

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Projet de fin d'études

**En vue de l'obtention de diplôme d'ingénieur d'état
en génie des matériaux**

*Contribution à l'étude de la précipitation dans
l'acier inoxydable austénitique 304*

Réalisé par :

SADOUK Amar

Encadré par :

Pr. M .CHITROUB.

Promotion Juin 2015

ENP- 10 Avenue HassenBadi – El Harrach, Alger

Résumé :

L'objectif de ce travail est de contribuer à l'étude de la précipitation dans l'acier inoxydable austénitique 304. Pour cela, nous avons fait revenir la structure normalisée de cet acier à 700°C. Et on a suivi l'évolution des principales caractéristiques mécaniques (le module d'Young E, la limite élastique $R_{p0.2}$, la résistance à la traction R_m et l'allongement A%), la résilience K et la dureté en fonction du temps de maintien à 700°C.

Mot clés :

Acier inoxydable austénitique, revenu, précipitation, propriétés mécaniques, traction, résilience, dureté.

Abstract:

The objective of this work is to contribute to the study of precipitation in austenitic stainless steel 304. For this, we return the standardized structure of this steel to 700 ° C. And we followed the evolution of the main mechanical properties (Young's modulus, yield strength $R_{p0.2}$, the tensile strength R_m and elongation A%), K resilience and hardness with time holding at 700 ° C.

Key words:

Austenitic stainless steel, tempering, precipitation, mechanical properties, tensile strength, resilience, hardness.

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو المساهمة في دراسة الترسب في حديد الصلب المقاوم للصدأ 304. ولهذا قمنا بإرجاع هيكل موحد من هذا الصلب إلى 700 درجة مئوية. ونحن نتابع تطور الخصائص الميكانيكية, مرونة وصلابة اعتمادا على مدة الإبقاء في نفس درجة الحرارة.

كلمات مفتاحية:

حديد الصلب المقاوم للصدأ, الإرجاع, الخصائص الميكانيكية, الجر, المرونة, الصلابة.

Remerciements

Je remercie Dieu le Tout puissant de m'avoir donné patience, santé et volonté tout au long de mes études.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Notamment :

Monsieur M. CHITROUB, mon encadreur, pour m'avoir dirigé, orienté, soutenu et dont les compétences intellectuelles, l'expérience, la modestie, la patience et la disponibilité ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je voudrais particulièrement remercier les membres du jury dont Pr.F.HELLAL pour avoir accepté la présidence du jury ainsi que les examinateurs Dr. A. KASSER et Dr A. DAIMELLAH pour m'avoir honoré d'être membre de mon jury de soutenance.

Je souhaiterais également remercier tous mes enseignants du département de métallurgie de l'ENP, pour avoir participé à ma formation, ainsi que tous mes camarades de la promotion.

Je remercie aussi Mr R.Halim, d'avoir accepté de réaliser l'usinage des éprouvettes de traction au sein de son atelier, ainsi que Mr B. Guergueb du département génie mécanique qui m'a orienté vers lui.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes très chers parents qui m'ont épaulé le long de mon parcours d'études jusqu'au en arriver là, qui n'ont pas cessé de me conseiller et de m'orienter.

À la mémoire de mes grands-parents.

À mon seul et unique frère Atmine.

À mes très chères sœur Hayat, Ghania, Hanane et Guarda que j'aime beaucoup surtout la petite Guarda à qui je souhaite la réussite

en BAC.

À mes tantes Farida, Roza, Djamilia, Farroudja, Fatma, et leur adorables garçons et filles.

Mon oncle Belkacem, Said et leur famille.

À ma très chère amie Katia qui m'a beaucoup soutenu et pour sa souffrance avec moi.

À tous mes amis dont la liste est longue mais surtout : Htocine, Rachid, Mouhou, Karim, Yacine, Sofiane, Redouane, Chafik, Koussailla, Rafik.

À tous mes amis de la promotion sans exception.

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1: Schéma représentatif d'un acier inoxydable.....	4
Figure I.2: Diagramme d'équilibre binaire fer – chrome.....	6
Figure I.3 : Diagramme d'équilibre Fe-C.....	7
Figure I.4 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni.....	8
Figure I.5 : Système Fe-Cr-Ni.....	8
Figure I.6 : L'influence du carbone et l'azote sur la boucle γ	9
Figure I.7 : Diagramme de Pryce et Andrews donnant la Structure des aciers inoxydables.....	13
Figure I.8 : Diagramme TTP d'un AISI 304.....	18
Figure I.9 : quantités de précipités dans l'acier 316 L.....	18
Figure I.10 : Cinétique de précipitation isotherme des carbures $Cr_{23}C_6$ d'un AISI 304.....	19

Chapitre II

Figure II.1 : Traitement thermique de mise en solution (hypertrempe) à 1020°C.....	23
Figure II.2 : traitement thermique de revenu.....	23
Figure II.3 : schéma qui montre les différentes durées de maintien de revenu réalisés à une température de 700°C.....	24
Figure II.4 : machine de traction utilisée pour l'exécution de nos essais.....	25
Figure II.5 : le micro-ordinateur équipé d'un logiciel (ebertest) relié à la machine pour l'acquisition et l'exploitation des données.....	25
Figure II.6 : schéma d'une éprouvette de traction cylindrique	26
Figure II.7 : éprouvette de traction :A) avant essai B) après essai.....	27
Figure II.8 : courbe de traction conventionnelle.....	28
Figure II.9 : Le mouton de Charpy.....	29

Figure II.10 : L'énergie de rupture en fonction de la température pour les aciers de structure ferritique (valeurs typiques et domaine de dispersion) et les aciers austénitiques. Eprouvettes ISO-V.....	30
Figure II.11: Principe de l'essai de résilience.....	31
Figure II.12 : mouton Charpy utilisé pour l'exécution de nos essais de résilience.....	31
Figure II.13 : Eprouvettes Charpy standardisées. Le type le plus utilisé est l'éprouvette ISO-V. Dimensions en mm.....	32
Figure II.14 : Dimensionnes d'éprouvette de résilience.....	32
Figure II.15: schéma illustratif indenteur type Vickers.....	33
Figure II.16 : Duromètre utiliser pour l'essai de dureté Vickers.....	34
Figure II.17 : photo des échantillons après l'enrobage.....	35
Figure II.18 : Polisseuse mécanique à deux plateaux.....	36
Figure II.19 : Schéma de la procédure d'attaque électrolytique.....	37
Figure II.20 : microscope optique équipé d'un micro-ordinateur avec un logiciel d'acquisition d'images.....	38

Chapitre III

Figure III.1: Micrographie de l'état normalisé de notre acier 304 (G x 500).....	41
Figure III.2 : les micrographies de l'état de revenu de notre acier à 700°C pendant un temps de maintien égal à a - 1h, b - 3h, c - 5h, d - 7h, e - 9h et f - 11h (G x 500).....	43
Figure III .3 : Diagramme de traction à l'état normalisé de l'acier étudié.....	44
Figure III.4: Les diagrammes de traction à l'état revenu de notre acier à 700°C pendant un temps de maintien égal à a - 1h, b - 3h, c - 5h, d - 7h, e - 9h et f - 11h.....	47
Figure III.5 : variation de la résistance à la traction Rm et de la limite élastique Rp0.2 en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.....	48

Figure III.6 : variation de l'allongement A(%) en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.....	48
Figure III.7 : variation de module de Young E en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.....	49
Figure III.8 : variation de la résilience Ku en fonction du temps de maintien de l'acier étudié.....	50
Figure III.9 : Evolution de la dureté de 304 en fonction de temps de maintien.....	51
Figure III.10 : variation de la résistance à la traction Rm et de la limite élastique Rp0.2 en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié avec les approches linéaires.....	52
Figure III.11 : variation de module de Young E en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.....	53
Figure III.12 : Evolution de la dureté de 304 en fonction de temps de maintien avec l'approche linéaire.....	53

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : les éléments d'alliages et leurs effets sur les propriétés des aciers inoxydables.....	11
Tableau I.2 : Principales classes d'aciers inoxydables.....	14
Tableau I.3 : L'intervalle de composition chimique des aciers inoxydables austénitiques.....	15
Tableau I.4 : composition chimique d'un AISI 304.....	16

Chapitre II

Tableau II.1 : Composition chimique massique de l'acier 304 (AISI).....	22
Tableau II.2 : tableau récapitulatif des caractéristiques de traction et leurs formules.....	29
Tableau II.3 : Les paramètres utilisés pour l'attaque électrolytique.....	36

Chapitre III

Tableau III.1 : les principales caractéristiques mécaniques de 304 tirées de la courbe conventionnelle de traction à l'état normalisé.	47
Tableau III.2 : les principales caractéristiques mécaniques de 304 tirées des diagrammes de traction de traction à l'état revenu.....	47
Tableau III.3 : valeurs de K _{cu} de l'essai de résilience.....	49
Tableau III.4 : valeurs moyennes de la dureté HV ₃₀ , de la nuance étudié à l'état revenu.....	50

Sommaire

Introduction générale.....	2
CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1 Généralités sur les aciers inoxydables.....	4
I.2 Diagrammes de phases.....	5
I.2.1 Diagramme fer chrome (Fe-Cr)	5
I.2.2 Diagramme fer-carbone (Fe-C)	7
I.2.3 Diagramme fer-nickel (Fe-Ni)	7
I.2.4 Système Fe-Cr-Ni.....	8
I.3 Influence des autres éléments d'alliages.....	9
❖ Le carbone et l'azote	9
❖ Le chrome.....	9
❖ Le nickel.....	9
❖ Le manganèse.....	10
❖ Le molybdène.....	10
❖ Le vanadium.....	10
❖ Titane.....	10
❖ Niobium.....	10
I.4 Classification des aciers inoxydables.....	12
I.4.1 Les aciers inoxydables martensitiques.....	12
I.4.2 Les Aciers inoxydables ferritiques.....	12
I.4.3 Les aciers inoxydables austénoferritiques (duplex)	12
I.5 Les aciers inoxydables austénitiques.....	13
I.5.1 Les principaux types d'aciers inoxydables austénitiques.....	15
I.5.2 Désignation des aciers inoxydables austénitiques	15
I.6 AISI 304.....	16

I.6.1	Composition chimique.....	16
I.6.2	Mise en œuvre.....	17
I.6.3	Application.....	17
I.7	Précipitation.....	19
I.7.1	Précipités et ferrite δ	19
I.7.2	La phase σ	19
I.7.3	La phase χ	20
I.7.4	La ferrite δ	20

CHAPITRE II: TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1	Acier étudié	22
II.2	Traitements thermiques.....	22
II.2.1	Traitement de mise en solution (hypertrempe)	22
II.2.2	Revenu.....	23
II.3	Caractérisation mécanique.....	24
II.3.1	Essai de traction.....	24
II.3.1.1	Eprouvette.....	26
II.3.1.2	Condition de l'essai de traction.....	27
II.3.1.3	Exploitation de l'essai de traction.....	27
II.3.2	Essai de résilience.....	29
II.3.2.1	Principe.....	30
II.3.2.2	Eprouvettes CHARPY « U »	31
II.4	Essai de dureté Vickers.....	33
II.5	Caractérisation structurale.....	34
II.5.1	Préparation des échantillons.....	34
II.5.1.1	Enrobage à froid.....	34
II.5.1.2	Polissage.....	35
II.5.1.3	Attaque électrolytique.....	36
II.5.2	Observation microscopique.....	37

II.5.3	Traitements d'image.....	38
--------	--------------------------	----

CHAPITRE III: RESULTATS ET INTERPRETATION

III.1	Résultats.....	41
III.1.1	Observations micrographiques.....	41
III.1.2	Essai de traction.....	43
III.1.3	Essai de résilience.....	49
III.1.4	Essai de dureté.....	50
III.2	Interprétation.....	51
	conclusion générale	55
	Bibliographie	56

Introduction générale

Introduction générale

Les aciers inoxydables austénitiques ont été inventés à Essen, en Allemagne, au début du 20ème siècle. Ils représentent 70% de la production mondiale. Les nuances les plus courantes sont 18/8 ou 18/10, qui correspondent à 18% de chrome et 8 ou 10% de nickel. Leur développement continu a donné lieu à des compositions complexes ayant des quantités importantes d'éléments d'alliage. Ces éléments d'alliage sont naturellement introduits dans l'acier pour une ou plusieurs raisons, mais l'objectif final consiste principalement à obtenir une meilleure résistance à la corrosion localisée associée à de meilleures propriétés mécaniques. Les aciers inoxydables et particulièrement ceux austénitiques prennent une place importante dans l'industrie moderne spécialement dans l'industrie chimique, dans la pétrochimie, le nucléaire, la médecine, dans l'agro-alimentaire et dans les chaudronneries lourdes. Utilisé souvent comme tuyauterie dans le transport de fluides à haute température et sous forte pression.

Dans ce projet nous avons contribué à l'étude de la précipitation dans les aciers inoxydables austénitiques types AISI 304. On s'est intéressé plus particulièrement à l'étude de l'évolution des principales caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction, de la résilience et de la dureté en fonction du temps de maintien à la température de 700°C.

Ce mémoire est organisé en trois parties principales :

- La partie théorique qui comprend une synthèse bibliographique portant sur les généralités sur les aciers inoxydables, les familles des aciers inoxydables avec l'influence des éléments d'addition, les aciers inoxydables austénitiques spécifiquement la nuance AISI 304 et la précipitation dans ces aciers.
- La partie expérimentale qui comprend: la nuance d'acier étudié, sa composition chimique, les traitements thermiques appliqués sur ces aciers ainsi que le matériel expérimental et les méthodes utilisées dans cette étude pour leur caractérisation.
- La troisième partie est consacrée aux résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs interprétations.

Enfin, ce travail sera achevé par une conclusion générale et quelques perspectives.

CHAPITRE I
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1.Généralités sur les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables, couramment appelés inox, jouent un grand rôle dans de multiples domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine, chirurgie, etc. Ce sont des aciers, alliages de fer et de carbone, auxquels on ajoute essentiellement du chrome qui, au-delà de 12 % en solution (selon la teneur en carbone) dans la matrice, provoque la formation d'une couche protectrice d'oxyde de chrome qui confère à ces aciers leur inoxydabilité.

D'autres éléments peuvent être ajoutés, notamment le nickel qui améliore les propriétés mécaniques en général et la ductilité en particulier, et d'autres éléments comme le molybdène ou le titane qui améliorent la stabilité de l'alliage pour des températures autres que l'ambiante ainsi que des éléments à hauts points de fusion comme le vanadium et le tungstène accompagné en général d'une augmentation de la teneur en chrome, pour obtenir la résistance aux hautes températures au contact d'une flamme (aciers réfractaires).

L'élément d'alliage auquel les aciers inoxydables doivent leur principale caractéristique est le chrome. Contrairement à ce que l'on croit généralement, ce métal est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable, mais son oxyde forme une véritable peau à la fois transparente et protectrice. Allié au fer et au nickel, il provoque la formation d'un composé de surface oxydé capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion [1]. Le chrome et le nickel s'oxydent ainsi :

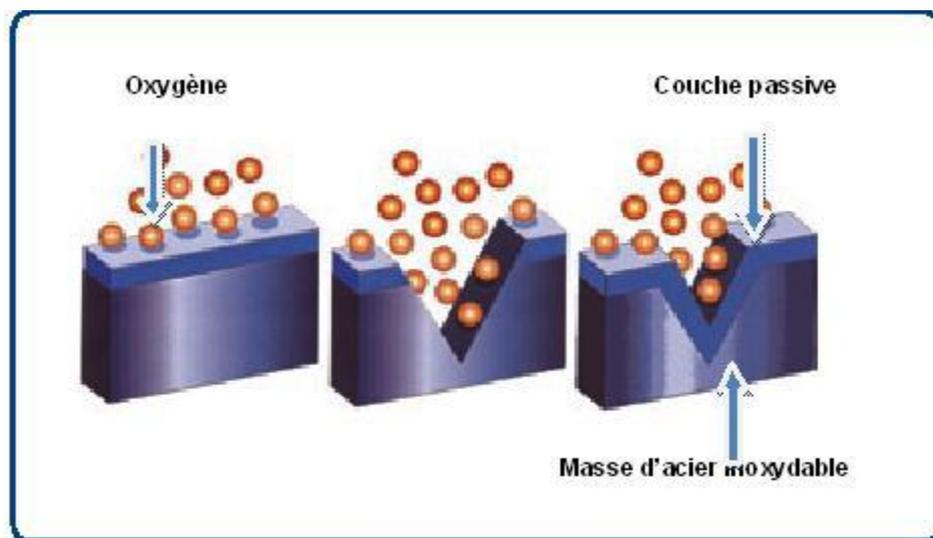
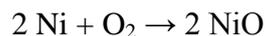
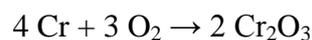


Figure I.1: Schéma représentatif d'un acier inoxydable.

I.2 Diagrammes de phases

Les aciers inoxydables contiennent du fer, majoritaire en quantité, ce qui justifie la qualité d'acier, en outre, ils contiennent tous du chrome. Le carbone et le nickel vont également influencer sur les qualités de ces aciers. Les autres additions qui peuvent se rencontrer sont, dans tous les cas, du manganèse et du silicium et accessoirement de l'azote, du molybdène et du cuivre ; ces additions ne joueront que fort peu sur les caractères de base.

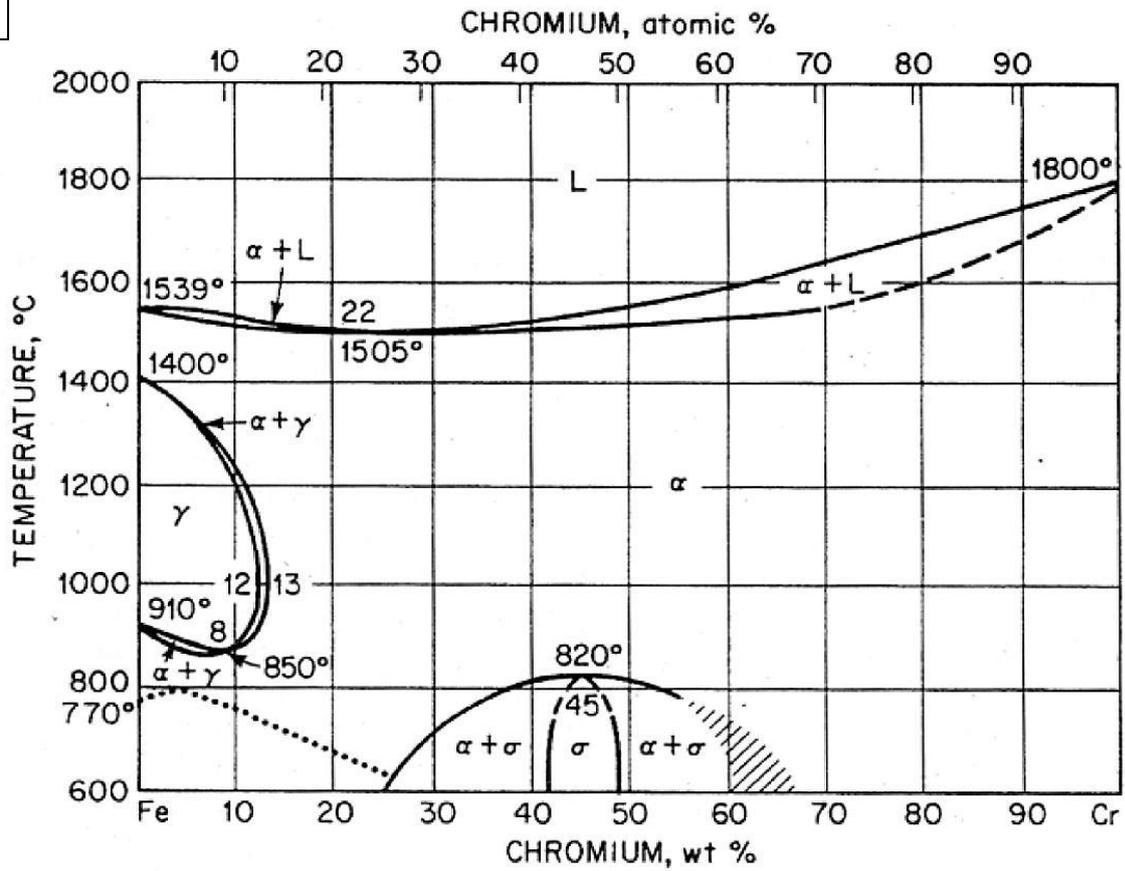
La maîtrise des différentes combinaisons entre les diagrammes d'équilibre binaires Fe-Cr, Fe-C et Fe-Ni permet de comprendre et de justifier les différentes classes d'aciers inoxydables ainsi que les transformations structurales qu'ils subissent et d'étudier plus particulièrement les diagrammes Fe-Cr-Ni et Fe-C-Ni qui en résultent.

