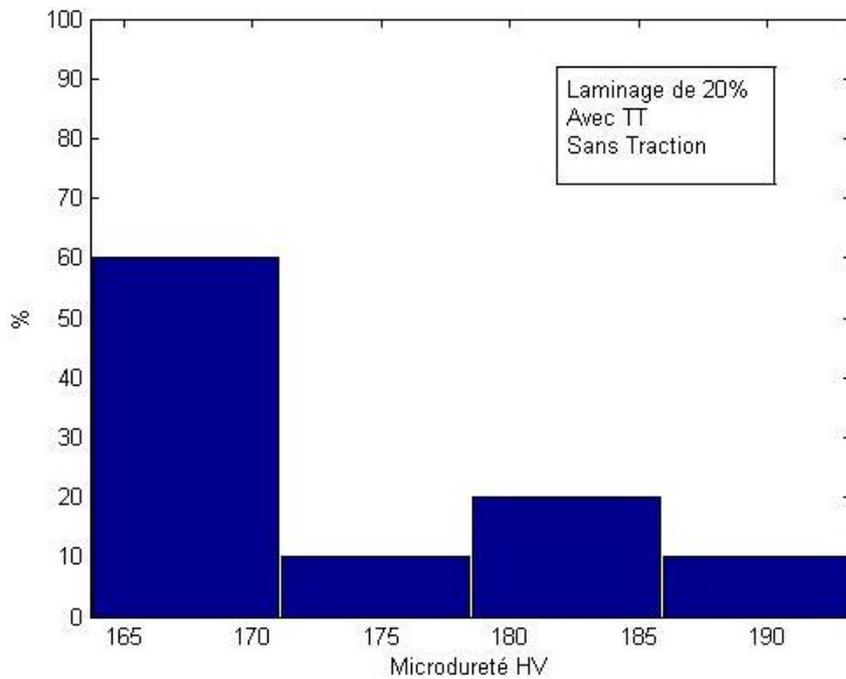


Figure III.5b : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 20% puis traité.

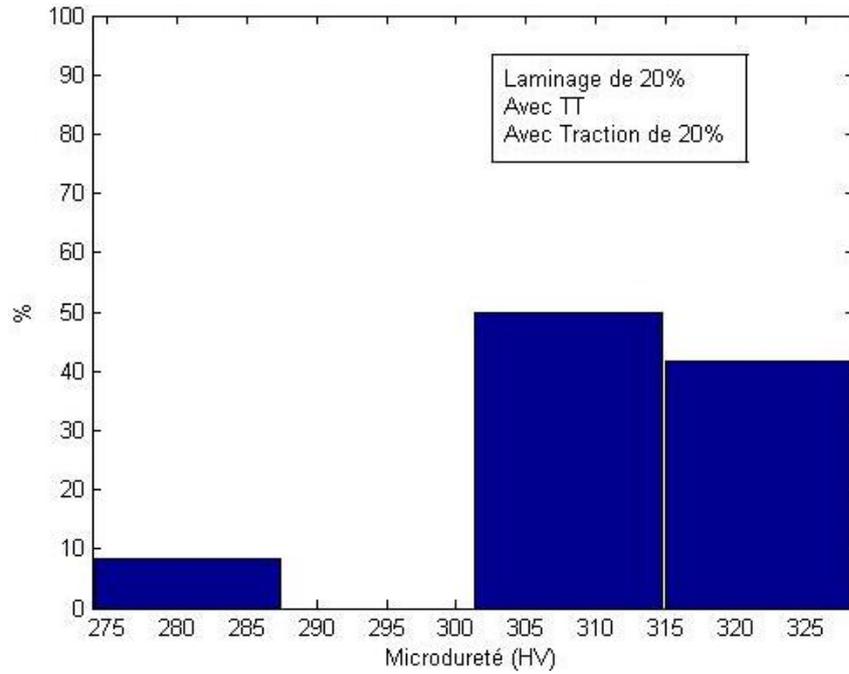


Figure III.5c : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 20% puis traité et déformé par traction à 20%.

La figure III.6 représente l'histogramme des valeurs de la micro dureté de la microstructure : 6a – laminé à 40%, 6b – laminé à 40% puis traité et 6c – laminé puis traité et déformé par traction à 40%.

