

5/99

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE

المدرسة الوطنية المتقدمة للتقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

## PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie métallurgique

### THEME

EVOLUTIONS STRUCTURALES ASSOCIEES AU  
CHAUFFAGE D'UN REVETEMENT EN ACIER  
INOXYDABLE MARTENSITIQUE

**PROPOSE PAR.:**

Mr. K. NECIB

**ETUDIE PAR:**

Mr. REDA. SENOUSSAOUI

**DIRIGE PAR:**

Mr. M. LARIBI

Mr. N. MESRATI

**PROMOTION: JUIN 1999**

ENP. 10 AVENUE HASSEN BADI - EL HARRACH - ALGER

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE**

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE**

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

## **PROJET DE FIN D'ETUDES**

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie métallurgique

### **THEME**

**EVOLUTIONS STRUCTURALES ASSOCIEES AU  
CHAUFFAGE D'UN REVETEMENT EN ACIER  
INOXYDABLE MARTENSITIQUE**

**PROPOSE PAR.:**

Mr. K. NECIB

**ETUDIE PAR:**

Mr. REDA. SENOUSSAOUI

**DIRIGE PAR:**

Mr. M. LARIBI

Mr. N. MESRATI

**PROMOTION: JUIN 1999**

ENP. 10 AVENUE HASSEN BADI - EL HARRACH - ALGER

# dédicaces

*A mon très cher père "Abdelaziz"*

*A ma très chère mère "Khalida"*

*A Mes frères et sœurs surtout mon petit frère mohamed*

*A Toute la famille*

*Sid'ahmed, Latifa, Bouziène, Fatiha*

*A Tous mes amis*

*Lolfi, Réda, Rabah*

*Je dédie ce modeste travail*

*Réda Senoussaoui*



## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier vivement mon promoteur : Monsieur MERZAK. LARIBI qui m'a dirigé et orienté convenablement pour la réalisation de ce projet.

Je remercie beaucoup Monsieur le commandant KAMEL NECIB de l'EMP qui m'a accueilli dans son laboratoire et m'a suivi efficacement au cours de mes travaux.

Ma profonde reconnaissance va aussi à Monsieur le capitaine ABDELMALEK BRITAH de l'EMP qui m'a aidé et conseillé pendant les essais expérimentaux.

Mes remerciements et ma gratitude vont à Monsieur NADIR MESRATI pour ses interventions aux moments, importants, difficiles et délicats de ce projet.

Qu'il me soit aussi permis d'exprimer ainsi mes vifs remerciements et ma gratitude aux membres du jury qui m'honorent de juger ce modeste travail.

Je remercie également tous les enseignants qui ont contribué à ma formation.

Finalement, j'aimerais remercier ma famille, Père, Mère, Frères et sœurs qui m'ont encouragé pendant toute la durée de mes études.

## PROJET DE FIN D'ETUDES

### Intitulé de projet

Evolutions structurales associées au chauffage d'un revêtement  
en acier inoxydable martensitique

ملخص :

أسطوانات التصفيح بالساحن من الفولاذ قليل التحالف (25CD4) تخضع لإثارات حرارية دورية. تتدهور حالتها بالتعب الحراري. لحمايتها في السطح، يمكننا اللجوء إلى التغليف بفولاذ لا يتأكسد (Z10C13) يوضع بشعالة مبلسمة بقوس نصف نقلي. الهدف من هذه الدراسة هو تحديد سلوك هذا الغلاف أثناء التدوير الحراري. العمل ينقسم إلى عدة أجزاء. دراسة نظرية تشمل مبدأ أسلوب القذف الحراري، الفولاذ الغير قابل للأكسدة و ظاهرة التعب الحراري. دراسة تطبيقية تتألف من تجارب التمدد، الهدف منها هو تحديد معاملات التمدد الحراري، و تجارب الإصطدام الحراري تحتوي على طريقتين للتمييز : دراسة بيانية معدنية، تجارب القساوة، لتتبع التطورات البنيوية و كذلك الخصائص الميكانيكية أثناء التدوير.  
الكلمات المفتاحية : التغليف - القذف الحراري - فولاذ لا يتأكسد - Z10C13 - التعب الحراري - الإصطدام الحراري - جهاز التمدد.

### Abstract

the cylinders of rolling mill in warm in steel little alloyed (25CD4) experience by periodic thermic solicitations. they get deteriorate by thermics strain. To protect them on the surface, we have to resort at facing by stainless steel (Z10C13), settled by plasma torch with semi-transferred arc. The object of this study is the determination of behaviour of this last mentioned in current of thermics cycle action. The study is decomposed on many parts. The theoric study include the principale of thermic projection process, the stainless steels and thermic strain phenomenon. The pratical study consist in dilatometry tests on the aim to determinate the thermic dilatation coefficient's and the tests of thermics shocks include two ways of caracterisations : Metalographic's study, test of hardness to follow the structural evolutions and mechanical properties in current of cycle action.

### Key words

Facing -Thermic projection - Stainless steels - Z10C13 - Thermic strain - Thermics shocks - Dilatometry.

### Résumé

Les cylindres de laminoir à chaud en acier un peu allié (25CD4) subissent des sollicitations thermiques périodiques. Ils se dégradent par fatigue thermique. Pour les protéger en surface, on a recours au revêtement en acier inoxydable (Z10C13), déposé par torche plasma à arc semi-transféré. Le but de cette étude est de déterminer le comportement de celle ci au cours du cyclage thermique. Le travail a été décomposé en plusieurs parties. Une étude théorique comporte le principe du procédé de projection thermique, les aciers inoxydables et le phénomène de fatigue thermique. Une étude pratique, consistant en des essais de dilatométrie, dans le but de déterminer les coefficients de dilatation thermique et des essais de chocs thermiques comportent deux méthodes de caractérisations : étude métallographique, essais de dureté, pour suivre les évolutions structurales, ainsi que les propriétés mécaniques au cours du cyclage.

### Mots clés

Revêtement - projection thermique- Aciers inoxydables - Z10C13 - Fatigue thermique - Chocs thermiques Dilatomètre.

Dirigé par : M. LARIBI. N. MASRATI

Présenté par : Réda. SENOUSSAOUI

Promotion : JUIN 1999

# SOMMAIRE



Introduction générale ..... 1

## Chapitre I : Projection thermique

I.1 Introduction	3
I.2 Principe de la projection thermique	3
I.3 Equipement de projection thermique	4
I.3.1 Matériaux utilisés et leurs formes	4
I.3.2 Procédé de projection thermique	9
I.4 Caractéristique du dépôt	9
I.4.1 Influence de la distance de projection	10
I.4.2 Influence du débit de la poudre	10
I.4.3 Structure	10
I.4.4 Densité	11
I.4.5 Adhérence	12
I.4.6 Contraintes résiduelles	12
I.5 Contrôle des dépôts par projection thermique	13
I.6 Domaines d'emploi des dépôts obtenus par projection thermique	13
I.6.1 Projection thermique appliquée à des pièces neuves	13
I.6.2 Projection thermique appliquée à des pièces usées	14

## Chapitre II : les aciers inoxydables

II.1 Introduction	15
II.2 Définition	15
II.3 Influence des différents éléments d'alliage sur la structure	16
II.3.1 Action du chrome, Système Fe-C	16
II.3.2 Action de nickel	16
II.3.3 Action du carbone	16
II.3.4 Action des autres éléments d'alliage	19
II.4 Principales familles d'aciers inoxydables	19
II.4.1 Aciers austénitiques	19
II.4.2 Aciers ferritiques	20
II.4.3 Aciers martensitiques	20
II.4.4 Aciers austéno-ferritiques (duplex)	21
II.4.5 Aciers à durcissement structural	21
II.5 Aciers inoxydables martensitiques	21
II.5.1 différentes classes d'aciers inoxydables martensitiques	21
II.5.2 propriétés physiques	22
II.5.3 Traitements thermiques et propriétés mécaniques	23

## Chapitre III : Comportement en fatigue thermique

III.1 Introduction	27
III.2 Fatigue thermique	27



III.2.1 Fatigue à hautes températures	28
III.2.2 Chocs thermiques	28
III.3 Mécanisme de la fatigue thermique	28
III.4 Contraintes thermiques dues au cyclage	30
III.4.1 Contraintes dues à un mouvement empêché	31
III.4.2 Contraintes dues au gradient thermique	31
III.5 Facteurs de fatigue thermique	31
III.5.1 Nature du cyclage thermique	32
III.5.2 Facteurs thermiques	33
III.5.3 Facteurs géométriques	34
III.5.4 Etat de surface	34
III.5.5 Paramètres internes : caractéristiques du matériau	35
III.6 Transformations structurales au cours du cyclage	37
III.7 Amorçage	37
III.8 Propagation	38
III.9 Rupture et ténacité	38
III.10 Durée de vie	38

## Chapitre VI : Méthodes expérimentales

IV.1 Introduction	39
IV.2 Matériaux utilisés	40
IV.2.1 Le revêtement	41
IV.2.2 Le substrat	41
IV.3 Procédé de réalisation du revêtement	42
IV.4 Techniques de caractérisation	43
IV.4.1 Essais de dilatométrie	43
IV.4.2 Chocs thermiques	47

## Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1 Etude dilatométrique	51
V.1.1 Analyse dilatométrique du substrat 25CD4	51
V.1.2 Analyse dilatométrique du revêtement Z10C13	54
V.2 chocs thermiques	61
V.2.1 Etude métallographique	61
V.2.2 Dureté HV	64
Conclusion générale	75
Bibliographie	77

# Introduction générale

Dans beaucoup d'applications industrielles, les métaux et les alliages sont soumis à des sollicitations thermiques et d'une manière cyclique. Nous citons à titre d'exemple les générateurs de vapeur, les turbines à gaz, les moteurs, les lingotières et les cylindres de laminoirs.

Le cyclage thermique, provoque la génération de contraintes thermiques internes qui seront responsables à la dégradation des pièces et de la réduction de leur durée de vie.

Les matériaux interagissent avec leur environnement au niveau de leur surface externe et sont chimiquement corrodés ou mécaniquement abrasés ou thermiquement fatigué. La mise en place de couches protectrices possèdent des propriétés spécifiques telles que la résistance à l'usure, au frottement, à la corrosion et à hautes températures peut donc en consommant de faibles quantités d'une matière éventuellement chère, modifier profondément ces interactions avec l'extérieur et allonger considérablement la durée de vie de matériaux plus ordinaires et, donc, moins coûteux.

Le but de cette étude est de déterminer le comportement d'un revêtement métallique déposé sur des cylindres de laminoirs à chaud.

En effet, les cylindres de laminoirs subissent des chocs thermiques, ils sont d'une part refroidis par circulations interne d'eau à 20°C et par l'air ambiant, et d'autres part réchauffés extérieurement jusqu'à 500°C par le métal laminé à chaud.

Ils se dégradent par fatigue thermique qui se traduit de façon visible par des fissurations. Pour les protéger, on peut avoir recours à des traitements de surface, par exemple le dépôt d'un revêtement en acier au chrome ou aux superalliages (base nickel ou cobalt) élaboré par des moyens appropriés.

L'étude, consiste à suivre l'évolution de la microstructure, ainsi que les propriétés mécaniques au cours de cyclages thermiques, afin de constater une éventuelle évolution, et mettre en évidence l'influence de différents paramètres de cyclage.

## **Introduction générale**

---

Ce mémoire sera présenté sous forme de cinq chapitres :

- Chapitre I : dans lequel, on passera en revue le principe de la projection thermique, les équipements qu'elle utilise, ainsi que ses applications.
- Chapitre II : il résume l'étude bibliographique des aciers inoxydables, en particulier les aciers inoxydables martensitiques avec leurs propriétés mécaniques et physiques, ainsi que leurs différents traitements thermiques.
- Chapitre III : dans lequel, nous décrivons le phénomène de fatigue thermique.
- Chapitre IV : chapitre, où sont présentées les différentes techniques expérimentales utilisées dans le cadre de cette étude.
- Chapitre V : chapitre consacré aux résultats obtenus et à la discussion, ainsi qu'aux interprétations.

Finalement, on termine notre mémoire par une conclusion générale comportant des suggestions.

**Chapitre I :**

**Projection thermique**

# Chapitre I

## Projection thermique

### I.1 Introduction

Selon sa classe, chaque type de matériau possède des propriétés et des caractéristiques qui lui sont propres : ténacité, ductilité, légèreté, rigidité, résistivité, ... etc. Un regroupement de deux ou plusieurs classes de matériaux souvent sous forme de couches, donne naissance à ce qu'on appelle «multimatériau».

La mise au point de traitement de surfaces que l'on applique à une pièce métallique, soit pour en modifier les propriétés superficielles, soit pour la recouvrir d'une couche protectrice a permis d'élargir le domaine d'utilisation des pièces mécaniques. Ces techniques de traitement de surface peuvent être divisées en deux groupes : sans apport de matière et avec apport de matière [1].

La projection thermique, consiste à déposer des couches allant de quelques microns à plusieurs millimètres. La diversité des matériaux de revêtement (métaux, céramiques), permet d'utiliser cette technique pour lutter contre toute forme de dégradation (corrosion, usure, fatigue, chaleur, etc...) [2].

Devant une large palette de traitement de surface par dépôts projetés, l'utilisateur est confronté à divers problèmes :

- le choix du type de revêtement : composition et fonction à accomplir
- le choix du procédé permettant le traitement

Le choix du type de revêtement se fait en fonction du type de sollicitations mécaniques (statique, dynamique, température,...) et en fonction de l'environnement et des impératifs techniques (agressivité du milieu, maintenance,...).

Le choix du procédé se fait en tenant compte d'une conjonction technico-économique

### I.2 Principe de la projection thermique

Les projections thermiques sont des procédés particuliers de dépôt où le matériau d'apport solide sous forme de poudre ou de fil est porté à l'état liquide ou pâteux au moyen d'une source de chaleur appropriée (flamme ou arc). Il est ensuite pulvérisé sous forme de gouttelettes au moyen d'un courant gazeux. Ce dernier peut être constitué soit par un gaz auxiliaire qui est généralement de l'air, parfois de l'argon ou de l'azote mélangé au gaz provenant de la combustion (flamme oxy-gaz) ou de l'ionisation des gaz de ceux-ci (plasma d'arc).

Les particules qui proviennent de la pulvérisation sont véhiculées à grande vitesse, environ 100 à 200 m/s pour les pistolets à gaz et de l'ordre de la vitesse du son pour les pistolets plasma. Après pulvérisation, les particules vont s'écraser sur le substrat placé à une distance appropriée [2].

Les principales caractéristiques de ces techniques sont les suivantes [3] :

- le processus est dit "froid", c'est à dire que le substrat est chauffé à des températures très inférieures à celles atteintes par les particules projetées. Les particules subissent des transformations physiques, elles sont fondues puis refroidies avec des vitesses de refroidissement élevées. Le revêtement est construit particule par particule et a une structure lamellaire.
- les propriétés de revêtement dépendent des matériaux de départ, des microstructures obtenues, des contraintes résiduelles produites lors de la projection, de la porosité et de l'adhérence du dépôt.

Cependant, le système revêtement /substrat est un matériau composite dont les propriétés dépendent aussi de la structure et des propriétés des interfaces présentes [3].

### **I.3 Equipement de projection thermique**

Pour pouvoir projeter un matériau sous une forme donnée (fils, poudre ou baguette) sur un substrat, il faut que l'appareil utilisé soit capable de le projeter sous sa forme physique [4]. Les appareils de projection thermique peuvent être divisés en deux catégories suivant la source d'énergie utilisée : flamme ou arc électrique.

#### **I.3.1 Matériaux utilisés et leurs formes**

Le choix des matériaux à appliquer sur les pièces à revêtir est primordial. Il est fonction des sollicitations auxquelles sont soumises ces pièces. Les matériaux utilisés sont nombreux, et leur nombre ne cesse d'augmenter avec le développement des appareils de projection et des applications [5].

Ces matériaux peuvent se présenter sous forme de [6] :

- fils nus massifs : réservés aux matériels flamme et arc, réservés aux métaux purs et aciers, définis par leur diamètre et composition.
- fils fourrés : peu employés, réservés aux matériaux auto-adhérents, définis par leur diamètre et composition.
- poudres : elles sont définies par la composition, dimension des particules et leur répartition granulométrique, forme des particules, type d'élaboration, coulabilité et densité. Les poudres sont employées pour les techniques flamme et plasma.
- cordons : permettent de conditionner des matériaux non tréfilables et d'obtenir un produit continu qui peut alimenter des pistolets à fils. Ils sont composés du matériau à projeter et d'un liant organique. Ils sont définis par leur composition et diamètre.
- baguettes : permettent de conditionner des matériaux non tréfilables pour alimenter des pistolets à fils de façon discontinue.

#### **I.3.2 Procédés de projection thermique**

##### **I.3.2.1 Projection thermique à la flamme**

La technique de réalisation des revêtements par projection thermique fut l'idée en

1909 d'un ingénieur suisse de Zurich, le docteur Shoop. En examinant les traces laissées sur un mur par des balles de plomb, il remarqua une fusion locale du plomb lors de l'impact. D'où l'idée de projeter des métaux à l'état liquide. C'est une projection qui utilise comme combustible, l'énergie thermique provenant de la combustion de gaz [2,5].

Les matériaux qui ne subliment pas et qui fondent à des températures de 2800°C, peuvent être projetés à la flamme, les matériaux utilisés (métaux, alliages métalliques et des céramiques) se présentent sous forme de fils, de cordons, de poudres ou de baguette selon l'appareil utilisé.

Pour le fonctionnement des appareils de projection à la flamme, trois types de fluides [5] sont utilisés, à savoir :

- un gaz combustible (acétylène, propane, hydrogène ou gaz naturel)
- un comburant (oxygène)
- de l'air comprimé qui peut être remplacé dans certains cas par un gaz neutre (argon ou azote)

Le troisième fluide (air comprimé) n'est utilisé que dans certains équipements de projection.

### **I.3.2.1.1 Matériels flamme-poudre**

Lors de l'utilisation des poudres comme matériaux de projection, différents appareils peuvent être utilisés.

#### **I.3.2.1.1.1 Torche à gaz**

Cet appareil est un chalumeau oxy-gaz utilisant comme combustible de l'acétylène. L'appareil est équipé d'un petit récipient contenant la poudre à projeter. Cette dernière tombe par gravité et est amenée jusque dans la flamme.

L'air comprimé n'est pas utilisé dans cet appareil, de ce fait la poudre traverse la flamme et est projetée à faible vitesse sur le support à recharger [7]. La poudre arrive ainsi sur le substrat chaud mais non fondu et une liaison de type brasure est assurée entre le métal d'apport et le métal de base.

Pour arriver à ces résultats, les matériaux d'apport sont uniquement des alliages dits auto-fusibles à base de nickel, cobalt et élément d'addition tels que chrome, tungstène, silicium, ... etc.

Il est également possible d'introduire des carbures de tungstène pour répondre à des applications exigeant un matériau résistant à l'usure [6].

#### **I.3.2.1.1.2 Pistolets à poudre**

Ce type d'appareil (figure I.1), utilise comme combustible l'acétylène ou le propane. Certains modèles utilisent en plus de l'air comprimé.

La poudre est stockée dans un réservoir et introduite dans la flamme par pulvérisation après mise en solution dans un distributeur et dispersée dans un courant gazeux d'entraînement [5].

Les pistolets à poudre commercialisés sont légers et compacts.

- Dépôts obtenus [7] :
- adhérence moyenne
  - porosité élevée
  - faible cohésion des particules.

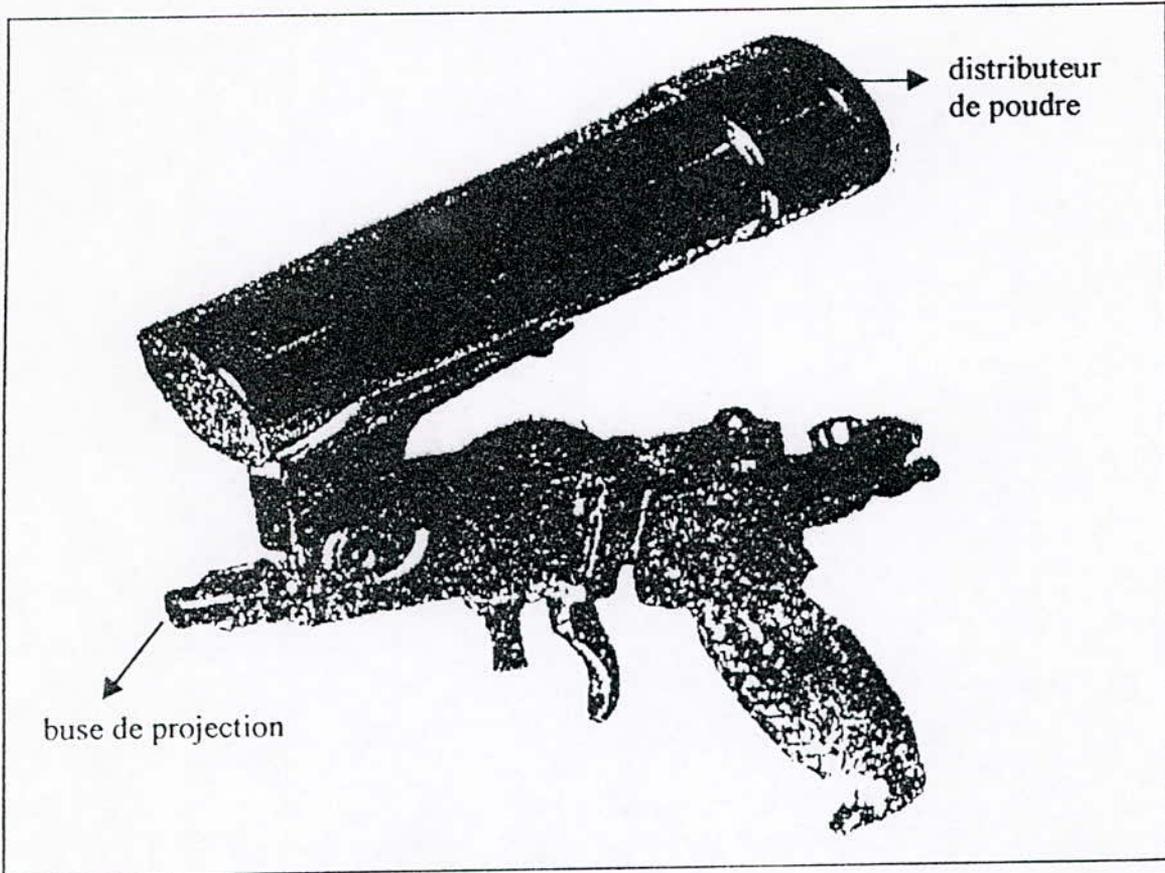


Figure I.1 : Pistolet à poudre [4].

**I.3.2.1.1.3 Pistolets à détonation**

La poudre est introduite dans une chambre spéciale avec les gaz (oxygène, acétylène) et le mélange explose au moyen d'une étincelle. L'onde de choc produite accélère, chauffe et fait fondre les particules qui sont projetées à l'extérieur du tube à très grandes vitesses (jusqu'à 800 m/s) (figure I.2).

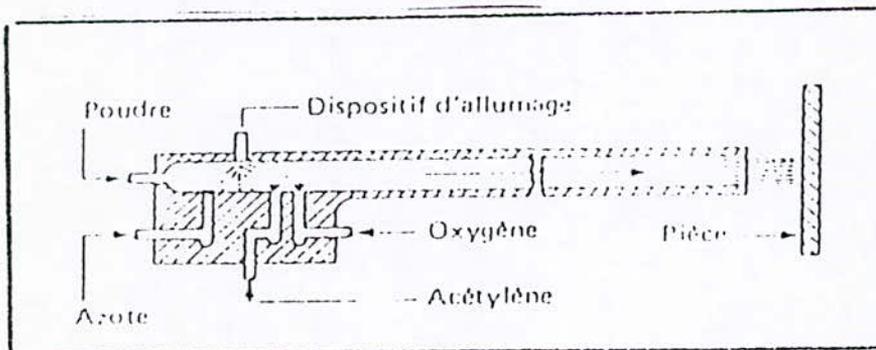


Figure I.2 : Pistolet à détonation [5].

Les tirs sont effectués automatiquement, de façon discontinue.

Les revêtements produits sont très homogènes et ont de faibles porosités, durs et très adhérents.

Leur forte adhérence est due à la grande énergie des particules [3].

### I.3.2.1.2 Matériels flamme-fils, cordons ou baguettes

Contrairement au pistolet à poudre, dans le pistolet à fils (figure I.3), le mélange des fluides comburant / combustible sert uniquement à faire fondre les matériaux à projeter.

Ce pistolet se compose de deux parties : une partie chalumeau et une partie entraînement [7].

- Partie gaz : constituée d'un mélangeur, d'une buse à gaz annulaire et d'une buse à air. Le matériau à projeter passe à travers ces trois pièces.

Après avoir été fondue par les flammes sortant des trous de la buse à gaz, le matériau est pris en charge par l'air comprimé qui le propulse sur le substrat en le dispersant en fines particules

- Partie entraînement du fil : le matériau est entraîné dans le chalumeau par deux molettes exerçant une pression suffisante pour le pousser. Ces molettes sont mises en rotation par un ensemble mécanique simple entraîné par des turbines, des moteurs à air ou électriques [5].

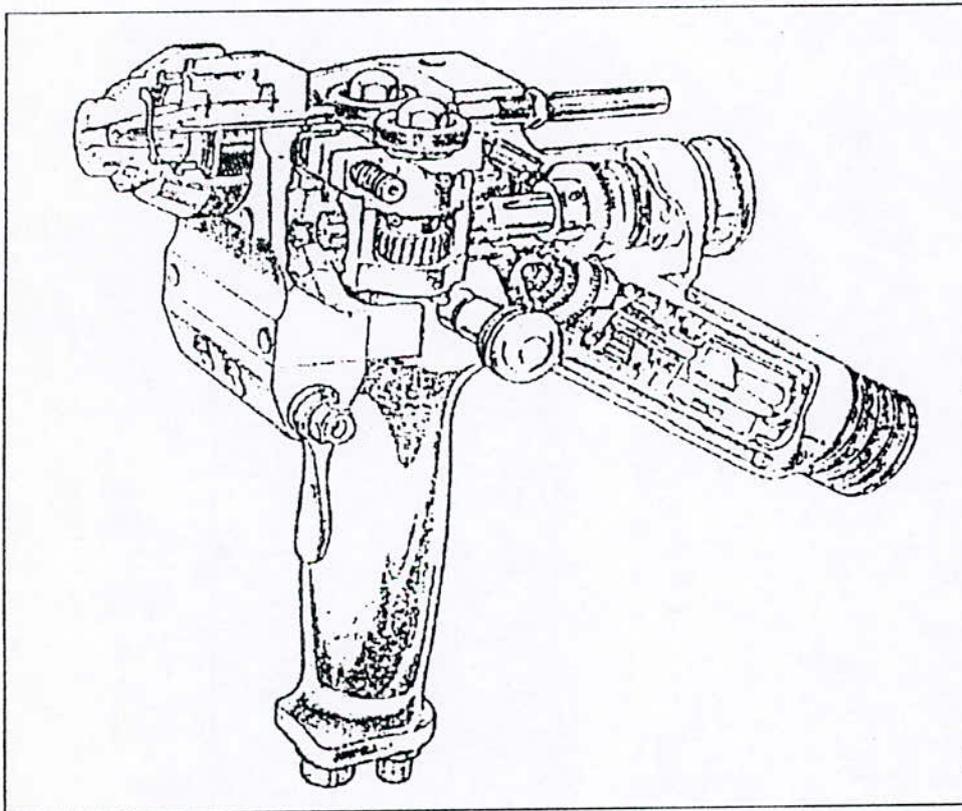


Figure I.3 : Pistolet à fils [4].

### I.3.2.2 Projection thermique à l'arc électrique

Dans le cas des appareils utilisant l'arc comme source d'énergie, on peut citer les torches à plasma comme matériel poudre, et les pistolets à arc entre fils comme matériel fils. C'est une source d'énergie qui permet l'augmentation de la projection thermique.

### I.3.2.2.1 Torches à plasma

Le plasma est constitué par des particules gazeuses ionisées à haute température. Le pistolet à plasma est un appareil dans lequel on injecte un gaz inerte ou un mélange semi-inerte dans un espace annulaire (B) situé entre une cathode (C) en métal réfractaire et une anode (D) généralement en cuivre (figure I.4).

Entre ces deux électrodes refroidies énergiquement, on fait jaillir un arc électrique provoquant l'ionisation du gaz [8].

