

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

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'État en Génie des Matériaux

Etude de la sensibilité de l'acier inoxydable austénitique
Type 304L à la fissuration par corrosion sous contrainte
dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$

LAIDANI Selma

Encadrée par : **Dr. ABADLI Kamel** (ENP)
Dr. ALLOU Djilali (CRTI)

Présenté et soutenu publiquement le (04/07/2024)

Composition des jurys :

Président:	Dr. DAIMELLAH Abderrahmane	ENP
Examinatrice:	Dr. MERMOUL Soumia	ENP
Examinateur:	Dr. SEDJAL Hamid	ENP

ENP 2024

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

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'État en Génie des Matériaux

Etude de la sensibilité de l'acier inoxydable austénitique
Type 304L à la fissuration par corrosion sous contrainte
dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$

LAIDANI Selma

Encadrée par : **Dr. ABADLI Kamel** (ENP)
Dr. ALLOU Djilali (CRTI)

Présenté et soutenu publiquement le (04/07/2024)

Composition des jurys :

Président:	Dr. DAIMELLAH Abderrahmane	ENP
Examinatrice:	Dr. MERMOUL Soumia	ENP
Examinateur:	Dr. SEDJAL Hamid	ENP

ENP 2024

ملخص

التآكل الناتج عن الإجهاد (CSC) هو شكل من أشكال التآكل الموضعي. يظهر هذا النوع من التدهور تحت تأثير إجهاد ميكانيكي متبقي أو مطبق، وبيئة عدوانية، ومادة حساسة لـ CSC. يجب أن تتواجد هذه العوامل الثلاثة لكي يكون التصدع الناتج عن CSC ممكنًا.

هدف هذا العمل هو فهم ظاهرة التصدع الناتج عن التآكل الناتج عن الإجهاد للفلوذا الأوستنيتي 304L فائق التبريد والحساس، والذي يتعرض لإجهادات متبقية ناتجة عن الطي والدرفلة، في محلول مغلي من $MgCl_2$ بنسبة 44%.

النتائج التي تم الحصول عليها من التجارب سمحت بفهم جيد لآلية ظهور التصدع والعوامل التي يمكن أن تؤثر على انتشاره.

الكلمات المفتاحية: فولاذ أوستنيتي 304L، التآكل الناتج عن الإجهاد، آلية التصدع.

Abstract

Stress corrosion cracking (SCC) is a form of localized corrosion. This mode of degradation occurs under the effect of residual or applied mechanical stress, an aggressive environment, and a material susceptible to SCC. These three parameters must be present for SCC to occur.

The objective of this work is to understand the phenomenon of stress corrosion cracking of hyperquenched and sensitized 304L austenitic steel, subjected to residual stresses introduced by bending and rolling, in a boiling solution of 44% $MgCl_2$.

The results obtained from the tests allowed for a comprehensive understanding of the mechanism of crack initiation and the factors that can influence its propagation.

Keywords : 304L austenitic stainless steel, stress corrosion cracking, crack mechanism.

Résumé

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion localisée. Ce mode de dégradation se manifeste sous l'effet d'une sollicitation mécanique résiduelle ou appliquée, un environnement agressif et un matériau sensible à la CSC. Ces trois paramètres doivent être réunis afin que la fissuration par CSC soit possible.

L'objectif de ce travail est de bien comprendre le phénomène de la fissuration par corrosion sous contrainte de l'acier austénitique 304L hypertrempe et sensibiliser, soumis à des contraintes résiduelles qui sont introduites par le pliage et le laminage, dans une solution bouillante de $MgCl_2$ 44%.

Les résultats obtenus par les essais ont permis de bien comprendre le mécanisme d'apparition de la fissuration, et les facteurs qui peuvent influencer sur sa propagation.

Mots clefs : Acier inoxydable austénitique 304L, corrosion sous contrainte, mécanisme de fissuration.

Remerciements

Je remercie Dieu le tout puissant, pour m'avoir accordé la force, la patience, la santé tout au long de mes études, ainsi que la persévérance nécessaire pour mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier mon promoteur, Mr. ABADLI Kamel, pour m'avoir proposé ce sujet de recherche, de me soutenir tout au long de ce projet. Ses précieux conseils, son dévouement et ses sacrifices ont été essentiels à la bonne réalisation de ce sujet.

Je tiens à remercier aussi Mr. Dj. ALLOU d'avoir accepté de m'encadrer et de me soutenir.

Je remercie également tous les membres du jury d'avoir accepté de juger mon travail : Messieurs Dr. A. DAIMELLAH, Dr. H. SEDJAL et Madame Dr. S. MERMOUL respectivement président de jury et examinateurs de ce travail. C'est vraiment un grand honneur pour moi.

Sans oublier de remercies mes enseignants au sein de l'Ecole Nationale Polytechnique, département Génie des Matériaux pour m'avoir offert une formation de haute qualité et pour avoir partagé avec moi leur savoir tout au long de mon cycle d'ingénieur.

Je vous remercie

Dédicaces

À mes parents, qui m'ont tout donné pour que je devienne la femme que je suis aujourd'hui.

À mes sœurs, Fatma Zohra, Faiza, Soumia, Narimane et Douda, pour leur soutien et leur amour indéfectibles.

À khireddine, mon beau – frère, qui m'a accueillie comme une sœur.

À Oussama, ami - longues - jambes.

À Moncef, mon meilleur partenaire pendant le voyage de cinq ans.

À mes proches amis, Nesrine et Meriem, ainsi qu'à mes amis d'études avec qui j'ai passé des jours et des nuits, partageant le bon et le mauvais.

À tous mes professeurs de l'École Nationale Polytechnique, pour leur soutien, leurs conseils et les connaissances qu'ils ont partagées avec moi.

À tous ceux qui m'ont aidée et cru en moi.

À vous, je dédie ce travail.

LAI DANI Selma

Table des matières

Table des figures

Liste des tableaux

Liste des acronymes

INTRODUCTION GENERALE	14
CHAPITRE I	15
LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES	15
Introduction	15
I.1- Classification des aciers inoxydables	17
I.1.1. Aciers inoxydables ferritiques	17
I.1.2. Les aciers austénitiques	19
I.1.3-Les aciers austéno-ferritiques (duplex)	20
I.1.4 -Les aciers inoxydables martensitique	21
I.2-Designiation des aciers inoxydables	22
I.2.1-Normalisation européenne : NF EN 10027	22
I.2.2-Normalisation américaine	23
I.3-L'effet des éléments d'additions	24
I.3.1- Les éléments gammagène	24
I.3.2-Les éléments alphagènes	25
I.4-Les diagrammes des phases	26
I.4.1- Le diagramme binaires Fe-Cr	26
I.4.2-Le diagramme binaire Fe-Ni	28
I.4.3- Le diagramme ternaire Fe-Ni-Cr	28
I.5- Diagramme de Schaeffer	30
I.6-Les aciers inoxydables austénitiques	31
I.6.1- Introduction	31
I.6.2- Composition et structure	31
I.6.3 - Principaux type des aciers inoxydables austénitiques	32
I.6.4 - Les traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques	34
I.6.5- Transformation de Phases dans les aciers austénitiques	35
I.6.6- Les propriétés des aciers inoxydables austénitiques	38
I.7-L'acier austénitique type 304L	40
I.7.1-Nuance 314L	40
I.7.2- Propriétés mécaniques	40
I.7.3 - Propriétés Physiques	40

I.7.4- Soudage de l'acier 304 L	41
I.7.5- Applications des aciers inoxydables austénitiques	41
CHAPITRE II	42
LA CORROSION SOUS CONTRAINTE	42
Introduction	42
II.1-Mecanisme de la corrosion	42
II.2-Les différentes types de corrosion	43
II.2.1- La corrosion sèche	43
II.2.2- La corrosion aqueuse	43
II.3-Diverses manifestation de la corrosion	43
II.3.1-La corrosion uniforme	44
II.3.2-La corrosion localise	44
II.4-La corrosion sous contrainte dans les aciers austénitiques	47
II.4.1-Diffenition de la corrosion sous contrainte (CSC)	47
II.4.2-L'interet de l'étude de la corrosion sous contrainte	48
II.4.3-Influence de divers paramètres sur la corrosion sous contrainte	49
II.4.4 - Phénomène de passivité	53
II.4.5 - Le mécanisme de la corrosion sous contrainte	55
II.4.6- Méthodes d'étude la corrosion sous contrainte	59
CHAPITRE III	61
PROCEDURE EXPERIMENTALE	61
Introduction	61
III.1- Matériau étudié	62
III.2-Preparation des échantillons	63
III.2.1-Decoupage des éprouvettes	63
III.2.2-Traitement thermique	64
III.2.3-Decapage et perçage	65
III.2.4- le laminage	66
III.3-Realisation des éprouvettes U-BEND	67
III.4-Les essais de corrosion sous contraintes	69
III.4.1- Préparation de la solution	69
III.4.2-Chauffage	70
III.4.3-Contrainte appliquée	70
III.5-Characterisation de matériau	70

III.5.1- Préparation métallographique	71
III.5.2 - Observation microscopique	72
III.5.3 - Caractérisation mécanique	73
Chapitre IV	75
Résultats et interprétations	75
Introduction	75
IV.1-La structure du métal de base	75
IV.2-Effet de l'écrouissage par laminage	76
IV.2.1-Sur la structure de métal	76
IV.2.2-Sur de la taille moyenne des grains	77
IV.2.3-Sur la dureté du métal	78
IV.3-Corrosion sous contrainte U-BEND	79
IV.3.1-Corrosion sous contrainte acier 304L hypertrempé	79
IV.3.2-Corrosion sous contrainte acier 304L sensibilisé	82
IV.4-Corrosion sous contrainte acier 304L laminer	92
IV.4.1-Fissuration par les contraintes de laminage	92
IV.4.2- Variation de la taille moyenne des fissures	97
IV.5-Etude comparative : Etat hypertrempé et sensibilisé	99
IV.5.1-Fissuration	99
IV.6-Etude comparative : Contrainte de traction et contrainte de laminage	101
IV.6.1-Fissuration	101
IV.7-Interpretation	103
IV.7.1-Effet de la contrainte sur la structure	103
IV.7.2.-Influence de la structure	103
IV.7.3- Influence de déformation plastique sur la corrosion sous contrainte	104
IV.7.4-Fissuration : Etat hypertrempé vs sensibilisé	105
CONCLUSION GENERALE	106
Perspective	106
Reference	107

Table des figures

I. 1 : Interaction avec une atmosphère a / acier au carbone, b/ acier inoxydable	16
I. 2 : Structure ferritique	17
I. 3 : Diagramme Fer-Chrome au-dessous de 800 °C	18
I. 4 : Influence du nickel sur la boucle γ du diagramme Fe-Cr-Ni	19
I. 5 : Structure austénitique	19
I. 6 : Structure duplex	20
I. 7 : Structure martensitique	21
I. 8 : Effets du chrome sur l'acier	25
I. 9 : Diagramme d'équilibre thermodynamique des alliages Fer-Chrome. (L)représente le liquide ;(α)la ferriter ;(γ) l'austenite ;(σ) « phase sigma σ »	27
I. 10 : Influence de la somme des éléments carbone plus azote sur les domaines austénitique (γ)	27
I. 11 : Diagramme binaire Fe- Ni	28
I. 12 : Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ	29
I. 13 : Diagramme Ternaire Fe-Cr-Ni	29
I. 14 : diagramme de Schaeffler	30
I. 15 : Principaux aciers inoxydables austénitiques au chrome-nickel (molybdène) dérivés de la nuance X5CrNi18-10 (304)	31
I. 16 : Microstructure d'un acier inoxydable austénitique qui contient 6% de Mo	32
I. 17 : Relations familiales dans les aciers inoxydables	33
I. 18 : Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 304	35
I. 19 : Effet de l'azote sur la précipitation et la coalescence de M23C6.	36
I. 20 : Acier austénitique subit un traitement de revenu à 600°C	36
I. 21 : Précipitation de la phase σ observer par le microscope optique.	37
I. 22 : Évolution des caractéristiques mécaniques d'acier inoxydable austénitique en fonction du taux d'érouissage	39
II. 1 : Mécanisme de la réaction d'un métal avec l'oxygène dans le cas des couches d'oxyde minces	43
II. 2 : Corrosion sèche d'une pièce en acier	44
II. 3 :Corrosions intergranulaire	39
II. 4 : Représentation de la déchromatisation aux joints de grains par suite de la précipitation de carbures de chrome	45
II. 5 : Corrosion par crevasse	45
II. 6 : Corrosion par piqure d'un acier inoxydable	46
II. 7 : Les mécanismes d'initiation et de propagation des piqûres	47
II. 8 : Diagramme de Venn illustrant les trois facteurs de la Corrosion sous contrainte	48
II. 9 : Représentation schématique de fissures de CSC observées au microscope	48

II. 10 : La corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable austénitique, exposer à un milieu chlorure avec à haute température	49
II. 11 : Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome	50
II. 12 : Les seuils de fissuration par corrosion sous contrainte de chlorure dans des eaux chlorées presque neutres pour les aciers inoxydables de type 304 et 304L	51
II. 13 : Micrographie optique de la surface supérieure de l'échantillon en U après test sous des gouttelettes de $MgCl_2$ à 0,52 M à 80°C et 42% d'humidité relative.	52
II. 14: initiation et propagation d'une fissure d'acier inoxydable 304L	52
Figure II. 15 : Représentation schématique du film passif des aciers inoxydables, selon Okamoto et Shibata	53
II. 16 : Modèle bicouche du film passif	53
II. 17 : La courbe de polarisation $I=f(E)$	54
II. 18 : éduction de la section transversale effective d'un métal due à la corrosion générale ou à la présence de fissures de corrosion sous contrainte : l'apparition des fissures est perpendiculaire au contrainte appliquer	55
II. 19 : Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte	56
II. 20 : Hydrolyse du Cr dissous et réduction des ions H^+	56
II. 21 : Propagation inter granulaire et trans granulaire de l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20%	57
II. 22 : Microstructure de l'acier 304L sensibilisé	58
II. 23 : CSC trans granulaire à la surface d'un échantillon en forme de U mesuré par microscopie SEM	58
II. 24 : Fracture d'un boîtier de moteur en acier à haute résistance due à la fissuration par corrosion sous contrainte	59
II. 25 : Exemples d'éprouvettes à déformation imposée pour essais de CSC	59
II. 26 : Exemple d'une éprouvette de traction	60
II. 27 : a) Essai de compression. b) Flambage de l'éprouvette c) Déformation hétérogène causée par les forces de frottement	60
III. 1 : La cisaille utiliser pour découper les échantillons	63
III. 2 : Échantillons en forme de U avec des dimensions basées sur la norme ASTM G30	63
III. 3 : Le four utiliser pour les traitements thermiques	64
III. 4 : Trempe à l'eau de l'échantillon	64
III. 5 : Les échantillons en acier inoxydable austénitique ; a) : acier 304L a l'état brut ; b) : acier 304L après traitement hypertrempe	65
III. 6 : Echantillon 304L après le décapage et le perçage	66
III. 7 : Laminoir	66
III. 8 : Procédé de laminage	67
III. 9: La machine de test de traction utilisée pour : la mise en forme de l'éprouvette U-Bend : INSTRON SATEC UTM ; capacité de 600 kN	68
III. 10 : Coude sous forme U en acier 304L	68
III. 11: Forme et dimensions de l'éprouvette U-BEND	69
III. 12 : L'essai de la corrosion sous contrainte ($MgCl_2$ à 44%)	69

III. 13 : Contrôle de température	70
III. 14 : Polisseuse utiliser	71
III. 15 : Principe de l'attaque électrolytique	72
III. 16 : Microscope optique utiliser pour traiter les images des échantillons	73
III. 17 : Le duromètre de modèle INNVATEST NEMESIS 9000	73
IV. 1 : Microstructure de l'acier 304L hypertrempe	75
IV. 2 : Mesure la taille moyenne des grains avec le logiciel Image J	76
IV. 3 : Microstructure apres laminage pour un taux de deformation de 15%	76
IV. 4 : Microstructure après laminage avec un taux de déformation de 52%.	77
IV. 5 : Mesure la taille moyenne des grains pour les échantillons laminier	77
IV. 6 : Évolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de déformation	78
IV. 7 : Variation de la dureté en fonction du taux de déformation	78
IV. 8 : La microstructure de l'acier 304L après 3h de teste CSC	79
IV. 9 : La microstructure de l'acier 304L après 6h de teste CSC	80
IV. 10 : La microstructure de l'acier 304L après 9h de teste CSC	80
IV. 11 : L'apparition des microfissures pour un temps d'exposition 24 heures	81
IV. 12 : Fissure apres 72 heures d'exposition	81
IV. 13 : Variation de la taille moyenne de fissures en fonction du temps d'exposition	82
IV. 14 : L'apparition des fissures pour t=24h	83
IV. 15 : Fissuration après une exposition de 30 h	84
IV. 16 : Fissuration macroscopique après 65 heures d'exposition	85
IV. 17 : Fissuration microscopique après 65 heures d'exposition	85
IV. 18 : Fissuration après 72 heures	86
IV. 19 : Fissuration après 100 h d'exposition	89
IV. 20 : Fissuration très importante après une exposition de 118 heures	89
IV. 21 : Fissuration observée par le microscope après une exposition de 118 heures	90
IV. 22 : Rupture de la pièce après une exposition de 122 heures	90
IV. 23 : Rupture observer avec le microscope	90
IV. 24 : Variation de la taille moyenne de fissures en fonction du temps d'exposition	91
IV. 25 : Fissuration pour 15% de déformation	92
IV. 26 : Fissuration pour 29% de déformation	93
IV. 27 : Fissuration pour 43,6% de déformation	95
IV. 28 : Propagation des fissures pour un taux de déformation 52,6%	97
IV. 29 : Variation de la taille moyenne de fissuration en fonction du taux de déformation	98
IV. 30 : Fissuration après 24 heures d'exposition à T=155°C dans une solution MgCl2 ;(a) : métal hypertrempe ;(b) : métal sensibiliser	99
IV. 31 : Fissuration après 24 heures d'exposition à T=155°C dans une solution MgCl2 ;(c) : métal hypertrempe ;(d) : métal sensibiliser	100
IV. 32 : Variation de la fissuration en fonction du temps d'exposition pour le cas sensibilisé et hypertrempe	100

Liste des tableaux

I. 1	Aciers ferritiques	18
I. 2	Aciers austénitiques	20
I. 3	Aciers duplex	21
I. 4	Désignation des aciers inoxydables austénitiques selon la norme AISI	24
I. 5	Intervalle de composition chimique des aciers inoxydables austénitiques	32
I. 6	Gammes de nuances des aciers inoxydables austénitiques 304,316 et 904L.	33
I. 7	composition chimique et caractéristiques de la phase σ	37
I. 8	Nature et composition des précipités rencontrés dans une nuance X2CrNiMoN17-13-5 après exposition entre 550 et 900 C	38
I. 9	La composition chimique de 304/304L	40
I. 10	Les propriétés mécaniques des aciers 304 et 304L à température ambiante	40
I. 11	Propriétés physiques de l'acier inoxydable AISI 304L	41
III. 1	Composition chimique de l'acier 304L de la tôle 1mm	62
III. 2	Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable de type304L	62
III. 3	Composition chimique de l'acier 304L de la tôle 4mm	62
III. 4	Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable de type304L	62
III. 5	Taux de réduction de quatre passes de laminage	67

Liste des acronymes

ASTM : Anciennement american Society for Testing and Materials

CSC : Corrosion sous contrainte

INTRODUCTION GENERALE

Les aciers inoxydables sont des alliages à base de fer contenant au moins 10,5 % de chrome et moins de 1,2% de carbone en masse, et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliages. Selon le pourcentage de ces éléments, la structure d'acier en condition d'emploi sera martensitique, austénitique, ferritique ou duplex.

Le chrome dans les aciers inox réagit instantanément avec l'oxygène et l'humidité dans l'environnement, formant ainsi une mince couche d'oxyde protectrice, connue sous le nom de film passif, sur toute la surface du matériau. Cette couche d'oxyde est très mince et stable, de l'ordre de quelques nanomètres. Elle croît lentement avec le temps et possède une capacité d'autoréparation. La stabilité du film passif dépend de la composition chimique de la nuance envisagée, de son traitement de surface et du degré de corrosivité de l'environnement.

Les aciers inoxydables austénitiques de type 304L sont les plus utilisés dans l'industrie de la construction de réservoirs, de pipelines et dans l'industrie aérospatiale. Ce matériau est utilisé à haute température et dans des milieux agressifs. Le film passif riche en chrome qui existe sur la surface du matériau peut subir une dégradation localisée, particulièrement sur les sites de défauts par la présence des chlorures, ce qui entraîne la formation des "piqûres". Sous l'effet des contraintes mécaniques résiduelles, les piqûres qui se forment à la surface se propagent et donnent naissance à des fissures, qui peut provoquer à la fin la rupture de la pièce.

L'objectif de notre travail est l'étude de phénomène de la corrosion sous contrainte de l'acier 304L et déterminer son comportement à la fissuration par la présence des contraintes résiduelles dans un milieu chlorure à haute température.

Ce travail scindé en deux grandes parties :

La première partie : est consacré à une étude bibliographique, et se devise en deux chapitres :

*chapitre I : Des connaissances concernant les aciers inoxydables, leur microstructure, et un rappel sur les aciers austénitiques et leurs propriétés.

*chapitre II : Etude générale sur la corrosion sous contraintes des aciers austénitiques de types 304L.

La deuxième partie : Est consacré sur l'approche expérimentale utilisée dans cette étude. Elle se devise aussi en deux chapitres :

*chapitre III : Les caractéristiques du matériau utilisé et les techniques expérimentales utilisées.

*chapitre IV : les résultats de l'étude et l'interprétation

CHAPITRE I

LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Introduction

Les aciers inoxydables sont des aciers alliés contenant du carbone et plus de 11% de chrome. Leur structure est, selon les taux de carbone et du chrome, ferritique ou martensitique. Des additions de nickel permettent d'obtenir des structures austénitiques ou austéno-ferritiques et d'améliorer la ductilité. Ces aciers se distinguent par leur grande résistance à l'oxydation et à la corrosion grâce à la formation d'une couche d'oxyde de chrome protectrice. Des additions de molybdène et de titane permettent d'améliorer la résistance à certains types de corrosion et augmentent la stabilité de l'acier aux températures élevées.

Le français Berthier montra dès 1821 que l'alliage fer-chrome était d'autant plus résistant à certains acides que sa teneur en chrome était plus élevée.

En 1904, Léon Guillet puis Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome.

En 1909, L. Guillet et l'allemand W. Giesen publièrent des études sur les aciers inoxydables au chrome-nickel ou aciers inoxydables austénitiques.

Les études de L. Guillet, A. Portevin et W. Giesen permirent ainsi, dès 1909, de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure et de définir les trois familles principales : martensitique, ferritique et austénitique.

En 1911, l'Allemand Philip Monnartz mettait en évidence l'influence du taux en chrome des alliages et leur résistance à la corrosion.

En 1912, les allemands Maurer et Strauss obtiennent le premier brevet pour la production des aciers inoxydables à base du Nickel et du Chrome.

Enfin, en 1913, l'Anglais Harry Brearley développa un acier qu'il baptisa *rustless* (« sans rouille ») : il s'aperçut que des échantillons polis en vue d'examen de laboratoire ne subissaient pas d'oxydation. Cet acier sera ensuite rebaptisé *stainless* (« sans tache », ou « pur »), ce sera officiellement le premier acier à porter le nom d'« inoxydable » ; Brearley entra dans l'histoire comme leur inventeur.

En 1924, William Herbert Hatfield, qui succéda à Harry Brearley à la tête des laboratoires Brown-Firth, élaborait l'acier « 18/8 » (18 % en masse de chrome et 8 % en nickel) qui est probablement le représentant le plus utilisé des aciers inoxydables fer-nickel-chrome.

En 1925 est mis au point le Procédé Ugine-Perrin dans les usines savoyardes de la Société d'électrochimie, d'électrometallurgie et des aciéries électriques d'Ugine, future Ugitech, une

méthode permettant d'obtenir un acier inoxydable à la fois pur, fiable et bon marché, par agitation des aciers avec des laitiers préalablement fondus, pour obtenir une épuration complète des aciers.

Dans les années 1920, l'acier inoxydable austénitique a fait son apparition sur la scène industrielle. Cette variante de l'acier inoxydable se caractérise par sa teneur élevée en nickel, ce qui lui confère une excellente résistance à la corrosion. Cette propriété a rapidement séduit de nombreux secteurs, notamment l'industrie chimique et alimentaire, où la résistance à la corrosion est cruciale pour maintenir des normes de sécurité élevées.

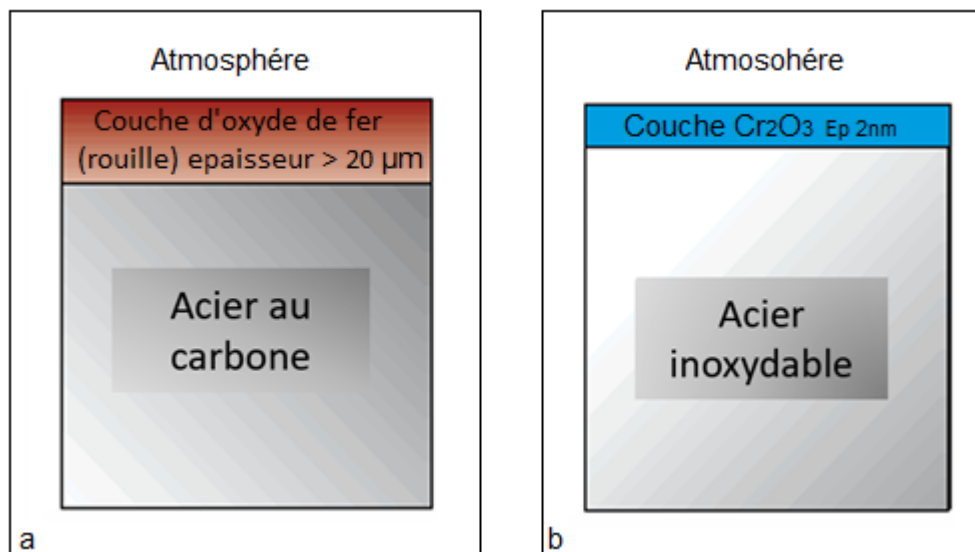


Figure I. 1 : Interaction avec une atmosphère a / acier au carbone, b/ acier inoxydable

La période de 1910 à 1930 a été particulièrement marquée par la création d'autres nuances d'aciers inoxydables telle que : l'austénitiques, la martensite et duplex.

La diversité d'aciers inoxydables existe maintenant, chacun étant caractérisé par une résistance à la corrosion ou des propriétés mécaniques distinctes. Cette diversité de nuances découle du contrôle des éléments d'alliage, qui influent d'une part sur les propriétés mécaniques et d'autre part sur la capacité à résister à différentes atmosphères corrosives. Ainsi, il est essentiel de choisir la nuance appropriée pour une application spécifique, sans nécessairement opter pour une option fortement alliée et donc potentiellement coûteuse. [2].

I.1- Classification des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables contenant au moins 10,5 % de chrome et moins de 1,2% de carbone en masse et d'autres éléments d'alliages. La structure d'un acier inoxydable dépend de sa composition chimique (carbone, chrome, nickel).

Selon la structure, les aciers inoxydables sont classés en quatre grandes familles : Ferritiques, austénitiques, austéno-ferritiques et martensitiques.

I.1.1. Aciers inoxydables ferritiques

Le groupe des aciers inoxydables ferritiques est composé de 11 à 28 % de chrome. La nuance la plus populaire est contient 11 à 18 % de chrome, avec un faible teneur en carbone (inférieure à 0,1 %) sans nickel, mais souvent avec une petite quantité d'autres éléments comme le molybdène et le titane. Le chrome est un élément alphagène, il favorise la stabilité de la ferrite (figure I.2).



Figure I. 2 : Structure ferritique

Les aciers inoxydables ferritiques sont relativement peu coûteux et présentent une résistance à la corrosion limitée par rapport aux aciers austénitiques plus populaires. De plus, ils ont une résilience, une formabilité et une soudabilité limitées par rapport aux aciers austénitiques, et ils sont magnétiques. Ils peuvent être écrouis par formage à froid. Ils ne peuvent l'être par traitement thermique. Ils sont caractérisés par une bonne résistance à la corrosion sous contrainte. [2][3].

Le tableau I.1 Regroupe les aciers ferritiques les plus utilisés.

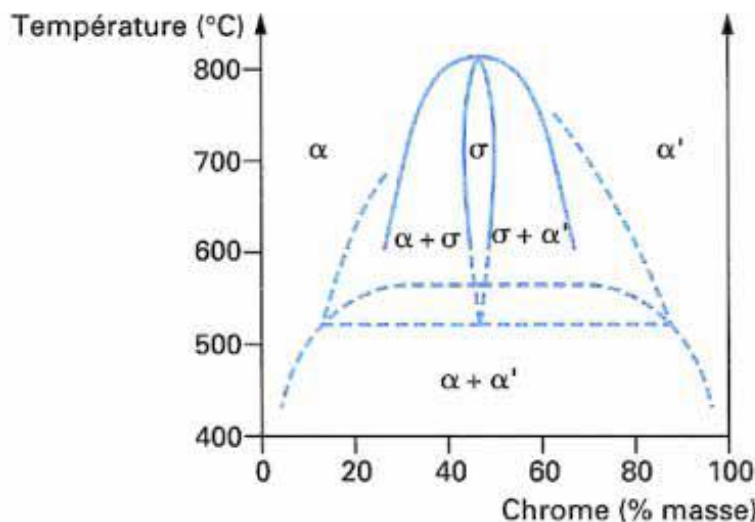
Tableau I. 1 : Aciers ferritiques

Aciers inoxydables ferritiques - nuances standard				
X2CrNi12	1.4003		S40977	3CR12
X2CrTi12	1.4512	409	S40900	
X6CrNiTi12	1.4516			
X6Cr13	1.4000	410S	S41008	
X6CrAl13	1.4002	405	S40500	
X6Cr17	1.4016	430	S43000	
X3CrTi17	1.4510	439	S43035	
X3CrNb17	1.4511	430Nb		
X6CrMo17-1	1.4113	434	S43400	
X2CrMoTi18-2	1.4521	444	S44400	

Les aciers ferritiques ne subissent pas la transformation de phase Ferrite → Austénite

Ils ne sont pas durcis par traitements thermiques. Ils subissent par contre les phénomènes suivants :

1. Modification de la taille des grains ferritiques (grossissement au chauffage et réduction par écouissage et recristallisation).
2. Fragilisation par précipitation de la phase alpha prime à 475 °C. Cette phase dure et fragile précipite au sein du grain de ferrite.
3. Précipitation de la phase σ pour les alliages contenant entre 23 et 70 % Cr. Cette phase dure fragile fragilise l'acier et réduit sa résistance à la corrosion (Figure I.3).



Les lignes en tiretés (Williams et Paxton, 1957) modifient et complètent le diagramme classique - en traits pleins - de Cook et Jones (1943)

Figure I. 3 : Diagramme Fer-Chrome au-dessous de 800 °C

I.1.2. Les aciers austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques contiennent 17 à 18% de chrome et 8 à 11% de nickel. L'addition de nickel stabilise la phase cubique à face centrée en tant que phase austénitique et améliore la résistance à la corrosion.

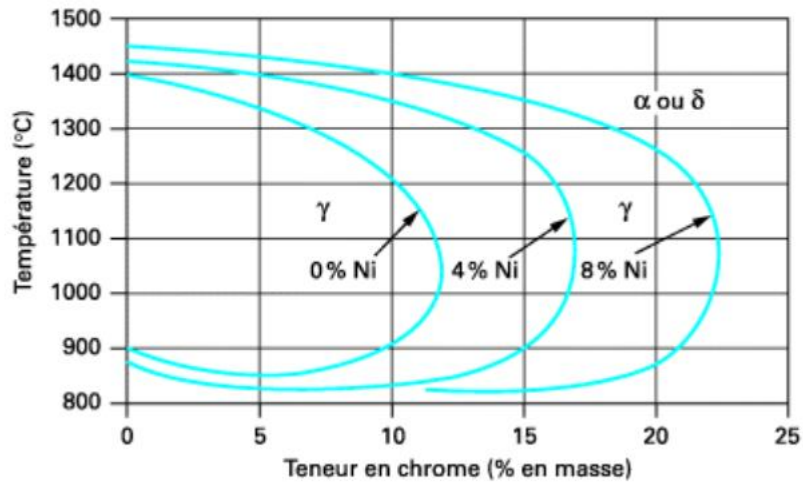


Figure I. 4 : Influence du nickel sur la boucle γ du diagramme Fe-Cr-Ni [6]

La figure I.5 représente une microstructure d'un acier inoxydable austénitique avec des grains austénites contenant des macles.

Le tableau I.2 Présente les différents aciers inoxydables austénitiques et leurs compositions chimiques.



