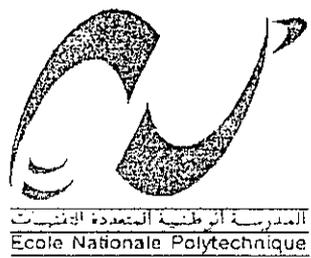


REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE.  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**

Département de Métallurgie



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES:

Caractérisation structurale et mécanique du  
grossissement des grains dans un acier  
inoxydable austénitique (304L)

Proposé par :  
C.S.C

Dirigé par :  
Mr M.BOUABDALAH  
Mme K.REHOUMA

Etudié par :  
OUBABAS Nadir

PROMOTION 2003/2004  
L'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
10, AVENUE HASSEN BADI EL HARRACH -ALGER

هذه الدراسة تتمثل في تقدير قياس جزيء الأستينيت بطريقتين:  
1. الفحص بالمجهر: طريقة ضوئية للفحص المباشر لسطح المعدن.  
2. اختبار الصلابة: صفة مميزة ذات علاقة مباشرة مع بنية المعدن.

كلمات مفتاحية: جزيء الأستينيت, اختبار الصلابة, بنية.

## Résumé :

Cette étude consiste à évaluer la taille du grain austénitique par deux méthodes :

1. Par micrographie : méthode optique d'examen direct de la surface du métal.
2. Par un essai de dureté : caractéristique en relation directe avec la structure du métal.

**Mots clés :** grain austénitique, essai de dureté, structure.

## Abstract:

This study consists in evaluating the size of the austenitic grain by two methods:

1. By micrography: optical method of direct examination of the surface of metal.
2. By a hardness test: characteristic in direct relationship to the structure of metal.

**Key words:** austenitic grain, hardness test, structure.

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

A ma mère décédée

A mon père et mes deux frères

A toute ma famille

A tous mes amis

## REMERCIEMENT

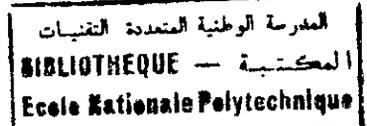
Je tiens avant tout à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur DJEGHLAL, chef de notre département, qui n'a ménagé aucun effort tout le long du semestre, pour nous permettre d'accomplir ce travail dans de bonnes conditions.

Je remercie Monsieur BOUABDALAH et Madame RAHOUMA pour les multiples conseils qu'ils nous ont prodigué dans cette étude.

J'exprime ma profonde gratitude aux responsables et personnels du laboratoire de mécanique du centre de soudage CSC, à CHERAGA pour l'aide et la disponibilité dont ils ont fait preuve.

Je tiens également à remercier tous ceux qui ont contribué à cet ouvrage, le personnel et les enseignants du département qui nous ont beaucoup aidé ainsi que tous les amis qui m'ont soutenus sans relâche durant ce travail.

# TABLE DES MATIERES



## PARTIE I

### Chapitre 1 : Généralités sur les aciers inoxydables

1. Introduction .....	5
2. Etude des aciers inoxydables. Diagramme d'équilibre .....	6
2.1. Alliages binaires Fe-Ni, Fe-Cr .....	6
2.1.1 Alliages binaires Fe-Ni .....	6
2.1.2 Alliages binaires Fe-Cr .....	7
2.2. Alliages ternaires Fe-Cr-Ni .....	8
3. Notion d'équivalent en Chrome et en Nickel .....	10
4. Rôles des élément d'addition sur les propriétés des aciers inoxydables ...	11
4.1 Les éléments $\alpha$ -gènes .....	11
4.2 Les éléments $\gamma$ -gènes .....	12
5. Les divers catégories d'aciers inoxydables .....	13
5.1. Les aciers martensitiques .....	13
5.2. Les aciers austénito-ferritiques .....	14
5.3. Les aciers ferritiques .....	15
5.4. Les aciers austénitiques .....	16

### Chapitre 2 : Mécanismes de grossissement du grain

1. Croissance du grain d'austénite au chauffage .....	18
2. Influence des différents facteurs métallurgiques sur la grosseur du grain ..	19

2.1. Les conditions de chauffage .....	19
2.1.1. Vitesse de chauffage .....	19
2.1.2. Température de chauffage et durée de séjour de cette température	20
2.2. Etat initial de l'acier .....	21
2.2.1. Influence de la composition chimique .....	21

### Chapitre 3 : Traitement thermique des acier inoxydables austénitiques

1. Introduction .....	22
2. Traitement d'hypertrempe .....	22
2.1 Le choix de la température et de la durée de maintien .....	22
3. Traitement antiferrite des nuances austénitiques .....	23

## PARTIE 2

### Chapitre 4 : Matériaux et méthodes expérimentales

1. Mesure de la grosseur du grain austénitique .....	25
2. Matériaux .....	28
3. Méthode expérimentale .....	29
3.1. Choix des conditions de traitement .....	29
3.1.1. Le temps et la température de traitement .....	29
3.1.2. Le mode de refroidissement .....	30
3.2. Préparation des éprouvettes micrographiques .....	31
3.3. Mesure de la dureté .....	32

## Chapitre 5 : Résultats et interprétations

1. Influence du temps de maintien sur la grosseur du grain .....	33
2. Essais de dureté .....	39
Conclusion .....	41
Références bibliographiques .....	42
Annexe .....	43

## INTRODUCTION GENERALE

Les effets dévastateur de la corrosion sur le fer utilisé dans toutes les applications étaient connus de tous temps et avaient fait objet d'évaluations quantitatives au début du XX<sup>e</sup> siècle. L'espoir de trouver une méthode de protection du fer qui puisse le rendre, de façon efficace et durable, résistant à la corrosion paraissait être, après de nombreuses tentatives infructueuses, de caractère chimérique.

Les aciers inoxydables et particulièrement les austénitiques prennent une place très importante dans la construction métalliques. Ils sont largement utilisés dans l'industrie chimique, dans la pétrochimie, le nucléaire, la médecine, dans l'alimentaire, l'agro-alimentaire et dans la chaudronnerie lourde.

Utilisés souvent comme tuyauterie dans le transport de fluides ( eau ou gaz) à haute température et sous haute pression, ces aciers présentent une bonne résistance à la corrosion et de bonnes caractéristiques mécaniques.

Notre étude va porter sur l'évolution de la taille du grain austénitique en fonction du traitement à haute température pour un acier austénitique 304L (norme ASTM). Le paramètre que l'on fera varier est la durée de maintien.

Nous en déduisons la tendance au grossissement du grain de notre acier durant différents temps de maintien.

Des essais de dureté viendront compléter l'étude, en montrant la relation grosseur de grain-dureté.

Dans la partie bibliographique, nous parlerons des aciers inoxydables d'une façon générale et leurs différents catégories.

Nous parlerons ensuite de la cinétique du grossissement du grain austénitique et les facteurs qui influencent cette cinétique. Par une suite logique, nous verrons le choix du traitement utilisé pour cette catégorie d'acier.

Dans une deuxième partie, nous traiterons les méthodes et techniques expérimentales, concernant les méthodes de mise en évidence ainsi que la mesure de la grosseur du grain austénitique.

Nous détaillerons le mode opératoire de l'étude, en décrivant matériaux, paramètres et conditions de travail.

Cette seconde partie sera suivie de la présentation des différents résultats obtenus ainsi que leurs interprétations et discussions. Une conclusion finale récapitulera l'ensemble du travail.

المدرسة الوطنية المتعددة الفنون  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# PARTIE 1

# Chapitre 1

## 1. Généralités sur les aciers inoxydables austénitiques.

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et chimiques variées. L'une des principales raisons est le fait que l'élément majoritaire, le fer, possède 3 variétés de structure cristalline entre 0 K et la température de fusion. Mais, les additions majoritaires, telles que le nickel et surtout le chrome (teneur > 13%), ainsi que les éléments à moindre teneur, comme le carbone et l'azote, jouent un rôle très différent sur la structure cristallographique des alliages et en conséquence sur la forme de leurs diagrammes de constitution. La composition chimique de l'acier est un facteur important dont il faut tenir compte pour fixer les conditions du traitement thermique des alliages[1].

Les aciers inoxydables austénitiques sont dits ainsi, parce qu'ils conservent à l'ambiante la structure gamma, les nuances les plus couramment utilisées contiennent respectivement 18% Cr et 8% Ni ou 18% Cr et 10%Ni de ce fait elles sont appelées 18-8 et 18-10. Leur relative facilité de fabrication et de mise en œuvre, leur aptitude à la déformation et leur grande résistance à la corrosion expliquent l'emploi de ces aciers dans des domaines d'application très variés. La grande stabilité structurale des aciers inoxydables austénitiques dans un large domaine de température permet de les utiliser à la fois à basse température pour le stockage de gaz liquide et à haute température dans les échangeurs de chaleur.

Les aciers inoxydables austénitiques ne peuvent pas être durcis par trempe à température ordinaire quelle que soit la vitesse de refroidissement, car l'austénite ne se transforme pas en martensite. Par déformation à froid, certains aciers inoxydables austénitiques moins stables peuvent subir une transformation martensitique localisée[1].

Le maintien prolongé entre 425 et 800 °C peuvent entraîner une sensibilisation à la corrosion intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques à haute teneur en carbone.

Des phases intermétalliques de type sigma sont susceptibles de précipiter dans les aciers inoxydables austénitiques à haute teneur en chrome et contenant du molybdène: il s'en suit une fragilisation à la température ambiante.

L'influence des éléments d'alliage sur la stabilité de la microstructure, sur les caractéristiques mécaniques à chaud et à froid, sur l'aptitude à la conformation et au soudage et sur la résistance à la corrosion est à l'origine de la variété des nuances industrielles d'aciers inoxydables austénitiques.

## 2. Etude des aciers inoxydables. Diagramme d'équilibre.

La connaissance des diagrammes d'équilibre des alliages binaires Fe-Cr, Fe-Ni, étendue au cas des alliages ternaires Fe-Cr-Ni permet de comprendre et de justifier les différentes classes d'aciers inoxydables utilisés pour leur résistance à la corrosion

### 2.1. Alliages binaires Fe-Ni et Fe-Cr.

#### 2.1.1. alliages binaires Fe-Ni.

Le nickel, de structure cubique à faces centrées, favorise au contraire la formation d'une solution solide austénitique c.f.c étendu aux dépens de la structure c.c. ferritique  $\alpha$  : le nickel est dit un élément  $\gamma$ -gène. Aussi aux fortes teneurs en nickel, les alliages sont austénitiques c.f.c. à la température ambiante alors qu'aux faibles teneurs en Ni il peuvent être ferritiques. Aux teneurs intermédiaires, les alliages Fe-Ni par refroidissement lent depuis le domaine  $\gamma$  se transformant en  $\alpha + \gamma$ , mais par trempe la structure austénitique hors d'équilibre peut être obtenue à la température ambiante, du moins pour les plus fortes teneurs en nickel.

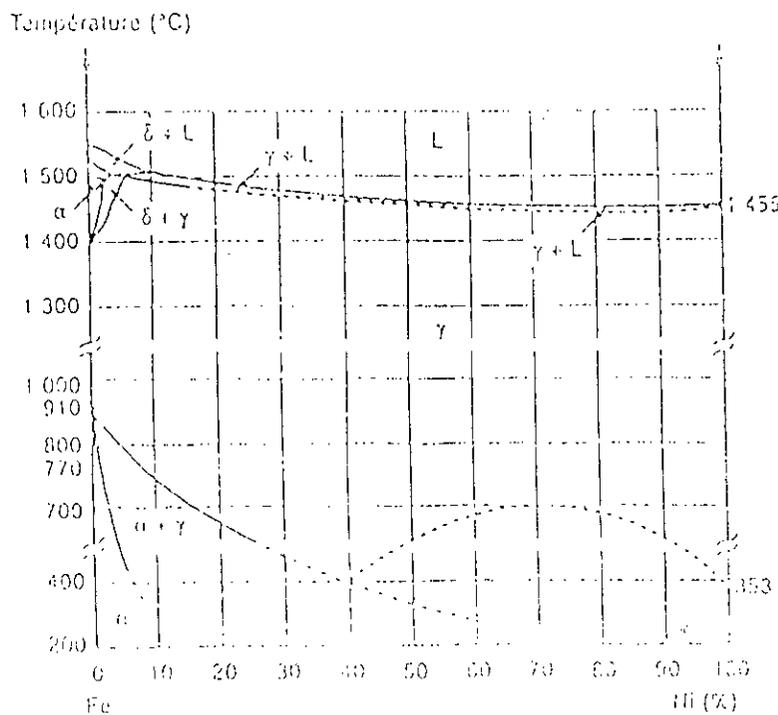


Fig. 1.- diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-nickel [2]

### 2.1.2. Alliages binaires Fe-Cr.

Le chrome, de structure cubique centrée, comme le fer  $\alpha$  ou  $\delta$ , favorise la structure ferritique : élément dit  $\alpha$ -gène. Le domaine de la solution solide austénitique c.f.c  $\gamma$  est restreint à une boucle tangente à la teneur de 13% de chrome environ.

D'où deux classes d'alliages Fe-Cr :

-  $0\% < Cr < 13\%$ , susceptible de subir des traitements thermiques par chauffage en domaine  $\delta$ ;  $\gamma$  ou  $\gamma + \alpha$  suivi d'une trempe à  $20^\circ C$ , ce qui donne des structures hors d'équilibre de caractère martensitique du point de vue microstructural

-  $13\% < Cr < 100\%$ , structure ferritique  $\alpha$  entre la température ambiante et celles du solidus

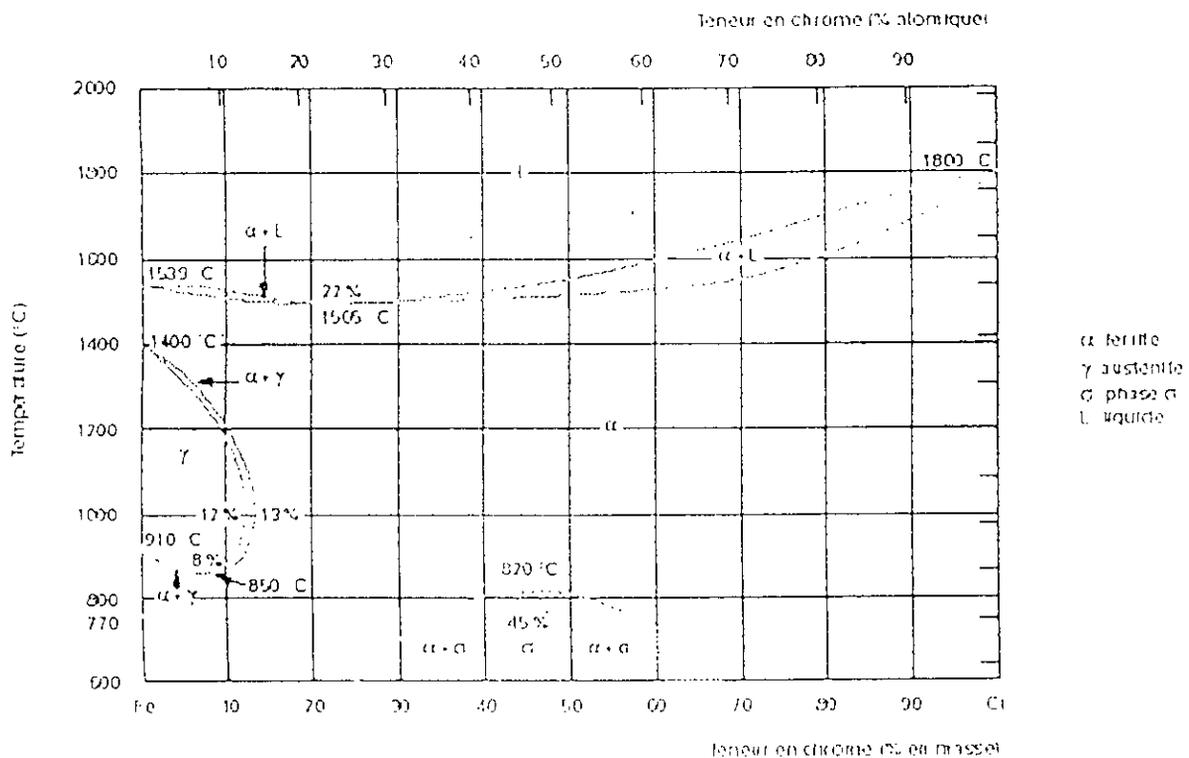


Fig. 2. – Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [2]

## 2.2. Alliages ternaires Fe-Cr-Ni.

Le nickel, étant  $\gamma$ -gène élargit en température et en concentration le domaine austénitique. On remarque que les coupes verticales du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni parallèles au plan T-Cr % montrent le déplacement de la tangente verticale à la boucle  $\gamma$  vers des teneurs en chrome croissant avec la teneur en nickel. Mais, il est remarquable qu'il faille une teneur beaucoup plus importante en nickel pour élargir la boucle austénitique qu'il n'en faut avec l'addition du carbone. Ceci démontre que le carbone a un pouvoir  $\gamma$ -gène beaucoup plus important que le nickel.