Les gaz plasmagènes utilisés sont [3] :

- l'argon qui est l'un des gaz les plus utilisés, pur ou en mélange. Inerte chimiquement, il concourt à protéger les poudres et le substrat contre l'oxydation due à l'air ambiant.
- l'hydrogène dont l'emploi en mélange se traduit par une augmentation de la tension de l'arc par suite conduit à une énergie plus élevée de la colonne de plasma.
- l'hélium qui donne des températures de plasma très élevées, mais avec une enthalpie moindre, d'où une énergie plus faible.

Pour effectuer la projection, le matériau sous forme de poudre est injecté dans la colonne plasma où il atteint une vitesse importante afin d'y être fondu. La projection est généralement réalisée à l'air mais peut être faite, soit en basse pression, soit en atmosphère et température contrôlée.

Bien que la température du plasma soit très élevée (supérieure à 8000°K) mais comme les gaz sont éjectés très rapidement, il est possible que les particules y passent un temps trop court pour être totalement fondues. Il faut donc introduire les poudres réfractaires aussi loin de la buse que possible, sans pour autant perturber l'arc [3].

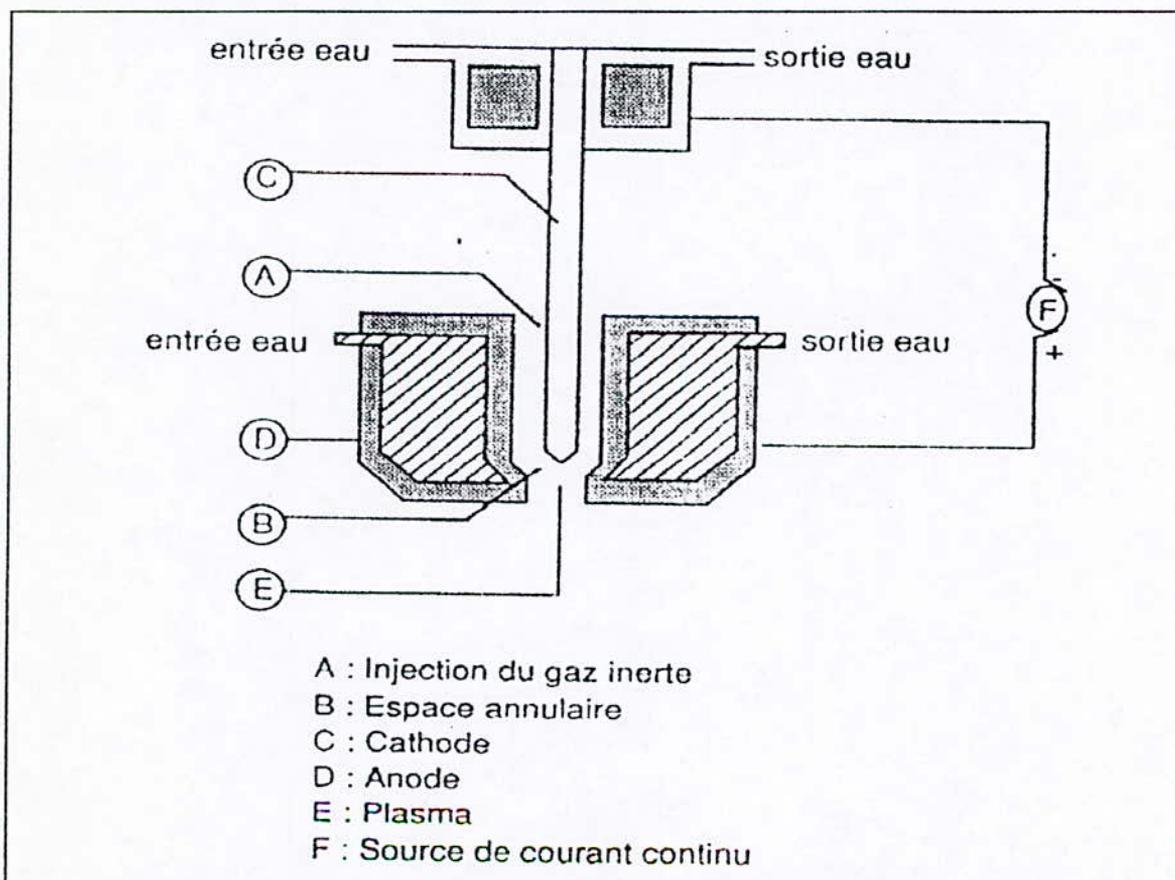


Figure I.4 : Schéma de principe de l'arc plasma [8].

Ces pistolets plasma permettent de projeter pratiquement tous les matériaux, même ceux qui sont très réfractaires ou très oxydables.

Seuls les matériaux qui ont une température de fusion trop proche de la température d'ébullition sont difficiles à projeter, ainsi que ceux qui se décomposent à haute température.

L'adhérence est principalement mécanique et est plutôt bonne si le substrat a été sablé auparavant.

#### **I.3.2.2 Pistolets à arc entre deux fils**

Le principe consiste à faire jaillir entre deux fils un arc électrique, le métal fondu dans l'arc étant en suite projeté sur le substrat par un jet d'air comprimé (figure I.5) [7].

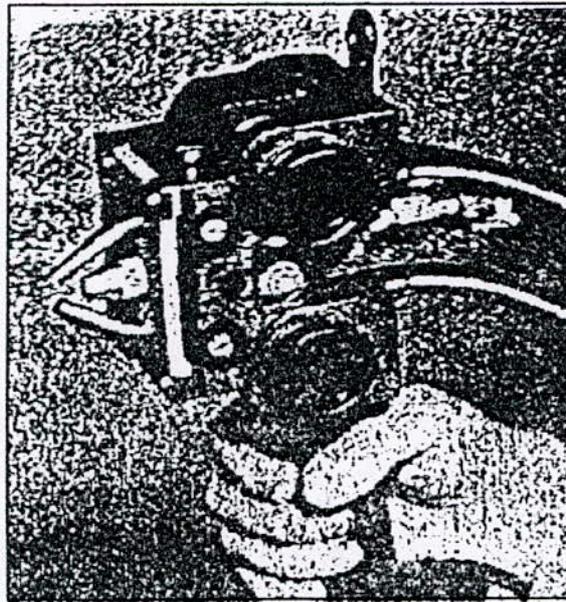


Figure I.5 : Pistolet à arc entre deux fils [7].

### **I.4 Caractéristiques du dépôt**

#### **I.4.1 Influence de la distance de projection**

Si la projection thermique est faite dans l'air, les particules commencent à refroidir et à ralentir du fait de leurs collisions avec des molécules d'air à la sortie de la flamme, ce qui rend la distance de projection thermique un paramètre important à considérer.

Si la distance de projection est très courte, les particules ne vont pas être fondues complètement et en plus, le substrat peut être surchauffé par suite des contacts avec les gaz trop chauds, ce qui peut provoquer des contraintes thermiques dans le revêtement dont le résultat est le décollement de celui-ci.

Par contre, si la distance de projection est trop grande, la particule se solidifie avant l'impact et rebondit hors de cible, ce qui nuit à la qualité du dépôt.

La distance de projection a une influence sur la rugosité et la dureté du dépôt [8].

### I.4.2 Influence du débit de la poudre

Lorsque le débit des poudres injectées dans la flamme est diminué, les poudres passent trop lentement dans la flamme, ce qui entraîne une augmentation du pourcentage d'oxydes dans le revêtement, d'autre part, l'épaisseur du dépôt croît avec le débit de poudre. Les particules injectées sous fort débit ne sont que partiellement fondues, il en résulte un manque d'adhérence sur le substrat.

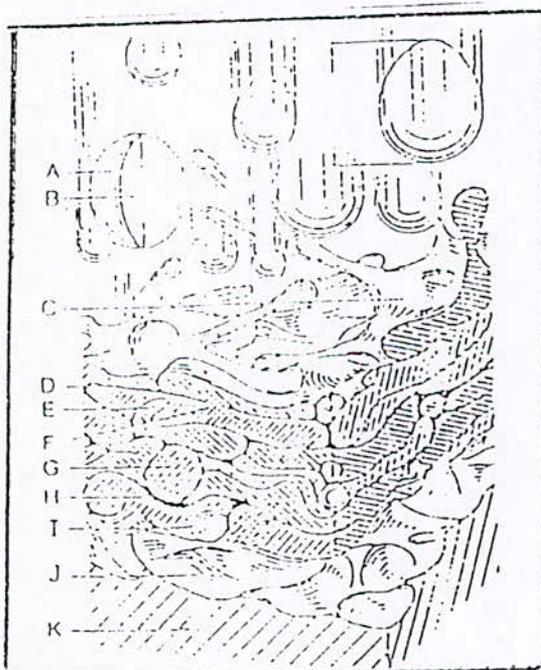
L'augmentation du débit de la poudre entraîne aussi la diminution de contrainte de rupture qui s'explique par la décroissance de la teneur en oxyde [8].

### I.4.3 Structure

En s'écrasant sur le substrat, les particules projetées forment une juxtaposition de couches qui donnent l'allure générale d'un dépôt obtenue par projection thermique.

Lors d'une vue au microscope parallèlement au support, la structure du métal après projection apparaît sous forme de gouttelettes rondes, soudées les unes aux autres, pouvant laisser entre elles quelques vides. Lors d'une vue perpendiculaire au support, on trouve au contraire des stratifications (figure I.6).

Suivant la technique de projection employée, les revêtements peuvent changer de structure et de composition. Il est assez fréquent de voir le taux de carbone diminué, et pour certains métaux purs comme le tungstène, de constater une augmentation du taux d'oxygène.



- A coupe de la couche d'oxyde d'une gouttelette métallique
- B intérieur d'une gouttelette métallique
- C impact de la gouttelette métallique, éclatement partiel.
- D éclatement de la couche d'oxyde lors de l'impact entre deux particules superposées.
- E accrochage des particules entre elles.
- F soudage partiel des particules, juste avant l'impact.
- G particules métalliques non fondues avant l'impact.
- H microcavité due à un remplissage partiel (porosité).
- I micropore dû à des gaz enfermés (porosité).
- J surface du matériau de base rugosifiée.
- K matériau de base.

Figure I.6 : Coupe d'une couche projetée thermiquement [5].

### I.4.4 Densité

Les revêtements réalisés à chaud dans l'air et non traités à posteriori sont généralement poreux.

Lors de la projection à chaud dans l'air, les particules du dépôt peuvent laisser entre elles quelques vides.

La densité du dépôt est fonction de la porosité, elle peut être influencée par la dimension des particules et leur vitesse [9].

Pratiquement, toutes les particules ont la même direction moyenne lors de leur impact sur le substrat et l'on a donc un effet d'ombre entraînant des porosités (figure I.7.a). Les particules liquides peuvent cependant compenser en partie les irrégularités de la surface mais pas complètement (figure I.7.b). Les creux à la surface du substrat où des lamelles peuvent inclure de l'air ou du gaz (figure I.7.c). Les particules peuvent s'éclater lors de l'écrasement (figure I.7.d) [10]. En plus, la présence de phases volatiles augmente considérablement la porosité qui peut diminuer l'adhérence du revêtement. Cependant, un tel dépôt peut être indésirable dans le cas d'une protection anticorrosion, par contre peut être bénéfique pour une auto lubrification et résistant au grippage, aux applications des revêtements céramiques, lesquels sont utilisés pour isoler les parties métalliques exposées à des très fortes températures dans les turbines à gaz et différents types de moteurs [3].

La porosité, augmente le pouvoir isolant des céramiques, sachant que les pores ne fragilisent pas les matériaux mais au contraire peuvent les renforcer en interrompant la propagation des fissures qui se forment inévitablement lorsque des forces agissent sur le matériau [9].

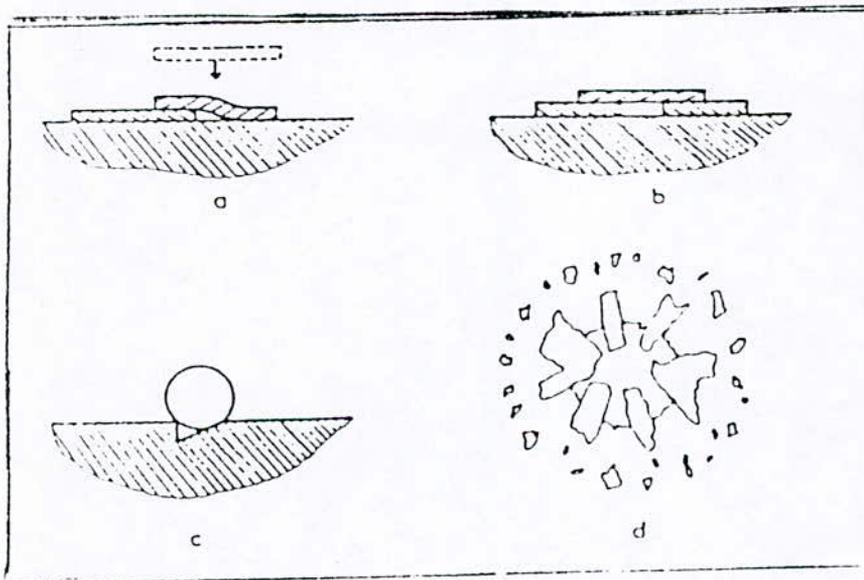


Figure I.7 : Présentation des différents cas d'apparition de la porosité [10].

#### I.4.5 Adhérence

Les dépôts projetés thermiquement, adhèrent au substrat par un phénomène mécanique et métallurgique. Les particules en fusion épousent plus ou moins bien les rugosités du substrat. Le problème de l'adhérence des dépôts projetés thermiquement est l'un des points essentiels à résoudre pour obtenir des résultats fiables dans des conditions d'utilisation sévères. Celui-ci est très complexe car il fait intervenir de nombreux paramètres allant de la préparation initiale des surfaces à la maîtrise de la physico-chimie des matériaux à assembler,

sans naturellement oublier les conditions de projection et même les post-traitements thermiques.

L'ensemble de ces problèmes est de plus renforcé par les difficultés rencontrées pour la caractérisation de cette adhérence. Pratiquement, on retiendra les conclusions de Zaat [11] :

- au moment de l'impact, la particule doit être liquide et sa vitesse doit être la plus élevée possible.
- le substrat doit être très propre et le dépôt doit être effectué au plus tard dans les 20mn qui suivent le sablage [12].
- la surface doit être rugueuse afin de faciliter l'adhésion mécanique, d'augmenter la surface de contact et l'énergie de surface par déformation plastique.
- l'adhérence se trouve diminuée si les particules s'évaporent.
- les contraintes résiduelles entre le dépôt et le substrat peuvent entraîner le décollement du dépôt au refroidissement.

#### **I.4.6 Contraintes résiduelles**

Elles dépendent des paramètres relatifs à l'élaboration des multimatériaux par les procédés basés sur la projection à haute température (qui s'avèrent les plus utilisés dans l'industrie) telle que, la température du substrat et des particules projetées et les micro-contraintes générées par la projection qui sont dues à la contraction de chaque particule pendant le refroidissement. Elles dépendent du coefficient de dilatation thermique ainsi que de la constante élastique des particules [28].

Ces contraintes s'expriment par la relation suivante :

$$\sigma = \alpha(T_m - T_c)E \quad (I.1)$$

avec :

$\alpha$  : coefficient de dilatation thermique du matériau projeté

$T_m$  : température de fusion de la particule

$T_c$  : température initiale du substrat sur lequel les particules s'écrasent

$E$  : module d'élasticité de la projection

A l'aide de cette formule, on peut établir également l'effet de la température initiale du substrat lors de l'élaboration du multimatériau sur le comportement de ce dernier vis à vis la fatigue thermique.

Les contraintes résiduelles, peuvent être la cause d'un écaillage du revêtement et d'une mauvaise adhérence. Pour remédier à ce phénomène, il faut réduire les gradients de température par préchauffage avant la projection.

#### **I-5 Contrôle des dépôts par projection thermique**

La projection thermique s'applique de plus en plus à des pièces mécaniques de précision ou il faut assurer une qualité équivalente à celles des pièces homogènes.

Les différents contrôles des dépôts sont fonction de : l'épaisseur, l'adhérence, la porosité, la dureté, la densité, l'homogénéité. S'ils sont aisés à réaliser en contrôle destructif, ils le sont moins en contrôles non destructifs.

## I.6 Domaines d'emploi des dépôts obtenus par Projection thermique

La projection thermique permet de réaliser des revêtements sur des supports de nature diverse. Le choix de matériaux à appliquer sur les pièces à revêtir est primordial ; il est fonction de type et de l'importance des sollicitations auxquelles sont soumises les pièces à traiter. Autrement, il est en fonction de leurs qualités, vis-à-vis d'agressions physiques et chimiques.

### I.6.1 Projection thermique appliquée à des pièces neuves

#### I.6.1.1 Projection anticorrosion

Le revêtement doit être moins noble(ou plus anodique) que le support, pour que le revêtement se sacrifie pour protéger le support [5].

Considérons le tableau I.1 classant les métaux les plus utilisés d'après leur potentiel par rapport à l'hydrogène : lorsque deux de ces métaux se trouvent en présence avec un électrolyte, tout métal protège ceux qui sont placés après lui, en se détruisant lui-même.

ANODE	Magnésium - Aluminium - Titane- Tantale- chrome -Zinc -Fer- Cadmium-	
Chacun de ces métaux en présence d'un électrolyte, protège tous ceux placés après lui, le métal protecteur (anode) se détruit tandis que le métal protégé (cathode) reste inaltéré		
	Nickel - Molybdène- Etain- Plomb- Cuivre- Argent- Platine- Or	CATHODE

**Tableau I.1 : Classification des métaux usuels d'après leur potentiel respectif par à rapport à l'électrode à l'hydrogène [5].**

- Choix du métal :

Le métal de revêtement à choisir dépend naturellement du milieu corrosif où se trouve plongée la pièce. C'est ainsi que, pour :

- une atmosphère humide, le zinc est souvent le métal de revêtement choisi, même en immersion en eau de mer
- une atmosphère sulfureuse et chaude, on préférera l'aluminium.
- une atmosphère franchement acide, le plomb sera choisi.
- une résistance à la corrosion générale en milieux aqueux ou corrosion humide, à la corrosion sèche en milieu gazeux, les aciers inoxydables peuvent résoudre ces problèmes.
- Une corrosion due aux températures élevées ; on choisira généralement l'aluminium qui donne une bonne protection jusqu'à 600°C, au-dessus on préférera des protections de nickel-chrome jusque vers 1200°C. Au-delà de cette température, on abordera le domaine des réfractaires.

#### I.6.1.2 Amélioration de la tenue à l'usure et du coefficient de frottement

Les métaux projetés ont une certaine porosité qui lorsque les pièces en frottement sont lubrifiées, améliorent les qualités de frottement et de résistance à l'usure et au grippage (cas

vilebrequins par exemple). L'huile absorbée par le revêtement forme une réserve et est restituée en cas d'arrêt du film de graissage.

Le tableau I.2 [6], donne un exemple sur les matériaux répondant aux besoins de résistance à l'usure :

Matériaux	Système de Projection	Applications
Molybdène	Flamme fil	Pièces de boîte de vitesses, fourchettes, bagues de synchronisation, segments de pistons de moteurs thermiques.
bronze	Flamme poudre Flamme fil	Pièces de boîte de vitesses (bagues) Coussinets- portées d'arbre.
Fluorure de calcium	Plasma poudre	Pièces qui travaillent à haute température.

Tableau I.2 : Amélioration du coefficient de frottement [6].

### I.6.2 Projection thermique appliquée à des pièces usées

Le tableau I.3 [6], indique des revêtements et des réparations appliquées à des pièces mécaniques usées.

Matériaux	Système de projection	Applications et commentaires
antifriction	Flamme fil	Coussinets divers comme ceux de gros moteurs diesel marins et terrestres
Abradables	Flamme poudre plasma poudre	Produits permettant de contrôler l'usure de pièces fixes par rapport à des pièces en mouvement. Exemple : stator de turbines à gaz aéronautiques.
Auto-adhérents	Flamme poudre plasma poudre	Plusieurs matériaux de ce type utilisés surtout au pistolet flamme poudre pour des réparations de portées de roulements, d'arbres divers. Ces matériaux rassemblent les qualités d'une bonne sous-couche et des qualités particulières suivant l'additif du composant Al et Ni (ex : Cr-Mo)
Aciers non alliés	Flamme fil	Revêtement de portées de vilebrequins
Aciers alliés	Flamme fil	Revêtement de pièces mécaniques. Tiges de vérins, portées d'arbres, bancs de machines-outils. Ces alliages sont adaptés en fonction de leur dureté, des teneurs en éléments d'alliages

Tableau I.3 : Revêtement et réparation de pièces mécaniques[6].

# **Chapitre II :**

## **Les aciers inoxydables**

## Chapitre II

### Les aciers inoxydables

#### II.1 Introduction

Il est connu que le fer et les aciers ont en général une mauvaise résistance à la corrosion. Pour les protéger de façon efficace et durable, de nombreuses tentatives ont été faites dans ce domaine.

En 1821, le français Berthier, constata que le fer allié au chrome devenait plus résistant aux acides. A la fin du 19<sup>ème</sup> siècle, le français Brustlein, mit en évidence le rôle du carbone sur les propriétés mécaniques des aciers au chrome.

La véritable naissance des aciers inoxydables date du début du 20<sup>ème</sup> siècle, grâce aux travaux conduits par Goldschmidt, L.Guillet et A.Portevin. Finalement, Giesen a pu identifier les principales familles des aciers inoxydables, leurs structures, leurs traitements thermiques et leurs propriétés mécaniques connues actuellement [13].

Au fur, et à mesure de leur développement, les aciers inoxydables ont été commercialisés sous toutes les formes de produits : produits laminés plats (tôles épaisses et minces, feuillards produits laminés longs (barres, profiles, tubes, files), produits forgés, moulés ou issus de la métallurgie des poudres [13].

#### II.2 Définition

Les aciers inoxydables sont des alliages à base de fer, l'élément indispensable pour qu'un acier soit inoxydable est le chrome à teneur supérieure à 11%. Peu d'aciers inoxydables ont une teneur en chrome supérieure à 30% ou une teneur en fer inférieure à 50%.

D'autres éléments d'alliage sont utilisés, soit pour améliorer la résistance à la corrosion (Mo, N, Ni, Cu, Ti, Nb), soit pour obtenir des structures dont les diverses propriétés sont adaptées aux diverses utilisations envisagées : propriétés mécaniques en premier lieu, dureté, aptitude à l'érouissage, stabilité structurale et dimensionnelle, aptitude à la mise en forme par moulage, forgeage, usinage ou encore soudage (N, C, Cu, Al...). Dans certains cas, des propriétés particulières sont requises telles que l'amagnétisme, la conductibilité thermique ou électrique et le coefficient de dilatation [14].

Leur dénomination d'aciers inoxydables est due à la présence d'un film invisible et adhérent d'oxyde riche en chrome  $(Cr,Fe)_2O_3$  qui se forme au contact du métal avec

l'oxygène. Ce qui confère à ces aciers une grande résistance aux milieux corrosifs, dans des limites étendues de températures [15].

### II.3 Influence des différents éléments d'alliage sur la structure

Les différents types d'aciers inoxydables se distinguent essentiellement par leur structure cristallographique.

L'essentiel des propriétés des aciers inoxydables est lié à la connaissance des diagrammes de phases et des diagrammes TRC des alliages ternaires Fe-C-Cr ou quaternaires Fe-C-Cr-Ni. Pour bien comprendre les structures de ces aciers, nous aborderons d'abord le rôle des éléments Cr, Ni, C, ensuite on verra l'action des autres éléments d'alliage [14].

#### II.3.1 Action du chrome, Système Fe-Cr

Le chrome, cristallise dans le système cubique centré (cc), c'est un élément alphasène, il favorise la formation de la phase « $\alpha$ » et élargit son domaine d'existence, comme le montre l'existence de la boucle « $\gamma$ » sur le diagramme Fe-Cr (figure II.1). En contournant cette boucle, on peut passer continûment de la ferrite  $\alpha$ , à la ferrite  $\delta$ , qui pour des refroidissements lents précipite dans la matrice ferritique ou aux joints de grains entraînant une fragilisation importante de l'alliage.

Au-delà de 13% Cr, l'alliage ne subit plus de transformation et reste en phase  $\alpha$  à toute température jusqu'à la fusion. Au-dessous de 11%, les alliages subissent une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  au chauffage et l'inverse au refroidissement. Entre 11 et 13% Cr, les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent à l'équilibre [13,16].

#### II.3.2 Action du Nickel

##### Système binaire Fe-Ni

Le nickel, cristallise dans le système cubique à face centrée (cfc), c'est un élément gammagène, il favorise l'extension et stabilise le domaine austénitique, conduisant à un domaine  $\delta$  limité et fermé (existence d'une transformation péritectique à 1512°C) (figure II.2) et rehausse les propriétés mécaniques [16].

##### Système ternaire Fe-Ni-Cr

La constitution de l'équilibre des alliages Fe-Ni-Cr, dépend des teneurs relatives en Ni ( $\gamma$ -gène) et en Cr ( $\alpha$ -gène). L'addition du nickel élargit en teneurs et en températures, le domaine austénitique (figure II.3). Les coupes isothermes ternaires, montrent que la phase  $\delta$  apparaît pour des teneurs en Cr inférieures à celles du binaire Fe-Cr. On constate que le Ni favorise l'apparition de  $\delta$  (figure II.4) [16].

#### II.3.3 Action du carbone

Le carbone agit par son caractère nettement gammagène et entre ainsi en compétition avec le chrome élément alphasène prépondérant, il a également une action stabilisatrice sur l'austénite formée à haute température. On constate que la solubilité du carbone est très faible en phase  $\alpha$  même à haute température, elle est sensiblement plus importante dans l'austénite (figure II.5) [13,16].

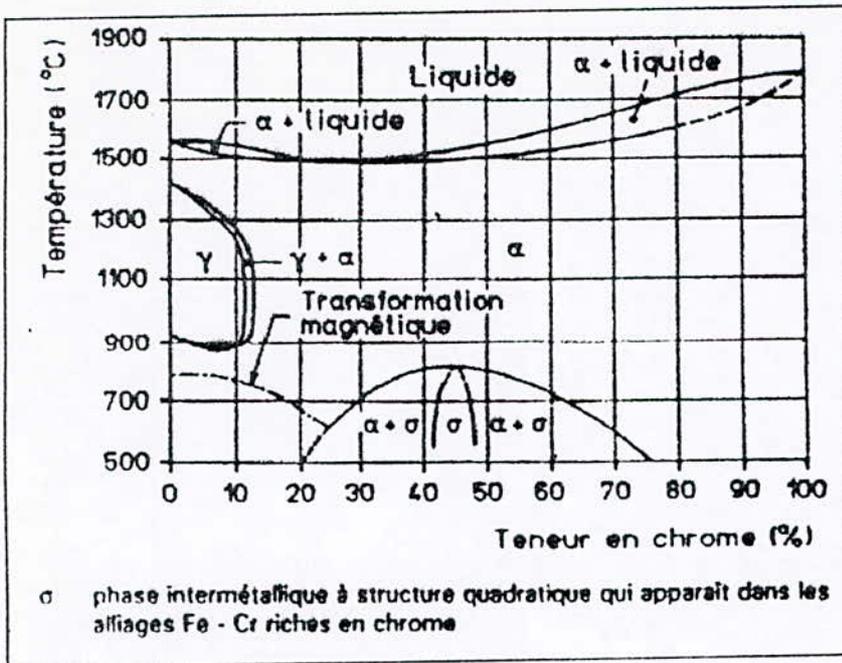


Figure II.1 : Diagramme Fe-Cr [13].

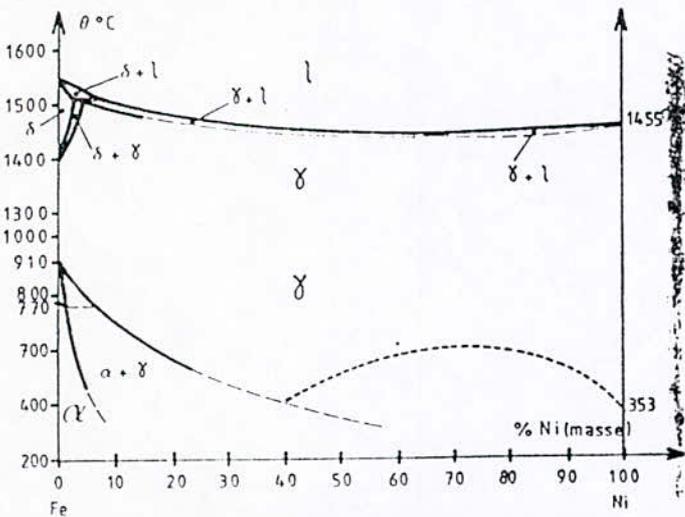


Figure II.2 : Diagramme Fe-Ni [16].