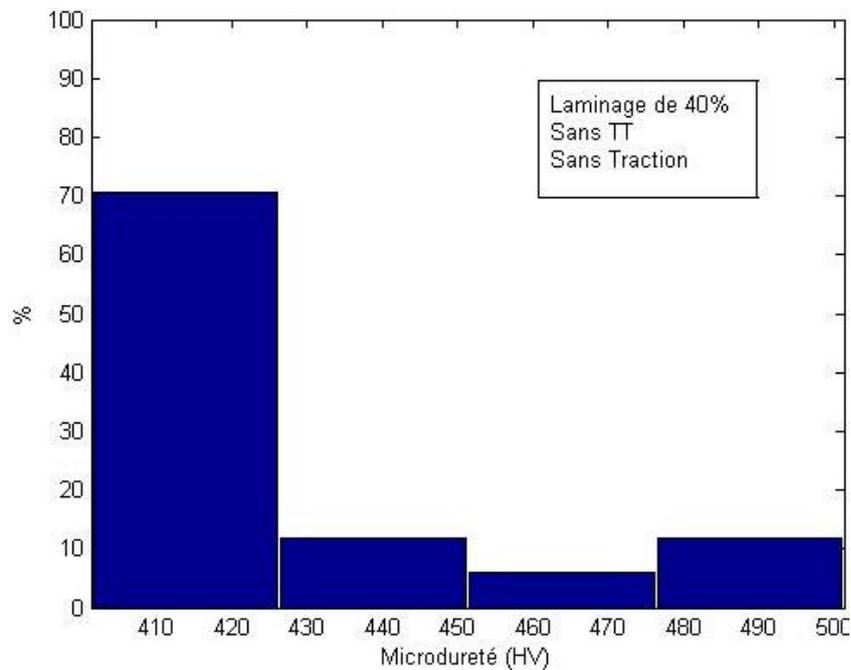


Figure III.6a : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 40%.

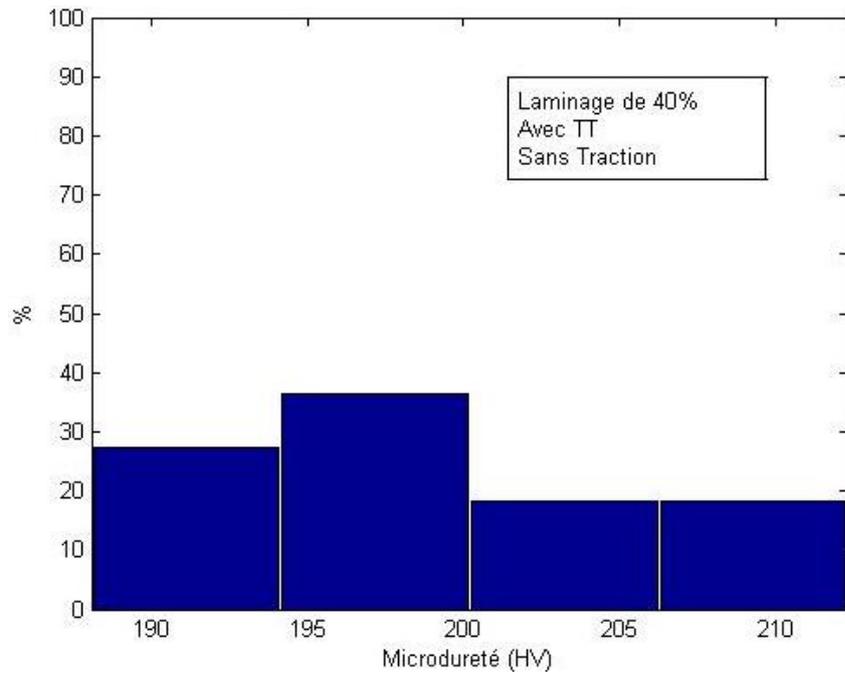


Figure III.6b : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 40% puis traité,

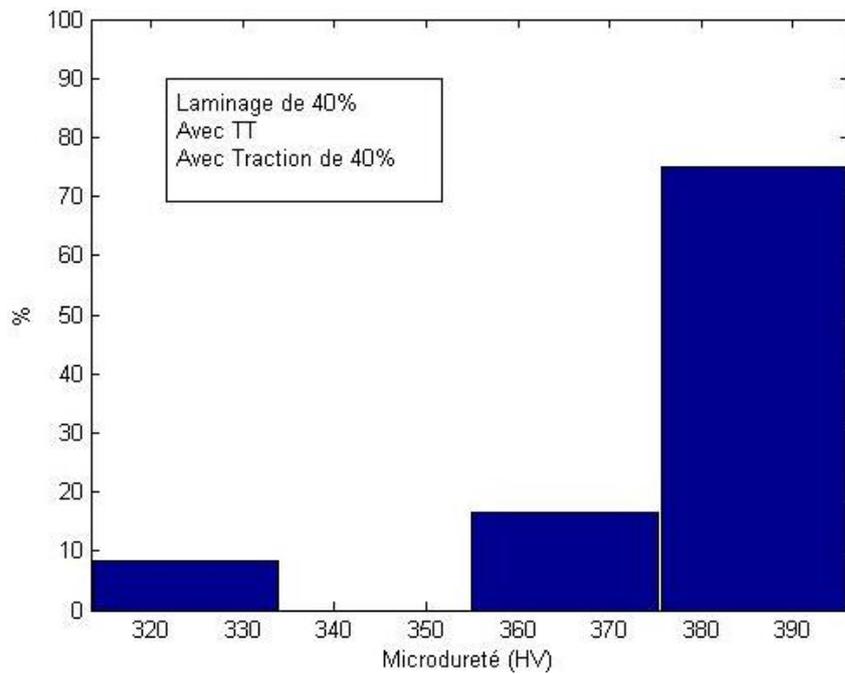


Figure III.6c : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 40% puis traité et déformé par traction à 40%.