Inversement, les coupes du diagramme ternaire, parallèles au plan vertical T-%Ni, montrent qu'une teneur croissante du chrome élargit le domaine ferritique : ainsi un alliage à 18% Cr reste entièrement ferritique à toute température si le ternaire ne contient pas plus de 4% Ni.

L'influence des teneurs en chrome et en nickel sur la constitution à haute température des aciers inoxydables austénitiques peut être mise en évidence à partir des sections isothermes du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni.

L'augmentation de la teneur en chrome (équivalent) d'un acier inoxydable austénitique représenté par le (point a) dans la coupe à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni fait apparaître une certaine proportion de ferrite F (point b). L'augmentation de la teneur en nickel (équivalent) restitue ensuite la structure entièrement austénitique A (point c).

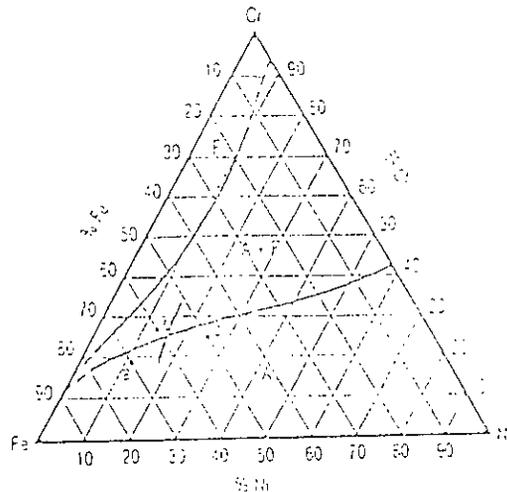


Fig. 3. -Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [3]

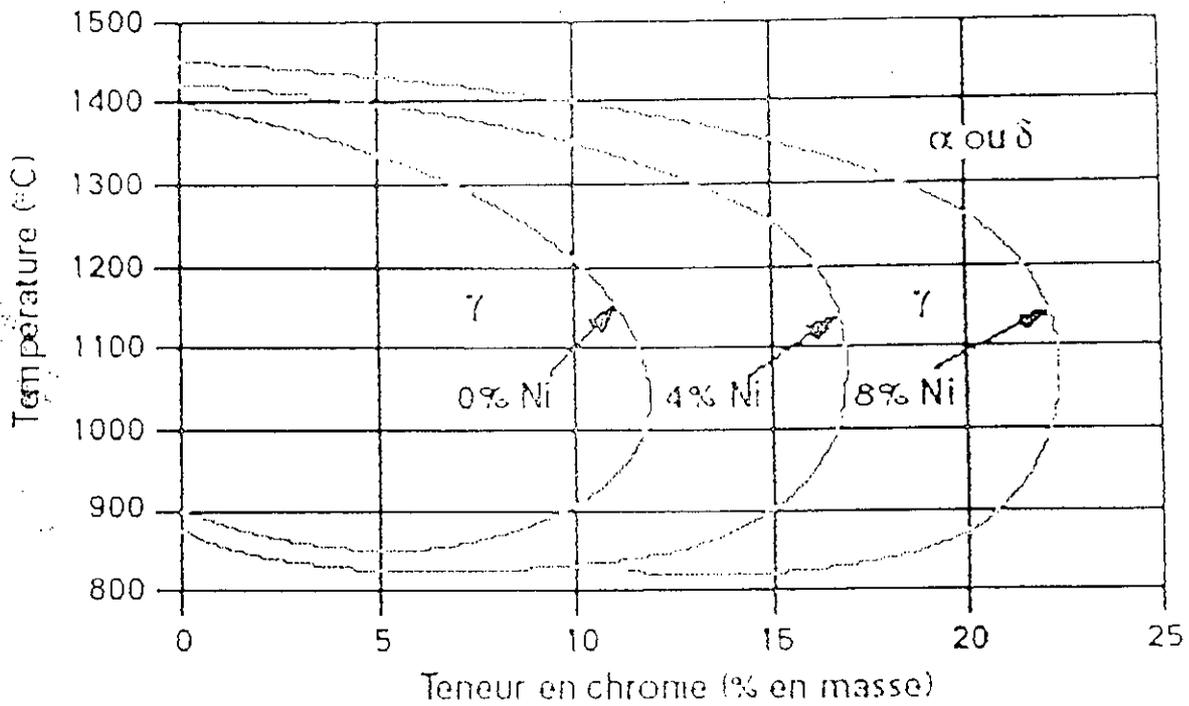


Fig. 4.-Influence du nickel sur l'extension de la boucle gamma des alliages ternaires Fe-Cr-Ni [4]

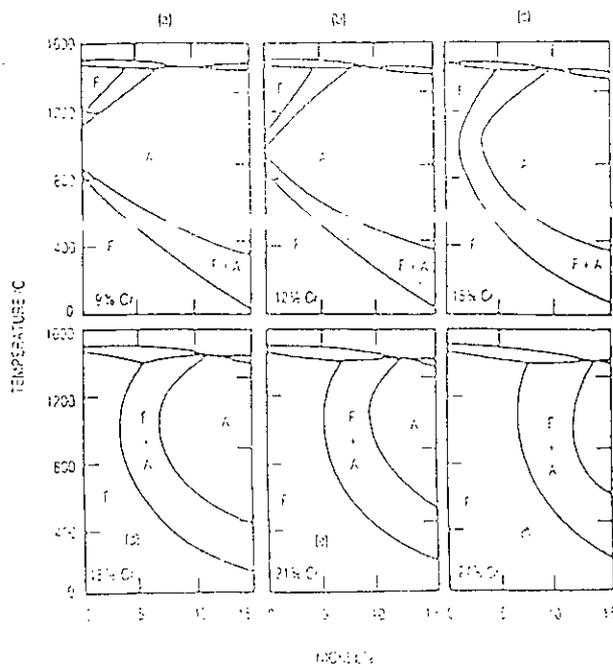


Fig. 5.-Coupes verticales du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en chrome [5]

### 3. Notion d'équivalent en chrome et en nickel.

Diagramme Pryce et Andrews est basé sur le principe suivant : soit un alliage contenant, outre le chrome et le nickel, un grand nombre d'éléments qui sont partagés en :

- Eléments  $\alpha$ -gènes en raison de leur structure cristallographique cubique centrée comme Cr. C'est le cas de Mo, Nb, V, Ta.
- Eléments  $\gamma$ -gènes comme le nickel, à savoir C, N, Mn, Co, etc...

Pour calculer l'équivalent en Cr on fait la somme des pourcentages en poids des divers additions  $\alpha$ -gènes.

Comme le pouvoir  $\alpha$ -gènes des divers éléments n'est pas identique donc on a affecté d'un coefficient correcteur chaque pourcentage. Ces coefficients sont définis par rapport au chrome auquel est attribué arbitrairement le coefficient 1, pour les éléments qui ont un pouvoir  $\alpha$ -gènes plus important sont affectés d'un coefficient supérieur à 1 et pour ceux qui ont un pouvoir moins important sont affectés d'un coefficient inférieur à 1.

On applique le même principe pour le nickel qui est un élément  $\gamma$ -gène.

- Equivalent Ni =  $\%Ni + \%Co + 0,5(\%Mn) + 30(\%C) + 0,3(\%Cu) + 25(\%N)$
- Equivalent Cr =  $\%Cr + 2,0(\%Si) + 1,5(\%Mn) + 5,5(\%Al) + 1,75(\%Nb) + 1,5(\%Ti) + 0,75(\%W)$

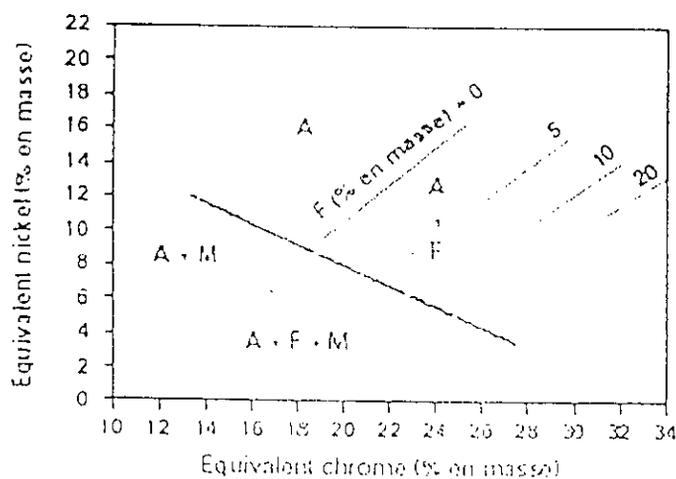


Fig. 6. - Diagramme de Pryce et Andrew [6]

#### 4. Rôles des éléments d'addition sur les propriétés des aciers inoxydables[7],[11].

Comme on a vu au part avant les éléments d'addition sont partagés en deux catégories  $\alpha$ -gènes et  $\gamma$ -gènes. On va essayer de donner l'influence de chaque élément sur les propriétés des aciers inoxydables.

##### 4.1. Les éléments $\alpha$ -gènes.

Chrome :

- Stabilisateur du fer  $\alpha$ .
- Élément d'alliage principal des aciers inoxydables.
- Améliore la résistance à la corrosion.
- Génère la passivation de l'acier.

Molybdène :

- élément formateur du fer  $\alpha$ .
- Améliore la résistance à la corrosion par piqûres, et en milieu réducteur.
- Il améliore la résistance mécanique à chaud
- Améliore la résistance du film passif.

Silicium :

- élément formateur du fer  $\alpha$ .
- Améliore la résistance à l'oxydation à chaud.
- Il diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.
- Il ne forme pas de carbures.
- Il accroît la fragilité de l'acier.

Vanadium :

- Formateur du fer  $\alpha$ .
- Intervient en faible quantité dans les aciers martensitiques au Cr par formation de carbures pour rendre les aciers insensibles à la surchauffe.

- Il élève la résistance mécanique à chaud.

Titan :

- Élément formateur de ferrite, dans les aciers ferritiques et austénitiques il se combine avec le carbone pour former des carbures de titan, et pour former un nitrure de titan dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion intergranulaire.
- Il permet d'éviter la transformation de l'austénite en martensite après soudage.

Niobium :

- élément  $\alpha$ -gène, il se combine avec le carbone dans les aciers au Cr et au Cr-Ni et s'oppose à la corrosion intergranulaire.
- Élément stabilisateur du fer gamma (élargit le domaine austénitique)  
Avec le chrome ils forment le couple d'éléments d'addition le plus important pour les aciers inoxydables austénitiques.

#### 4.2. Les éléments $\gamma$ -gènes.

Nickel :

- plus important pour les aciers inoxydables austénitiques, il améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension, aussi bien à température ambiante qu'à haute température.
- Il augmente la résistance mécanique et la ténacité.
- Il freine la croissance des grains austénitiques.

Manganèse :

- stabilisateur du fer gamma, et il rend plus difficile la transformation de l'austénite en martensite alpha dans les aciers Cr-Ni et lors de la sollicitation thermique aux basses températures.
- Renforce la résistance à la fissuration à chaud
- Il favorise la formation des sulfures qui améliorent l'usinabilité.
- Son effet carburigène est supérieur à celui du fer ou du Cr ;
- Améliore les propriétés mécaniques de l'acier et durcit la ferrite.

Carbone :

- il favorise le fer gamma.
- Il est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers en élargissant fortement le domaine austénitique.
- Son effet à basses températures est d'environ 30 fois celui du nickel.
- Sa teneur est maintenue très basse pour des raisons de corrosion.
- Il contribue à la sensibilisation de l'austénite lors de déformation à froid.

#### Azote :

- stabilisateur de l'austénite.
- Il agit comme le carbone
- Sa solubilité augmente dans les aciers au Cr et au Cr-Ni avec l'accroissement de la teneur en Cr.
- Il améliore les caractéristiques mécaniques sans compromettre les valeurs de la ténacité.
- Il augmente la limite d'élasticité.

#### Cuivre :

- pour les aciers austénitiques il améliore la résistance à la corrosion.
- Il accroît l'aptitude de frappe à-froid.

## 5. Les divers catégories d'aciers inoxydables.

Ils existent quatre types d'aciers inoxydables :

### 5.1. Les aciers martensitiques.

Les aciers inoxydables martensitiques sont la conséquence d'une trempe de la structure austénitique. Par conséquent la teneur en carbone doit être d'autant plus forte que la concentration en chrome est élevée. Cela explique les trois premières familles de nuances martensitiques.

Ces familles sont classées d'après leurs teneurs en chrome :

- $11.5 < \%Cr < 13.5$  : elle est considérée comme bas de gamme en corrosion mais, peu fragile, facile à mettre en œuvre, à souder ou à mouler

- $16 < \%Cr < 18$  : elle est considérée comme moyenne de gamme en corrosion et plus difficile à utiliser car plus fragile.
- $18 < \%Cr < 30$  : elle est considérée comme haut de gamme en corrosion par contre elle est très fragile, il est très difficile à mettre en œuvre et en particulier impossible à souder.

Ces trois familles ne présentent pas un bon compromis entre la résistance à la corrosion et la facilité à mettre en œuvre. Par conséquent une quatrième famille s'impose avec une teneur en chrome élevée, des concentrations en carbone basses.

Une addition en nickel remplace l'effet gammagène du carbone et agrandit la boucle gamma.

## 5.2. Les aciers austénito-ferritiques.

Les austénito-ferritiques sont des aciers à structure mixte, composés d'austénite et de ferrite.

Pour obtenir cette structure on augmente la teneur en chrome ( $18 < \%Cr < 28$ ) et on diminue la teneur en nickel ( $6 < \%Ni < 9$ ).

La proportion de phase peut donc être directement déterminée par le diagramme de Pyrcce et Andrews.

Les aciers austénito-ferritiques sont caractérisés par une limite d'élasticité élevée combinée à une bonne ductilité. Ce compromis est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est pour partie conféré par la phase ferritique tandis que la matrice austénitique permet de conserver ductilité et ténacité. De plus, grâce à leur teneur importante en chrome et en molybdène ils présentent une excellente tenue à la corrosion, qu'elle soit localisée, intergranulaire ou sous contrainte.

Les aciers austénito-ferritiques ont donc de bonnes propriétés mécaniques et résistance à la corrosion accrue tout en limitant la teneur en éléments d'alliage et ce qui en fait des nuances économiques.

### 5.3. Les aciers ferritiques.

Les aciers inoxydables ferritiques ont une structure identique à celle du fer (cubique centrée) ils conservent en principe cette structure à toute température, en particulier à l'ambiante car, ils n'ont pas de point de transformation mais, ils sont susceptibles d'être fragilisés par grossissement des grains lors d'un maintien prolongé à haute température.

Cette fragilisation se traduit par une dégradation de la ductilité et de la ténacité de ces aciers. De plus, la précipitation intergranulaire rapide des carbures de chrome, induite par la facilité de diffusion des éléments interstitiels dans la structure ferritique, est responsable de la sensibilisation à la corrosion intergranulaire de ces aciers.