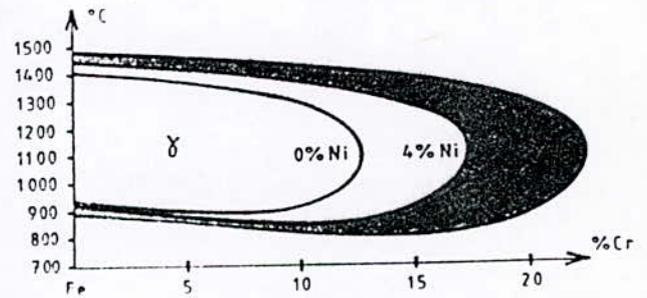


Figure II.3 : Diagramme Fe-Ni [16].

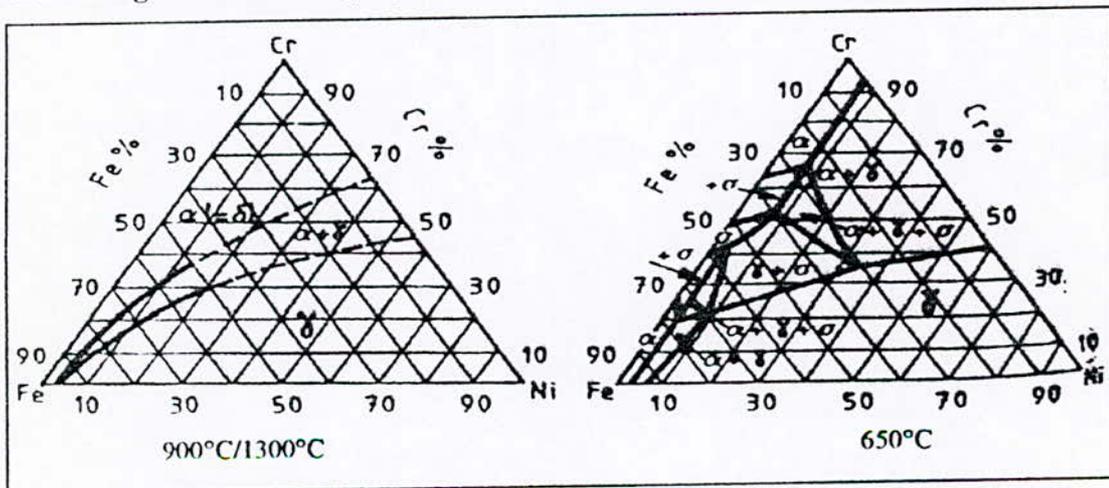
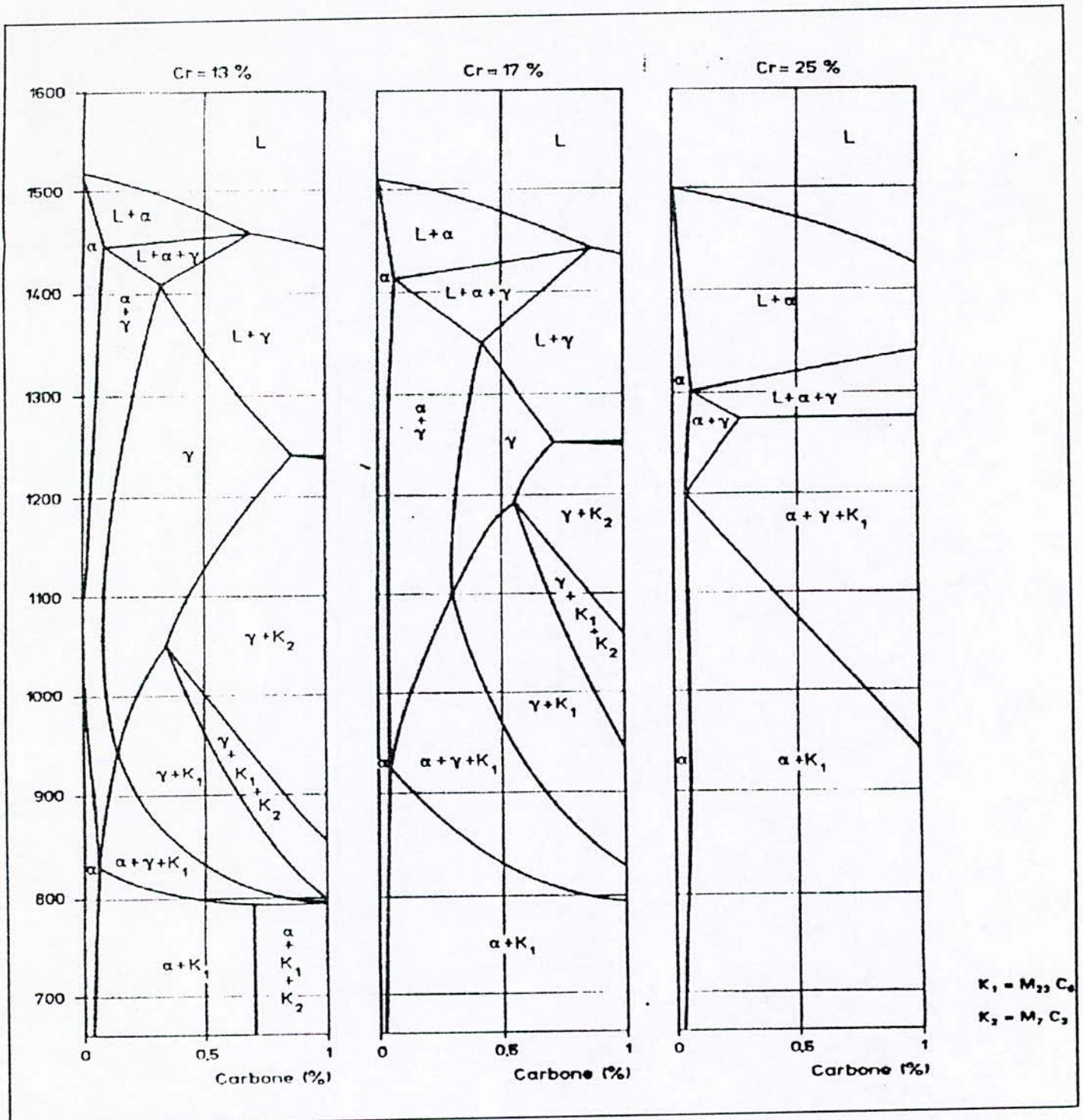


Figure II.4 : coupes isothermes des ternaires Fe-Ni-Cr [16]



Coups à chrome constant du diagramme Fe-C-Cr  
 Figure II.5 : Diagrammes fer-chrome-carbon pour différentes teneurs en chrome[19].

Le carbone en présence d'un élément carburigène comme le chrome, peut former des carbures tels que  $M_{23}C_6$  et  $M_7C_3$ , la présence de nickel favorise la précipitation de ces carbures [13,16].

### II.3.4 Action des autres éléments d'alliage

**Le molybdène et le silicium :** ajoutés pour des raisons de corrosion. Ce sont des éléments  $\alpha$ -gène [13].

**Le cuivre :** c'est un élément  $\gamma$ -gène, mais son action est faible, en générale son influence est négligée.

**Le manganèse :** c'est un élément  $\gamma$ -gène qui forme des sulfures MnS, il permet d'éviter la présence des sulfures de chrome. Utilisé dans certaines nuances à des teneurs importantes soit pour augmenter la solubilité de l'azote, soit pour remplacer une partie du nickel.

**L'azote :** c'est un élément  $\gamma$ -gène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique, il est en solution solide interstitielle à haute température. Il peut être maintenu en solution métastable par trempe ou précipité sous forme de nitrure de chrome CrN.

**Titane et niobium :** Ce sont des éléments  $\alpha$ -gène et carburigènes. Ils ont la propriété de former des carbures TiC et NbC plus stables que le carbure de chrome  $M_{23}C_6$ , ils sont donc utilisés pour éviter la formation de carbures de chrome.

## II.4 Principales familles d'aciers inoxydables

### II.4.1 Aciers austénitiques

Ce sont des aciers amagnétiques de structure cubique à faces centrées. Ils contiennent à la fois du chrome (plus de 15% environ) et du nickel (plus de 8%) de telle sorte que la structure austénitique est stable à toutes les températures. Ce qui leur confère une bonne résistance à haute température et d'excellentes propriétés cryogénie [14,17].

On peut aussi y trouver du manganèse jusqu'à 15%. D'autres éléments d'alliage tels que Ti, Nb, Al, Mo, Cu, Si y sont ajoutés pour une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Les éléments Si et Se améliorent l'usinabilité [17].

Les nuances austénitiques présentent des caractéristiques de ductilité remarquable, en même temps qu'une très bonne soudabilité [13].

### II.4.2 Aciers ferritiques

Ce sont des alliages au chrome d'une structure centrée, avec une teneur en chrome allant de 10,5 à 30%, ces aciers sont ferromagnétiques et ils ont une bonne ductilité et déformabilité. Leur résistance à haute température est faible par rapport aux aciers austénitiques [17].

On peut avoir éventuellement des additions de Mo, Ti, Ni, Nb, Al, Si, Cu ou encore du Zr. Les compositions chimiques sont telles que ces alliages restent à toutes les températures ferritiques, car ils ne présentent pas de point de transformation. Leur résistance à la corrosion est sensiblement supérieure à celle des aciers martensitiques de composition analogue, mais leurs propriétés mécaniques sont plus faibles [14].

Les nuances ferritiques présentent des caractéristiques de ductilité, en général, faibles. Il est nécessaire d'arriver aux nuances nouvelles à très basses teneurs en interstitiels pour obtenir des ténacités satisfaisantes sur des produits épais [13].

### II.4.3 Aciers martensitiques

Ce sont essentiellement des aciers au chrome et au carbone qui possèdent une structure martensitique quadratique centrée.

Ils ont un comportement comparable aux aciers à traitements thermiques classiques. Ils sont ferromagnétiques durcissables par traitements thermiques et sont généralement résistants à la corrosion dans un environnement peu agressif. Leur trempabilité est excellente.

Leur teneur en chrome varie, de 10,5 à 18,5% avec des additions éventuelles de nickel allant jusqu'à 7 à 8%. Le carbone quant à lui peut dépasser les 1,2%, les additions de Mo, Al, Cu, Ti sont de l'ordre de 1% [14,17]. Les teneurs de chrome et de carbone se compensent mutuellement afin d'assurer à l'acier une structure martensitique, le chrome étant un élément alphasène alors que le carbone est un élément gammagène. Les excès de carbone étant présents pour améliorer la résistance à l'usure [17].

Des éléments d'addition tels que le Nb, Si, W, et V peuvent être ajoutés pour modifier la réaction de trempe. S et Se sont ajoutés pour améliorer l'usinabilité [17].

La structure martensitique obtenue par trempe à partir du domaine austénitique, confère à ces aciers de très bonnes propriétés mécaniques. Mais la résistance à la corrosion est en général tout juste suffisante pour l'emploi dans des conditions relativement peu agressives. Des traitements thermiques de revenu permettent d'ajuster les propriétés en modifiant la structure. Les propriétés mécaniques sont améliorées par l'élévation de la teneur en carbone de 0,1 à 0,5%. Cela au détriment de la résistance à la corrosion, car l'augmentation de la teneur en carbone favorise la précipitation de carbures de chrome, avec des risques accrus de corrosion intergranulaire même dans des milieux assez peu agressifs.

Les propriétés mécaniques peuvent aussi être augmentées par durcissement structural, avec durcissement de phases durcissantes à base de cuivre ou de phases particulières telles que les phases  $Ni_3Ti$  ou  $Ni_3Al$ . On peut ainsi compenser au moins en partie la diminution de la teneur en carbone jusqu'à des niveaux assez faibles inférieurs à 0,1% de façon à réduire les risques de corrosion intergranulaire [14].

Les additions de molybdène et de cuivre améliorent la résistance à la corrosion, d'autant plus qu'elles sont effectuées à des alliages à faibles teneurs en carbone inférieures à 0,1%.

### II.4.4 Aciers austéno-ferritiques (duplex)

Il s'agit d'aciers biphasés à base d'austénite et de ferrite. Les aciers austéno-ferritiques ont en général une très grande résistance à la corrosion comparable à celle des aciers austénitiques ainsi qu'une bonne ductilité et une bonne résistance à la rupture, ce qui augmente la résistance à la corrosion par fissuration [17].

Les teneurs en chrome des aciers austéno-ferritiques vont de 20 à 25% ou 27%, les teneurs en Nickel vont de 4 à 8%, avec des additions de 1 à 2% ou 3% de cuivre et /ou de molybdène.

Leurs caractéristiques mécaniques sont nettement supérieures à celles des aciers austénitiques tout en conservant une ductilité excellente [13].

Leur comportement au soudage et moulage est très bon, en évitant ou limitant les risques de fissuration à chaud [13].

#### **II.4.5 Aciers à durcissement structural**

Avec ces aciers, on met en œuvre l'amélioration des propriétés de résistance par la précipitation d'une seconde phase (mécanisme d'entrave au mouvement des dislocations). Cette phase est constituée par une fine précipitation de composés intermétalliques [16].

Ces structures sont obtenues par un traitement thermique qui consiste en une hypertrempe conduisant à une solution solide saturée, suivie d'un revenu au cours duquel a lieu la précipitation du composé intermétallique [16].

### **II.5 Aciers inoxydables martensitiques**

#### **II.5.1 Différentes classes d'aciers inoxydables martensitiques**

Les nuances à structure martensitique correspondent à la recherche de propriétés de dureté et de résistance élevée ou très élevée. On peut classer les aciers inoxydables martensitiques en quatre groupes selon le tableau II.1 [13] :

classe		Teneur en C %	Teneur en Cr %
Aciers au Cr Ni<1%	Groupe 1	<0.15%	11.5 à 13.5%
	Groupe 2	0.2 à 0.4	12.0 à 14.5%
	Groupe 3	0.6 à 1.4	16.0 à 18.0%
Aciers au Cr-Ni 2%<Ni<4%	Groupe 4	<0.2%	12.0 à 18%

Tableau II.1 : différents types d'aciers inoxydables martensitiques [13].

##### **II.5.1.1 Les aciers du groupe 1**

Les moins chargés en carbone ont une teneur en chrome limitée à 13.5% pour pouvoir être traités depuis l'état entièrement austénitique à partir de l'intérieur de la boucle  $\gamma$  du diagramme Fe-C. La faible teneur en carbone, autorise de bonnes valeurs de ténacité. Les températures  $M_s$  sont assez élevées pour éviter les phénomènes de tapures lors de refroidissements rapides. Ainsi, ces aciers, avec certaines précautions, peuvent être soudés et utilisés comme matériau de structure. La faible teneur en chrome limite cependant leur résistance à la corrosion [13].

##### **II.5.1.2 Aciers du groupe 2 :**

Plus carburés, permettent des teneurs en chrome plus élevées. Ils sont à la fois plus durs et plus résistants à la corrosion que ceux du groupe précédent. Ils sont par contre plus fragiles et ne sont pratiquement pas soudables [13].

**II.5.1.3 Aciers du groupe 3 :**

Sont utilisés en raison de leur dureté élevée ou très élevée (HRC<50) au détriment de leur ductilité. Leur grande fragilité et leur susceptibilité à la tapure nécessitent des précautions importantes lors de la mise en œuvre ou l'utilisation de ces nuances [13].

**II.5.1.4 Aciers du groupe 4 :**

Des additions de nickel de 2 à 4%, élargissent fortement la boucle  $\gamma$ , permettent d'augmenter la teneur en chrome jusqu'à 18% en maintenant un bas taux de carbone et sans apparition de ferrite. Cela conduit à un compromis très satisfaisant entre les caractéristiques mécaniques et à la résistance à la corrosion. Ces nuances sont soudables et présentent une bonne ténacité. Elles peuvent être donc utilisées comme matériau de structure à propriétés élevées, résistant à la corrosion [13].

**II.5.2 Propriétés physiques**

Les principales propriétés physiques des aciers martensitiques sont différentes d'un groupe à l'autre, le tableau II.2 [18] indique les principales valeurs à l'exception de la conductivité thermique abaissée par l'addition de chrome, elles sont peu différentes de celles d'un acier mi-dur peu allié.

Les aciers inoxydables martensitiques sont ferromagnétiques.

Désignation de l'acier		Masse Volumique (kg/dm <sup>3</sup> )	Module d'élasticité à :					Coefficient moyen de dilatation linéique entre 20°C et				Conductivité thermique à 20°C (w/m.k)	Capacité thermique massique à 20°C (J/kg.k)	Résistivité électrique à 20°C ( $\Omega \times \text{mm}^2/\text{m}$ )	magnétisable					
			20°C	100°C	200°C	300°C	400°C	100°C	200°C	300°C	400°C									
symbolique	numérique		(KN/mm <sup>2</sup> )					(en 10 <sup>-6</sup> /K)												
X12Cr13	1.4006	7.7	215	212	205	200	190	10.5	11.0	11.5	12.0	30	460	0.60	oui					
X12CrS13	1.4005							10.5	11.0	11.5	12.0	30	460	0.60						
X20Cr13	1.4021							10.5	11.0	11.5	12.0	30	460	0.60						
X30Cr13	1.4028							10.5	11.0	11.5	12.0	30	460	0.65						
X29CrS13	1.4029							10.5		11.5		30	460	0.55						
X39Cr13	1.4031							10.5	11.0	11.5	12.0	30	460	0.55						
X46Cr13	1.4034							10.5	11.0	11.5	12.0	30	460	0.55						
X50CrMo13v15	1.4116							10.5	11.0	11.0	11.5	30	460	0.65						
X70CrMo15	1.4109							10.5	11.0	11.0	11.5	30	460	0.65						
X14CrMoS19	1.4104							10.0	10.5	10.5	10.5	25	460	0.70						
X39CrMo17-1	1.4122							10.4	10.8	11.2	11.6	15	430	0.80						
X105CrMo17	1.4125							10.4	10.8	11.2	11.6	15	430	0.80						
X90CrMov18	1.4112							10.4	10.8	11.2	11.6	15	430	0.80						
X17CrNi16-2	1.4057							10.0	10.5	10.5	10.5	25	460	0.70						
X3CrNiMo13-4	1.4313							200	195	185	175	170	10.5	10.9		11.3	11.6	25	430	0.60
X4CrNiMo16-5-1	1.4418							10.3	10.8	11.2	11.6	15	430	0.80						

Tableau II.2 : Aciers martensitiques, principales propriétés physiques [18].

### II.5.3 Traitements thermiques et propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables martensitiques peuvent subir différents traitements thermiques :

- des traitements thermiques dits de qualité
- des traitements thermomécaniques
- des traitements appliqués après soudage

Ils peuvent par traitement thermique approprié acquérir des caractéristiques mécaniques ou une dureté non négligeables, ce qui peut permettre des économies de matière, un allongement des structures ou tout simplement l'aptitude à une utilisation donnée. En parallèle, il faut conserver une ductilité suffisante au métal compte-tenu de l'application. Pour certaines nuances, c'est une fragilisation que l'on cherche à éviter, ce qui interdit les maintiens dans des plages de température [19].

#### II.5.3.1 Trempe martensitique par refroidissement continu

L'obtention d'une structure totalement martensitique, exige de tremper à partir d'un domaine monophasé austénitique ( $\gamma$ ).

La température de trempe doit être supérieure au point de transformation  $A_{c3}$  qui se situe entre 800 et 920°C suivant la composition de l'acier [20].

La température d'apparition de la martensite au refroidissement est appelée  $M_s$  (martensite start), la formule ci-dessous donne la température  $M_s$  en fonction des pourcentages massiques en éléments d'alliage [21] :

$$M_s = 571 - 474 C(\%) - 33 Mn(\%) - 17 Ni(\%) - 21 Cr(\%) - 21 Mo(\%) - 11 W(\%) - 11 Si(\%) \quad (II.1)$$

La température de fin de la transformation  $M_f$  a lieu environ 150°C au-dessous de  $M_s$ .

La plupart des aciers martensitiques sont autotremnants, les vitesses critiques de trempe martensitique sont d'autant plus faibles que la teneur en carbone est élevée. La trempe se fait à l'eau ou à l'huile pour les nuances des groupes 1 et 4 et à l'huile ou à l'air pour celles des groupes 2 et 3. Parfois on choisit une trempe à l'huile plutôt qu'une trempe à l'air pour éviter la formation de carbures aux joints de grain  $\gamma$  dans le domaine 900-600°C [19].

Le tableau II.3, résume les conditions de trempe conseillées pour les divers groupes

Trempe	Groupe			
	1	2	3	4
$A_{c3}$ .....°C	≈920	850 à 900	820 à 860	800 à 900
Température de Trempe.....°C	950 à 1100	1000 à 1050	950 à 1050	950 à 1000
Milieu de trempe.....	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air	Air
Austénite résiduelle possible Après trempe	Non	Oui (sauf C < 0.2%)	Oui	Oui

Tableau II.3 : Conditions de trempe des aciers martensitiques [19].

### II.5.3.2 Traitements de revenu

La martensite obtenue après trempe doit subir un traitement de revenu destiné à améliorer la ductilité et la résistance aux chocs, on présente par plages de température les effets de ce traitement [13,19].

#### Revenu entre 150 et 350°C

Il entraîne un début de ségrégation du carbone le long des interfaces de martensite, mais surtout une diminution de la densité des dislocations.

Il s'agit essentiellement d'un traitement de détensionnement abaissant les principales contraintes de trempe. La structure varie peu, la limite d'élasticité baisse peu mais la fragilité est sensiblement améliorée (résilience et allongement), en éliminant des sites potentiels d'amorçages de la rupture.

Ce traitement permet également l'élimination de l'hydrogène de contamination éventuellement incorporé dans l'acier lors de la trempe (figure II.6).

#### Revenu entre 350 et 550°C

Il est à éviter en raison de la précipitation de fins carbures du types  $M_3C$  et  $M_7C_3$  entraînant avant la formation des carbures  $M_{23}C_6$ , ce qui provoque le durcissement secondaire et la baisse de ténacité constatée.

Le phénomène de fragilisation se manifeste sur les courbes de revenu, par une chute importante de la résilience et un effet de durcissement (figure II.6).

#### Revenu entre 550 et 750°C

Correspondent à un retour partiel vers l'état d'équilibre. Il y a précipitation et coalescence de carbone en partie sous forme de carbures de types  $M_{23}C_6$ , qui ne fragilisent pas le métal mais peuvent déchromiser localement le métal et ainsi amoindrir la résistance à la corrosion. Donc la teneur en carbone de la martensite, et sa dureté, diminue. Cela entraîne, par conséquent, une baisse de la limite d'élasticité et de la résistance et une augmentation importante de la résilience et de l'allongement, en fonction du couple température-temps qui devra donc être ajusté en fonction du compromis recherché (figure II.6). On a regroupé dans un paramètre unique (paramètre de larsen-miller)  $T/1000 \times (20 + \lg t)$ , l'effet d'un maintien durant un temps  $t$  à une température  $T$  (figure II.7).

Les aciers des groupes 1 et 2 peuvent être soumis à un traitement de détensionnement ou de revenu suivant le but recherché (respectivement, conserver des caractéristiques mécaniques élevées ou gagner en ductilité et / ou résilience) ; on appliquera généralement aux aciers du groupe 3 un simple traitement de détensionnement. Ces aciers étant utilisés pour leur haute résistance mécanique. Par contre, les aciers du groupe 4 étant utilisés en raison de leur bonne ductilité et résilience, on leur applique généralement un traitement de revenu à une température comprise entre 600°C et 750°C.

### II.5.3.3 Traitements d'adoucissement(recuit)

Ce sont des traitements intermédiaires destinés à donner au métal une aptitude à une mise en forme (usinage, frappe à froid), par l'abaissement au maximum de sa dureté (ou sa

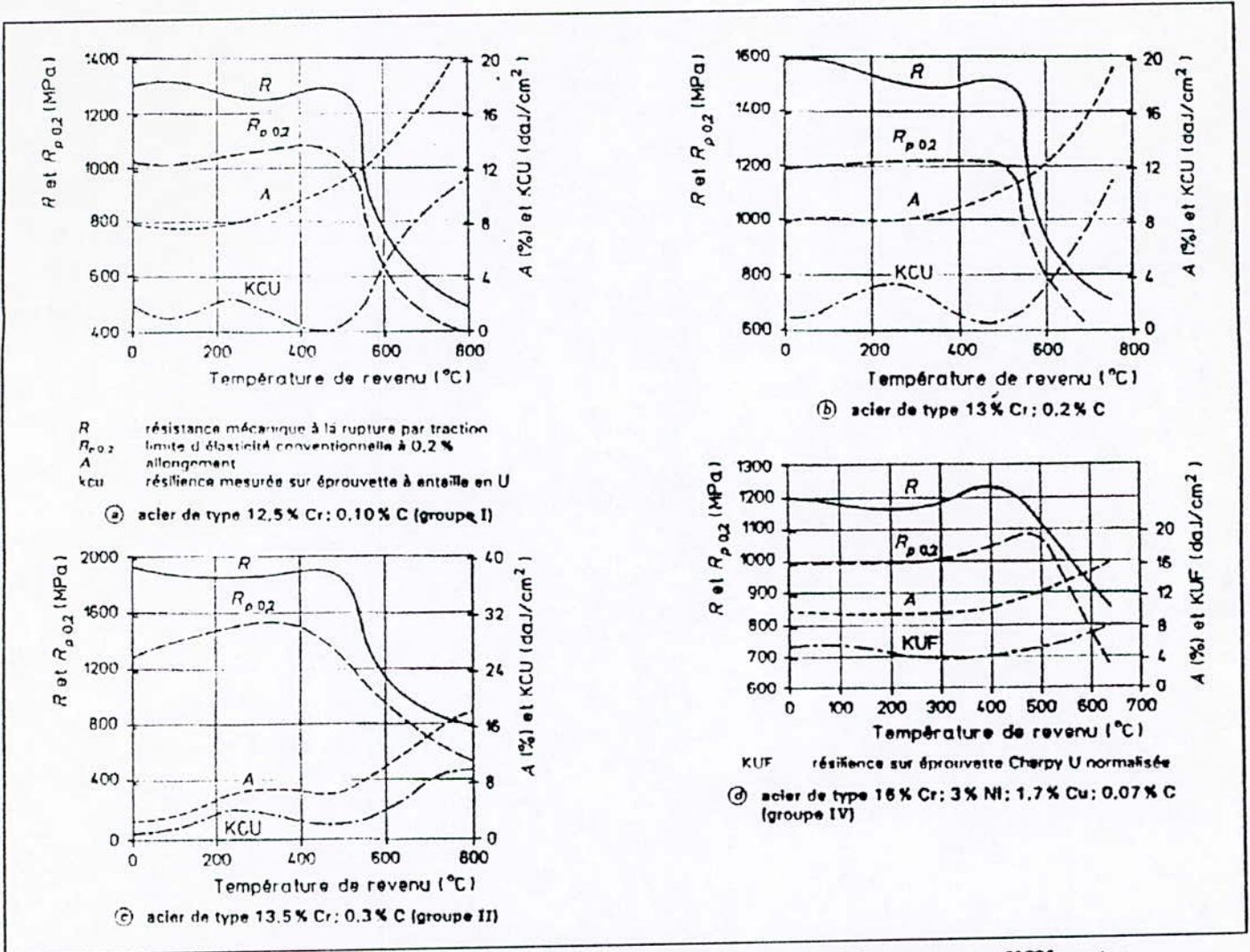


Figure II.6 : Propriétés mécaniques des aciers martensitiques pour différentes températures de revenu après trempe à l'huile depuis 1000°C [19].