La figure III.7 représente l'histogramme des valeurs de la microdureté de la microstructure : 7a – laminé à 60%, 7b – laminé à 60% puis traité.

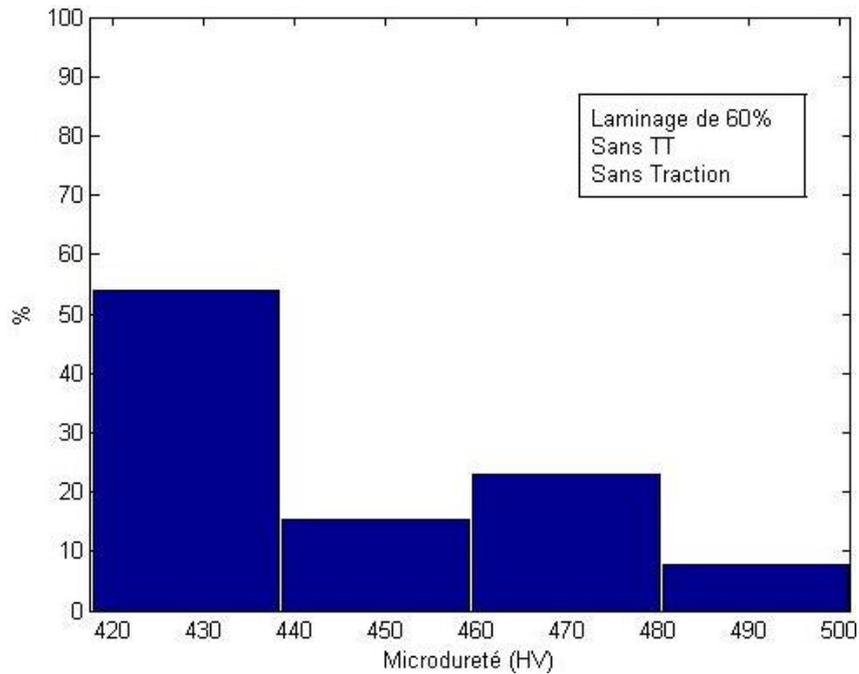


Figure III.7a : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 60%.

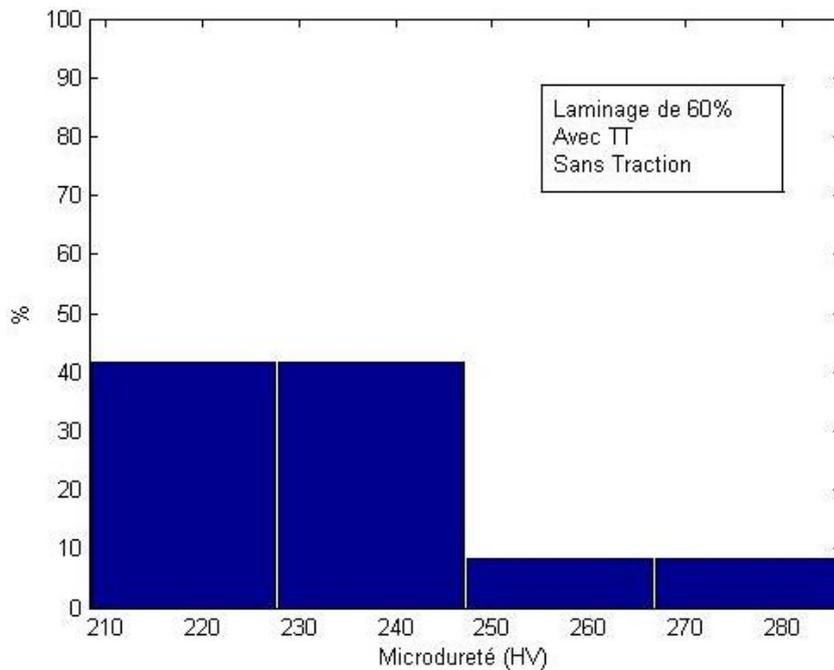


Figure III.7b : Histogramme de la microdureté d'échantillon laminé à 60% puis traité.

Les courbes de la figure III.8 montrent l'évolution de la moyenne arithmétique des valeurs de la microdureté des microstructures en fonction du taux de laminage.