On distingue quatre compositions types des aciers inoxydables ferritiques en fonction de la teneur en chrome :

- L'acier ferritique à 12% Cr avec l'addition d'autres éléments d'alliage judicieusement choisis et une métallurgie d'élaboration adaptée confèrent à cette catégorie d'aciers des propriétés suffisantes dans un grand nombre de cas. Leur utilisation apporte un avantage économique évident.
- L'acier ferritique à 17% Cr dont il existe de nombreuses variantes. Pour les valeurs courantes de ( $C + N = 0,08\%$ ), la structure à chaud est biphasée austénite+ ferrite. il en résulte qu'après un maintien dans le domaine biphasé, suivi d'un refroidissement rapide, la structure sera mixte : ferrite + martensite, si le refroidissement est lent la structure sera formée de ferrite + carbures.
- L'acier ferritique à 17% Cr "stabilisée" par addition d'éléments ayant une forte affinité pour le carbone et pour l'azote, tel que Ti, Nb ou Zr. Le rôle du stabilisant est double, il est intrinsèquement alphasé et favorise donc la structure  $\alpha$  et il fixe le carbone et l'azote. Ces deux propriétés entraînent trois conséquences: la structure des aciers stabilisés est entièrement ferritique à toute température, si la teneur en stabilisant est suffisante, la précipitation de carbure de chrome est inhibée, la nature des précipités et des inclusions est différente de celle de l'acier de base Z8C13.
- L'acier ferritique supérieur à 24%Cr a été mis en oeuvre pour lutter contre la corrosion en milieu neutre chloruré comme l'eau de mer. Les progrès dans les méthodes d'élaboration ont rendu possible la production de ces aciers qui nécessitent de très basses teneurs en C et N. de plus, pour éviter la précipitation de carbures et de nitrures de chrome, néfastes pour la résistance à la corrosion et au choc, ces nuances sont

stabilisées par des additions de Ti et Nb. La teneur élevée en chrome et en molybdène de ces alliages les rendent sensibles au mécanisme de formation de phase  $\sigma$  à température élevée, ce qui fragilise l'acier à température ambiante.

#### 5.4. Les aciers austénitiques.

Les aciers inoxydables austénitiques sont des aciers qui peuvent conserver une structure cfc même à des températures inférieures à la température ambiante selon leur teneur en chrome, en nickel et en carbone.

Comme les aciers ferritiques ils sont sensibles au grossissement des grains lors d'un maintien prolongé à haute température, mais grâce à leur structure cfc ils restent ductiles.

Pour éviter la sensibilisation des aciers inoxydables austénitiques à la corrosion intergranulaire, la teneur en carbone de ces alliages est abaissée ou des éléments carburigènes comme le titane ou le niobium sont ajoutés à la composition de base. L'addition de 2 à 4% de molybdène augmente de façon significative la résistance à la corrosion.

Les nuances austénitiques présentent une relative facilité de mise en œuvre ainsi qu'une aptitude à la déformation et une grande résistance à la corrosion. Des aciers inoxydables austénitiques possèdent une grande stabilité structurale qui rend possible leur utilisation dans un large domaine de température.

Les principales nuances d'aciers inoxydables austénitiques sont :

- Les nuances de base du type 18-10 contenant de 0,02 à 0,15% de carbone, plus ou moins sujettes à la sensibilisation à la corrosion intergranulaire selon leur teneur en carbone.
- Les nuances dites stabilisées vis-à-vis de la sensibilité à la corrosion intergranulaire par des additions de titane ou de niobium.
- Les nuances à basse teneur en nickel pour favoriser le durcissement par écrouissage.
- Les nuances à haute teneur en nickel pour accroître l'aptitude à l'emboutissage profond et pour les applications cryogéniques.
- Les nuances à résistance mécanique accrue par addition d'azote.
- Les nuances où le manganèse est substitué en partie au nickel.
- Les nuances à résistance à la corrosion générale améliorée par addition au molybdène et parfois de cuivre.

- Les nuances plus résistantes à l'oxydation à chaud grâce à une addition de silicium.
- Les nuances dont la tenue au fluage est améliorée par addition de N, Mo, V, Ti, Nb et B.
- Les nuances pour électrodes de soudage.
- Les nuances à usinabilité améliorée par addition de soufre, de sélénium, de cuivre...

# Chapitre 2

## 1. Croissance du grain d'austénite au chauffage.

Le grossissement se fait par le processus habituel de déplacement des joints, dans le sens d'une absorption des petits grains par les plus gros.

Aux points triples, les joints ont tendance à former la configuration stable avec des angles de  $120^\circ$ , ce qui provoque une courbure de ces joints, mais ceci accroît leur longueur.

L'énergie interfaciale ne peut-être réduite, par diminution de longueur de joints, que par le mouvement des points triples. Le mouvement des joints a lieu dans la direction de leur centre de courbure.

La force motrice étant l'énergie interfaciale, dès qu'un grain atteint une certaine taille critique, il croît catastrophiquement en dévorant tous les grains plus petits qui l'entourent.

Ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité d'entre eux, lorsque des précipités fins dispersés bloquent les joints.

La migration des joints et donc la croissance des grains peut-être ralentie très fortement, ou arrêtée par la présence d'impuretés, en solution ou sous forme de précipités dispersés.

La différence de taille des grains est due en particulier à la distribution, non uniforme des particules au sein de la matrice. Les grains les plus larges apparaissent aux régions les moins contaminées. Le mode de grossissement des grains est assez variable d'une région à l'autre.

Dans certains cas, on observe à partir de la fine granulation initiale et à mesure que la température monte, d'abord une conservation du grain puis à partir d'une certaine température  $\theta_0$ , l'apparition de gros grains coexistent avec des grains fins, au delà d'une autre température  $\theta_1$ , le métal n'est constitué que par de gros grains. Il y'aurait ainsi trois stades :

En dessous de  $\theta_0$  grains fins

Entre  $\theta_0$  et  $\theta_1$  grains mélangés

Au dessus de  $\theta_1$  grains gros

Dans d'autre cas, on observe un grossissement progressif des grains, qui passe par tous les intermédiaires entre grains fins et gros la vitesse de croissance au grain varie selon la loi d'Arrhénius :

$$V = V_0 \exp\left(\frac{\Delta H}{RT}\right)$$

Où :

$\Delta H$  est l'énergie d'activation de croissance du grain.

Où :

$\Delta H$  est l'énergie d'activation de croissance du grain.

Cette énergie dépend fortement de la pureté du métal.

Durant un recuit isotherme, la vitesse de croissance est constante. On attribue à la croissance une loi de la forme :

$$S = k t^x$$

Où :

S est la taille moyenne des grains.

t est le temps

x est en général inférieur à  $\frac{1}{2}$ , mais y tend lorsque la température croît.

A plus haute température, la vitesse de croissance augmente plus vite que prévu par la valeur de l'énergie d'activation. Ce qui est expliqué par la présence de phases dispersés aux joints de grains et de leur dissolution dans certains intervalles de température.

## **2. Influence des différents facteurs métallurgiques sur la grosseur des grains.**

Les facteurs qui conditionnent l'état de l'austénite à la fin du traitement thermique sont :

- Les conditions de chauffage : vitesse de chauffage, température atteinte et durée de maintien à cette température.
- Influence de la composition chimique.

### **2.1. Les conditions de chauffage.**

#### **2.1.1. Vitesse de chauffage.**

On constate généralement, qu'en moyenne, il faut que la vitesse de chauffage doit être assez élevée de sorte que l'échantillon atteigne rapidement la température de traitement.

En pratique, on ne prendra en considération l'influence de la vitesse de chauffage sur la grosseur des grains que dans les cas particuliers où des chauffages très rapides sont mis en œuvre ( chauffage avec induction, à la rigueur soudage).

### 2.1.2. Température de chauffage et durée de séjour à cette température.

Le grossissement des grains d'austénite intervient lorsque les conditions sont telles que l'énergie libre peut-être diminuée par une réduction de la surface des joints de grains. Les conditions favorables sont réunies lorsque le métal est porté à haute température et qu'aucun obstacle ne vient freiner la migration des joints.

Un grossissement exagéré des grains d'austénite peut provenir soit d'un chauffage à une température trop élevée ( supérieure à la température de traitement d'austénisation), soit d'un maintien trop long à la température de traitement.

Entre les deux facteurs principaux de ce grossissement qui sont le temps et la température il existe une certaine équivalence.

Ph. MYNIER, P.F. MARTIN, P. BASTIEN et J. SEBILLE [8] ont pu établir une équivalence entre le temps de maintien et la température d'austénisation. Ils ont trouvé que le grossissement des grains austénitiques, la fragilisation du métal à l'état martensitique et les transformations allotropiques au refroidissement sont fonction d'un paramètre empirique de la forme :

$$P = \left[ \frac{1}{T} - \frac{1}{C} \log (t/t_0) \right]^{-1}$$

T = température absolue en °K

t = temps

t<sub>0</sub> = temps de référence

C = constante liée directement à la chaleur d'activation.

C = ΔH/nR avec ΔH = chaleur d'activation du phénomène ; et n = log10 = 2.303

R = constante des gaz parfaits ( R = 8.314 J.K<sup>-1</sup> . mol<sup>-1</sup> )

## **2.2. Influence de la composition chimique.**

Par composition, nous entendons ici non seulement des teneurs en éléments dominants existant dans tous les aciers austénitiques ou ajoutés volontairement, mais encore tous les éléments mineurs, et qui réagissent profondément sur les propriétés de l'acier.

Outre la température, la vitesse de dissolution des carbures dépend de la nature et de la teneur des éléments d'alliage, éventuellement présents dans l'acier, de leur vitesse de diffusion et de leur tendance à donner des carbures.

Ce sont des particules fines de carbures qui ont une influence importante sur le grossissement du grain austénitique. Ces particules se forment, en présence de certains éléments à faibles teneurs, par un phénomène de précipitation très fine sur les joints des grains.

Il faut que les précipités soient très fins et se mettent en solution le plus tard possible pour s'opposer efficacement au grossissement du grain austénitique.

## **1. Traitement thermique des acier inoxydables austénitiques.**

La nécessité de stabiliser l'austénite par une teneur suffisante en carbone a une contre partie à savoir de provoquer la précipitation à basse température sous forme de carbures ou de carbonitrides de fer et de chrome généralement de type  $M_{23}C_6$  et  $M_7C_3$  ; ces derniers sont responsables de zones de déchromisée aux joints de grains, entraînant des phénomènes de corrosion intergranulalaire. Ces carbures sont solubles dans l'austénite à haute température.

Dans le cas des aciers stabilisés par le titane et au niobium , les carbures stables de type TiC ou NbC évitent en grande partie la formation des carbures de chrome.

L'existence de phases intermétalliques est souvent préjudiciable, soit pour des raisons de propriétés mécaniques, soit pour des raisons de corrosion. La plupart sont remises en solution à haute température.

## **2. Traitement d'hypertrempe.**

Le traitement d'hypertrempe est un chauffage et maintien à haute température de l'ordre de 1050°C suivi d'un refroidissement rapide. Ce traitement est le plus appliqué aux aciers inoxydables austénitiques.

### **2.1. Le choix de la température et de la durée de maintien.**

Le choix de la température de traitement se situe dans une fourchette allant de 1050 à 1100°C. La valeur maximale est limitée pour plusieurs raisons :

- Des maintiens prolongés à haute température peuvent entraîner un grossissement exagéré des grains austénitiques.
- Les diagrammes d'équilibre Fe-Cr-Ni montrent qu'une phase ferritique peut apparaître à haute température, phase qui serait conservée après trempe rapide.
- La possibilité de déformations gênantes des pièces traitées.

La valeur minimale de la température est limitée à 1000°C pour remettre en solution des différentes phases précipitées du type carbures de chrome ou phase intermétallique  $\sigma$  pour la nuance 18%Cr-10%Ni par exemple.

Pour les nuances avec addition de molybdène, stabilisée ou non, peuvent donner lieu à la formation de phases intermétalliques à base de  $M_6C$  ou de phase  $\sigma$  qui ne sont remises en solution qu'à une température supérieure à 1050°C.

Mais la température peut descendre jusqu'à 950°C dans le cas des nuances de type Cr-Ni stabilisées (Ti ou Nb) car on aurait des carbures de niobium ou de titane au lieu des carbures de chrome.

Pour la durée de maintien la faible conductivité thermique des aciers austénitiques (elle est de l'ordre de la moitié de celle des aciers doux non alliés) explique qu'il soit nécessaire d'assurer, des vitesses de chauffage assez lentes sur les pièces massives pour limiter les gradients et contraintes thermiques.

Donc les durées de maintien à la température d'hypertrempe doivent permettre une bonne homogénéité de température.

En pratique, les durées de maintien sont de l'ordre de 0,7 à 2,5mn par millimètre d'épaisseur.

### **3. Traitement antiferrite des nuances austénitiques.**

Ce traitement a pour objectif, de livrer une pièce avec un taux de ferrite très faible pour plusieurs raisons :

- L'utilisation des matériaux austénitiques à des températures de 500 à 800°C peut provoquer les transformations de la ferrite qui est riche en chrome en phase  $\sigma$ . Cette phase est responsable de la fragilisation.
- La baisse de la forgeabilité est la conséquence d'une structure biphasée (austénite + ferrite). Donc, une limite de 3 à 5% de ferrite est imposée pour les demi-produits destinés à subir des transformations à chaud.

La ferrite rencontrée peut avoir deux origines :

- On constate, qu'une augmentation de température dans les diagrammes d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni au dessus de 900°C favorise l'apparition de ferrite  $\delta$ . Donc, après trempe on peut la retrouver à l'état métastable, si le traitement d'hypertrempe est réalisé à une température qui dépasse 1100°C.
- En plus, de la teneur en ferrite d'équilibre à la température d'hypertrempe il y a une certaine teneur en ferrite dite ferrite hors d'équilibre qui est due à des ségrégations provenant de la première solidification.

Les traitements généralement retenus pour minimiser la teneur en ferrite résiduelles sur les demi-produits en acier austénitiques sont du type :

- maintien 36 heures à 1150°C.
- refroidissement au four jusqu'à 1000 à 1050°C.
- hypertrempe.

L'étude de l'évolution de la taille du grain austénitique a été effectuée :

- Par micrographie: méthode optique d'examen direct de la surface du métal.
- Par un essai mécanique: la dureté, caractéristique en relation directe avec la structure du métal.

Avant de décrire le mode opératoire, on va citer les diverses méthodes de détermination de la grosseur de ce grain.

### 1. Mesure de la grosseur du grain austénitique.

Le grain est mis en évidence par projection, sur le verre dépoli d'un microscope métallographique, d'une surface de l'éprouvette préalablement préparée par une méthode appropriée à l'apparition des joints de grains. On peut travailler directement sur cette image ou travailler sur une épreuve photographique de l'image. Cette image étant obtenue, on peut utiliser soit :

- La méthode par comptage : on compte le nombre de grains dénombrable dans une superficie et on en déduit le nombre de grains par unité d'aire.
- La méthode par comparaison à des images-types : on compare l'aspect de l'image observée à l'aspect de plusieurs images-types pour chacune desquelles la grosseur du grain a été déterminée.

La détermination de la grosseur du grain ne peut être qu'une estimation car, même si tous les cristaux étaient identiques en taille et en forme, la section des cristaux par la surface plane d'observation montrerait une distribution des surfaces des grains dépendant de l'endroit où le plan observé couperait chaque cristal.

L'indice conventionnel AFNOR de grosseur de grain  $G$  est un nombre sans dimension relié au nombre de grain au  $\text{mm}^2$ ,  $m$ , par une relation mathématique :

$$m = 8 \times 2^G$$

De cette égalité on tire :

$$G = \frac{\log m}{0.31} - 8.3$$

# PARTIE 2

# Chapitre 4

Cette norme AFNOR ( A 04- 102) permet l'évaluation de la grosseur de grain par comparaison à des images types au grossissement 100 ( ce grossissement permet un comptage facile), dont le numéro correspond à l'indice de grosseur.

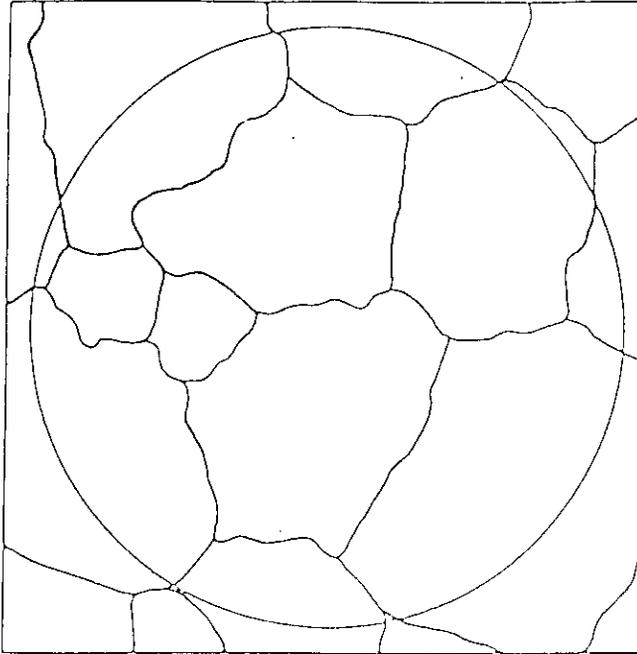
L'indice G varie de -7 à +7 quand le diamètre moyen d'un grain diminue de 4 mm à 0,001 mm, c'est à dire 10  $\mu\text{m}$ .