Figure I. 5 : Structure austénitique

Tableau I. 2 : Aciers austénitiques

EN 10027 (européenne)	Afnor NF A 35573 (France)	AISI (États-Unis)	Composition								
			% C	% Cr	% Ni	% Mo	% Si	% Mn	% P	% S	Autres
X12CrNi18-09	Z10CN18-09	302	0,12	16 à 18	6 à 8	—	1	2	0,04	0,03	—
X12CrNi18-08	Z10CNF18-09	303	≤ 0,12	17 à 19	8 à 10	0,6	1	2	0,06	≥ 0,15	—
X5CrNi18-09 1.4301	Z7CN18-09	304	0,05	17 à 19	8 à 10	—	1	2	0,04	0,03	—
X2CrNi18-09 1.4307	Z3CN18-10	304 L	0,02	17 à 19	9 à 11	—	1	2	0,04	0,03	—
X5CrNi19-11 1.4303	Z8CN18-12	305	0,05	17 à 19	11 à 13	—	1	2	0,04	0,03	—
X7CrNi23-14	Z12CNS25-13	309	0,07	22 à 25	11 à 14	—	1	2	0,04	0,03	—
X12CrNiSi25-20	Z12CNS25-20	310	0,12	23 à 26	18 à 21	—	1	2	0,04	0,03	—
X5CrNiMo18-10 1.4401	Z6CND17-11	316	0,05	16 à 18	10 à 12,5	2 à 2,5	1	2	0,04	0,03	—
X2CrNiMo17-12-02 1.4404	Z2CND17-12	316 L	0,02	16 à 18	10,5 à 13	2 à 2,5	1	2	0,04	0,03	—
X10CrNiMoTi18-10 1.4571	Z6CNDT17-12	316 Ti	0,1	16 à 18	10,5 à 13	2 à 2,5	1	2	0,04	0,03	Ti . 5 C ; Ti . 0,6
X10CrNiTi18-09 1.4541	Z6CNT18-10	321	0,10	17 à 19	10 à 12	—	1	2	0,04	0,03	Ti . 5 C ; Ti . 0,6

La résistance à la corrosion provient d'une fine couche de surface passive riche en chrome Cr_2O_3 , et peut être améliorée en augmentant le taux de chrome ainsi qu'en présence d'éléments d'alliages tels que le nickel, manganèse, l'azote et molybdène ; donc cette résistance nettement supérieure aux nuances ferritiques.

Ces nuances d'aciers inoxydables présentent une bonne formabilité, une bonne soudabilité et d'excellentes propriétés mécaniques sur une large plage de températures. Elles sont non magnétiques. Elles peuvent être écrouis par formage à froid mais pas par traitement thermique

I.1.3-Les aciers austéno-ferritiques (duplex)

Les aciers inoxydables duplex constituent une catégorie intermédiaire située entre les aciers inoxydables ferritiques et austénitiques. La relation entre les deux phases est généralement d'environ 50 % (en volume), bien qu'elle puisse varier entre 40 % et 60 %, voire entre 30 % et 70 % (figure I.6).

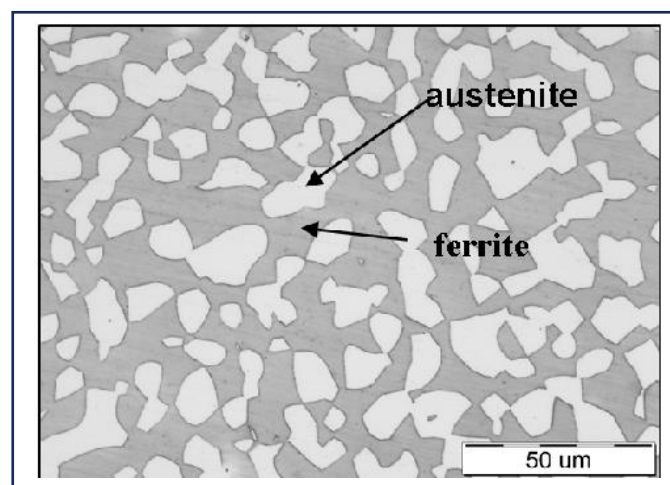


Figure I. 6 : Structure duplex

Ils contiennent en général 20 à 26% de chrome, 1 à 8% de nickel, 0,05 à 5 %. Les autres éléments telle que : le cuivre, l'azote, molybdène, tungstène... peuvent être ajoutés pour contrôler l'équilibre structural.

Ils ne sont pas durcissables par traitement thermique, mais ils peuvent aussi être écrouis par formage à froid. Ils ont une bonne soudabilité et bonne résistance à la fissuration par corrosion sous tension. [2] [3].

Le tableau I.3 présente quelques aciers duplex.

Tableau I. 3 : Aciers duplex

Aciers inoxydables austéno-ferritiques - nuances standard					
X2CrNiN22-2	1.4062		S32202		DX 2202
X2CrMnNiMoN21-5-3	1.4482		S32001		
X2CrMnNiN21-5-1	1.4162		S32101		2101 LDX
X2CrNiN23-4	1.4362		S32304		2304
X2CrNiMoN12-5-3	1.4462		S31803/ S32205	F51	2205

I.1.4 -Les aciers inoxydables martensitique

Les aciers martensitiques les plus courants ont une teneur de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone de 0.1 à 1% et ils peuvent contenir jusqu'à 7% de nickel, et jusqu'à 3% de molybdène. Avec l'ajout de carbone, ils peuvent être durcis et renforcés par un traitement thermique, Cela les rend durcissables, ce qui signifie que lorsqu'ils sont refroidis rapidement depuis la phase entièrement austénitique à haute température, on obtient de la martensite dure et cassante. La dureté peut ensuite être réduite et la résilience améliorée au niveau requis par revenu. La figure I.7 présenté une microstructure d'un acier inoxydable nuance martensitique.



Figure I. 7 : Structure martensitique

Les aciers inoxydables martensitiques sont magnétiques. Leur résistance à la corrosion est généralement inférieure à celle des autres membres de la famille des aciers inoxydables ; ils sont souvent utilisés pour des exigences élevées de dureté. [2] [3]

I.2-Designation des aciers inoxydables

I.2.1-Normalisation européenne : NF EN 10027 [4]

La norme européenne EN 10027 fixe les règles de désignation symbolique des aciers, au moyen de symboles littéraux et numériques, exprimant des caractéristiques principales et d'application, par exemple des caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques, afin d'identifier les aciers de façon abrégée.

Cette norme comporte deux parties :

- NF EN 10027-1 : Désignation symbolique ;
- NF EN 10027-2 : Désignation numérique.

*Désignation symbolique : NF EN 10027-1 + CR 10260 :

Aciers désignés à partir de leur composition chimique. Aciers alliés (à l'exclusion des aciers rapides) dont la teneur d'au moins un des éléments d'alliage est supérieure ou égale à 5 %.

La désignation comprend successivement les symboles suivants :

- a) la lettre X ;
- b) le centuple de la teneur moyenne en carbone ;
- c) les symboles chimiques indiquant les éléments d'alliage caractérisant l'acier dans l'ordre décroissant des valeurs de la teneur moyenne, suivis de nombres séparés par un trait d'union, représentant respectivement la teneur moyenne des éléments en % ;
- d) un symbole chimique additionnel indiquant un élément d'alliage qui caractérise l'acier et dont la teneur est comprise entre 0,2 % et 1 %, suivi d'un nombre représentant 10 fois la teneur moyenne spécifiée pour l'élément d'alliage.

Exemple : acier inoxydable X2CrNi19-11

- Acier avec teneur en C \leq 0,03 % ;
- Élément d'alliage : Cr, Ni ;
- Teneurs moyennes en % des éléments d'alliage : 19 % Cr – 11 % Ni.

Bore : le plus souvent, on signale seulement sa présence sans rappeler sa teneur en %. Lorsque celle-ci est très supérieure à la teneur courante, il est nécessaire de le rappeler en clair.

Acier à 4 % de bore par exemple ;

Azote : lorsqu'une addition d'azote doit figurer à la composition de base, elle est signalée par le symbole N. X2CrNiN18-10 par exemple.

Les éléments d'alliage, autres que ceux envisagés ici, sont représentés par leur symbole chimique international (par exemple : Se).

*Désignation numérique : NF EN 10027-2

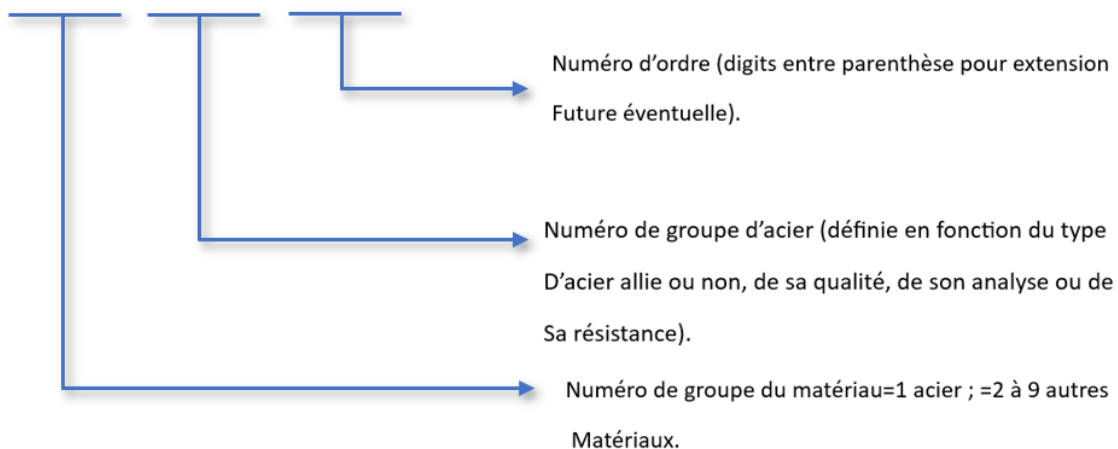
La désignation numérique est obligatoire pour les nuances d'aciers définies par les normes européennes et facultative pour les nuances d'acier nationales ou les aciers de marque.

Les numéros d'aciers établis conformément à ce système ont un nombre fixe de digits. Ils sont en conséquence mieux adaptés pour le traitement des données que les désignations symboliques établies selon la partie 1 de la norme NF EN 10027.

Chaque numéro d'acier ne doit se référer qu'à une seule nuance d'acier. Un numéro alloué à une nuance d'acier ne doit pas, en principe, être alloué à une autre nuance d'acier, même si la nuance d'origine a été supprimée.

Les numéros d'aciers sont alloués par le Bureau européen d'enregistrement placé sous la responsabilité de l'ECISS.

La structure des numéros d'aciers est la suivante :



Exemple : La désignation numérique de l'acier inoxydable X2CrNi19-11 est : 1.4306.

I.2.2-Normalisation américaine

Américaines (normes de l'ASTM) ; L signifie low carbon (bas carbone), H signifie High carbon (haut carbone). Le tableau suivant donne l'équivalences des désignations en norme américaine pour les aciers austénitiques [10] :

Tableau I. 4 : Désignation des aciers inoxydables austénitiques selon la norme AISI

Désignation	Nuance AISI(États-Unis)
X2CrNi18-09	304L
X5CrNi18-10	304
X2CrNiMo17-12-2	316L
X5CrNiMo17-12-2	316
X6CrNiTi18-10	321
X6CrNiNb18-10	347

I.3-L'effet des éléments d'additions

Les éléments d'addition dans l'acier inoxydable ont un rôle considérable sur la structure, sur les propriétés mécaniques, sur la résistance à la corrosion et sur la soudabilité. Sur le plan structural, ces éléments sont classés en trois familles :

- * Les éléments gammagènes favorisent la phase γ (structure austénitique)
- * les éléments alphas. Favorisent la phase α (structure ferritique)
- *Les éléments carburigènes qui ont tendance à former des carbures.

I.3.1- Les éléments gammagène

a- Carbone :

Le carbone ajoute au niveau de quelque fraction de % en masse, qui permet d'en ajuster les propriétés mécaniques. Le carbone se retrouve en solution solide dans la ferrite, l'austénite ou la martensite et se retrouve combiné aux éléments chrome ou molybdène sous forme de carbures. Le carbone est plus soluble dans l'austénite que dans la ferrite, il va provoquer la stabilisation de domaine austénitique.

b- Nickel

Contrairement au carbone, le Nickel ne s'insère pas entre les atomes de réseau de fer mais s'y substitue. Il est ajouté en grandes quantités (entre 8 et 10%) aux aciers inoxydables riches en chrome pour favoriser une structure austénitique [7], L'effet gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Il est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30 [8]. La propension du nickel à former de l'austénite est responsable d'une grande résilience (résistance aux chocs) et d'une haute résistance à la fois à des températures basses et élevées car le nickel a une vitesse de diffusion assez faible donc il est très utile pour retarder le grossissement du grain par chauffage à hautes températures. Le nickel améliore également considérablement la résistance à la fissuration par corrosion sous contrainte. [12]

c- Manganèse (Mn)

Le manganèse classé comme élément gammagène, à un rôle alphagène pour des teneurs supérieures à 7 % renforçant ainsi la résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides [6].

d- Cuivre (Cu)

Le cuivre est normalement présent dans l'acier inoxydable en tant qu'élément résiduel. Cependant, il est ajouté à quelques alliages pour conférer des propriétés de durcissement par précipitation ou pour améliorer la résistance à la corrosion, notamment dans des environnements marins et en présence d'acide sulfurique. [12]

e- Azote(N)

Puissant élément gammagène, contribue également à stabiliser l'austénite. Associé à une basse teneur en carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.

I.3.2-Les éléments alphagènes

a- Chrome (Cr)

Le chrome est ajouté à l'acier pour augmenter sa résistance à l'oxydation. L'acier inoxydable contient au moins 10,5 % de chrome (pratiquement 11 ou 12 %). Cela confère une résistance très importante à la corrosion générale par rapport aux aciers à plus faible teneur en chrome. La résistance à la corrosion est due à la formation d'une couche auto-réparatrice d'oxyde de chrome passive (Cr_2O_3), à la surface de l'acier inoxydable (cette couche est efficace pour protéger les matériaux contre les milieux agressifs, les hautes températures...La figure I.8 montre les effets du chrome sur l'acier.

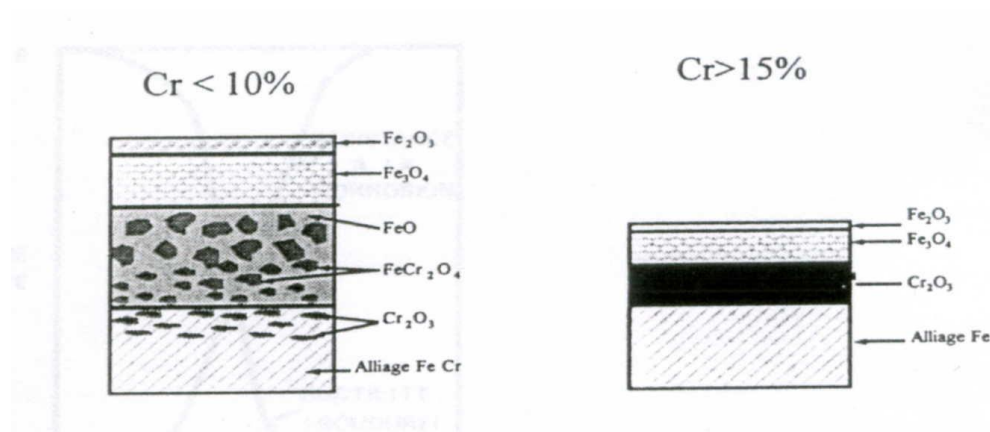


Figure I. 8 : Effets du chrome sur l'acier

b- Molybdène (Mo)

Lorsqu'il est ajouté aux aciers austénitiques au chrome-nickel (2 à 5 %), le molybdène améliore la résistance à la corrosion par piqûres et par fissures, dans des environnements contenant des chlorures, à l'exception des solutions nitriques bouillantes. [6] Il participe avec le chrome pour produire des performances très élevées en matière de corrosion par piqûres et fissures. Il forme à des températures élevées une couche d'oxyde instable et protectrice contre la corrosion. [12]

c- Silicium (Si)

Le silicium, autre élément alphasène, améliore les propriétés d'emploi à haute température mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage. [6]

d- Titane (Ti)

Le titane a une grande affinité au carbone, un ajout de quelques dixièmes de % de Ti provoque la précipitation du carbone sous forme de carbure de Titane plutôt que carbure de chrome, car la stabilité du carbure de titane est meilleure que celle du carbure de chrome. Cet effet, combiné avec le caractère intrinsèquement alphasène de Ti conduit à une structure finale entièrement ferritique[7], donc l'utilisation du titane, et la formation du carbure de titane en particulier, évite la perte des caractéristiques d'inoxidabilité, par exemple : Lors du travail à chaud, comme la soudure.

e- Niobium (Nb)

Le niobium a un point de fusion beaucoup plus élevé que le titane et présente des propriétés semblables. Il est utilisé dans les métaux d'apport pour soudage à l'arc électrique en lieu et place du titane qui serait volatilisé pendant le transfert dans l'arc électrique, et il se combine avec le carbone dans les aciers inoxydables et forme les carbures pour s'opposer à la corrosion intergranulaire.

I.4-Les diagrammes des phases**I.4.1- Le diagramme binaires Fe-Cr**

L'ajout de chrome limite l'extension en température de « domaine gamma », car c'est un élément dit alphasène. Il favorise fortement la forme ferritique.

Sur le diagramme de phase Fe-Cr, le domaine austénitique est assez réduit et il est représenté par un domaine limité appelé boucle gamma au-dessous d'une teneur voisine de 13% Cr ; c'est à dire l'alliage est biphasé (ferrite + austénite) dans certaines plages de température. Pour des teneurs supérieures à 13% Cr mais inférieures à 30% Cr ; l'acier est ferritique à toute température.

Aux teneurs encore plus élevées et aux températures inférieures à environ 850°C, il peut apparaître une nouvelle phase intermédiaire dite « phase sigma σ » souvent néfaste pour la résistance à la corrosion. [7] [10]

On notera que le chrome jusqu'à 8 % abaisse la température A3 et se comporte comme un élément gammagène. Ce comportement s'inverse pour des teneurs supérieures à 8 %, point à partir duquel cette température augmente.[6] Ce diagramme d'équilibre thermodynamique n'est valable que pour les alliages en Fe-Cr purs.

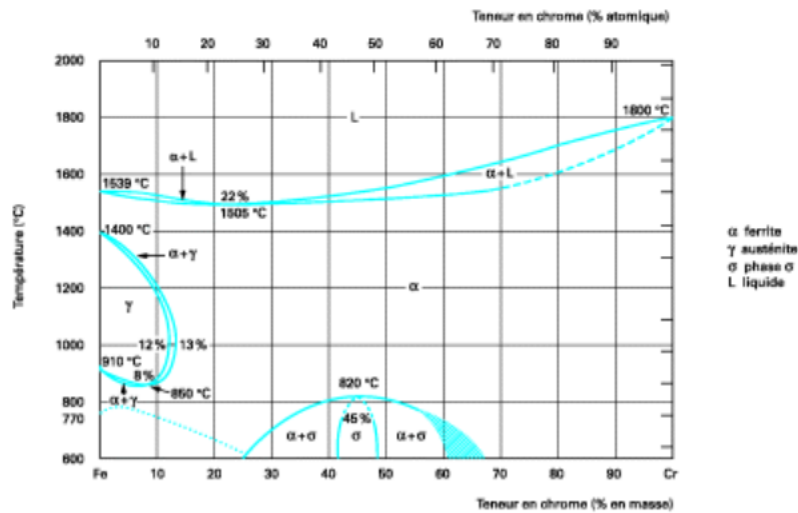


Figure I. 9 : Diagramme d'équilibre thermodynamique des alliages Fer-Chrome. (L)représente le liquide ;(α)la ferriter ;(γ) l'austenite ;(σ) « phase sigma σ » [6]

L'étendue du domaine γ va être très fortement influencée par d'autres éléments d'addition. Cette étendue est réduite par les éléments alphagènes (Silicium, molybdène ...) et agrandie par les éléments gammagènes comme le carbone et azote et le nickel (figure I. 10)

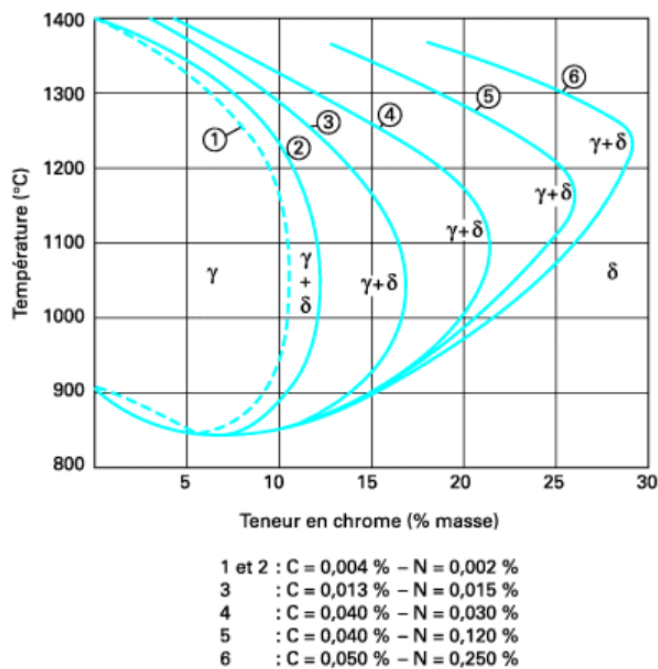


Figure I. 11 : Influence de la somme des éléments carbone plus azote sur les domaines austénitiques (γ) [6]

I.4.2-Le diagramme binaire Fe-Ni

Le Nickel est un élément gammagène de structure cubique à faces centrées : il favorise l'extension du domaine austénitique, conduisant à un domaine δ limité et formé. [10]

Dans le diagramme Fer - Nickel, le domaine austénitique est élargi et le domaine ferritique est réduit grâce au nickel. Le domaine de la ferrite δ est limité (existence d'une transformation peritectique à 1512 °C). Le domaine de la ferrite δ est très étroit et l'existence d'un domaine biphasé ($\alpha + \gamma$) (figure I. 11).

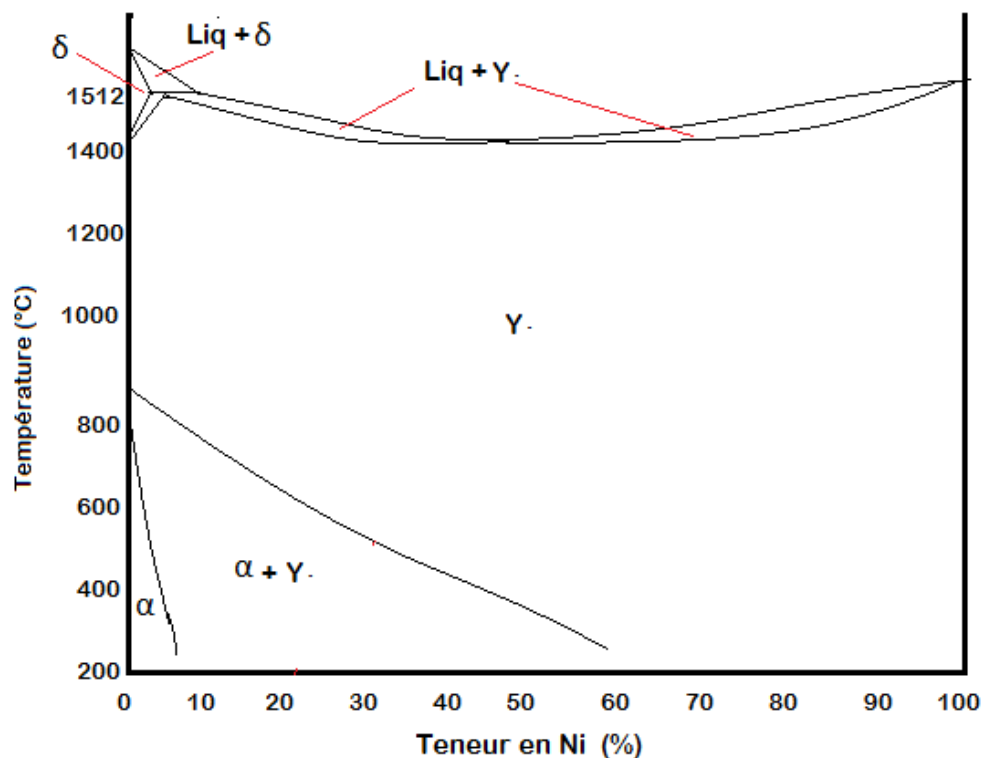


Figure I. 12 : Diagramme binaire Fe- Ni

I.4.3- Le diagramme ternaire Fe-Ni-Cr

La constitution d'équilibre des alliages Fe-Ni-Cr dépend des teneurs relatives en Ni (γ -gène) et en Cr (α -gène). La figure suivante montre l'influence du Nickel sur la boucle γ du diagramme Fe-Cr : l'addition de Nickel élargit, en teneurs et températures, le domaine austénitique.

La figure ci-dessous présente une coupe du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ .

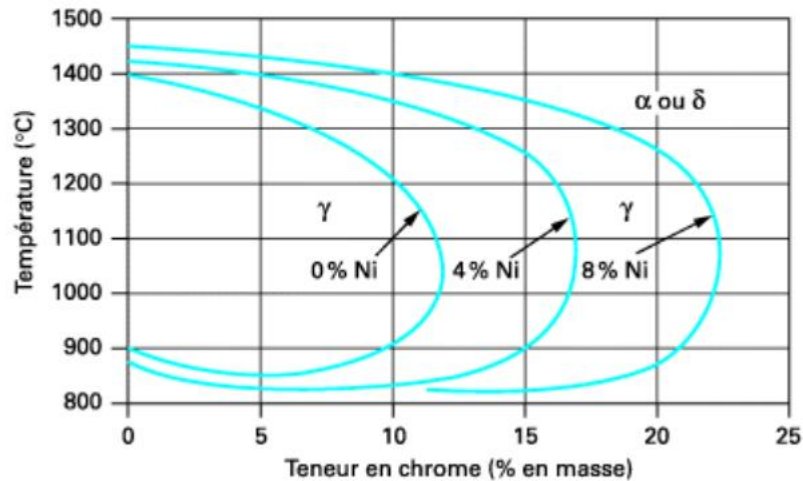


Figure I. 13 : Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ [6]

En outre des coupes isothermes ternaires (refroidissements lents) montrent que la phase σ apparaît pour des teneurs en Cr inférieures à celles du binaire Fe-Cr : Ni favorise l'apparition de σ . [10]

La figure I.13 qui représente une section isotherme à 1100°C du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni, montre que l'augmentation de la teneur en chrome (équivalent) d'un acier inoxydable austénitique (point a) fait apparaître une certaine proportion de la ferrite F (point b). L'augmentation de la teneur en nickel (équivalent) restitue ensuite la structure entièrement austénitique (point c).

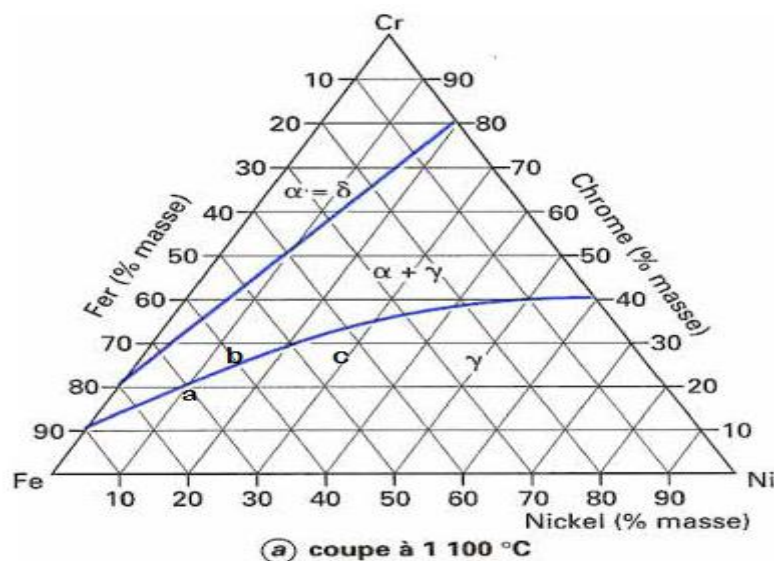


Figure I. 14 : Diagramme Ternaire Fe-Cr-Ni

I.5- Diagramme de Schaeffler

La détermination de la relation entre la composition chimique des phases présent dans les aciers inoxydables à l'état brut ou même pour une soudure nécessite à utiliser le diagramme de Schaeffler. [12]

Il permet de prédire la structure de l'acier en fonction du pourcentage en chrome (Cr) et nickel (Ni) équivalent. [6] [12]

Ces équivalents sont déterminés par des formules en fonction des différents éléments d'alliage. Chaque élément est affecté d'un coefficient qui représente son pouvoir α gène ou γ gène. Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel auxquels sont attribués arbitrairement le coefficient 1. [6]

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,5Nb \quad [12]$$

$$Ni_{eq} = Ni + 30 \%C + 30\% N + 0,5\%Mn \quad [12]$$

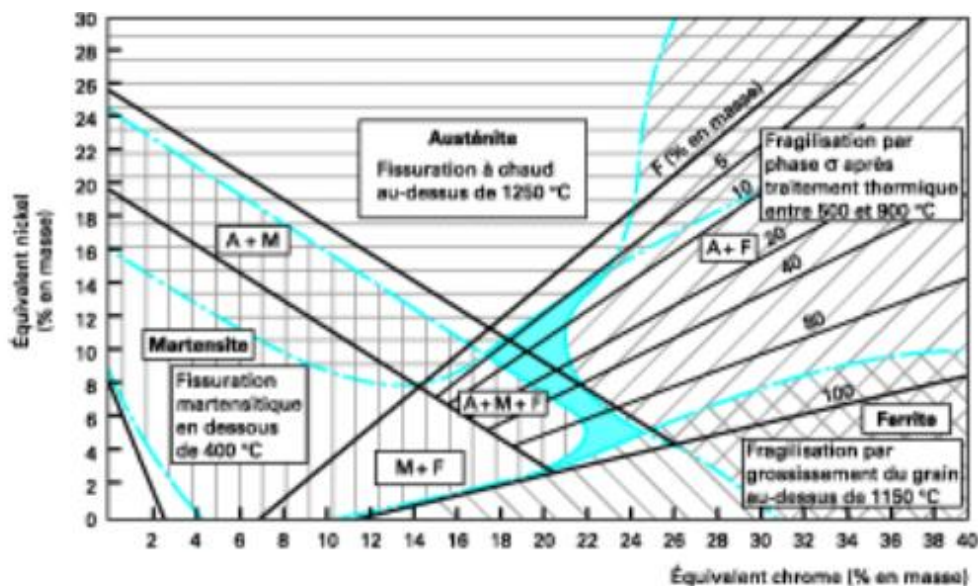


Figure I. 15 : diagramme de Schaeffler

Dans ce graphique, les éléments alphagènes sont représentés sur l'axe des ordonnées par leur équivalent chrome, tandis que les éléments gammagènes sont représentés sur l'axe des abscisses par leur équivalent nickel. La position du point ainsi défini permet de prédire la composition et la structure du métal déposé.

Selon le diagramme de Schaeffler, lorsque l'équivalent en nickel est nettement plus élevé que l'équivalent en chrome, l'alliage sera entièrement austénitique, tandis qu'un équivalent en chrome prédominant conduira à une structure entièrement ferritique.

I.6-Les aciers inoxydables austénitiques

I.6.1- Introduction

L'austénite est une solution solide de carbone dans l'allotrope γ du fer, qui est stable entre 910 à 1 390 °C à la pression atmosphérique. Cet allotrope a une structure cristallographique cubique à faces centrées, qui permet une grande solubilité du carbone (jusque 2,1 % massique à 1 147 °C) par rapport à la ferrite.

Le nom d'austénite vient de William Chandler Roberts-Austen, métallurgiste connu pour ses recherches sur les propriétés physiques des métaux et de leurs alliages.

Les aciers inoxydables, grâce à l'addition du nickel, ont une structure composée de grains d'austénite. Les principaux aciers inoxydables austénitiques dérivés de la nuance X5CrNi18-10 sont présentés dans la figure I.15

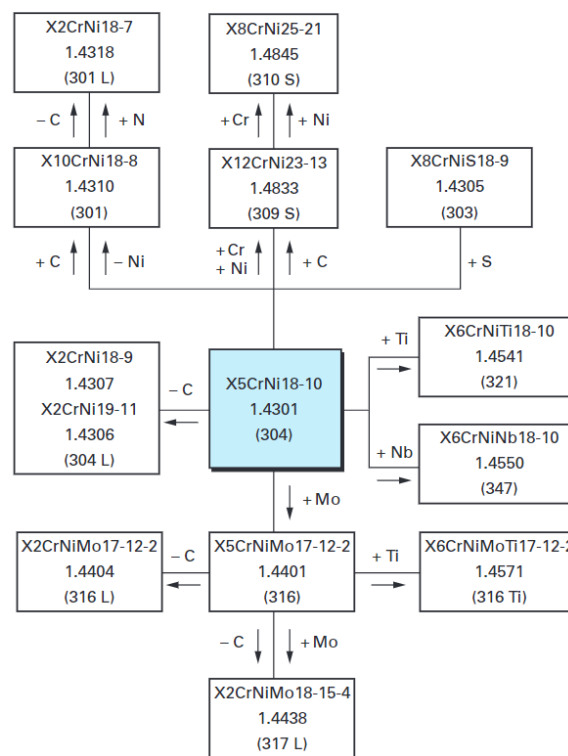


Figure I. 16 : Principaux aciers inoxydables austénitiques au chrome-nickel (molybdène) dérivés de la nuance X5CrNi18-10 (304)

I.6.2- Composition et structure

La composition chimique des aciers inoxydables austénitiques est présentée dans le tableau I.5 Les éléments d'addition principaux sont le chrome, le nickel et le molybdène.

Tableau I. 5 : Intervalle de composition chimique des aciers inoxydables austénitiques

<i>C</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>Mo</i>	<i>N</i>	<i>Fe</i>
< 0,15%	16 à 30%	4 à 22%	0 à 2%	0 à 3%	0 à 4%	0 à 0,4%	Bal.