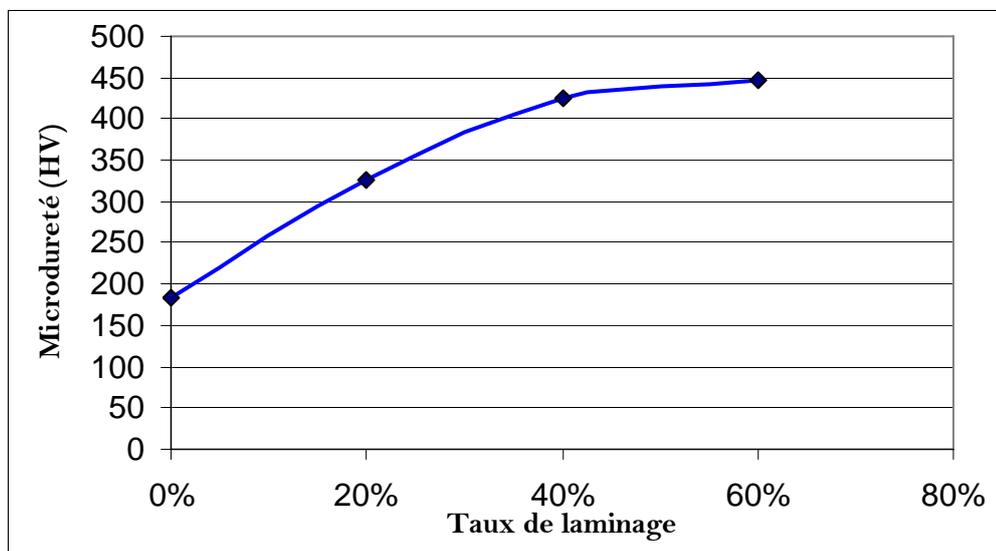


Figure III.8 : Microdureté de la microstructure des échantillons laminés.

Les courbes de la figure III.9 montrent l'évolution de la moyenne arithmétique des valeurs de la microdureté des microstructures traitées en fonction du taux de laminage.

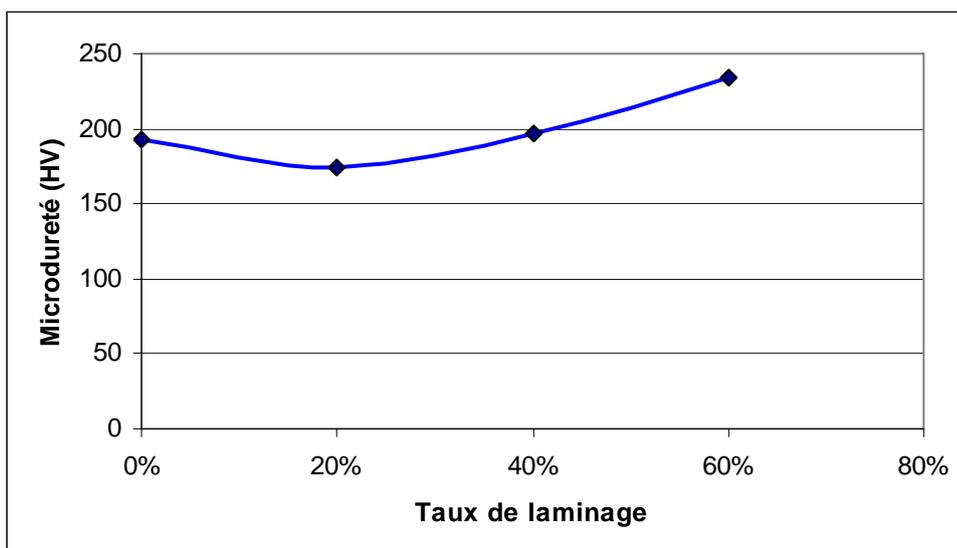


Figure III.9 : Microdureté de la microstructure des échantillons laminés et traités.

L'échantillon traité puis censé à être déformé par traction à 60% a rompu pour un allongement égal à 8,59mm qui correspondrait à un taux de déformation égale à 41,48%.

Les courbes de la figure III.10 montrent l'évolution de la moyenne arithmétique des valeurs de la micro dureté des microstructures traitées puis déformé par traction en fonction du taux de déformation.

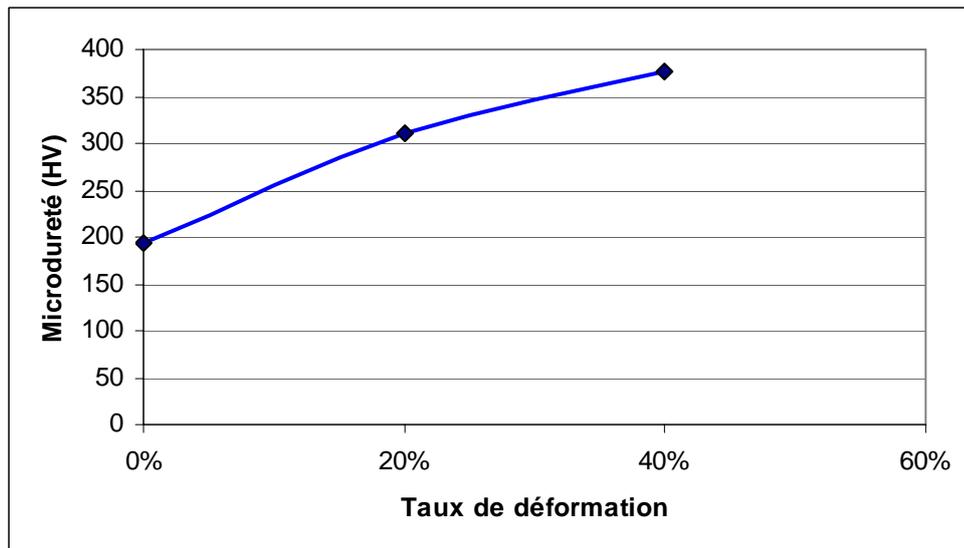


Figure III.10 : Micro dureté de la microstructure des échantillons traités puis déformés par traction.