La norme ASTM, très utilisée à l'étranger pour la mesure de la grosseur du grain, donne des indices qui, en pratique, peuvent être assimilés aux indices AFNOR.

Les aciers cotés de 1 à 5 sont rangés dans le groupe à grains gros, et ceux cotés de 6 à 10 dans le groupe à grains fins.

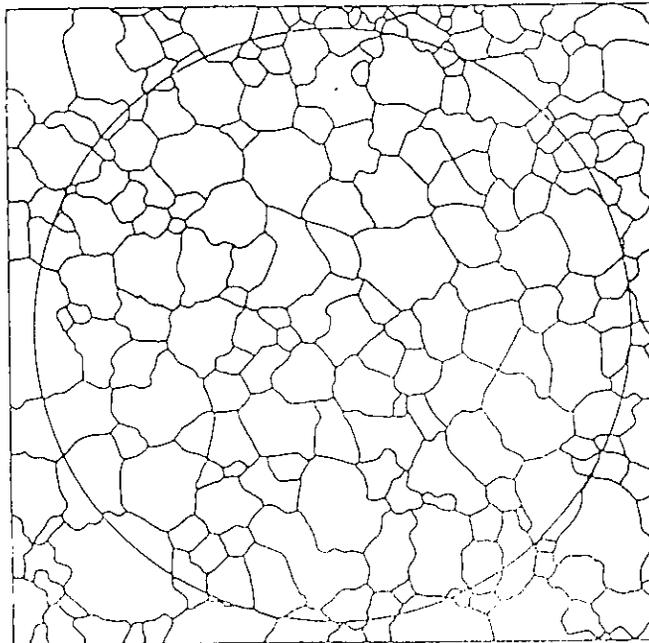
Le tableau placé au bas de chaque image- type donne la correspondance entre l'indice du grain et les principales valeurs du grossissement.

Image-type n° I



Indice de grain pour un grossissement de	-3	-1	1	3	5	7
	25	50	100	200	400	800

Image-type n° V



Indice de grain pour un grossissement de	1	3	5	7	9	11
	25	50	100	200	400	800

Exemples d'images-type AFNOR (NF A 04-102)

## 2. Matériaux.

L'acier sujet de notre étude est élaboré sous forme de barres rondes laminées. Après, extrusion qui est un procédé qui se fait à haute température, un étirage à froid est effectué, après chaque étape un traitement de recuit est nécessaire.

Cette nuance d'aciers est destinée à la fabrication de tubes sans soudure. L'échantillon initial a été prélevé sur un tube de diamètre intérieur 50mm, avec une épaisseur de 4mm.

Des analyses de la composition chimique de cet acier ont été faites au laboratoire de BCL Béni-mered par la méthode de spectrométrie de fluorescence des RX. Pour le dosage du carbone, des analyses complémentaires ont été faites au laboratoire de la SNVI de Rouiba, par la méthode de fusion avec catalyseur (Cu).

La nuance du métal de base est de type AISI 304L. c'est un acier inoxydable austénitique, destiné au soudage avec une teneur en ferrite allant de 10 à 20% [norme ASTM] a la composition chimique suivante :

éléments chimique	C	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	V	Mo	P	S
pourcentage massique	0,034	0,44	1,61	11,4	18,30	0,08	0,10	0,03	0,023	0,007

Les résultats du tableau ci-dessus confirment ceux indiqués par les normes NF A 35-574, 35-575, 35-577 et 35-580

éléments chimiques	C	Si	Mn	Ni	Cr	P	S
pourcentage massique	≤ 0,03	≤ 2,00	≤ 1,50	8÷12	17÷21	≤ 0,04	≤ 0,04

L'échantillon initial est ensuite découpé en petits échantillons d'environ 1 cm<sup>3</sup> (2×1,5×0,4) cm pour la suite des opérations.

### 3. Méthode expérimentale.

#### 3.1. Choix des conditions de traitement.

##### 3.1.1. Le temps et la température de traitement.

Les deux facteurs principaux agissant sur l'austénisation et la taille du grain sont la température et la durée de maintien.

On va effectuer une étude isotherme, où on travaille à une seule température, mais en jouant sur le facteur temps.

Les 304L tendent à suivre au chauffage le comportement qui correspond à l'équilibre du diagramme pseudo-binaire ci après ( figure 7).

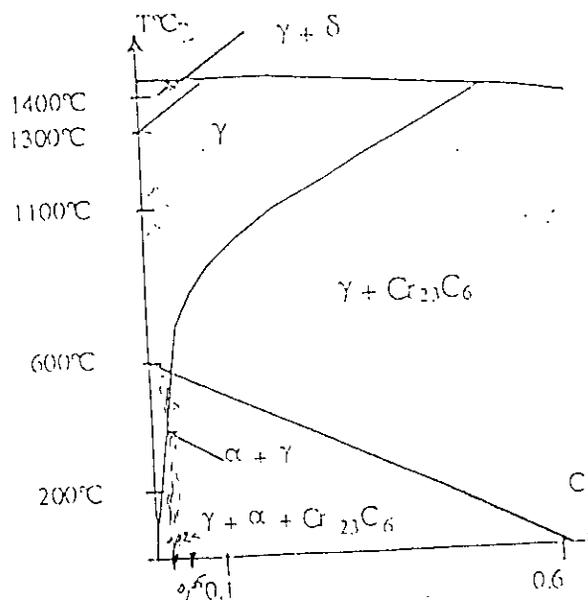


Fig. 7.-Diagramme d'équilibre. Fer - 18% Cr - 9% Nickel Carbone

Sur ce diagramme, où ils sont représentés par la verticale située à 0,03% de carbone, on voit que les 304L présentent à l'équilibre, c'est à dire maintenus suffisamment long-temps en température :

- du liquide au-dessus de 1420°C ;
- de la ferrite  $\delta$  et de l'austénite entre 1420 et 1300°C, la solidification primaire est ferritique ;
- de l'austénite entre 1300 et 600°C ;

de l'austénite et de la ferrite  $\alpha$  complétée de précipitations de carbures de chrome de types  $Cr_{23}C_6$  en dessous de  $600^{\circ}C$ [9].

On considère la température  $1050^{\circ}C$  qui appartient au domaine [600,1300] et qui est utilisée à l'échelle industriel comme une bonne température d'homogénéisation de l'acier et pour le facteur temps on a pris différentes durées de maintien allant de 15 à 180 mn, en passant par 30,45,60,90,120 mn ce qui fait 7 expériences au total.

### 3.1.2. Le mode de refroidissement.

L'échantillon à traiter est mis à l'intérieur du four qui se trouve déjà à la température de  $1050^{\circ}C$ . Le four utilisé est un four à moufle.

Après avoir été chauffé un acier 304L refroidi très lentement tend à suivre au refroidissement les transformations données par le diagramme d'équilibre.

Par contre refroidi brusquement, il tend à maintenir à l'ambiante la structure qu'il comportait à l'état d'équilibre au chauffage. Si l'acier est rendu austénitique au chauffage puis refroidi rapidement il reste purement austénitique à l'ambiante. Ce principe est mis à profit lors de l'hypertrempe de ces aciers[9].

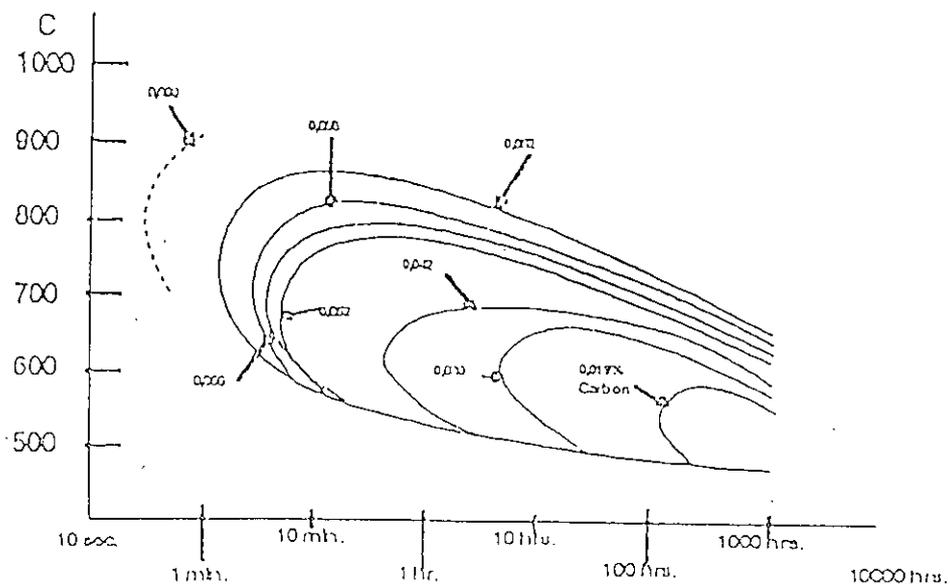


Fig. 8.- Courbes température-temps de sensibilisation des aciers austénitiques à 18% Cr et 10% Ni

La courbe TTT (figure 8) montre qu'il est très facile de maintenir par trempe à l'ambiante, après chauffage, un 304L à l'état hors équilibre purement austénitique, le temps de précipitation des  $Cr_{23}C_6$  étant de quelques heures[10].

Le refroidissement choisi dans notre étude est à l'air, et d'après la courbe TTT on obtient une structure exempte de carbures.

### 3. 2. Préparation des éprouvettes micrographiques.

Après traitement, l'échantillon est nettoyé de la calamine qui s'est formée à sa surface.

L'échantillon est ensuite enrobé dans une résine à froid.

L'examen métallographique nécessite un très bon état de surface. Pour cela l'échantillon est passé successivement sur différents papiers dont les grains ont une finesse décroissante 120,240,400,600,800,1000 et 1200. Le polissage s'y fait sous l'eau.

Pour le finissage, on utilise de l'alumine 0,3 et 0,05 diluée dans l'eau.

Entre les différents stades de polissage, toutes les particules solides retenues par le métal sont éliminées par nettoyage à l'eau.

La révélation des joints de grain austénitiques par l'attaque chimique n'est pas toujours facile, car même si on a les solutions adéquates d'après la documentation (METALS HAND BOOK METALLOGRAPHY) ne vont pas donner forcément de bons résultats.

Donc dans la pratique il faut vérifier et choisir celles qui donnent les meilleurs résultats.

Pour cela on a testé 3 solutions qui sont :

- Solution n°1 : 20 ml de méthanol + 45 ml d'acide chlorhydrique + 15 ml d'acide nitrique
- Solution n°2 (l'eau régale) : 1 volume d'eau + 1 volume d'acide nitrique 65% + 2 volumes d'acide chlorhydrique.
- Solution n°3 (lorry) : qui est un mélange de deux solutions, la première est 1 volume de glycérine + 2 volumes d'acide chlorhydrique, la seconde est 1 volume de glycérine + 1 volume d'acide nitrique.

De ce qui concerne la ferrite, on a essayé de la révéler avec la solution Vellela (1 gramme d'acide picrique + 5 ml HCl + 100 ml de méthanol), Mais on a pas eu de résultats exploitables.

### 3. 3. Mesure de la dureté.

Pour confirmer l'étude de l'évolution de la taille du grain d'austénite en fonction du traitement à haute température, nous avons procédé à des essais de dureté de Vickers.

La pénétration se fait par une pyramide droite à base carrée et d'angle au sommet de  $136^\circ$  sous une charge de 100daN pendant la durée normale de 15 secondes.

On mesure les diagonales "d" de l'empreinte.

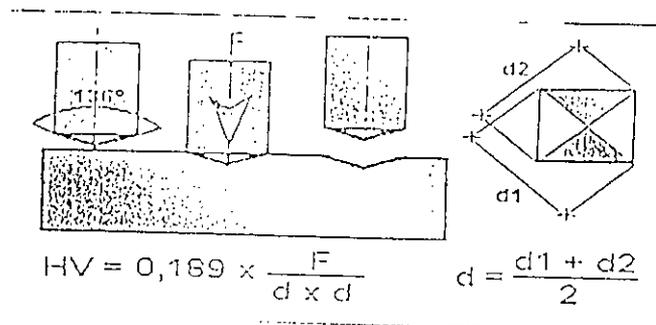


Fig. 9. -- Dureté Vickers [12]

# Chapitre 5

## 1. Influence du temps de maintien sur la grosseur du grain.

Nous avons indiqué que ces nuances austénitiques étaient obtenues par refroidissement depuis le domaine  $\gamma$ . Ce traitement est appelé **hypertrempe** (trempe depuis une température relativement élevée).

La température d'hypertrempe, entre 950 et 1150°C, doit être suffisante pour bien redissoudre les carbures ou composés intermétalliques qui ont pu se former. Elle doit être limitée pour éviter un grossissement, souvent préjudiciable, du grain  $\gamma$ .

Les durées de maintien doivent être suffisantes pour assurer une bonne homogénéité de température, compte tenu de la faible conductivité thermique de l'austénite.

Les vitesses de refroidissement doivent être suffisantes pour éviter les précipitations de carbures de chrome ou de composés définis. En général, des refroidissements à l'air sont suffisants.

Pour ce traitement on a pris différents temps de maintien allant de 15 à 180 minutes pour mieux observer l'évolution de la grosseur du grain.

Pour le métal de base et l'échantillon qui a subi un traitement de 15 minutes, la taille du grain a été calculée par un programme MATLAB.

Ce programme donne le nombre de grains sur la micrographie, en procédant de cette manière :

- élimination des taches dues à l'attaque chimique.
- affiner les joints de grain.
- colorer les différents grains.
- dénombrer le nombre de grains.

en connaissant la surface de la micrographie, on peut déduire la surface du grain.

Pour calculer la taille d'un grain, on a considéré que le grain a la forme d'une sphère.

Pour les autres, vu que les grains sont trop gros et trop maclés, on n'a pas pu utiliser les différentes techniques de calcul, donc on s'est contenté d'estimer la grosseur du grain par comparaison (voir figure 10).

Le tableau ci-dessous englobe les résultats obtenus :

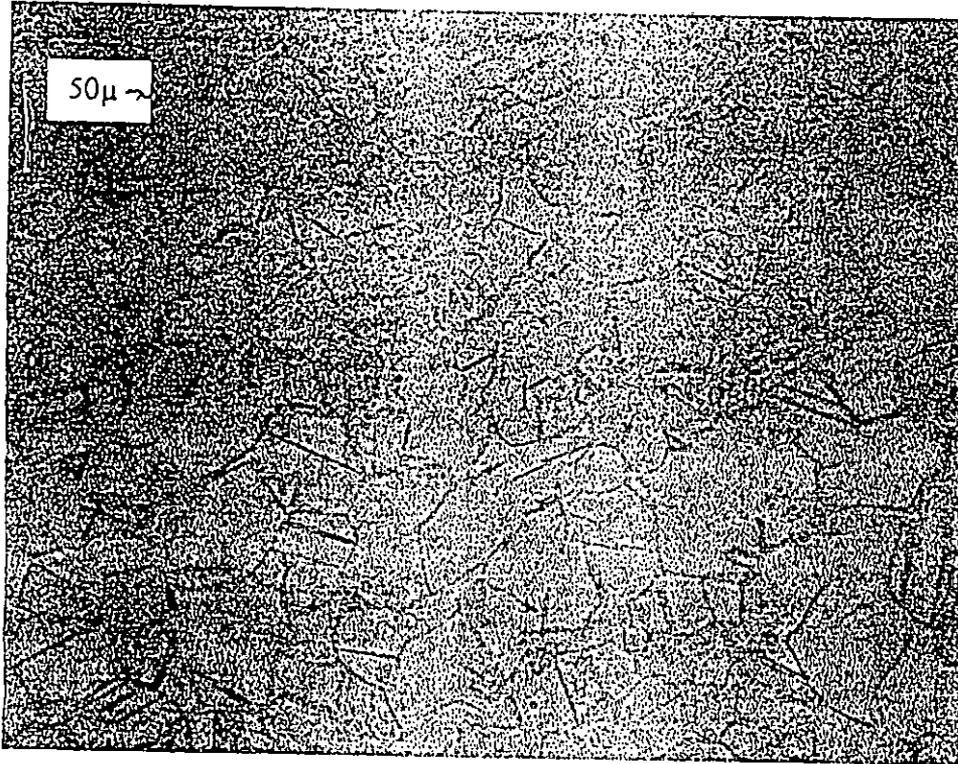
Temps (mn)	Surface du grain ( $\mu\text{m}^2$ )					Taille moyenne du grain ( $\mu\text{m}$ )
	1	2	3	4	5	
0	3363	4352	3746	3819	3587	35
15	1617	1630	1472	1815	1621	25
30	11310					60
45	38000					110
60	57250					135
90	70680					150
120	80425					160
180	101790					180

Après calcul et estimation on remarque, que plus le temps de maintien est long, plus les grains sont gros, sauf pour les petits maintien, on attribue ça un petit écrouissage que les échantillons ont subi lors d'un amincissement mécanique pour réduire l'épaisseur de l'échantillon de 4 mm à 2 mm.