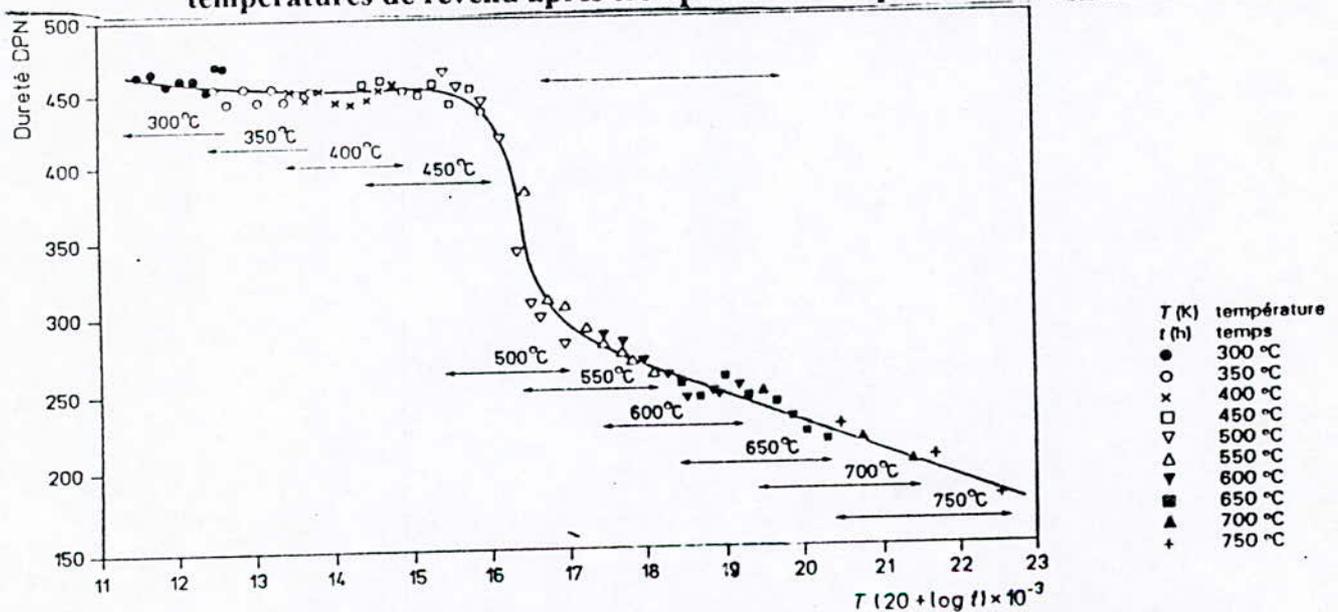


Figure II.7 : Courbe de revenu d'un acier à 12% de chrome et 0,14% de carbone [19]

résistance à la rupture). Cela consiste à supprimer la martensite par retour à l'état stable (ferrite + carbures) [13,19].

La pièce après mise en forme définitive sera traitée pour obtenir ses caractéristiques finales (trempe + détensionnement ou trempe + revenu).

### **II.5.3.3.1 Adoucissement simple**

Consistant en un chauffage en temps long entre 630 et 800°C, c'est à dire peu au-dessous de  $A_{c1}$ . La vitesse de refroidissement est sans influence ; on choisit en général un refroidissement à l'air.

Le point  $A_{c1}$  est voisin de et supérieur à 800°C pour les aciers des groupes 1 à 3, et plus bas pour les aciers du groupe 4.

Un recuit d'adoucissement simple type sera de quelques heures à une température comprise entre 750 et 800°C pour les aciers des groupes 1 à 3 (1 à 3 h pour les aciers du groupe 1, 2 à 6 h pour les aciers du groupe 2), 2 à 6h à une température comprise entre 630 et 650 °C pour les aciers du groupe 4.

### **II.5.3.3.2 Adoucissement maximal**

Il consiste en un chauffage au dessus du point  $A_{c1}$  entre 850 et 950°C de 1 à 3h, et donc une austénisation partielle ou totale, suivie d'un refroidissement lent de 10 à 20 °C/h pour éviter la formation de martensite jusqu'à une température comprise entre 600 à 650°C.

L'état du métal avant le traitement d'adoucissement a une grande influence sur la facilité à réaliser le traitement et sur le résultat obtenu en finale.

### **II.5.3.4 Traitements thermiques après soudage**

Lors du soudage des aciers inoxydables martensitiques, il y a formation d'austénite puis de martensite en zone affectée thermiquement [16,19]. Cette martensite sera d'autant plus fragile que sa teneur massique en carbone sera élevée. Pour les nuances de la teneur massique en carbone dépassant 0.15 à 0.2%, la fragilité de la martensite est telle qu'une fissuration éventuellement différée apparaît en ZAT en dessous de 400°C. Pour pallier ces inconvénients :

- on limite à 0.2% la teneur en carbone des aciers pouvant être soudés.
- le métal d'apport de l'électrode doit conduire même après dilution à un cordon austénitique ou austéno-ferritique qui reste ductile.
- lors du soudage d'aciers à teneur en carbone comprise entre 0,1 et 0,2%, on pourra éviter la fissuration martensitique par préchauffage à 250-350°C, on appliquera également après soudage soit un traitement complet de trempe plus revenu, soit uniquement un traitement de revenu : dans ce cas, le revenu devra être effectué après retour à l'ambiante permettant une transformation martensitique complète en ZAT. Dans tous les cas, le revenu sera effectué entre 550 et 750°C.
- pour les autres nuances ( $C < 0,1\%$ ), aucun préchauffage n'est nécessaire. Il est également inutile de prévoir un traitement de revenu après soudage.

Pour les aciers au nickel (groupe 4), un simple revenu suffira dans tous les cas et on l'effectuera entre 600 et 650°C.

# **Chapitre III :**

## **Comportement en fatigue thermique**

# Chapitre III

## Comportement en fatigue thermique

### III.1 Introduction :

De nombreuses pièces critiques de structures utilisées à haute température sont soumises à des variations de températures rapides en cours de fonctionnement. Le gradient thermique ainsi créé dans la pièce génère des contraintes internes. En effet, la dilatation libre d'un élément de volume donné est limitée par la dilatation différenciée des éléments voisins qui se trouvent à des températures différentes [22,23].

L'amplitude de ces contraintes d'origine thermique est fonction du gradient thermique et de la géométrie de la pièce, mais aussi des caractéristiques physiques et mécaniques du matériau, tels que : le coefficient d'expansion thermique, la conductivité thermique, la résistance mécanique et le module d'élasticité.

La répétition de ces cycles thermiques peut conduire à l'endommagement des pièces par un processus de fatigue oligocyclique (amorçage et propagation de fissures, éventuellement jusqu'à la rupture).

La rupture est la séparation d'un matériau en deux ou plusieurs parties, sous l'action d'une contrainte. Cette séparation se produit à plus ou moins grande vitesse par propagation de fissures existant dans le matériau [24].

La capacité de résistance à la fatigue d'un matériau s'appelle endurance.

### III.2 Fatigue thermique

Plusieurs définitions ont été proposées pour décrire le phénomène de fatigue thermique :

Pour D.MIANNAY [27], **la fatigue thermique** désigne le problème de fissuration progressive de matériaux soumis à des variations cycliques de la température : la fissuration se produit sous l'effet de la déformation et des contraintes d'origine thermique.

Une autre définition plus précise est donnée par D.A. SPERA [28] : **la fatigue thermique** est la détérioration progressive et éventuellement la fissuration des matériaux par l'alternance de l'échauffement et du refroidissement avec une dilatation thermique entièrement ou partiellement empêchée.

### III.2.1 Fatigue à hautes températures

Pour les matériaux, une basse température est une température à laquelle le mouvement des atomes par diffusion est infiniment lent. A l'opposé, à haute température, la diffusion se fait rapidement et joue un rôle prépondérant dans la déformation plastique [24].

Plusieurs termes utilisés dans les études de fatigue à température ambiante ne sont pas toujours appropriés aux essais à températures élevées. La limite élastique, par exemple, est très difficile à définir pour des températures supérieures à  $0.4 T_f$  (où  $T_f$  est la température de fusion) [25,26].

Lorsque  $T > 0.4 T_f$ , le comportement des matériaux est modifié par des mécanismes de déformation à haute température. Les phénomènes de diffusion deviennent importants et jouent un rôle essentiel sur la déformation plastique. On n'observe plus le comportement purement élastique, même aux faibles contraintes [24].

### III.2.2 Chocs thermiques

Si les variations de température en service sont particulièrement brutales, la pièce peut s'endommager en un ou peu de cycles ; on parle alors de **choc thermique** [29].

MIANNAY [27] considère que lorsque la fissuration apparaît au cours du premier cycle de fatigue thermique, celle-ci est alors appelée **choc thermique**.

La sous-commission fatigue thermique de l'association technique de la sidérurgie(ATS) [31], a proposé une autre définition pour le choc thermique qui est : "variation brutale de la température subie par un matériau".

Selon MANSON [30] la différence entre la fatigue et le choc thermique est due au fait que lors des chocs thermiques, toute la pièce est portée à une température uniforme (non-existence de gradient thermique entre les différents points de la pièce) puis elle est immergée brutalement dans un milieu à plus basse température. Lors de la fatigue thermique, il existe toujours un gradient de température entre la surface et les autres couches internes de la pièce, cela est du à un temps de maintien à haute température relativement court.

### III.3 Mécanisme de la fatigue thermique

Le diagramme de NORTHCOTT et BARON [32] permet de mettre en évidence le mécanisme de la fatigue thermique.

Lorsque la pièce sans contraintes internes (figure III.1, point O), subit un chauffage, la température de la couche extérieure augmente rapidement, ces couches tendent à se dilater, alors que le cœur plus froid, empêche cette dilatation en exerçant des contraintes de compression.

Cette couche se déforme d'abord de façon élastique (branche OA) puis de façon plastique (branche AB) lorsque le gradient thermique entre la surface et le cœur devient suffisant. A ce niveau, les contraintes auront dépassé la limite élastique et peuvent provoquer le fluage.

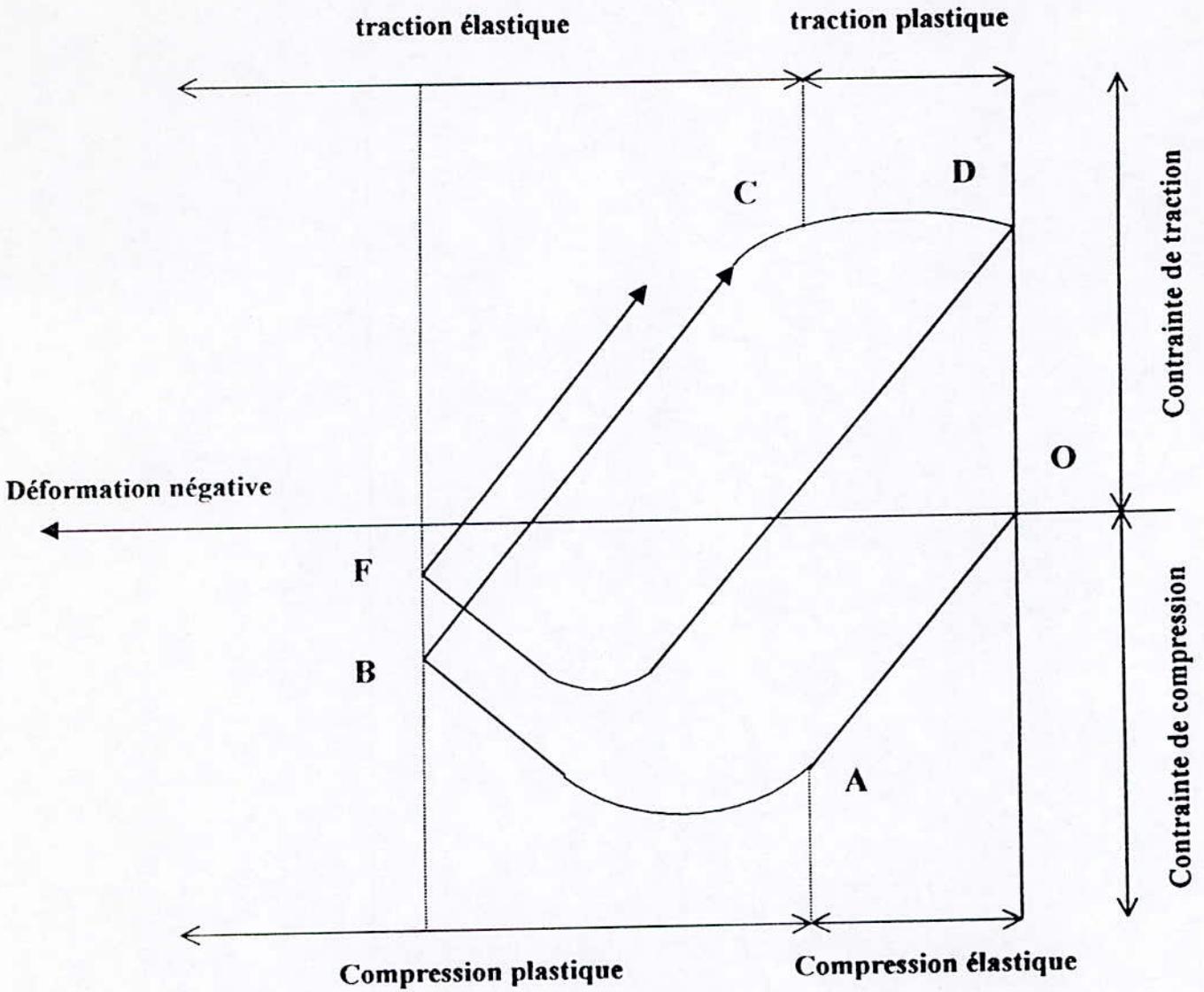


Figure III.1 : Diagramme de Northcott et Baron [33].

Au cours du refroidissement, les couches externes tendent à se contracter, mais à cause des déformations plastiques de compression développées au cours de la phase du chauffage, cela limite le retour, ce qui engendre des contraintes de traction d'abord élastiques (branche BC) puis plastiques (branche CD).

Lorsque la pièce retrouve sa température initiale, la déformation disparaît (point D) mais une contrainte de traction résiduelle subsiste (D), cette contrainte sera responsable dans l'amorçage des fissures dans le matériau.

La répétition successive du cycle, entraîne une déformation cyclique du matériau et l'endommagement peut être assimilé à un phénomène de fatigue oligocyclique. La boucle d'hystérésis qui lui est associée est caractérisée par les aspects suivants [33] :

- l'amplitude de déformation mécanique introduite à la surface est fonction non seulement de la température, mais aussi de la sévérité de celle-ci au cours des cycles.
- l'amplitude de la boucle d'hystérésis diminue avec la profondeur de la pièce et est maximale en surface.
- si les variations ou les gradients de température ne sont pas suffisants, les contraintes engendrées ne dépassant pas la limite d'écoulement du matériau, la couche périphérique n'est pas plastifiée. Les cycles de fatigue thermique restent alors dans le domaine d'élasticité du matériau.
- au cours des cycles, le processus se répète et après un certain nombre de cycles, la courbe se stabilise sous forme d'une boucle.

Pour les chocs thermiques, les variations de température sont plus importantes que celles provoquant la fatigue thermique. Lors du maintien à chaud, les contraintes de compression développées dans la pièce sont très importantes, elles dépassent de loin la limite élastique et provoquent la plastification totale des couches superficielles.

Lors d'un refroidissement brutal (trempe), le gradient de température est maximal et les contraintes de traction sont très élevées, elles agissent sur les couches superficielles plastifiées et de caractéristiques mécaniques affaiblies au cours de la phase de chauffage précédente d'où la fissuration rapide du matériau [34].

#### **III.4 Contraintes thermique dues au cyclage**

Les variations de températures, entraînent des variations dimensionnelles du matériau. Par conséquent, lorsque le matériau n'est pas libre de se dilater ou de se contracter, il se trouve soumis à des contraintes thermiques. Ces contraintes sont dues aux gradients de déformation qui se développent dans un solide dont tous les éléments sont incapables de se déformer librement.

La nature et le niveau de celles-ci, dépendront des facteurs intervenant au niveau du contact, au milieu et aux caractéristiques (mécaniques et physiques) du matériau.

Elles sont dues à des variations de volume qui ont généralement deux origines [35] :

- les variations de longueur des mailles cristallines.
- les variations de volume dues aux transformations structurales.

Deux types de contraintes peuvent se développer au cours du cyclage :

**III.4.1 Contraintes dues à un mouvement empêché**

Les contraintes (traction ou compression) sont dues aux variations de température entre la surface et le cœur de la pièce.

La déformation associée à une pièce plane est :

$$\varepsilon = \Delta l / l = \alpha \Delta T \quad (\text{III.1})$$

avec :  $\Delta T = T_1 - T_2$

et d'après la loi de **hooke** généralisée, l'amplitude  $\sigma$  de cette contrainte sera :

$$\sigma_1 = \frac{E\varepsilon}{(1-\nu)} \quad (\text{III.2})$$

En combinant les deux premières équations, on obtient :

$$\sigma_1 = \frac{E\alpha\Delta T}{(1-\nu)} \quad (\text{III.3})$$

pour une géométrie de la pièce plus compliquée, on introduit un facteur de forme S :

$$\sigma_1 = \frac{E\alpha\Delta TS}{(1-\nu)} \quad (\text{III.4})$$

où :

E : module de young

$\alpha$  : coefficient de dilatation thermique du matériau

$\Delta T$  : variation de température

$\nu$  : coefficient de poisson

S : facteur de forme

**III.4.2 Contraintes dues au gradient thermique**

Lorsque l'on plonge une pièce à la température  $T_1$  dans un milieu à la température  $T_2$ , et pour connaître la valeur des contraintes de surface, on considère la température moyenne  $T_m$  de la pièce.

L'expression de la contrainte pour une plaque plane élastique devient :

$$\sigma_2 = \frac{E\alpha(T - T_m)}{(1-\nu)} \quad (\text{III.5})$$

La contrainte réduite, introduite par MANSON [30] pour avoir une approche plus globale des mécanismes, s'exprime par :

$$\sigma^* = \frac{\sigma_2}{\sigma_1} = \frac{T - T_m}{T_1 - T_2} \quad (\text{III.6})$$

**III.5 Facteurs de fatigue thermique**

L'endommagement d'une pièce soumise à des contraintes thermiques cycliques dépend très fortement de sa géométrie et de la nature du cyclage réalisé, ainsi que des caractéristiques physiques et mécaniques, des facteurs qui conditionnent en définitive la distribution effective des contraintes thermiques.

### **III.5.1 Nature du cyclage thermique**

#### **III.5.1.1 Influence des températures du cyclage**

Quatre températures sont considérées comme les paramètres d'un cyclage thermique. Ce sont la température maximale ( $T_{max}$ ), la température minimale ( $T_{min}$ ), la température moyenne  $T_{moy} = (T_{max} + T_{min})/2$  et la différence de température appelée parfois ( $\Delta T = T_{max} - T_{min}$ ).

Elles peuvent subir des variations qui déterminent le spectre de la sollicitation thermique. Dans ce qui suit, nous montrons l'influence de chaque paramètre sur la résistance au choc thermique.

##### **III.5.1.1.1 Influence de $T_{max}$**

Pour une température minimale fixée, une augmentation de  $T_{max}$  entraîne l'augmentation d'une part de  $\Delta T$  et d'autre part de  $T_{moy}$  qui provoquent successivement des contraintes thermiques élevées et l'abaissement des caractéristiques mécaniques de la pièce d'où sa réduction de vie. Cette température joue un rôle majeur pour la destruction des pièces, notamment par choc thermique.

##### **III.5.1.1.2 Influence de $T_{min}$**

Si la température maximale reste fixe, mais si la température minimale augmente, la situation est plus complexe car  $\Delta T$  diminue (influence positive) et  $T_{moy}$  augmente (influence négative).

L'influence de l'interaction de ces deux paramètres n'est pas encore bien connue, mais on peut considérer que c'est l'action de  $\Delta T$  qui provoque, en priorité, l'endommagement par choc thermique. L'action de  $T_{moy}$  serait donc secondaire, elle provoque la dégradation des propriétés mécaniques du matériau [36].

##### **III.5.1.1.3 Influence de $\Delta T$ et $T_m$**

Bien que les travaux relatifs à l'étude de l'influence de l'augmentation de  $\Delta T$  (avec  $T_m$  constant) soient peu nombreux, il en résulte que cette influence est toujours négative. Par contre, l'influence de  $T_m$  (avec  $\Delta T$  constant) a été plus étudiée. Notons que la durée de vie de la pièce diminue avec l'augmentation de  $T_m$ .

Les deux paramètres ( $\Delta T$  et  $T_m$ ) apparaissent comme étant les facteurs principaux à prendre en compte dans les études approfondies de choc thermique. Ces deux paramètres ( $\Delta T$  et  $T_m$ ) suffisent à caractériser un cyclage thermique. Le premier indique la sévérité du cyclage et le deuxième indique le niveau auquel le cyclage est stationnaire [37].

#### **III.5.1.2 Influence de la vitesse de variation de la température**

On a toujours intérêt à éviter des échauffements et des refroidissements brutaux, car une vitesse de température élevée peut provoquer des gradients thermiques assez importants. Ces gradients thermiques vont alors entraîner la ruine finale de la pièce notamment pour les matériaux fragiles. La vitesse de refroidissement qui a un rôle majeur en fatigue thermique et influencée par la nature du milieu de refroidissement, peut également jouer un rôle nocif en provoquant une modification de caractéristiques mécaniques (modifications structurales) [38].

**III.5.2 Facteurs thermiques****III.5.2.1 Conductivité thermique K**

Lorsqu'il existe une différence de température entre les deux extrémités d'un conducteur, il s'établit un flux de chaleur Q. Dans le cas d'un écoulement unidirectionnel dans un matériau isotrope, le flux Q s'exprime par [24] :

$$Q = -\frac{kdT}{dx} \quad (\text{III.7})$$

Q : flux thermique [W/m<sup>2</sup>]  
 dT / dx : gradient de température [°k/m]  
 K : coefficient de conductivité thermique [W/m°k]

Plus la conductivité thermique est importante, plus le gradient thermique est faible et donc, plus les contraintes thermiques sont faibles. La conductivité thermique est influencée par la composition chimique des nuances. En particulier, les éléments tels que le tungstène et le molybdène abaissent considérablement la conductivité thermique des alliages métalliques [38].

**III.5.2.2 Diffusivité thermique D<sub>T</sub>**

La première loi de fourier ne s'applique que si le gradient de température reste constant dans le temps. Si le gradient de température n'est pas constant, la variation de la température en un point du conducteur en fonction du temps est donnée par la seconde loi de fourier [24] :

$$\frac{dT}{dt} = D_T \frac{dT}{dx} \quad (\text{III.8})$$

Le coefficient de diffusion thermique D<sub>T</sub> de l'expression III.8 est relié à la conductivité thermique k par la relation :

$$D_T = \frac{k}{\rho C_p} \quad (\text{III.9})$$

D<sub>T</sub> : coefficient de diffusion thermique [m / sec]  
 C<sub>p</sub> : capacité calorifique massique à pression constante [W / kg °k]  
 ρ : masse volumique [kg / m<sup>3</sup>]

L'expression III.9 donne la vitesse à laquelle une onde thermique plane se propage de manière unidirectionnelle dans une substance conductrice isotrope.

Il ne faut pas confondre la conductibilité thermique avec la diffusivité thermique. La première contrôle le gradient thermique tandis que la deuxième contrôle la vitesse de formation de ces gradients [37].

### **III.5.2.3 Coefficient de dilatation thermique**

Puisque la déformation thermique est proportionnelle au coefficient de dilatation thermique  $\alpha$  ( $\epsilon = \alpha \Delta T$ ), les contraintes thermiques lui sont proportionnelles. Ce paramètre joue un rôle important sur la résistance au choc thermique ; plus la dilatation est importante, plus le taux de déformation thermique est important, et plus la résistance est réduite [38].

### **III.5.2.4 Coefficient de transfert de chaleur h**

Les échanges thermiques entre le milieu et la paroi métallique sont proportionnels au coefficient de transfert de chaleur h, le rôle de ce coefficient est très important ; plus le transfert de la chaleur est important, plus les contraintes associées sont importantes [38].

### **III.5.3 Facteurs géométriques**

Plus la taille de la pièce est grande, plus les gradients thermiques sont importants, c'est à dire que la résistance au choc thermique est faible [38].

Les grandes dimensions d'une pièce, provoquent des localisations thermiques considérables et des gradients thermiques importants entre la couche superficielle et les couches plus profondes. On constate que l'on a intérêt à choisir des formes simples dont les différences dimensionnelles sont minimales. Les entailles ont le même effet en choc thermique qu'en fatigue mécanique. La concentration de contraintes thermiques est toujours provoquée par la présence d'entaille, d'angle vif ou de fissures.

La conséquence pratique de ces concentrations locales est de réduire fortement la durée de vie des pièces en service [38].

L'existence même d'une fissure, modifie la géométrie de la pièce et par conséquent le gradient thermique des contraintes associées. Ce point est particulièrement important car il peut conditionner les cinétiques et les mécanismes de propagation des fissures [38].

### **III.5.4 Etat de surface**

Au paragraphe précédent (5-3), nous avons détaillé l'influence de l'état "macrogéométrique" sur la durée de vie des pièces subissant un cyclage thermique. Dans cette partie, nous abordons l'influence de l'état "microgéométrique" et l'état structural de la surface sur la résistance au choc thermique.

#### **III.5.4.1 Etat microgéométrique de la surface**

Les irrégularités superficielles influent sur la résistance au choc thermique par une concentration de contraintes thermiques au fond des micro-entailles (les rayures). Par ailleurs, les creux peuvent être le siège du phénomène de corrosion par la différence d'aération du milieu, ce qui favorise l'interaction de ces phénomènes avec la fissuration thermique [38].

#### **III.5.4.2 Influence des contraintes résiduelles**

Le mode d'usinage agit directement sur les contraintes résiduelles en surface. Ainsi FLAVENOT ET SKALLI [39], dans leur étude sur l'influence des conditions de rectification sur les contraintes résiduelles induites dans l'acier (42CD4) ont trouvé que :

- Pour la rectification douce, la pièce présente sensiblement la même structure et la même dureté que dans le métal de base.
- Par contre, pour une rectification sévère, la pièce présente en surface une couche de martensite non revenue ou «couche blanche » d'une dureté moyenne assez élevée de 650 HV jusqu'à une profondeur d'environ 25µm.

Au-dessous de cette couche, on trouve de la martensite «survenue» dont la dureté a chuté à 420 HV avant de retomber sur la dureté initiale du matériau 480 HV (figure III.2).

L'influence de ce dernier facteur (rectification sévère) peut jouer un rôle très important dans les mécanismes de ruine thermique.

P.FLUZIN, dans son étude sur les différents modes d'endommagement des cylindres de laminage à chaud [40] a observé que la fine pellicule superficielle très dure donc très fragile, favorise l'amorçage de fissures par choc thermique.

On a donc toujours intérêt à diminuer les perturbations structurales lors de l'usinage puisque le risque de choc thermique est envisagé.

### **III.5.5 Paramètres internes : caractéristiques du matériau**

Afin d'essayer d'améliorer la résistance au choc thermique d'un matériau, on peut agir sur ses propriétés (conductibilité thermique, coefficient de dilatation, module d'YOUNG), intervenir sur les caractéristiques mécaniques du métal en jouant sur le choix de la nuance d'acier ou sur ses conditions de traitement. D'une manière générale, pour le travail à chaud les aciers les plus fréquemment utilisés sont les aciers martensitiques, austénitiques, les alliages à base de nickel ou de cobalt.

Pour la plupart des aciers, les propriétés mécaniques se détériorent avec l'augmentation de la température. Il en est ainsi de la limite d'élasticité qui chute brutalement dès 400°C comme pour la résistance au fluage [41].

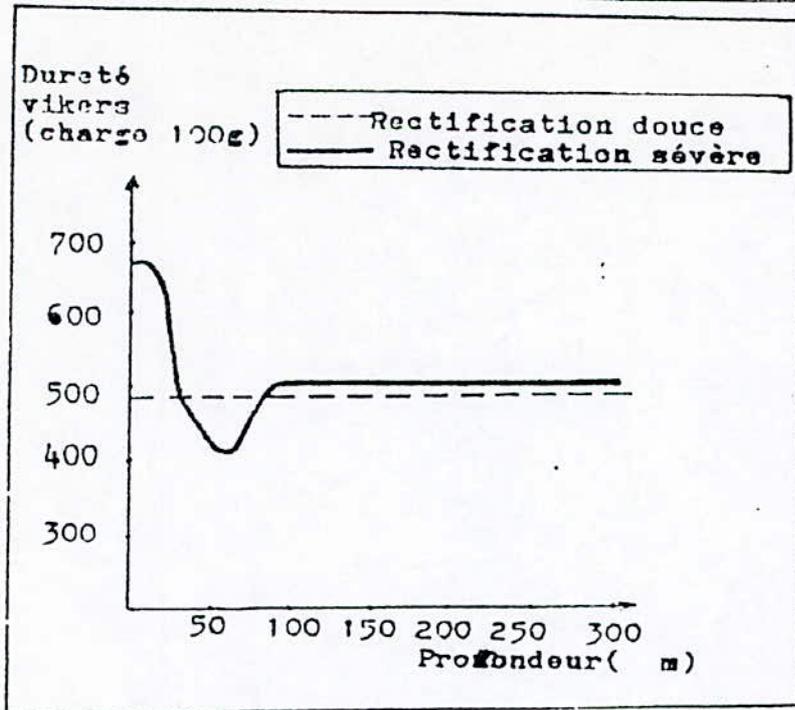
Il sera donc important de choisir un matériau présentant une haute limite d'élasticité à chaud et une bonne résistance au fluage ; mais on peut également employer un matériau ductile qui accommodera mieux les déformations plastiques alternées. Il faut par ailleurs considérer qu'une augmentation de la ténacité au dépend de la ductilité, favorise une plus grande sensibilité aux ruptures brutales par choc thermique.