I.2.1 Diagramme fer chrome (Fe-Cr)

Le diagramme binaire à l'équilibre fer-chrome (figure I.2. A) montre que l'existence de l'austénite (γ) est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle γ » ; ce domaine est d'autant plus faible que la teneur en chrome est élevée. Cela est dû à un phénomène d'isomorphisme : le chrome, élément alpha gène favorise la ferrite à réseau cubique centrée. L'ajout de carbone au système fer-chrome peut élargir la boucle (γ).

Dans la partie du diagramme au-dessous de 850°C (figure I.2. B), apparaît une nouvelle phase appelée phase sigma (σ) de structure quadratique complexe et de teneur massique en chrome comprise entre 45 et 50%. Pour les aciers contenant moins de 25% en chrome et portés à des températures au-dessous de 820°C, la phase sigma se décompose donnant naissance à des précipités fins de deux nouvelles phases (α) et (α'). Cela implique un effet de durcissement structural qui peut entraîner une fragilisation importante suivant une cinétique relativement lente. La phase intermétallique sigma réputée d'être une source de fragilité, peut donc se former lors des maintiens de longues durées (plusieurs dizaines d'heures) et à des températures assez basses [2 ,3].

A



B

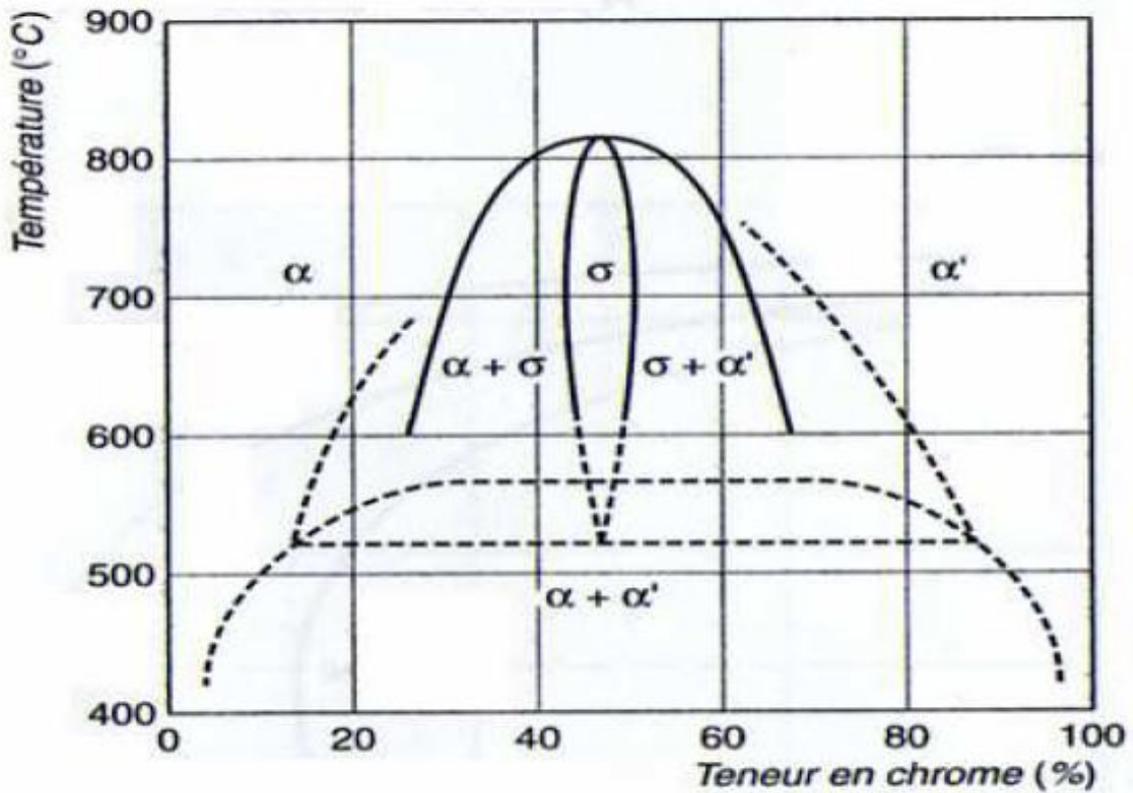


Figure I.2: Diagramme d'équilibre binaire fer – chrome [3].

I.2.2 Diagramme fer-carbone (Fe-C)

Le carbone est l'élément non métallique indispensable à tous les aciers. Le diagramme Fe-C est bien connu (figure I.3) et présente, à l'état solide, le polymorphisme du fer. Il s'agit d'un élément gamma gène puissant qui favorise très fortement le domaine de la solution solide d'insertion du carbone dans la structure austénitique du fer. Pour des raisons de résistance à la corrosion, la teneur en carbone des aciers inoxydables est dans la plupart des cas maintenue très basse. Le carbone est majoritairement en solution. La solubilité maximale du carbone dans l'austénite est de l'ordre de 2% à la température du palier eutectique alors qu'elle est moindre à 0,1% dans la ferrite α (palier eutectoïde) et dans la ferrite δ (palier péritectique).

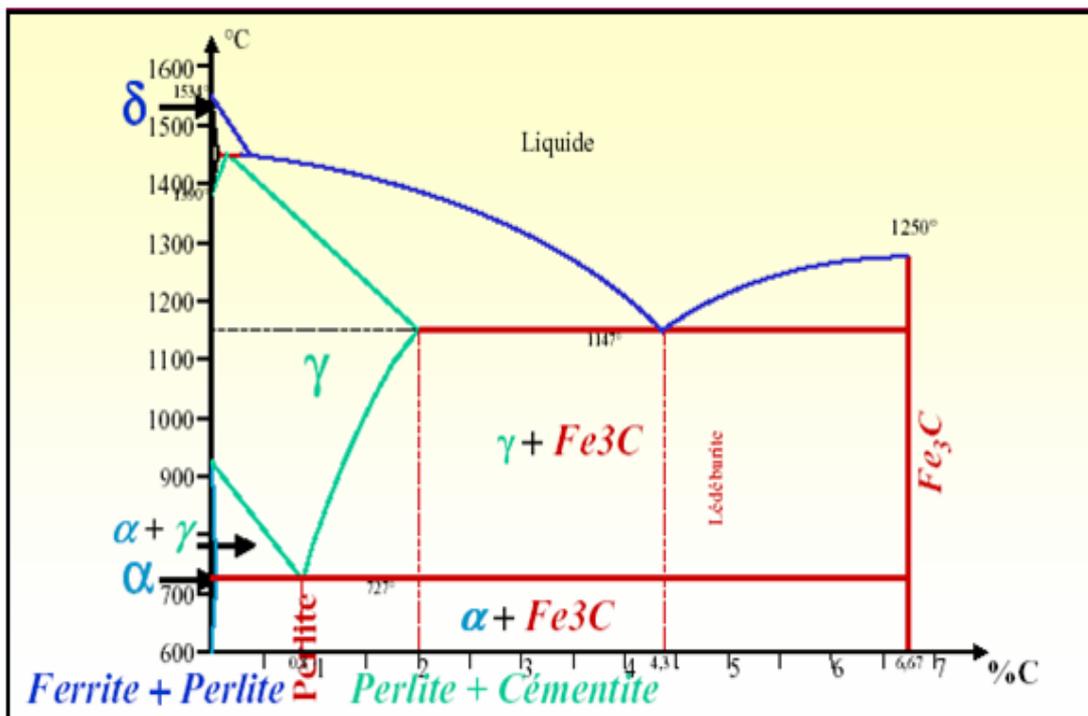


Figure I.3 : Diagramme d'équilibre Fe-C [4].

I.2.3 Diagramme fer-nickel (Fe-Ni)

Le Nickel est de structure cubique à faces centrées, donc il favorise le domaine austénitique (figure I.4). Pour les fortes teneurs en Nickel, la structure est monophasée (austénitique) à température ambiante, tandis que pour des teneurs faibles (< 5 à 6%) la structure peut être ferritique. Entre ces deux teneurs, la structure est biphasée austénoferritique suite à un refroidissement lent à partir du domaine austénitique.

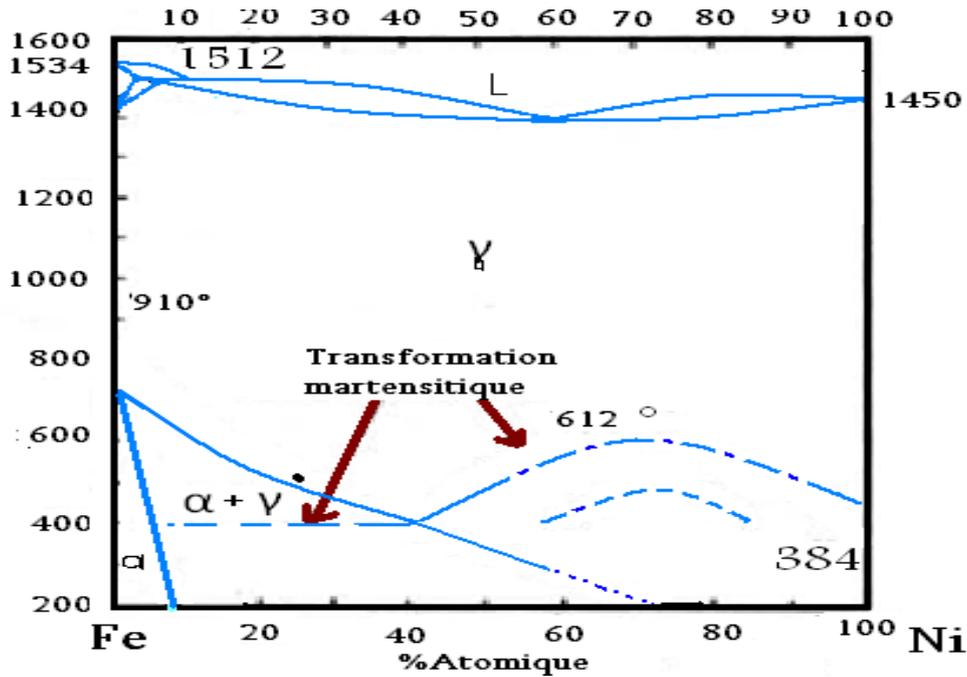


Figure I.4: Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni [5].

I.2.4 Système Fe-Cr-Ni

Le nickel, élément gamma gène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La Figure I.5 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel.

L'effet gamma gène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone.

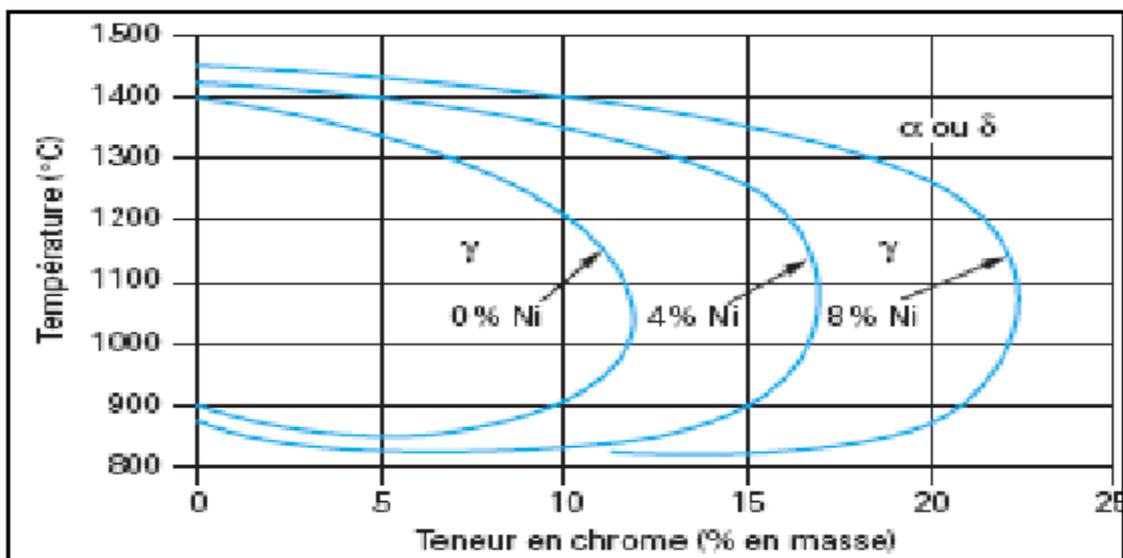


Figure I.5 : système Fe-Cr-Ni [2].

I.3 Influence des autres éléments d'alliages

❖ Le carbone et l'azote

Le carbone et l'azote, deux éléments fortement gamma gènes, contribuent à stabiliser l'austénite. Cet effet de stabilisation est montré sur la Figure I.6.

La solubilité de carbone diminue lorsque la température décroît et une certaine proportion de carbone précipite lentement sous forme de carbures riches en chrome $Cr_{23}C_6$ qui sensibilise l'acier à la corrosion inter granulaire. L'azote associé à une basse teneur en carbone permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion inter granulaire [6].

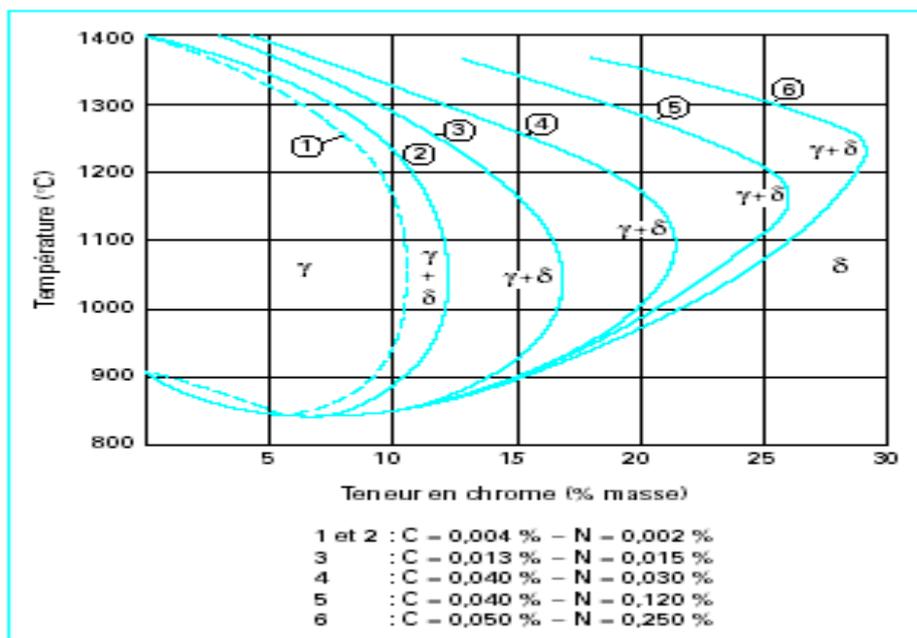


Figure I.6. L'influence du carbone et l'azote sur la boucle γ [2].

❖ Le chrome

Élément essentiel à tous les aciers inoxydables qui favorise leur résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et à l'oxydation à haute température. Il améliore aussi leur résistance mécanique. Cet élément est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable [2].

❖ Le nickel

Élément gamma gène qui stabilise l'austénite à toutes les températures, favorisant ainsi leur mise en œuvre par déformation plastique. Il assure aux aciers inoxydables leur caractère

Chapitre I: REVUES BIBLIOGRAPHIQUE

amagnétique indispensable à un élément prothétique. Cet élément permet de réduire l'aptitude de l'austénite à la transformation martensitique lors d'un écrouissage, par exemple [2].

❖ **Le manganèse**

Bien qu'il soit gamma gène tient un rôle alpha gène au-delà de 7% renforçant ainsi leur résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides [2].

❖ **Le molybdène**

Souvent ajouté à des teneurs comprises entre 2 et 5%, améliore la résistance à la corrosion dans différents milieux corrosifs sauf dans les milieux nitriques bouillants [2].

❖ **Le vanadium**

Élément alpha gène, il élève la résistance mécanique à chaud [6].

❖ **Titane**

C'est un formateur de ferrite. il se combine dans les aciers Ferritiques et austénitiques avec le carbone pour former un carbure de titane et avec l'azote pour former un nitrure de titane dont l'expérience rend l'acier insensible à la corrosion inter cristalline [7].

❖ **Niobium**

Il s'agit d'un formateur de ferrite. il se combine également avec le carbone dans les aciers Cr au Cr Ni et s'oppose à la corrosion inter granulaire [7].

Le tableau I.1 résume l'influence des éléments d'alliages sur les propriétés des aciers inoxydables.

Chapitre I: REVUES BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.1 : les éléments d'alliages et leurs effets sur les propriétés des aciers inoxydables [2].

Eléments	Teneur (%massique)	Effets sur les propriétés d'emploi
Chrome	10-30	Alphagène. Essentiel à la tenue à la corrosion générale et localisée dans la plupart des milieux. Améliore la tenue à l'oxydation à haute température.
Molybdène	≤ 7	Alphagène. Améliore la tenue à la corrosion localisée. Augmente la résistance au fluage. Augmente la résistance à la fissuration à chaud du soudage
Titane Niobium	≤ 1	Alpha gènes. Accroissent la résistance à la corrosion inter-cristalline en piégeant le carbone libre. Parfois utilisés comme éléments durcissant. Le niobium accroît le risque de fissuration à chaud au soudage.
Nickel	0-50	Gammagène. À teneur élevée, augmente la résistance à la corrosion sous contrainte. Améliore la résilience à basse température.
Azote	< 0.5	Gammagène. Améliore les propriétés mécaniques. Retarde la précipitation de phases intermétalliques dans les aciers à haute teneur en chrome et molybdène. Stabilise la structure austénitique lors de cycles thermiques courts. Améliore la résistance à la corrosion localisée.
Cuivre	< 3	Gammagène. Diminue l'écrouissabilité. Améliore la tenue en milieu sulfurique.

I.4 Classification des aciers inoxydables

La classification des aciers inoxydables dépend essentiellement de leur structure métallurgique qui est : austénitique (cubique à faces centrées), ferritique (cubique centrée), ou martensitique (hexagonale centrée ou cubique centrée).

I.4.1 Les aciers inoxydables martensitiques

Ils sont représentés par les nuances à 13% Cr ayant une teneur en carbone suffisante (>0.08) pour pouvoir être entièrement austénitiques. Les aciers inoxydables martensitiques ont un comportement comparable à celui des aciers de traitements thermiques classiques. Leurs trempabilités sont excellentes : la vitesse de refroidissement critique martensitique correspond à un refroidissement à l'air [9].

Ils sont magnétiques; sensibles à la trempe et au revenu comme les aciers pour traitement thermique; fragiles au-dessous de 400°C ; mise en œuvre difficile [10].

Les propriétés d'emploi des aciers martensitiques au chrome, qui se différencient de tous les autres groupes d'aciers inoxydables par leurs hautes duretés et leurs valeurs de résistance mécanique élevées, dépendent fortement de l'état structural obtenu après traitement thermique et varient dans une large mesure [11].