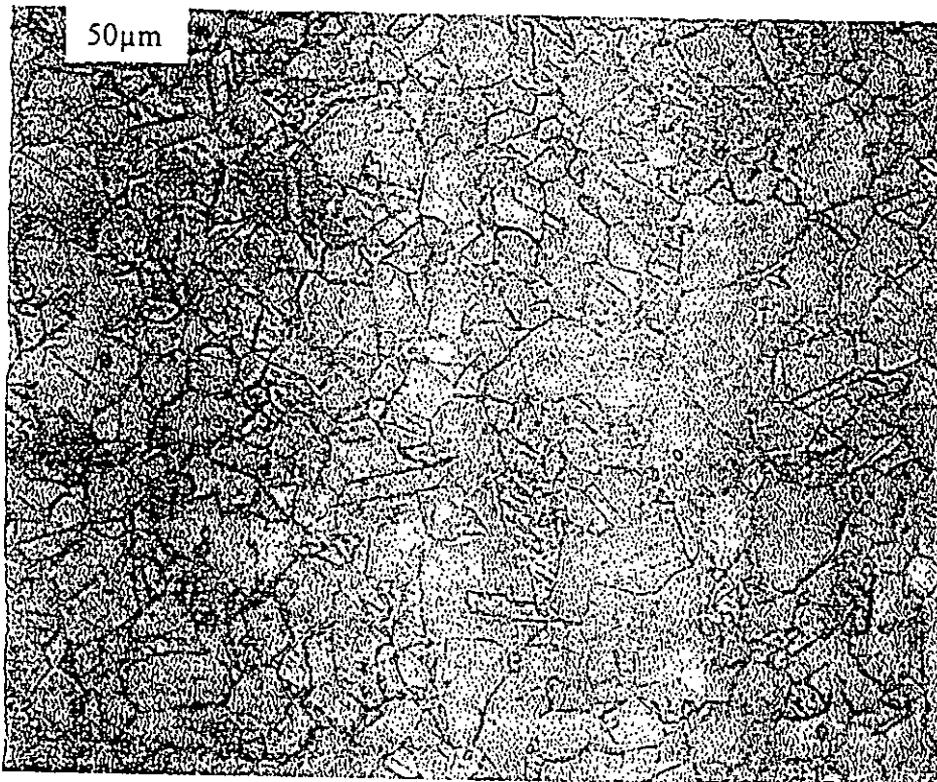
Car lors de l'écrouissage il y'a début de recristallisation par germination aux points triples, après un certain temps de maintien ces germes vont se développer pour former des grains, et en fin la taille des grains va s'uniformiser.

L'évolution de la taille moyenne du grain en fonction du temps de maintien suit la fonction  $S = K t^x$  ( voir partie bibliographique). D'après la figure 11 on a constaté que le grain austénitique subit un grossissement progressif et lent jusqu'à la durée de 15 mn. A partir de cette durée survient un grossissement brutal qui s'atténue à la durée de 40 mn, qui représente dans le graphe le point d'inflexion pour évoluer de façon lente par la suite.

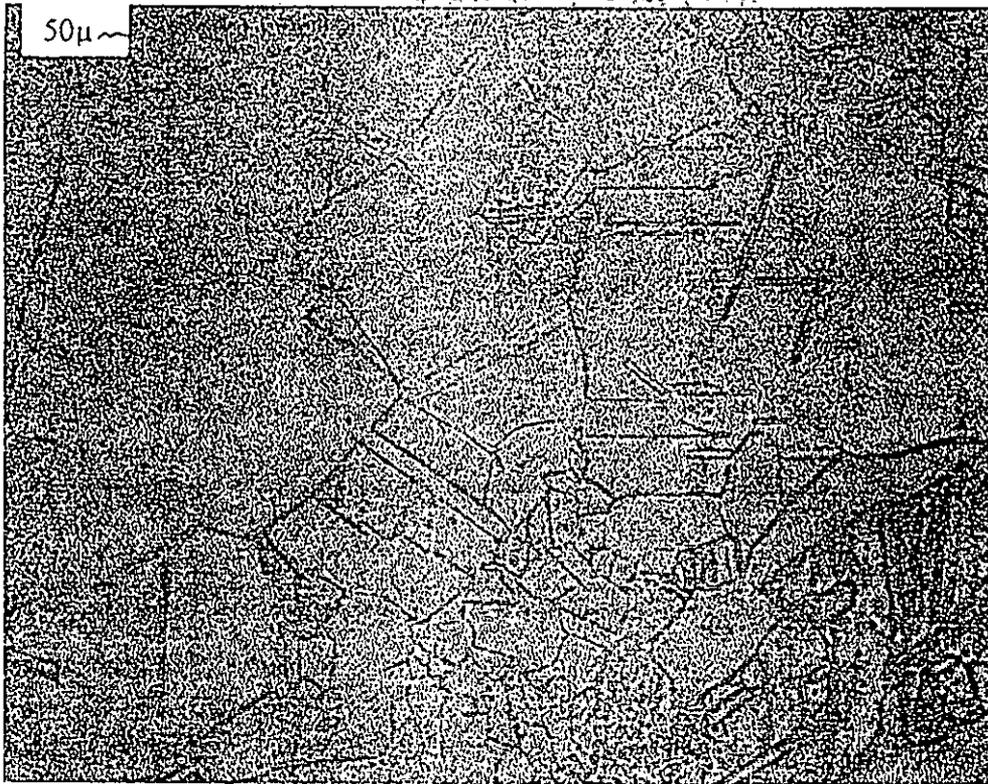
Notons que dans la première phase du grossissement, le grain est fin. Dans le domaine d'accroissement sensible de la taille des grains, on rencontre des grains mixtes. Dans la troisième phase le grain est vraiment gros à très gros.



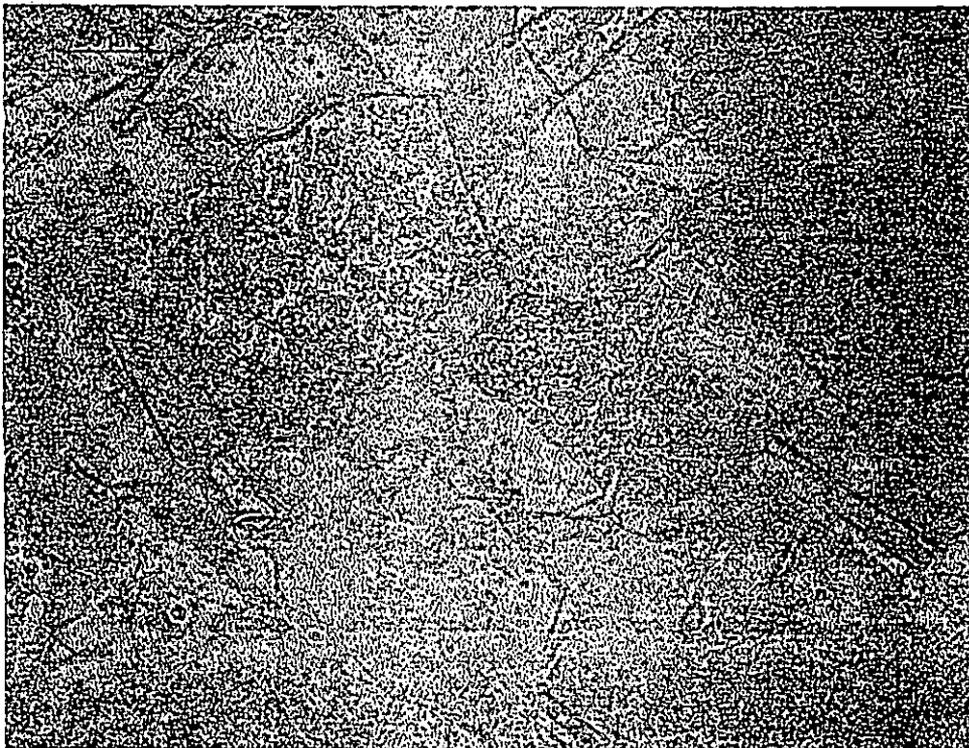
Métal de base      attaqué à l'eau régale ( durée d'attaque 100 s)



Temps de maintien 15 mn      attaqué à lorry (durée d'attaque 14 mn)

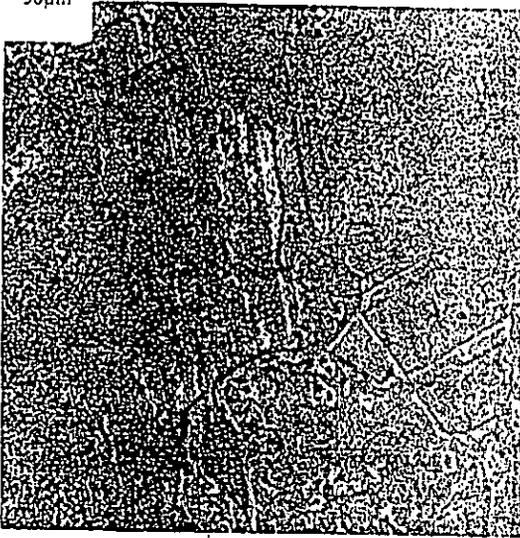


Temps de maintien 30 mn      attaqué à l'orry ( durée d'attaque 8mn)



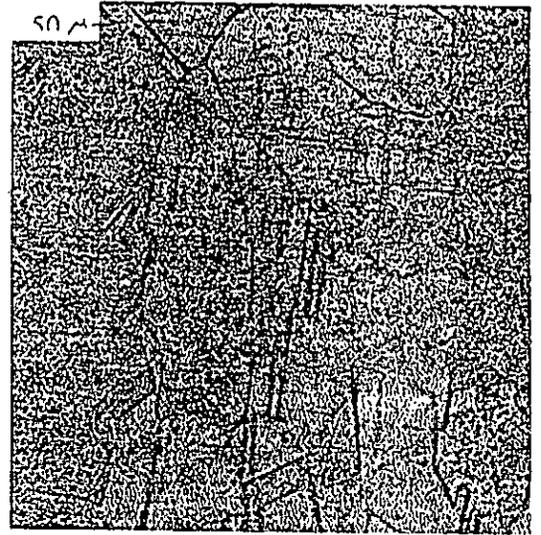
Temps de maintien 45mn      attaqué à l'eau régale ( durée d'attaque 60s)

50µm

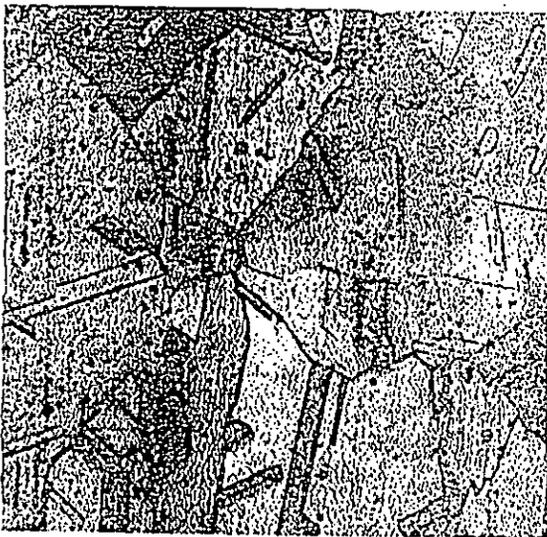


Temps de maintien 180 mn  
Attaqué à l'eau régale (durée  
d'attaque 40 s)

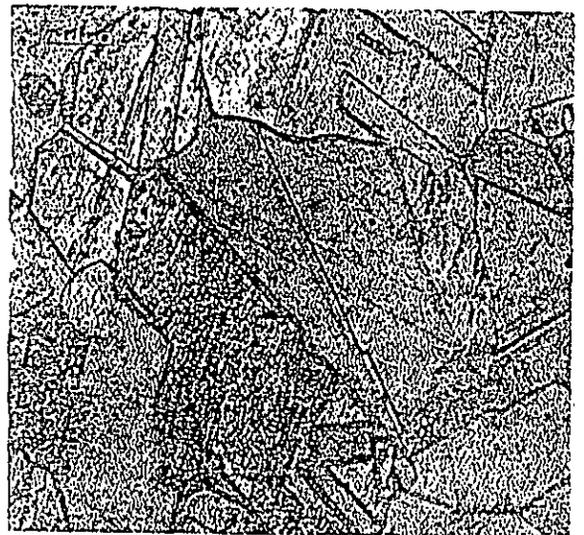
50µm



Temps de maintien 120 mn  
Attaqué à l'eau régale (durée  
d'attaque 50 s)



Temps de maintien 90 mn  
Attaqué à l'eau régale (durée d'attaque  
50s)



Temps de maintien 60 mn  
Attaqué à l'eau régale (durée d'attaque  
50s)

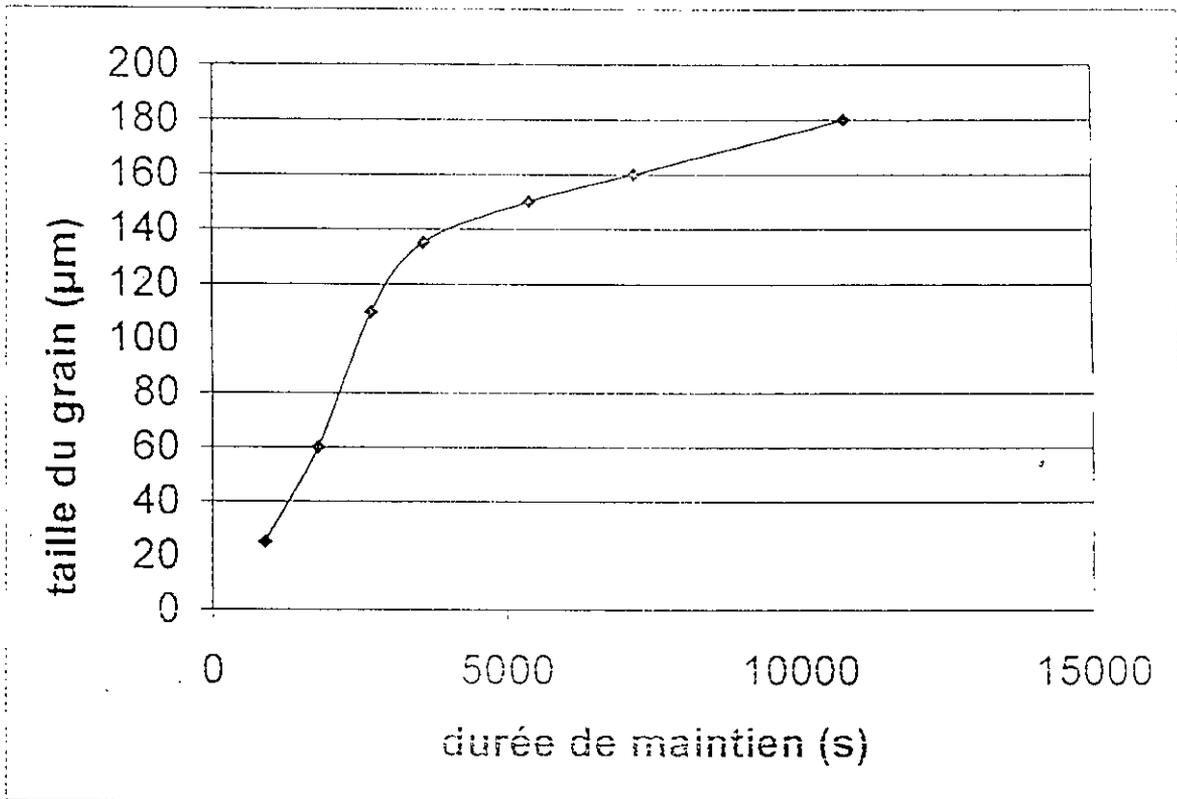


Fig. 11. – Evolution de la taille moyenne du grain en fonction du temps de maintien

Pour pouvoir déterminer les valeurs des deux constantes  $K$  et  $x$  on a élevé au  $(1/x)$  cette équation pour obtenir :

$$S^{1/x} = D = K^{1/x} t.$$

L'allure de ce graphe est une droite, avec  $K^{1/x}$  comme tangente, mais avant il faut déduire  $x$  qui tend vers  $1/2$  pour un métal très pur et une température relativement élevée.