La structure de l'acier austénitique est présentée dans la figure I.16 La structure présente des grains austénitiques isotropes de taille différente (gros grain et grains fins) et des macles dans les grains.

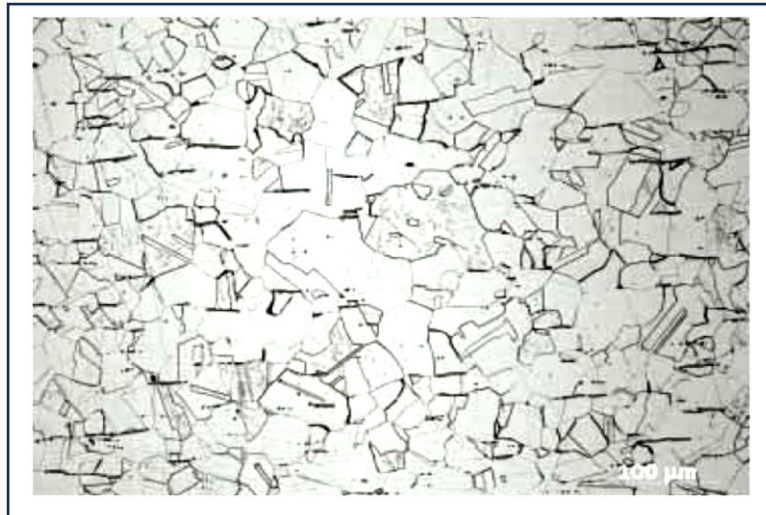


Figure I. 17 : Microstructure d'un acier inoxydable austénitique qui contient 6% de Mo [12]

Les aciers inoxydables austénitiques ne peuvent pas être durcis par traitement thermique, mais peuvent être renforcé par un travail à froid.

Les aciers inoxydables austénitiques sont largement utilisés en raison de leur excellente résistance à la corrosion.

I.6.3 - Principaux type des aciers inoxydables austénitiques

Les nuances austénitiques sont généralement utilisées dans les applications structurelles pour lesquelles une bonne résistance mécanique et à la corrosion, une bonne déformabilité une excellente soudabilité, parmi ses nuances on site :

-Aciers inoxydables type 18-8 : Aciers composés de Chrome et de Nickel. Le type le plus courant d'acier austénitique est le 18-8 (18% de Cr et 8 % de Ni). Les nuances 1.4301 (mieux connue sous le nom répandu 304) et 1.4307 (304L) sont les plus souvent utilisées. Elles peuvent être utilisées en milieux rural, urbain et industriel léger.

-Aciers inoxydables type 18.10. Mo : Aciers contenant du chrome, du nickel et du molybdène. Les nuances 1.4401 (316) et 1.4404 sont les plus utilise (316L) ; dans le but d'augmenter leur résistance à la corrosion. Elles sont appropriées aux milieux marins et industriels.

-**Aciers inoxydables super-austénitiques** : à forte teneur en chrome, nickel, molybdène et azote.

Les aciers inoxydables peuvent être classés en trois catégories selon leur composition en carbone :

- $C \leq 0,030 \%$: aciers dits à bas carbone ;
- $0,03 \% < C \leq 0,08 \%$: aciers dits à carbone moyen ;
- $C \geq 0,08 \%$: aciers dits à carbone élevé.

Le tableau ci-dessous donne la composition chimique des différentes nuances austénitiques

Tableau I. 6 : Gammes de nuances des aciers inoxydables austénitiques 304,316 et 904L. [11] [12]

Grade	EN	C	Mn	N	Cr	Ni	Mo	Cu
304	1,4301	0.07	2	0,1	17,5	8	-	-
304L	1,4307	0.03	2	0,1	17,5	8	-	-
304LN	1,4311	0.03	-	0,15	18,5	8,5	-	-
316	1,4401	0.08	2	0,1	16	10	2	-
316L	1,4404	0.03	2	0,1	16	10	2	-
316LN	1,4406	0.03	-	0,15	17	10,5	2,1	-
904L	1,4539	0,02	-	0,1	20	25	4,5	1,5

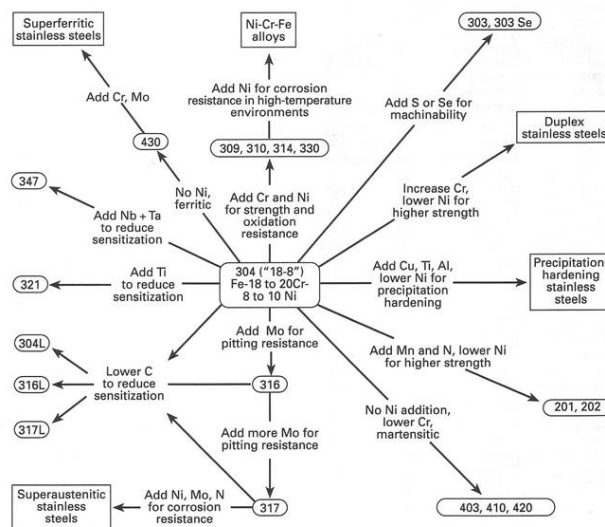


Figure I. 18 : Relations familiales dans les aciers inoxydables [2]

I.6.4 - Les traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent subir différents traitements thermiques :

I.6.4.1-Traitement d'hypertrempe

Ce type de traitement peut être classé dans les traitements d'homogénéisation. Il consiste en maintien à haute température de (1000 à 1150°C) suivi d'un refroidissement rapide.

Ce traitement a pour but d'obtenir à température ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments se trouvent en solution solide. Lors du chauffage de ces aciers permet d'obtenir une phase austénitique homogène. Le refroidissement suffisamment rapide du métal permet de garder la phase austénitique à l'ambiante. [14] [15]

*Choix de température hypertrempe

Il y a deux cas :

- **Nuances sans molybdène** : la température peut être choisie dans l'intervalle 1 000 - 1 100 °C ; 1 000 °C suffisent pour redissoudre d'éventuels carbonitrides de chrome (nuances non stabilisées) et il n'y a pas de phases intermétalliques très stables liées à la présence de molybdène (les aciers 304 et 304L)
- **Nuances au molybdène** : la température sera choisie entre 1 050 et 1 150 °C pour dissoudre les phases intermétalliques et le cas échéant les carbonitrides ; les nuances du type 316 / 316L, ne présentent d'autre part pas de ferrite δ au-dessous de 1 150 °C. [16]

*Durée de maintien à la température hypertrempe

En pratique, on peut préconiser des durées de chauffage de **0,7 à 2,5 minutes par millimètre** d'épaisseur. On choisira le haut de fourchette pour une élimination complète des contraintes résiduelles et le bas si l'on souhaite limiter le grossissement de grain. [16]

I.6.4.2-Traitement de sensibilisation

La sensibilisation fait référence à la détérioration de la résistance à la corrosion due à l'appauvrissement en chrome par la formation, la croissance et la précipitation de particules riches en carbure de chrome dans les joints de grains où l'acier rencontre des températures comprises entre environ 450 °C et environ 850 °C.

Le carbure de chrome qui précipite est du type $M_{23}C_6$ enrichi en Cr, dans lequel M représente Cr a une petite quantité de Fe. Dans la plage de température de sensibilisation, la précipitation de ce carbure entraîne une corrosion intergranulaire. [17]

I.6.5- Transformation de Phases dans les aciers austénitiques

I.6.5.1- Précipitation des carbures $Cr_{27}C_6$

La structure austénitique des aciers inoxydables est une structure métastable obtenue par hypertrempe depuis des températures supérieures à $1000^{\circ}C$, qui va donner une matrice sursaturée en éléments d'addition.

Un maintien à une température T entre $500^{\circ}C$ et $900^{\circ}C$, vas favoriser la précipitation de carbone sous la forme des carbures. La séquence de précipitation des composés suit l'ordre joints de grains, parois de macles incohérentes puis cohérentes et enfin dans les grains, parfois autours d'inclusions. Elle conduit à la chute de la teneur en chrome au voisinage des joints. Cet appauvrissement local en chrome appelé « sensibilisation » (traite déjà dans la partie 8.2) conduit au phénomène bien connu de corrosion intergranulaire.

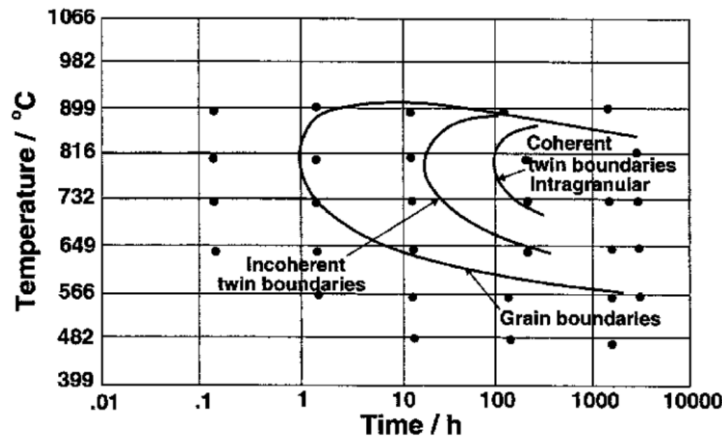


Figure I. 19 : Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 304

La majeure précipitation de l'austénite est le carbure $M_{23}C_6$ ($M_{23}C_6$ est une notation générale de $Cr_{23}C_6$) qui est trouver après le long temps de maintien à la température de $550^{\circ}C$, et c'est le carbure le plus commun des carbures détectés dans ces alliages (Le seul dans l'acier 304). La précipitation de $M_{23}C_6$ se produit d'abord le long de la dislocation de Shockley limitrophe, puis recule à travers la faute d'empilement pour former une lame de carbure sur le plan $\{111\}$. [18]

Le même type d'acier peut être utilise avec une teneur en carbone moindre pour éviter la précipitation des carbures de chrome. [7]

L'addition des éléments qui ont une forte affinité avec le carbone (titane ou niobium). La précipitation de carbures de titane ou de niobium limite la précipitation des carbures de chrome et limite donc également l'abaissement local de la teneur en chrome (diminution la sensibilité à la corrosion et la perte d'inoxidabilité). [7]

Le molybdène (Mo) diminue la solubilité du carbone dans l'austénite et accélère la précipitation des carbures. Une augmentation de la teneur en nickel a un effet semblable, alors que l'azote (N) retarde la précipitation et la coalescence du $M_{23}C_6$. [19]

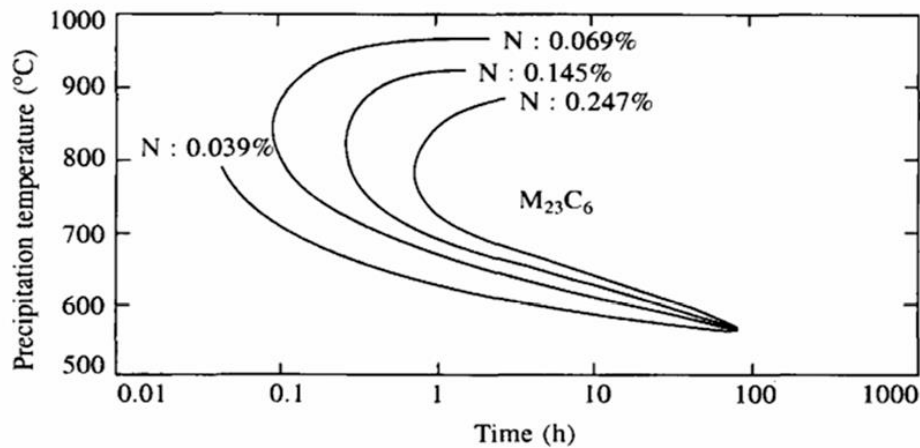


Figure I. 20 : Effet de l'azote sur la précipitation et la coalescence de $M_{23}C_6$. [19]

D'après les recherches menées, il a été démontré que soumettre un acier inoxydable austénitique à un traitement de revenu dans la plage de température de 600°C à 700°C conduit à la formation de $M_{23}C_6$, ce qui conduit à l'augmentation de la dureté et la modification des propriétés mécaniques de l'acier [18].

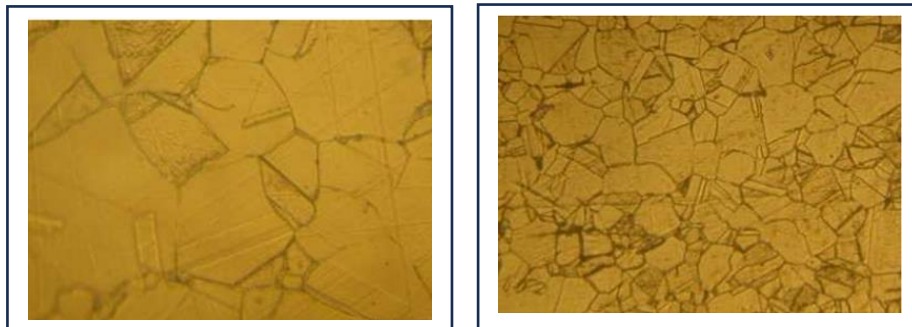


Figure I. 21 : Acier austénitique subit un traitement de revenu à 600°C

I.6.5.2- Les phases intermétalliques

À l'ambiante, la phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques peut être, suivant la composition de la nuance métastable ou thermodynamiquement stable. La phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques est, quelle que soit la composition, stable à haute température

Refroidir le métal suffisamment rapidement de cette température à l'ambiante permet de conserver l'austénite à l'ambiante, même si celle-ci n'est pas stable thermodynamiquement ; D'autre part, certains aciers austénitiques sont sujets à la formation de phases intermétalliques de type σ , χ ou de Laves η . [16] Ces phases sont généralement préjudiciables à la tenue à la corrosion et causent une fragilité de l'acier. Elles peuvent être remises en solution à haute température, lors du traitement d'hypertrempe. Les phases intermétalliques les plus stables en température sont celles liées à la présence de molybdène dans le métal.

a- La phase σ

La précipitation de la σ phase, souvent observée dans diverses séries d'aciers inoxydables, est l'une des principales raisons de la détérioration des propriétés des aciers inoxydables, par exemple les propriétés mécaniques, la résistance à la corrosion et la soudabilité.

La phase σ est une structure cristalline tétragonale et sa température de précipitation est comprise entre 600°C et 1000°C. [20]

Tableau I. 7 : composition chimique et caractéristiques de la phase σ [20]

Alloy	Lattice parameter (Å)	Composition of phase (wt%)					Formula
		Fe	Cr	Ni	Mo	Si	
Fe-Cr	$a_0 = 8.799, c_0 = 4.544$						Fe-Cr
Fe-Mo	$a_0 = 9.188, c_0 = 4.812$						Fe-Mo
17Cr-11Ni-2Mo-0.4Ti	—		30	4.3	9	0.8	
17Cr-11Ni-0.9Mo-0.5Ti	—		33	4.5	5.4	0.7	
Type 316	$a_0 = 8.28\text{--}8.38, c_0 = 4.597\text{--}4.599$	55	29	5	11	—	$(\text{FeNi})_x(\text{CrMo})_y$
Type 316L	$a_0 = 9.21, c_0 = 4.78$						
20Cr-25-34Ni-6.5-8Mo	$a_0 = 8.87, c_0 = 4.61$	35/37	17/26	15/21	21/28	—	
25Cr-20Ni	—	40	46	9.4	—	3	

La figure suivante montre la microstructure telle que laminée de la phase σ avec un taux de laminage de 50 % en acier inoxydable AISI 304. [20]

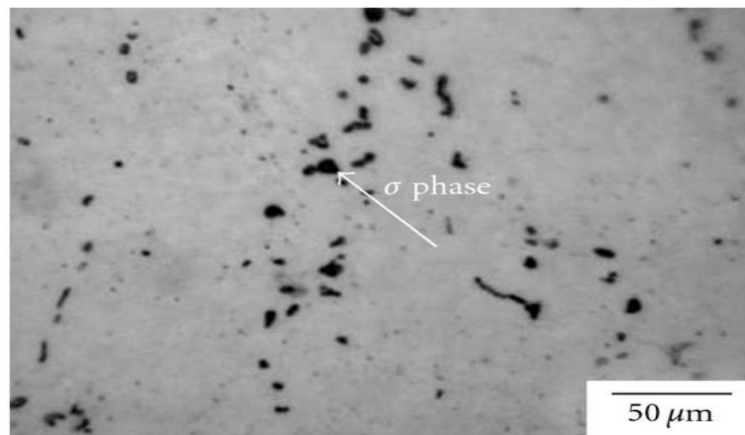


Figure I. 22 : Précipitation de la phase σ observée par le microscope optique.

b- La phase χ

La phase χ est une phase intermétallique cubique à base centre, elle ne se produit que dans les aciers inoxydables contenant du Mo ou du Ti du type AISI316, la composition de la phase χ varie de $(Fe/Ni)_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ à $(Fe/Ni)_{36}Cr_{12}Mo_3Ti_7$. Selon les concentrations relatives de Mo et Ti.

La composition de la phase chi (χ) est fréquemment assimilée à celle de la phase sigma (σ), les principales différences étant la solubilité du carbone et des concentrations plus élevées de molybdène. Une précipitation de la phase chi a été observée associée aux précipités de carbure $M_{23}C_6$ qui se décomposent après de longs maintiens à haute température. [21]

c- La phase de Laves (η)

Les phases de Laves, avec leur structure cristalline relativement simple, sont des phases intermétalliques très courantes et peuvent être formées à partir de combinaisons d'éléments dans tout le tableau périodique, ce qui donne lieu à un grand nombre d'exemples connus. La désignation « phases Laves » pour cette classe de composés intermétalliques AB_2 a été suggérée par Gustav ER Schulze ; par exemple : $MgNi_2$, $MgZn_2$, $MgCl_2$.

Pour les aciers inoxydables La phase de Laves (η) est un constituant mineur au Mo (316L par exemple) où elle se forme sous Fe_2Mo ; Fe_2Nb ; $FeTi$.

Tableau I. 8 : Nature et composition des précipités rencontrés dans une nuance X2CrNiMoN17-13-5 après exposition entre 550 et 900 C

Précipité	Symbole	Composition chimique (% en masse)			
		Cr	Mo	Ni	Fe
Carbure	$M_{23}C_6$	65	15	5	15
Phase sigma	σ	30	10	5	55
Phase ksi	χ	20	20	5	55
Phase de laves	η	10	45	5	40

I.6.6- Les propriétés des aciers inoxydables austénitiques

Le module d'élasticité des aciers inoxydables austénitiques est de l'ordre de 200 000 N/mm², suivant leur instabilité, leurs caractéristiques mécaniques R_m , R_p et A peuvent varier dans de grandes proportions suivant le taux d'érouissage qui leur est appliqué. Les alliages austénitiques à l'état hypertrempe, c'est-à-dire lorsque leur structure est entièrement austénitique, sont amagnétique. [23]

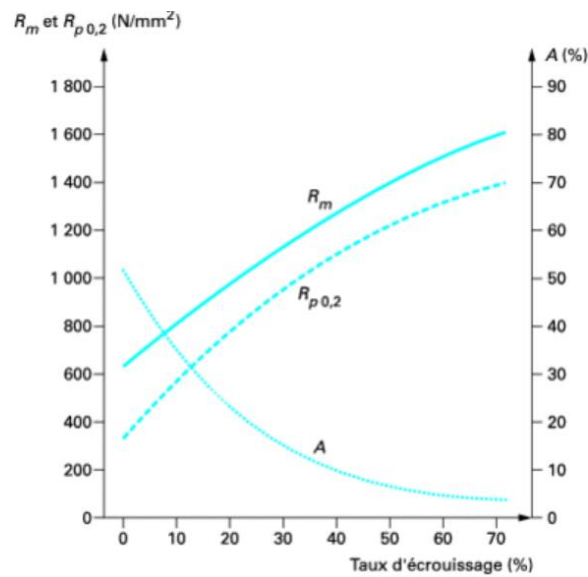


Figure I. 23 : Évolution des caractéristiques mécaniques d'acier inoxydable austénitique en fonction du taux d'écroutissage [23]

Les propriétés physiques des aciers austénitiques sont :

***Densité (kg / dm^3)** : 7,9 ;

***Conductivité thermique** : (jusqu'à 20 ° C) :15 ;

***Résistance électronique à température ambiante (en $\Omega mm^2 / m$)** : 0,73 [24] ;

Les aciers inoxydables austénitiques standard contiennent généralement de 8 à 11 % de nickel et de 16 à 20 % de chrome, cette composition permet d'avoir les propriétés suivantes : [12]

- Ils ont tendance à être non magnétiques et présentent une résistance à la traction modérée ;
- Une bonne ductilité, peuvent être facilement façonnés en formes complexes ;
- Ne peut pas être durcie ou renforcée par traitement thermique, mais peut être renforcée par formage à froid ou durcissement par travail (ASTM A666) ;
- Un taux de durcissement élevé ;
- Une réduction progressive de la ténacité avec la diminution des températures ;
- Une bonne soudabilité.

I.7-L'acier austénitique type 304L

I.7.1-Nuance 314L

L'acier austénitiques le plus courant : AISI304L /Nuance EN 1.4307/Désignation X2CrNi18-9, est un acier austénitique à faible teneur en carbone ($\leq 0,03$), qui présente d'excellentes propriétés de soudage et une bonne résistance à la corrosion. Cette qualité d'acier inoxydable est légèrement magnétisable et convient au soudage et au formage à froid. [24]

La composition chimique des aciers de type 304/304L est donnée dans le tableau suivant :

Tableau I. 9 : La composition chimique de 304/304L

Grade	EN	C	Mn	N	Cr	Ni	Mo	Cu
304	1,4301	0.07	2	0,1	17,5	8	-	-
304L	1,4307	0.03	2	0,1	17,5 19,5	8 12	-	-

I.7.2- Propriétés mécaniques

L'austénite conventionnelle telle que l'acier inoxydable AISI 304L ne peut pas être durcie par traitement thermique, car elle ne changera pas sa structure de réseau cristallin lorsqu'elle est chauffée, de sorte qu'elle ne peut être durcie que par travail à froid.

L'écrouissage peut transformer une partie de l'austénite en martensite. À mesure que la quantité de martensite dans l'acier augmente, sa résistance augmente et sa plasticité diminue.

Tableau I. 10 : Les propriétés mécaniques des aciers 304 et 304L à température ambiante

Denomination AISI 316	Limite delasticite En MPa	Resistance a la traction En MPa	Allongement en %	Durete HRB	Coefficient de dilatation thermique K
304	210-230	520-720	45	80	17,5
304L	200-220	500-670	45	79	18

I.7.3 - Propriétés Physiques

Les propriétés physiques de l'acier inoxydable AISI 304 sont répertoriées dans la fiche technique ci-dessous, telles que la densité, le point de fusion, la chaleur spécifique, la résistivité électrique, le module élastique (module d'élasticité), la conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique.

Tableau I. 11 : Propriétés physiques de l'acier inoxydable AISI 304L

No	Les propriétés physique	La valeur
1	Densité (lb/in ³)	0,285
2	Module d'élasticité, psi	28 x 10 ⁶
3	Coefficient de dilatation thermique, (in/in) / °F	9,2.10 ⁻⁶
4	Conductivité thermique (BTU/hft. °F)	9.4a à 212°F
5	Chaleur spécifique (BTU/lb. °F)	0,12
6	Résistivité électrique, Microohm-in à 68°F	28.3
7	Plage de fusion	2500 à 2590

I.7.4- Soudage de l'acier 304 L

Le matériau AISI 304L a une très bonne soudabilité et peut être utilisé avec de nombreux procédés courants tels que le soudage à l'arc ou TIG. Cette nuance d'acier inoxydable ne peut être utilisée que dans une mesure limitée pour la fusion de gaz et le soudage à l'arc submergé. [24]

Le meilleur moyen pour souder les aciers inoxydables, lorsque c'est possible, est le soudage avec métal d'apport austénitique. Tous les procédés traditionnels sont utilisables, soudage à l'arc à l'électrode enrobée, le soudage à l'arc submergé, les procédés sous atmosphère inerte comme le TIG et le MIG, le soudage plasma. Le flux d'argon ou d'hélium autour de l'arc électrique empêche l'oxydation du bain de fusion ainsi que pendant le transfert du métal d'apport.

I.7.5- Applications des aciers inoxydables austénitiques

L'acier inox AISI 304/304L est largement utilisé dans l'industrie alimentaire, les appareils électroménagers et l'électronique grand public, les équipements médicaux, la décoration architecturale, les outils de quincaillerie, l'industrie automobile, la pétrochimie, les usines de traitement de l'eau, l'aérospatiale, etc. La liste suivante montre les utilisations typiques dans diverses industries :

- **Industrie alimentaire** : vaisselle et ustensiles de cuisine tels que woks en acier inoxydable, cuiseurs à vapeur, casseroles, fourchettes, baguettes, plaques de cuisson, grilles de barbecue, contenants pour produits laitiers, paniers de stérilisation.
- **Appareils électroniques** : 304 doublures de bouilloire électrique, tambour de machine à laver, coque de montre et de téléphone portable, four à micro-ondes, couvercle de hotte, armoire de commande, boîtier de pompe à eau, etc.
- **Matériel médical** : armoires médicales, chariots médicaux, conteneur de stérilisation, table de travail, etc. Outils de quincaillerie : vis et écrous en acier inoxydable, ressort en acier, tissu de quincaillerie, moustiquaires, ciseaux, robinets, pommes de douche, écran de sécurité.

CHAPITRE II

LA CORROSION SOUS CONTRAINTE

Introduction

Les matériaux qui ont une surface isolée restent stable indéfiniment. Si cette isolation contient des défauts ou elle si est imparfaite, elle peut subir une dégradation en contact avec des milieux agressifs.

Les matériaux métalliques ne sont pas en général stables, ils deviennent sensibles au phénomène de « corrosion ». Peu de métaux se trouvent à l'état natif dans la nature, comme l'or ou le platine sont thermodynamiquement stables et se trouvent sous forme métallique, ils offrent une résistance plus au moins importante en contact avec l'environnement corrosif, mais ce n'est pas le cas pour les autres matériaux ; car la plupart des métaux se retrouvent sous forme d'oxydes comme : de sulfates, de sulfures, de carbonates ; c'est leur **forme thermodynamiquement la plus stable**.

La corrosion des métaux est définie comme étant l'interaction physico-chimique entre un métal et son milieu entraînant une dégradation et des modifications dans les propriétés du métal.

Cette définition reconnaît que la corrosion est généralement perçue comme un phénomène nuisible, car elle entraîne la dégradation des propriétés des matériaux. Par exemple, le fer s'oxyde en présence d'oxygène de l'air pour former l'oxyde Fe_2O_3 (rouille). Mais il est important de dire que la corrosion a des avantages aussi, comme le cas d'aluminium, il réagit avec l'oxygène pour former une couche protectrice Al_2O_3 , Cette couche protège le matériau contre l'endommagement extérieur. La corrosion peut aussi contribuer la décomposition d'un grand nombre d'objets abandonnés dans la nature.

II.1-Mecanisme de la corrosion

La plupart des métaux se retrouvent sous forme d'oxydes dans la nature, c'est leur forme la plus stable. Pour atteindre une forme stable avec moins d'énergie, le métal perd des électrons de sa structure. Ces électrons se combineront à d'autres éléments, comme l'oxygène ou chlorures, qui va provoquer l'oxydation du métal. Pour que les électrons puissent se transférer, il doit exister une différence de potentiel entre deux points ($E_c < E_a$)

La corrosivité d'un métal dépend de :

- Sa tendance à perdre des électrons.
- Conditions externes qui favorisent le transfert d'électrons.

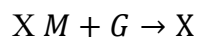
II.2-Les différents types de corrosion

On distingue deux grandes familles de corrosion : [25]

- La corrosion sèche (en général l'attaque d'un métal par un gaz).
- La corrosion en milieu aqueux.

II.2.1- La corrosion sèche

Le métal est attaqué par un gaz selon une réaction du type :



Où X est un produit de corrosion le plus souvent solide. Le gaz considéré est souvent l'oxygène mais il faut aussi tenir compte d'autres gaz tels que: SO_2 ; Cl_2 ; Br_2 ; H_2S . [25]

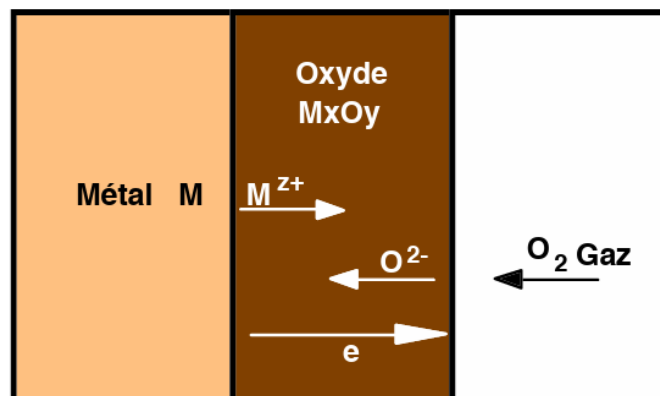


Figure II. 1 : Mécanisme de la réaction d'un métal avec l'oxygène dans le cas des couches d'oxyde minces [25]

II.2.2- La corrosion aqueuse

La corrosion aqueuse est un processus électrochimique où un courant électrique apparaît sans nécessiter de source extérieure, impliquant le déplacement d'électrons à travers le métal lui-même.

II.3-Diverses manifestation de la corrosion

La première naissance de la corrosion était à l'échelle visuel ; par l'apparition **des rouilles** sur les objets métalliques qui a été exposé à un milieu humide ; mais dans le pratique, la corrosion peut se manifester en autres façons différentes, telle que :

II.3.1-La corrosion uniforme

Constitue la dissolution quasi uniforme de tous les points constitutifs de la surface d'un matériau qui sont attaqués sensiblement à la même vitesse par le milieu corrosif. La conséquence de la corrosion uniforme est une diminution régulière de l'épaisseur.



Figure II. 2 : Corrosion sèche d'une pièce en acier

II.3.2-La corrosion localisée

La corrosion localisée se manifeste par la présence locale d'une petite zone active et partiellement occluse, entourée d'une zone restée passive [7]. On peut distinguer plusieurs façons de cette corrosion :

II.3.2.1-La corrosion intergranulaire

Les joints de grains sont des sites favorables à la précipitation de carbures, de phases intermétalliques ou à la ségrégation d'éléments solutés. Un traitement thermique de sensibilisation pour les aciers austénitiques peut favoriser une précipitation de carbures de chrome $Cr_{23}C_6$ aux joints de grains.

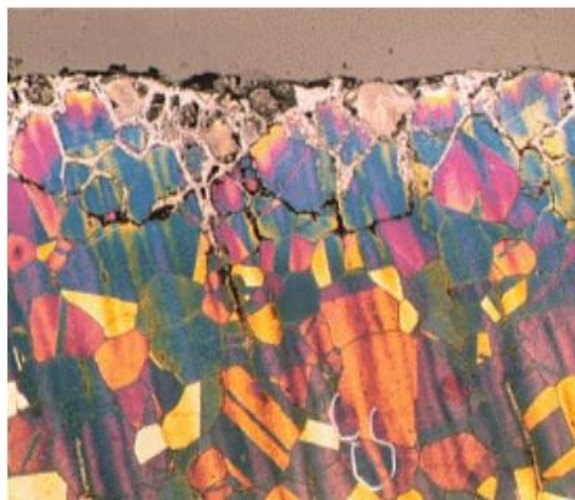


Figure II. 3 : Corrosion intergranulaire

Le carbure de chrome dont la teneur en chrome est très élevée (95 % Cr) appauvrit la matière adjacente en cet élément ; il aura formation d'un système comporte trois zones distinctes :

- Le carbure de chrome, grâce à son potentiel noble, constitue la cathode
- La zone déchromée dont la passivité ne peut plus exister constitue l'anode
- La différence de potentiel entre les deux zones favorise la corrosion intergranulaire

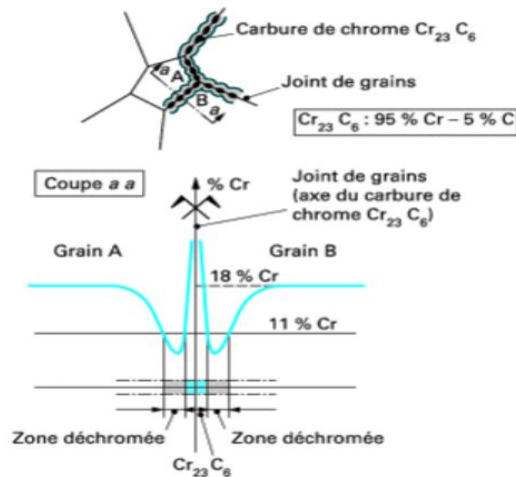


Figure II. 4 : Représentation de la déchromatisation aux joints de grains par suite de la précipitation de carbures de chrome

II.3.2.2 - La corrosion caverneuse

Elle concerne les alliages passivables (les alliages qui ont une couche protectrice comme aluminium et les aciers inoxydables ...) Utilisés dans des milieux aérés ou des milieux qui contient les chlorures. La caverne ou zone confinée provoque très localement une modification du milieu et entraîne un changement des paramètres électrochimiques, notamment par un couplage entre l'intérieur et l'extérieur de la crevasse.



Figure II. 5 : Corrosion par crevasse

II.3.2.3-La corrosion par piqûres

La corrosion par piqûres se produit sur une zone très localisée de la surface de l'alliage métallique, le reste de cette surface restant protégé par le film passif. Elle est associée à une rupture locale du film passif qui se produit souvent en présence de chlorures, si aucune autoréparation de cette rupture ne se produit, la propagation d'une « piqûre » peut aller jusqu'à la rupture totale de la pièce métallique.