I.4.2 Les aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par le fait que leurs structures restent ferritique dans tout l'intervalle de température, c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$, ils sont magnétiques; insensibles à la trempe; sensibles au grossissement des grains à chaud [10, 12]. Aujourd'hui, pratiquement la teneur en Cr dans les aciers ferritiques est comprise entre 13 et 30% et le carbone est inférieur à 0.10%, Ils ne contiennent pas de nickel. On préfère additionner ceux qui stabilisent la Ferrite comme par exemple le Mo pour améliorer la résistance à la corrosion. Pour des résistances à la corrosion élevées les aciers inoxydables ferritiques sont élaborés avec des teneurs en C et N extrêmement basses [11].

I.4.3 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Dans la structure à la température ambiante est mixte ; c'est-à-dire, elle est constituée par un mélange des grains de ferrite et des grains d'austénite. Pour obtenir les aciers austénitiques, nous avons refroidi une composition du domaine austénitique à 1 100 °C. Supposons que l'on fasse la même opération à partir du domaine biphasé α - γ pour des compositions du même ordre. La phase γ reste métastable pour les mêmes raisons, la phase α est inchangée. On obtient donc une structure mixte ($\alpha + \gamma$) métastable identique à celle à l'équilibre aux hautes températures. La proportion de phase peut donc être directement déterminée par le diagramme de Pryce et Andrew figure I.7. Les nuances austéno-ferritiques développées industriellement sont équilibrées pour contenir entre 40 et 60 % de ferrite [12].

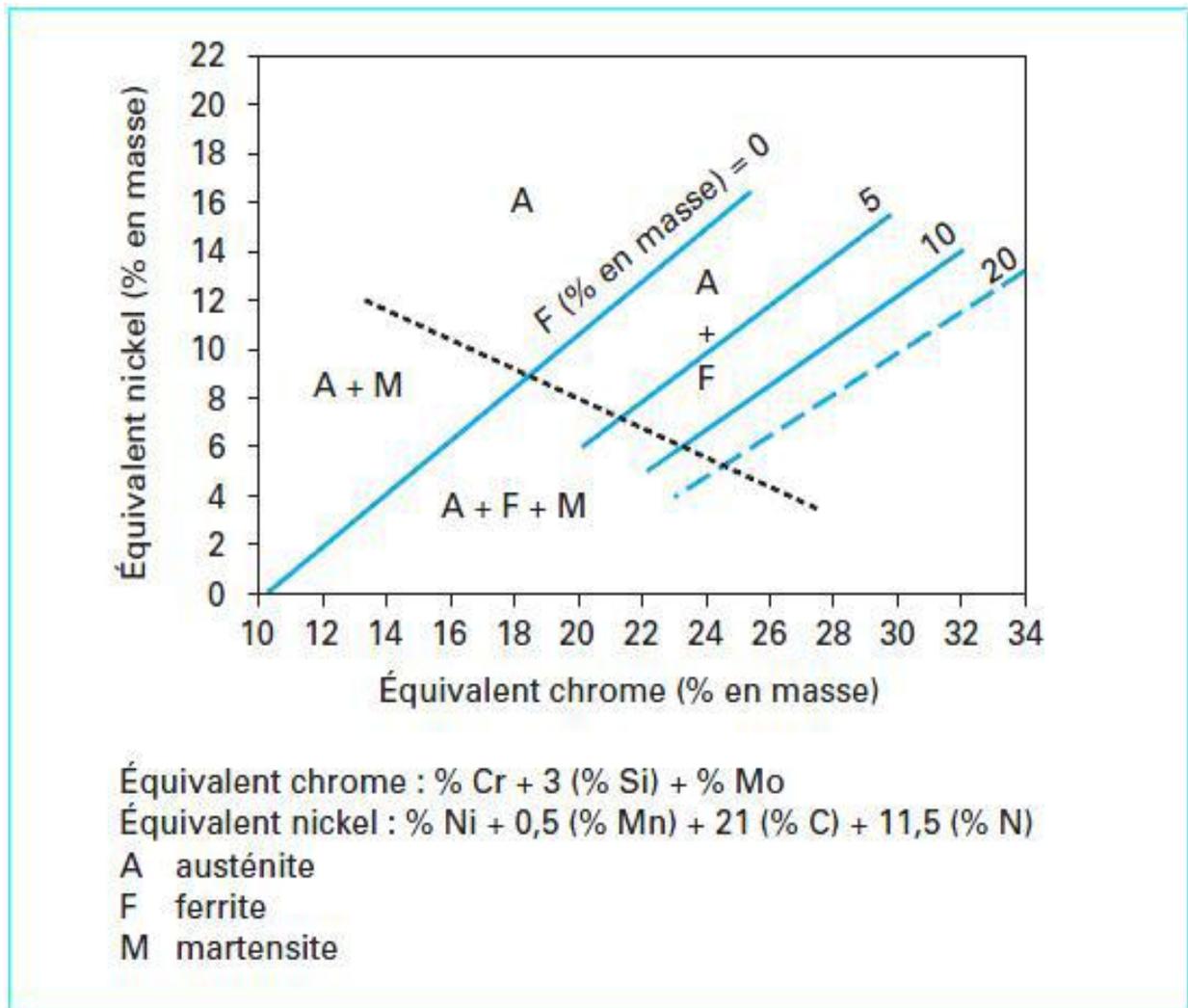


Figure I.7. Diagramme de Pryce et Andrews donnant la Structure des aciers inoxydables [2].

I.5 Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques ont deux caractéristiques métallurgiques principales : Ils contiennent suffisamment de chrome pour conférer le caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gamma gènes, comme le nickel, pour leur conférer leurs structures (cubique à faces centrées). Il s'agit des solutions solides obtenues par hypertrempe depuis une température de l'ordre de 1100°C [11]. Ils se caractérisent par leur haute résistance à la corrosion chimique, à l'ambiante qu'aux températures élevées. Ils sont les alliages de base pour l'élaboration d'un grand nombre d'aciers réfractaires et d'aciers inoxydables [13]. Ils ne peuvent pas être durcis par trempe à température ordinaire. Quelle que soit la vitesse de refroidissement, l'austénite ne se transforme pas en martensite. Par déformation à froid certains aciers inoxydables austénitiques moins stables subissent une transformation martensitique partielle [2].

Chapitre I: REVUES BIBLIOGRAPHIQUE

Le tableau I.2 résume les principales nuances de ces quatre familles et leurs propriétés.

Tableau I.2 : Principales classes d'aciers inoxydables [8].

Classe d'acier inoxydable	Martensitique	Ferritique	Austénitique	Austéno-ferritique (Duplex)
Composition chimique	C% ≤ 1,2 ; 11,5 ≤ Cr% ≤ 18 ; Ni% ≤ 6 ; Mo% ≤ 1,5.	Alliage Fe-Cr ou Fe-Cr-Mo. 11 ≤ Cr% ≤ 30. Aucune addition en Nickel.	Environ 18% Cr ; 7 ≤ Ni% ≤ 12 ; C% ≤ 0,05 ; Mo % ≤ 3.	20 < Cr% < 25. 4 < Ni% < 8
Principales nuances	410 (X12Cr13)	430 (X6Cr17)	304 (X5CrNi18-10)	2205 (X2CrNiMoN22-5-3)
Propriétés mécaniques	- Dureté élevée ; - Elasticité élevée ; - Bonne trempabilité.	- Elasticité assez bonne ; - Dureté faible.	Bonne résistance à la rupture ; - Elasticité faible ; - Ductilité et ténacité Exceptionnelles	Bonne résistance à la rupture ; - Elasticité faible ; - Ductilité et ténacité exceptionnelles
Propriétés physiques	- Faible dilatation thermique.	- Faible dilatation thermique ; - Alliages ferromagnétiques.	- Haute dilatation thermique.	Bonne dilatation thermique ; - Haute résistivité électrique.
Domaines d'utilisation	- Equipement pour l'industrie ; - Coutellerie.	- Electroménager ; - Echappement de véhicules automobiles ; - Tubes échangeurs de chaleur.	- Industrie pétrochimique, agroalimentaire et pharmaceutique ; - Organes de sécurités pour l'industrie automobile.	- Réacteurs chimiques ; - Tubes destinés au transport des fluides.

La structure du réseau cristallin des aciers inoxydables austénitiques permet de obtenir des alliages présentant une faible susceptibilité magnétique, malgré la proportion en éléments ferromagnétiques. La teneur en carbone est inférieure à 0,15%. Ces aciers sont ductiles, résistants aux chocs. A partir de 20% de nickel, on obtient une augmentation de la résistance à la corrosion sous tension. Leur résistance à la corrosion est excellente même à la haute température. Ces aciers sont utilisés dans les industries chimiques, alimentaires,

Chapitre I: REVUES BIBLIOGRAPHIQUE

pharmaceutiques, automobiles et papetières. La nuance la plus connue est le 18/8 (ou 304) utilisé dans la plupart des applications alimentaires. Pour des applications plus nobles, on a généralement recours au 316L dopé à l'azote. L'austénite, phase hors d'équilibre à l'ambiante peut se transformer au cours du temps en martensite par des sollicitations mécaniques. Les nuances qui subissent ce phénomène sont connues sous le nom "aciers maraging" (transformation en martensite par vieillissement) [14]. Le tableau I.3 donne l'intervalle de composition chimique des aciers inoxydables austénitiques.

Tableau I.3: L'intervalle de composition chimique des aciers inoxydables austénitiques.

élément	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	N	Fe
%(en masse)	<0,15	16-30	4-22	0-2	0-3	0-4	0-0,4	balance

I.5.1 Les principaux types d'aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques sont classifiés de la façon suivante :

- Les nuances de base du type 18-10 contenant 0,02 à 0,15% de carbone, plus ou moins sujettes à la sensibilisation à la corrosion inter granulaire selon leur teneur en carbone.
- Les nuances dites stabilisées vis-à-vis de la sensibilité à la corrosion inter granulaire 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 de l'azote.
- Les nuances où le manganèse est substitué en partie au nickel.
- Les nuances à résistance à la corrosion générale améliorée par addition de molybdène et parfois de cuivre.
- Les nuances plus résistantes à l'oxydation à chaud grâce à une addition de N, Mo, W, V, Ti, Nb et B.
- Les nuances pour électrodes de soudage.

- Les nuances à usinabilité améliorée par addition de soufre, de sélénium, de cuivre,... [15].

I.5.2 Désignation des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables sont définis comme des aciers titrant plus de **10-11%** de chrome, moins de **1,2 %** de carbone et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliage (NF EN 10 088-1). Il s'agit donc d'aciers spéciaux très alliés. Selon la norme européenne, leur dénomination commence par la lettre X suivie de la teneur en carbone multipliée par **100**, des principaux éléments d'alliage et de leur concentration en pour-cent (par exemple X6CrNi18 10).

La désignation américaine AISI (American Iron and Steel Institute) est moins intuitive car il n'existe aucun rapport direct entre la désignation des différentes nuances et leur composition chimique. Il y a deux grandes familles pour désigner les aciers inoxydables austénitiques, les séries **AISI 300** dont les nuances sont dérivées de la composition initiale type **18Cr-8Ni** et les séries **AISI 200** qui correspondent principalement aux aciers à l'azote.

I.6 AISI 304

Acier inoxydable austénitique avec une résistance à la corrosion moyenne. La tolérance large en carbone présente un certain risque de formation de carbures de chrome aux joints de grains lors des traitements thermiques, diminuant ainsi la résistance à la corrosion inter granulaire [16].

I.6.1 Composition chimique

Le tableau I.4 donne la composition chimique de 304 selon la norme américaine AISI.

Tableau I.4 : composition chimique d'un AISI 304.

C	SI	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	autres
<0.07	<1.00	<2.00	<0.045	<0.015	17.0-19.5	-	8.0-10.5	N<0.11

I.6.2 Mise en œuvre

Cet acier se forme facilement à froid (pliage, estampage, emboutissage). Cependant son taux d'écrouissage très important nécessite des équipements adaptés. L'écrouissage a pour conséquence de rendre cet acier légèrement magnétisable. Lorsque cet acier est maintenu à des températures entre 500°C et 900°C, il y a précipitation de carbures de chrome aux joints

de grains, ce qui diminue de manière catastrophique la résistance à la corrosion intergranulaire. Un recuit consécutif est nécessaire pour dissoudre ces carbures, avec un refroidissement suffisamment rapide pour éviter une nouvelle précipitation. Une trempe est recommandée quelle que soit la dimension des pièces [16].

I.6.3 Application

Cette nuance convient aux sites ruraux et urbains, ou sites industriels peu pollués. Un rinçage régulier des surfaces exposées est recommandé afin de maintenir une bonne apparence pour les composants architecturaux.

I.7 Précipitation

La structure austénitique des aciers inoxydables est une structure métastable obtenue par hypertrempe depuis des températures supérieures à 1000°C. Une forte proportion des éléments d'alliage est en sursaturation dans la matrice. Il s'en suit lors de revenu ou d'une application en température que ces éléments solutés tendent à précipiter. Les éléments Fe, Cr, Mo, N et C sont les principaux constituants des précipités.

Les processus de précipitation se produisent sur une large période et de nombreuses phases peuvent apparaître (figure. I.9). La température, le temps et la composition chimique de l'alliage ont des influences très significatives. Les précipités formés dans l'intervalle de température **500 – 650°C** sont principalement les carbures Cr_{23}C_6 alors qu'à plus haute température des intermétalliques apparaissent (phases σ , χ et de Laves η) [17].

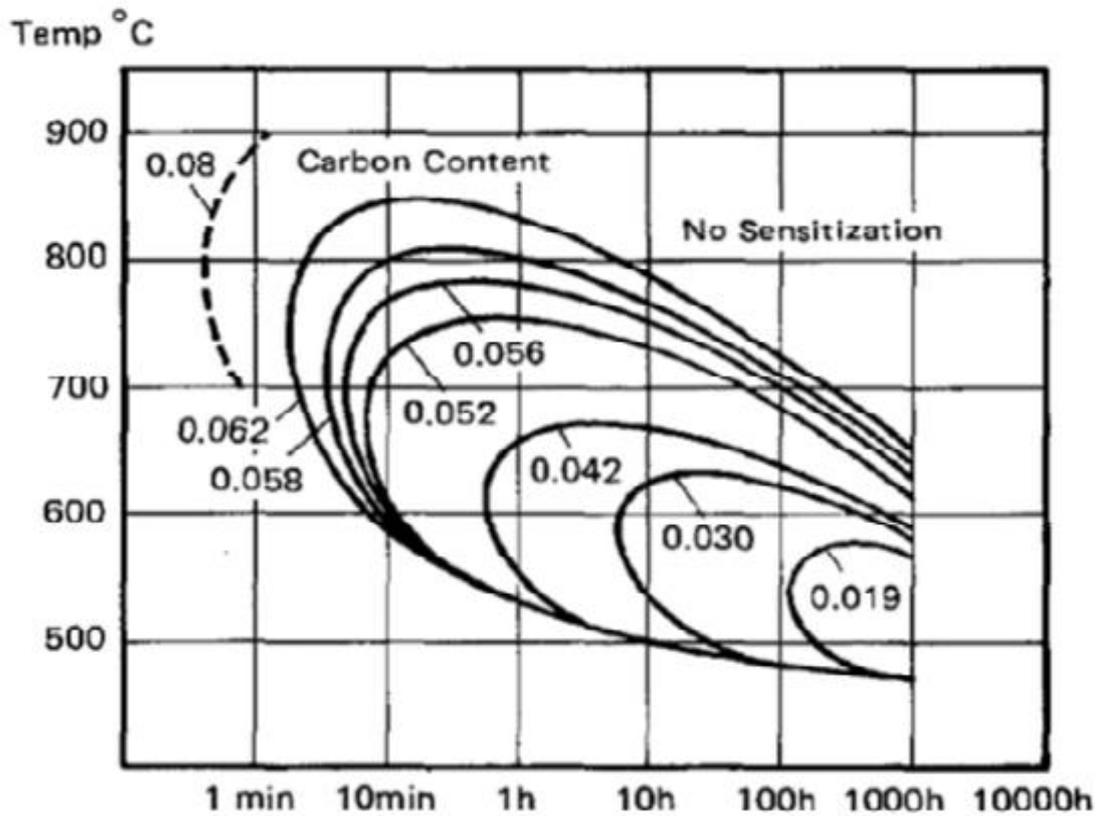


Figure I.8 : Diagramme TTP d'un AISI 304[18].

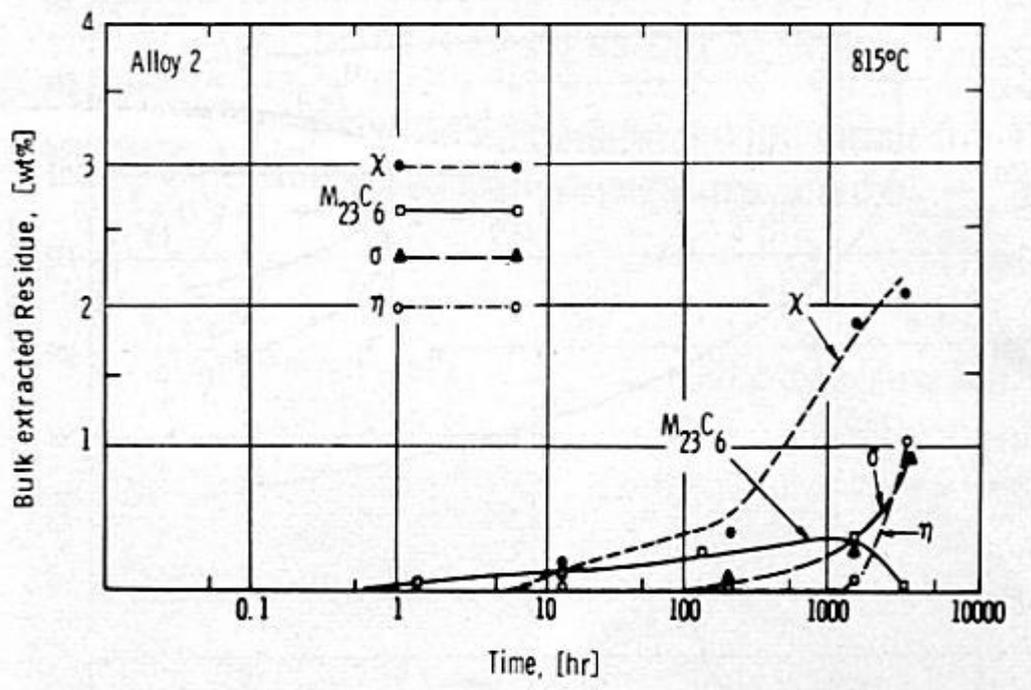


Figure I.9 : quantités de précipités dans l'acier 316 L [19].

I.7.1 Précipités et ferrite δ

Le carbure $M_{23}C_6$ est le principal carbure de tous les aciers inoxydables non stabilisés. Sa présence est souvent associée à des risques de corrosion inter granulaire. L'écriture $M_{23}C_6$ est la formulation générale du carbure $Cr_{23}C_6$, les éléments Fe et Mo pouvant se substituer au chrome et les éléments et au carbone [20]. Il s'agit du premier précipité à se former dans les aciers inoxydables non stabilisés quelque soit la température. La cinétique de précipitation de ce carbure est contrôlée par la vitesse de diffusion du chrome qui est très rapide dans la gamme de température 600-900°C. La séquence de précipitation des composés $Cr_{23}C_6$ suit l'ordre joints de grains, parois de macles incohérentes puis cohérentes et enfin dans les grains, parfois autour d'inclusions [21]. Lorsque de la ferrite est présente dans l'austénite, la précipitation du carbure $Cr_{23}C_6$ débute initialement aux interfaces α/γ .