Après ~~plusieurs~~ <sup>tests</sup> on a déduit la valeur de  $x = 0,34$  et  $K^{1/x} = 412,45$

Donc :

$$K = 7,75$$

Après avoir évalué les deux constantes expérimentales ( $K$  et  $x$ ), on peut prévoir l'allure du graphe pour des temps de maintien plus importants.

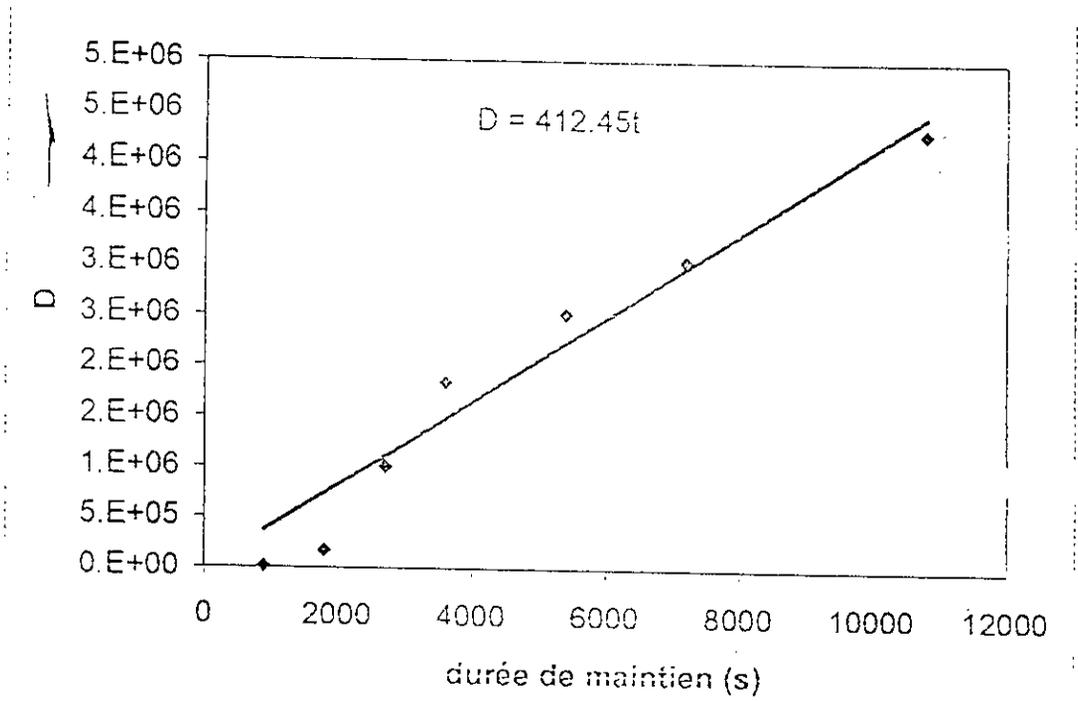


Fig. 12. –Application du modèle de la taille du grain

En conclusion la taille du grain austénitique évolue suivant la relation suivante,  $S = 20,56 t^{0,4}$ , cette relation évaluée expérimentalement peut nous donner une idée sur l'évolution de la taille du grain pour des temps de maintien plus importants.

## 2. Essais de dureté.

Les mesures de dureté ont été réalisées sur une surface de l'échantillon préalablement polie, en faisant balayer toute la surface pour donner le résultat le plus juste possible.

Les résultats sont regroupés dans ce tableau.

Temps (mn)	Dureté Vickers				Dureté Vickers moyenne
	1	2	3	4	
Métal de base	144	142	145	147	144,5
15	147	147	147	-	147
30	133	132	134	136	133,75
60	127	128	135	135	131,25
90	139	127	140	128	134
120	127	123	128	129	126,75
180	118	118	122	121	119,75

La variation de la dureté est donc contenue dans une bande relativement mince (147-119,75)HV.

On peut dire que la dureté d'après le graphique suit une allure descendante, mais aussi qu'elle est pratiquement constante sur tout le long des durées de maintien. De plus cette valeur constante de la dureté, correspond à la dureté de l'austénite.

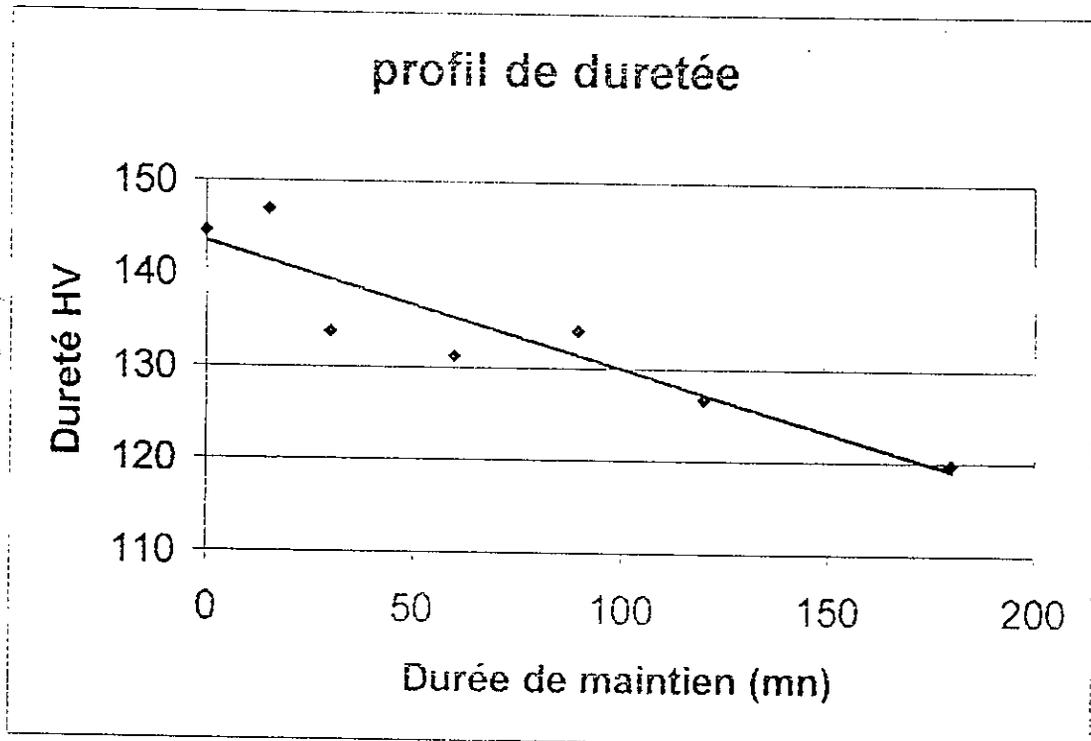


Fig. 13. – Evolution de la dureté Vickers en fonction de la durée de maintien

## Conclusion

Par son influence sur les propriétés mécaniques de l'acier, la taille des grains de l'austénite revêt une importance particulière, elle même étant fonction du traitement appliqué à l'acier, surtout à haute température.

L'étude présente a permis de déterminer l'aptitude au grossissement du grain de l'acier inoxydable 304L.

Nous avons fait varier le temps de maintien, et en gardant le paramètre température fixe.

L'échantillon d'acier est chauffé dans des conditions de température et de temps définis à l'avance, puis refroidi à une vitesse telle que l'on puisse éviter l'apparition des carbures.

La grosseur du grain est déterminée alors par un petit programme qui calcul le nombre de grains sur toute la surface de la micrographie.

L'évolution de la taille du grain est plus au moins rapide suivant les stades de cette évolution.

Il n'existe généralement pas d'équations de base, pour traiter théoriquement dans son ensemble l'évolution de la taille du grain en fonction du temps de maintien, car les paramètres et les mécanismes sont trop nombreux.

Néanmoins, le support de certaines équations est d'une aide appréciable pour prévoir le sens de l'évolution du grain. Tel est le cas de la loi qui est sous forme ( $S = K t^n$ ).

Nous avons effectué des essais complémentaires de dureté sur des échantillons, nous avons vu une petite variation entre la valeur supérieure et la valeur inférieure.

De plus les essais de résilience et de traction apportent des renseignements meilleurs sur le comportement de l'acier après traitement, et permettront de délimiter le domaine de travail à haute température.

Pour révéler la ferrite une attaque électrochimique peut donner de meilleurs résultats.

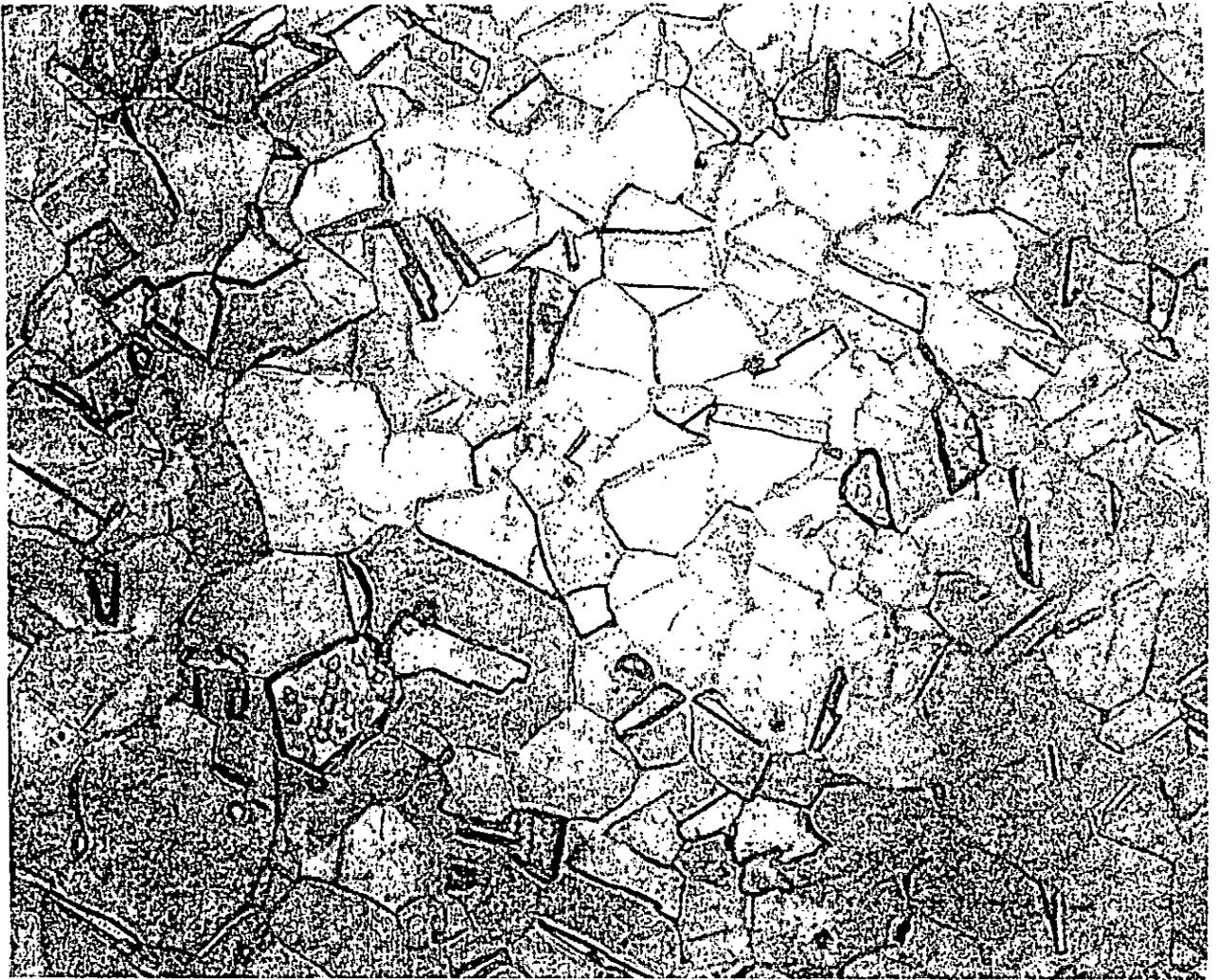
## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER, Edition de physique, Les Ulis, (1990).
- [2] M. HANSEN, Constitution of Binary Alloys. 2<sup>nd</sup> Edition Mc Graw Hill, New York (1958).
- [3] P. MARSHALL, Austenitic stainless steels, Microstructure and mechanical proprieties. Elsevier applied science publishers LTD (1984).
- [4] Technique de l'ingénieur, Traité Matériaux métalliques, M4.
- [5] E.C. BAIN, R.H. ABORN, ASM Metals Hbk, Cleveland (1930).
- [6] L. PRYCE, A.L. ANDREWS, J. Iron Steel Institue, (1960).
- [7] J. BARRALIS, Précis de métallurgie, 5<sup>ème</sup> édition, NATHAN, (1990).
- [8] Ph. MAYNIER, P.F. MARTIN, P. BASTEIN & J. SEBEILLE. Etablissement d'une équivalence entre le temps et la température d'austénisation. pp 997-1112.
- [9] J. BARRALIS, G. MAEDER, Aciers inoxydables, Précis de métallurgie, édition Nathan, (1997).
- [10] D. CARON, Soudabilité des aciers inoxydables – Stage métallurgie A2- Manuel d'accompagnement ( réf PPFPT 0036), Institut de soudure, (1995).
- [11] C. CHAUSSIN, G. HILLY, Métallurgie : 1- Alliage métalliques, 10<sup>ème</sup> édition, Lunod 1976.
- [12] Site internet : [www. Soudage.org](http://www.Soudage.org) .