Figure II. 6 : Corrosion par piqure d'un acier inoxydable

Le mécanisme de la corrosion par piqure se divise en deux étapes :

a) -Initiation des piqûres : les principaux mécanismes sont :

***Mécanisme de Pénétration** : le transport des anions à travers le film d'oxyde jusqu'à la surface métallique où ils commencent des actions spécifiques.

***Mécanisme de Rupture du Film** : Pour ce mécanisme, la rupture du film passif donne un accès direct des anions à la surface métallique nue.

***Mécanisme d'Adsorption** : Ce mécanisme commence par l'adsorption des anions agressifs à la surface de l'oxyde, ce qui implique le transfert des cations métalliques vers l'électrolyte, entraînant élimination totale de film passif.

b) -Propagation :

La piqûre formée devient l'anode, tandis que l'environnement agit comme la cathode. La rupture ne se répare pas d'elle-même, transformant le système en une cellule galvanique, ce qui accélère la corrosion.

Avec la croissance des piqûres, des ions comme les chlorures deviennent plus agressifs dans ces régions avec l'abaissement de pH par l'hydrolyse des ions métalliques. Cela augmente l'agressivité de l'environnement et rend la repassivation encore moins probable.

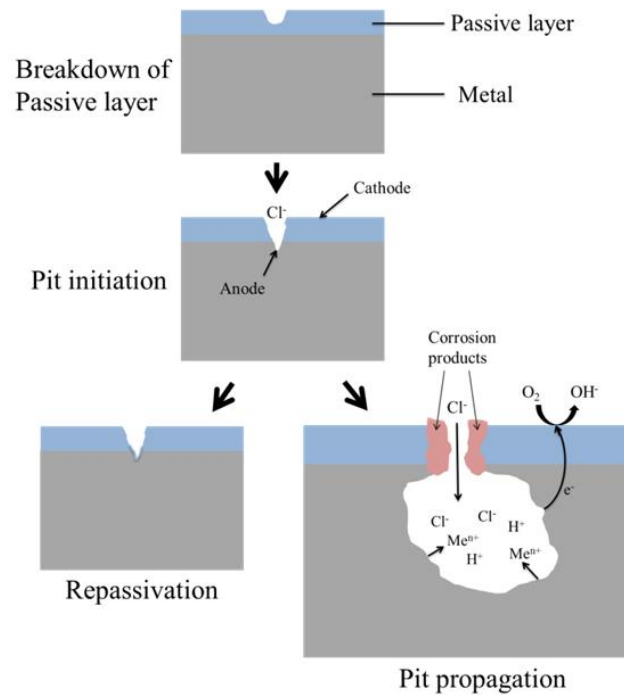


Figure II. 7 : Les mécanismes d'initiation et de propagation des piqûres [1]

L'indice de résistance aux piqûres (PRE) pour les aciers inoxydables est donné par la relation suivante :

$$PRE = \%Cr + 3.3\%Mo + 16\%N \quad [1]$$

L'acier est dit Super pour un PRE supérieure de 40%, comme les aciers Super-Austénitique. [1]

II.4-La corrosion sous contrainte dans les aciers austénitiques

II.4.1-Diffenition de la corrosion sous contrainte (CSC)

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion localisée. Ce mode de dégradation se manifeste sous l'effet d'une sollicitation mécanique résiduelle ou appliquée, un environnement agressif et un matériau sensible à la CSC. Ces trois paramètres doivent être réunis afin que la fissuration par CSC soit possible.

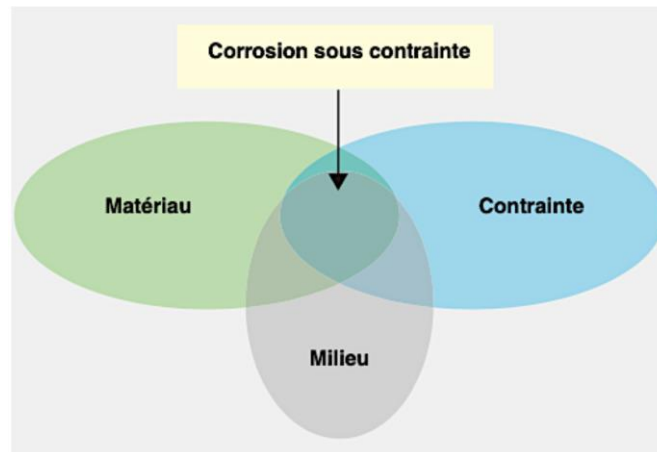


Figure II. 8 : Diagramme de Venn illustrant les trois facteurs de la Corrosion sous contrainte

La fissuration par la corrosion sous contrainte (CSC) peut être majoritairement intergranulaire ; dans ce cas, la fissure suit les joints de grains, ou Trans granulaire lorsque la fissure traverse les grains.

Les deux modes peuvent être présent sur les mêmes matériaux selon la microstructure, la contrainte appliquée et l'état de déformation et le traitement appliqué.

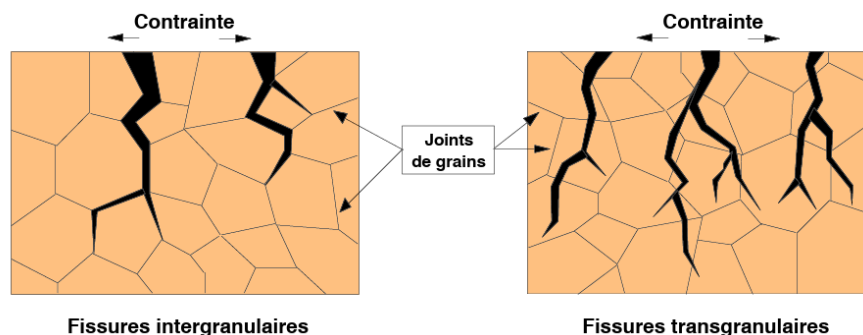


Figure II. 9 : Représentation schématique de fissures de CSC observées au microscope

II.4.2-L'interet de l'étude de la corrosion sous contrainte

Il existe un risque de dommages graves en raison de la corrosion sous contrainte. Les fissures ont la capacité de progresser jusqu'à la rupture de la pièce. En conséquence, il présente un danger permanent pour de nombreuses installations industrielles et peut causer des dommages importants aux machines industrielles, au bien-être personnel et à la fiabilité de l'environnement. Elle peut se produire dans des ponts et des câbles, des réservoirs, des avions, des pipelines sous pression et des pales de turbines.

Donc, Il est nécessaire de mener des recherches sur les alliages soumis à la corrosion sous contrainte (CSC) en prenant en compte les trois conditions qui doivent être simultanément présentes pour que la CSC se produise :

*Un matériau susceptible : comme les aciers inoxydables qui sont utilisés pour les différentes installations industrielles.

*Une contrainte de traction : le type de contrainte qui favorise la propagation des fissures.

*Un environnement aqueux : généralement les milieux riches en chlorure favorisent le phénomène de corrosion sous contrainte.

II.4.3-Influence de divers paramètres sur la corrosion sous contrainte

Les facteurs qui peuvent avoir des effets sur la corrosion sous contrainte :

a- La nature et la métallurgie du matériau

Les métaux ou alliages qui subissent la fissuration sous contrainte ont généralement une bonne résistance à la corrosion générale. Par exemple, les aciers inoxydables, les alliages d'aluminium et le titane subissent tous la CSC mais sont généralement résistants à la corrosion générale (dans des solutions neutres). [30]

La présence de quelque pourcent de ferrite dans les aciers inoxydables austénitiques nominaux peut bloquer les fissures, suggérant que l'acier ferritique est plus résistante à la SCC. [29]

Le chrome a un effet bénéfique sur la résistance à la CSC pour les alliages ayant des teneurs en chrome variant de 11 à 30 %. [27]

Les aciers inoxydables austénitiques qui contiennent plus de 8 à 12% de nickel présents dans les types 304 et 304L offrent de meilleures performances en termes de CSC [12]. La fissuration ne commence pas avant des températures et des niveaux de chlorure beaucoup plus élevés. [12]

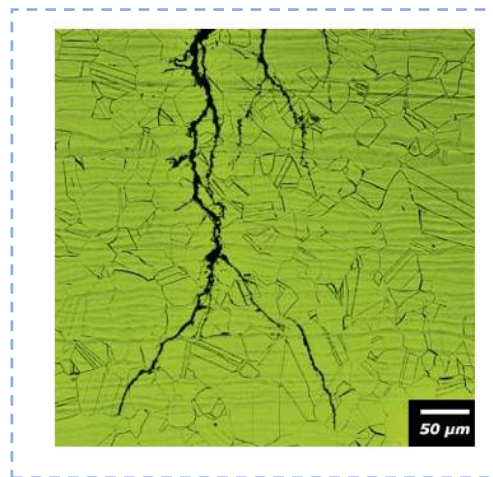


Figure II. 10 : La corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable austénitique, exposé à un milieu chlorure avec à haute température

La résistance d'un alliage à 18 % de chrome à la fissuration par corrosion sous contrainte (SCC) peut être observée dans la courbe représentée dans la figure ci-dessous. Après analyse de cette

courbe, il devient évident que les alliages contenant 8 % de nickel sont plus sensibles à la corrosion sous contrainte par rapport les autres nuances. Cependant, à mesure que la teneur en nickel dépasse 15 %, la durée de vie du matériau connaît une augmentation significative. En effet, à une teneur en nickel de 50 %, le risque de corrosion sous contrainte est quasiment inexistant.

Cette amélioration peut être attribuée à l'impact positif d'une forte concentration de nickel sur la répartition des dislocations au sein du matériau. Il convient de noter que l'influence d'autres éléments, tels que le molybdène et le carbone dans les aciers austénitiques, sur la fissuration par corrosion sous contrainte reste incertaine.

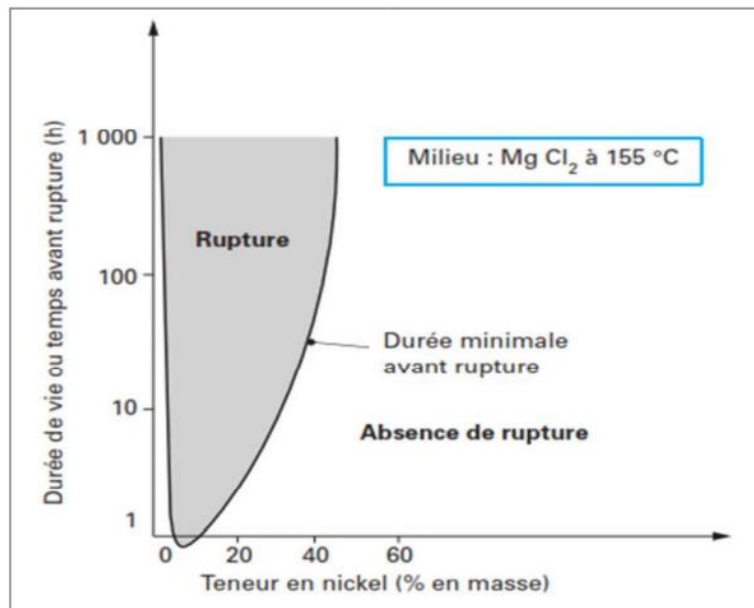


Figure II. 11 : Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome [29]

Les traitements thermiques peuvent modifier la microstructure de l'alliage, le rendant plus sensible à la CSC (comme le traitement de sensibilisation).

b- Effets liés à l'environnement

Selon les historiques et les données disponibles de la CSC, il a été observé que dans les eaux neutres, la teneur en chlorure (Cl^-) nécessaire pour induire la fissuration dans les alliages de types 304 et 304L à des températures proches ou supérieures au point d'ébullition pourrait être inférieure à 1 ppm. [12]

Dans des conditions totalement immergées dans des solutions près de neutres, il est rare de voir la corrosion sous contrainte à des températures inférieures à 50 °C , mais les conditions qui concentrent les chlorure (Cl^-), peuvent provoquer cette corrosion à des températures bien inférieures à 50 °C . [12]

Les défaillances de la CSC des aciers inoxydables austénitiques dans des environnements contenant du chlorure, et ce mode d'attaque est appelé « fissuration par corrosion sous contrainte chlorure ». [12]. Par exemple, une « corrosion sous contrainte chlorure » peut se produire « dans les aciers inoxydables austénitiques sous contrainte de traction en présence

d'oxygène, d'ions chlorure et à haute température. C'est l'une des formes les plus importantes de corrosion sous contrainte qui concerne l'industrie nucléaire »

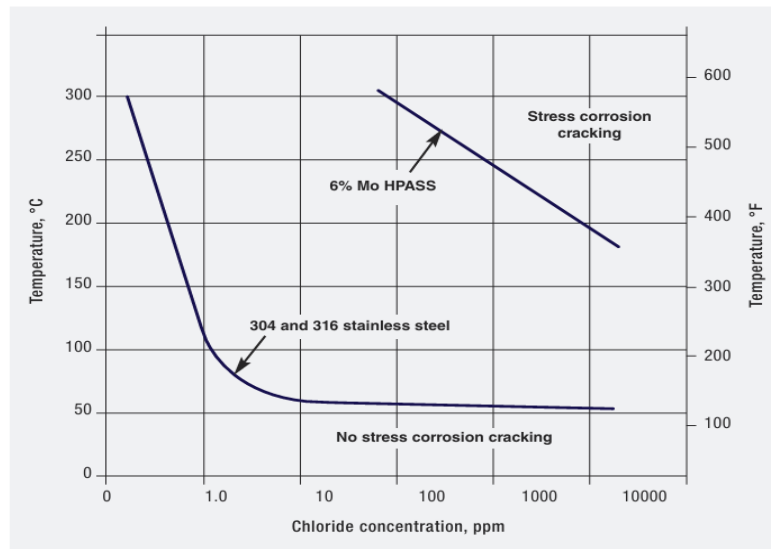


Figure II. 12 : Les seuils de fissuration par corrosion sous contrainte de chlorure dans des eaux chlorées presque neutres pour les aciers inoxydables de type 304 et 304L

***La fissuration par corrosion sous contrainte dans d'autres environnements**

Les environnements fortement caustiques produisent un type de fissuration par corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables appelée fissuration caustique. Les types 304, ainsi que d'autres grades standard similaires, sont susceptibles à des températures d'environ 100°C ou plus.

Tableau II. 1 : Exemples de couples matériau-milieu favorables à la corrosion sous contrainte.

Matériaux	Milieux	Industries concernées
Aciers ordinaires	Milieux caustiques, nitrates	Centrales thermiques
Alliages d'aluminium, de titane	Milieux chlorurés	Aéronautique
Alliages de cuivre	Amines, NH ₄ ⁺	Centrales thermiques
Aciers inoxydables	Milieux caustiques, chlorurés	Chimique, pétrolière
Alliages de nickel	Eau à haute température	Centrales nucléaires

c- L'action de la contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) résulte sous l'action des contraintes. Ces contraintes peuvent survenir pendant le processus de l'élaboration du matériau, comme l'érouissage ou le

soudage, ou pendant l'installation, le fonctionnement (équipement sous pression), ou encore en raison de facteurs thermiques ou cycliques.

Les fractures causées par le CSC présentent un aspect fragile et la quantité de matière perdue est généralement minime.

Des recherches approfondies ont été menées sur la corrosion sous contrainte dans des environnements contenant des substances agressives comme le chlorure de magnésium et le chlorure de sodium, en se concentrant particulièrement sur les aciers austénitiques de type 304L. Dans une étude de Mohammed Al-Rabie [2], des coudes U en acier inoxydable de type U 304L, extraits d'une plaque de 3 mm, ont été soumis à un test impliquant le dépôt de gouttelettes de sel de $MgCl_2$ à une concentration de 0,52 M, à une température de 80°C et une humidité relative de 42%, pour une durée de 1800 heures. Les résultats ont révélé l'apparition de fissures de corrosion sous contrainte, orientées perpendiculairement à la direction des contraintes de traction.

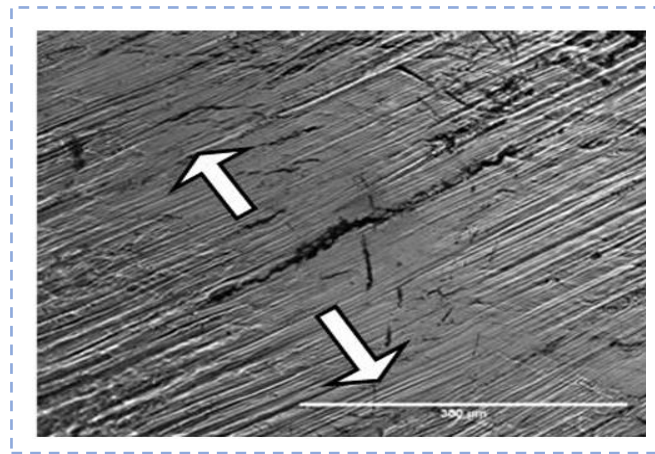


Figure II. 13 : Micrographie optique de la surface supérieure de l'échantillon en U après test sous des gouttelettes de $MgCl_2$ à 0,52 M à 80°C et 42% d'humidité relative. Les flèches blanches sur la figure indiquent la direction de la tension

L'étude traitée par Young-Ran Yoo et autres [34] montre que la fissuration des coudes U en aciers 304L a été produite par l'effet des chlorures de magnésium ($MgCl_2$ 44%) à haute température $T=154^\circ C$.

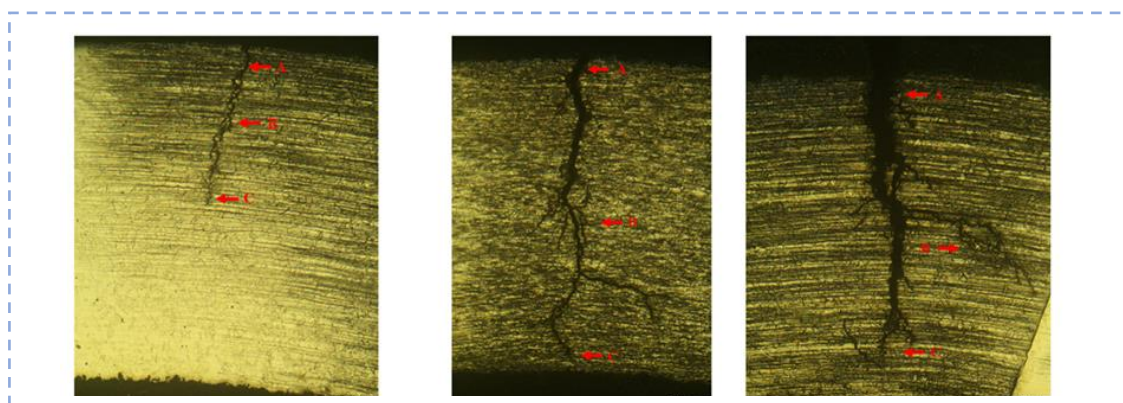


Figure II. 14: initiation et propagation d'une fissure d'acier inoxydable 304L.

II.4.4 - Phénomène de passivité

Le phénomène de passivité se manifeste par la présence d'un film extrêmement mince, de l'ordre de quelques nanomètres, connu sous le nom de film passif ou couche passive, qui se forme à la surface de l'alliage métallique. Ce film passif réduit la vitesse de corrosion du métal à un niveau négligeable, et diminue sa dégradation. Pour les aciers inoxydables, la résistance à la corrosion est due à la formation de ce film qui est riche en chrome (oxyde du chrome Cr_2O_3) qui se forme instantanément.

Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, les aciers inoxydables doivent contenir au moins 10,5% de chrome et moins de 1,2% de carbone. Ils peuvent conserver leur résistance à la corrosion même en cas de dommage mécanique ; par le mécanisme d'auto passivation [26].

L'addition des éléments comme le molybdène va augmenter la résistance à l'attaque localisée des aciers inoxydables austénitiques en milieu chloruré.

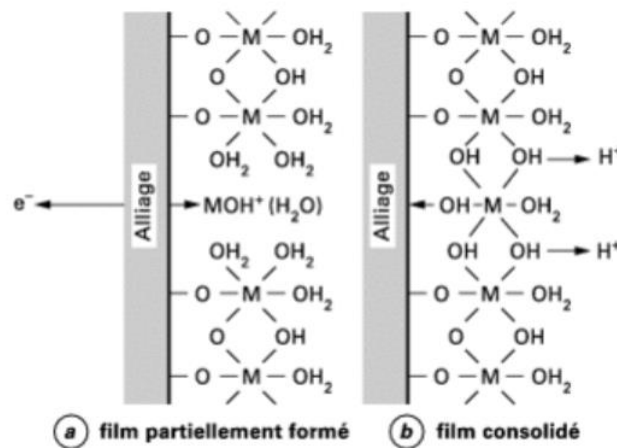


Figure II. 15 : Représentation schématique du film passif des aciers inoxydables, selon Okamoto et Shibata

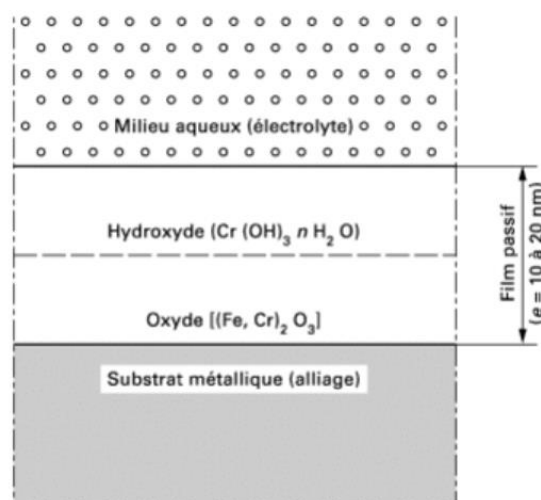


Figure II. 16 : Modèle bicouche du film passif

La nature électrochimique de la corrosion des aciers inoxydables en milieux aqueux est exprimée par la courbe de la polarisation suivante :

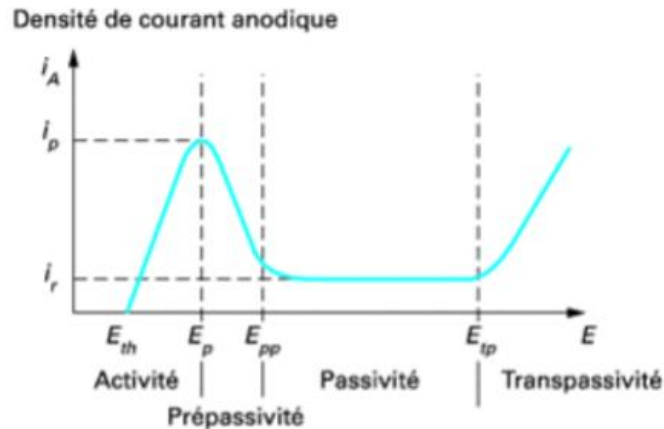
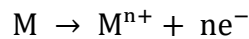


Figure II. 17 : La courbe de polarisation $I=f(E)$

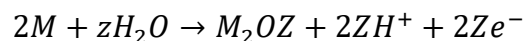
Cette courbe présente un maximum pour $E = E_p$.

Pour $E_{th} < E < E_p$: *Domaine* actif où le métal est sous l'effet d'une attaque chimique :



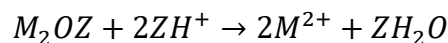
Pour $E_p < E < E_{pp}$: (E_{pp} représentant le potentiel de passivation) :

Le domaine passif dans lequel le film passif agit pour protéger la surface du métal contre la corrosion, par la formation de l'oxyde M_2O_z diminue la dissolution du métal avec une diminution de la densité de courant de grandeur ($\mu A/cm^2$), cette étape est exprimée par la relation suivante :

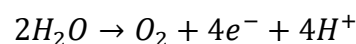


Pour $E_{pp} < E < E_{tp}$: (E_{tp} représentant le potentiel de trans passivation)

La densité de courant reste constante, ce qui signifie que l'alliage métallique se passive spontanément dans le milieu considéré. La réaction traduisant la dissolution de la couche passive est de type :



Pour $E > E_{tp}$: la densité de courant augmente de nouveau (trans passivité) et il se produit une réaction (oxydation de l'eau) de type :



II.4.5 - Le mécanisme de la corrosion sous contrainte

Les fissures causées par la corrosion sous contrainte ont tendance à se propager généralement **perpendiculairement à la contrainte principale**, et elles se manifestent en deux phases : une phase d'amorçage ou d'initiation, et une phase de propagation.

Le temps d'amorçage varie considérablement en fonction des conditions, pouvant s'étendre sur plusieurs décades. Cependant, les méthodes de mesure du temps de défaillance ne font pas de distinction entre les phases d'initiation et de propagation. Par exemple, les alliages d'aluminium en présence d'eau de mer ne sont pas facilement à la corrosion ; mais ces alliages subissent une défaillance rapide une fois qu'une fissure est initiée. [27] [30]

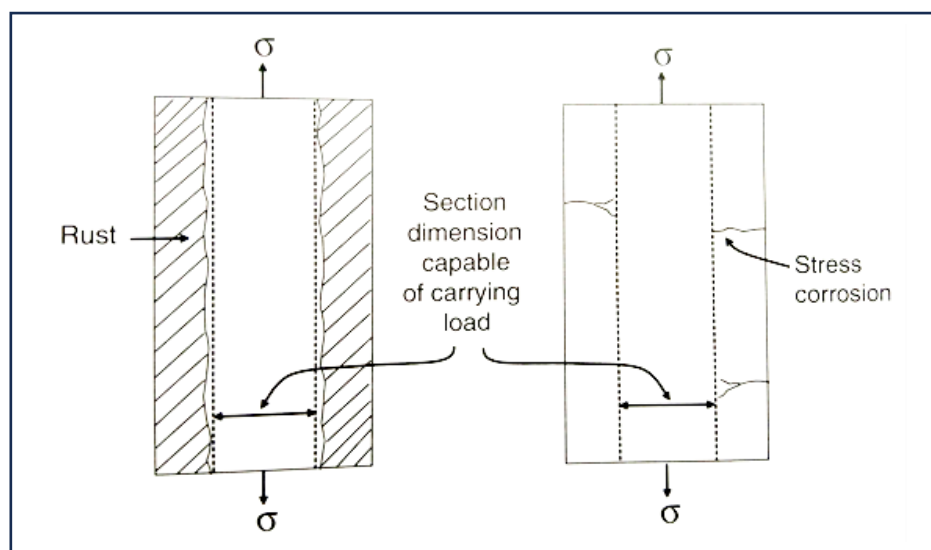


Figure II. 18 : éduction de la section transversale effective d'un métal due à la corrosion générale ou à la présence de fissures de corrosion sous contrainte : l'apparition des fissures est perpendiculaire au contrainte appliquer [30]

a- Initiation de la fissuration

Le stade d'initiation de la corrosion sous contrainte se fait en plusieurs étapes : [30]

- I -Rupture localisée de film passive due à des contraintes mécaniques ou à une attaque chimique par des ions agressifs comme les chlorures Cl^- ou des défauts dans le matériau (des pores, des lacunes).
- II -Formation des piqures après la rupture localisée de film.
- III -Initiation des fissures.

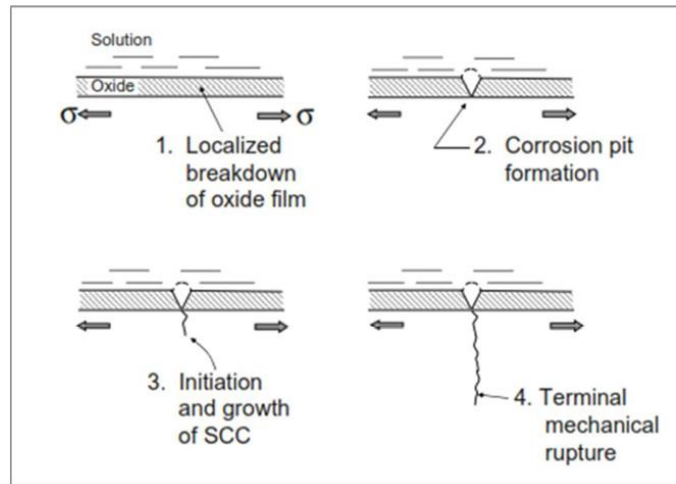
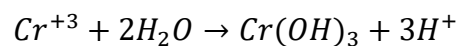


Figure II. 19 : Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte [30]

La formation des piques favorise l'apparition des fissures selon deux façons :

Premièrement, La présence d'une pique sert à amplifier des contraintes locales autour d'elle due à des charges externes appliquées, cette pique agissant comme un intensificateur de contraintes et des dislocations. Lorsque le résultant des forces appliquées arrive à une valeur critique σ_c , il y aura l'apparition des fissures.

De plus, la pique est une zone riche en ions d'hydrogène H^+ , qui peuvent ensuite être réduits en atomes d'hydrogène dans les aciers inoxydables selon la réaction suivante :



Cette réaction peut également avoir lieu au sein de fissures de corrosion sous contrainte se propageant, comme le montre la figure I. 36. Le processus d'acidification localisée qui en résulte peut conduire à une fragilisation par l'hydrogène, un phénomène qui facilite la propagation des fissures.

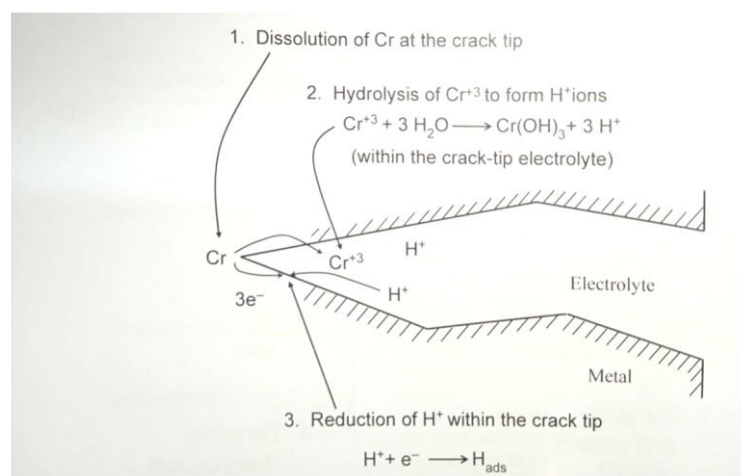


Figure II. 20 : Hydrolyse du Cr dissous et réduction des ions H^+ [30]

b- Propagation des fissures

La fissure se propage en raison de la perte de matière provoquée par la dissolution anodique locale au niveau du fond de la fissure, selon deux modes : [30]

***Le chemin intergranulaire** : ou les fissures se développent le long des limites de grains.

***Le chemin trans granulaires** : dans lesquelles les fissures traversent les limites de grains.

Dans les premiers temps, les fissures se propagent avec une faible vitesse, et atteignent des tailles critiques de l'ordre de micromètre, puis ils évoluent dans l'étape de la croissance et propagation rapide jusqu'à la rupture. [31]

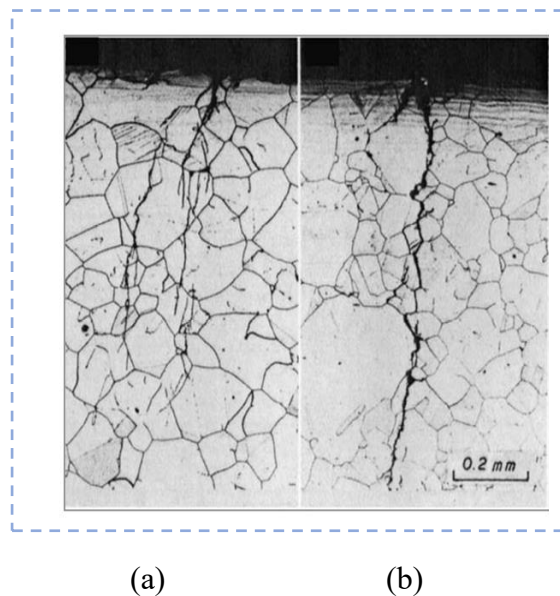


Figure II. 21 : Propagation inter granulaire et trans granulaire de l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20% [30]

J. Neshati et al. [35] ont étudié un coude en forme de U en acier inoxydable austénitique 304L sensibilisé à une température élevée de 700°C pendant une heure, ensuite il été immergé dans une solution de chlorure de magnésium $MgCl_2$ à 40 % à 120°C. Cette étude a démontré que la présence de fissures trans granulaires dues à la formation de carbure de chrome et la force de traction qui a favorisé la fracture à travers les grains.

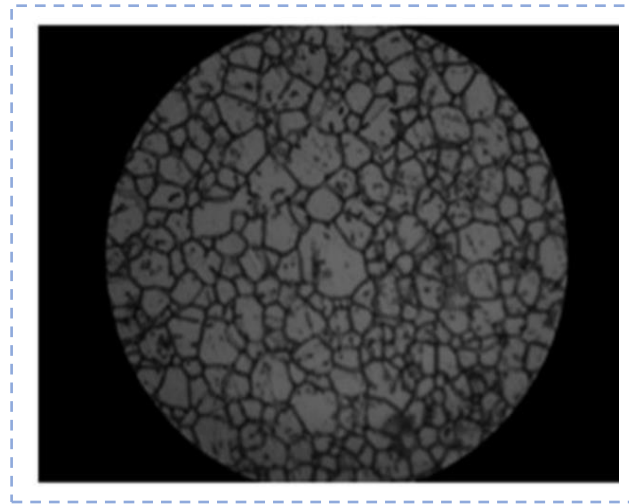


Figure II. 22 : Microstructure de l'acier 304L sensibiliser [35]

Les figures ci-dessous présente l'effet de la corrosion sous contrainte en mode trans granulaire sur l'acier 304L sensibilisé.