La figure I.10 montre la facilité de précipitation de ces carbures aux interfaces α/γ et aux joints de grains, alors qu'au moins une décade de temps est nécessaire aux autres sites de germination [17].

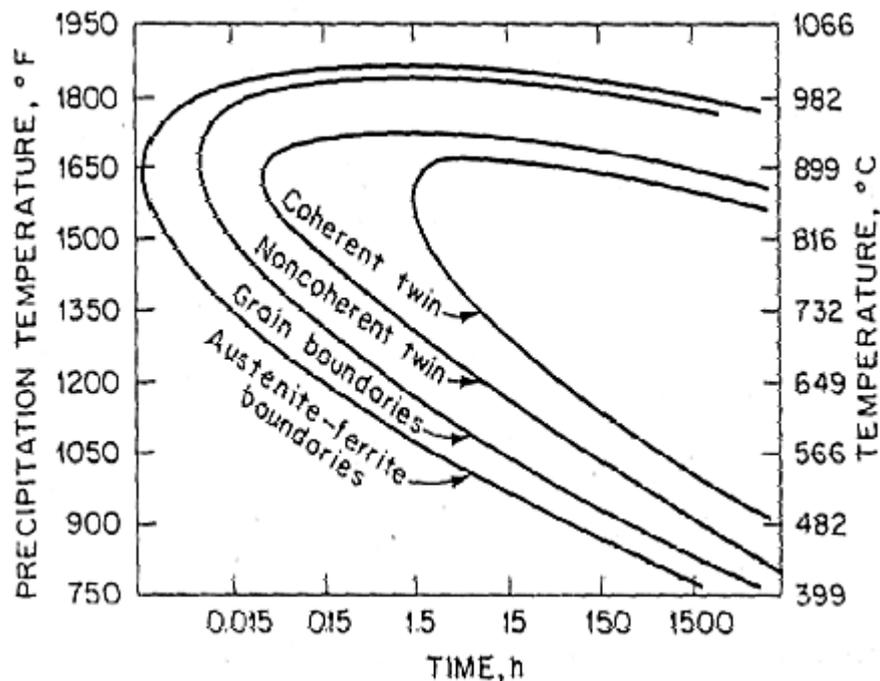


Figure I.10 : Cinétique de précipitation isotherme des carbures $Cr_{23}C_6$ d'un AISI 304 [13].

I.7.2 La phase σ

La phase σ est un intermétallique de composition nominale FeCr. Il s'agit une phase dure et fragile que l'on cherche en général à éviter, sa précipitation étant associée à une fragilisation. A l'équilibre, la composition chimique de la phase σ dans un acier austénitique 25-20 est $\text{Cr}_{23}\text{Fe}_{23}\text{Ni}_4$.

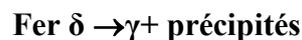
Les éléments α -gènes sont connus comme ayant un effet stigmatisant et le silicium en accélère en plus la cinétique de précipitation. Au contraire, le carbone et l'azote, éléments γ -gènes puissants, inhibent sa formation alors que le manganèse n'a pas d'effet sur celle-ci [13].

I.7.3 La phase χ

La phase χ est un intermétallique mineur principalement observé dans les aciers au Mo du type AISI 316 aux alentours de 750°C et pour des durées élevées. Sa composition nominale est $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ mais cette phase tolère de larges variations de composition, le nickel pouvant notamment se substituer au fer. Les sites de nucléation de la phase σ sont tout d'abord les joints de grains, les parois de macles et, occasionnellement, dans les grains sur les dislocations. Il apparaît que cette phase peut fréquemment croître depuis les carbures Cr_{23}C_6 qui se décomposent après le longs maintient à haute températures [20].

I.7.4 La ferrite δ

La ferrite δ résiduelle possède des concentrations en chrome et en éléments α -gènes plus importantes que celles de la matrice austénitique et, du fait de sa structure, la vitesse de diffusion de ces éléments y est plus rapide. Lors d'un recuit, cette phase peut se décomposer en austénite, phase thermodynamiquement la plus stable, et en une grande variété de composés selon la réaction :



Ces composés sont principalement les carbures M_{23}C_6 . En fonction de la température, les intermétalliques σ et χ peuvent également se former mais en moindre quantité car leur cinétique est plus lente [22].

D'autre part, l'interface α/γ présente la plus haute énergie et donc la précipitation des différents précipités précédents débute en général à cette interface.

CHAPITRE II
TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Le travail expérimental de notre projet consiste à réaliser des traitements thermiques, des essais de traction, des essais de résilience et des observations métallographiques sur l'acier inoxydable austénitique.

II.1. Acier étudié

L'acier étudié est une nuance d'acier inoxydable austénitique désigné par AISI 304 selon la norme américain et par X5CrNi18-10 selon la norme française. Le matériau de départ est sous forme d'une barre de section $10 \times 10 \text{ mm}^2$.

Sa composition chimique selon la norme américaine est donnée dans le tableau II.1

Tableau II.1 : Composition chimique massique de l'acier 304 (AISI).

Eléments	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Al	N	Ti	Nb
%(masse)	0,048	0,534	0,882	8,4	18,24	0,16	0,0006	0,02	****	0,059	0,001	0,018

II.2. Traitements thermiques

Dans le but de provoquer les précipitations et de mettre en solution les phases, nous avons opté pour deux type de traitement thermiques. Ces traitements sont réalisés dans un four à résistance électrique.

II.2.1. Traitement de mise en solution (hypertrempe)

Ce traitement consiste en un maintien des éprouvettes (en nombre de 7) à haute température (de 1 000 à 1 150 °C), exactement à 1020°C, pendant 2 heures qui correspond au domaine austénitique suivi d'un refroidissement rapide dans l'eau jusqu'à température ambiante. Ce traitement a pour but d'obtenir à l'ambiante une phase austénitique homogène en transformant les microstructures ferritiques(α) en austénite(γ) et aussi faire dissoudre des carbures dans l'austénite.

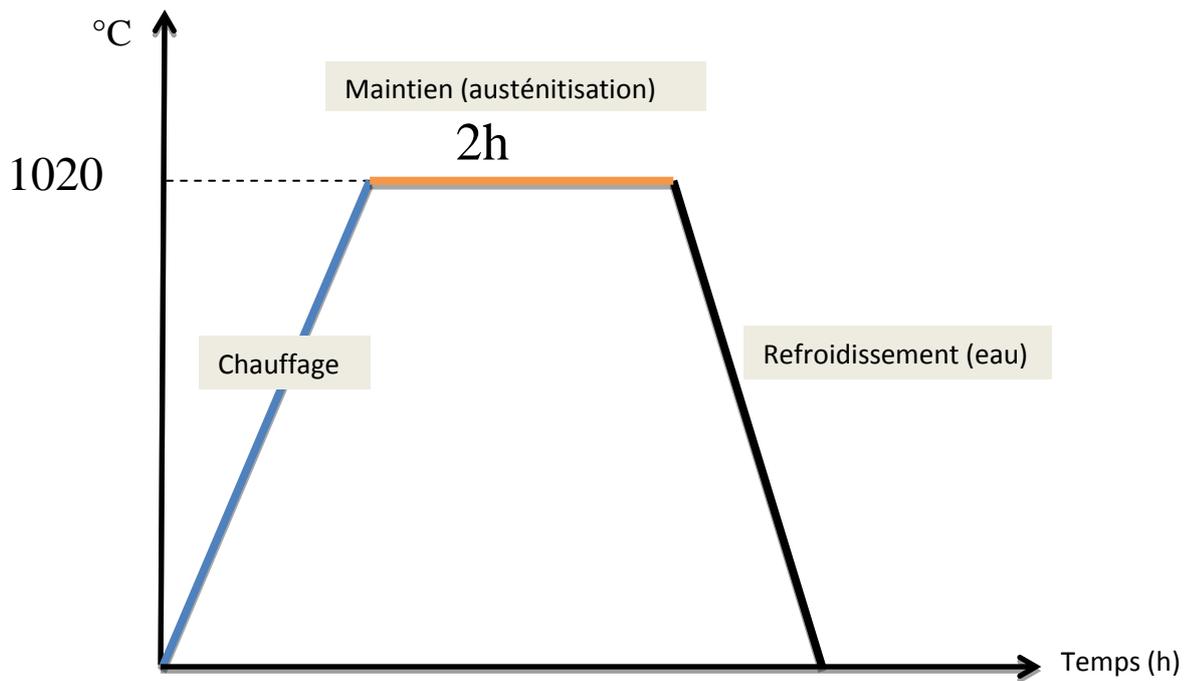


Figure II.1 : Traitement thermique de mise en solution (hypertrempe) à 1020°C.

II.2.2. Revenu

Le revenu consiste à chauffer des échantillons qui viennent d'être trempés à une température inférieure au point de transformation, à les maintenir à cette température pendant un temps donné, puis à les refroidir à l'eau. Le revenu a pour but d'éliminer les contraintes résiduelles provenant de la trempe, faire évoluer une structure hors d'équilibre à un état proche d'équilibre et aussi pour obtenir des propriétés mécaniques requises.

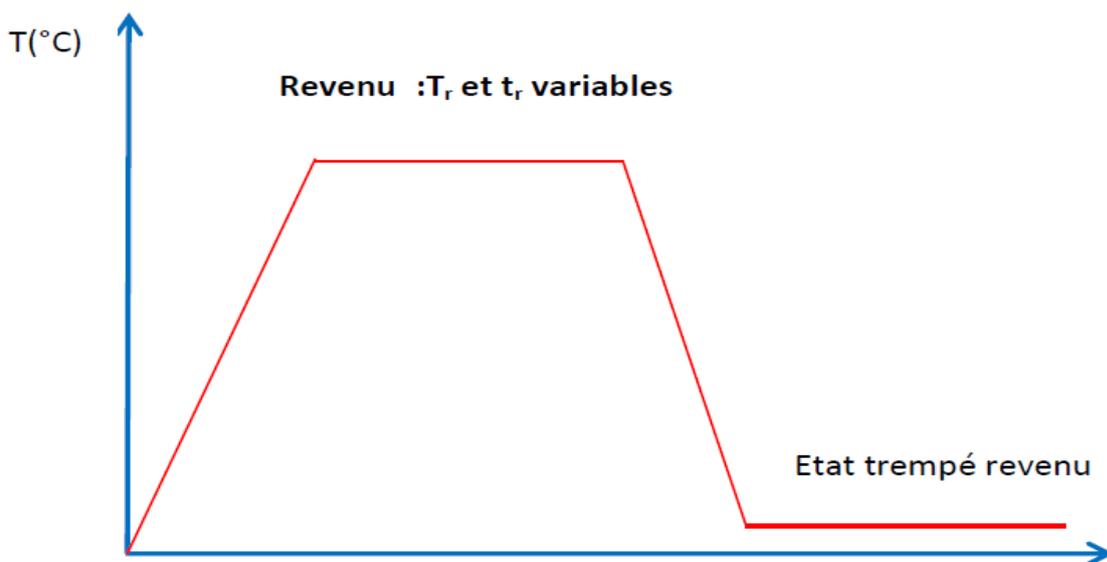


Figure II.2 : traitement thermique de revenu.

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Les revenus ont été effectués sur 6 éprouvettes à une température de 700°C a des temps du maintien différents (1h, 3h, 5h, 7h, 9h, 11h) en laissant une éprouvette hypereu trempée sans revenu pour faire la comparaison.

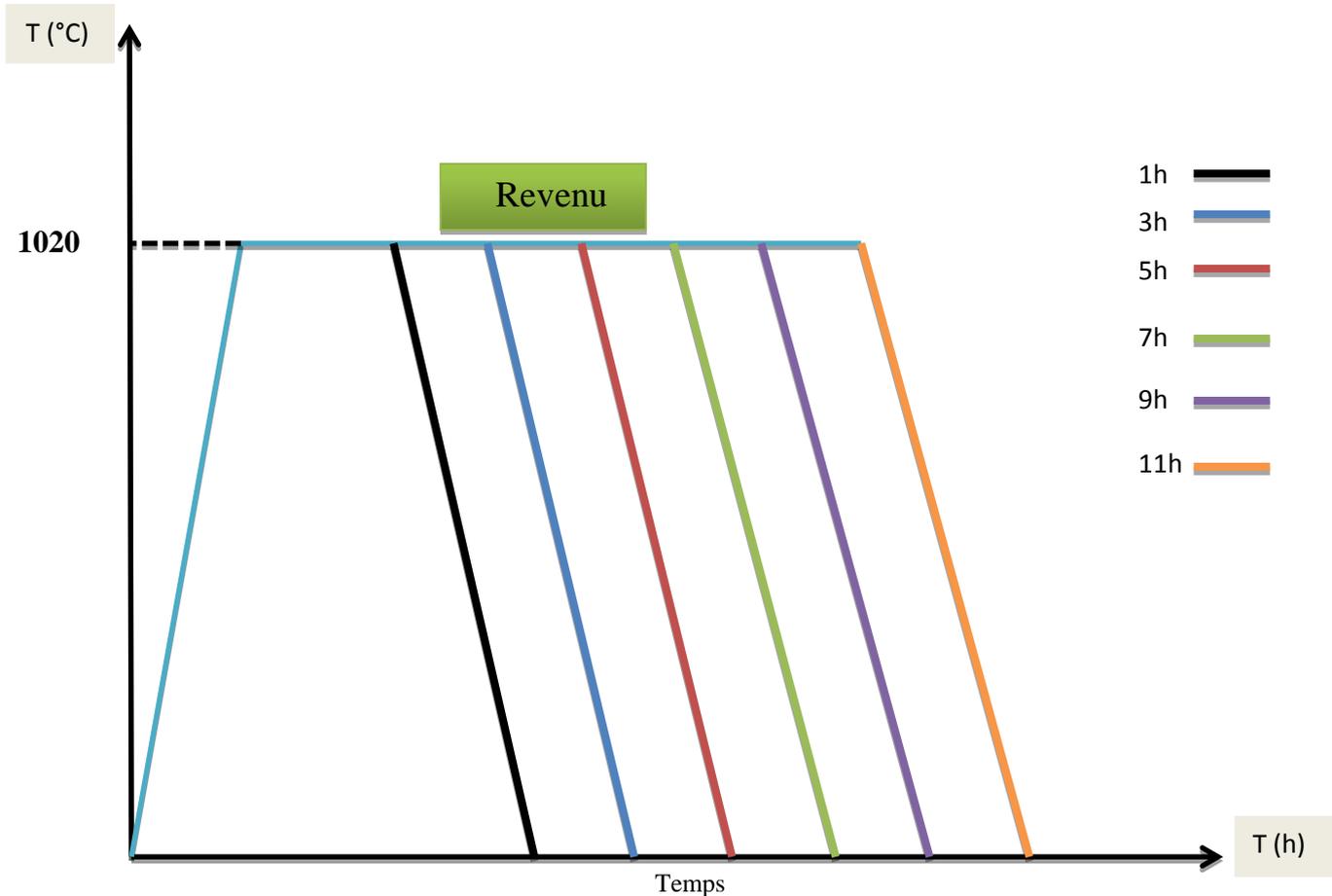


Figure II.3 : schéma qui montre les différentes durées de maintien de revenu réalisés à une température de 700°C.

II.3. Caractérisation mécanique

La caractérisation des lois de comportement des matériaux sur une plage de vitesses importante implique d'utiliser des techniques variées, avec des précautions propres à chacune d'entre elles. Pour cela les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux.

II.3.1. Essai de traction

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette à un effort progressif et croissant jusqu'à la rupture de cette éprouvette d'essai. Cet essai est réalisé à l'aide d'une machine qui enregistre les efforts. Elle permet de caractériser les propriétés mécaniques d'un

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

matériau ductile. Nos essais de traction ont été réalisés au laboratoire Génie civil de l'UMMTO. La figure II.4 montre la machine d'essais universels utilisée pour l'exécution de nos essais de traction. Elle est de marque ibertest d'une capacité de 200 KN.

Cette machine est équipée d'un micro-ordinateur relié (figure II.5), qui permet directement de déterminer la limite élastique R_e , la résistance à la traction R_m , l'allongement total A_t % et l'allongement reparti (à la force maximale) A_r %.



Figure II.4 : machine de traction utilisée pour l'exécution de nos essais.

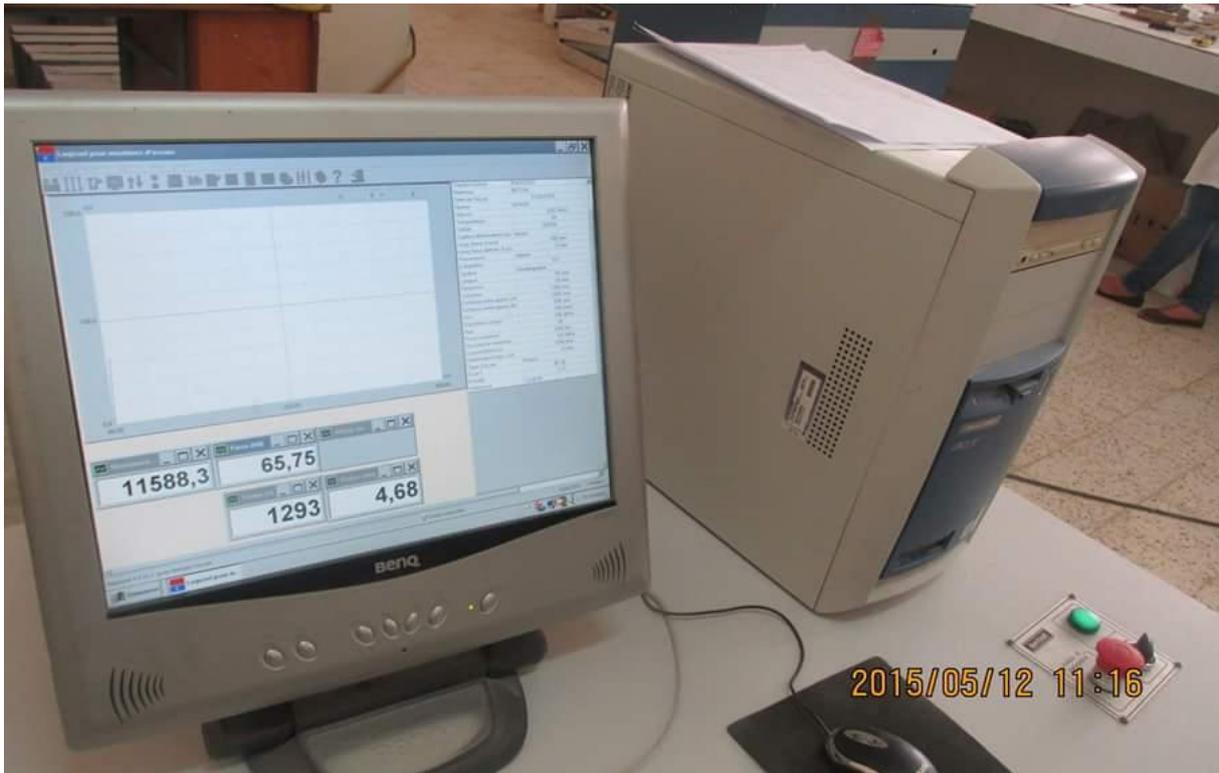


Figure II.5 : le micro-ordinateur équipé d'un logiciel (ebertest) relié à la machine pour l'acquisition et l'exploitation des données.

II.3.1.1. Eprouvette

Les éprouvettes de traction adoptent deux géométries : cylindrique ou plate. La section doit être constante sur une longueur suffisante pour obtenir un état de contrainte homogène pendant l'essai. Aux deux extrémités sont usinées des têtes d'amarrage avec des rayons de courbures suffisamment grands pour éviter des concentrations de contrainte excessives. Dans le cas des éprouvettes plates, le centrage de l'éprouvette peut devenir problématique si des trous calibrés ne sont pas percés dans les têtes [23].