En ce qui concerne le module d'élasticité, il est souhaitable qu'il soit le plus faible possible, car un module élevé implique des contraintes élevées [42].

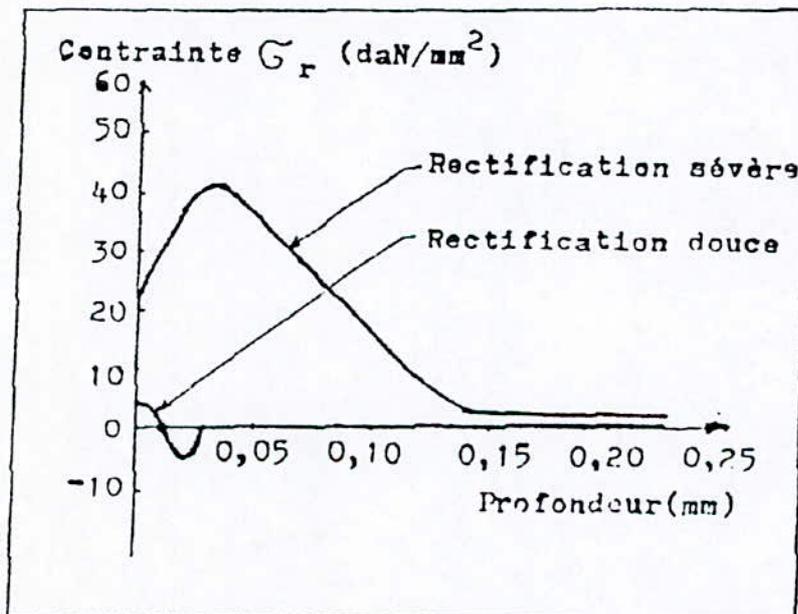
#### **III.5.5.1 Résistance au revenu et dureté à chaud**

Selon ROUSSEAU [40], la résistance au revenu est une propriété essentielle des aciers pour le travail à chaud. On considère en effet qu'il y a risque d'adoucissement rapide en service dès que la température d'emploi approche la température de revenu. Il y a toujours intérêt à utiliser la température de revenu la plus élevée possible qui soit compatible avec la dureté nécessaire pour un usage donné.

En ce qui concerne la dureté à chaud, ROUSSEAU considère que la fissure se propage plus vite dans un alliage adouci. Elle est favorisée par la présence d'éléments carburigènes tels que W, Mo, Cr, V, Ti, Nb susceptibles de former des carbures très durs.



(a)



(b)

Figure III.2 :

- (a) : États structuraux des couches rectifiées et courbes de microdureté.
- (b) : Répartition des contraintes résiduelles dans les pièces rectifiées [39].

La dureté à chaud dépend donc fortement du traitement thermique initial. Les nuances au Mo et au W surclassent dans ce domaine les aciers à 5% de Cr pour des températures de revenu supérieures à 575°C.

### **III.5.5.2 Résilience et ductilité**

Ces deux propriétés qui varient parallèlement permettent d'apprécier la résistance aux chocs thermiques ou mécaniques. Notons qu'une bonne résistance aux chocs thermiques exige en priorité une ductilité élevée [38].

### **III.5.5.3 Structure des alliages**

La résistance aux sollicitations thermiques d'un alliage est, en priorité, guidée par la nature des phases durcissantes. La morphologie, la distribution et l'importance de ces phases peuvent être considérées comme un des critères du choix. BIZON et SPERA, dans leur étude sur la résistance au choc et à la fatigue thermique de 26 alliages ont montré que les alliages ayant la durée de vie la plus longue sont ceux qui possèdent une orientation de la structure de solidification parallèle à l'axe de la solidification. Dans ce cas, la fissure traverse la matrice ductile des grains sans dévier dans le joint ou résident les carbures durs [38].

## **III.6 Transformations structurales au cours du cyclage**

Au cours du cyclage thermique et selon les conditions de l'essai, le matériau peut être le siège de certaines transformations structurales [37].

Les transformations structurales susceptibles de se produire au cours de la fatigue thermique provoquent des changements de morphologie des phases existantes.

Le maintien aux températures élevées, provoque le grossissement des grains. La taille des grains est d'autant plus importante que la température maximale est élevée et la durée de maintien à cette température est longue.

Si la température maximale du cycle est supérieure à la température de transformation du matériau et si la durée de maintien à cette température est suffisamment longue, le matériau peut subir des transformations de phases.

Les périodes de refroidissement du matériau correspondent à des trempes, les produits de la trempe sont souvent métastables et se décomposent pendant les périodes de chauffage. Le processus se déroule continuellement au cours du cyclage.

Lorsque les produits de la transformation sont stables (précipitation), la transformation s'effectue par fraction au cours de chaque cycle et elle devient totale après un certain nombre de cycles plus ou moins élevés.

### **III.7 Amorçage** [38]

En dehors des facteurs qui nous permettent de choisir les matériaux et leurs caractéristiques (physique et mécanique), plusieurs paramètres peuvent favoriser l'amorçage de fissures de fatigue thermique :

- les phases dues à l'élaboration du matériau peuvent dans le cas d'hétérogénéité de constitution de ce dernier (inclusion, précipités,...) induire des fragilités locales propices à l'amorçage de fissures. Ainsi, une inclusion généralement plus fragile que le matériau ne résistera pas à la déformation thermique imposée ; il en résultera une rupture par clivage ou un déchaussement de celle-ci provoquant à cet endroit une concentration de contraintes affaiblissant localement la résistance du matériau.
- l'état macro ou microgéométrique de la surface présente suivant sa qualité un potentiel d'amorçage non négligeable (effet d'entaille).  
L'usinage, généralement responsable de cet état de surface, peut également dans certains cas introduire des contraintes résiduelles de tension ou provoquer des modifications structurales importantes [43].
- l'environnement joue également un rôle important tant au stade de l'amorçage qu'à celui de la propagation bien que cette influence soit souvent considérée comme secondaire, D. Leroy [44] a nettement montré son importance en jouant sur la composition du milieu de refroidissement.

Il semble toute fois que l'amorçage soit conditionné par l'existence d'une couche d'oxydes superficielle, la fragmentation cellulaire de celle-ci favoriserait par corrosion locale l'amorçage des fissures. D'autre part, l'interface inclusion-matrice peut subir une séparation et créer une source supplémentaire pour l'amorçage des fissures.

### III.8 Propagation

Au cours de la propagation, les fissures restent tout d'abord dans le plan de glissement principal dans lequel elles sont apparues. A une certaine profondeur qui dépend surtout de la taille des grains, les fissures lors du franchissement des joints de grains quittent le plan de scission maximale pour le plan de la contrainte normale de tension maximale et se propagent perpendiculairement à celle-ci. En réalité, il n'y a pas une limite franche entre les deux stades de fissuration. Au cours du stade de propagation, la durée de vie est très réduite par la corrosion et par les produits qui en résultent [38].

Les fissures suivant un trajet le plus souvent transgranulaire et leur cinétique de propagation est d'autant plus grande que le matériau aura tendance à s'adoucir. D Leroy [44] a également observé dans bien des cas un effilochage en point de fissures qui interdit toute caractérisation de la cinétique de propagation.

### III.9 Rupture et ténacité

La ténacité est l'énergie de rupture d'un matériau. Pour caractériser la ténacité d'un matériau, il est nécessaire de déterminer les conditions de propagation des fissures dans un matériau en fonction des forces appliquées [24].

Tous les matériaux contiennent un certain nombre de microfissures qui deviennent instables et conduisent à la rupture lorsque la force appliquée dépasse une valeur critique.

Pour comprendre ce comportement, il faut analyser en détail les phénomènes se produisant à la pointe d'une fissure.

On peut augmenter la ténacité des matériaux en multipliant les possibilités d'absorption d'énergie par déformation plastique.

# **Chapitre IV :**

# **Méthodes expérimentales**

## Chapitre IV Méthodes expérimentales

### IV.1 Introduction

Pour étudier le comportement du revêtement métallique Z10C13 déposé sur des cylindres de laminoirs constitués de substrat en 25CD4 à chaud, et qui se dégradent par fatigue thermique, il est nécessaire de développer des essais de fatigue thermique représentatifs des sollicitations du fonctionnement industriel. On doit également prévoir des moyens de caractérisation non destructifs pour suivre l'évolution de l'endommagement au fur et à mesure de l'avancement des essais.

Notre technique expérimentale se limite aux méthodes d'investigations qui présentent l'avantage d'interpréter les résultats obtenus de façons claire et simple, sans avoir recours aux équipements sophistiqués.

Avant de nous attarder sur les méthodes expérimentales, nous commençons par une présentation des deux matériaux utilisés, le revêtement Z10C13 et le substrat 25CD4 avec leur composition chimique, et leurs caractéristiques mécaniques et physiques, ainsi que le procédé de dépôt de revêtement.

Notre choix de méthodes est porté sur :

- Les essais de dilatométrie.
- Les essais de chocs thermiques :

Les méthodes de caractérisations qui sont utilisées afin de comprendre les phénomènes qui se produisent au cours de la réalisation des essais de chocs thermiques, consistent en :

- Une étude métallographique au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB).
- Des essais de dureté.

Ces différents outils nous permettront de comparer l'état du matériau avant et après les chocs thermiques.

Les éprouvettes et les essais de dilatométrie et de chocs thermiques sont effectués au laboratoire de génie des matériaux, unité d'étude et de recherche mécanique appliquée (UERM), EMP, bordj El bahri.

**IV.2 Matériaux utilisés****IV.2.1 Le revêtement**

Le revêtement est un acier inoxydable martensitique fortement allié, le Z10C13. Il fait partie de la famille des aciers réfractaires, c'est à dire résistant à l'oxydation et à la corrosion par les gaz, à une température élevée.

La teneur en carbone est souvent limitée à 0.2 % pour éviter une formation trop importante de carbures de chrome qui, en appauvrissant la matrice en chrome, rendent le métal moins résistant à la corrosion.

La composition chimique du revêtement a été déterminée par une analyse semi-quantitative dont les résultats sont donnés ci-dessous. Les pourcentages sont donnés en pourcentage massique.

% en carbone(C) :	0.12
% en chrome(Cr) :	12
% en Nickel (Ni) :	2
% en molybdène (Mo) :	1.2
% en magnésium(Mn) :	1
% en silicium(Si) :	< 1
% en niobium (Nb) :	0.22
% en vanadium (S) :	0.15
% en fer (Fe) :	81.31

Les Caractéristiques physiques et mécaniques principales de ce type d'acier sont les suivantes :

Masse volumique	7700 Kg/m <sup>3</sup>
Coefficient de dilatation moyen en 10 <sup>-6</sup> /°C :	
Entre 20 et 100 °C :	10.5
Entre 20 et 300 °C :	11.5
Entre 20 et 500 °C :	12
Entre 20 et 800 °C :	13
Conductivité thermique en W/m.°k	
à 20 °C :	25
à 500 °C :	28
Chaleur spécifique :	0.46 J/g.k
Résistivité électrique :	0.60 Ω.mm <sup>2</sup> /m
Température de fusion :	environ 1500 °C
R <sub>0.02</sub> mini	410 MPa
Rmini (à la rupture)	590 MPa
A%	16
Température maximale d'emploi en atmosphère Oxydante : 800 °C	
Résistance à la rupture à température élevée :	
à 20 °C :	600 MPa
à 200 °C :	570 MPa
à 400 °C :	500 MPa

à 600 °C :

265 MPa

Les Applications connues de ces alliages en revêtement sont :

- construction mécanique (arbres de pompes, visserie, ressorts, soupapes)
- outillage, instruments chirurgicaux.
- coutellerie, quincaillerie
- industrie du pétrole
- usages à chaud.

#### IV.2.2 Le substrat

Le substrat est constitué d'un acier spécial, apte aux traitements thermiques, pour emploi à haute température, il s'agit du 25CD4.

Sa composition chimique (d'après la norme NF A 35-558) est donnée ci-dessous :

Les pourcentages sont donnés en pourcentage massique.

% en carbone (C) :	0.29
% en manganèse (Mn) :	0.9
% en silicium (Si) :	0.4
% en chrome (Cr) :	1.2
% en molybdène (Mo) :	0.25

Ses principales caractéristiques physiques sont :

Masse volumique	7850 Kg /m <sup>3</sup>
Coefficient de dilatation moyen en 10 <sup>-6</sup> /°C	
Entre 20 et 100 °C	11.1
Entre 20 et 200 °C	12.1
Entre 20 et 300 °C	12.9
Entre 20 et 400 °C	13.5
Entre 20 et 500 °C	13.9
Entre 20 et 600 °C	14.1
Conductivité thermique en W/m.°k :	
à 20 °C	42
à 300 °C	39
à 600 °C	33.5

Ses caractéristiques mécaniques sont :

Module d'élasticité en GPa	
à 20 °C	210
à 200 °C	195
à 400 °C	175
à 500 °C	165
à 600 °C	125
Caractéristique de fluage en MPa sous 10000 h	
à 450 °C	311

à 500 °C	176
à 550 °C	79
Contrainte provoquant 1 % de déformation en MPa sous 10000 h	
à 450 °C	226
à 500 °C	147
à 550 °C	64
Limite d'élasticité à température élevée, $R_{0.002}$ en MPa	
à 250 °C	392
à 400 °C	304
à 500 °C	235
Résilience minimum à 20°C	50 J/cm <sup>2</sup>

**IV.3 Procédé de réalisation du revêtement**

La technique utilisée pour la réalisation du revêtement en acier Z10C13 est le plasma à arc semi-transféré. Ce procédé utilise un arc d'amorçage ou un arc pilote et un arc transféré, tous deux réglables selon les conditions de travail. L'arc pilote amorcé sous haute fréquence entre la cathode et l'anode, stabilise l'arc principal et contrôle également la chaleur du jet de plasma. L'arc transféré fournit la chaleur à la poudre et commande celle qui est transmise à la pièce et par conséquent, la dilution du dépôt.

La poudre de rechargement fluidifiée, mélangée à un gaz porteur, est accélérée afin de pouvoir pénétrer dans l'arc contracté à l'intérieur de la torche et être entraîné par celui-ci. La poudre est ainsi chauffée et déposée sur la surface du substrat fondu.

Le principe du dépôt par torche plasma est reproduit sur la figure suivante :

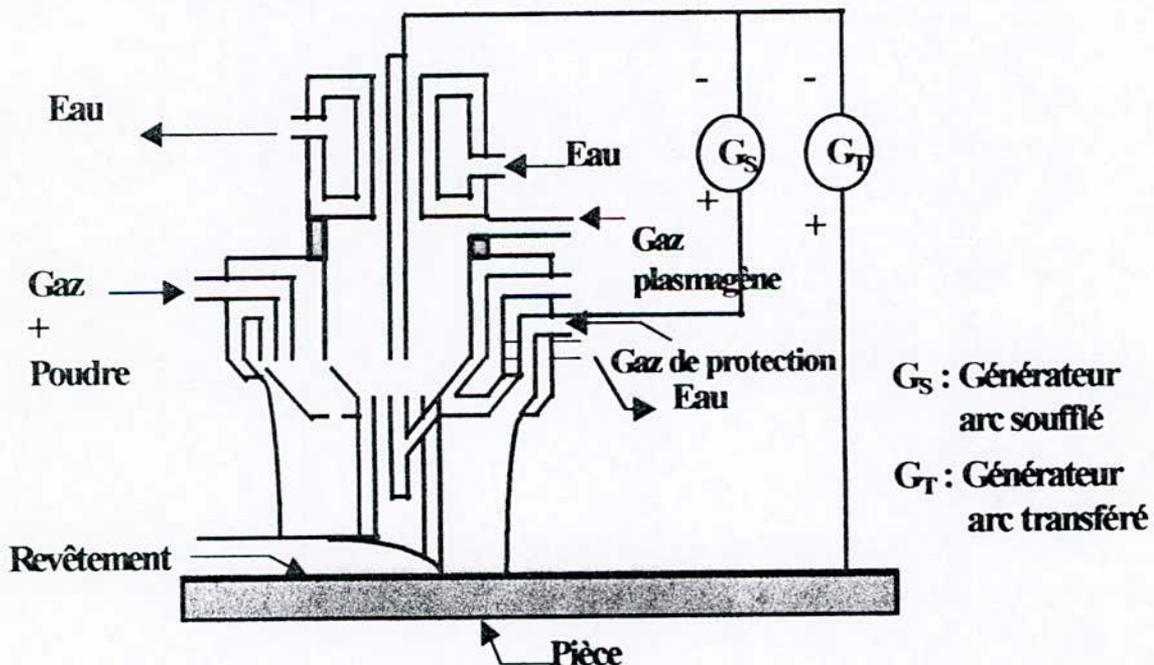


Figure IV.1 : Principe de rechargement par plasma à arc semi-transféré [33].

Dans notre cas, le revêtement est réalisé avec un faible taux de dilution du substrat (5%). C'est à dire qu'une faible partie du substrat (acier 25CD4) à été fondue afin d'être mélangée au dépôt en fusion. On évite ainsi une élévation trop importante de la température du substrat, qui aurait des effets néfastes bien connus.

La couche de dépôt est réalisée en plusieurs passes successives, les échantillons obtenus sont représentés sur la figure suivante :

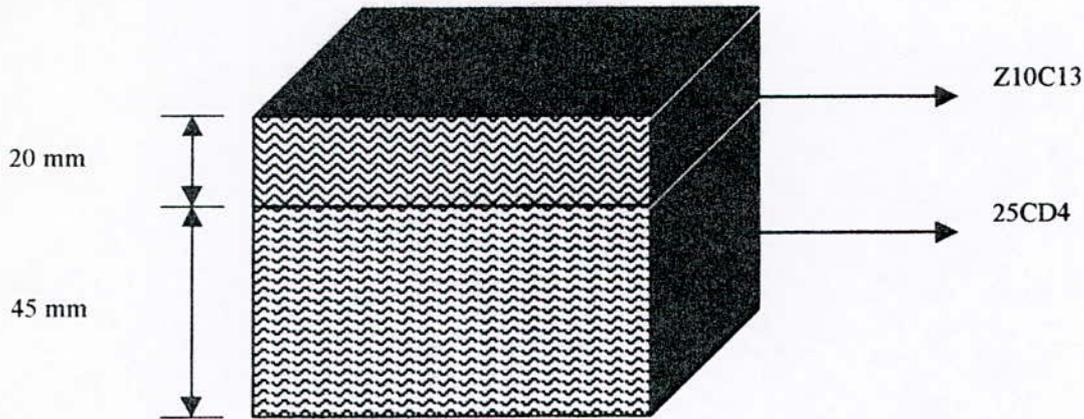


Figure IV.2 : échantillon de 25CD4 revêtu de Z10C13.

Les multimatériaux étant élaborés, leurs caractérisations s'effectueront sur des échantillons prélevés séparément sur le revêtement en Z10C13 et sur le substrat en 25CD4.

Les essais expérimentaux (dilatométrie, chocs thermiques, dureté ...) ont nécessité la confection d'éprouvettes conformes prélevées sur le revêtement ou le substrat.

Ces éprouvettes ont été réalisées en utilisant des moyens mécaniques usuels (tronçonnage, tournage, polissage ...).

Des échantillons de revêtement Z10C13 sont usinés pour obtenir la forme des éprouvettes représentée en figure IV.3 destinés aux essais de dilatométrie. Les autres découpés en petits échantillons de 6mm d'épaisseur et 12 mm de  $\varnothing$  sont destinés aux essais de chocs thermiques figure IV.6.

Le substrat à subir uniquement un usinage pour obtenir les éprouvettes de dilatometrie.

#### **IV.4 Techniques de caractérisation**

##### **IV.4.1 Essais de dilatométrie**

La dilatométrie est de loin la méthode la mieux adaptée pour suivre l'évolution d'une transformation dans un acier. En effet, les changements de phase se traduisent par l'apparition de produits ayant des réseaux cristallins différents et de densité différente, ce qui entraîne soit une expansion, soit une contraction de l'éprouvette. On arrive ainsi à caractériser la transformation en enregistrant les variations de la longueur de l'échantillon en fonction du temps pour les traitements isothermes, et en fonction de la température pour les traitements anisothermes.

Pour le calcul du comportement thermomécanique de la structure soumise à des contraintes thermiques, il est nécessaire de connaître certaines caractéristiques du matériau, notamment le coefficient de dilatation thermique du Z10C13 et 25CD4.

Le schéma des éprouvettes de dilatométrie est donné en figure IV.3 :

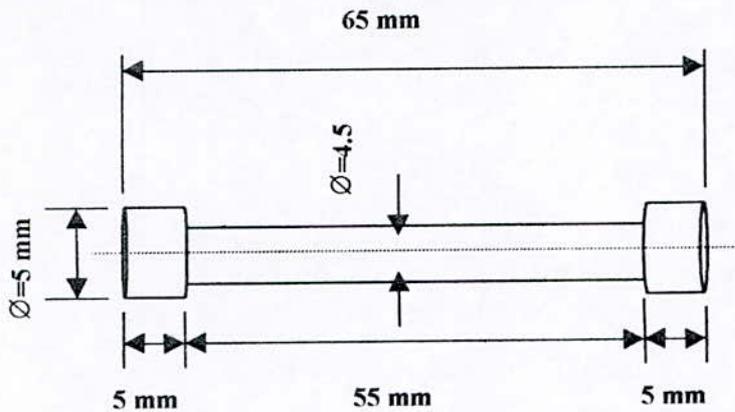


Figure IV.3 : Schéma des éprouvettes de dilatométrie

Les essais de dilatométrie ont été réalisés sur des échantillons en acier 25CD4 et en acier Z10C13 à partir d'un étalon en acier Pyros de longueur  $l_0 = 65$  mm, à une vitesse de chauffage de  $150^\circ\text{C/h}$  pour une gamme de température de  $20^\circ$  à  $1100^\circ\text{C}$ .

L'appareil utilisé est le dilatomètre différentiel Adamel-type chevenard modèle 50 dont le principe et le fonctionnement sont cités ci-après.

#### IV.4.1.1 Principe de fonctionnement du dilatomètre Adamel - Chevenard

La dilatation du métal ou de l'alliage étudié est comparée à celle d'un étalon convenablement choisi (c.a.d ne présentant aucune anomalie de dilatation) et porté à la même température. L'étalon est généralement constitué par un alliage dont les propriétés thermiques sont régulières et réversibles ; sa dilatation assure donc un repère précis de la température des deux éprouvettes.

Les appareils différentiels enregistrent la courbe  $\Delta l/l_0 = f(\theta)$

$\theta$  : désignant la température

$\Delta l/l_0$  : la différence de l'allongement du métal.

L'éprouvette étalon est constituée, dans cet appareil, d'un alliage peu oxydable, à dilatation régulière et réversible parfaitement connue, dénommé Pyros (Cr = 8%, W = 4%, Mn = 3%, Fe = 3%, le reste de Ni).

L'éprouvette métallique  $m$  et l'étalon  $P$  de forme cylindrique de longueur 65 mm et de  $\varnothing 5$  mm (figure IV.3) sont enfermés dans des tubes de silice  $T_1$  et  $T_2$  placés cote à cote et symétriquement dans un four électrique à résistance. Leurs dilatations sont transmises à un trépied amplificateur en alliage Invar, par l'intermédiaire de tiges silice  $t_1$  et  $t_2$  prolongées par des coulisseaux d'acier  $C_1$  et  $C_2$ .

les points mobiles du trépied (figure IV.4).

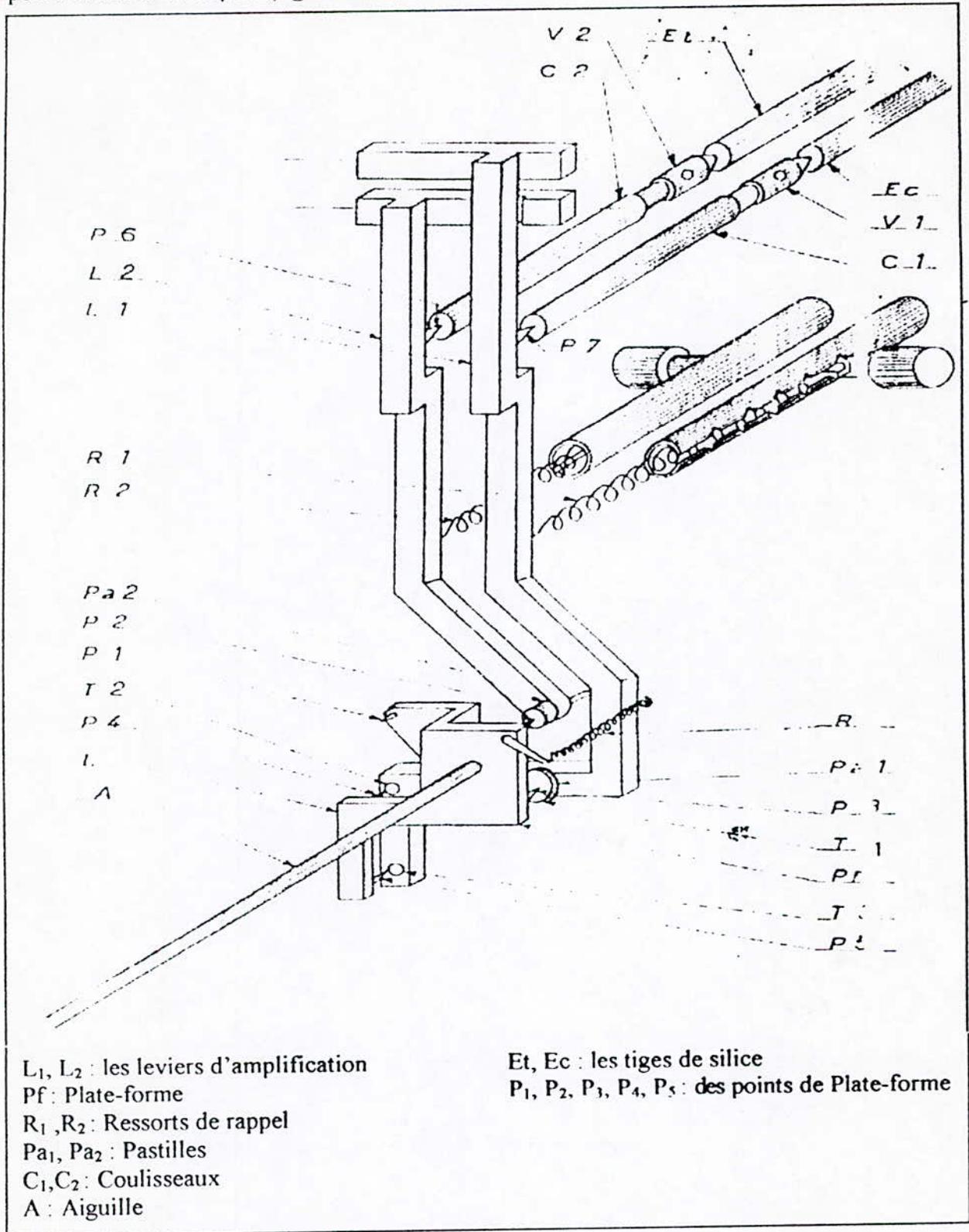


Figure IV.4 : Les leviers d'amplification [45].

L'augmentation de la longueur agissant sur les coulisseaux, représente l'excès de l'allongement de chacune des éprouvettes métalliques sur l'allongement d'une égale longueur de silice. En effet, l'allongement résultant est obtenu en faisant la somme algébrique des

allongements de la tige  $t$  et de l'éprouvette  $m$  d'une part, et du tube de silice  $T$  d'autre part (figure IV.5). On voit que la dilatation du tube  $T$  dans sa partie  $AB$  et de la tige  $t$  se composent exactement. Est donc transmise au coulisseau, la somme algébrique des allongements de l'échantillon  $m$  et du tube  $T$  pour sa portion  $BC$ . Le trépied en forme de triangle rectangle compose, par l'intermédiaire de leviers, la dilatation des éprouvettes en un digramme à coordonnées cartésiennes[46].