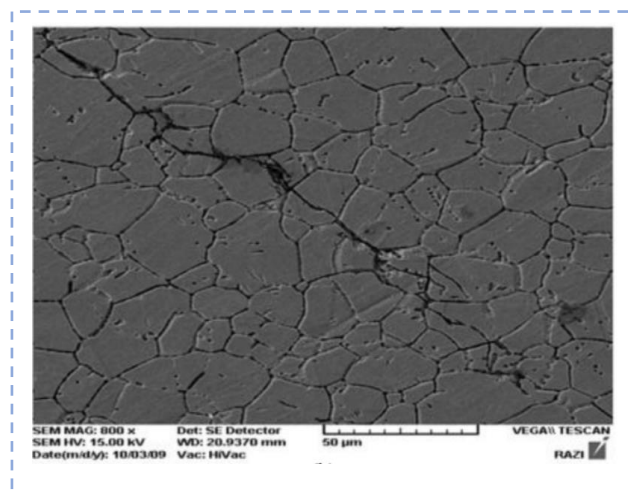


Figure II. 23 : CSC trans granulaire à la surface d'un échantillon en forme de U mesuré par microscopie SEM

Les paramètres qui contrôleront la vitesse de propagation des fissures incluent : la fréquence de rupture du film passif ; ainsi que les cinétiques de dépassivation et de repassivation du métal.

Si la vitesse de repassivation est trop rapide, la progression de la fissure sera négligeable. À l'inverse, une vitesse de repassivation comparativement trop lente conduira à la fissuration de métal. [25]

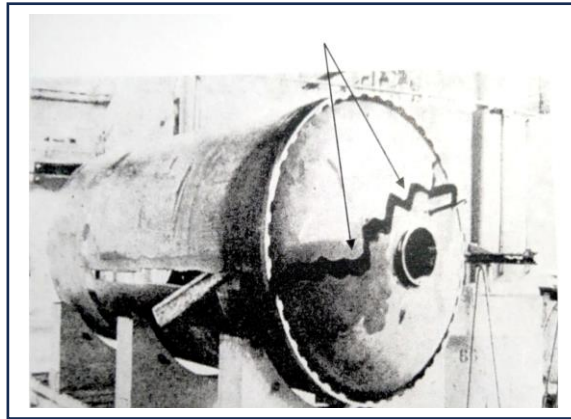


Figure II. 24 : Fracture d'un boîtier de moteur en acier à haute résistance due à la fissuration par corrosion sous contrainte

II.4.6- Méthodes d'étude la corrosion sous contrainte

L'exploration de la corrosion sous contrainte repose sur diverses méthodes expérimentales regroupées en trois principales catégories. Ces catégories comprennent les essais impliquant une **déformation imposée**, ceux soumis à une **charge imposée**, et enfin ceux contrôlés par une **vitesse de déformation imposée**.

a- Les essais à déformation imposée

Les tests impliquant une déformation imposée sont simples et consiste généralement en un échantillon préformé maintenu dans un dispositif de serrage. Plusieurs échantillons peuvent être testés simultanément pour comparer efficacement la résistance de divers matériaux ou de différentes conditions du même matériau. Cependant, ce type de test ne fournit généralement pas de données précises sur l'état de contrainte initial de l'échantillon, mais fournit plutôt des informations qualitatives sur le comportement du matériau dans l'environnement concerné. Les résultats obtenus sont fortement influencés par le type d'échantillon testé, et il est crucial de garantir la reproductibilité du processus de préparation lors de la mise en forme de l'échantillon.

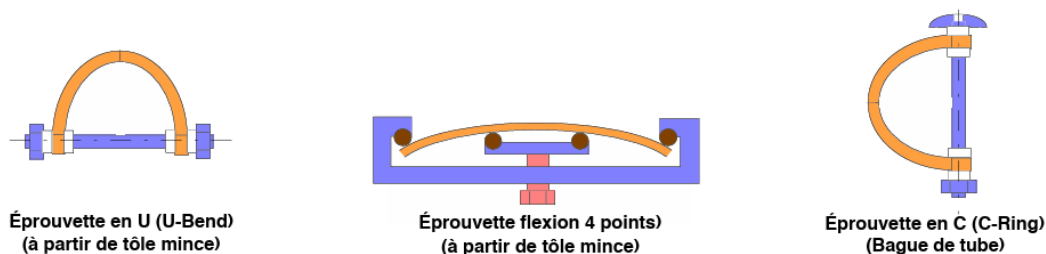


Figure II. 25 : Exemples d'éprouvettes à déformation imposée pour essais de CSC

b- Les essais à vitesse de déformation imposée

Les tests de vitesse de déformation imposée ou les tests de traction à vitesse d'allongement constant sont généralement effectués à de faible vitesse de déformation initiale de l'ordre de $10^{-8} S^{-1}$ à $10^{-6} S^{-1}$. Ce type de test est généralement très rigoureux, mais présente l'avantage de toujours provoquer la rupture de l'éprouvette dans un délai relativement prévisible. Les pièces dues à la corrosion sous contrainte peuvent alors être évaluées en examinant la surface de fracture et en estimant l'importance des zones d'aspect fragile (corrosion) par rapport aux zones ductiles (fracture mécanique pure).

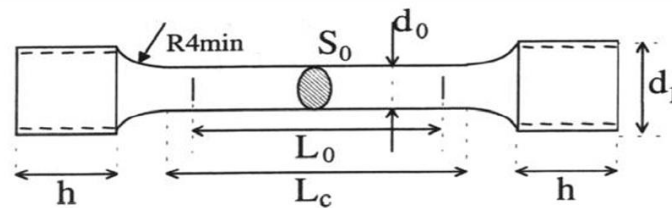


Figure II. 26 : Exemple d'une éprouvette de traction

c- Les essais de charge imposée

Ce type d'essai est similaire à l'essai mécanique de fluage. L'échantillon, généralement une éprouvette de traction, est soumise à une force constante à l'aide d'un dispositif approprié, souvent un poids suspendu à un bras de levier. Lorsque le milieu d'essai est sous pression (comme dans le cas des tests à haute température), cette pression peut être utilisée pour appliquer la contrainte. Par exemple, les essais sur les tubes de générateur de vapeur des centrales nucléaires utilisent des portions de tube fermées à chaque extrémité et contenant le milieu d'essai. Lorsqu'ils sont chauffés, la tension de vapeur dans le milieu génère une pression interne et la contrainte correspondante dépend de l'épaisseur de la paroi.

Ces essais permettent de contrôler précisément la charge appliquée aux éprouvettes, ce qui permet, par exemple, de déterminer le seuil de sensibilité du matériau à la corrosion sous contrainte dans le milieu considéré.

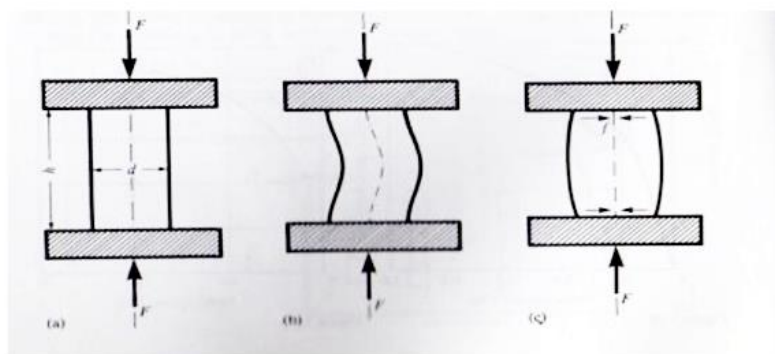


Figure II. 27 : a) Essai de compression. b) Flambage de l'éprouvette c) Déformation hétérogène causée par les forces de frottement

CHAPITRE III

PROCEDURE EXPERIMENTALE

INTRODUCTION

Cette étude est porte sur la sensibilité de l'acier inoxydable austénitique Type 304L à la fissuration par corrosion sous contrainte dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$ dans trois conditions :

- *Etude de la corrosion sous contrainte résiduelle de l'acier 304L hypertrempé dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$ (méthode U-Bend).
- * Etude de la corrosion sous contrainte résiduelle de l'acier 304L sensibilisé dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$ (Méthode U-Bend).
- * Etude de la corrosion sous contrainte résiduelle de l'acier 304L hypertrempé écroui par laminage dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$.

III.1- Matériau étudié

Le matériau utiliser pour ce travail est l'acier 304L. Livré sous forme de tôles d'épaisseur 1mm pour les essais par méthode U-Bend et d'épaisseur 3 mm pour les essais de corrosion des échantillons laminés.

La composition chimique des éléments et les propriétés mécaniques des deux tôles sont fournies par les tableaux suivants :

a -Tôle de 1,5 mm

*Composition chimique

Tableau III. 1 : Composition chimique de l'acier 304L de la tôle 1mm

Elément	C	Si	Mn	Cr	Ni
% (en masse)	0,033	0,64	0,97	18,35	9,12

*Caractéristiques mécaniques

Tableau III. 2 : Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable de type304L

Propriétés	$R_{P0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	Allongement (%)	Dureté (HB)
Valeur	230	642	54	170

b -Tôle de 3 mm

*Composition chimique

Tableau III. 3 : Composition chimique de l'acier 304L de la tôle 4mm

Elément	C	Si	Mn	Cr	Ni
% (en masse)	0,028	0,74	1,34	18,64	9,36

*Caractéristiques mécaniques

Tableau III. 4 : Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable de type304L

Propriétés	$R_{P0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	Allongement (%)	Dureté (HB)
Valeur	215	574	48	192

III.2-Preparation des échantillons

Deux types d'essais ont été pratiqué : essai U-Bend et essai des échantillons laminés. Nous exposons les méthodes de préparation des échantillons.

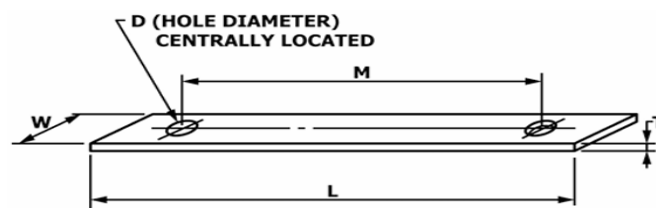
III.2.1-Decoupage des éprouvettes

Les éprouvettes en acier austénitique sont découpées au département de Génie Mécanique en utilisant une cisaille.



Figure III. 1 : La cisaille utiliser pour découper les échantillons

Conformément à la norme ASTM G30 qui définit la forme et les dimensions des éprouvettes (figure III.2).



Modèle	L (mm)	M(mm)	W(mm)	T (mm)	D (mm)	X (mm)	Y (mm)	R (mm)	α (Rad)
C	120	90	20	1,5	8	35	35	16	1,57

Figure III. 2 : Échantillons en forme de U avec des dimensions basées sur la norme ASTM G30

III.2.2-Traitement thermique

a- Traitement d'hypertrempe

Après le découpage de l'acier 304L selon la norme ASTM, des échantillons subissent un traitement thermique d'hypertrempe, réalisé dans un four électrique à une température de 1000°C pendant une durée de 5 minutes pour chaque échantillon, suivi d'une trempe à l'eau.



Figure III. 3 : Le four utiliser pour les traitements thermiques

Ce traitement a pour but d'obtenir à température ambiante une phase austénitique homogène et mettre en solution les carbures présents dans l'acier et éliminer tout type des contraintes intérieures.

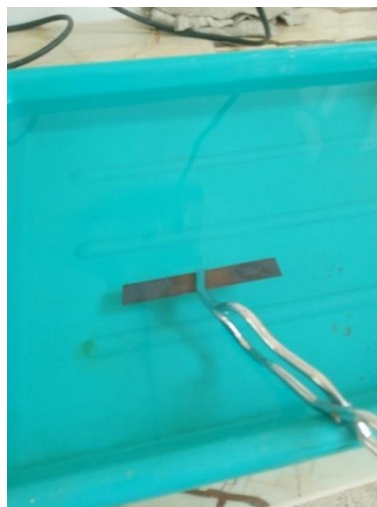


Figure III. 4 : Trempe à l'eau de l'échantillon

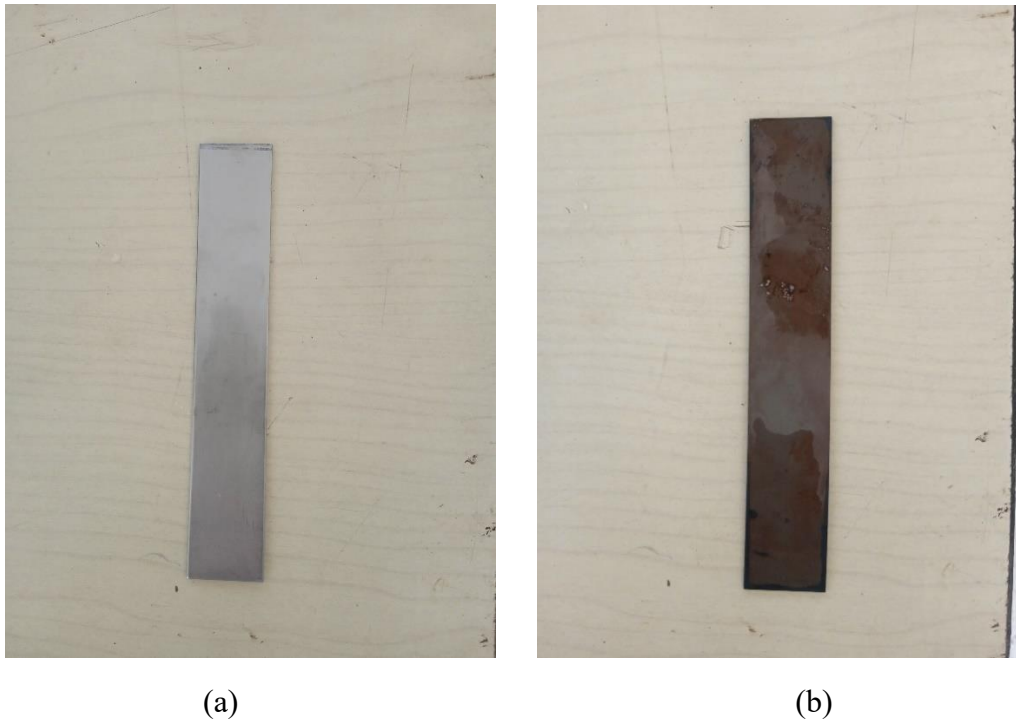


Figure III. 5 : Les échantillons en acier inoxydable austénitique ; a) : acier 304L a l'état brut ;
b) : acier 304L après traitement hypertrempe

b- Traitement de sensibilisation

D'autres échantillons subissent un traitement thermique de sensibilisation, réalisé dans le même four à une température $T=700^{\circ}\text{C}$ pendant une durée d'une heure, suivi par un refroidissement dans le four, pour favoriser la formation des carbures de chrome.

III.2.3-Decapage et perçage

Après les traitements thermiques à haute température, la surface des échantillons subit une forte oxydation. Par conséquent, un traitement de décapage sera nécessaire pour éliminer cette couche. Nous avons utilisé un mélange d'acide nitrique 30 ml en volume avec 100 ml d'eau distillée à la température ambiante 20°C pendant 15 à 20 minutes.

Après le traitement de décapage, les échantillons sont percés pour réaliser des trous conformément à la norme ASTM G30, avec un diamètre de 8 mm.



Figure III. 6 : Echantillon 304L après le décapage et le perçage

III.2.4- le laminage

Les échantillons en acier 304L hypere trempé (épaisseur 3mm) sont laminés à froid avec différents taux de réduction, en utilisant un laminoir de laboratoire au sein du département Génie des Matériaux.



Figure III. 7 : Laminoir

Le laminage est un procédé de corroyage il provoque le durcissement par déformation plastique, Ce phénomène qui se produit lorsqu'un matériau métallique est déformé au-delà de sa limite élastique, entraînant un durcissement du matériau. Ce processus peut également avoir un impact sur la corrosion sous contrainte (CSC), par la formation des dislocations et des contraintes à l'intérieure des matériaux qui va favorise l'apparition et la propagation des fissures.

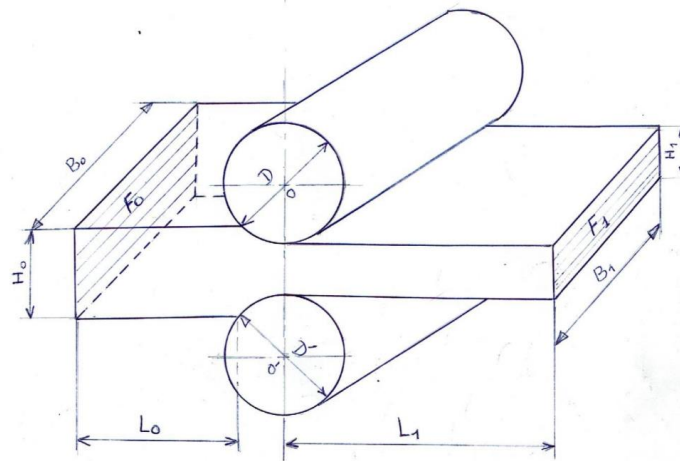


Figure III. 8 : Procédé de laminage

F_0, L_0, B_0, H_0 : La surface ; la longueur ; la largeur ; la hauteur initiale de l'éprouvette.

F_1, L_1, B_1, H_1 : La surface ; la longueur ; la largeur ; la hauteur finale de l'éprouvette.

Le principal paramètre de laminage est le taux de déformation (le taux de réduction selon la hauteur) ; il est donné par la relation suivante :

$$\varepsilon(\%) = \frac{H_0 - H_1}{H_0} \cdot 100$$

L'échantillon initial a une épaisseur de 3mm. Les résultats du laminage concernant les quatre échantillons laminés sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau III. 5 : Taux de réduction de quatre passes de laminage

Echantillon	Nombre de passe	Epaisseur	Taux de déformation
1	1	2,54	15%
2	2	2,13	29%
3	3	1,69	43,6%
4	4	1,42	52,6%

III.3-Realisation des éprouvettes U-BEND

Les éprouvettes de dimensions 120 mm x 20 mm x 1.5 mm d'acier 304L sont mise en forme pour obtenir une éprouvette U-BEND conformément à la norme ASTM G30. La mise en forme de l'éprouvette U est réalisée à l'aide d'une machine de pliage disponible au sein du

centre de recherche (CRTI). Les branches en forme de U sont maintenues droites en fixant des boulons et écrous en acier inoxydable.

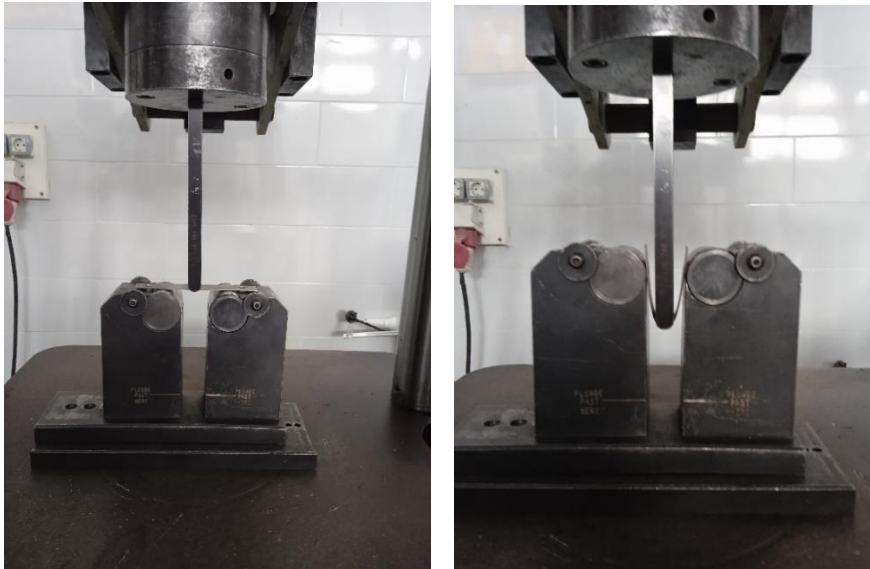


Figure III. 9: La machine de test de traction utilisée pour : la mise en forme de l'éprouvette U-Bend : INSTRON SATEC UTM ; capacité de 600 kN



Figure III. 10 : Coude sous forme U en acier 304L

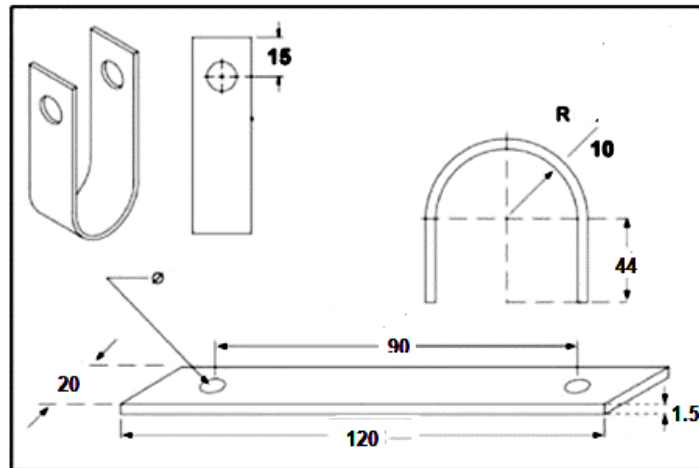


Figure III. 11: Forme et dimensions de l'éprouvette U-BEND

III.4-Les essais de corrosion sous contraintes

Les tests de corrosion sous contrainte ont été réalisés selon la norme ASTM G36, qui consiste à utiliser une solution de chlorure de magnésium $MgCl_2$ avec une concentration 44% en masse ; réalisé à une température de 155°C.

Les essais de CSC ont été réalisés au niveau du Laboratoire de Sciences et Génie des Matériaux (LSGM) de L'École Nationale Polytechnique.

III.4.1- Préparation de la solution

La solution utiliser est une solution de chlorure de magnésium $MgCl_2$ à 44% en masse. C'est une solution très agressive contenant des ions de chlorures Cl^- qui favorisent la formation des fissures.



Figure III. 12 : L'essai de la corrosion sous contrainte ($MgCl_2$ à 44%)

III.4.2-Chauffage

La solution de chlorure de magnésium $MgCl_2$ à 44% en masse a été chauffée à $T=155^\circ C$ pendant les essais de corrosion à l'aide d'une plaque chauffante. La température de milieu a été contrôlée à l'aide d'un thermomètre digital.

L'utilisation d'un papier d'aluminium est recommandée pour éviter l'évaporation de la solution.



Figure III. 13 : Contrôle de température

III.4.3-Contrainte appliquée

La contrainte appliquée sur les échantillons est de type : contrainte de traction.

Pour ce cas les branches en forme de U sont maintenues droites en fixant des boulons et écrous en acier inoxydable, pour garder la valeur de contrainte constante.

III.5-Caractérisation de matériau

Elle est subdivisée en deux parties :

- *Caractérisation microstructurale : Pour mettre en évidence la microstructure et la fissuration
- *Caractérisation mécanique : Pour mettre en évidence l'effet du laminage sur la structure.

III.5.1- Préparation métallographique

a- Enrobage

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation par le microscope. Pour notre étude, on a utilisé l'enrobage a froid pour éviter toute modification structurale de l'échantillon. Il consiste à utiliser une résine thermodurcissable pour le remplissage des moules en Silicone. Après un certain temps la résine se solidifie, et on obtient des échantillons enrobés.

b- Polissage

Cette opération consiste à rendre la surface de l'échantillon plane et miroir, et éliminer les rayures. Par le frottement du métal sur des papiers abrasifs de plus en plus fins.

Il s'effectue généralement en deux étapes.

- **Polissage grossier** : de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (120,320,400,600,800,1200,2400).
- **Polissage de finition** : est effectué en dernier sur un feutre avec une suspension d'alumine de 3 μ m.



Figure III. 14 : Polisseuse utiliser

Conseils pour le polissage :

- Lors des deux étapes de polissage, l'utilisation d'un lubrifiant est indispensable pour éviter tout échauffement du matériau.
- À chaque changement de papier, il est nécessaire de faire pivoter l'échantillon de 90° pour éliminer les stries.
- Il faut rincer et sécher l'échantillon pour prévenir la corrosion de surface.

c- Attaque électrolytique

Après avoir préparé les échantillons, il est nécessaire de réaliser une attaque pour mettre en évidence les différentes phases présentes. Nous avons effectué une attaque électrolytique en utilisant une solution d'acide oxalique à 10 % avec 100ml d'eau distillée.

L'attaque électrolytique consiste à utiliser un générateur de courant comme source de courant, où l'échantillon joue le rôle de l'anode et une plaque du même acier 304L joue le rôle de la cathode.

Les paramètres de l'attaque électrolytique sont :

*la tension du courant : $U=7V$

*la durée : entre 90 secondes

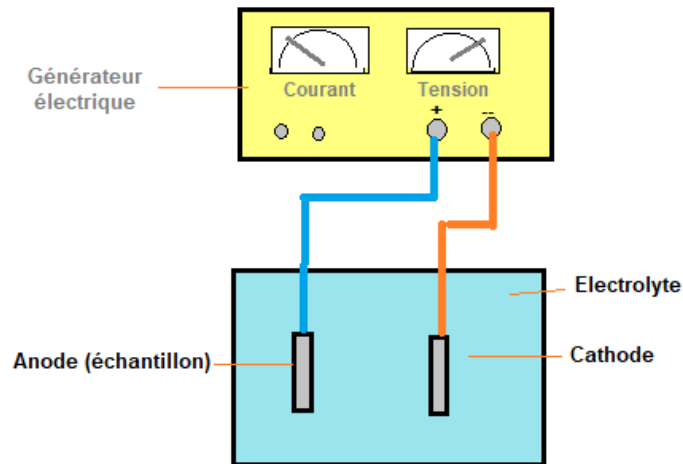


Figure III. 15 : Principe de l'attaque électrolytique

III.5.2 - Observation microscopique

Les analyses structurales et la collecte de photos ont été effectuées sur un microscope métallographique NIKON ECLIPSE LV100ND avec grossissement d'image (X50, X100, X200, X500, X1000) (Figure III.12).



Figure III. 16 : Microscope optique utiliser pour traiter les images des échantillons

III.5.3 - Caractérisation mécanique

Les essais de dureté sont réalisés avec un duromètre de modèle INNVATEST NEMESIS 9000. Cet appareil nous permet de mesurer la dureté Vickers, grâce à un pénétrateur de pyramide diamantée qui est imprimée sur la surface du matériau à évaluer. On obtient ainsi une empreinte de forme carrée dont on peut mesurer les diagonales.



Figure III. 17 : Le duromètre de modèle INNVATEST NEMESIS 9000

A partir des dimensions de la diagonale, et connaissant la charge appliquée à la pyramide, on peut calculer la dureté de Vickers par la formule suivante :

$$HV = 0.189 * \frac{P}{d^2}$$

Telle que :

P : La charge d'essai en N

d : Diagonale de l'empreinte moyen en mm

La dureté a été affichée automatiquement sur l'écran de l'appareil utilisé.

Chapitre IV

Résultats et interprétations

Introduction

L'objet de nos travaux a porté sur la corrosion sous contraintes résiduelles de l'acier inoxydable austénitique 304L. Nous avons travaillé dans les conditions suivantes :

Méthode de l'éprouvette U-Bend pour les états hypereffé et sensibilisé

Méthode de contraintes résiduelles de laminage.

Nous nous sommes intéressés à la fissuration dans chaque méthode et pour les deux états de l'acier. Nous avons réalisé une comparaison entre les deux tests U-Bend pour mettre en évidence les effets de la précipitation des carbures de chrome sur la fissuration et entre le test U-Bend à l'état sensibilisé et l'état laminé pour mettre en évidence l'effet de la nature de la contrainte.

IV.1-La structure du métal de base

La figure IV.1 présente la microstructure de l'acier 304L à l'état hypereffé. L'acier a une structure austénitique homogène avec la présence des macles.

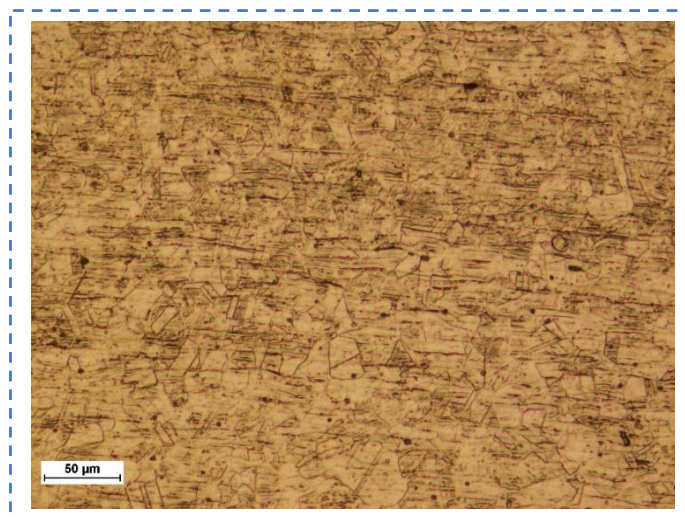


Figure IV. 1 : Microstructure de l'acier 304L hypereffé

La mesure et le calcul de la taille moyenne des grains est effectuée à l'aide des logiciels : Image J et Origine Pro. Les résultats donnent une taille moyenne de la structure austénitique à l'état hypertrempe de $21,5\mu\text{m}$.

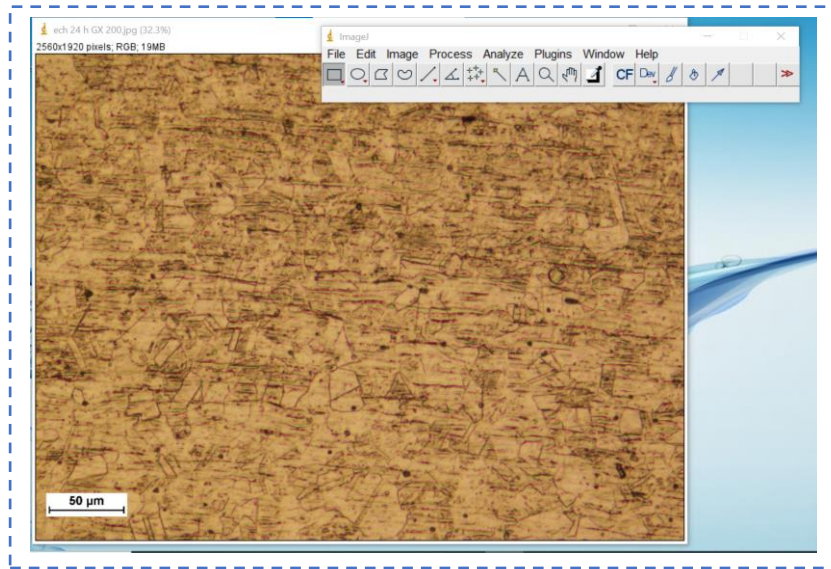


Figure IV. 2 : Mesure la taille moyenne des grains avec le logiciel Image J

IV.2-Effet de l'écroutissage par laminage

IV.2.1-Sur la structure de métal

Après plusieurs passes de laminage des échantillons, on a obtenu les micrographies présentées dans la figure suivante. On peut observer que les grains sont plus fins et plus allongés parallèlement à la direction de laminage.

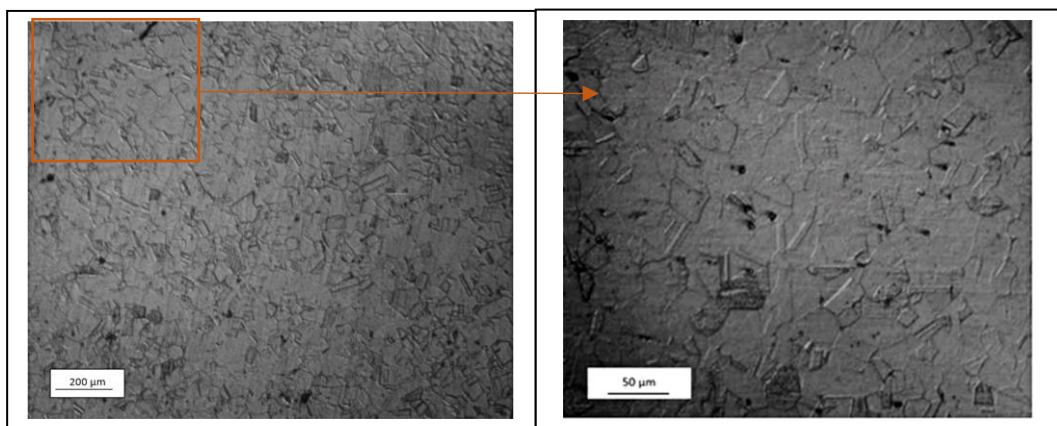


Figure IV. 3 : Microstructure après laminage avec un taux de déformation de 15%

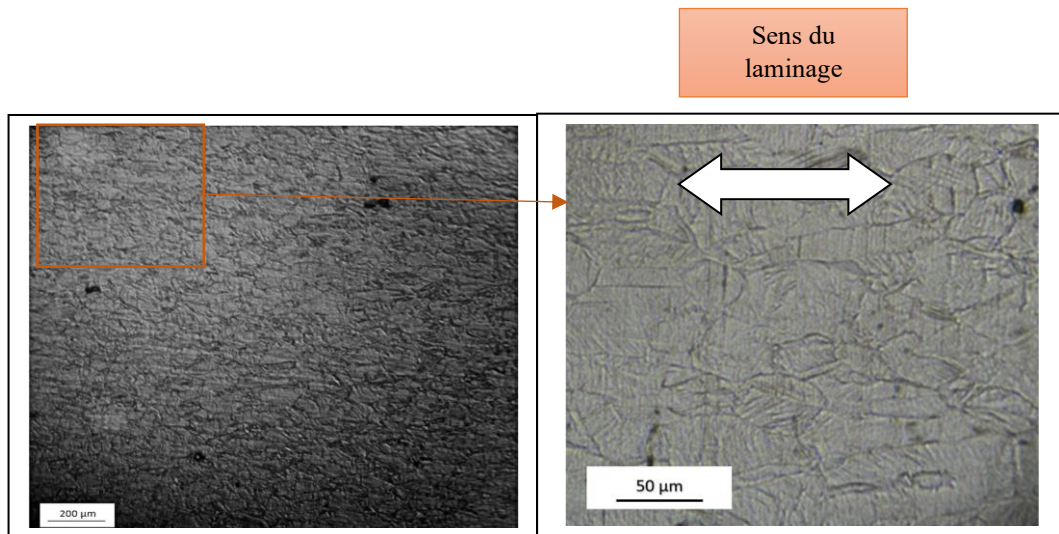


Figure IV. 4 : Microstructure après laminage avec un taux de déformation de 52%.