III.2 Interprétation

Sur Les microstructures de la figure III.1 (les figures III.1a, III.1b, III.1c et III.1d), on observe que les grains d'austénite s'affinent au fur et à mesure que le taux d'écroutissage augmente et qu'elles prennent une certaine direction privilégiée. Cette direction qui correspond à la direction de laminage est très nette pour les taux de laminage égal à 40 et 60%.

L'évolution de la micro dureté de ces microstructures en fonction du taux de laminage (figure III.8) confirme la tendance d'affinement des grains d'austénite avec le taux de laminage. Par contre les histogrammes de ces microstructures (Figure III.4) montrent que l'orientation préférentielle se précise au fur et à mesure que le taux de laminage augmente. En effet le pourcentage des grains qui ont la même tranche de dureté passe de 30% ($\varepsilon = 0\%$) à 70% ($\varepsilon = 40\%$).

La comparaison de la figure III.1a et celle de III.2a montre que le traitement thermique choisi permet d'obtenir une structure austénitique à 100% à l'ambiante. La structure austénitique après traitement est plus homogène que celle à l'état brut, les histogrammes des figures III.4a et III.4b le confirme.

Les figures III.1b et III.2b montrent que la microstructure laminée à 20% reste la même après le traitement thermique, sauf qu'elle s'adoucit. Sa dureté passe de 325 à 173 HV (figures III.8 et III.9) par diminution et réarrangement des dislocations sans faire bouger les joints de grains.

La microstructure laminée à 40% traitée, diffère de celle d'avant traitement (figures III.1c et III.2c) par la disparition de l'orientation préférentielle, les histogrammes (figures III.6a et III.6b) le confirment. Les grains austénitiques sont plus clairs (moins écrouis). La dureté de la microstructure diminue de 426 à 197 HV (figures III.8 et III.9).

On peut faire la même constatation sur la microstructure laminée à 60% traitée (figure III.2d). Sa dureté devienne égale à 234 au lieu de 446 HV (figure III.8 et III.9).

La microstructure laminée à 20% traitée puis déformer par traction avec un taux de d'allongement de 20% reste identique à la microstructure laminée à 20% avec ou sans traitement au deux précédentes (figures III.1b, III 2b et III.3a). En d'autres termes les joints de grains restent immobiles, mais sa dureté augmente par rapport à la microstructure traitée. Elle passe de 173 à 310 HV (figures III.9 et III.10).

Les microstructures laminées à 40 et 60% respectivement, traitées puis déformées par traction à 40% reprennent leurs orientations préférentielles (figures III.3b et III.3c).

La dureté de la microstructure laminée à 40% traitée puis déformée à 40% augmente par rapport à celle traitée de 197 à 376 HV (figures III.9 et III.10). Apparemment, il n'y a pas de mouvement des joints de grains dans ces microstructures.

Les différentes valeurs moyennes de microdureté de toutes les microstructures étudiées sont rassemblées dans la figure III.11.

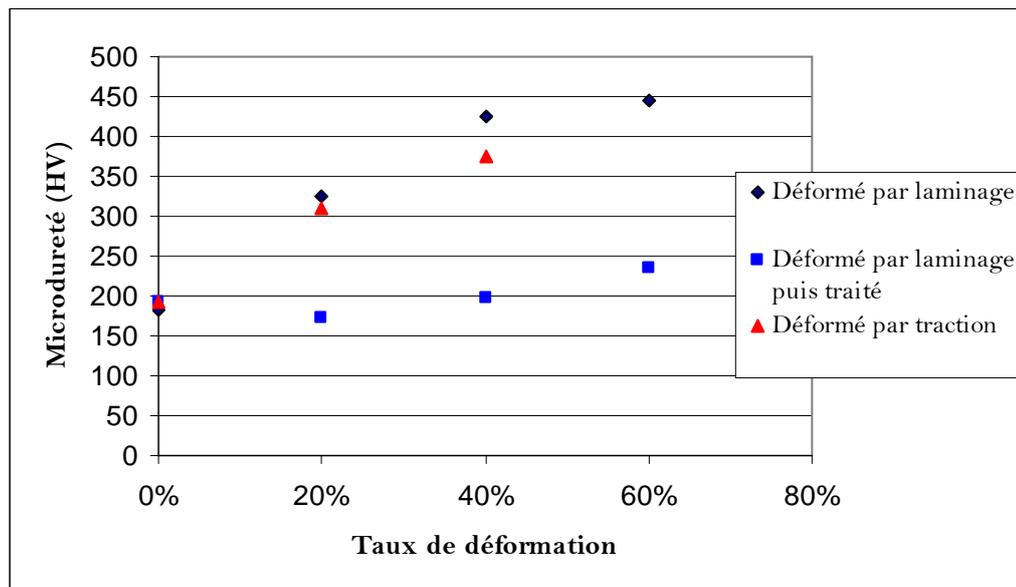


Figure III.11 : Evolution de la micro dureté des microstructures étudiées.