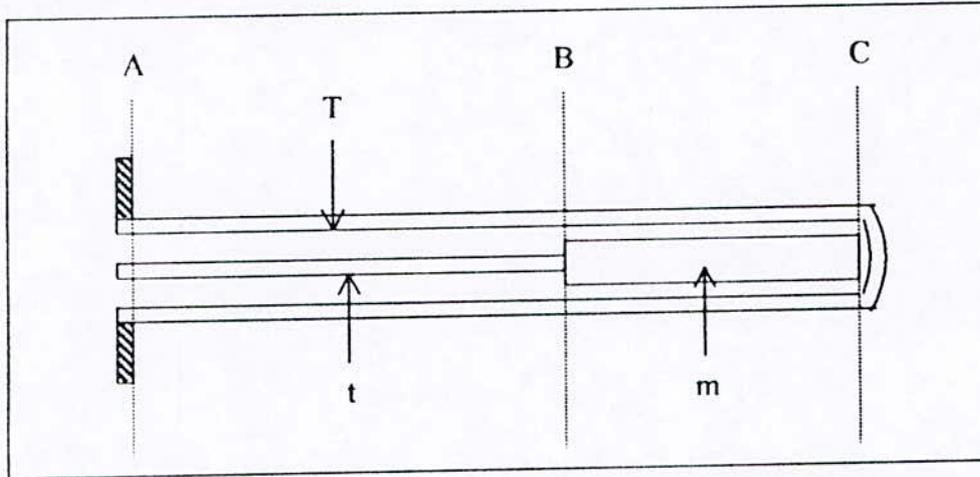


Figure IV.5 : Calcul de l'allongement de l'éprouvette  $m$  [46].

L'enregistrement se fait à l'aide d'une longue aiguille dont l'extrémité décrit la courbe sur une feuille de papier.

Afin d'obtenir une courbe plane, la feuille est fixée sur un tableau vertical animé d'un mouvement de va et vient. La courbe est donc formée de points ; mais ceux-ci sont généralement assez rapprochés pour donner l'illusion d'une courbe continue. Ce dispositif a aussi l'avantage d'éliminer les frottements.

Le diagramme se trace sous les yeux de l'opérateur qui peut ainsi intervenir facilement à tout moment pour modifier l'allure du chauffage.

Le chauffage assuré par un four électrique à réglage automatique, permettant d'imposer à l'éprouvette un cycle de chauffage (température - temps) approprié et ceci grâce à la forme du gabarit placé sur le tambour [45].

#### IV.4.1.2 Elaboration des diagrammes

Dans ce qui suit, nous appellerons :

- X : les abscisses correspondant aux températures : axe horizontal sur la feuille d'enregistrement.
- Y : les ordonnées correspondant aux dilatations : axe vertical sur la feuille d'enregistrement.
- $L_0$  : longueur commune de l'étalon et de l'échantillon à  $0^\circ\text{C}$ .
- $L$  : longueur de l'échantillon (ou de l'étalon) à la température  $T^\circ\text{C}$ .
- $\Delta$  : le rapport  $L - L_0 / L_0$ .

le type de montage utilisé pour tracer la courbe directe est tel que, suivant chaque axe

le type de montage utilisé pour tracer la courbe directe est tel que, suivant chaque axe de coordonnées cartésiennes, sont respectivement mesurées les quantités :

$$X = K_1 L_0 (\Delta p - \Delta s_{io_2}) \quad \text{VI.1}$$

$$Y = K_2 L_0 \Delta \text{éch} \quad \text{VI.2}$$

D'où :

$$K_1 = 87.8$$

$$K_2 = 75$$

Pour la détermination de la température en un point quelconque de la courbe, il suffit d'appliquer la formule VI.1 en abscisse en donnant successivement au terme  $\Delta p - \Delta s_{io_2}$  (après calculé à un  $X_t$  donnée) les valeurs correspondantes, lues dans la table de dilatation du pyros.

#### IV.4.2 CHOCS THERMIQUES

##### IV.4.2.1 Mode opératoire

Les échantillons de forme cylindriques de petite taille (12 mm de diamètre et 6 mm d'épaisseur) figure IV.6 sont placés pendant un temps  $t$  minutes dans le four réglé à une température  $T$  °C ; le four utilisé est un four thermorégulé de type Volca Mc 18 de Prolabo. Ils sont ensuite refroidis brutalement à l'eau glacée 0 °C en immergeant les échantillons totalement pendant 5s. Le cycle thermique obtenu a la forme présentée dans la figure IV.7. Le contrôle des températures est réalisé à l'aide d'un thermocouple.

Dans cette étude nous avons effectué trois expériences :

- Première expérience : étude de l'effet du nombre de chocs thermiques :

Cette première expérience a pour but de suivre les évolutions structurales et caractéristiques mécaniques du revêtement au cours du cyclage thermique par rapport à l'état initial.

Un premier essai pour un nombre de 10 chocs, un second pour 15 chocs.

Les conditions expérimentales adoptés pour ces essais sont :

- Température du four (T maximale constante) : 500°C
- Temps de maintien à chaud (t constant) : 5minutes
- Température du bain de l'eau glacée : 0°C
- Temps de maintien à froid : 5s

On pourra ensuite comparer les diverses caractéristiques du matériau (structure, dureté, etc...) avant et après les chocs thermiques.

- Deuxième expérience : étude de l'effet de la durée de maintien à chaud :

Comme dans l'expérience précédente, on cherche à identifier les changements au niveau de la structure et caractéristiques mécaniques qui existent par rapport à l'état initial mais ici en jouant sur le paramètre temps de maintien à chaud tout en conservant le nombre de chocs thermiques et la température du four constants.

Un premier essai pour un temps de maintien de 6 minutes et un second pour 10 minutes.

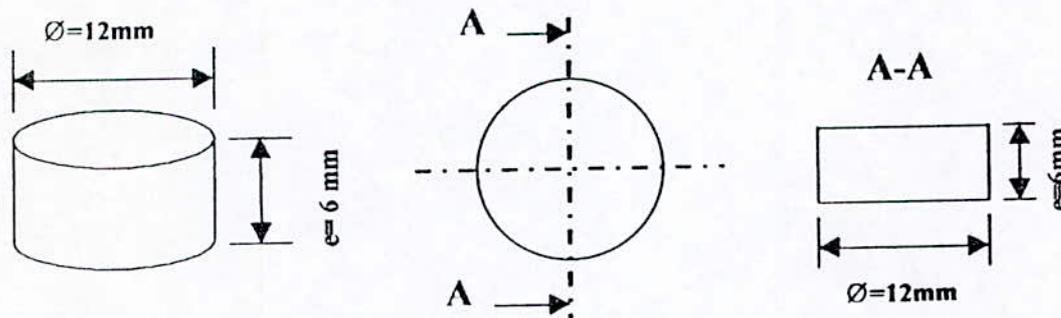
- Température du four (T maximale constante) : 500°C
- Température du bain de l'eau glacée : 0°C
- Temps de maintien à froid : 5s
- Nombre de chocs thermiques : 15

**Troisième expérience : étude de l'effet de la température maximale à chaud :**

Le but de cette expérience est analogue au premier mais celui-ci se distingue par les variations de la température du four (température maximale à chaud), tout en laissant le nombre de chocs thermiques et le temps de maintien à chaud constant.  
Un premier essai pour une température maximale de 500°C, un second pour 600°C.

Les conditions de cet essai sont :

- Temps de maintien à chaud (t constant) : 6 minutes
- Température du bain de l'eau glacée : 0°C
- Temps de maintien à froid : 5s
- Nombre de chocs thermiques : 15 chocs



**Figure IV.6 : Pièce d'essai de choc thermique**

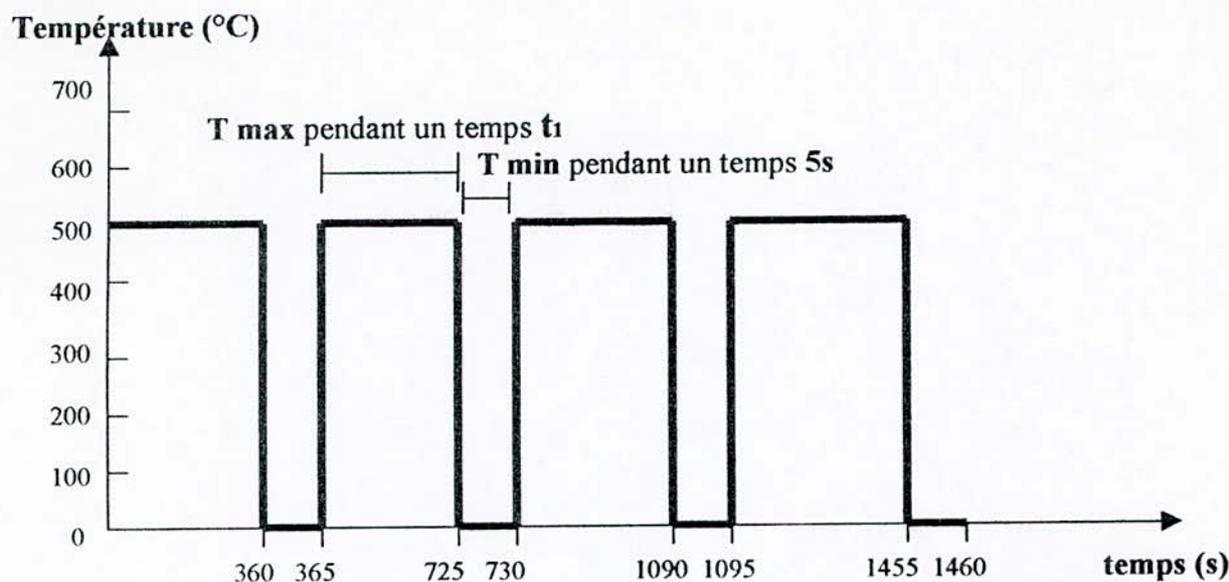


Figure IV.7 : Forme des cycles thermiques

#### IV.4.2.2 Etude métallographique

Avant la caractérisation structurale, une préparation minutieuse des échantillons a été faite. Les pièces ont subi d'abord des polissages aux papiers abrasifs de granulométrie décroissante 400, 500, 1000 et 1200 sous lubrification d'eau, suivi d'une finition au feutre avec de la pâte diamantée d'alumine ( $0.3\mu$ ) jusqu'à la disparition des stries.

Le polissage mécanique a été fait sur une polisseuse de type Mecapol 3B.

Pour faire l'attaque chimique de la surface du revêtement, nous avons utilisé le réactif de Catella pendant 20 secondes. La composition de ce réactif est la suivante :

Composé	HCl	Acide picrique	CH <sub>3</sub> COOH	Alcool éthylique concentré
Quantité	5 ml	1 g	3 ml	50 ml

Tableau IV.1 : Composition chimique de la solution d'attaque

Les échantillons, une fois attaqués, rincés à l'eau et séchés, ont fait l'objet de deux observations :

- Une observation au microscope optique à lumière polarisée pour suivre l'évolution de la structure au fil des chocs. Le grossissement utilisé est de 600 fois.
- Une observation au microscope électronique à balayage de type Philips 515. L'observation micrographique au microscope optique a été complétée par une observation au MEB dans le but de déceler une éventuelle fissuration dans le matériau. Aussi, le fort grossissement nous permet de suivre les évolutions microstructurales pour mettre en évidence les transformations

au cours du cyclage.

#### IV4.2.3 Essai de dureté :

L'essai de dureté, consiste à mesurer l'aptitude de la résistance à la pénétration de l'acier. Pour une bonne reproductibilité des résultats, la surface visée a reçu une bonne planéité et un bon polissage.

On a utilisé la méthode vickers qui consiste à imprimer dans la pièce un pénétrateur en forme de pyramide droite de diamant à base carrée d'angle au sommet  $136^\circ$  sous une charge  $p$  et à mesurer la diagonale  $d$  de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge. L'avantage du diamant est l'absence de déformation du pénétrateur quand on mesure des duretés élevées.

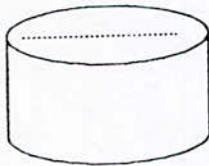
La dureté du matériau s'exprime par le nombre de vickers :

$$HV = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$

Ou:

- $P$  : charge appliquée en kgf (= 40 kgf)
  - $d$  : diagonale de l'empreinte en mm. La valeur  $d$  retenue est égale à la moyenne des mesures des deux diagonales de l'empreinte.
- Les mesures ont été faites à l'aide d'un duromètre de marque Amsler-otto wolpert 110 doté d'un système optique d'agrandissement.

Les analyses ont été effectuées sur le revêtement constitué de Z10C13, ce qui nous donne un profil de dureté.



Les distances mentionnées dans les tableaux de dureté (chapitre V) sont celles séparant le point de mesure et le bord de l'échantillon.

Figure IV.8 : profil de dureté vickers.

# **Chapitre V :**

# **Résultats et interprétations**

## V.1 Etude dilatométrique

### V.1.1 Analyse dilatométrique du substrat 25CD4

L'essai de dilatométrie de l'acier 25CD4 nous a permis de révéler les résultats présentés au tableau V.1.

Le passage de la courbe obtenue du dilatomètre  $Y = f(X)$  à l'élaboration du diagramme  $\Delta l/l_0 = f(T)$  se fait de la manière citée au chapitre IV :  $X = K_1 L_0 (\Delta p - \Delta \sigma_{i02})$ ,  
 $Y = K_2 L_0 \Delta \text{éch}$ .

x	y	$\Delta p - \Delta \sigma_i$	T(°C)	$\Delta l/l_0$
0	0	0	0	0
1,42	1,24	0,24881724	25	0,00025458
6,42	5,61	1,12493429	88,8410992	0,00115099
11,42	9,98	2,00105134	155,959657	0,0020474
16,42	14,35	2,87716839	220,084666	0,00294381
21,42	18,72	3,75328544	281,731879	0,00384022
26,42	23,09	4,62940249	340,626833	0,00473663
31,42	27,46	5,50551954	396,55187	0,00563304
36,42	31,83	6,38163659	450,700999	0,00652945
41,42	36,20	7,25775364	503,397273	0,00742586
46,42	40,57	8,13387069	554,820155	0,00832227
48,92	42,76	8,57192921	579,995932	0,00877048
51,42	44,94	9,00998773	605,112939	0,00921868
53,82	46,74	9,43052392	629,007041	0,00958791
56,42	48,74	9,88610478	653,632131	0,00999817
58,82	50,54	10,306641	676,738516	0,0103674
60,82	51,74	10,6570878	695,993835	0,01061355
62,42	52,24	10,9374452	711,152968	0,01071612
62,92	51,49	11,0250569	715,863274	0,01056227
63,62	49,24	11,1477133	722,457704	0,01010073
64,72	46,24	11,3404591	732,820382	0,00948535
66,52	44,64	11,6558612	749,777484	0,00915714
68,32	43,94	11,9712634	766,382284	0,00901355
70,42	45,24	12,3392325	785,749079	0,00928022
72,42	46,74	12,6896793	804,10718	0,00958791
74,42	48,49	13,0401262	822,171454	0,00994689
76,42	50,49	13,390573	840,235722	0,01035714
78,42	52,24	13,7410198	858,132313	0,01071612
80,42	54,04	14,0914666	875,831646	0,01108535
81,42	55,24	14,26669	884,681313	0,0113315
82,42	56,24	14,4419134	893,53098	0,01153663

Tableau V.1 : résultats obtenus par l'essai de dilatométrie du substrat 25CD4.

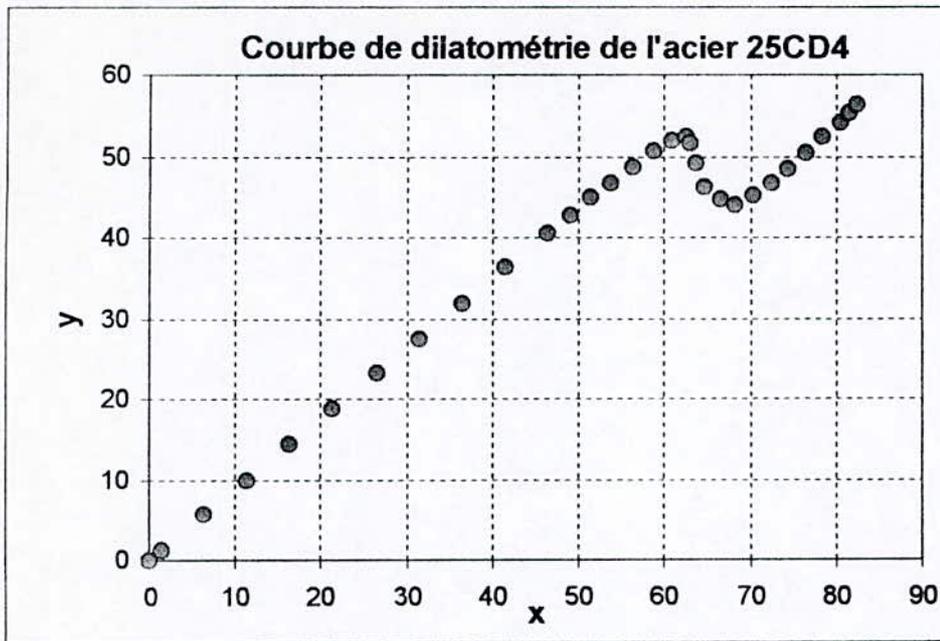


Figure V.1 : Courbe de dilatométrie de l'acier 25CD4

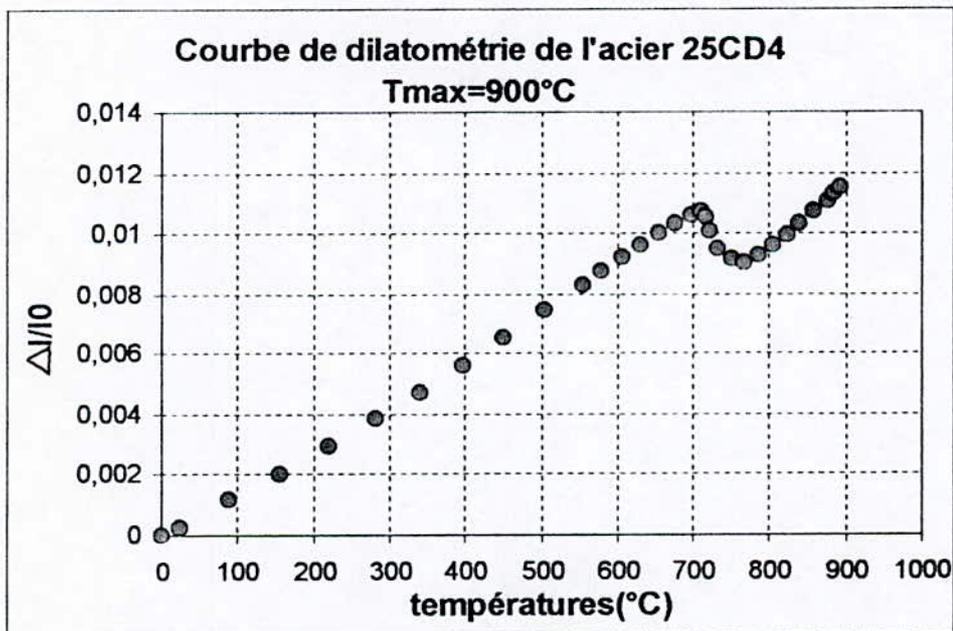


Figure V.2 : Courbe de dilatométrie de l'acier 25CD4  
Tmax=900°C

**Interprétation :**

L'analyse de la courbe dilatométrique de l'acier 25CD4 nous a permis de dégager plusieurs points.

La courbe  $\Delta l/l_0 = f(T)$  obtenue pour la gamme de température 20-900°C est représenté par une :

- droite de pente  $\alpha$  (coefficient de dilatation linéique) dont la valeur est  $14.99.10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) dans le domaine de température 20-500°C.

- Une contraction qui se manifeste par une courbure qui suit la partie rectiligne et s'amorce au passage du point singulier  $Ac_1$  (point de raccordement de l'arrondi avec la portion rectiligne)

dont  $Ac_1 \approx 705^\circ\text{C}$

- Une expansion qui se manifeste par une portion rectiligne présente à la suite de la courbure, commençant au point  $Ac_3$  (le premier point commun entre le prolongement de la partie rectiligne et la courbe) jusqu'à la température maximale.

dont  $Ac_3 \approx 804^\circ\text{C}$

Cette courbe dilatométrique présente donc une stabilité structurale entre 20 et 500 °C représentée par la partie rectiligne. Celle-ci se prolonge jusqu'au point  $Ac_1$  où on assiste au début de la transformation de la ferrite en austénite qui s'achève au point  $Ac_3$  (fin de transformation de l'austénite). Au-delà de  $Ac_3$ , on assiste à un grossissement des grains austénitiques.

Ces paramètres sont proches des valeurs théoriques d'un acier 25CD4.

**V.1.2 Analyse dilatométrique du revêtement Z10C13**

Avant de présenter les résultats obtenus, on signale qu'on a mené deux essais dilatométrique pour le revêtement Z10C13 et cela dans le but de faire une comparaison entre les deux essais et vérifier s'il y a des différences majeures, avant de prendre les valeurs des paramètres caractéristiques les plus estimables.

Le passage de la courbe obtenue du dilatomètre  $Y = f(X)$  à l'élaboration du diagramme  $\Delta l/l_0 = f(T)$  se fait de la même manière que pour l'acier 25CD4.

**V.1.2.1 1<sup>er</sup> essai :**

Les résultats obtenus de l'essai de dilatométrie de l'acier Z10C13 sont présentés au tableau ci-dessous.

x	y	$\Delta p - \Delta si$	T(°c)	$\Delta l/l_0$
0	0	0	0	0
1,42	1,10	0,25	25	0,0002272
7,24	5,65	1,27	100	0,0011584
12,89	10,06	2,25901067	175	0,00206275
18,54	14,46	3,24940386	247,058251	0,0029671
24,12	18,87	4,23979705	314,653136	0,00387144
29,85	23,28	5,23019023	379,125964	0,00477579
35,50	27,69	6,22058342	440,776755	0,00568014
41,15	32,10	7,2109766	500,645683	0,00658449
46,81	36,51	8,20136979	558,699413	0,00748883
52,46	40,92	9,19176298	615,097943	0,00839318
55,28	42,39	9,68695957	642,608865	0,00869463
58,11	44,08	10,1821562	669,89869	0,00904246
60,94	46,06	10,6773528	697,107285	0,00944826
63,76	47,47	11,1725493	723,792976	0,00973811
65,17	48,04	11,4201476	737,104712	0,00985405
66,59	48,04	11,6677459	750,407681	0,00985405
68,00	48,04	11,9153442	763,439171	0,00985405
69,41	47,48	12,1629425	776,47066	0,00973811
70,83	47,19	12,4105408	789,502149	0,00968014
71,67	45,21	12,5590998	797,321043	0,00927434
72,24	45,21	12,6581391	802,481398	0,00927434
75,07	46,34	13,1533357	828,006996	0,00950623
77,89	47,76	13,6485323	853,461228	0,00979608
80,72	49,45	14,1437289	878,471157	0,01014391
83,54	51,71	14,6389255	903,446275	0,01060768
86,37	53,69	15,1341221	928,206105	0,01101347
89,20	56,80	15,6293187	952,907789	0,01165115
92,02	59,34	16,1245153	977,183898	0,01217289
97,67	65,00	17,1149085	1025,23598	0,01333231
102,76	70,65	18,0062623	1072,63341	0,01449173

**Tableau V.2 : résultats obtenus par l'essai de dilatométrie du revêtement Z10C13  
1<sup>er</sup> essai.**

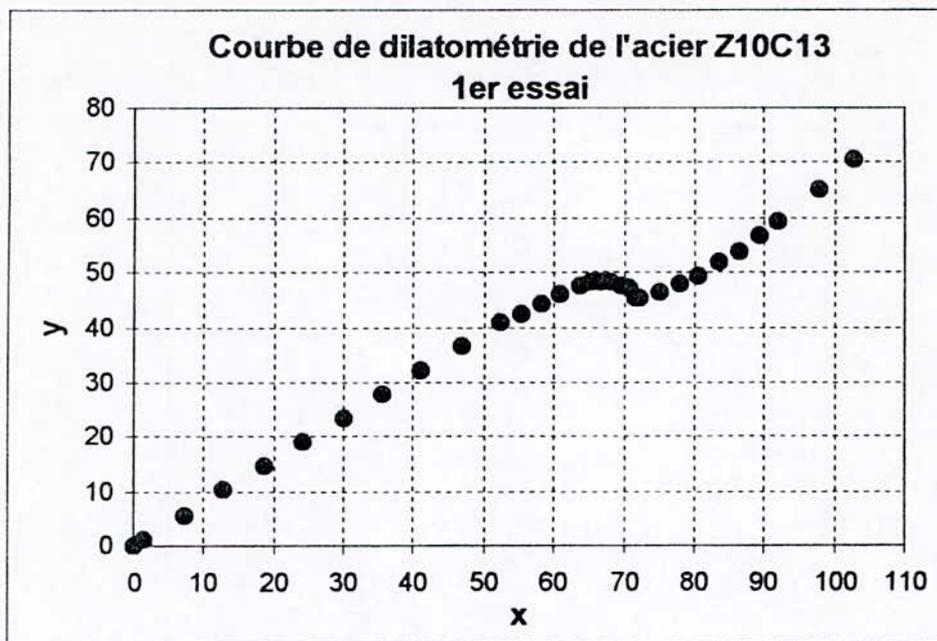


Figure V.3 : Courbe de dilatométrie de l'acier Z10C13 -1<sup>er</sup> essai

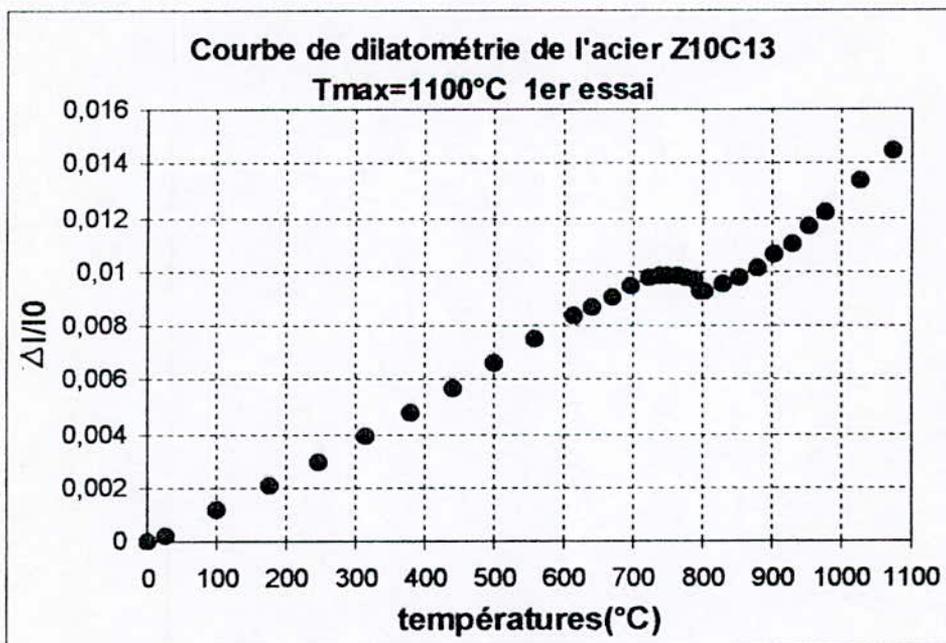


Figure V.4 : Courbe de dilatométrie de l'acier Z10C13 Tmax=1100°C -1<sup>er</sup> essai

**Interprétation :**

L'allure de la courbe dilatométrique  $\Delta l/l_0 = f(T)$  obtenue de l'acier Z10C13 pour la gamme de température 20-1100°C est une courbe classique composée :

- d'une droite de pente **b** (coefficient de dilatation linéique) dont la valeur  $13.36.10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  dans le domaine de température 20-500°C.

- Un arrondi qui suit la partie rectiligne traduisant la contraction de la transformation  $\alpha^1 \rightarrow \gamma$  allant du point  $A_{c1}$  jusqu'à la fin de transformation austénitique.

- Une expansion qui se manifeste par une portion rectiligne présente à la suite de l'arrondi commençant au point  $A_{c3}$  (la tangente horizontale au point considéré) dont les points singuliers sont :

$$A_{c1} \approx 626 \text{ } ^\circ\text{C}$$

et

$$A_{c3} \approx 802 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Cette courbe dilatométrique ne présente aucune expansion, contraction ou anomalies liées au phénomène de précipitation et de mise en solutions de constituants intermétalliques ou de carbures entre 20 et 500°C. Ceci qui nous permet de dire que l'acier martensitique Z10C13 possède une stabilité structurale entre 20 et 500°C, représentée par la partie rectiligne, et qui se prolonge jusqu'au point  $A_{c1}$  où on assiste au début de la transformation de la martensite en austénite qui s'achève au point  $A_{c3}$  (fin de transformation de l'austénite).

Au-delà de  $A_{c3}$ , on assiste à un grossissement des grains austénitiques.

Sachant qu'une anomalie existe à 450°C lors des essais précédents.

**Origine de l'anomalie :**

Si on examine la courbe de revenu d'un alliage à 12% Cr-0.1% C, on constate qu'un durcissement secondaire, lié probablement à un changement de précipitation, se produit vers 400/450°C. Il y a alors formation de phases du type  $M_2X$  ((Nb,V) (C,N)) et de précipités

$M_7C_3$ . Cette précipitation serait formée par nucléation séparée mais aussi par transformation de  $M_3C$  en  $M_7C_3$ . Avec des éléments tels que Nb, V, Mo, ... , la phase  $M_2X$  devient plus stable que  $M_7C_3$  et serait responsable de l'essentiel du durcissement secondaire [47].