IV.2.2-Sur de la taille moyenne des grains

On a mesuré de la taille moyenne des grains après chaque taux de déformation par l'utilisation de logiciel Image J. Le graphe ci-dessous montre l'évolution de la taille des grains on fonction du taux de laminage :

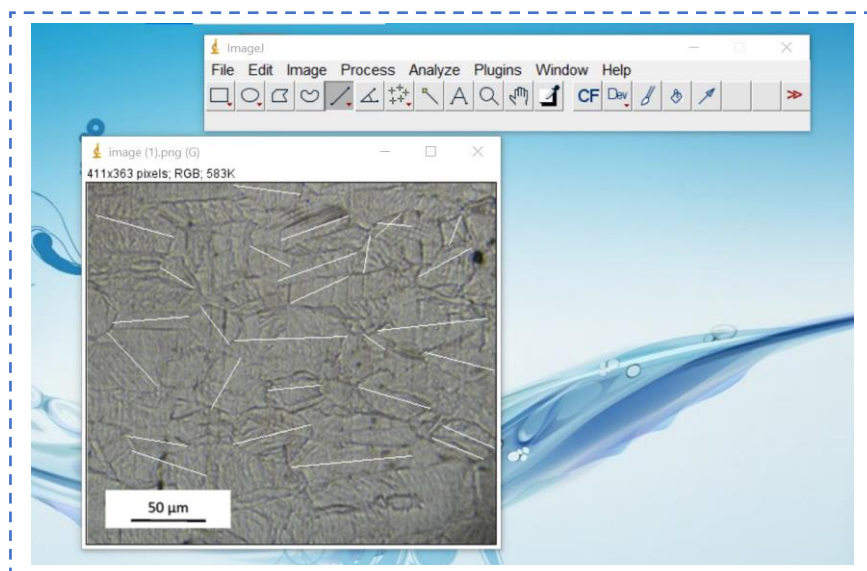


Figure IV. 5 : Mesure la taille moyenne des grains pour les échantillons laminer

La taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation du taux de déformation, ce qui indique que le processus de laminage a un impact important sur la structure de l'acier, il favorise l'affinement des grains et leur allongement dans le sens de laminage.

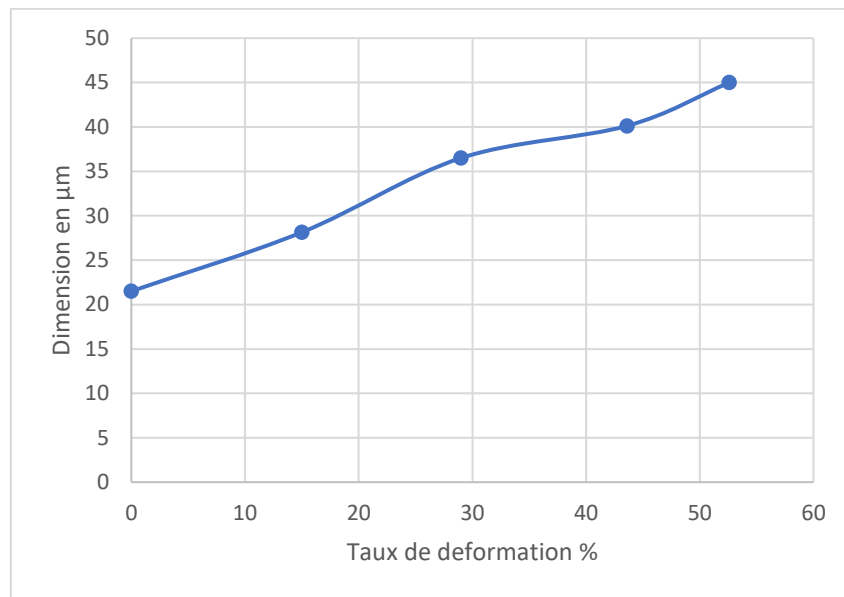


Figure IV. 6 : Évolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de déformation

IV.2.3-Sur la dureté du métal

La mesure de la dureté des échantillons laminés en fonction du taux de déformation donne la courbe suivante :

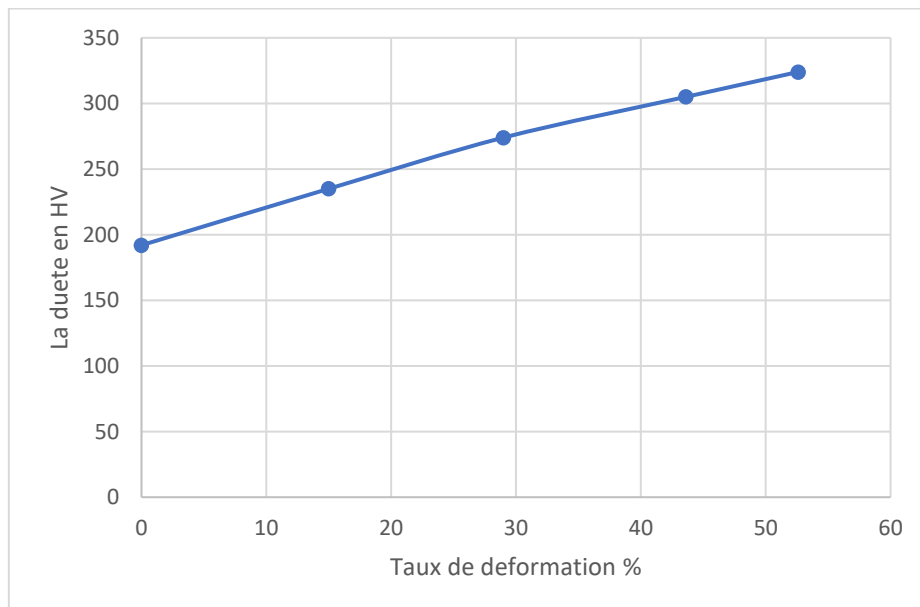


Figure IV. 7 : Variation de la dureté en fonction du taux de déformation

D'après la Figure IV. 7 on remarque que la dureté du matériau laminé augmente avec l'augmentation du taux de déformation, ceci s'explique par les effets qui la produisent.

Une structure déformée est caractérisée par la formation des défauts d'empilement telle que : les défauts ponctuels (lacunes) et linéaire (dislocation).

La déformation augmente la densité de dislocation et par conséquent la dureté. A partir du taux de déformation =15% on remarque que la dureté augmente d'une manière progressive, et continue pour atteindre des valeurs importantes pour un taux de laminage =50%.

IV.3-Corrosion sous contrainte U-BEND

IV.3.1-Corrosion sous contrainte acier 304L hypereffort

IV.3.1.1-Fissuration par corrosion sous contrainte acier 304L hypereffort

Des tests de corrosion sous contrainte ont été réalisés sur des échantillons d'acier inoxydable austénitique 304L hypereffort plié en forme U, afin d'évaluer l'initiation et la propagation des fissures.

Les figures ci-dessous montrent l'absence de fissures et la présence de macles après 3, 6 et 9 heures de test CSC malgré une exposition à la solution $MgCl_2$ à $155^\circ C$ et la présence des macles.

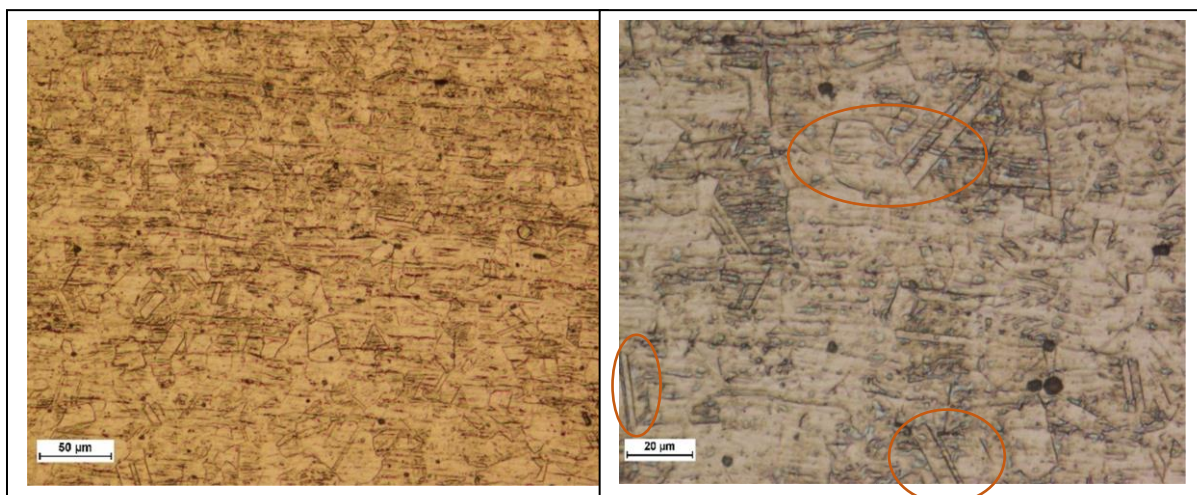


Figure IV. 8 : La microstructure de l'acier 304L après 3h de teste CSC

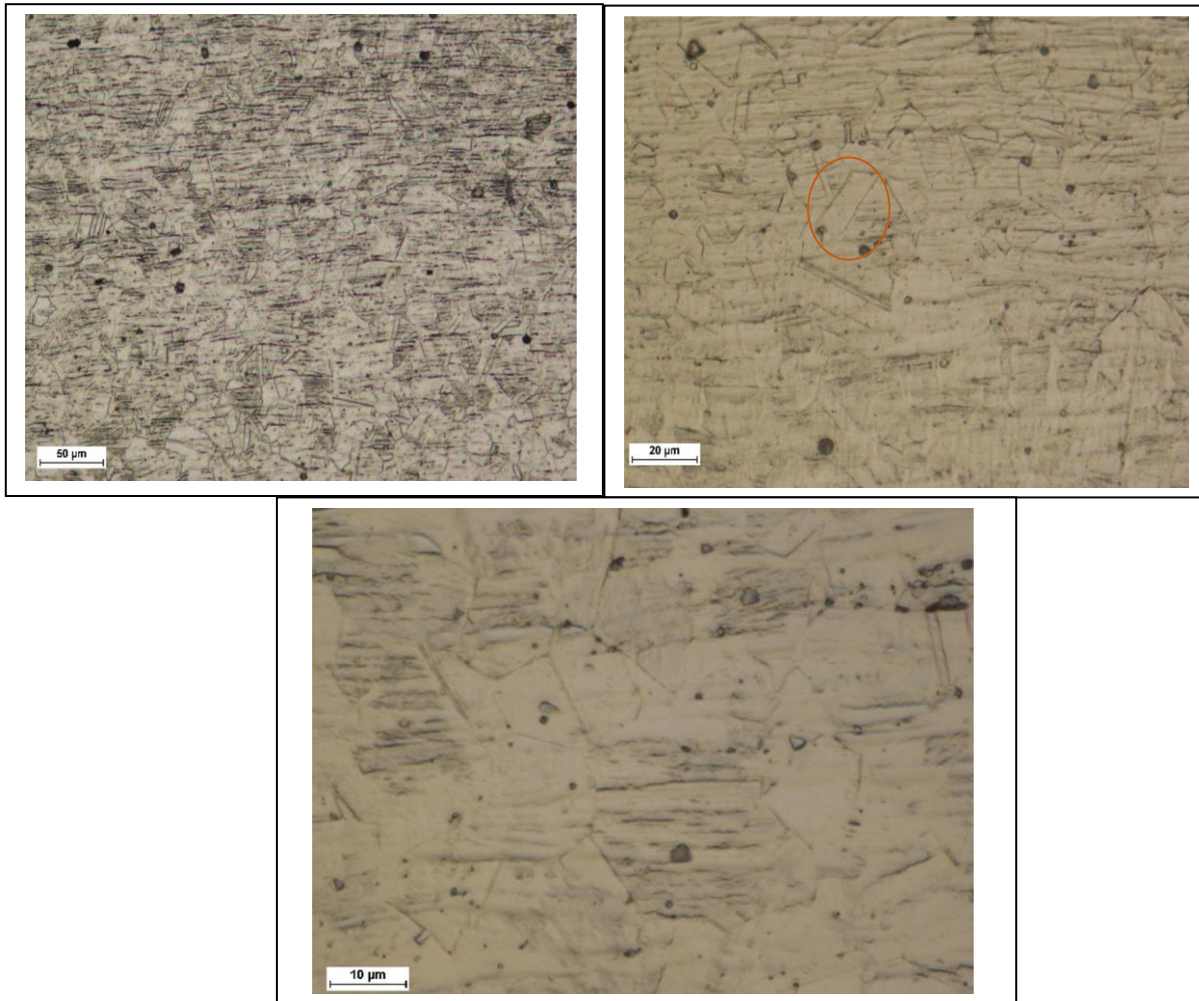


Figure IV. 9 : La microstructure de l'acier 304L après 6h de teste CSC

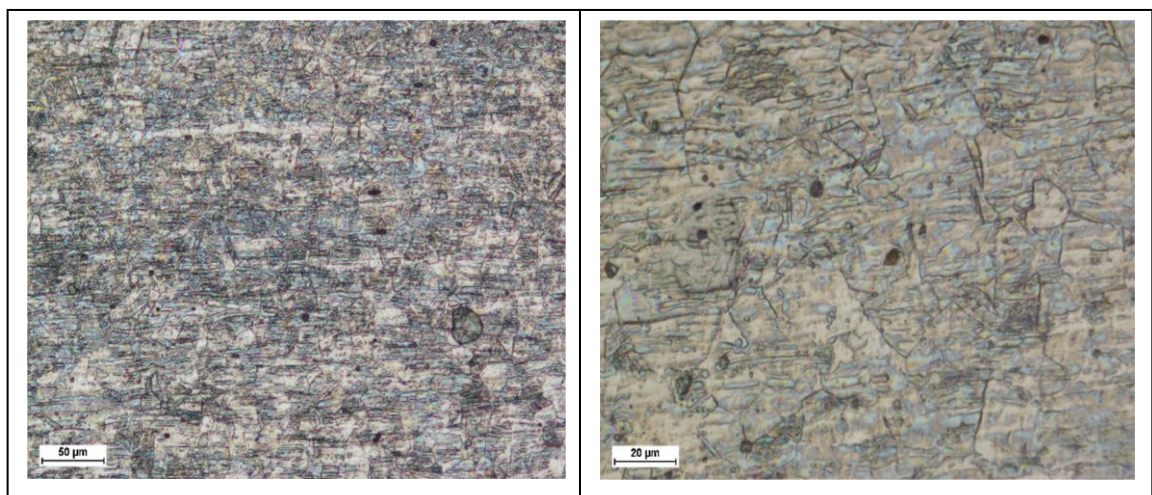


Figure IV. 10 : La microstructure de l'acier 304L après 9h de teste CSC

Pour les échantillons soumis à des tests de corrosion sous contrainte pendant 24 heures et 72 heures à 154°C, on a observé la présence des microfissures à la surface des échantillons de manière perpendiculaire à la force de pliage qui agit par traction.



Figure IV. 11 : L'apparition des microfissures pour un temps d'exposition 24 heures

Pour l'échantillon qui a subi CSC pendant 72h, la fissure a été peu développée par rapport à celui de 24heures.

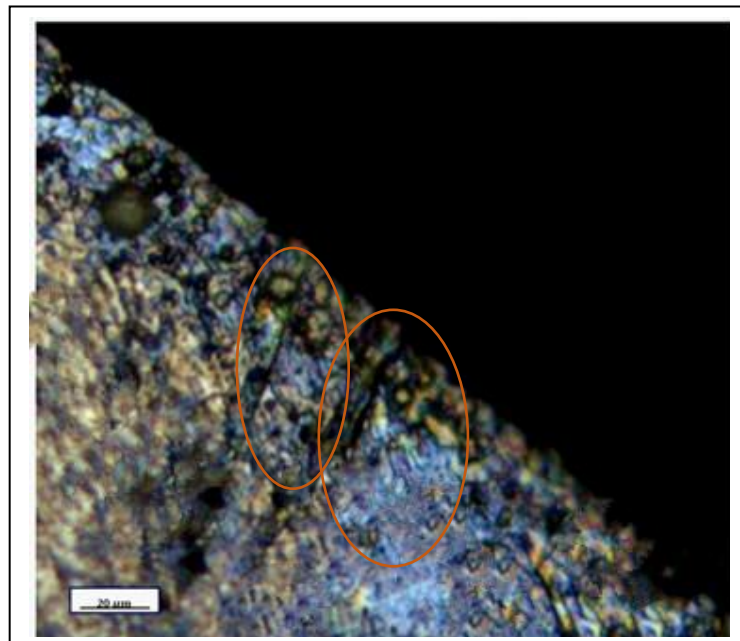


Figure IV. 12 : Fissures après 72h d'exposition.

IV.3.1.2- Variation de la taille moyenne des fissures

La mesure de la taille moyenne des fissures avec différents temps d'exposition nous permet de tracer la courbe suivante dans le cas hyperefforté. La Figure IV.13 montre la variation de la taille moyenne des fissures en fonction du temps d'exposition en heures. On remarque que, pour un temps d'exposition inférieur à 24 heures, aucune fissure n'apparaît car le temps n'était pas suffisant pour déclencher le mécanisme d'initiation des fissures.

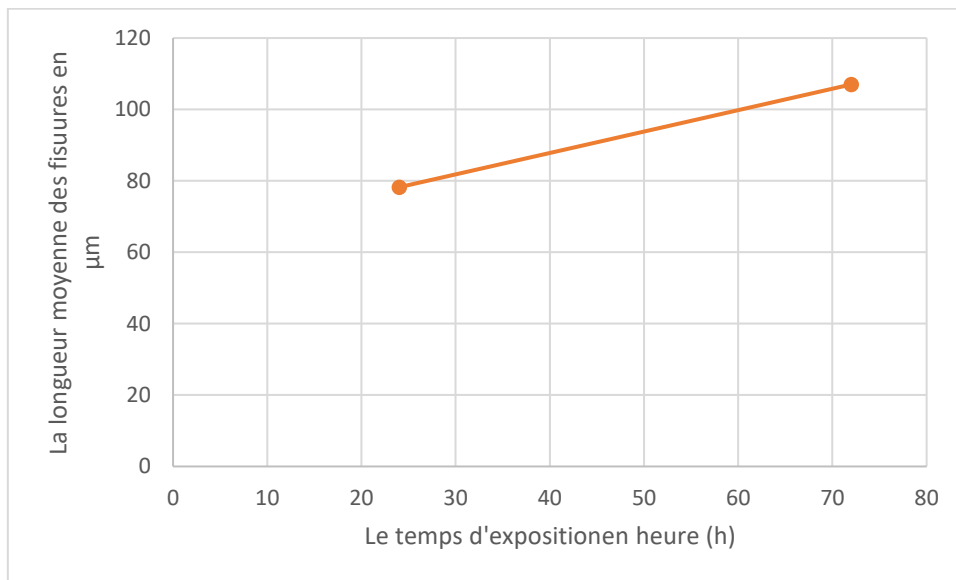


Figure IV. 13 : Variation de la taille moyenne de fissures en fonction du temps d'exposition

Pour le test de 24 heures, on observe la formation des fissures de l'ordre de quelques micromètres, les fissures continuent de croître pour atteindre une valeur 170 µm à 72 heures.

IV.3.2-Corrosion sous contrainte acier 304L sensibilisé

IV.3.2.1-Fissuration par corrosion sous contrainte acier 304L sensibilisé

Pour les échantillons qui ont subi un traitement de sensibilisation, on a observé la formation des fissures pour une durée de 24heures en mode trans granulaire.

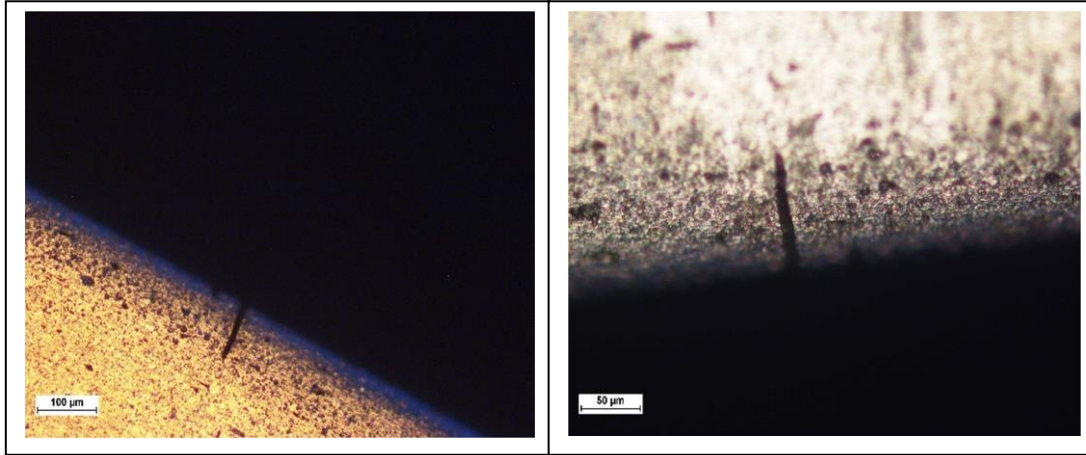
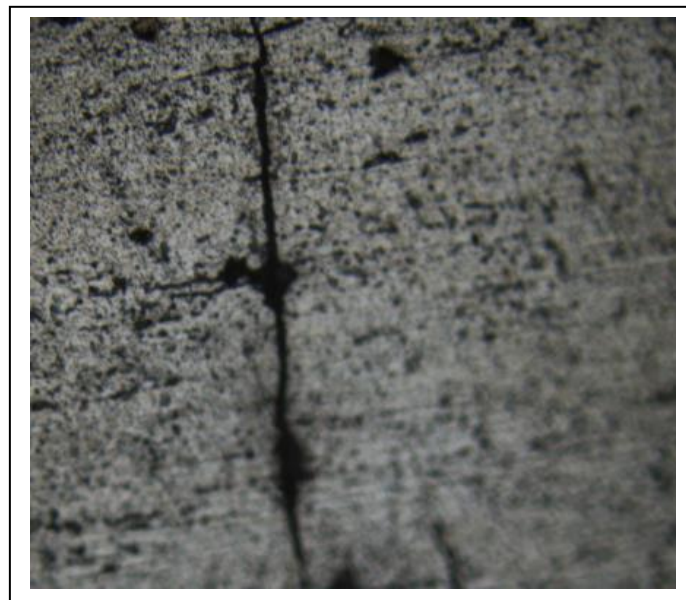


Figure IV. 14 : L'apparition des fissures pour $t=24h$

Les fissures commencent à se propager avec le temps et restent dans le mode trans granulaire au long de leur parcours. Les figures ci-dessous montrent le développement des fissures pour des différents temps d'exposition à $155^{\circ}C$. La plupart des fissures observées sont commencées à se propager à partir de la surface de l'échantillon parce que c'est la zone la plus exposée à la solution à haute température



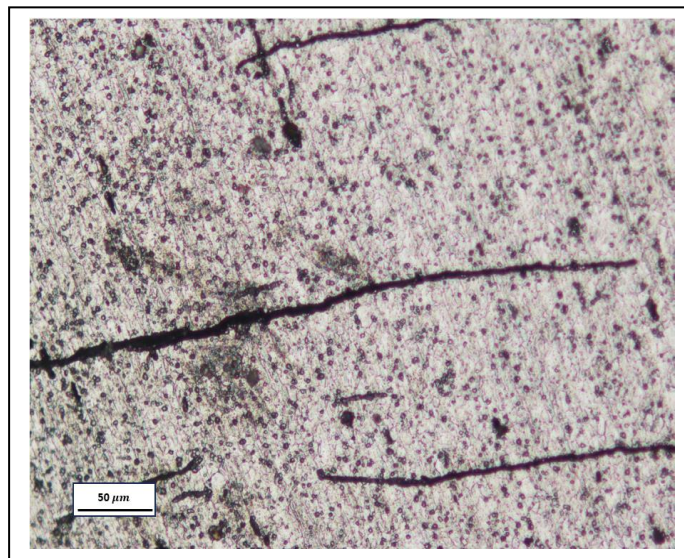


Figure IV. 15 : Fissuration après une exposition de 30 h

A partir de $t=65$ heures, on a pu détecter la présence des fissures à l'échelle macroscopique, qui reste toujours dans le mode trans granulaire avec un développement progressive de leurs tailles

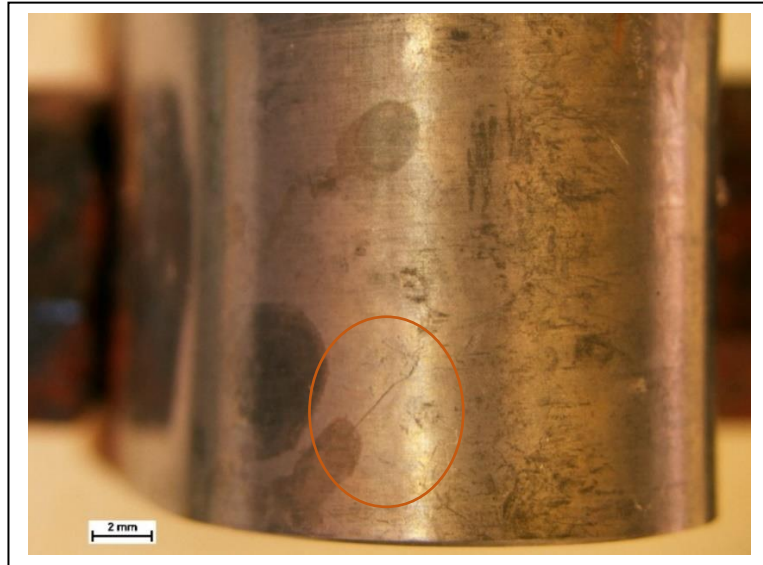


Figure IV. 16 : Fissuration macroscopique après 65 heures d'exposition

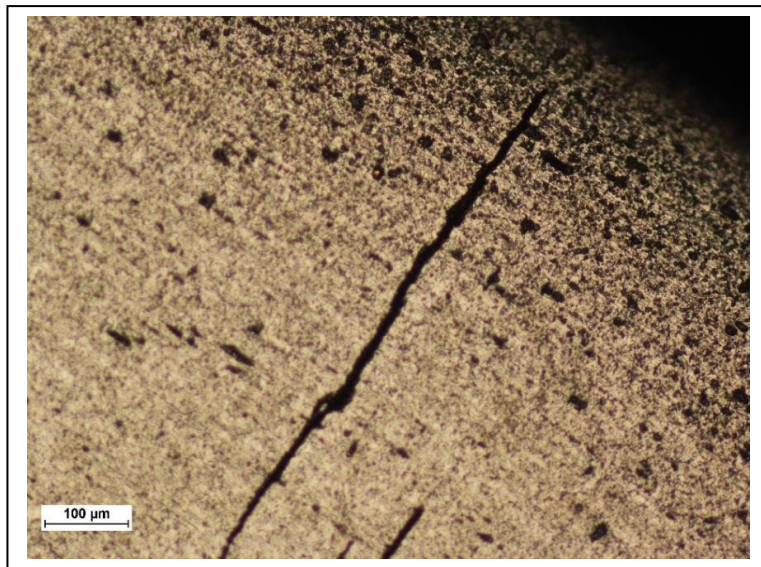


Figure IV. 17 : Fissuration microscopique après 65 heures d'exposition

Pour l'échantillon qui a subi un test de corrosion sous contrainte pendant 72 heures on constate l'apparition d'une fissuration de taille importante, la largeur de la fissure atteint une valeur comparable avec les dimensions des grains d'austénite, et on a même la création des fissures secondaires à partir de la fissure principale.