On constate que les lois de comportement mécanique sont respectées pour cet acier, à savoir :

- La dureté augmente avec l'écrouissage.
- Le traitement thermique d'austénitisation adoucit les microstructures.

L'écrouissage par laminage à froid est identique à celui de la déformation par traction.

Un technique de mesure de la taille moyenne des grains a été effectuée. Les résultats de ce calcul sont représentés sur la figure III.12.

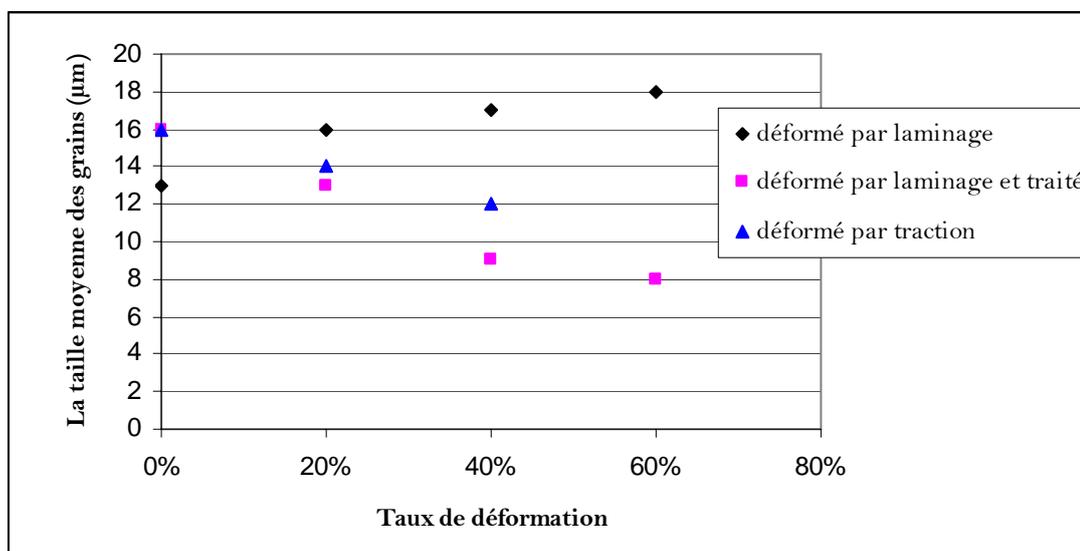


Figure III.12 : la taille moyen de grain en fonction de taux de déformation.

On remarque, que la taille moyenne des grains augmente avec la déformation dans le cas du laminage. Par contre, elle diminue avec la déformation pour les échantillons traités et déformés par traction. Le traitement thermique diminue aussi cette taille.

On constate aussi que pour une déformation donnée, la taille moyenne des grains diminue avec le traitement thermique et augmente légèrement avec la déformation.

A priori, ceci est correct, sauf que la diminution de la taille moyenne des grains avec le traitement thermique demande des investigations plus poussées pour confirmer et expliquer s'il y a eu vraiment un phénomène de recristallisation primaire dans nos échantillons pendant le traitement thermique.

La taille moyenne des grains à l'état brut est $13\mu\text{m}$ et après déformation par laminage, elle a augmenté jusqu'à $18\mu\text{m}$ pour un taux de déformation de 60%.

Pour un taux de déformation de 60%, la taille moyenne des grains passe de $18\mu\text{m}$ avant traitement à $8\mu\text{m}$ après traitement.

M.R. Berahmoun [14] trouve une courbe de variation de la micro dureté en fonction du taux de déformation par traction sur des échantillons de 301LN non traité (figure III.13) similaire à la nôtre (figure III.10).