Dans notre cas il s'agit d'une éprouvette circulaire avec des extrémités carrés dont les dimensions sont données dans la figure II.6

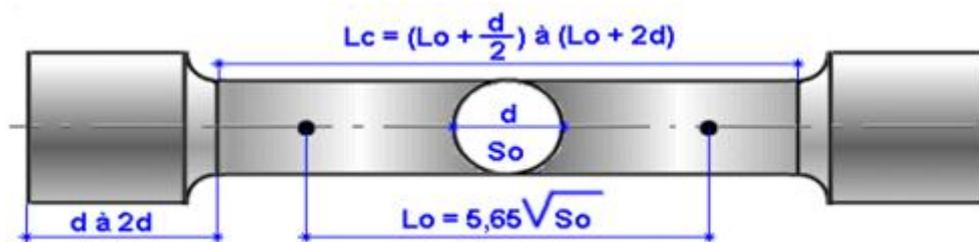


Figure II.6 : schéma d'une éprouvette de traction cylindrique.

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

$L_0 = k\sqrt{S_0} = 102 \text{ mm}$.dans notre cas on a pris $k=8,16$.

L_c : longueur calibrée égale à 122 mm.

L_t : longueur totale égale à 155 mm.

d : diamètre initial égale à 8 mm.

La figure II.7 montre notre éprouvette de traction avant et après l'exécution de l'essai traction.



Figure II.7 : éprouvette de traction :A) avant essai B) après essai.

II.3.1.2. Condition de l'essai de traction

La vitesse de l'exécution de l'essai était de 10 mm /min, la charge appliquée était égale à 200MPa et la température de l'essai était de l'ordre de 20°C.

II.3.1.3. Exploitation de l'essai de traction

La figure II.8 montre le diagramme conventionnel typique de traction. En trace la charge unitaire $R=F/S_0$ avec F la charge appliquée et S_0 la section initiale de l'éprouvette, en fonction de l'allongement relatif $e= (L_u-L_0) /L_0$.

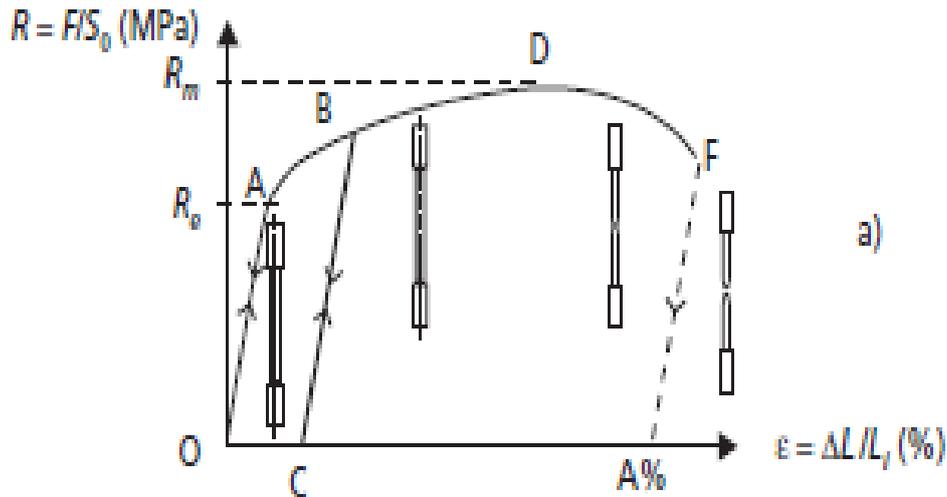


Figure II.8 : courbe de traction conventionnelle [26].

- Le point A est la **limite d'élasticité** (ou résistance élastique à la traction) :

$$R_e = \frac{F_e}{S_0}$$

- Le point B correspond à la charge maximale ; il est appelé **résistance à la traction** ou résistance à la rupture (bien qu'il n'y ait pas encore rupture) ;

$$R_m = \frac{F_r}{S_0}$$

C'est la charge maximale atteinte durant l'essai de traction. A partir de ce point, la déformation commence à se localiser sous forme de striction, ce qui explique la décroissance de l'effort nécessaire aux déformations au-delà du point B.

- Le point C correspondant, lui, à la charge ultime.

Après rupture de l'éprouvette et reconstitution de celle-ci, on mesure L_u et S_u respectivement longueur entre repères et section minimale ultimes.

- L'allongement relatif total ou A pour cent de l'éprouvette est l'allongement de rupture :

$$A (\%) = 100 \cdot (L_u - L_0) / L_0$$

Où L_u est la longueur de l'éprouvette après rupture. Il caractérise la ductilité du matériau.

- La striction est la réduction de section maximale de l'éprouvette rompue c'est-à-dire dans la section de rupture. Le coefficient de striction traduit l'aptitude à la déformation à froid.

$$Z = 100 \times (S_0 - S_u) / S_0$$

Avec S_0 : section initiale et S_u : section après rupture.

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Le tableau II.2 rassemble les caractéristiques de traction.

Tableau II.2 : Tableau récapitulatif des caractéristiques de traction et leurs formules.

Caractéristiques de traction	Formules de calculs
Limite élastique apparente - Re	$Re \text{ (N/mm}^2\text{)} = Fe \text{ (Mpa ou N)} / So \text{ (mm)}$
Résistance à la rupture - Rm	$Rm \text{ (N/mm}^2\text{)} = Fm \text{ (Mpa ou N)} / So \text{ (mm)}$
Allongement en % - A %	$A \text{ (\%)} = ((Lu - Lo) / Lo) \times 100$
Striction en % - Z %	$Z \text{ (\%)} = ((So - Su) / So) \times 100$
Allongement de striction en %	$Zu \text{ (\%)} = ((So - Su) / Su) \times 100$

II.3.2. Essai de résilience

Le but de l'essai Charpy est de mesurer l'énergie absorbée par la rupture d'une éprouvette entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis, sous l'effet d'un choc calibré. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un mouton pendule, normalisé lui aussi (figure II.9).

On mesure l'énergie W absorbée par la rupture de l'éprouvette et on déduit la résilience. La résilience est l'énergie de rupture exprime en joules/cm².

$$\text{resilience} = \frac{\text{énergie absorbée par la rupture } W \text{ (joules)}}{\text{section au droite de l'entaille (cm}^2\text{)}}$$

La mesure peut être faite à différentes températures. Est ainsi tracée la courbe de transition de ductilité pour les métaux qui présentent un tel phénomène (figure II.10).

L'essai peut être effectué en utilisant un mouton pendule instrumenté qui permet d'enregistrer l'évolution de la force appliquée à l'éprouvette au cours du choc. Il procure alors davantage de renseignements sur le comportement du matériau [24].

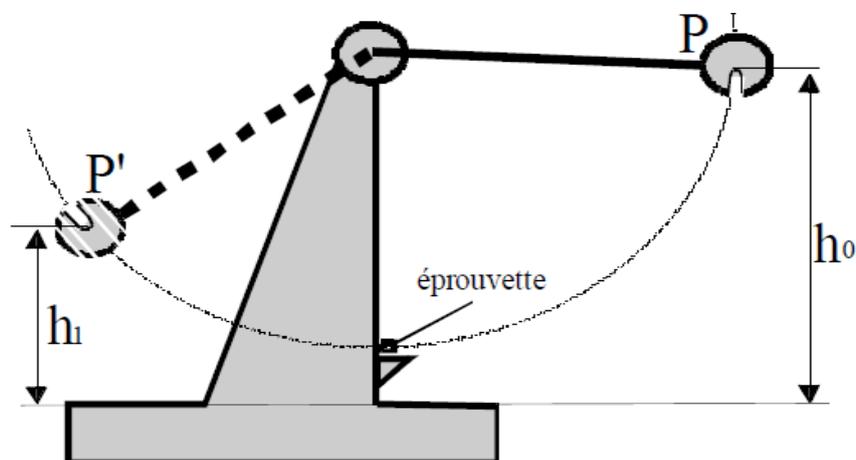


Figure II.9 : Le mouton de Charpy [25].

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Les mesures obtenues, avec ou sans instrumentation, sont de grande utilité pour s'assurer, de façon économique, que le matériau n'est pas fragile et donc apte à l'emploi.

L'essai Charpy est tout particulièrement utilisé en construction soudée. En effet, la soudure risque de créer des zones fragiles, en particulier celle qui dans le métal de base est affectée par la température. La faible taille des éprouvettes Charpy permet de tester une région localisée [24].

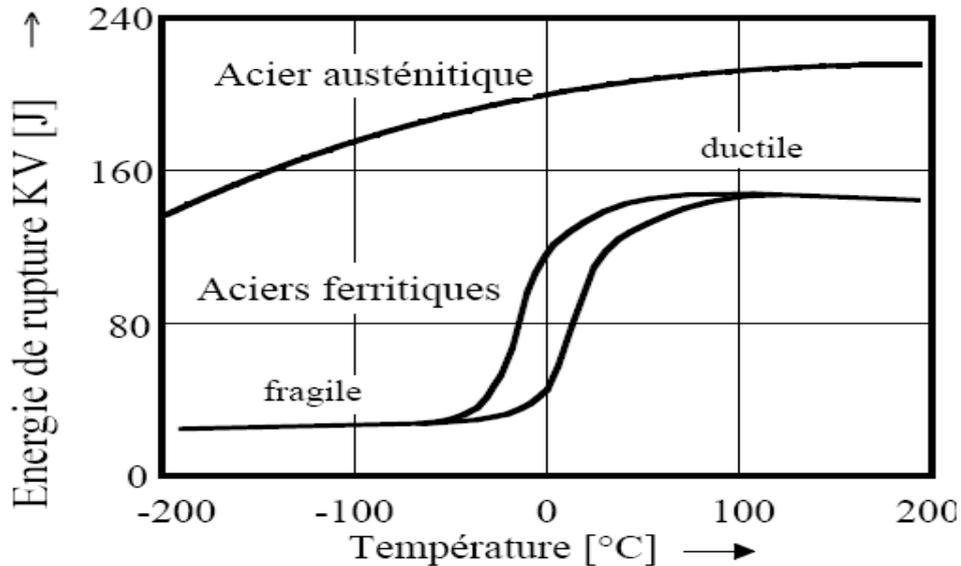


Figure II.10 : L'énergie de rupture en fonction de la température pour les aciers de structure ferritique (valeurs typiques et domaine de dispersion) et les aciers austénitiques.

Eprouvettes ISO-V [25].

II.3.2.1. Principe

Un couteau fixé sur un marteau oscille dans un plan vertical autour d'un axe de rotation. Le couteau est écarté de la verticale à une hauteur correspondant à une énergie de départ $W_0=300$ joules. On libère le couteau. Dans sa chute en passant à la verticale, il brise l'éprouvette. On mesure la hauteur à laquelle remonte le pendule pour calculer l'énergie non absorbée W_1 . On calcule l'énergie absorbée par la rupture $W = W_0 - W_1$ (figure II.11 et II.12).

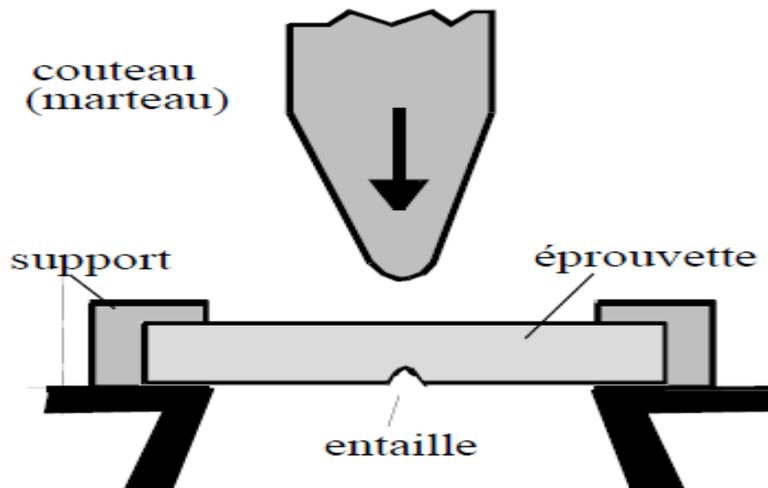


Figure II.11: Principe de l'essai de résilience [26].



Figure II.12 : mouton Charpy utilisé pour l'exécution de nos essais de résilience.

II.3. 2.2. Eprouvettes CHARPY « U »

L'effet de la forme de l'éprouvette sur l'énergie de rupture est très prononcé. La figure II.13 montre les formes et dimensions géométriques de 3 types d'éprouvettes standardisées. Elles ont toutes une longueur de 55 mm et une section nominale de $10 \times 10 \text{ mm}^2$, mais se distinguent dans leur forme et leur profondeur d'entaille qui se trouve sur le côté opposé à l'endroit où le marteau frappe (figure II.14). Elle a pour objet de garantir un état de contrainte triaxiale, déjà lors de l'amorçage de la fissure, plutôt que de provoquer l'effet d'entaille. C'est

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

pour cette raison que le fond de l'entaille n'est pas pointue mais cylindrique (rayon de 0.25 ou de 1 mm selon type d'éprouvette).

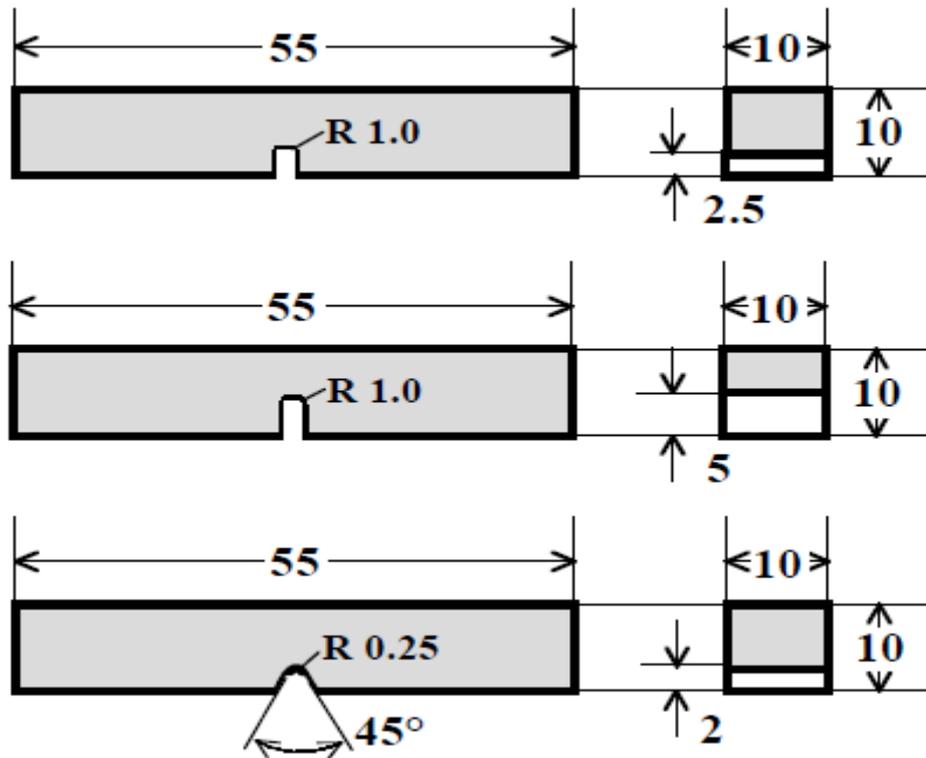


Figure II.13 : Eprouvettes Charpy standardisées. Le type le plus utilisé est l'éprouvette ISO-V. Dimensions en mm [25].

Dans notre cas, l'éprouvette est un barreau usiné de section carrée de 10 mm de côté et dont la longueur est 55 mm. L'entaille de 2 mm de largeur et de 5 mm de profondeur se termine par un fond cylindrique de 1mm de rayon.

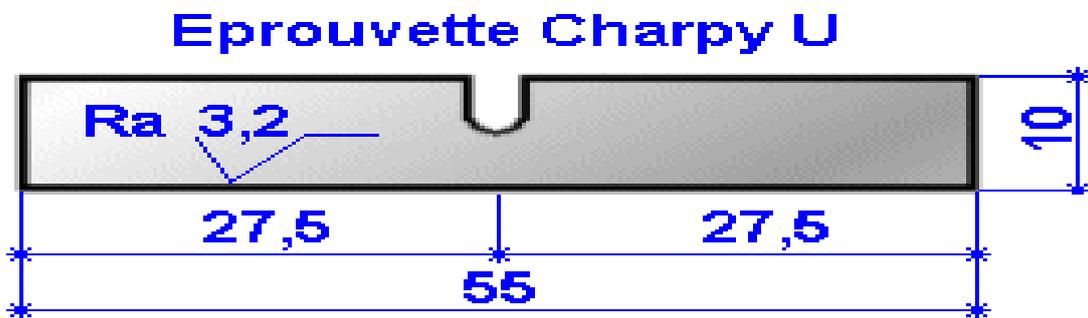


Figure II.14 : Dimensionnes d'éprouvette de résilience.

II.4 Essai de dureté Vickers

En générale la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, la mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur sous l'action d'une charge appliquée (Figure II.15). Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté :

$$H = F/S$$

Dans notre cas on a utilisé une force de 30 kg.

Nous avons utilisé un Duromètre du type Vickers de marque INNOVATEST, équipé d'un écran pour permettre de positionner l'empreinte et mesurer le diamètre moyen des diagonales de l'empreinte (figure II.16).

Les variations de dureté avec les traitements thermique peuvent être déterminées à l'aide de la formule :

$$HV = 1,854 P/d^2$$

Où:

P : Charge appliquée en (kgf).

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte en (mm).

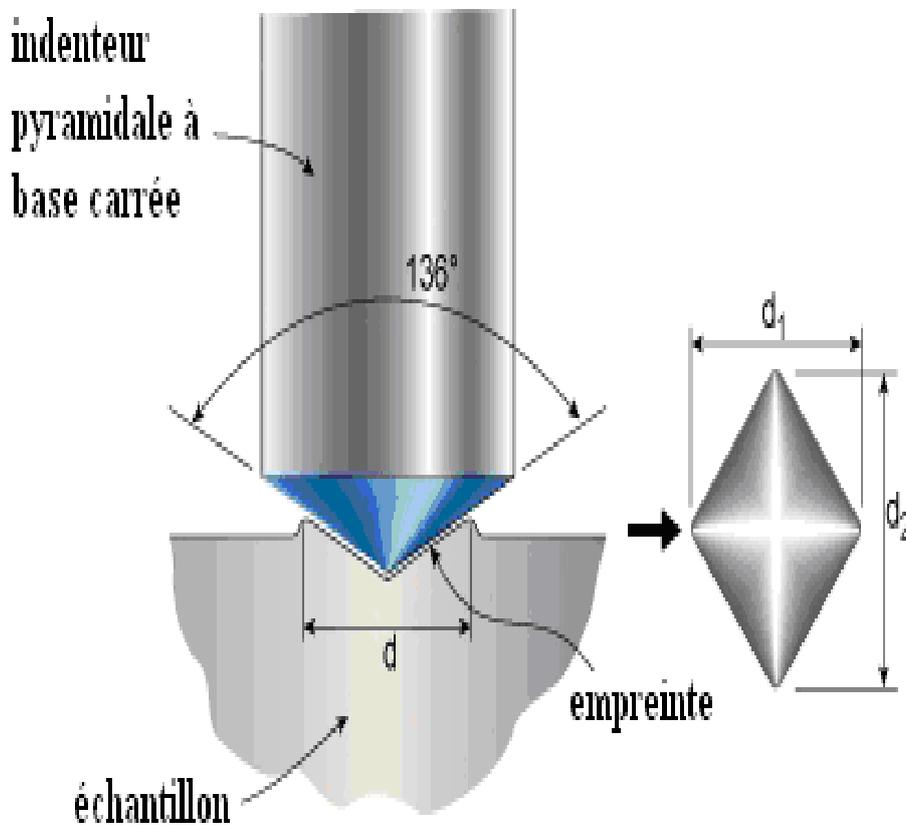


Figure II.15: schéma illustratif indenteur type Vickers [27].