On peut penser que ce durcissement pourrait être de plus, provoqué par le regroupement des dislocations autour des particules formées de carbonitride de niobium ou de vanadium, qui donnerait naissance à de fortes contraintes internes dans le matériau et donc une croissance sensible de la composante cinématique  $X$ . Lorsque ce champ de contrainte devient trop intense pour que d'autres dislocations puissent parvenir à se regrouper autour des particules, survient alors le stade de saturation qui se traduit par une stabilisation du niveau de  $X$  [47].

La précipitation de la phase  $M_2X$  a été, par ailleurs, observée en microscopie électronique en transmission sollicitation à 500°C en fatigue oligocyclique.

Nous émettons également, l'hypothèse de la démixtion des atomes de chrome à la température de 450°C. En effet, ceux-ci pourraient migrer vers les joints de grains ce qui peut donner lieu au durcissement secondaire constaté [48]. Selon CIZERON et VILAR [49], cette démixtion se manifesterait avec un maximum d'acuité aux températures voisines de 475°C conséquemment à une transformation structurale à l'état solide des solutions fer-chrome riches en soluté. Elle se caractérise par une précipitation, au sein de la matrice ferritique, de fines particules, de faibles dimensions ( $< 200\text{\AA}$ ) ; la précipitation serait, selon ces mêmes auteurs, associée à l'existence d'une lacune de miscibilité s'étendant, sur le diagramme métastable fer-chrome, jusqu'à des températures supérieures à celle généralement admise pour la transformation eutectoïde.

V.1.2.2 2<sup>ème</sup> essai :

On trace le digramme de la courbe dilatométrique de la même manière que le 1<sup>er</sup> essai  
Les résultats obtenus sont présentés au tableau V.3.

x	y	$\Delta p - \Delta s_i$	T(°C)	$\Delta l/l_0$
0	0	0	0	0
1,42	1,09	0,24881724	25	0,00022275
1,84	1,41	0,32241107	30	0,00028863
7,49	5,73	1,31280426	103,292635	0,00117524
13,14	10,05	2,30319745	178,176283	0,00206186
18,80	14,37	3,29359063	250,245934	0,00294847
24,45	18,70	4,28398382	317,598921	0,00383509
30,10	23,02	5,274377	381,922595	0,00472171
35,75	27,34	6,26477019	443,504333	0,00560832
41,41	31,66	7,25516338	503,244905	0,00649494
47,06	35,99	8,24555656	561,238883	0,00738155
52,71	40,31	9,23594975	617,552764	0,00826817
55,54	41,82	9,73114634	645,063686	0,00857848
56,95	42,67	9,97874464	658,722233	0,0087524
58,36	43,23	10,2263429	672,326535	0,00886834
59,77	43,80	10,4739412	685,930837	0,00898428
61,19	42,67	10,7215395	699,535139	0,0087524
63,45	41,54	11,1176968	720,843914	0,00852051
64,01	40,97	11,2167361	726,168609	0,00840457
65,43	40,98	11,4643344	739,480345	0,00840457
66,84	41,25	11,7119327	752,733301	0,00846254
69,67	42,10	12,2071293	778,796279	0,00863645
72,49	43,80	12,7023259	804,759067	0,00898428
75,32	45,49	13,1975225	830,284664	0,00933211
76,73	46,34	13,4451208	843,047463	0,00950602
78,14	47,19	13,6927191	855,692884	0,00967993
80,97	49,17	14,1879157	880,702813	0,01008573
83,80	51,15	14,6831123	905,655615	0,01049153
86,62	53,41	15,1783089	930,415445	0,01095529
89,45	55,67	15,6735055	955,073799	0,01141906
92,27	57,92	16,1687021	979,34814	0,01188283
95,10	60,19	16,6638986	1003,55282	0,0123466
97,93	62,45	17,1590952	1027,36035	0,01281037
100,75	64,43	17,6542918	1051,11568	0,01321616
103,58	66,69	18,1494884	1074,73754	0,01367993

Tableau V.1 : résultats obtenus par l'essai de dilatométrie du revêtement Z10C13  
2<sup>ème</sup> essai

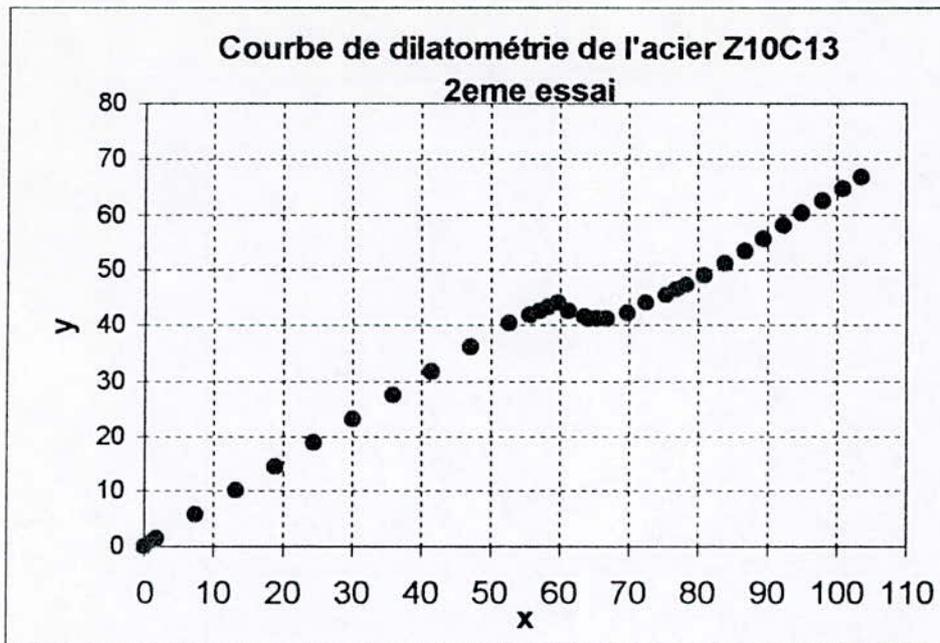


Figure V.5 : Courbe de dilatométrie de l'acier Z10C13 -2<sup>eme</sup> essai

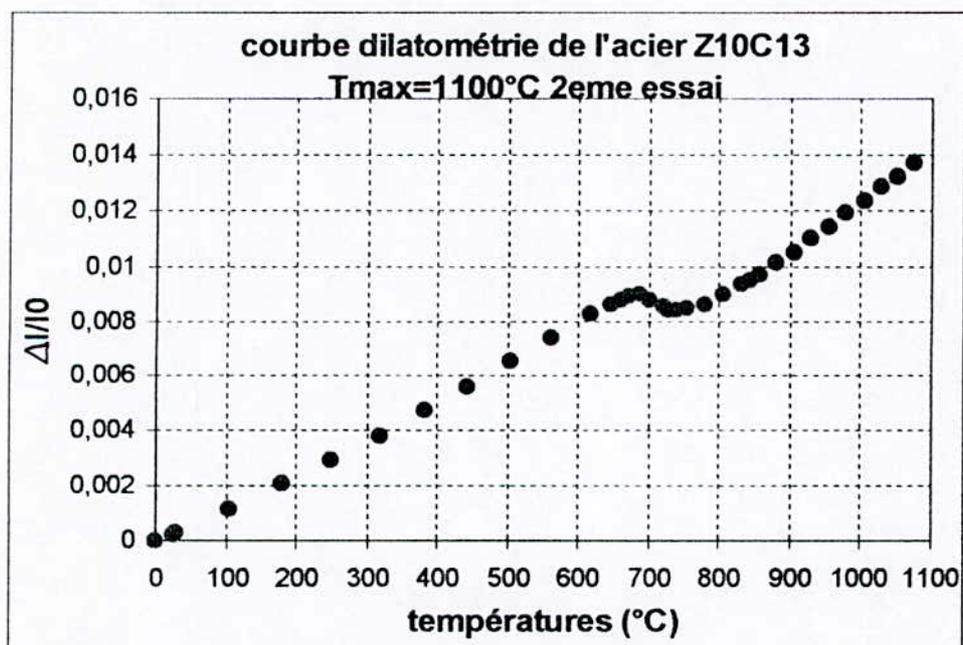


Figure V.6 : Courbe de dilatométrie de l'acier Z10C13 Tmax =1100°C -2<sup>eme</sup> essai

**Interprétation :**

L'allure de la courbe dilatométrique  $\Delta l/l_0 = f(T)$  obtenue de l'acier Z10C13 pour la gamme de température 20-1100°C dans le deuxième essai n'a pas montré une différence majeure avec la courbe du premier essai.

On limite notre remarque sur les paramètres caractéristique de la courbe dilatométrique

Une droite de pente  $\alpha$  (coefficient de dilatation linéique) dont la valeur  $13.11.10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  à été constatée dans le domaine de température 20-500°C. Les points singuliers sont :

$$\begin{aligned} & A_{c1} \approx 637^\circ\text{C} \\ \text{et} & \\ & A_{c3} \approx 834 \text{ } ^\circ\text{C} \end{aligned}$$

Ces paramètres sont proches des valeurs théoriques d'un acier Z10C13.

Les valeurs des points singuliers sont très proches entre les essais, ainsi que le coefficient de dilatation linéique, cela confirme la précision de nos résultats obtenus dans les deux essais.

## V.2 chocs thermiques

### V.2.1 Etude métallographique

L'étude a comporté plusieurs parties. Dans un premier temps nous avons observé la structure de l'échantillon uniquement constitué de revêtement à l'état initial (sans chocs thermiques). On a pu observer la structure martensitique attendue de forme aiguilleuse de longueur et d'orientation variable trop croisée, en notant toutefois que les limites entre grains (joints de grains) était difficiles à discerner. La structure de ce revêtement est désorganisée (Photo n°1).

Dans un deuxième temps, nous devons observer l'évolution de cette structure au fil des expériences citées précédemment (chapitre IV) afin d'identifier l'effet de chaque paramètre du cyclage thermique et de constater une éventuelle évolution.

Nous nous sommes rendus compte qu'il n'y 'a pas eu un changement structural significatif pour toutes les expériences où on a fait varier le temps de maintien, le nombre de chocs et les températures.

Pour cette raison, on a jugé utile de prendre deux photos représentatives, l'une correspond à l'échantillon choqué 10 fois et l'autre relative à celui choqué 15 fois (à température de 500°C, temps de maintien 6min) présentant une structure martensitique similaire à celle de l'état initial et aux autres échantillons (Photo n°2, 3).

L'observation au microscope électronique à balayage a montré l'existence des pores de microfissures dans l'échantillon choqué 15 fois, à température de 500°C et temps de maintien 6min, (photo n°4). On peut justifier l'existence de ces pores à ce stade d'essai par la sévérité des conditions de l'expérience, volume petit de 0.678 cm<sup>3</sup>. Le refroidissement se fait par immersion totale du revêtement Z10C13.



Photo n°1 : Echantillon de Z10C13 avant chocs thermiques,  $\times 600$ .

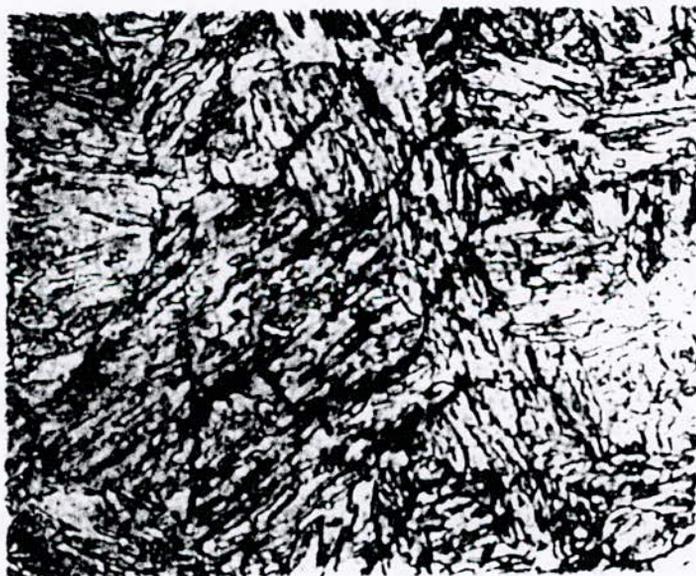


Photo n°2 : Structure du revêtement après une série de 15 chocs, à température de  $500^{\circ}\text{C}$ , temps de maintien 6min,  $\times 650$ .

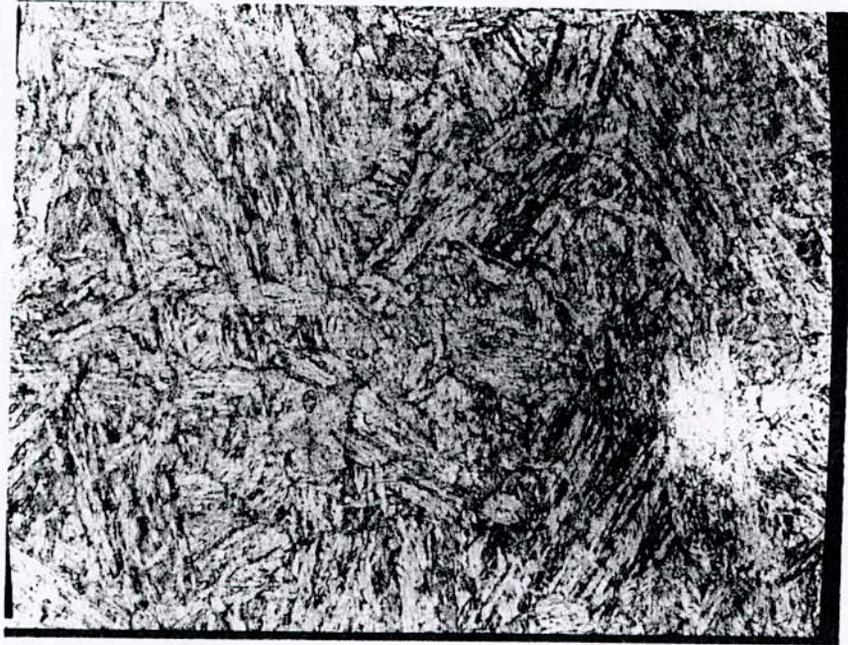


Photo n°3 : Structure du revêtement après une série de 15 chocs, à température de 500°C, temps de maintien 6min,  $\times 600$ .



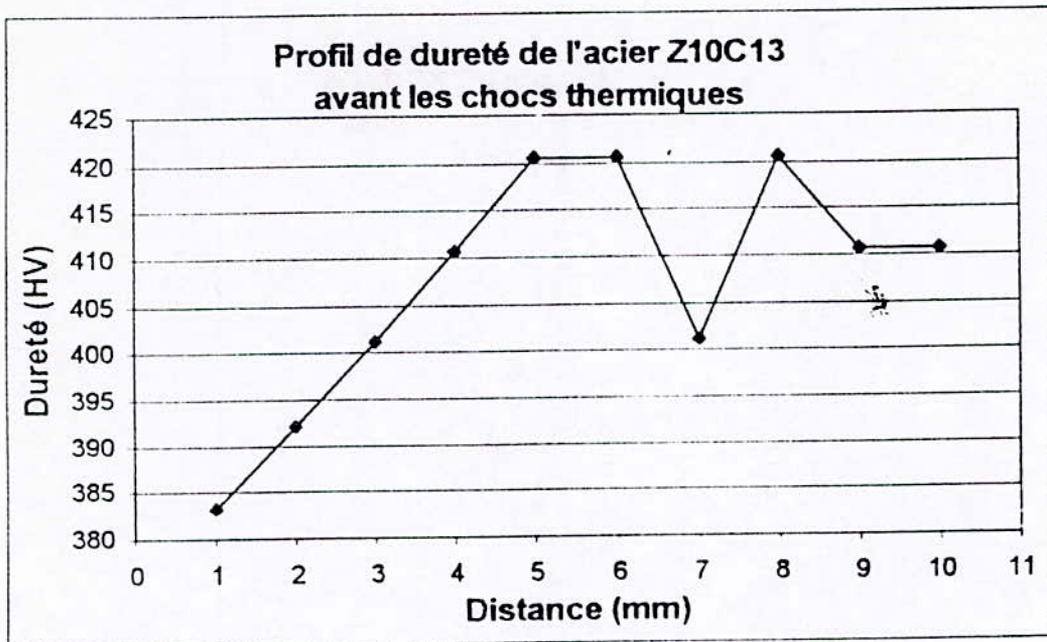
Photo n°4 : Observation au MEB. Structure du revêtement après une série de 15 chocs, à température de 500°C, temps de maintien 6min

**V.2.2 Dureté HV****V.2.2.1 Etat initial**

Echantillon de l'acier Z10C13 avant chocs thermiques.

d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	(d <sub>1</sub> +d <sub>2</sub> )/2	D(mm)	Hv
0,44	0,44	0,44	1	383,1404959
0,43	0,44	0,435	2	391,9989431
0,44	0,42	0,43	3	401,168199
0,43	0,42	0,425	4	410,6629758
0,42	0,42	0,42	5	420,4988662
0,42	0,42	0,42	6	420,4988662
0,43	0,43	0,43	7	401,168199
0,41	0,43	0,42	8	420,4988662
0,42	0,43	0,425	9	410,6629758
0,42	0,43	0,425	10	410,6629758

**Tableau V.4 : Résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13.**



**Figure V.7 : Profil de dureté HV de l'acier Z10C13  
avant chocs thermiques.**

**Interprétation :**

D'après la courbe de la figure V.1, on remarque une homogénéité de la dureté sur toute la surface de l'échantillon.

Cette dureté a une valeur moyenne de 407.01 HV, correspondant à un acier dur.

**V.2.2.2 Première expérience :** influence du nombre de chocs thermiques.

1- Echantillon de l'acier Z10C13 après 10 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6minutes.

d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	d <sub>1</sub> +d <sub>2</sub> /2	D(mm)	Hv
0,43	0,43	0,43	1	401,168199
0,44	0,44	0,44	2	383,1404959
0,42	0,43	0,425	3	410,6629758
0,43	0,43	0,43	4	401,168199
0,42	0,42	0,42	5	420,4988662
0,41	0,42	0,415	6	430,6924082
0,42	0,42	0,42	7	420,4988662
0,41	0,43	0,42	8	420,4988662
0,42	0,41	0,415	9	430,6924082
0,43	0,4	0,415	10	430,6924082

**Tableau V.5 : Résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 après 10 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6minutes.**

2- Echantillon de l'acier Z10C13 après 15 chocs, à 500°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.

d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	(d <sub>1</sub> +d <sub>2</sub> )/2	D(mm)	Hv
0,44	0,42	0,43	1	401,168199
0,43	0,42	0,425	2	410,6629758
0,42	0,42	0,42	3	420,4988662
0,42	0,43	0,425	4	410,6629758
0,42	0,42	0,42	5	420,4988662
0,42	0,42	0,42	6	420,4988662
0,43	0,43	0,43	7	401,168199
0,42	0,41	0,415	8	430,6924082
0,41	0,41	0,41	9	441,2611541
0,41	0,41	0,41	10	441,2611541

**Tableau V.6 : Résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6minutes.**

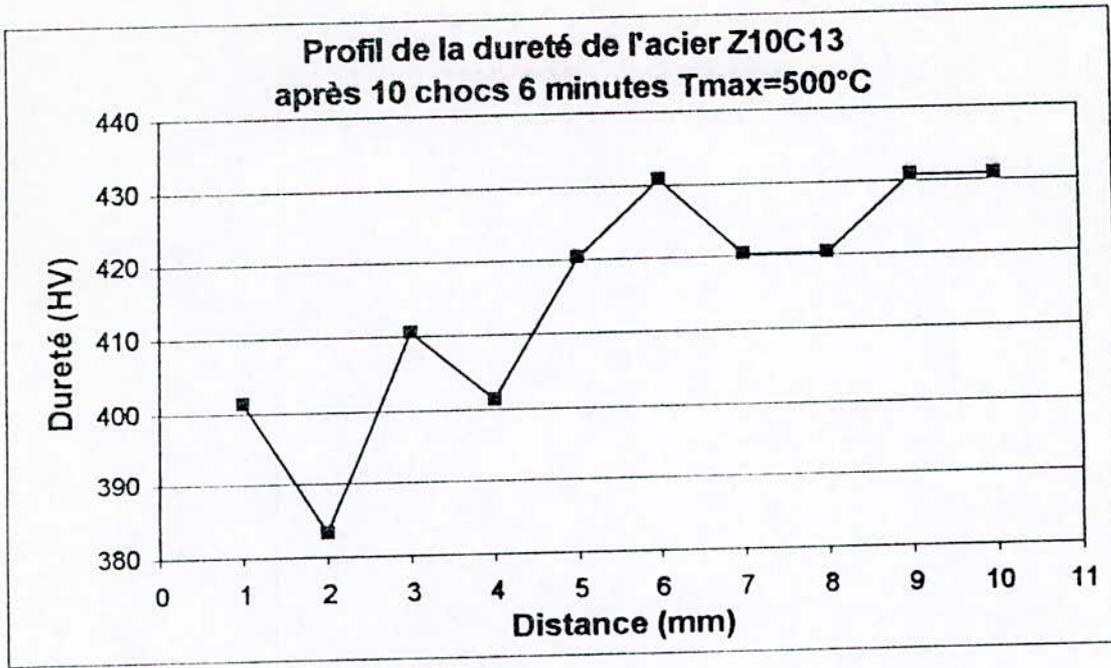


Figure V.8 : Profil de dureté HV de l'acier Z10C13 après 10 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.

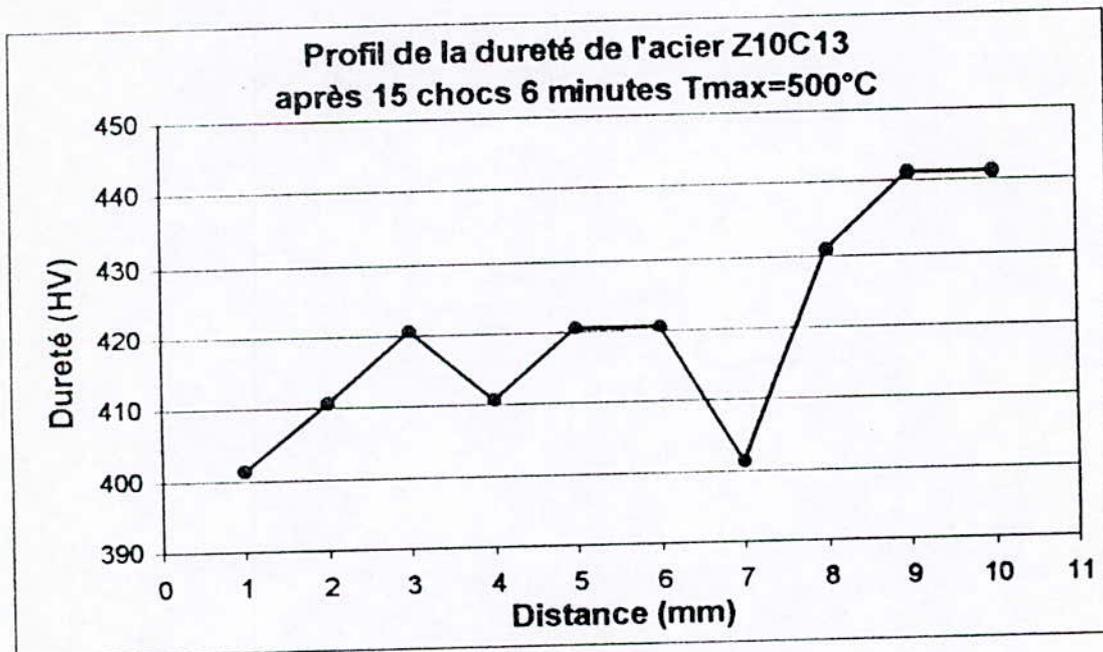
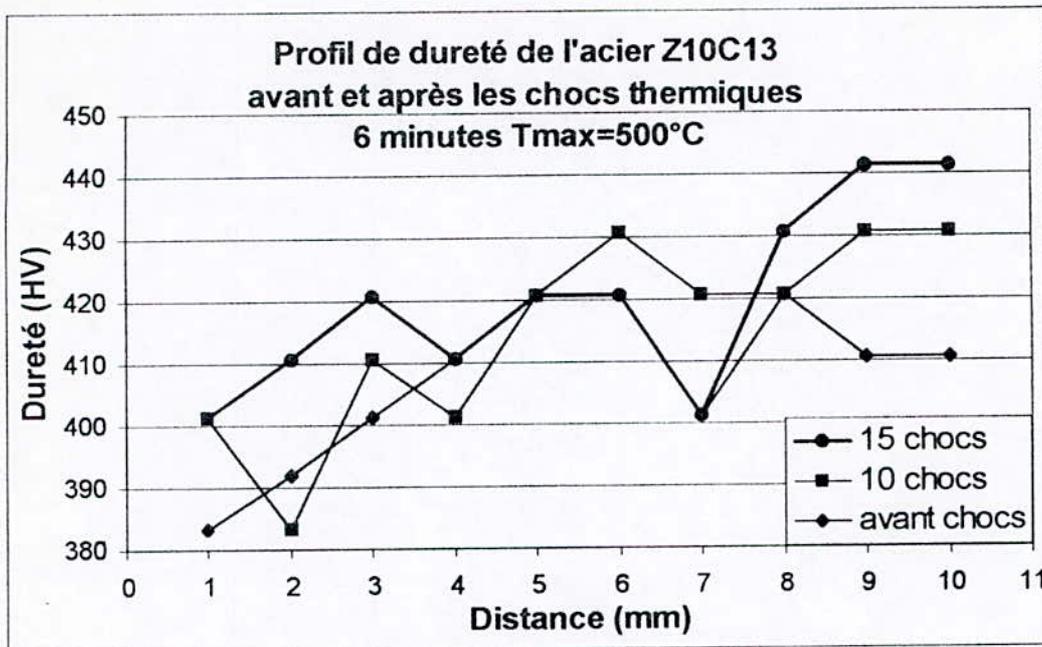


Figure V.9 : Profil de dureté HV de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.



**Figure V.10 : Superposition de profil de dureté HV de l'acier Z10C13 au cours des essais de la première expérience.**

### Interprétation :

Les résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 obtenus montrent un faible durcissement au cours du cyclage thermique, ce qui veut dire que la dureté avait tendance à augmenter faiblement au fil des chocs.

Elles passent d'une valeur moyenne de 407.01 HV avant les chocs thermiques à une valeur moyenne de 414.97 HV après 10 chocs et à 419.84 après 15 chocs.

On remarque que la différence entre la valeur moyenne à l'état initial et le premier essai après 10 chocs est de 7.96 HV et de 4.87 HV entre le premier essai et le deuxième essai après 15 chocs.

Cela est dû probablement à la présence du carbure du type  $M_{23}C_6$  après 10 chocs et l'augmentation de la quantité de ce carbure après 15 chocs.

Les résultats obtenus donc ne révèlent pas une différence significative après les chocs réalisés, la dureté varie peu, donc une série de 10 et 15 chocs avait peu d'influence sur la dureté.

Ces résultats, confirment les résultats obtenus lors de l'observation métallographique où le nombre de chocs avait peu d'influence sur la structure.

**V.2.2.3 Deuxième expérience :** influence de la durée de maintien à chaud.

1- Echantillon de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6minutes.

Les résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6minutes sont donnés au tableau V.6 p 66.