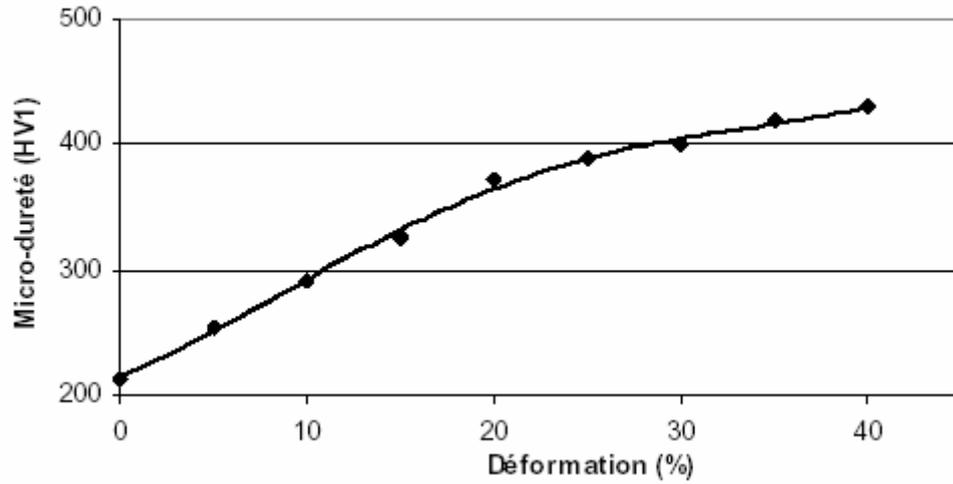
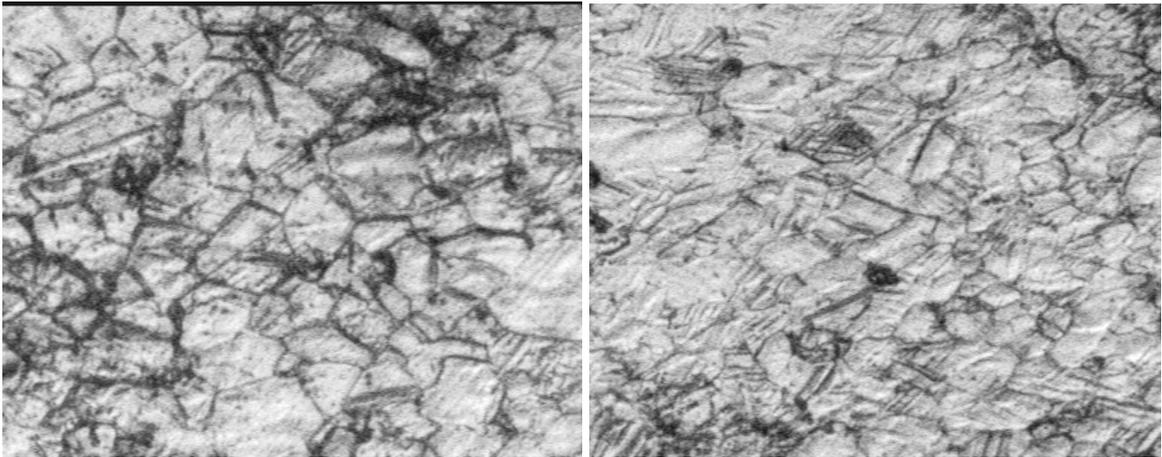


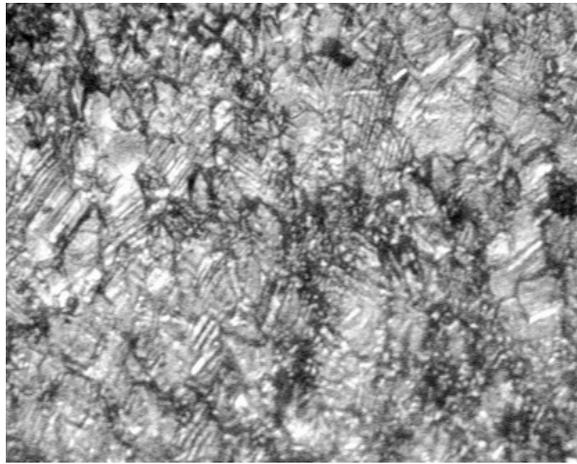
Figure III.13 : Evolution de la micro dureté en fonction de la déformation de l'acier 301LN [14].

La figure III.14, présente des photos prises dans d'autres plages des échantillons étudiées. Il nous semble qu'il y a apparition des lattes de martensite dans ces régions. Mais par comparaison à la photo de la figure III.15 [14], Ces lattes de martensite ont été mises en évidence qu'à partir d'un grossissement de l'échelle du micron. A fortiori pour notre grossissement (X650), elles ne peuvent être que des macles.



(a)

(b)



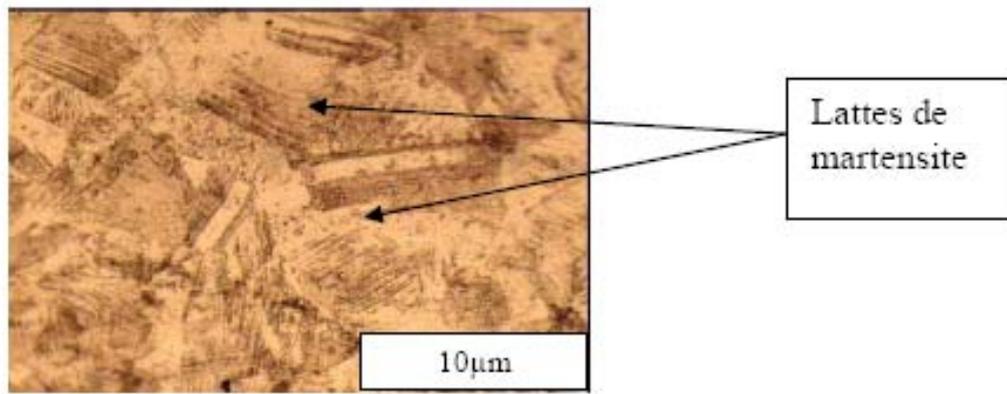
(c)

Figure III.14 : Mise en évidence des lattes dans l'acier 316L déformé par traction :