Figure II.16 : Duromètre utiliser pour l'essai de dureté Vickers.

II.5 Caractérisation structurale

La caractérisation structurale (métallographie) permet d'observer la microstructure des échantillons à l'aide d'un microscope optique ou électronique.

II.5.1. Préparation des échantillons

Avant toute observation par un microscope optique, il faut préparer la surface de l'échantillon. Après avoir découpé un échantillon de chaque éprouvette de traction (7 échantillons) à l'aide d'une scie à métaux, on les prépare selon les étapes suivantes :

II.5.1.1. Enrobage à froid

Consiste à mettre l'échantillon dans un moule et ajouter le mélange résine-durcisseur, et ensuite laisser la résine se solidifier quelques minutes.

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Cette étape permet d'avoir une surface plane et une meilleure manipulation des échantillons pendant le polissage (figure II.17).



Figure II.17 : photo des échantillons après l'enrobage.

II.5.1.2. Polissage

Il permet d'avoir une meilleure qualité de surface, brillante non rugueuse et éliminer les couches d'oxydes superficielles pour faciliter l'observation microscopique.

Le polissage a été effectué en deux étapes sur une polisseuse mécanique (figure II.18) :

- Polissage grossier (abrasion) : passer les échantillons enrobés sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (120, 280, 340, 600, 800, 1000 et 1200).
- Polissage de finition : il est réalisé sur du papier feutre à l'aide de poudre d'alumine de granulométrie de 0.3 μm .

❖ Consigne à suivre lors de polissage :

- ✓ Durant toutes les opérations de polissage les échantillons sont refroidis à l'eau ou lubrifiant afin d'éviter tout échauffement du matériau;
- ✓ A chaque fois que la granulométrie est changée, il faut effectuer une rotation de 90° pour éliminer les rayures ;
- ✓ A la fin de chaque granulométrie, le disque de la polisseuse doit être rincé pour éviter la contamination ;
- ✓ A la fin du polissage, les échantillons doivent être rincés à l'eau et séchés à l'air chaud.



Figure II.18 : Polisseuse mécanique à deux plateaux.

II.5.1.3. Attaque électrolytique

Pour révéler la microstructure des différents échantillons, nous avons procédé à l'attaque de la surface polie. Cette attaque peut être soit chimique ou électrolytique, selon le type d'acier. Dans notre cas, puisqu'il s'agit d'un acier inoxydable austénitique donc résistant à la corrosion, nous avons utilisé l'attaque électrolytique qui a pour but de révéler les joints de grains austénitiques.

L'attaque électrolytique consiste à mettre la surface à attaquer en contact avec un électrolyte puis à faire passer un courant électrique à travers l'échantillon jouant le rôle d'une anode. L'autre électrode est reliée à une pièce en acier inoxydable qui joue le rôle de cathode. La tension, le temps d'exposition et le type de l'électrolyte utilisé dépendent de l'alliage à attaquer. Nos échantillons sont en acier inoxydable austénitique, les paramètres utilisés sont résumés dans le tableau II.3.

Tableau II.3 Les paramètres utilisés pour l'attaque électrolytique.

Désignation	Composition	Temps et tension
Acide nitrique (HNO ₃)	50% HNO ₃ + 50% eau distillée	De 50 à 90s sous une tension de 1,5 V

La procédure de l'attaque électrolytique est schématisée sur la figure II.19 dessous :

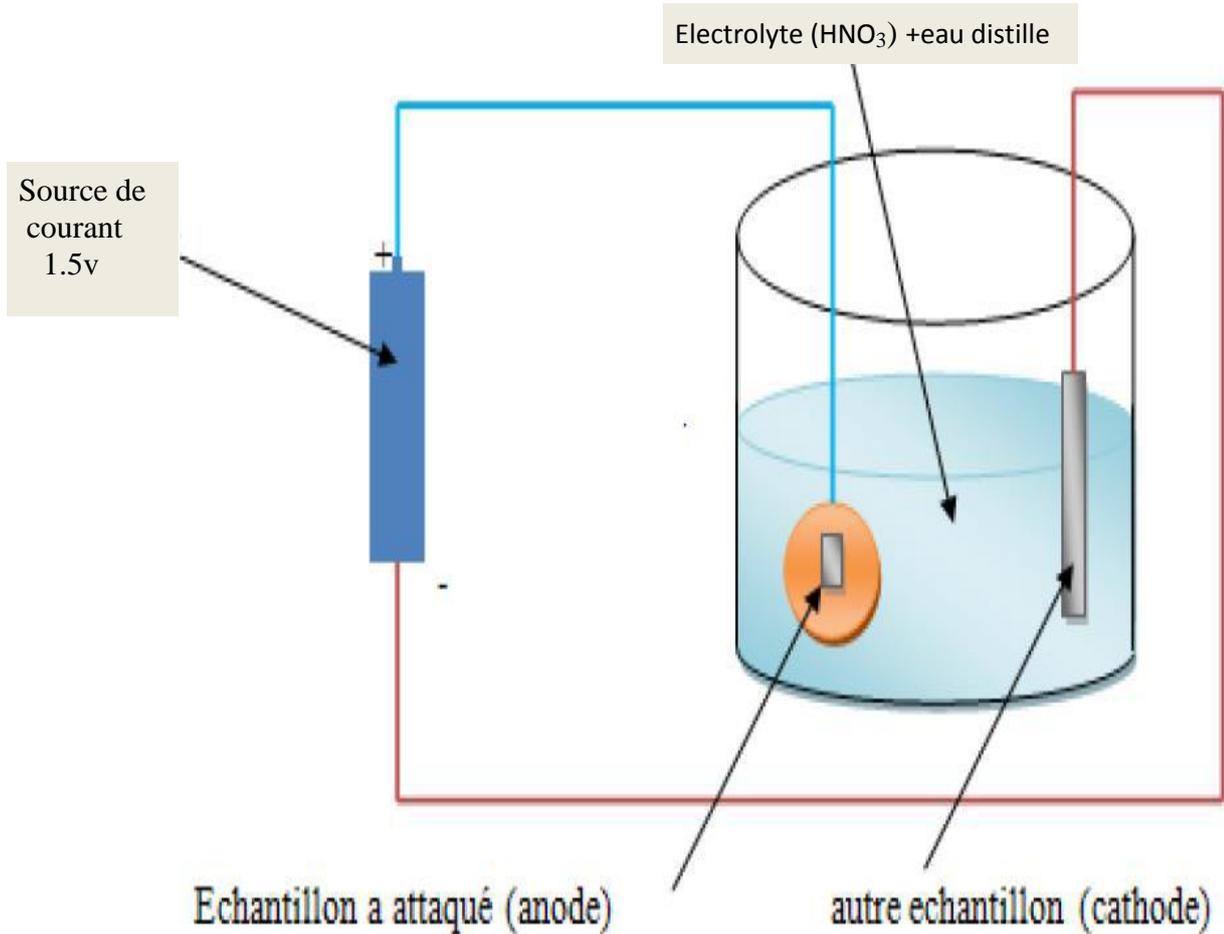


Figure II.19 : Schéma de la procédure d'attaque électrolytique.

II.5.2. Observation microscopique

Dans le but de mettre en évidence la microstructure des différents échantillons, nous avons utilisé l'observation par microscopie optique.

Le microscope métallographique d'une marque OPTIKA M.789 (figure II.20) permet l'observation des échantillons avec différents agrandissements (4 objectifs de grossissements 5, 10, 20 et 50 fois et de deux oculaires avec un grossissement de 10 fois). Ce microscope est connecté à un ordinateur muni d'une caméra numérique, en utilisant le logiciel « OPTIKA VIEW » de traitement d'image.

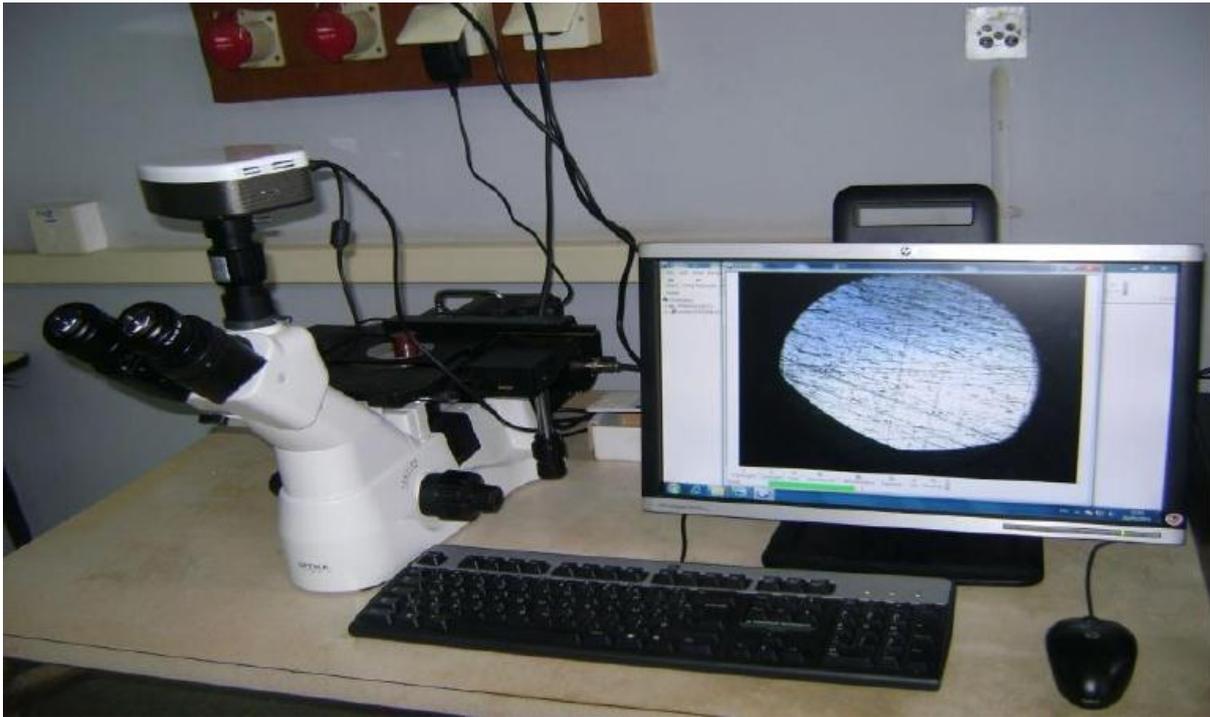


Figure II.20 : microscope optique équipé d'un micro-ordinateur avec un logiciel d'acquisition d'images.

II.5.3. Traitements d'image

IMAGE.J est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images. Le J indique que le programme a été écrit en Java, ce qui en fait un logiciel utilisable sur différents systèmes d'exploitation. Image J permet de dénombrer des particules, de mesurer diverses grandeurs (distances, surfaces), d'extraire des coordonnées de contours. Dans notre cas on utilise ce logiciel pour avoir la taille moyenne des grains.

A chaque application correspond un programme d'analyse d'images, qui comporte quatre étapes essentielles :

- L'acquisition de l'image ;
- La sélection des zones d'intérêt ;
- La mesure ;
- L'interprétation des résultats.

Pour calculer la taille moyenne des grains on impose :

1. Une échelle pour passer des pixels à une longueur physique, allé sur Analyse/Set Scale... et indiquer l'unité de mesure et la longueur dans la case "known distance".
2. Une binarisation des micrographies en allant sur Image/Type/8-bit. Ensuite on définit un seuil en niveau de gris.

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

3. Une séparation du noir du blanc en allant sur Image/Adjust/Threshold. Il suffit de faire glisser le curseur.
4. Une séparation du noir du blanc"(au niveau de gris) grâce à Image/Adjust/Threshold en utilisant la commande Process puis choisir la commande Binary ensuite MakeBinary.

Chapitre III

Résultats et interprétations

Chapitre III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Dans ce chapitre, nous allons en premier lieu présenter les résultats obtenus, en second lieu nous allons les interpréter.

III.1. Résultats

Nos résultats sont sous forme d'images, de tableaux et de courbes.

III.1.1. Observations micrographiques

Les figures III.1 et III.2 représentent respectivement les micrographies obtenues à l'état normalisé et l'état de revenu de notre acier. La température de revenu et les temps de maintien ont été déterminés à partir du diagramme Température, Temps, Précipitation (TTP) d'AISI 304 [18], ils sont de l'ordre de 700°C, 1h, 3h, 5h, 7h, 9h et 11h.

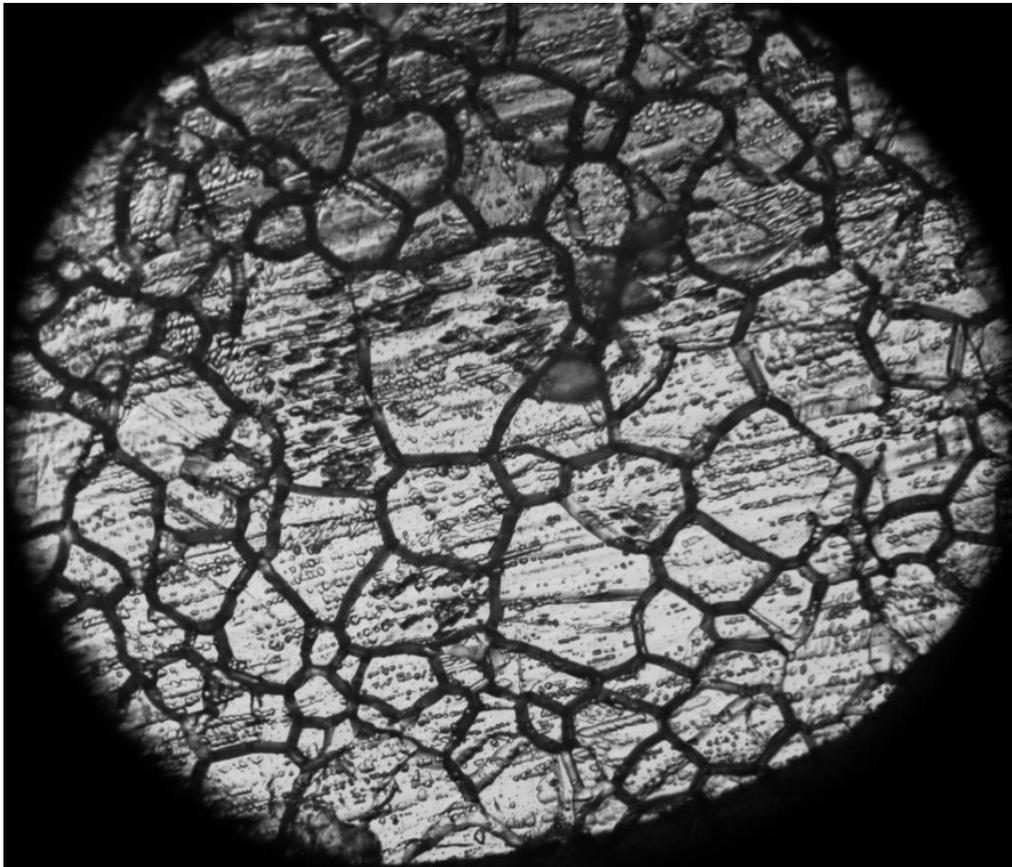
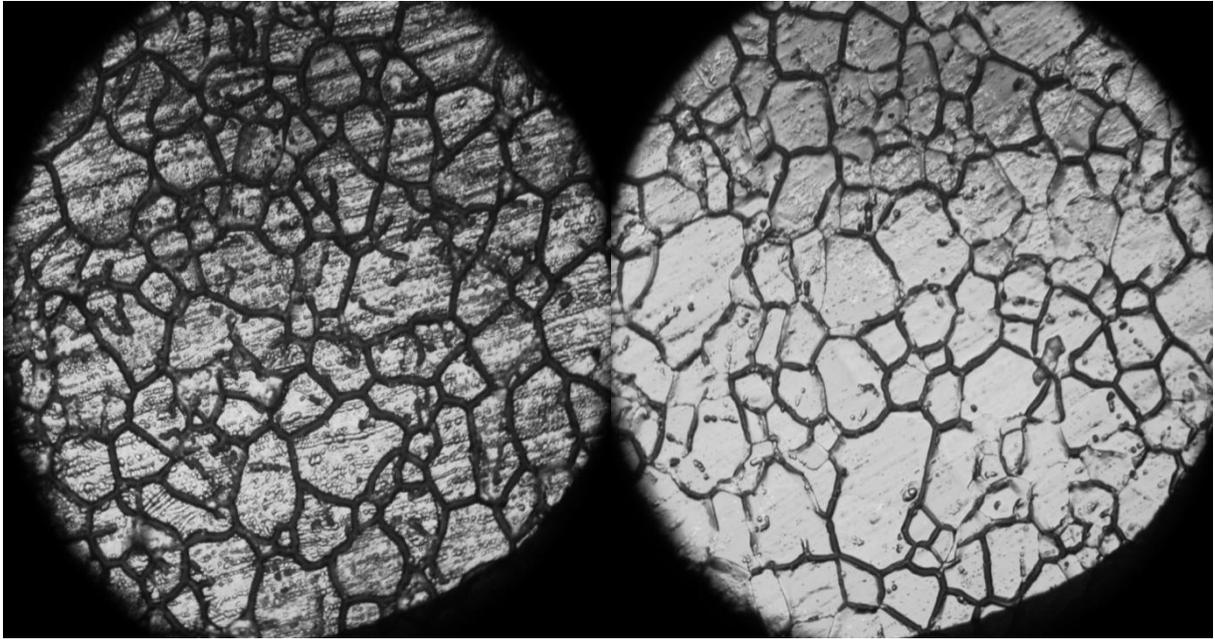
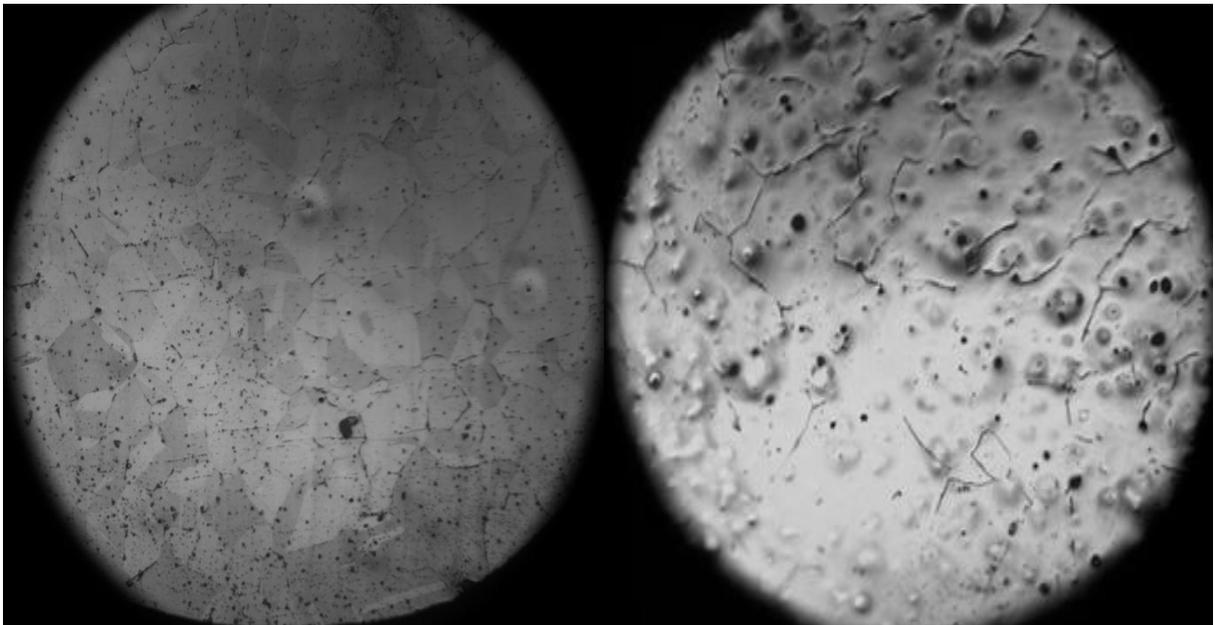


Figure III.1: Micrographie de l'état normalisé de notre acier 304 (G x 500) a $T=1020^{\circ}\text{C}$, $t=2\text{h}$.