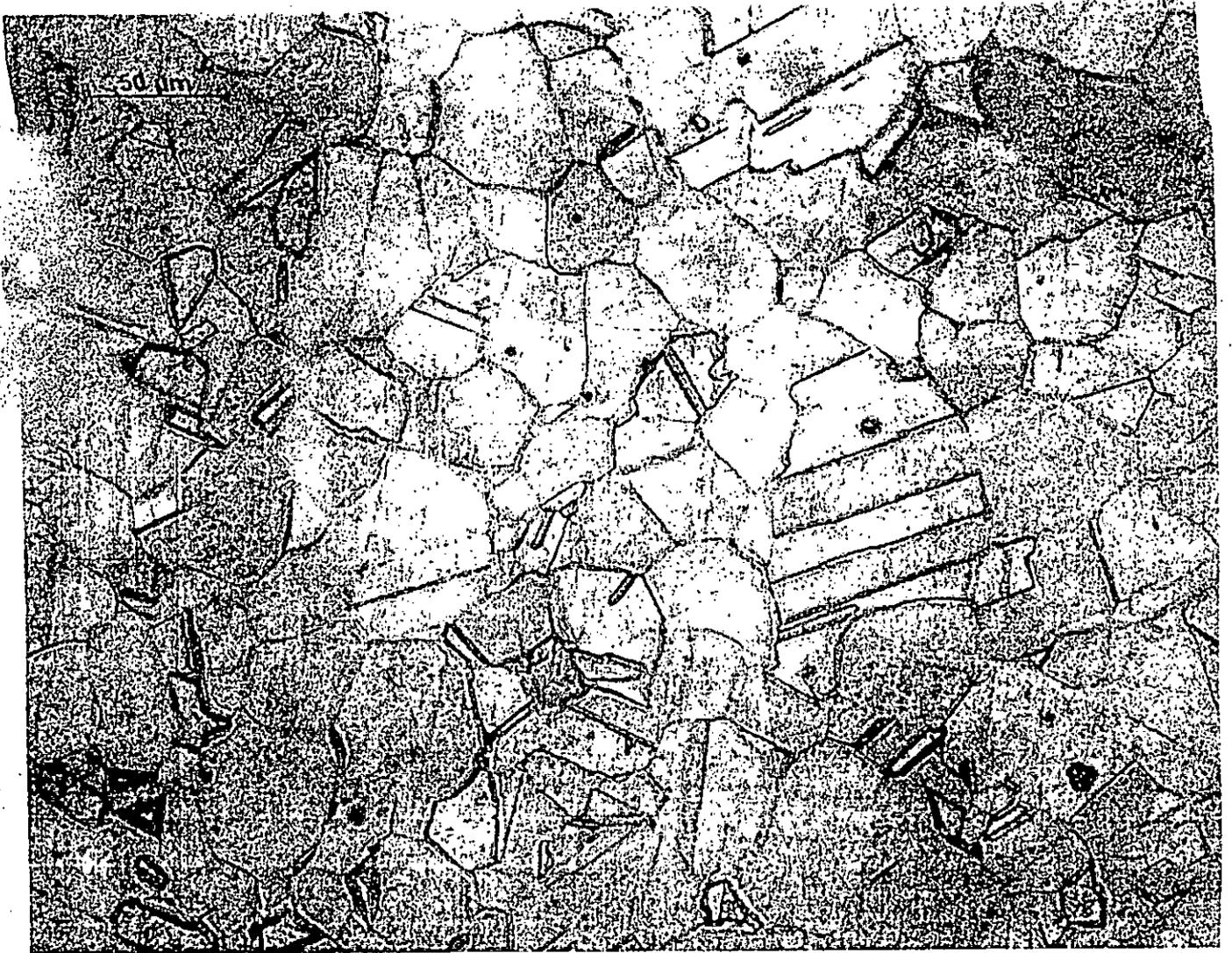
# ANNEXE



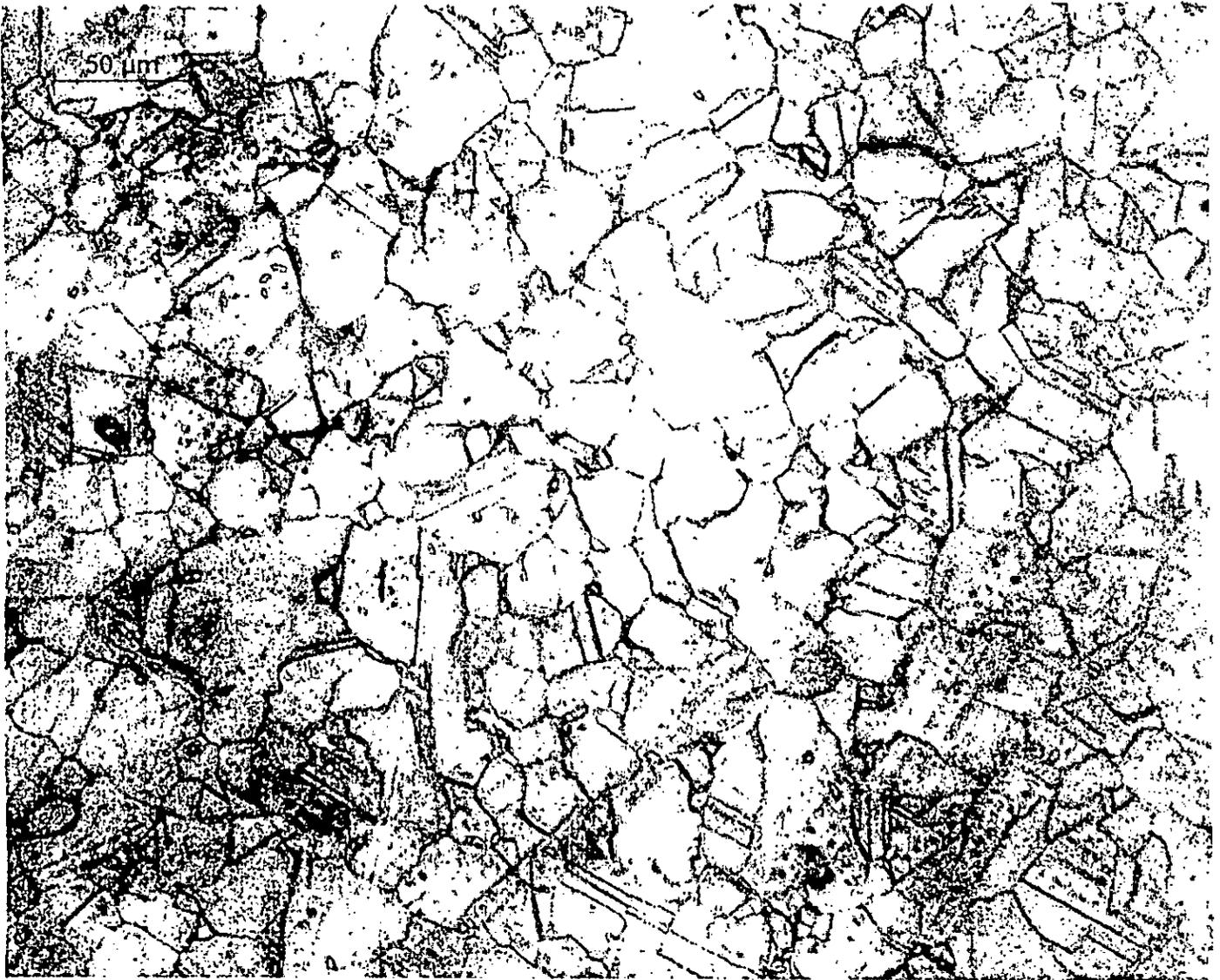
*durée de maintien 15 mn Métal de Saisc*



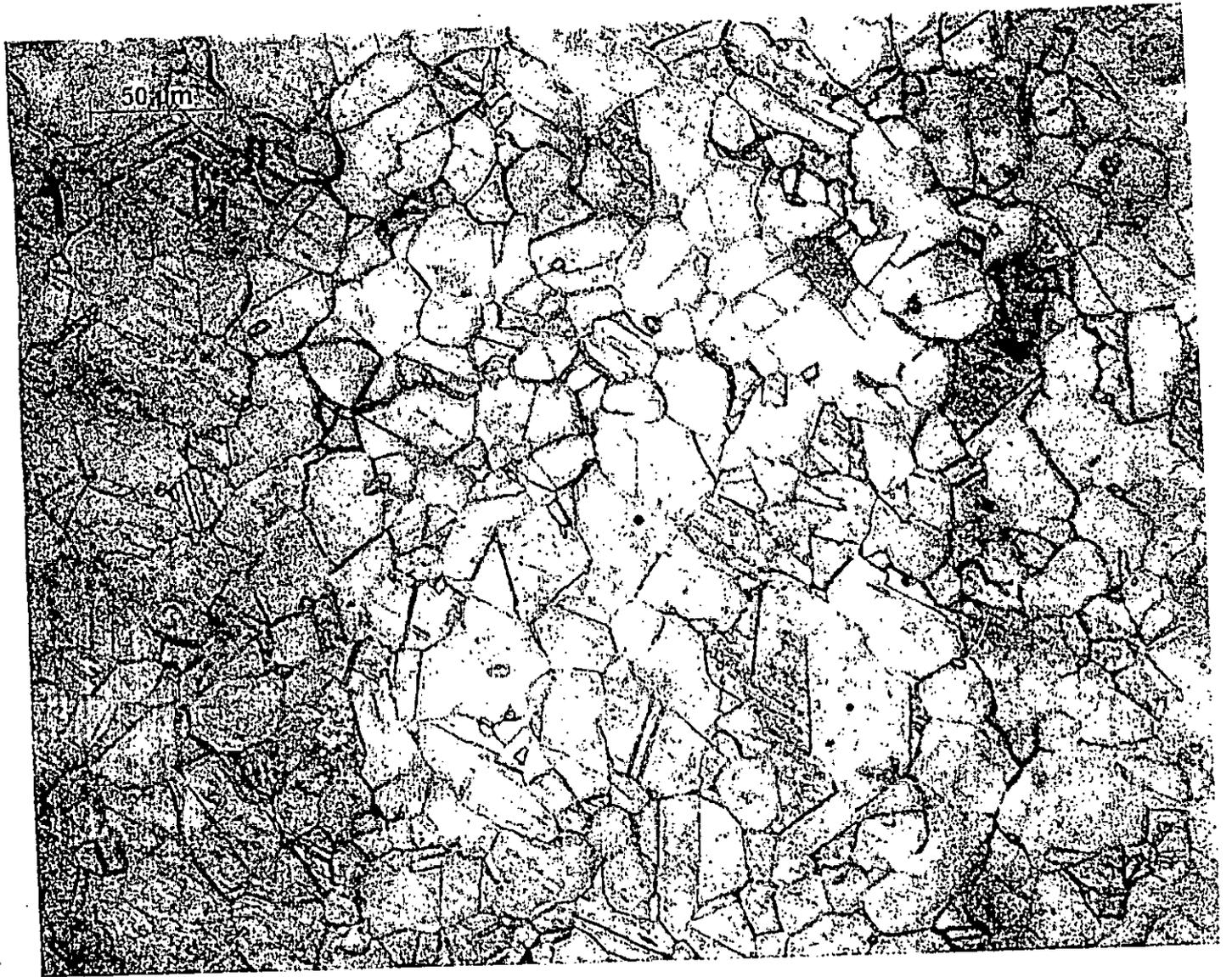
*durée de maintien 15 min Métal de base*