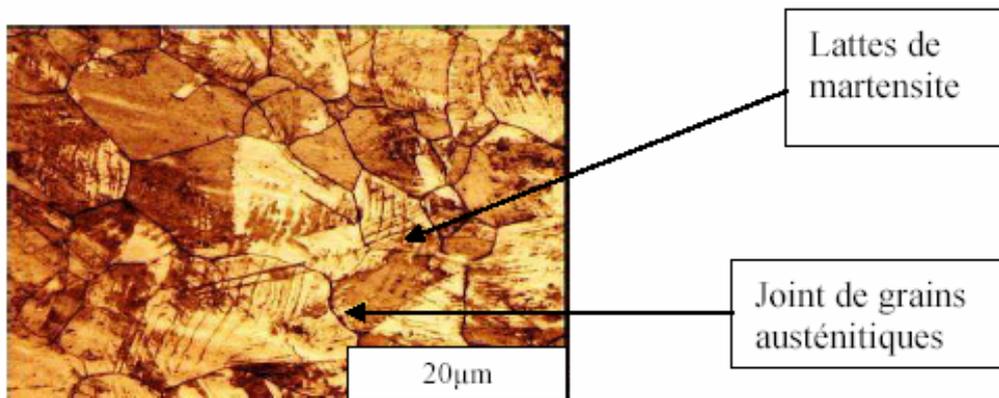
(a) : à 20%;

(b) : à 40%;

(c) : jusqu'à la rupture (rompu).



(a)



(b)

Figure III.15 : Mise en évidence des lattes de martensite dans l'acier 301LN déformé par traction :

(a) : à 20% (Attaque chimique);

(b) : à 10% (Attaque chimique suivie d'une attaque électrolytique) [14].

Conclusion générale

Conclusion générale

Le but de ce travail est d'étudier l'évolution de la microstructure traitée puis déformée par traction de l'acier inoxydable austénitique 316L.

On a choisi un traitement thermique de base qui permet d'avoir une structure 100% austénitique à la température ambiante. Malheureusement le matériau de départ était déjà déformé par laminage à froid. Les résultats obtenus sont largement dépendants de cette déformation.

Voici les principaux résultats obtenus

- Au delà d'un taux de réduction égale à 20%. La microstructure s'habille d'une texture.
- La dureté augmente avec l'écrouissage, elle atteint 200% de la valeur initiale (brut de laminage) pour un taux de réduction égal à 60%.
- Le traitement thermique adoucit les grains de l'austénite écrouis. La dureté des grains diminue de 200% par rapport à celle des grains déformés.
- Pour une déformation de traction supérieure à 20%, les grains de l'austénite s'allongent suivant la direction de traction.
- La déformation par traction impose le même écrouissage aux grains d'austénites que le laminage à froid.

Apparemment, il n'y a pas eu de mouvement des joints de grains pour ces microstructures étudiées.

Il est intéressant de continuer les investigations par des observations métallographiques à l'aide du microscope électronique à balayage. Pour détecter s'il y a eu formation des aiguilles de martensite ou précipitation des carbures ou encore des mouvements des joints de grains.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1]. J. SEDRIKS. Corrosion of Stainless Steels. John Wiley and sons, Inc. 1979.
- [2]. Guy. DAVID. Les aciers inoxydables. Techniques et documentations Lavoisier, Les éditions de physique, 1990.
- [3]. P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Critères de choix et structure. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. 2003.
- [4] J.DORLOT, J.BAÏLON, J.MASOUNAVE, « Des matériaux », Edition de l'Ecole Polytechnique de Montréal, 1986.
- [5]. La lettre de l'agence Rhône-Alpes pour la maîtrise des matériaux. Numéro 4- octobre/décembre 2002.
- [6] Biomaterial Science; Frederick J. Schoen, Jack E. Lemons; 1996.
- [7] Thèse DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES, "Couches multifonctionnelles par procédé multi technique" Thibaut HAURE, 2003.
- [8] P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER « Les aciers inoxydables », les éditions de physique, 1990.
- [9] K. BOUCHENAB, « Effet d'un écrouissage par traction sur la corrosion par piqûres d'aciers inoxydables en milieu chlorure », Master MGP électrochimie, INP Grenoble, septembre 2004.
- [10] J.RECH, "Contribution à la compréhension des modes d'actions tribologiques et thermiques des revêtements en usinage", thèse de doctorat, ENSAM, décembre 2002.
- [11] Elaboration de revêtement sur acier inoxydable simulation de la fusion par irradiation laser (caractérisation structurale, mécanique et tribologique); Ludovic. AVRIL, 2003.
- [12] F.Athmani, "Comportement électrochimique d'un dépôt PVD du titane sur l'acier inoxydable austénitique AISL 316L laminé à froid, en milieu physiologique simulé", thèse de magister, ENP, 2005.
- [13] L.Rouibah, "Etude électrochimique et morphologique de la piquation de l'acier inoxydable austénitique 316L", Mémoire de fin d'études, ENP, 2006.
- [14] Mohamed Reda BERRAHMOUNE, " Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN ", thèse de doctorat, ENSAM, décembre 2006.
- [15] Quentin AUZOUX, "Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques – Influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire", thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, janvier 2004.
- [16] Hervé SASSOULAS. Traitements thermiques des aciers inoxydables. Techniques de l'Ingénieur. M1155. Traité Des Matériaux. 2003.