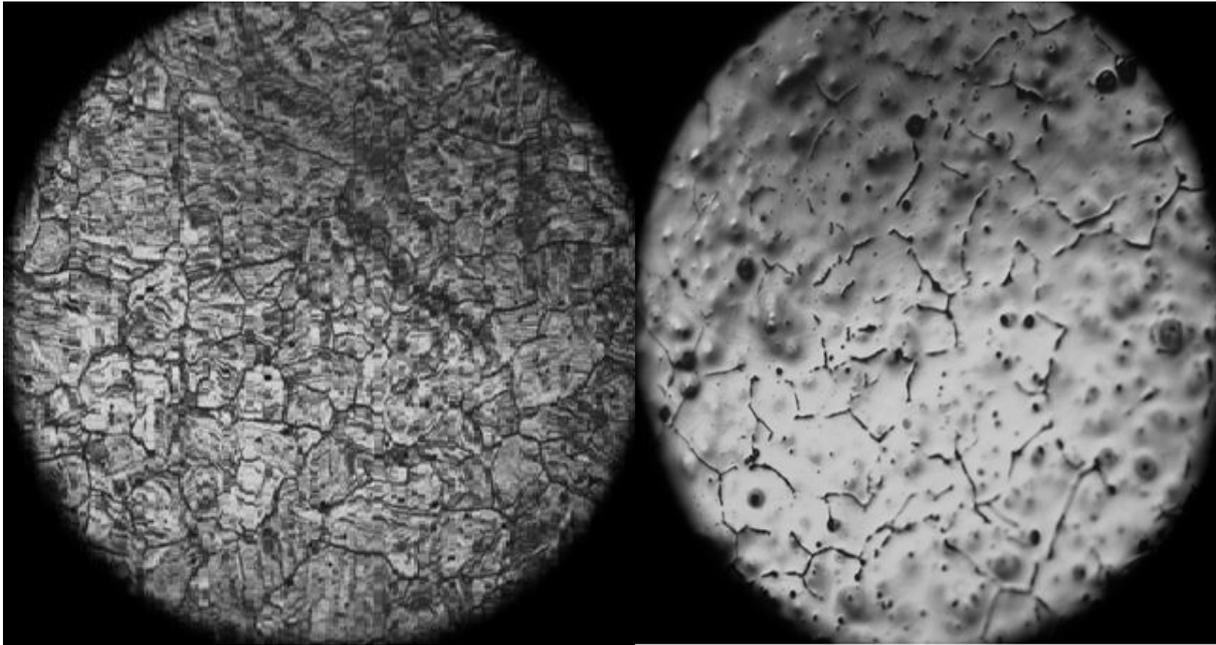
a) à $T=700^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{h}$

b) à $T=700^{\circ}\text{C}$, $t= 3\text{h}$



c) à $T=700^{\circ}\text{C}$, $t=5\text{h}$

d) à $T=700^{\circ}\text{C}$, $t=7\text{h}$



e) à $T=700^{\circ}\text{C}$, $t=9\text{h}$

f) à $T=700^{\circ}\text{C}$, $t=11\text{h}$

Figure III.2 : les micrographies de l'état de revenu de notre acier à 700°C pendant un temps de maintien égal à a - 1h, b - 3h, c - 5h, d - 7h, e - 9h et f - 11h ($G \times 500$).

III.1.2. Essai de traction

Les figures III.3 et III.4 représentent respectivement les diagrammes de traction obtenus à l'état normalisé et l'état de revenu de cet acier.

Les principales caractéristiques mécaniques tirées de ces diagrammes à savoir (le module d'Young E , la limite élastique $R_{p0.02}$, la résistance à la traction R_m et l'allongement total A (%)), à l'état normalisé et à l'état revenu sont résumées respectivement dans les tableaux III.1. et III.2.

Les variations de ces caractéristiques mécaniques (E , $R_{p0.02}$, R_m , et $A(\%)$) en fonction du temps de maintien sont représentées sur les figures III.5, III.6 et III.7 pour l'acier étudié.

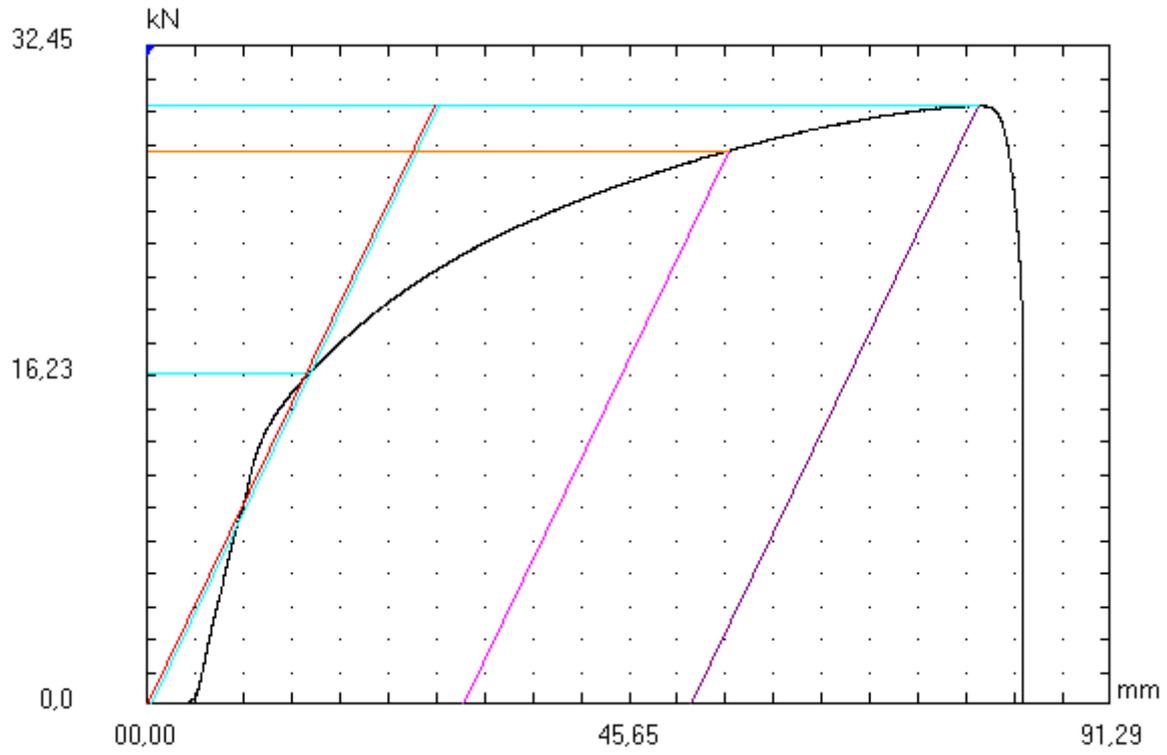
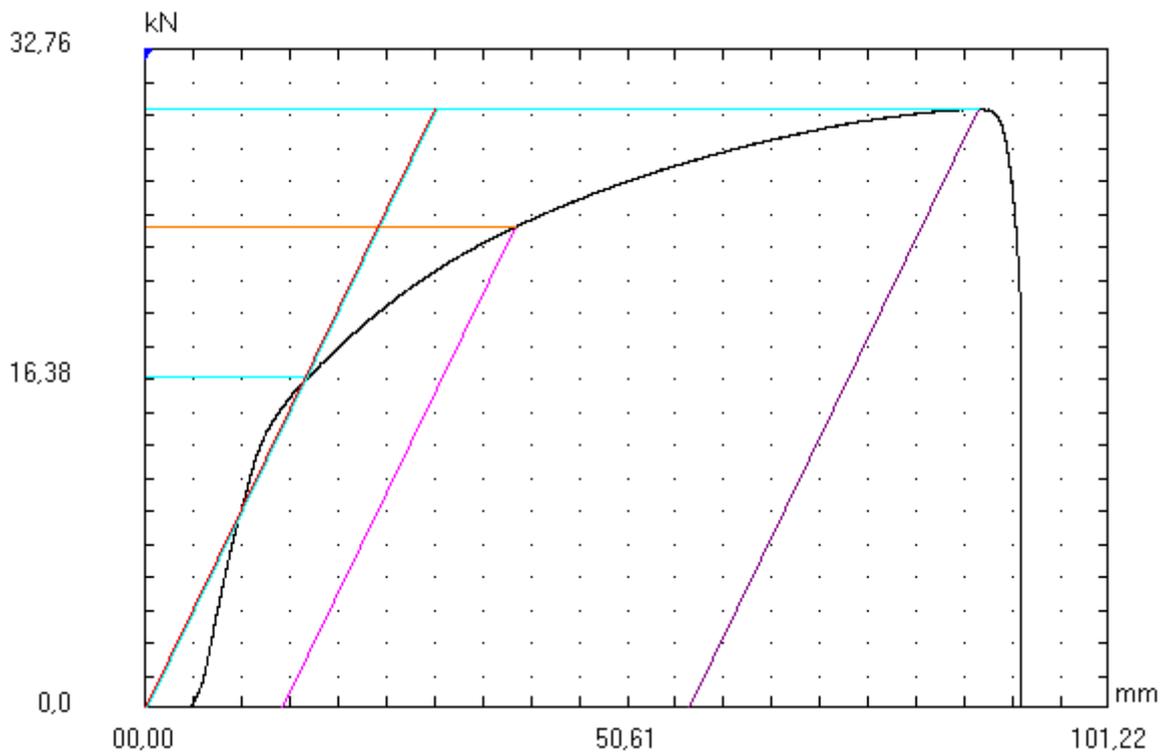
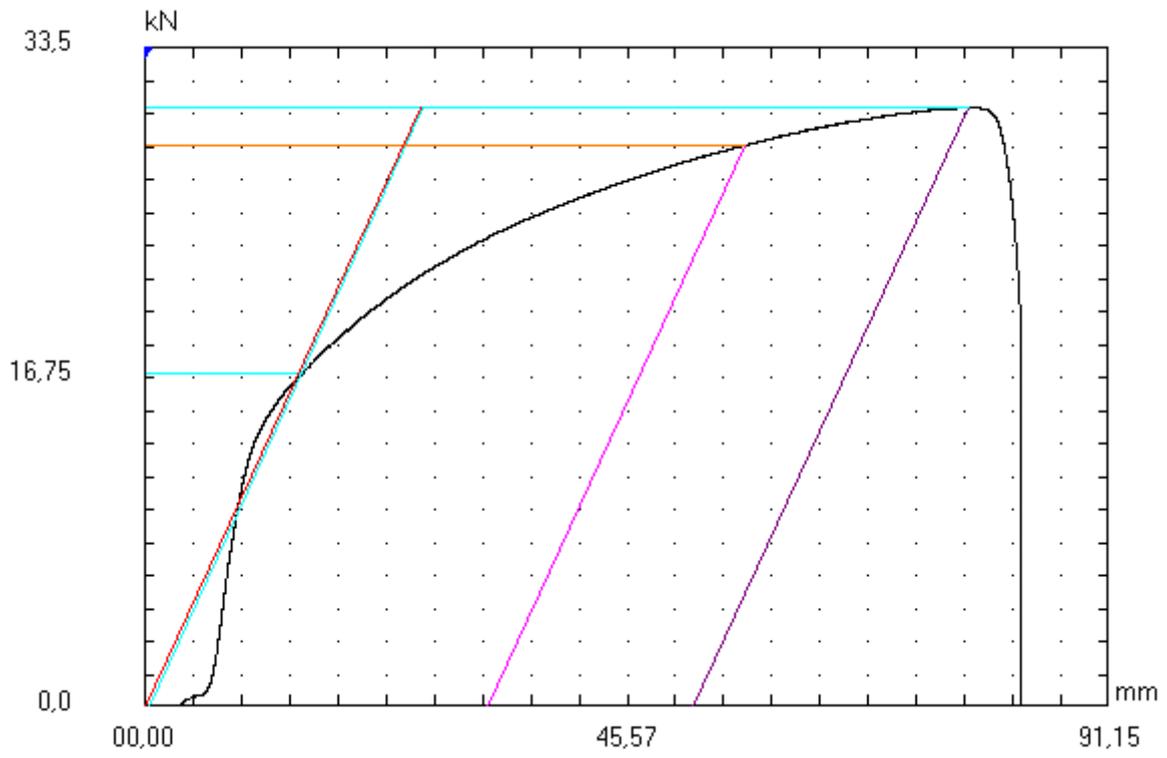


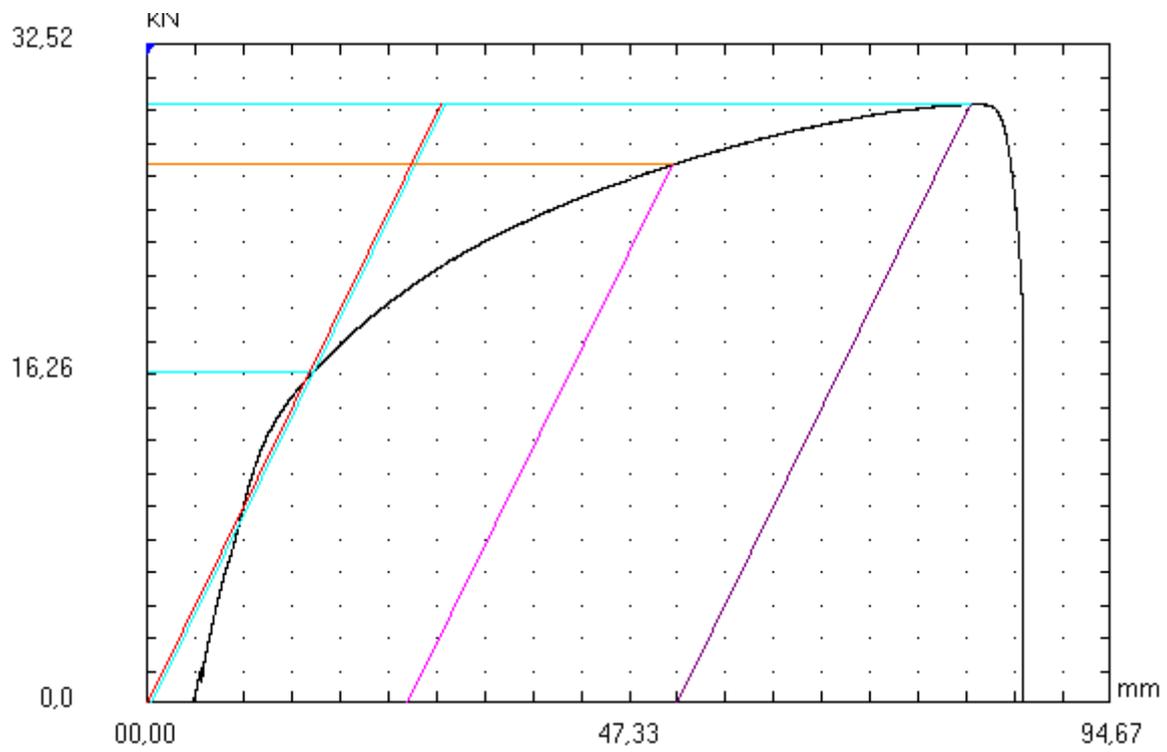
Figure III .3 : Diagramme de traction à l'état normalisé de l'acier étudié.



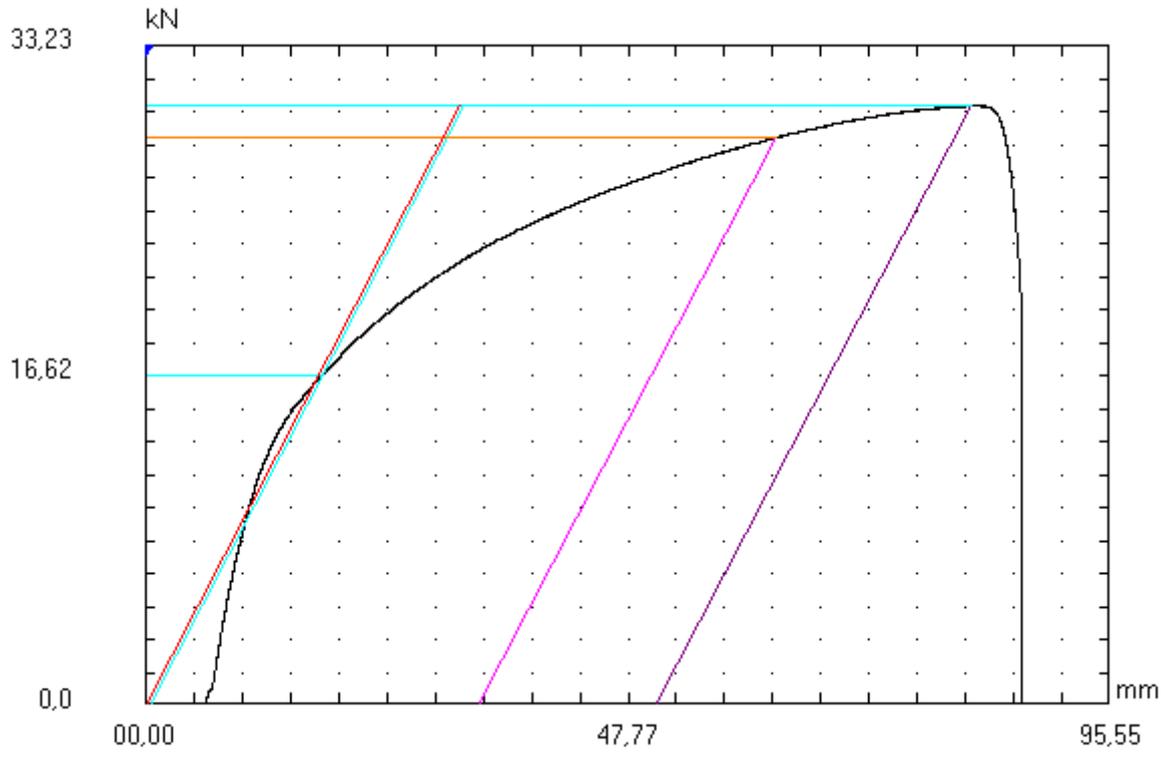
a)