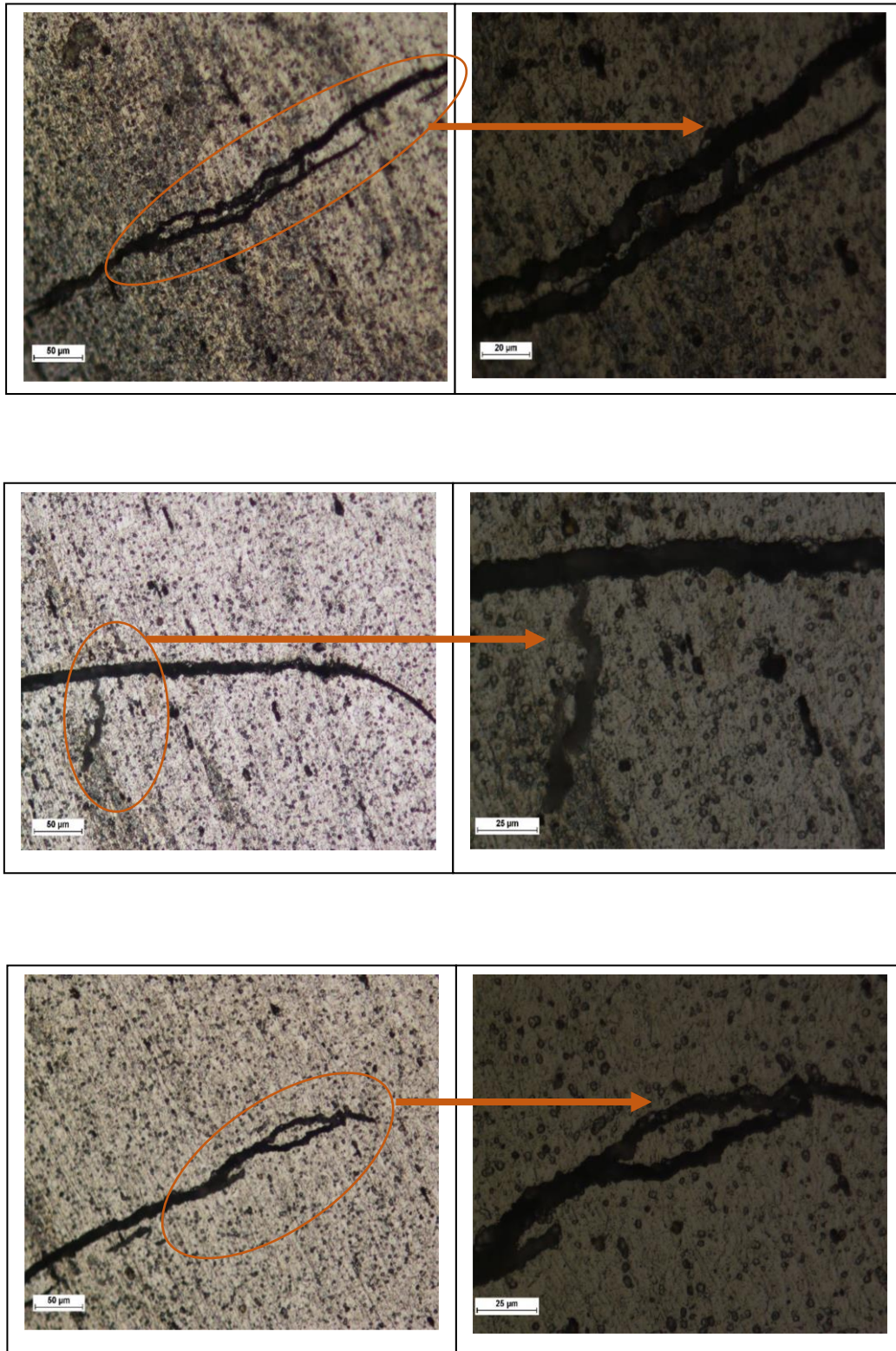
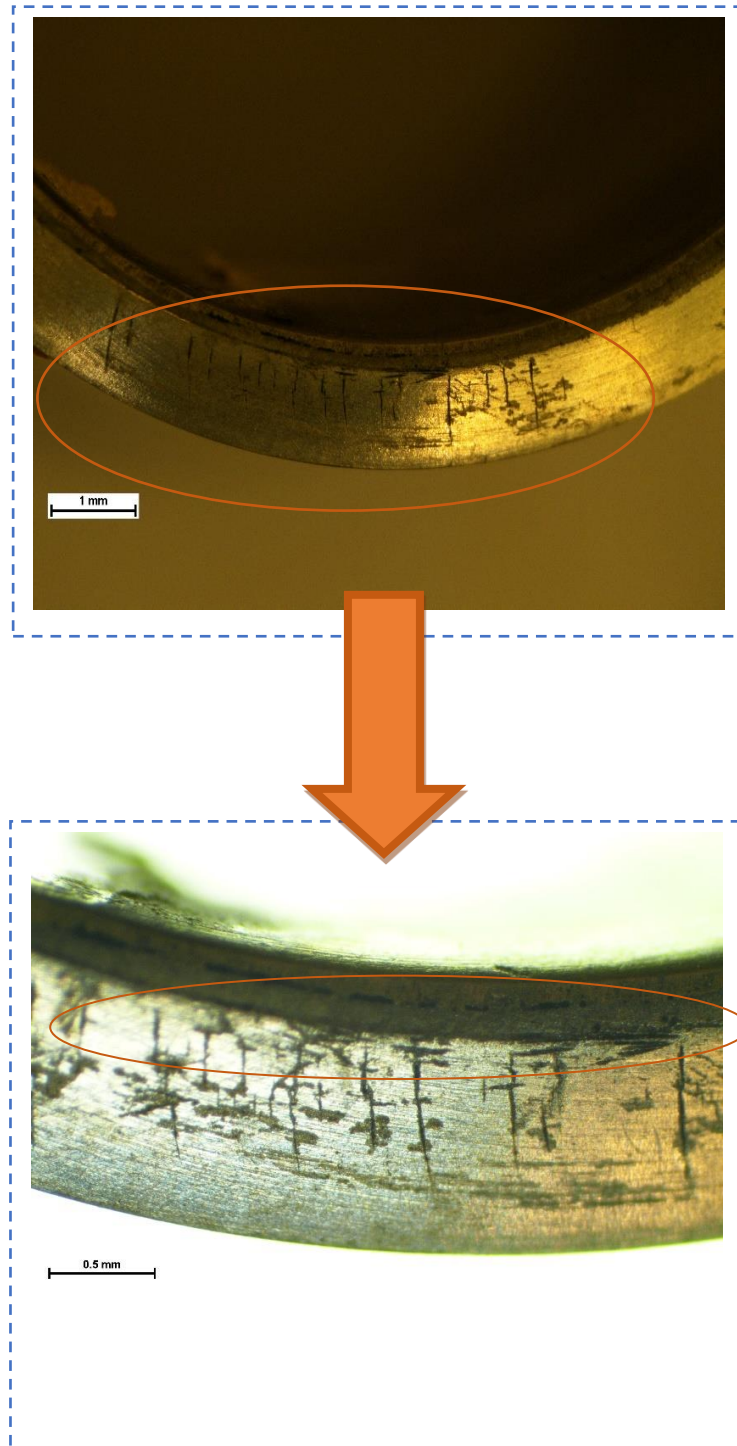
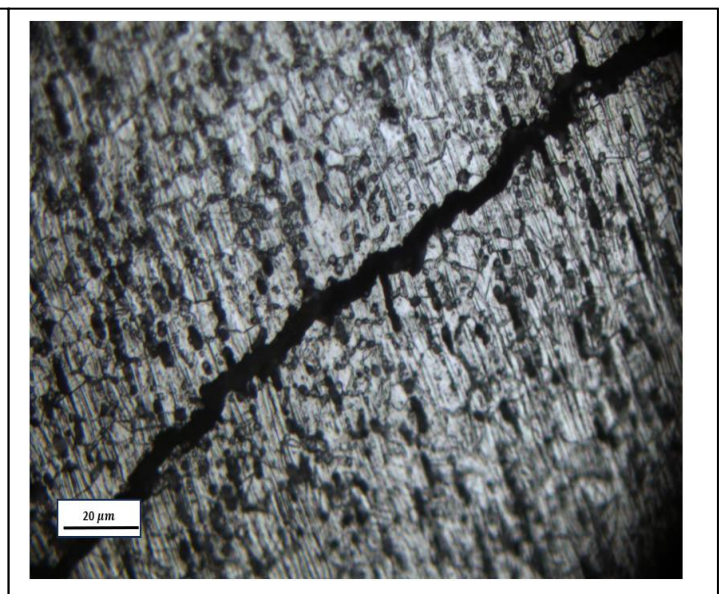
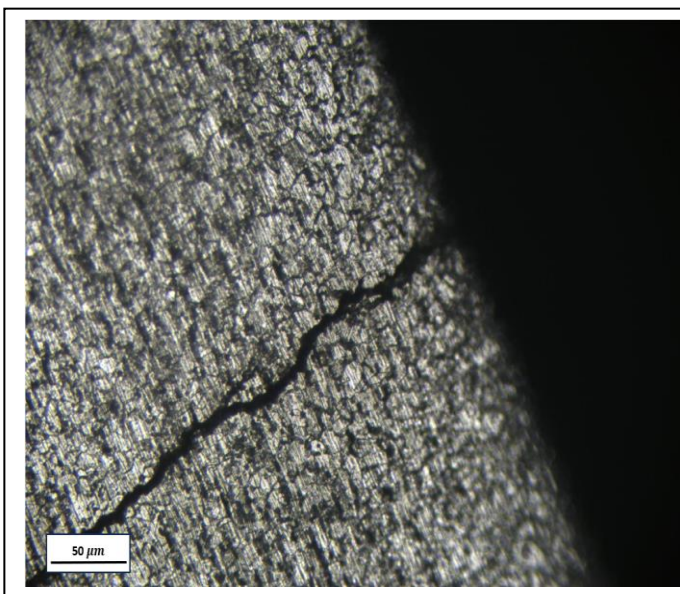
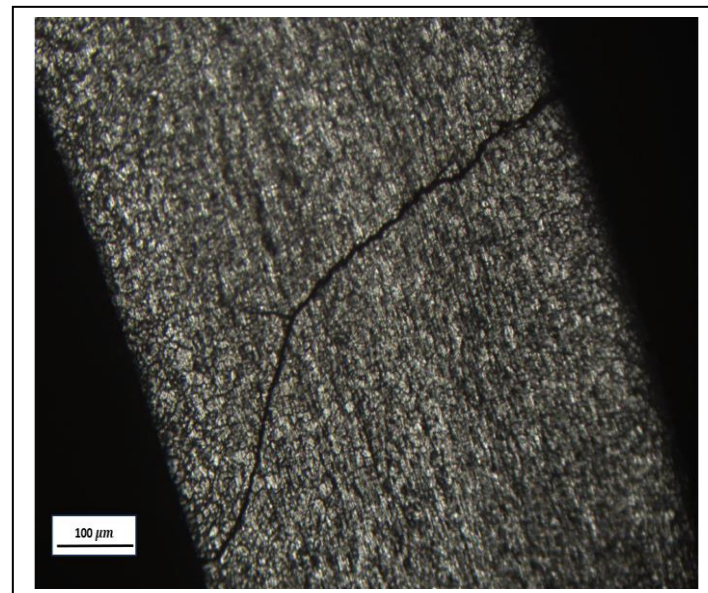
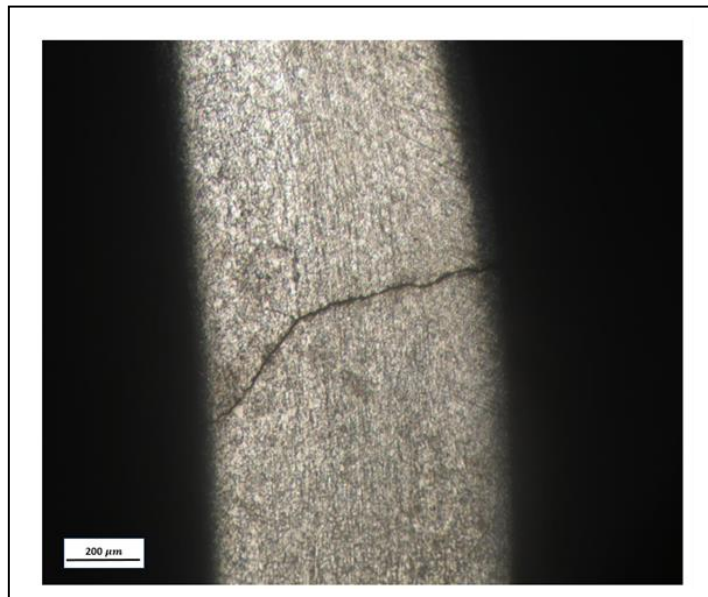


Figure IV. 18 : Fissuration après 72 heures

Après 100 heures d'exposition, le matériau subit des fissures traverse d'une extrémité à l'autre. Les illustrations qui l'accompagnent représentent la progression des fissures dans un mode de transe granulaire, avec une fissuration qui commence par la surface.





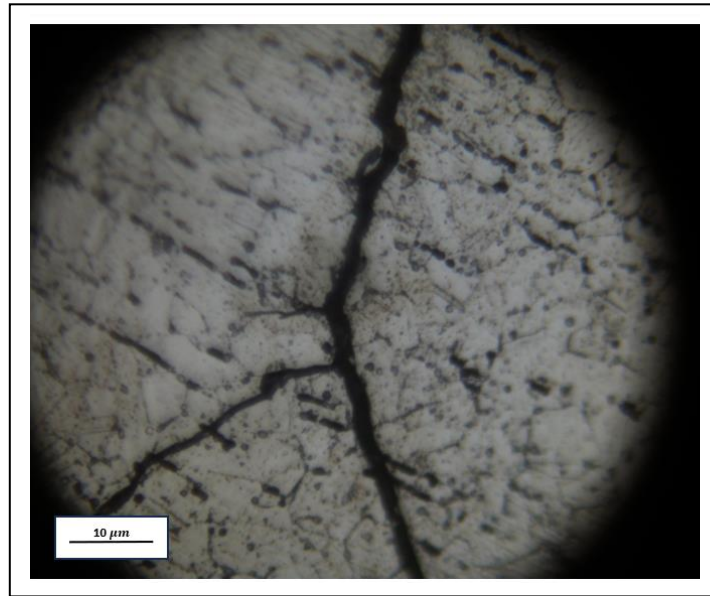


Figure IV. 19 : Fissuration après 100 h d'exposition

Avec un temps d'exposition de 118 heures, le mode de fissuration reste trans granulaire, caractérisé par une largeur assez importante par rapport aux cas précédents. La présence de ces fissures à la surface de l'échantillon est visible à l'œil nu, elle est perpendiculaire aux forces de pliage.



Figure IV. 20 : Fissuration très importante après une exposition de 118 heures



Figure IV. 21 : Fissuration observée par le macroscopie après une exposition de 118 heures

La fissure continue s'agrandir jusqu'à la rupture de la pièce après 122 heures d'exposition.



Figure IV. 22 : Rupture de la pièce après une exposition de 122 heures



Figure IV. 23 : Rupture observer avec le macroscopie

IV.3.2.2- Variation de la taille moyenne des fissures

La mesure de la taille moyenne des fissures avec différents temps d'exposition me permet de tracer la courbe suivante dans le cas sensibilisé. La Figure IV. 24 montre la variation de la taille moyenne de fissures en fonction du temps d'exposition dans le cas sensibilisé.

Il est clair qu'il n'y a pas de fissuration pour un temps d'exposition inférieur à 24 heures. Pendant cette période de test, le temps n'a été pas suffisant pour déclencher le mécanisme d'initiation des fissures. Après 24 heures, ces fissures s'agrandissent progressivement, avec l'augmentation du temps d'exposition.

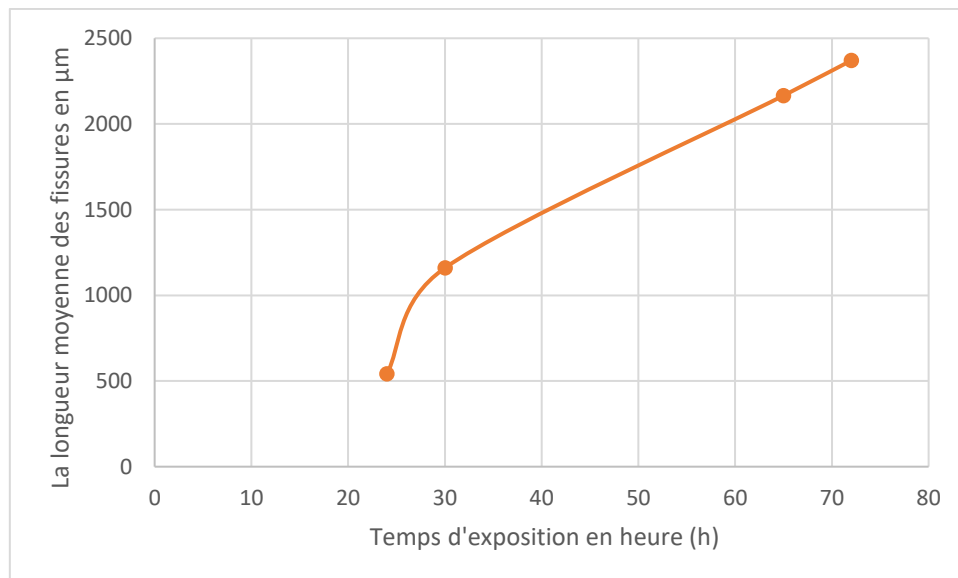


Figure IV. 24 : Variation de la taille moyenne de fissures en fonction du temps d'exposition

L'explication de ce phénomène réside dans le mécanisme de propagation des fissures dans un environnement chloré à haute température. À haute température, l'environnement chloruré devient plus agressif, augmentant la sensibilité du matériau à la corrosion. Les défauts microscopiques à la surface du matériau permettent aux ions chlorure de se pénétrer, entraînant la formation de fissures. Une fois initiées, ces fissures s'étendent rapidement sous l'effet des contraintes mécaniques appliquées. La figure précédente démontre clairement la progression rapide de la propagation des fissures, survenant dans un intervalle de 30 à 72 heures, ce qui contribue directement à l'agrandissement des fissures.

IV.4-Corrosion sous contrainte acier 304L laminé

IV.4.1-Fissuration par les contraintes de laminage

Les tests de corrosion sous contrainte résiduelles de laminage (déformation à froid) de l'acier 304L sont fait pour une durée de 40 heures.

Les figures ci-dessous montrent la propagation des fissures avec un taux de déformation de 15%.

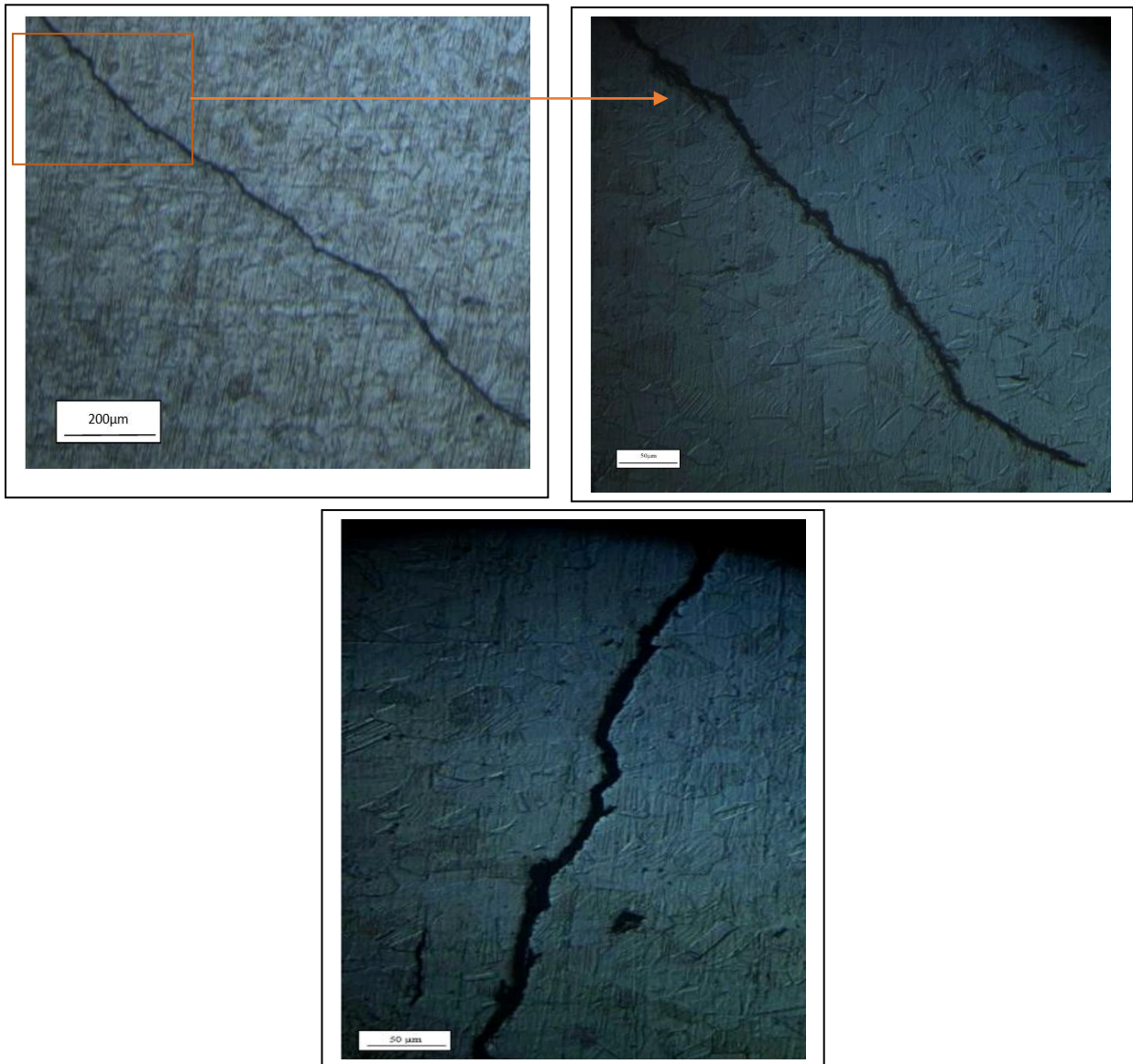


Figure IV. 25 : Fissuration pour 15% de déformation

La fissuration débute par la surface et se propage avec un mode : intergranulaire, avec un largeur et une longueur faible. Lorsque le taux de déformation atteint 29 %, un phénomène intéressant se produit : des fissures secondaires commencent à se former. Ce phénomène est dû par l'augmentation du taux des contraintes de laminage applicable.

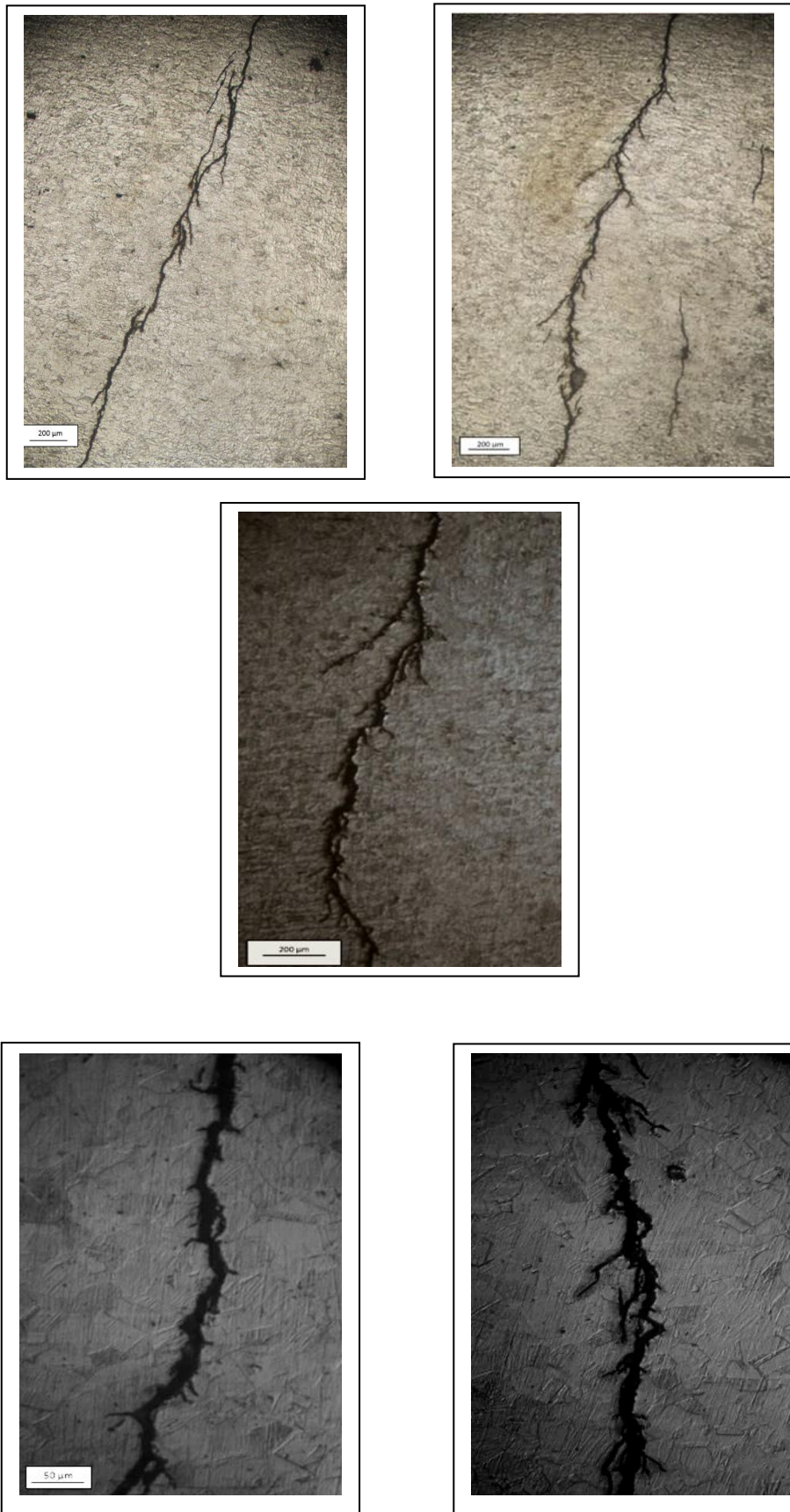


Figure IV. 26 : Fissuration pour 29% de déformation

Les figures ci-dessous montrent la propagation des fissures secondaires avec un taux de déformation de 43,6%. Les fissures secondaires prennent un chemin intergranulaire. La fissuration est plus importante par rapport aux taux précédents de déformation.



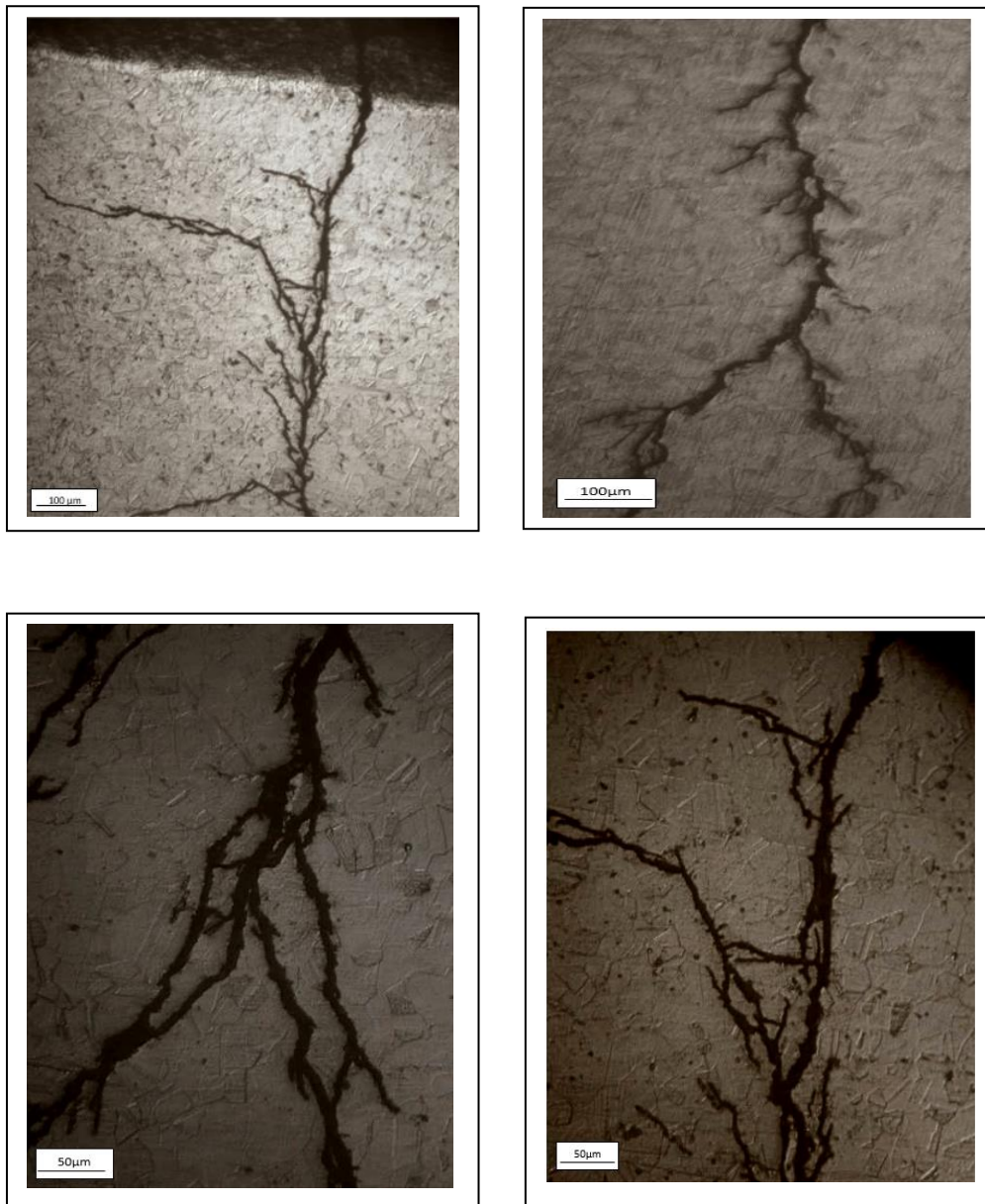
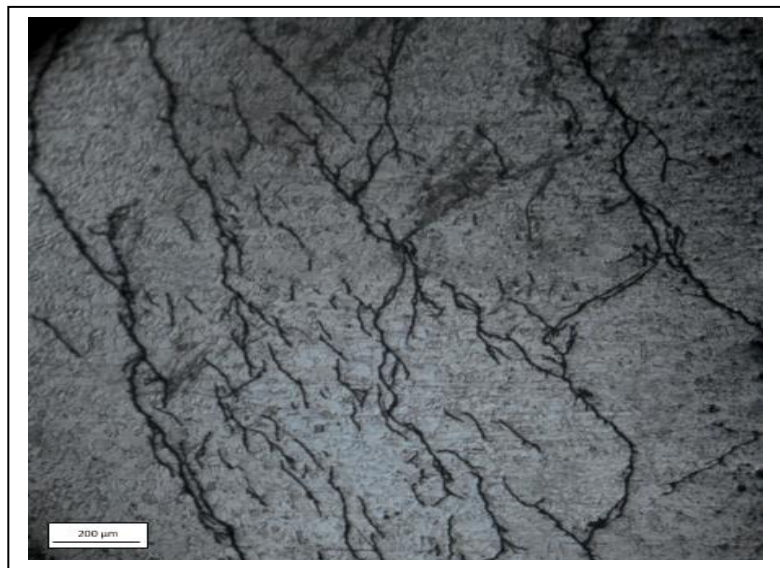
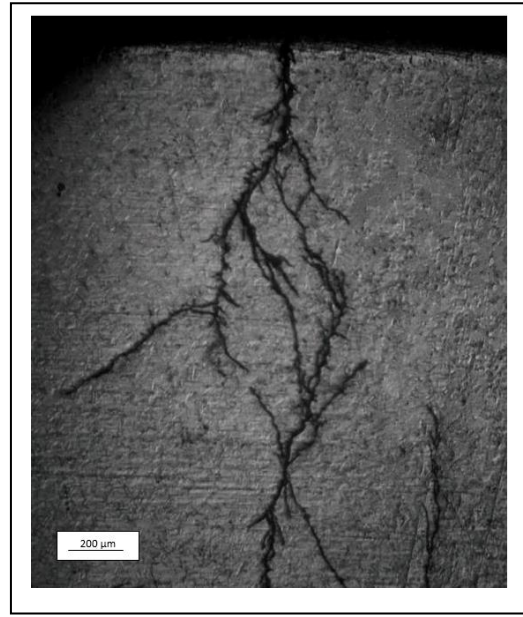
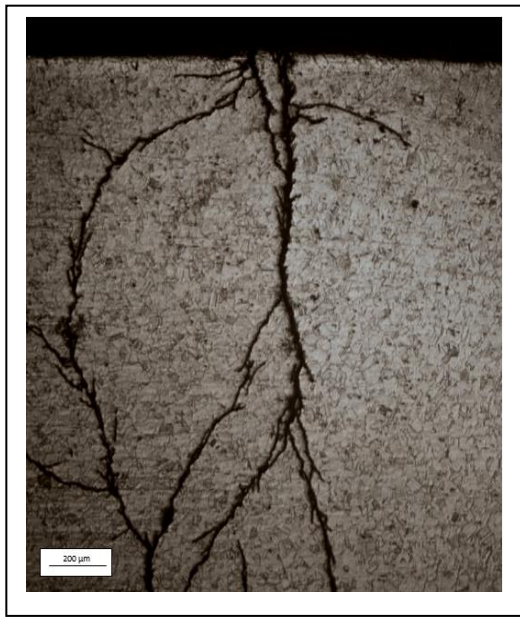


Figure IV. 27 : Fissuration pour 43,6% de déformation

Pour un taux de déformation dépasse 50%, les fissures atteignent des valeurs comparables, et continuent de se propager jusqu'à traverser toute la surface de l'échantillon.

Les figures IV. 28 montre la propagation des fissures en mode trans granulaire a traversé la surface, et atteindre des longueurs assez importantes.



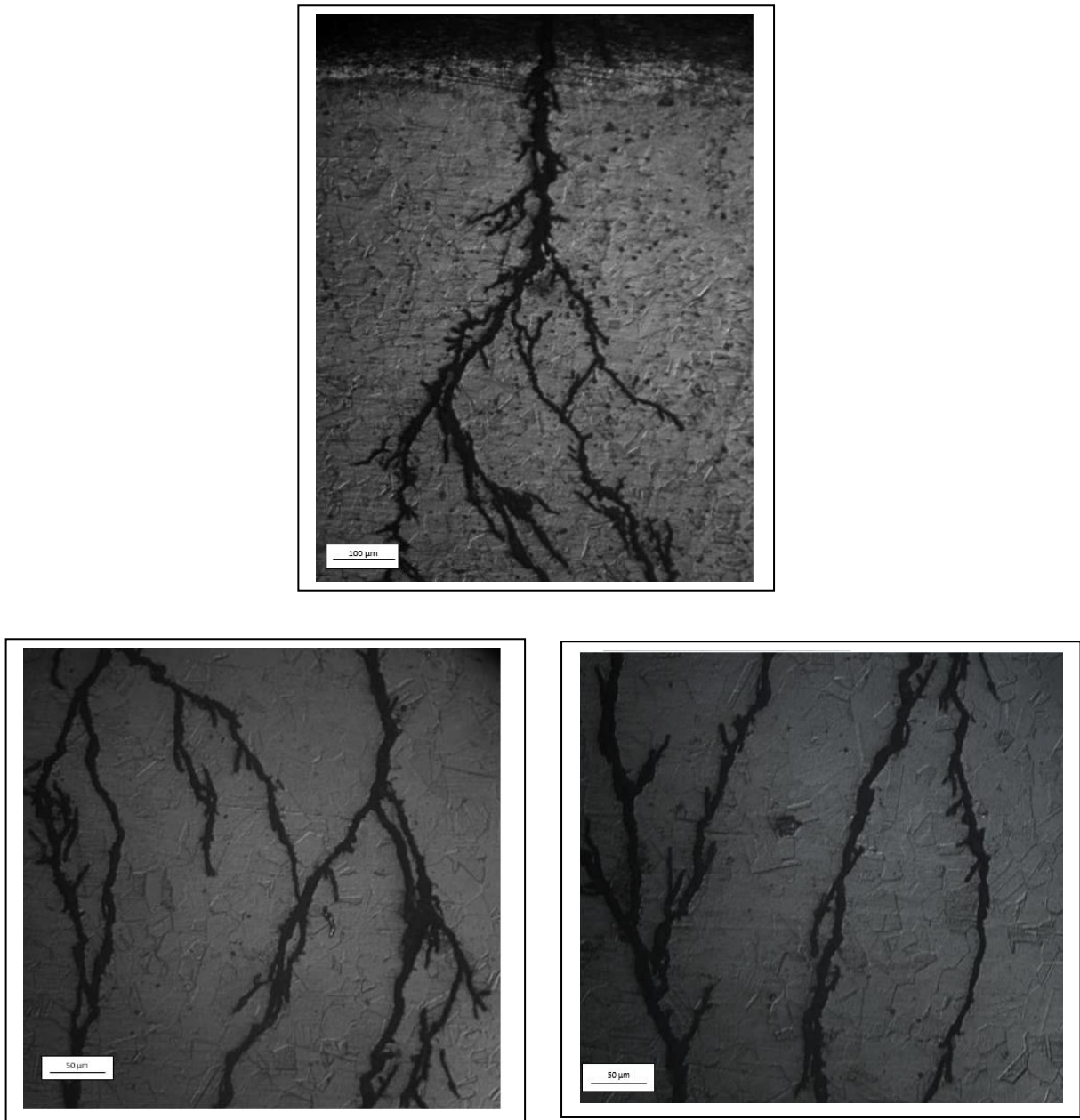


Figure IV. 28 : Propagation des fissures pour un taux de déformation 52,6%

IV.4.2- Variation de la taille moyenne des fissures

La figure IV.29 Présente la variation de la longueur moyenne des fissures en fonction du taux de laminage :

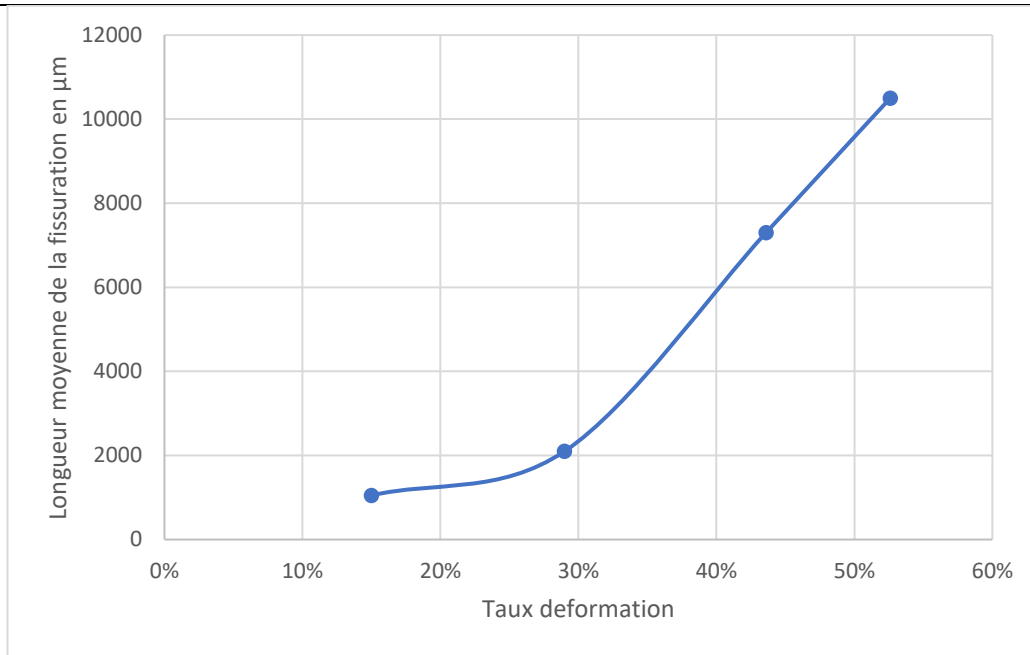


Figure IV. 29 : Variation de la taille moyenne de fissuration en fonction du taux de déformation

D'après la figure précédente, on observe que la longueur de la fissure varie avec le taux de la déformation.