2- Echantillon de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 10 minutes.

d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	(d <sub>1</sub> +d <sub>2</sub> )/2	D(mm)	Hv
0,41	0,42	0,415	1	430,6924082
0,42	0,42	0,42	2	420,4988662
0,415	0,41	0,4125	3	435,928742
0,41	0,4	0,405	4	452,2237464
0,42	0,425	0,4225	5	415,5372711
0,41	0,42	0,415	6	430,6924082
0,41	0,41	0,41	7	441,2611541
0,42	0,41	0,415	8	430,6924082
0,41	0,41	0,41	9	441,2611541
0,42	0,41	0,415	10	430,6924082

**Tableau V.7 : Résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 10 minutes.**

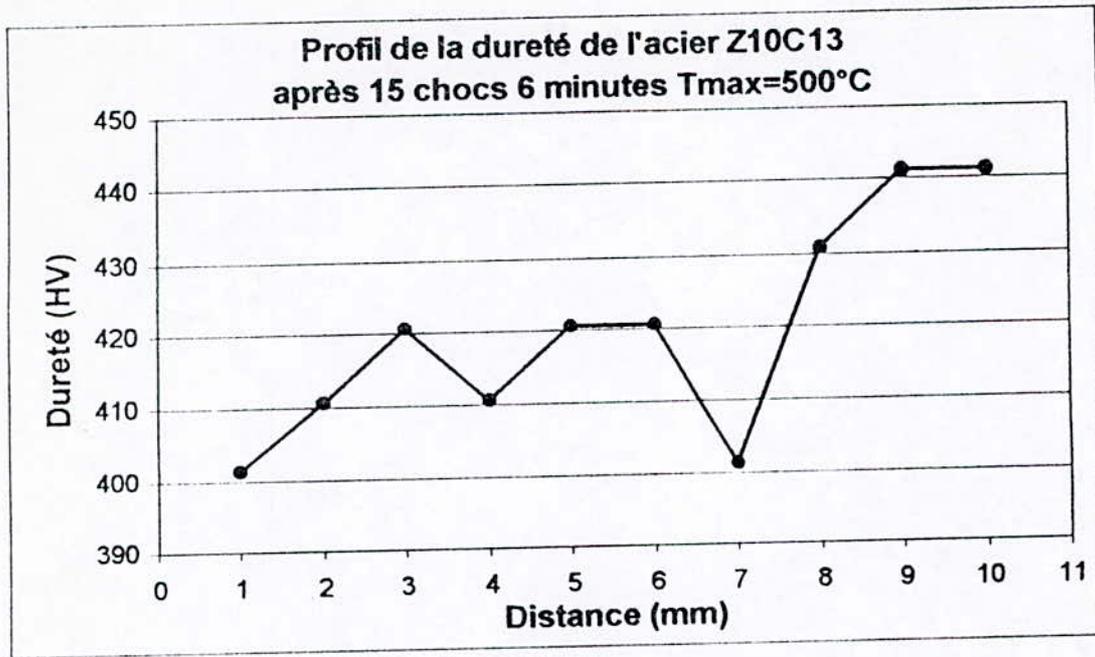


Figure V.11 : profil de dureté HV de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6minutes.

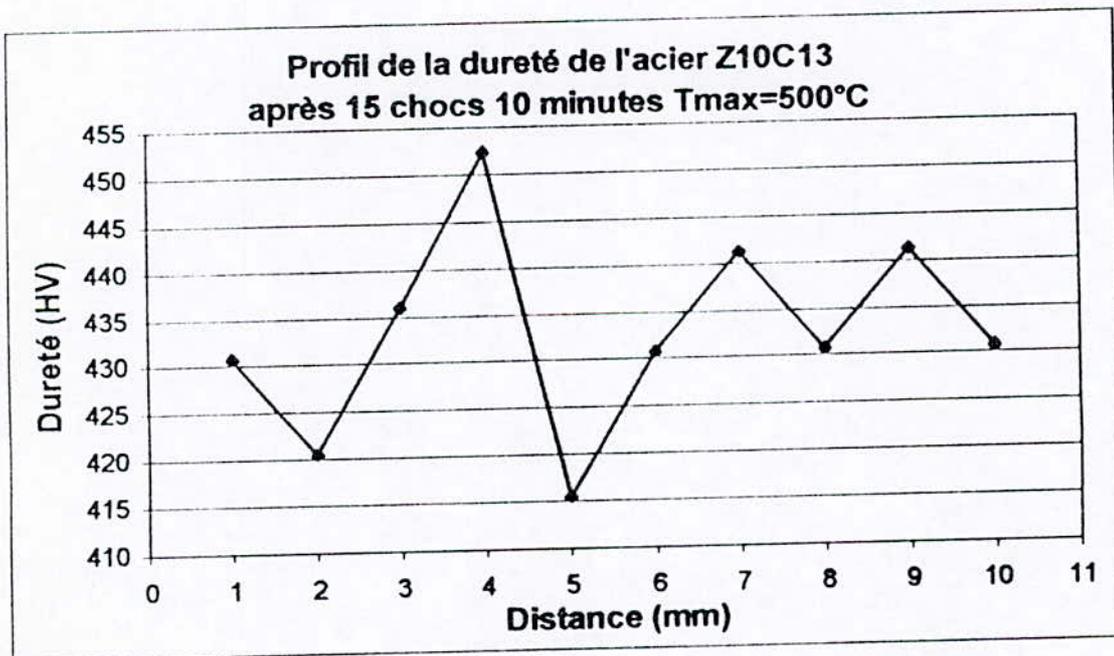
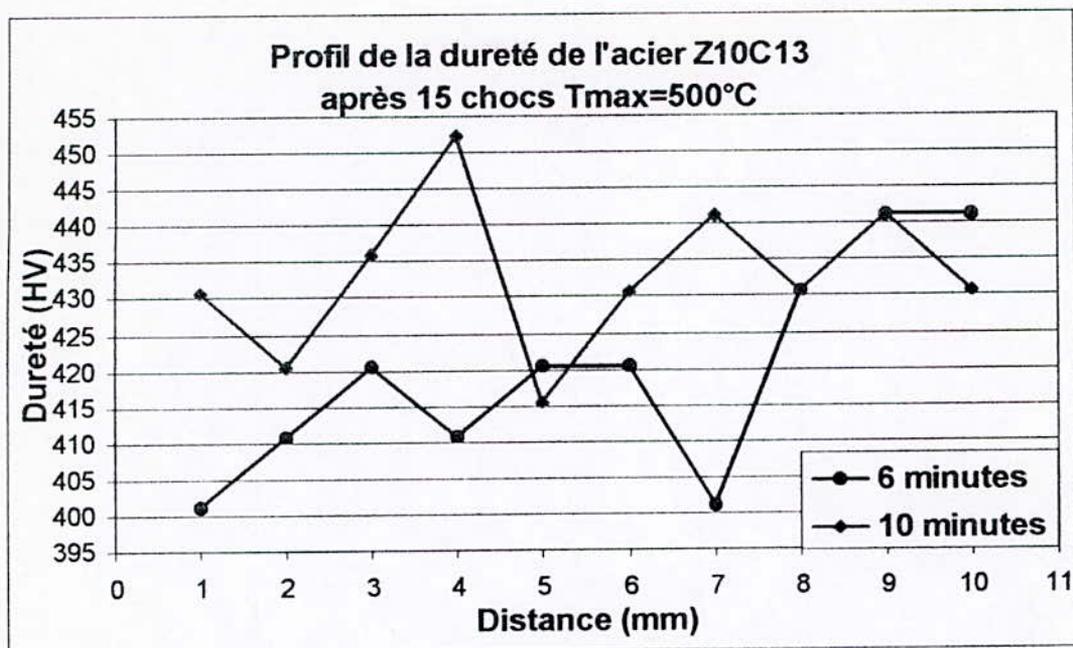


Figure V.12 : Profil de dureté HV de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 10 minutes.



**Figure V.13 : Superposition de profil de dureté HV de l'acier Z10C13 au cours des essais de la deuxième expérience.**

### Interprétation:

En comparant les mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 entre les essais de deuxième expérience, on remarque que la dureté lors de temps de maintien 10 minutes est légèrement plus grande que la dureté lors du temps de maintien 6 minutes.

Elle passe d'une valeur moyenne de 419.84 HV après 6 minutes de maintien à une valeur moyenne de 432.95 HV après 10 minutes de maintien.

On remarque que la différence entre la valeur moyenne du premier essai après 6 minutes de maintien et le deuxième essai après 10 minutes de maintien est de 13.11 HV.

Cela est dû à la croissance du carbure du type  $M_{23}C_6$  après 10 minutes de maintien.

La petite différence entre les valeurs moyennes de dureté de deux essais, nous permet de dire qu'il y a une stabilité de la dureté, donc le temps de maintien n'a pas une grande influence sur la dureté.

Ces résultats, confortent les résultats obtenus lors de l'observation métallographique où on a constaté une stabilité structurale à ce stade d'expérimentation.

**V.2.2.4 Troisième expérience :** influence de la température maximale à chaud.

1- Echantillon de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.

Les résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6 minutes sont données au tableau V.6 p 66.

2- Echantillon de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 600°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.

d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	(d <sub>1</sub> +d <sub>2</sub> )/2	D(mm)	Hv
0,46	0,44	0,45	1	366,3012346
0,44	0,45	0,445	2	374,5789673
0,45	0,45	0,45	3	366,3012346
0,44	0,44	0,44	4	383,1404959
0,44	0,46	0,45	5	366,3012346
0,44	0,46	0,45	6	366,3012346
0,44	0,47	0,455	7	358,2948919
0,45	0,45	0,45	8	366,3012346
0,44	0,46	0,45	9	366,3012346
0,45	0,46	0,455	10	358,2948919

**Tableau V.8 : Résultats des mesures de dureté sur le revêtement Z10C13 après 15 chocs à 600°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.**

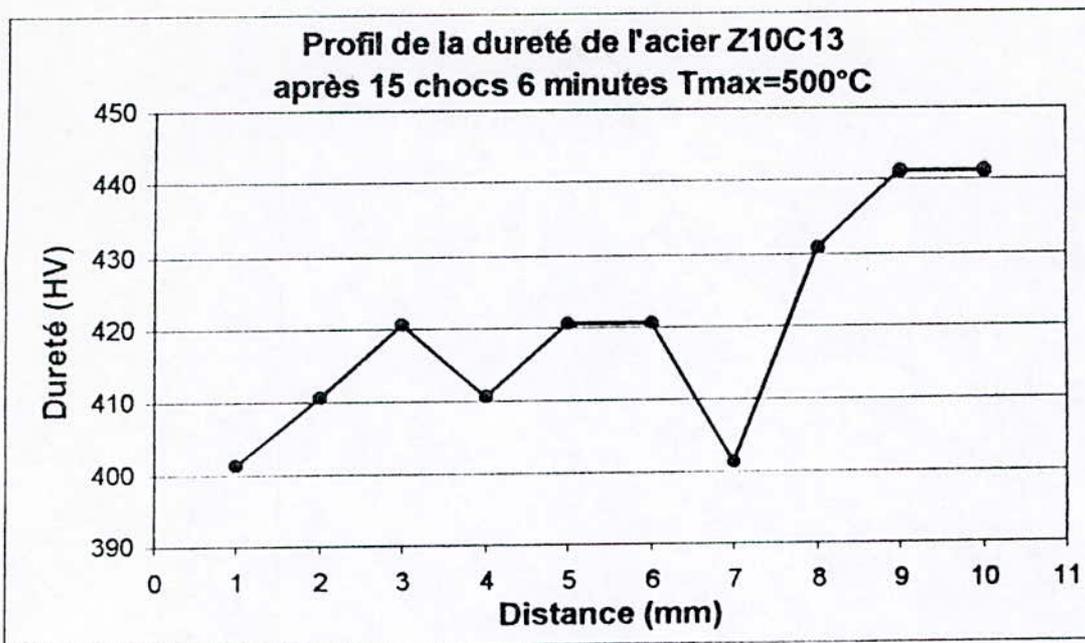


Figure V.14 : Profil de dureté HV de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 500°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.

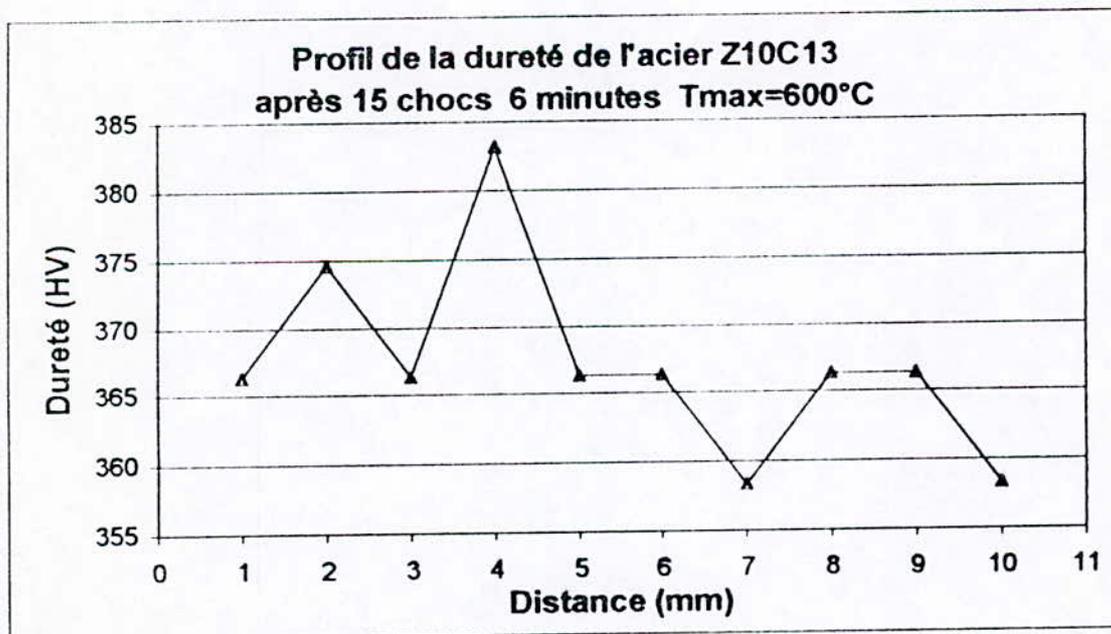
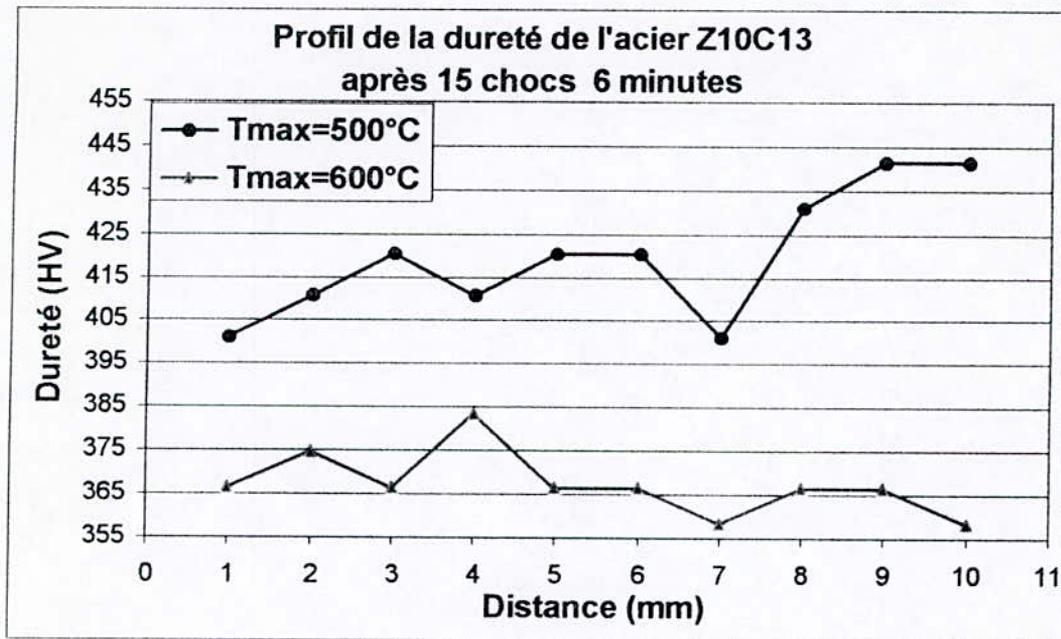


Figure V.15 : Profil de dureté HV de l'acier Z10C13 après 15 chocs à 600°C, temps de maintien à chaud 6 minutes.



**Figure V.16 : Superposition de profil de dureté HV de l'acier Z10C13 au cours des essais de la troisième expérience.**

### Interprétation:

Les deux courbes de la dureté en fonction de la température maximale à chaud présentent, une chute de dureté de l'essai à température maximale de 600°C par rapport à l'essai à température maximale de 500°C.

Elle passe d'une valeur moyenne de 419.84 HV à une température maximale de 500°C à une valeur moyenne de 367.21 HV à une température maximale de 600°C.

On remarque que la différence entre la valeur moyenne du premier essai après 6 minutes de maintien et le deuxième essai après 10 minutes de maintien est de 52.63 HV.

Cela est dû à une dissolution partielle du carbure du type  $M_{23}C_6$  à la température maximale 600°C.

Les résultats obtenus donc caractérisent l'inefficacité de l'acier Z10C13 au travail à chaud à 600°C, notée par une perte des caractéristiques métallurgiques et mécaniques qui existants à 500°C.

### Conclusion générale

Cette étude nous a permis la connaissance, d'une part de l'un des problèmes qui cause la dégradation des matériaux et la réduction de leur durée de vie à savoir la fatigue thermique, et d'autre part de l'un des traitements de surface qui est la projection thermique permettant de solutionner beaucoup de problèmes. Elle consiste à déposer en fine couche le matériau nécessaire pour une application donnée (usure, corrosion, frottement, fatigue thermique ...) sur la surface d'un substrat dont les propriétés sont également recherchées (légèreté, plasticité, coût ... etc).

L'objet visé par cette étude est la détermination du comportement d'un revêtement en Z10C13 de cylindres de laminoirs au cours de cyclage thermique. Qui consiste à suivre l'évolution de la structure, ainsi que les caractéristiques mécaniques (dureté) au cours de cyclage thermique.

Les résultats obtenus ont montré que :

- au chauffage, le revêtement Z10 C13 se comporte presque de la même manière que le substrat 25CD4 dans le domaine de température 20-500C°. Ceci est traduit par une approche du coefficient de dilatation thermique qui va minimiser les contraintes provoquées par la dilatation différenciée du revêtement et du substrat, et en conséquence le décollement du revêtement.

- d'un point de vue micrographique, il apparaît que la structure martensitique évolue assez peu. Le temps de maintien à chaud n'a pas d'influence sur la structure. Il faut toutefois souligner le nombre de chocs effectués, nous ne sommes pas allés au-delà de 15chocs, ce qui est peut être, insuffisant pour pouvoir observer une évolution. Par la suite, ce nombre devra être augmenté.

- les mesures de dureté du revêtement ont fait ressortir des valeurs qui reflètent de loin les résultats de l'observation métallographique.

Le revêtement subit un faible durcissement qui s'accroît à petite valeur avec l'augmentation du nombre de chocs, et avec l'augmentation du temps de maintien à la suite de précipitation de carbures de chrome durs.

Par contre, on assiste à une diminution de dureté avec l'augmentation de température maximale à chaud à la suite de dissolution de ce carbure de chrome.

## Conclusion générale

---

En général, l'acier Z10C13 montre une stabilité structurale et mécanique dans la gamme de température 20-500°C, liée à la formation et au changement de différentes précipitations de carbure de chrome et des phases intermétalliques à différents niveaux dans l'intervalle de température considéré. Ceci améliore la qualité fonctionnelle du revêtement et augmente sa résistance au choc thermique, en conséquence l'allongement de sa durée de vie. Cela a été confirmé par toutes les méthodes de caractérisation, l'analyse dilatométrique, métallographique, ainsi que les essais de dureté.

Pour approfondir cette étude et mieux comprendre les phénomènes mis en jeu, nous proposons de mener les travaux dans les directions suivantes :

- aller plus loin dans les sollicitations thermiques,
- analyse des contraintes aux rayons X,
- étudier l'effet des contraintes sur les transformations de la microstructure,
- mener une étude qui prend en considération l'interaction de fatigue thermique avec les autres types de dégradations à haute température, tels que l'oxydation et le fluage.
- effectuer des analyses quantitatives aux RX, microanalyses par sonde EDAX pour confirmer la formation des précipités de carbure de chrome, les phases intermétalliques et suivre leurs évolutions.

## Bibliographie

- [1] / **MAURIS DUCOS**  
"Traitement superficiel des métaux "  
Techniques de l'ingénieur, M 1425, 1990.
- [2] / **CETIM**  
"Guide pratique de la projection thermique", 1989.
- [3] / **L. HADDOUR**  
"Comportement au frottement d'un multimatériau type 35CD4/75E/55E/65E Réalisé  
par projection thermique"  
Thèse de magister (ENP), 1995.
- [4] / **M.E. BALLARD**  
"Metal spraying and the flamme déposition of céramics and plastics" 4<sup>ème</sup> édition,  
London, 1963.
- [5] / **MAURIS DUCOS**  
"Revêtements par projection thermique"  
Techniques de l'ingénieur, M1645, 1990.
- [6] / **Z. MERZOUGUI**  
"Réalisation et caractérisation de revêtement au molybdène sur un acier de construction"  
PFE (ENP), juillet 1997.
- [7] / **C. DEHMAS**  
"Etude de l'influence d'un post - traitement sur l'adhérence et le comportement  
mécanique d'un multimatériau réalisé par projection thermique"  
Mémoire de fin d'étude d'ingénieur (ENP), 1994.
- [8] / **H. AJRHOURE**  
"Adhérence et réactivité des multimatériaux à base de graphite"  
Thèse de doctorat E.C. Lyon, 1992.
- [9] / **A. HALLAL**  
"Etude du comportement d'un multimatériau réalisé par projection thermique d'un acier  
sur un alliage d'aluminium"  
PFE (ENP), 1995.

- [10] / **A. VARDELL, P. FAUCHAIS, M. VARDELL**  
 "L'actualité chimique", 198, p 69.
- [11] / **J.H. ZAAT**  
 Proceedings of the 9 th international thermal spraying conference, La Haye, 1980.
- [12] / **D.H. SITZER**  
 Metal Prog, 1964, pp. 86-88.
- [13] / **MICHEL. COLOMBIE**  
 "Aciers inoxydables"  
 Techniques de l'ingénieur, M320, 1.
- [14] / **A.DESESTRET**  
 "Exemples d'utilisation des aciers inoxydables en génie chimique,  
 exemple de solutions aux problèmes industriels de corrosion,  
 les aciers inoxydables et les aciers inoxydables spéciaux"  
 COMITE ALGERIEN DE LUTTE CONTRE LA CORROSION, USTHB,  
 Deuxième école maghrébine de corrosion Alger, 1993.
- [15] / **RALPH M. DAVISON, MARK. JOHNSON, TERRY. DE BOLD**  
 "Corrosion of stainless steel"  
 ASM Hand book vol n°13 -corrosion- the materials information society, 1990.
- [16] / **J. BARALLIS, G. MAEDER**  
 "Précis de métallurgie"  
 AFNOR, Nathan 5<sup>ème</sup> édition, 1990.
- [17] / **S.D. WASHKO, G. AGGEN**  
 "CAST STAINLESS STEEL"  
**MALCOLM. BLAIR**  
 "WROUGHT STAINLESS STEEL"  
 ASM Hand book vol n°1- propriétés and selection: irons, steels and high performance  
 alloy - the materials information society, 1990.
- [18] / **ALBERT. KOZLOWSKI**  
 "Données numériques sur les aciers inoxydables"  
 Technique de l'ingénieur, M323, 1997, p 35.
- [19] / **HERVE. SASSOULAS**  
 Traitements thermiques des aciers inoxydables  
 Techniques de l'ingénieur, M 1155.
- [20] / **T. ANGEL**  
 "Formation of martensite in austenitic Stainless steel, effects of de  
 formation temperature and composition", Journal of Iron and Steel Institute, 1954.

- [21] / **L.GUILLET**  
Revue de métallurgie, 1906, p 155.
- [22] / **P. POUBANNE**  
"Etude et Modélisation du Comportement Mécanique d'un Superalliage Monocristallin pour Aube de Turbines" (note technique), n° 5, ONERA, Chatillon, 1989.
- [23] / **R.P. SKELTON**  
Crack initiation and growth in simple metal components during thermal cycling, in "Fatigue at High Temperatures", R.P. Skelton (ed.), New York, Elsevier Science Publishers Ltd, 1983, pp. 1-62.
- [24] / **W. KURZ, J. P. MERCIER , G. ZAMBELLI**  
"Introduction à la science des matériaux", 1993.
- [25] / **M.J. VERRILLI, M.G.CASTELLI, J.BRESSERS and R.L.T. OEHMKE**  
Standardization activities in TMF test methodologies in "81<sup>st</sup> Meeting of the AGARD Structures and Materials Panel", Bamff, Canada, 1995, pp. 1-11.
- [26] / **J. GAYDA, T.P. GABB, R.V. MINER and G.R. HALFORD,**  
Bithermal low cycle fatigue behaviour of a NiCoCrAlY- coated single crystal superalloy, in "1987 TMS-AIME Annual Meeting", The Metallurgical Society, Denver, Colorado, 1987, pp. 179-198.
- [27] / **D. MIANNAY.**  
"Fatigue et Choc thermique"  
Centre Technique des Industries Fonderie,  
Edition technique des industries de la fonderie, Mars 1975, pp. 1-28.
- [28] / **D.A. SPERA**  
What is thermal fatigue ?, in " Thermal fatigue of matériaux and components, ASTM STP 612"  
Editions D.A. SPERA et D.F. MOWBRAY, ASTM, 1976, pp. 3-9.
- [29] / **G.R. HALFORD, M.J. VERRILI, S.KALLURI, F.J. RITZERT, R.E. DUCKERT and F.A. HOLLAND**  
Thermomechanical and bithermal fatigue behavior of cast B1900+Hf and wrought Haynes 188, in "Advances in Fatigue Lifetime Predictive Techniques, ASTM STP 1122", American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1992, pp. 120-142.
- [30] / **S.S. MANSON**  
"Thermal stress and thermal shock. Mechanical behaviour of materials at elevated temperature"  
Edition T.E. DORN, MC GRAW HILL, 1961.
- [31] / **P. DETREZ**  
"Signification de la fatigue thermique"  
Revue pratique de contrôle industriel N°52 bis, 1978.

- [32] / **L. NORTHCOTT, H. BARON**  
 "The Craze-cracking of Metals"  
 Journal of Iron and Steel Institute, 1956, pp. 385-407.
- [33] / **D. BIDET, C. BRECHET**  
 "Chocs thermiques sur des éprouvettes revêtues de Z10C13"  
 U.V. Travaux de laboratoire université de technologie de compiegne, 1993
- [34] / **F. OURDANE.**  
 "Etude du comportement structural de l'acier 35NCD16 en fatigue thermique"  
 PFE (ENP), 1995
- [35] / **E. FELDER.**  
 "Sollicitations thermomécaniques et usure des outillages de travail à chaud"  
 Edition du centre de mise en forme des matériaux (ENSMP), 1978
- [36] / **D. ROUSSEAU et COLL.**  
 "Endommagement par fatigue thermique des outils travaillant à chaud", 17<sup>ème</sup> Colloque  
 de métallurgie de SACLAY, juin 1974.
- [37] / **M. E. DJEGHLAL**  
 "Contribution à l'étude du comportement en fatigue et choc thermique de  
 la fonte gs 56, Influence de la matrice et des éléments d'alliage"  
 Thèse de magister, 1990.
- [38] / **K. BEN DAIKHA**  
 "Comportement en chocs Thermique des aciers faiblement allies 35CD4 et 110F  
 étude comparative"  
 (PFE) ENP, 1991
- [39] / **J F. FLAVENOT, N. SKALLI.**  
 "Influence des conditions de rectification sur les contraintes résiduelles  
 introduites dans un acier 42CD4". CETIM info N°71, 1983.
- [40] / **P. FLUZIN.**  
 "Contribution à l'étude des effets de synergie en fatigue thermique, application à la  
 ruine des cylindres d'un laminoir à chaud de cuivre"  
 Thèse de doctorat, université de technologie de compiegne, 1983.
- [41] / **D. ROUSSEAU.**  
 "Critères de choix et propriétés d'emploi des aciers à outils alliés  
 pour travail à chaud", publication SPAS, 1970.
- [42] / **A S. ADAMOU.**  
 "Etude numérique de la fatigue thermique d'un multimatériaux"  
 Mémoire de fin d'études, ENP, 1998.

- [43] / **S. EL HELIEBY , G.W ROWE**  
"Grindnig cracks and microstructural change in ground steel surface", Métal technologie, Février 1981.
- [44] / **D. LEROY.**  
"Interaction matériau/ milieu dans le cas de la fatigue thermique en milieu corrosif. Application à la fissuration des rouleaux d'une installation de coulée continue d'acier"  
Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, janvier 1981.
- [45] / **ADAMEL**  
"Notice de montage et d'utilisation du dilatomètre a enregistrement mécanique DM 50 simple" .
- [46] / **G. BERGER**  
"La dilatométrie différentielle appliquée a l'étude des aciers", Paris, édition Dunod, 1965.
- [47] / **K. NECIB**  
"Etude du comportement mécanique et structural d'un revêtement déposé par torche plasma"  
Mémoire D.E.A, UTC, 1991.
- [48] / **C. SERRANT, G. CIZERON**  
"Evolutions structurales associées aux traitements imposés à l'alliage Z06CND17.04.02 "  
Matériaux et Techniques, Sept/Oct 1986, pp.405-415.
- [49] / **R.VILAR, G. CIZERON**  
" Mém.et.Et.sci de la revue de métallurgie", Décembre 1982, pp. 687-694.