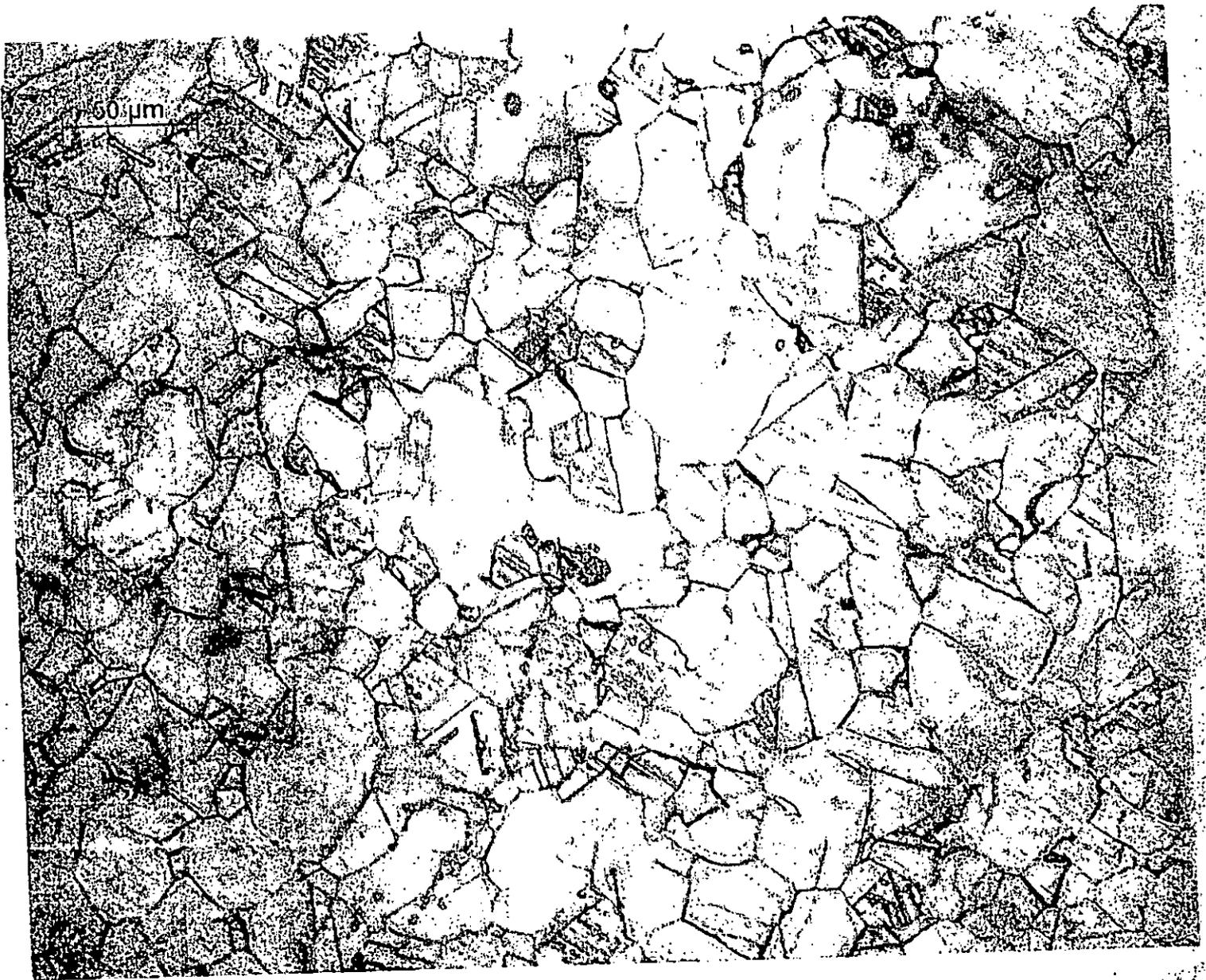
durée de maintien 15 myr Métal de base



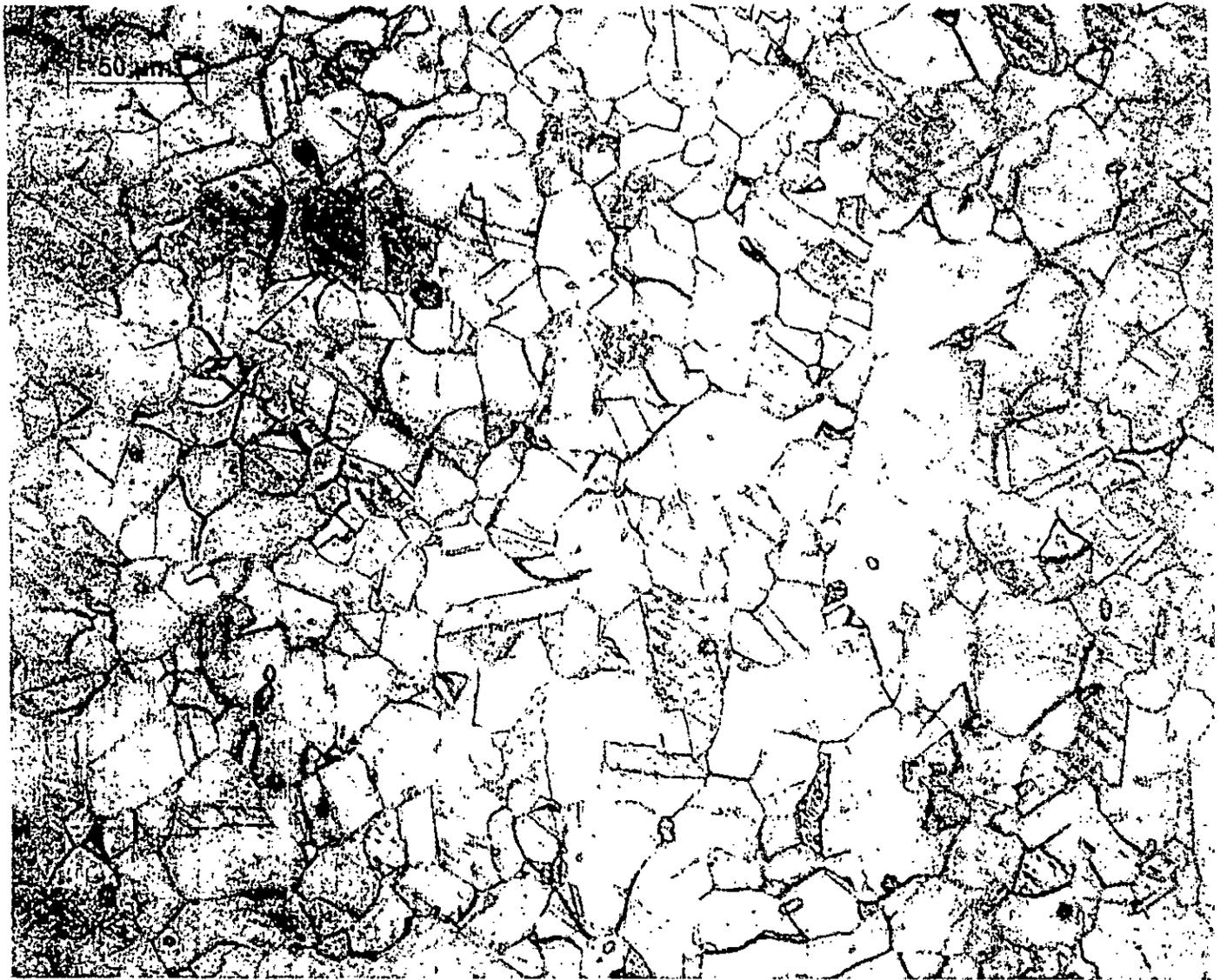
durée de maintien 15 mn



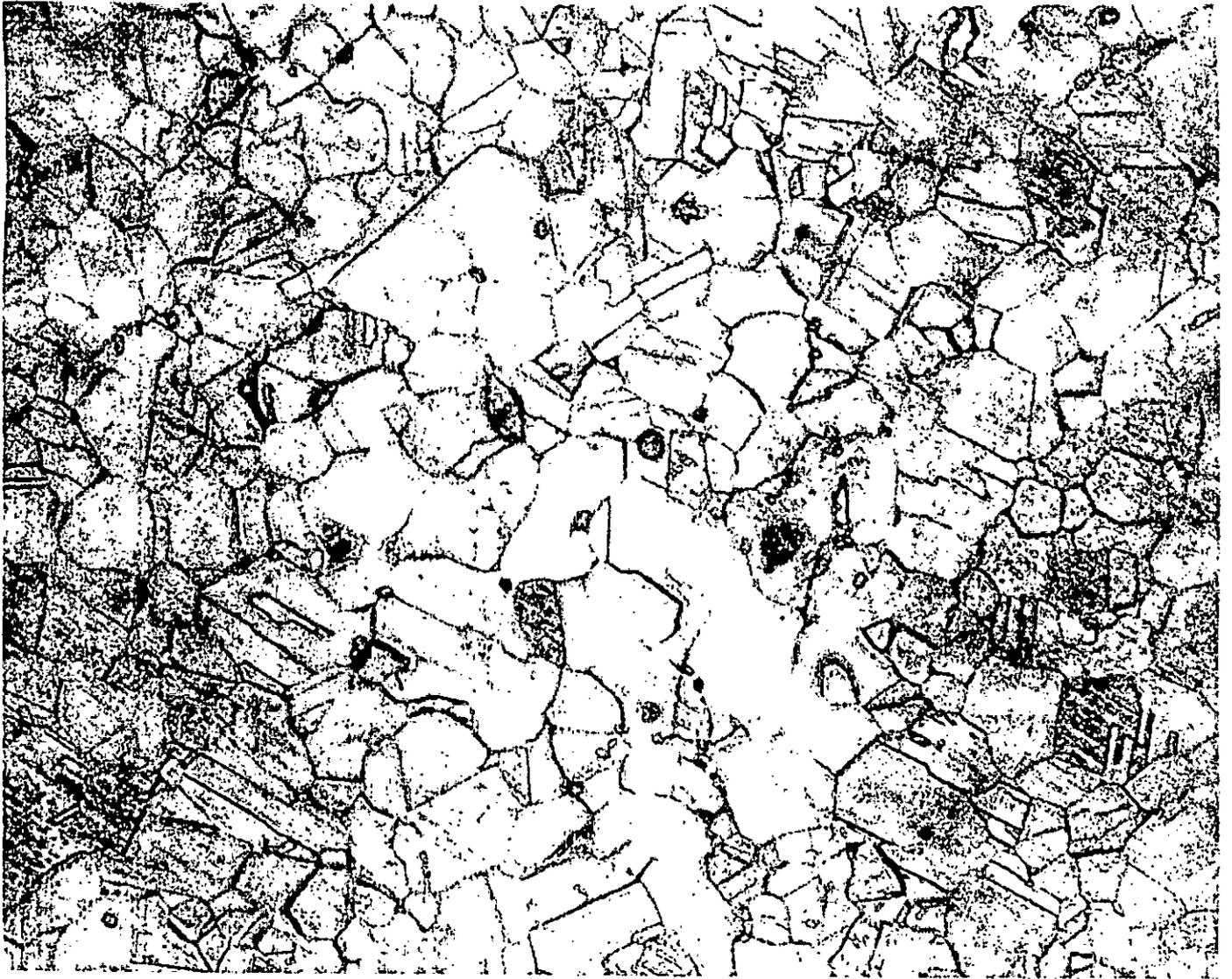
durée de maintien 15 mn



durée de maintien 15 mn



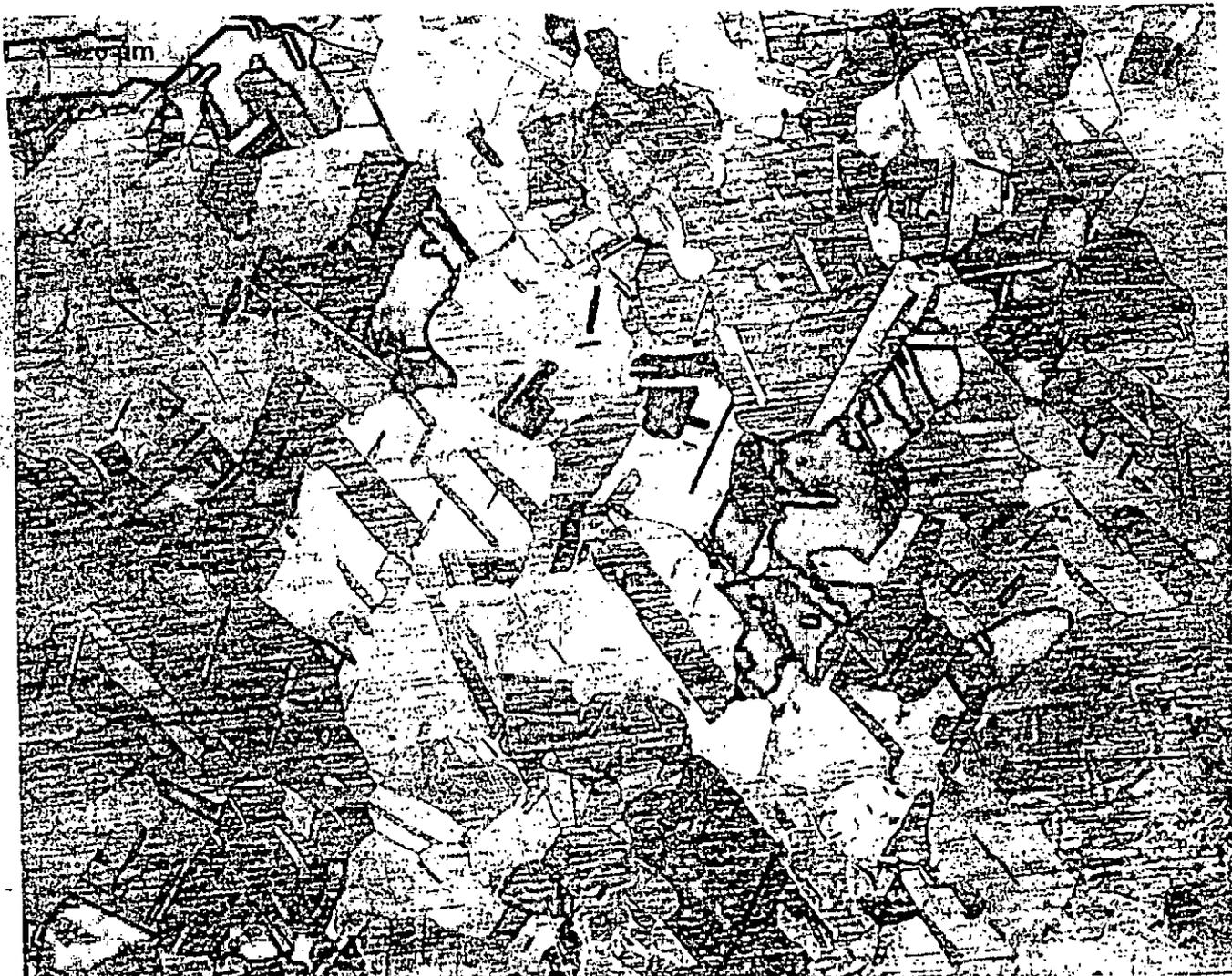
durée de maintien 15 mn



durée de maintien 15 mn

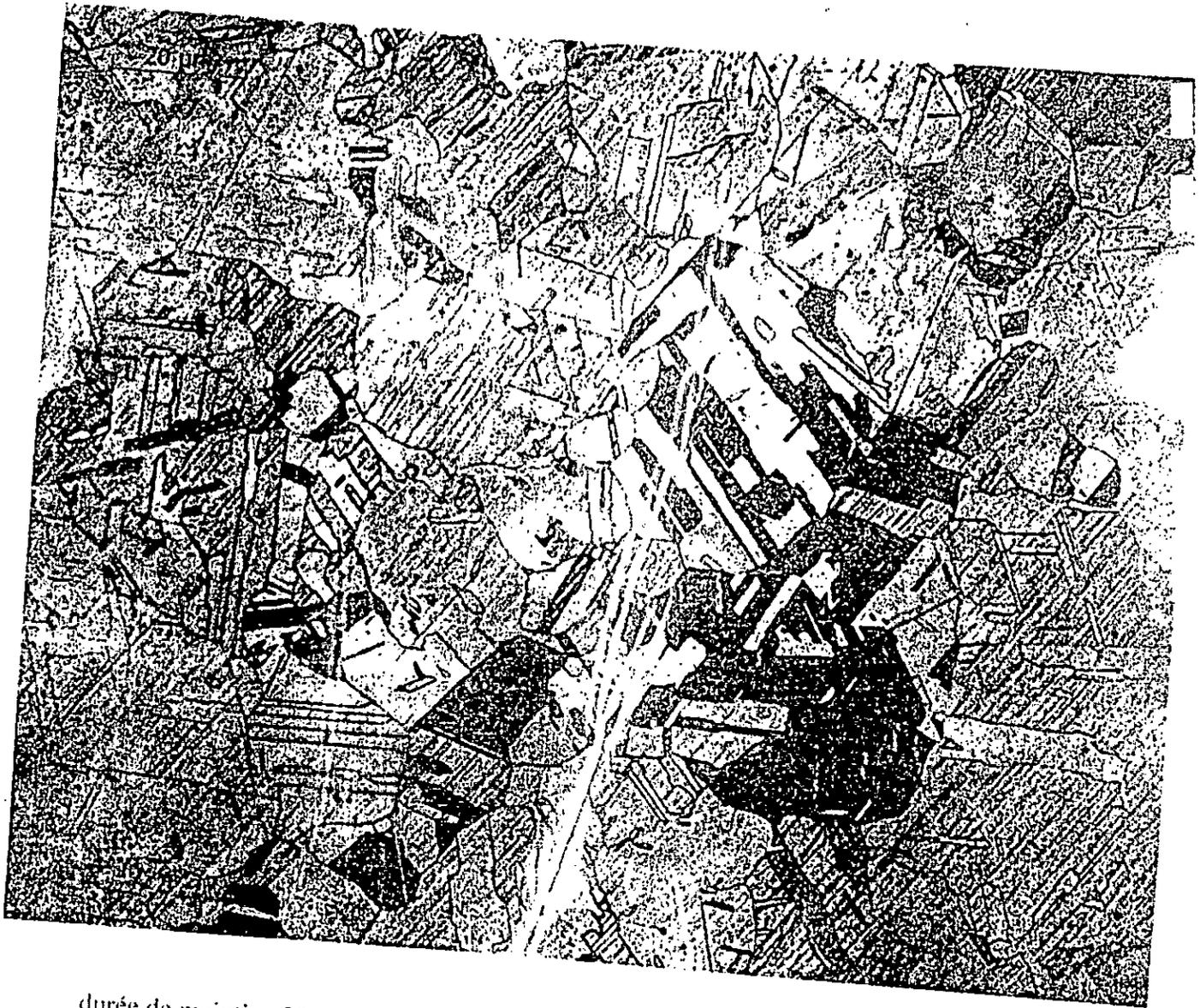


durée de maintien 45 mn grossissement 50



durée de maintien 60 mn

grossissement 50

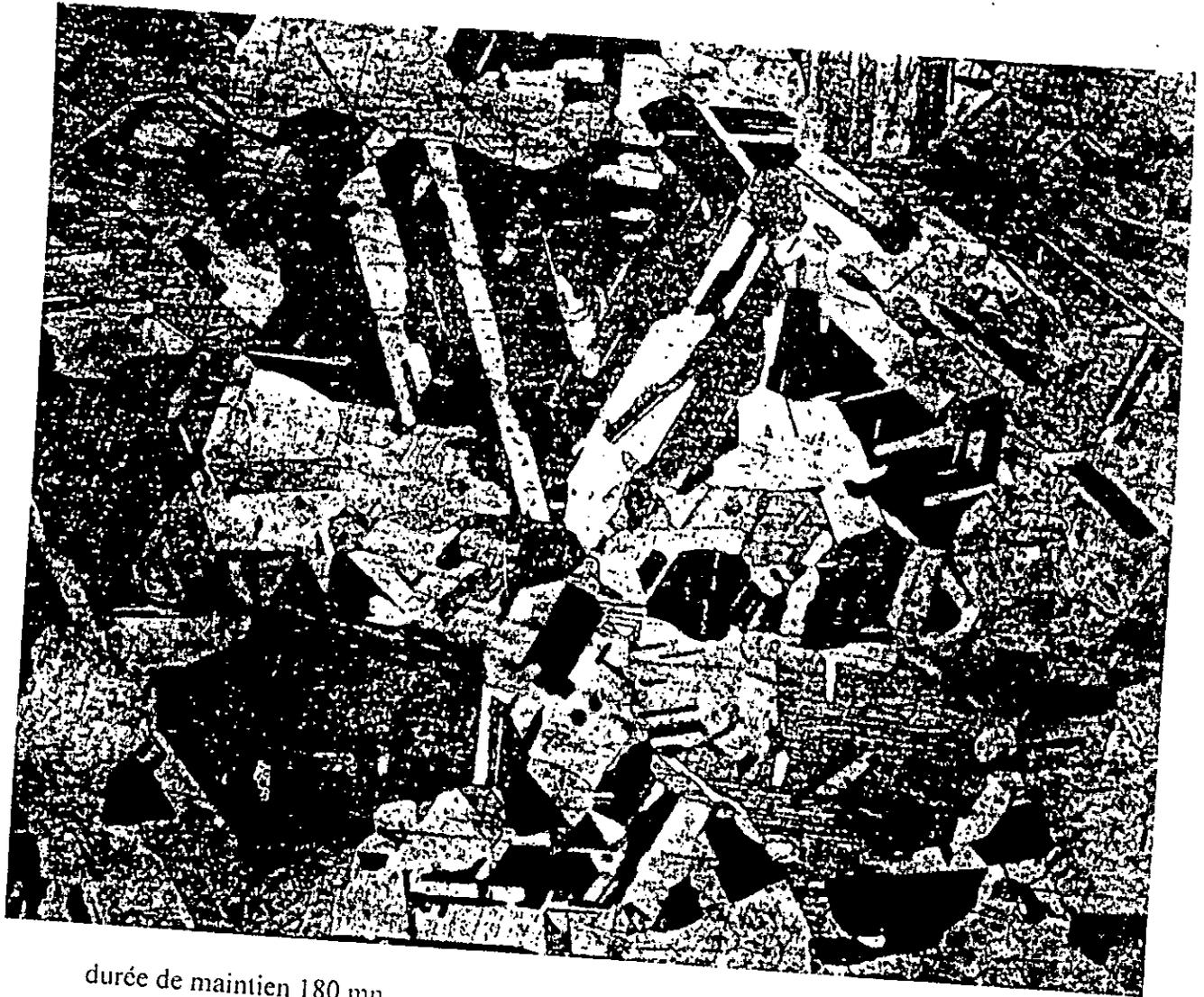


durée de maintien 90 mn

grossissement 50



durée de maintien 120 mn grossissement 50



durée de maintien 180 mn

grossissement 50