Pour un taux de déformation =15%, la fissuration se produit en mode intergranulaire avec une longueur =1mm.

A une déformation égale 29 %, les fissures continuent de croître et atteignent une longueur de 2,1 mm sous l'effet des contraintes de laminage. On constate que le grossissement des fissures indique que le matériau commence à subir des dommages significatifs.

Avec une déformation dépassant 40%, la fissure principale se propage en mode trans granulaire indiquant une pénétration plus profonde et plus agressive à travers les grains du matériau tandis que les fissures secondaires se propagent en mode intergranulaire.

La fissuration se propage rapidement selon un mode purement trans granulaire, s'étendant sur toute la surface avec un taux de déformation de 52,6 % et atteignant une longueur qui dépasse 10mm, ce phénomène est dû par l'endommagement de l'échantillon lors de la déformation plastique.

IV.5-Etude comparative : Etat hypertrempé et sensibilisé

IV.5.1-Fissuration

La fissuration provoquer à l'état hypertrempé et sensibilisé est exprimer dans les figures ci-dessous pour :

IV.5.1.1- Après maintien de 24 heures

Pour l'État hypertrempé, la fissuration dans le métal est de l'ordre de quelques micromètres observer avec un grossissement X500. À l'état sensibilisé, il est clair que les fissures se forment selon un mode trans granulaire, avec des tailles de fissures plus grandes par rapport à l'état hypertrempé.

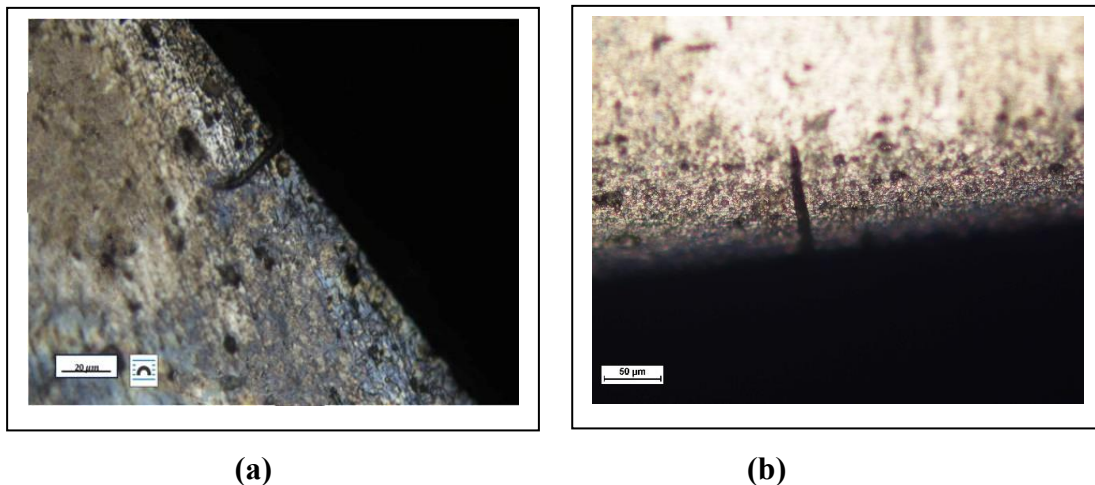


Figure IV. 30 : Fissuration après 24 heures d'exposition à $T=155^{\circ}\text{C}$ dans une solution MgCl_2 ;(a) : métal hypertrempé ;(b) : métal sensibiliser

IV.5.1.2- Après maintien de 72 heures

Dans la progression des fissures, le passage du temps devient un facteur dans l'état hypertrempé car il présente des fissures avec une taille plus importante par rapport à l'état à $t=24\text{h}$. La durée du temps passé dans cet état a un impact direct sur la propagation des fissures, même si la croissance reste faible (de l'ordre de micromètre).

L'état sensibilisé présente une fissuration encore plus importante que l'état hypertrempé et dépasse également celle de l'état sensibilisé à $t=24\text{h}$. Cela montre que la sensibilisation sur une longue durée augmente considérablement la susceptibilité du matériau à la fissuration.

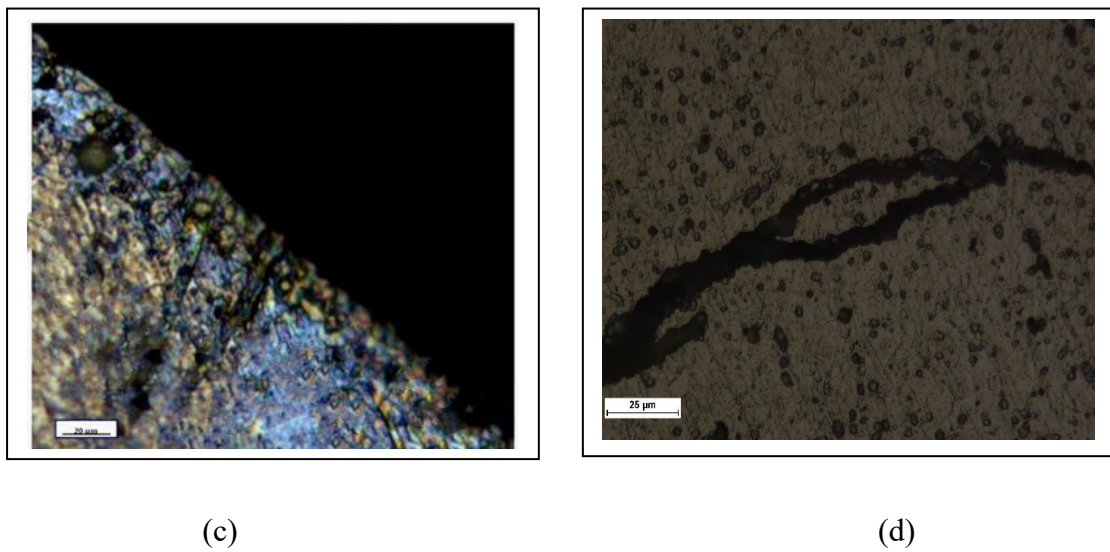


Figure IV. 31 : Fissuration après 24 heures d'exposition à T=155°C dans une solution $MgCl_2$;(c) : métal hypertrempe ;(d) : métal sensibiliser

La figure ci-dessous montre l'évolution de la fissuration de l'acier 304L pour l'état hyper trempé et l'état sensibilisé, l'état sensibilisé montre une plus grande fissuration que l'état hypertrempe à chaque durée donnée (24h et 72h). Cela dû à la morphologie de l'acier dans ces deux états : La précipitation des carbures de chrome dans les joints de grains dans l'acier sensibilisé rend l'acier sensible à la corrosion sous contrainte, ce qui favorise la formation et la propagation rapide des fissures pour un temps limite, par contre pour le métal hypertrempe la structure austénitique est dans une état stable grâce au traitement hypertrempe, ce qui défavorise la propagation des fissures malgré une exposition de 72 heures.

La durée d'exposition montre une augmentation de la fissuration pour les deux traitements. Cela indique que plus le temps de teste dans ces conditions est long, plus la propagation des fissures est importante

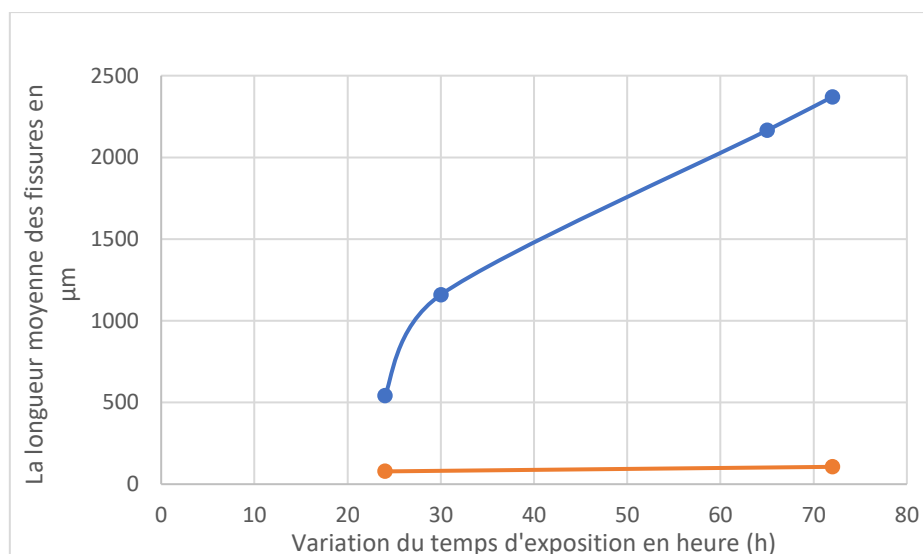


Figure IV. 32 : Variation de la fissuration en fonction du temps d'exposition pour le cas sensibilisé et hypertrempe

IV.6-Etude comparative : Contrainte de traction et contrainte de laminage

IV.6.1-Fissuration

Les figures ci-dessous montre la fissuration de matériaux pour différentes durées d'exposition

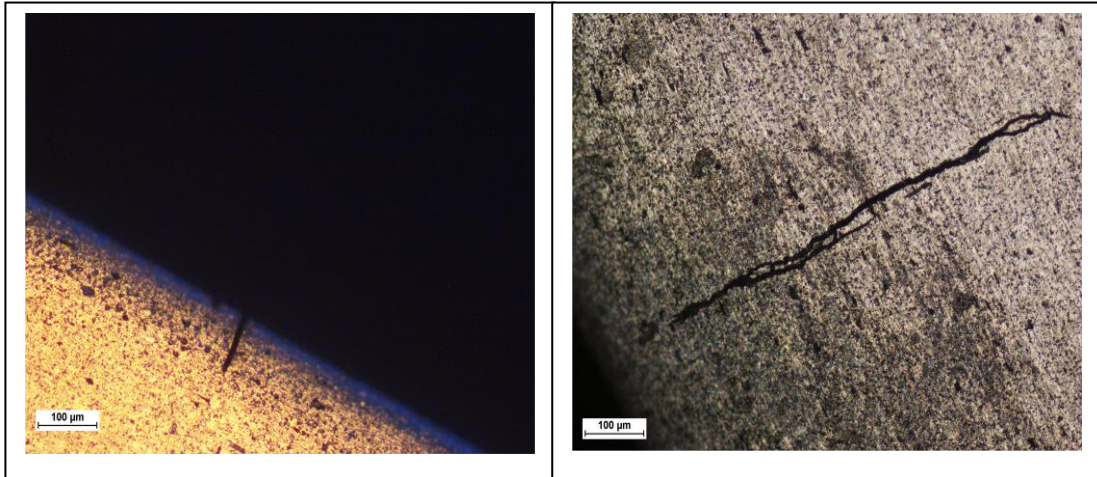


Figure IV. 33 : Fissuration du métal pour l'état sensibiliser à 24h et 72 h

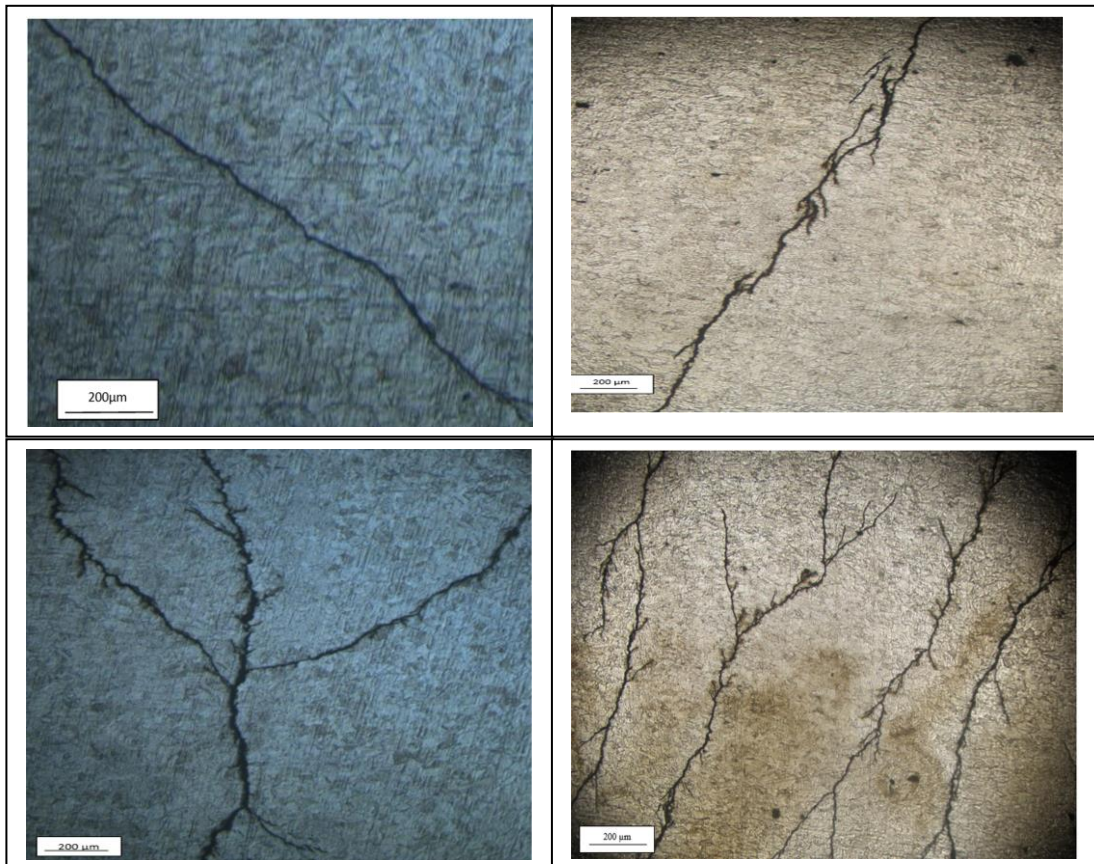


Figure IV. 34 : Fissuration du métal pour l'état laminer à 40h

Après une durée de 40 heures, la fissuration observée lors du laminage pour un taux de déformation de 15% et 29 %, présente des dimensions et un mode de propagation différent à celle observée lors de la sensibilisation après 72 heures. Dans ce cas, les fissures se propagent le long des joints de grains, selon un mode intergranulaire avec faible taille.

Lorsque le taux de laminage dépasse 40 %, il apparaît que des fissures se développent selon une combinaison de modes trans granulaire et intergranulaire (fissure principale et formation des fissures secondaire). Il est intéressant de noter que ces fissures présentent des dimensions plus grandes que celles observées lors de la sensibilisation, malgré une durée d'exposition de 72 heures.

Dès que le taux de déformation dépasse 50 %, les fissures continuent de croître rapidement selon le mode trans granulaire. En seulement 40 heures d'exposition, les fissures deviennent nombreuses et suffisamment profondes pour couvrir la totalité de la surface de l'échantillon.

IV.7-Interpretation

L'ensemble des résultats obtenus dans ce travail portent sur la sensibilité de l'acier inoxydable austénitique Type 304L à la fissuration par corrosion sous contrainte dans une solution bouillante à 44 % de $MgCl_2$ à la température de 155 °C ainsi que sur les facteurs qui peuvent influencer l'apparition et la propagation des fissures.

IV.7.1-Effet de la contrainte sur la structure

IV.7.1.1-Test U-Bend

Dans l'éprouvette de forme U (test U-Bend), La structure subit des contraintes de traction. Le mode de propagation est resté trans granulaire. La fissure débute en surface pour croître perpendiculairement avec une seule ligne dont la longueur et la largeur augmentent au cours du temps.

IV.7.1.2- Contrainte de laminage

La structure laminée est soumise à des contraintes de traction. L'acier subit un écrouissage caractérisé par une fragmentation des grains austénitiques et leur allongement selon la direction de laminage et par une augmentation de la densité des dislocations. L'acier se retrouve dans un état métastable, ses caractéristiques mécaniques de résistance augmentent et la fissuration par corrosion est plus rapide et plus intense.

Pour une exposition de 40 heures, la fissuration constatée lors du laminage a montré des modifications par rapport au mode de propagation (inter et trans granulaire).

Dans le cas du laminage, lorsque le taux de déformation dépasse 50 %, la propagation des fissures devient beaucoup plus importante par rapport à celle enregistrée dans le cas de la sensibilisation, et ce malgré la présence de carburateurs de chrome et une exposition de 72 heures. Cela prouve que des taux de laminage élevés accélèrent la croissance des fissures, même si la structure austénitique été stable (hypertrempé).

IV.7.2.-Influence de la structure

IV.7.2.1- Structure hyper trempée

La structure est constituée de l'austénite sous forme de grains ayant une forme régulière mais de tailles variables. La cinétique de la fissuration faible puisqu'elle ne démarre qu'après une durée qui dépasse les 20 heures. La fissuration démarre de la surface.

IV.7.2.2-Influence de la sensibilisation

D'après [36] ; La formation de carbures de chrome $Cr_{27}C_6$ dans les joints des grains austénitiques est responsable de la sensibilisation. Cette précipitation entraîne la création d'une zone appauvrie en chrome. Les joints de grains deviennent anodiques par rapport aux grains, avec une création d'un chemin actif électro-chimiquement le long des grains qui va favoriser la dissolution électrochimique, ce qui conduit à une corrosion. Ce phénomène est appelé : mécanisme de dissolution anodique.

Dans le cas de la corrosion sous contrainte pour l'acier 304L, les échantillons sensibilisés observés sont plus susceptibles de subir des fissures trans granulaire lors du test de corrosion sous contrainte qu'une fissure intergranulaire. Cela est dû à l'application d'une force de traction qui favorise la fracture entre les grains. Il convient de noter que la présence d'un environnement chloruré avec une concentration élevée à des températures élevées renforce encore la corrosion trans granulaire [30]. On constate que La fissuration par corrosion sous contrainte trans granulaire (CSC) est un phénomène courant dans l'acier inoxydable 304L sensibilisé, bien qu'il soit possible que des voies actives existent aux limites des grains pour des milieux moins chlorure, est provoqué la corrosion intergranulaire.

Et par conséquent, D'après [30] le mécanisme de dissolution anodique ne peut pas expliquer la propagation des fissures dans le cas d'acier 304L en mode trans granulaire. [30]

L'augmentation du temps d'exposition a un effet important sur la fissuration de l'acier 304L ; au cours du temps, l'environnement chloruré devient plus agressif par la présence des ions de l'hydrogène H^+ , augmentant la sensibilité du matériau à la corrosion. Le processus d'acidification localisé peut conduire à une fragilisation par l'hydrogène, un phénomène qui facilite la propagation des fissures.

IV.7.3- Influence de déformation plastique sur la corrosion sous contrainte

La déformation plastique pour les échantillons étudiés est réalisée par le laminage à froid, avec différents taux de déformation.

En ce qui concerne l'effet de la déformation plastique sur le matériau, on s'attendait à ce que le durcissement de la phase austénitique soit d'autant plus élevée que le taux de laminage était élevé, en conséquence de l'augmentation de la contrainte mécanique résiduelle produite par la déformation.

D'après [37] [38], l'acier AISI 304L a une faible valeur de l'énergie de défaut d'empilement (EDE). Cette énergie représente la variation d'énergie de configuration des atomes dans un défaut d'empilement du cristal, autrement dit : Cette énergie contrôle l'arrangement des dislocations et les mécanismes de déformation de l'austénite, et la formation de fautes d'empilement. L'alliage 304L est donc durci principalement par mouvement des dislocations présente lors d'application des contraintes internes.

La déformation à froid favorise la formation d'un champ de contraintes résiduelle interne créée par la présence des dislocations dans la matrice du métal, il croit avec l'augmentation de la taille des dislocations, et se localiser sur un défaut du matériau (lacune, pore, piqure...).

D'après [39], la corrosion par piqure agit comme un point de départ de CSC dans les aciers austénitiques, il va provoquer l'initiation des fissures dans la structure austénitique, ce défaut sert à amplifier le champ de contrainte résiduelle locale autour d'elle dans un milieu riche en chlorure à haute température, par l'application des contraintes externes de type laminage, et création des dislocations, ce défaut agit comme un intensificateur de contraintes. Lorsque le résultat des forces appliquées arrive à une valeur critique σ_c , il y aura l'apparition des fissures.

L'augmentation du taux de déformation a un effet direct sur l'augmentation de la taille des fissures dans les mêmes conditions de travail, et c'est confirmé par les essais de corrosion sous contrainte qui ont été faits pour plusieurs taux de déformation, selon [39] la déformation plastique accélère la sensibilisation de l'acier 304L à la corrosion sous contrainte.

Une faible déformation favorise la formation des dislocations dans les joints des grains (déformation de 15%), qui augmente la sensibilité du matériau dans les joints des grains et provoque une propagation intergranulaire. Pour une déformation plus élevée, le métal subit une augmentation du nombre de sites de nucléation de fissures (piques) et une diminution de la stabilité de la couche passive dans la matrice austénitique, provoquant une augmentation de la taille des fissures et une sensibilité à une propagation trans granulaire, avec une formation des fissures secondaires. Pour un taux de déformation dépassant 50%, le mode trans granulaire est devenu le dominant pour la propagation des fissures.

D'après [39], La transition entre le mode intergranulaire et trans granulaire est due à la compétition entre la dissolution active des joints de grains par la présence des dislocations, et la formation des bandes de glissements, des sites de fissuration dans la matrice et la diminution de la stabilité de la couche passive du métal.

IV.7.4-Fissuration : Etat hypertrempé vs sensibilisé

L'évolution de la fissuration pour l'acier 304L a une relation avec les conditions suivantes :

Pour les mêmes conditions de travail (temps, température, concentration des chlorures) l'évolution des fissures dans l'acier 304L est liée aux points suivants :

*Dans le cas sensibilisé, le carbure de chrome se forme, déclenchant le mécanisme d'amorçage des fissures et conduisant à des fissures de grande taille, par contre, pour le cas hypertrempé, la taille des fissures reste très petite malgré une exposition prolongée à un environnement chloré, en raison de l'absence de précipités (chemin électrochimiques actifs) et de la stabilité de la structure austénitique, qui rend le métal plus résistant à la corrosion sous contrainte que le cas sensibilisé.

*La durée de l'essai a un impact important sur la propagation des fissures en cas de sensibilisation, avec rupture de pièces après 122 heures d'exposition, ce qui s'explique toujours par la présence de précipités, qui accélèrent la propagation et rendent le matériau sensible aux contraintes de corrosion.

CONCLUSION GENERALE

L'objet de nos travaux, dans le cadre de ce mémoire, concernent l'étude du comportement de l'acier inoxydable austénitique dans des conditions de corrosion sous contrainte résiduelle dans un milieu chloruré de $MgCl_2$ à 155 °C. Dans le but de bien comprendre le phénomène de la fissuration par corrosion sous contrainte de l'acier austénitique, nous avons travaillé dans les conditions suivantes :

- Premier Test avec des éprouvettes pliées en U (méthode U-Bend). Nous avons utilisé deux états de l'acier : hypertrempe et sensibilisé.
- Deuxième Test avec des échantillons laminés avec différents taux d'écrouissage.

Les résultats obtenus permettent de faire les conclusions suivantes :

* Dans l'état hypertrempe, sur les échantillons en forme U, l'absence de fissuration a été observé pour une durée inférieure à 20 heures. En revanche, des microfissurations sont apparues pour des durées prolongées à partir de 24 heures.

* Dans l'état sensibilisé, sur les échantillons en forme U, La cinétique de la fissuration est plus élevée car la formation des fissures se produit à des temps plus courts que dans l'état hypertrempe et la vitesse de croissance des fissures est plus grande. Ces résultats sont expliqués par les effets combinés de la précipitation des carbures de chrome, le milieu chloruré et les contraintes de traction.

Dans les deux états, nous constatons que La fissuration se déclenche en surface (à partir des piqures) pour croître perpendiculairement, en mode Trans granulaire, à la surface et à la contrainte. Les fissures ne présentent pas de fissures secondaires (sauf dans le cas sensibiliser) et leur taille augmente avec le temps.

* Dans le cas d'un écrouissage par laminage à froid à différents taux, la fissuration se distingue par une cinétique plus élevée que celle de l'état sensibilisé. Les fissures ont des tailles très importantes. Et comportent des fissurations secondaires sous forme de branches. Les contraintes engendrées par le laminage ont un effet très important sur l'apparition, propagation des fissures comparant avec la force de pliages.

Nous avons obtenu des ruptures des éprouvettes lorsque la durée de l'essai dépasse 100 heures.

Perspective

En perspective il serait intéressant de

- Faire une étude électrochimique de chaque série pour bien comprendre l'influence de la fissuration de sûr de la variation des paramètres de corrosion (E_{Corr} ; I_{Corr}).
- Affiner les analyses de la microstructure par l'utilisation de techniques plus adéquates : la microscopie électronique, la DRX, la fractographie, ...etc.

Reference

- [1] : **N. ZHOU** – Influence of grinding operations on surface integrity and chloride induced stress corrosion cracking of stainless steels, Mémoire de licence en chimie, **Institut royal de technologie KTH**.
- [2] : **M. Al-RABIE** – Observation of stress corrosion cracking behaviour in super duplex stainless steel, Thèse de doctorat en science des physique, **Université de Manchester 2011**.
- [3] : **Steel KNOWLEDGE** - Structures en acier inoxydable Guide de Conception, Quatrième Edition, **Steel Construction Insitute 2017, SCI P413**.
- [4] : **A. KOZLOWSKI** - Données sur les aciers inoxydables – Normalisation, **M4550 v1, juin 2009**.
- [5] : **FAYNOT**- Aciers inoxydables, **Fiche technique**.
- [6] : **P. J. CUNAT** - Aciers inoxydables - Critères de choix et structure, **M4540 v1,10 mars 2000**.
- [7] : **B. BAROUX** – La corrosion des métaux : Passivité et corrosion localisée, **2014**.
- [8] : **H. SASSOULAS** - Traité Matériaux métalliques, **M 1 155, mars 1997**.
- [9] : **R. BEN MOHAMED** – Corrosion des aciers inoxydables 316L, Thèse du master en métallurgie, **Université Badji Mokhtar 2020**.
- [10] : **J. BARRALIS, G. MAEDER** -Précis Métallurgie, Elaboration, Structure Prospérités, Normalisation.
- [11] : **P. SOULIGNAC, B. BONNEFOIS** - Aciers austénitiques Chaudronnerie en aciers, **BM6570 v1, juil. 2007**.
- [12] : **NICKEL INSTITUTE** - Practical Guidelines for the fabrication of austenitic stainless steel, **Deuxième Edition 2020**.
- [13] : **N. BILARDOUH** - Précipitation de la phase sigma et des carbures M₂₃C₆ dans les alliages Fe-Cr-Ni, Thèse de doctorat en métallurgie, **Université ANPNABA 2005**.
- [14] : **R. BEN MOHAMED** – Corrosion des aciers inoxydables 316L, Thèse du master en métallurgie, **Université Badji Mokhtar 2020**.
- [15] : **K. MADDOURI** - Effets des traitements thermiques sur la microstructure et le comportement à la corrosion d'un acier inoxydable de type 309, Thèse du master en Science et Génie des Surfaces, **Université Badji Mokhtar 2011**.
- [16] : **H. SASSOULAS** -Traitements thermiques des aciers inoxydables, **M1155, mars 2016**
- [17] : **V. KUMAR SINGH** -Analysis Of Sensitization In Austenitic Stainless Steel Welded Joint, **Rai Journal of Technology Research and Innovation, January 2017**

- [18] : **K. SADEK, B. AOUR, M. BENNOUNA** - Effet des Traitements Thermiques sur le Durcissement Structural de l'Acier 316L, Laboratoire de Biomécanique Appliqué et Biomatériaux - ENPO, **Journal of Advanced Research in Science and Technology 2015.**
- [19] : **H. FEKIRI** - Corrosion sous contrainte de l'acier 316L soudé, Thèse de projet de fin d'étude en génie des matériaux, **Ecole Nationale Polytechnique 2012.**
- [20] : **Ch. Hsieh** - Aperçu des précipitations de phase intermétallique Sigma (σ) dans les aciers inoxydables, **Université nationale des sciences et technologies de Taiwan, mars 2012.**
- [21] : **Alexandre D. Warren** - Précipitation dans des régions localisées enrichies en chrome dans un acier inoxydable austénitique de type 316H, Moltex Énergie, **Avril 2018.**
- [22] : **I. KHALFOUNE** - Contribution à l'étude de la précipitation dans les aciers inoxydables austénitiques, Thèse de projet de fin d'étude en génie des matériaux, **Ecole Nationale Polytechnique 2014.**
- [23] : **P.J CUNAT** - Aciers inoxydables : Propriétés. Résistance à la corrosion, **Réf : M4541 v1, 2001.**
- [24] : **Fiche technique** - Nuance AISI 304L, **DIN EN 10088-3.**
- [25] : **M. HELIE** -Matériaux Métalliques Phénomènes De Corrosion, **Commissariat à l'Énergie Atomique, Université d'Evry.**
- [26] : **F. ROPITAL**, Corrosion des matériaux métalliques lors de la fabrication et de l'utilisation des biocarburants, **COR2001 v1, déc. 2023.**
- [27] : **P. BESLU** - Corrosion des circuits primaires dans les réacteurs à eau sous pression ; Analyse historique,**2014.**
- [28] : **F. HALLAL**- Cour de la corrosion et protection contre la corrosion, **Ecole Nationale Polytechnique, 2023.**
- [29] : **Brian Ralph** - Corrosion science and technology ,**2000.**
- [30] : **E. MCCAFFERTY** - Introduction to corrosion science,**2010.**
- [31] : **Thomas A. Adler** - Corrosion : Fundamentals, Testing, and Protection, **ASM International, 2003.**
- [32] : **ROLLED METAL PRODUCTS** -Acier inoxydable type 304-304L.
- [33] : **R. VENNEKENS** – Fiches d'information aciers inoxydables, **Info Soudage, janv2007.**
- [34] : **Y. YOUNG-RAN, CH. SEUNG-HEON, K. YOUNG-SIK** - Effect of Laser Shock Peening on the Stress Corrosion Cracking of 304L Stainless Steel, **Materials Research Centre for Energy and Clean Technology, mar 2023.**
- [35] : **J. NESHATI, B. ADIB, A. SARDASHTI** - Stress Corrosion Cracking Detection of Sensitized Stainless Steel 304 in Chloride Media by Using Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), **Journal of Petroleum Science and Technology, No. 1, 2012, 55-60.**

- [36] : **M. ALYOUSIF, R. NISHIMURA** -The stress corrosion cracking behavior of austenitic stainless steels in boiling magnesium chloride solutions, **Corrosion Science July 2007**.
- [37] : **M. NOVELLI** - Étude des microstructures de déformation induites par grenailage ultrasonique en conditions cryogéniques d'aciers inoxydables austénitiques : effet sur les propriétés en fatigue, Thèse de doctorat en génie des matériaux, **Université de Lorraine 2017**.
- [38] : **A. KURC-LISIECKA** – Morphological Details Of Strain – Induced Martensite In Cold Rolled, **International Journal of Modern Manufacturing Technologies, 2022**.
- [39] : **Sh.Tokuda, I.MUTO**, Pit initiation on sensitized Type 304 stainless steel under applied stress: Correlation of stress, Cr-depletion, and inclusion dissolution, **Corrosion Science May 2020**.