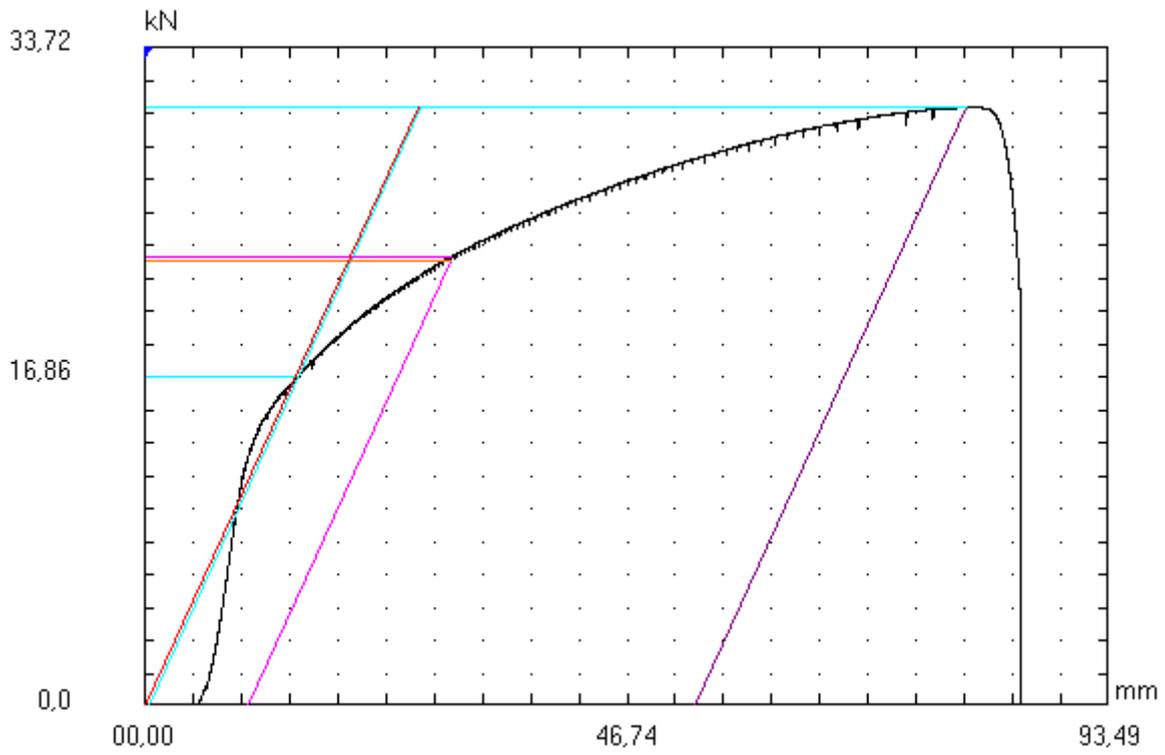
b)



c)



d)



e)

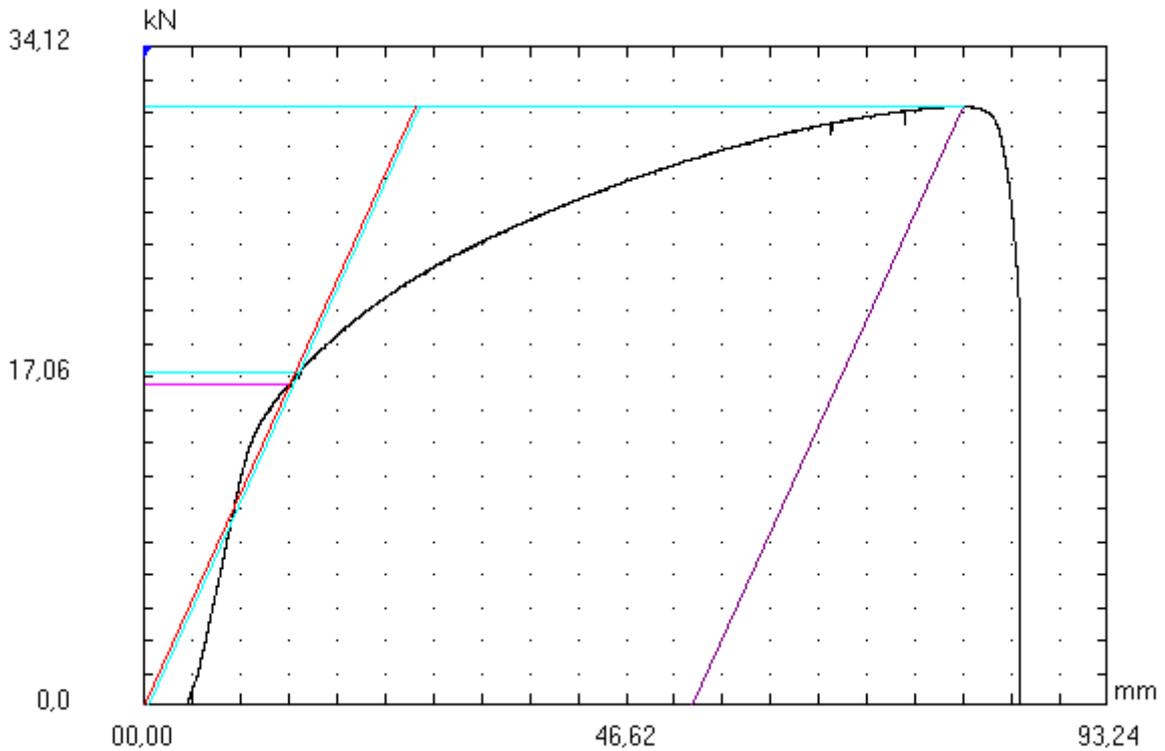


Figure III.4: Les diagrammes de traction à l'état revenu de notre acier à 700°C pendant un temps de maintien égal à a - 1h, b - 3h, c - 5h, d - 7h, e - 9h et f - 11h.

Tableau III.1 : les principales caractéristiques mécaniques de l'acier 304 tirées de la courbe conventionnelle de traction à l'état normalisé.

Rm (MPa)	Rp _{0.2} (MPa)	A (%)	E (MPa)
586.9	325.2	55.32	3232.4

Tableau III.2 : les principales caractéristiques mécaniques de 304 tirées des diagrammes de traction de traction à l'état revenu.

Temps de maintien (h)	1h	3h	5h	7h	9h	11h	Valeurs bibliographiques
Rm(MPa)	588.4	600.9	603.1	607.0	619.8	627.1	500/700
Rp _{0.2} (MPa)	322.6	326.7	329.5	330.8	346.3	352.9	240
A (%)	61.32	55.22	57.37	57.88	56.64	56.49	45
E (MPa)	2920	3491	3047	2892	3453	3518	--

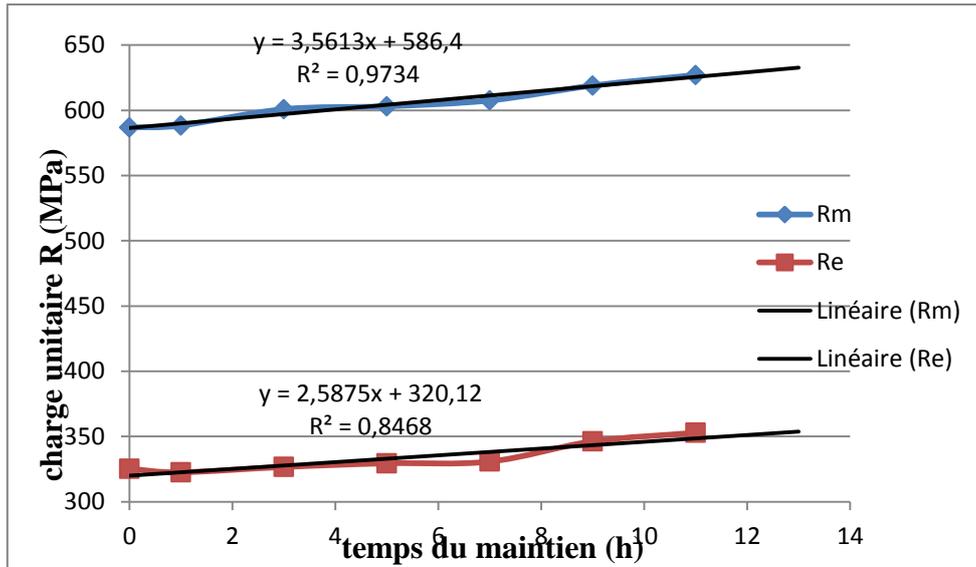


Figure III.5 : variation de la résistance à la traction R_m et de la limite élastique $R_{p0.2}$ en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.

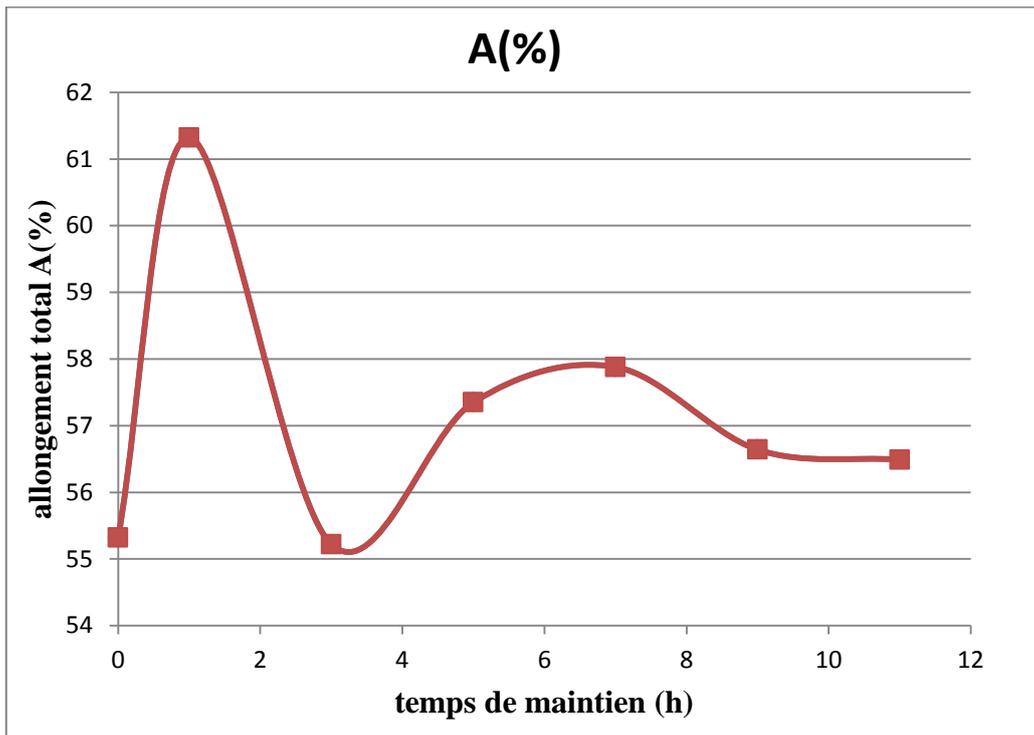


Figure III.6 : variation de l'allongement $A(\%)$ en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.

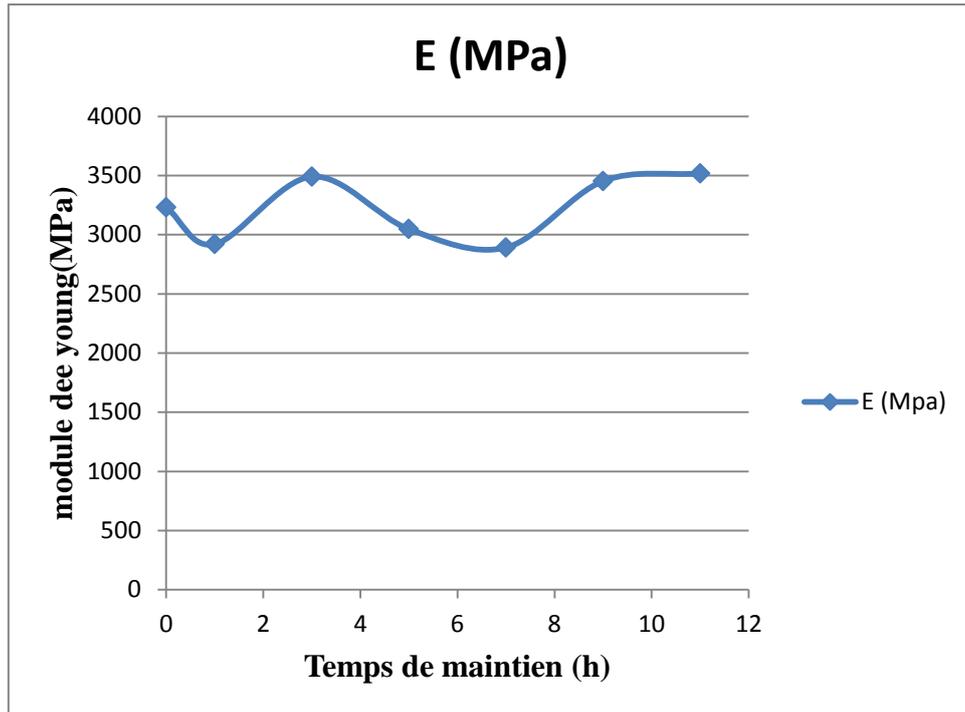


Figure III.7 : variation de module de Young E en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.

III.1.3. Essai de résilience

Le tableau III.3 résume les valeurs de la résilience K obtenues de tous nos échantillons lors de l'essai de résilience.

La figure III.8 représente la variation de la résilience K_{cu} en fonction du temps de maintien de l'acier étudié.

Tableau III.3 : les valeurs de la résilience K obtenues de tous nos échantillons.

Temps de maintien(h)	0	1	3	5	7	9	11
Résilience K (J/mm ²)	168	163	153	144	118.5	131.5	192.5

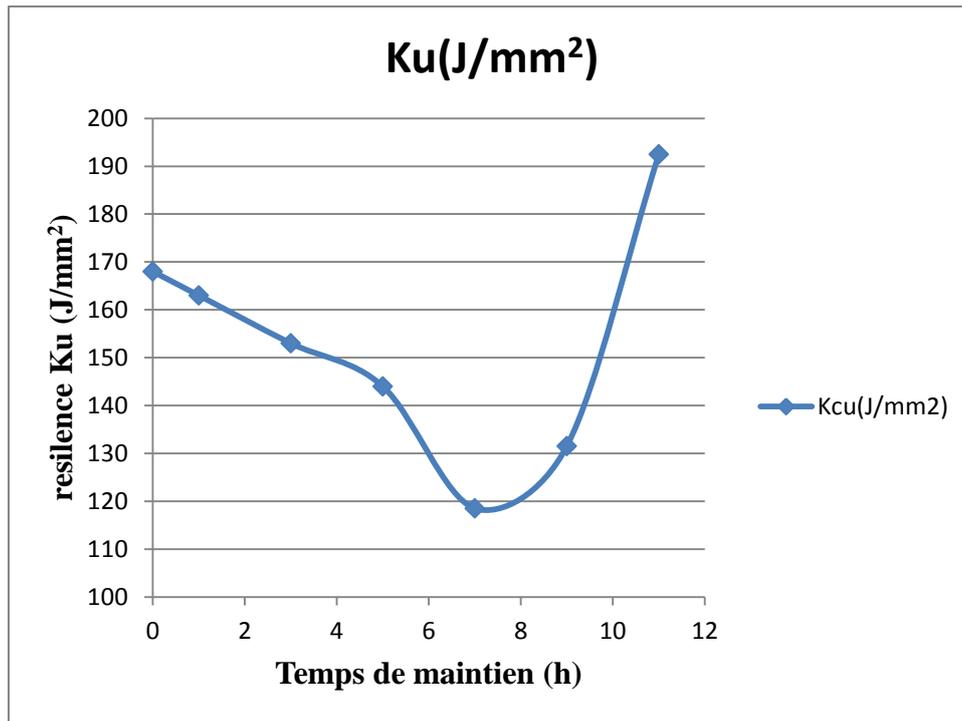


Figure III.8 : variation de la résilience Ku en fonction du temps de maintien de l'acier étudié.

III.1.4. Essai de dureté

Le tableau III.4 résume les valeurs moyennes de la dureté HV₃₀, de la nuance étudié à l'état revenu.

La figure III.9 représente la variation de la dureté HV₃₀ en fonction du temps de maintien de notre acier.

Tableau III.4 : Les valeurs moyennes de la dureté HV₃₀ de nos échantillons.

Temps de maintien	0	1	3	5	7	9	11
Essai							
1	98,2	98,6	90,8	109,6	99,8	106,1	135,1
2	99,8	103,9	108,9	99,8	115,4	141,7	132,6
3	115,4	101,5	97,4	102,3	143,3	133,2	139,2
moyen	104,46	101,33	99,03	103,9	119,5	127,0	135,6

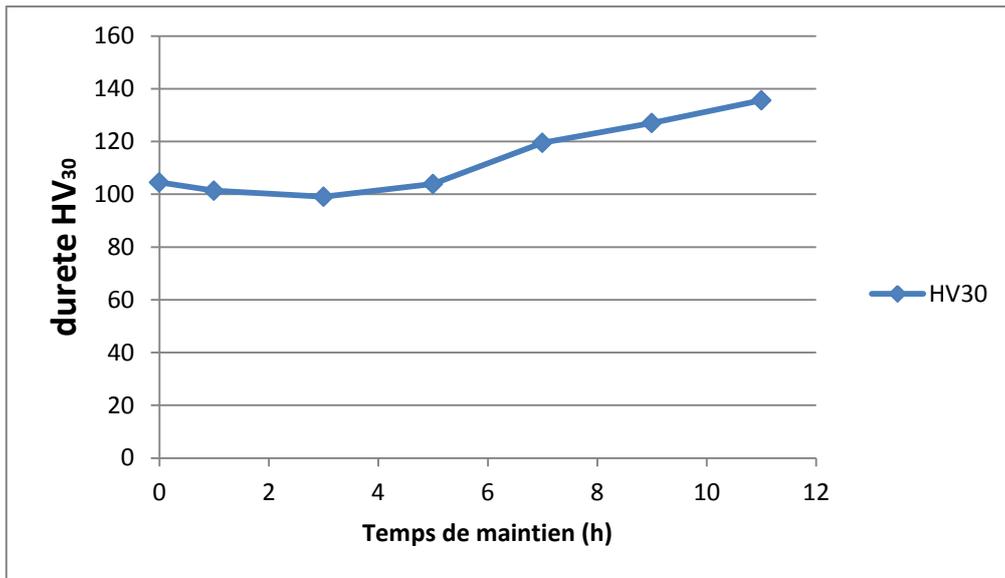


Figure III.9 : Evolution de la dureté de 304 en fonction de temps de maintien.

III.2. Interprétation

Les micrographies obtenues montrent une microstructure monophasée blanche, cette phase est l'austénite. Les joints de grains de cette phase deviennent irréguliers au fur et mesure que le temps de maintien augmente (figure III.1f). L'augmentation du temps de maintien a permis de déstabiliser les joints de gains. La qualité de ces micrographies et le grossissement ne nous permettent pas de constater l'existence ou non des précipités.

La forme de nos courbes conventionnelles de traction est uniforme avec celle d'un diagramme de traction classique, avec des montées élastiques droites et des écoulements plastiques homogènes (figure III.2 et figure III.3 a, b, c, d, e et f). Les principales caractéristiques mécaniques ont été déduites de ces courbes. On constate que la valeur du module d'Young E oscille entre 2892 et 3518 MPa. La figure III.7 montre sa variation en fonction du temps de maintien, il présente une sensibilité faible au temps de maintien avec toutefois une allure générale qui augmente légèrement avec ce temps. La valeur de la limite élastique $R_{p0.2}$ de nos échantillons varie entre 322,6 et 352,9 MPa, elle augmente linéairement avec le temps de maintien (figure III.5). La résistance à la traction R_m aussi augmente avec le temps de maintien (figure III.5), elle varie entre 586,9 et 627,1 MPa. Enfin, la valeur de l'allongement $A\%$ de nos échantillons oscille entre 55,22 et 61,32. Sa variation en fonction du temps de maintien est irrégulière (figure III. 6).

Chapitre III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

La variation de la résilience K en fonction du temps de maintien (figure III.8) est aléatoire et on ne peut rien avancer sur l'existence ou non des précipités dans nos échantillons.

Par contre, la dureté de nos échantillons augmente avec le temps de maintien (figure III.9).

La contradiction entre les résultats de la variation en fonction du temps de maintien de la limite élastique $R_{p0,2}$, de la résistance à la traction R_m , de module d'Young E et de la dureté HV_{30} avec celles d'allongement A% et de la résilience K de nos échantillons, peut être expliquée de la façon suivante : La précipitation a bien eu lieu mais la taille minimale des précipités formés n'est pas atteinte pour influencer la ténacité de nos échantillons.

Le tracé des approches linéaires sur les courbes de variation en fonction du temps de maintien de la limite élastique $R_{p0,2}$, de la résistance à la traction R_m , de module d'Young E et de la dureté HV_{30} (figure III.10, III.11 et III.12), permet d'apprécier la sensibilité de ces paramètres à la présence des précipités.

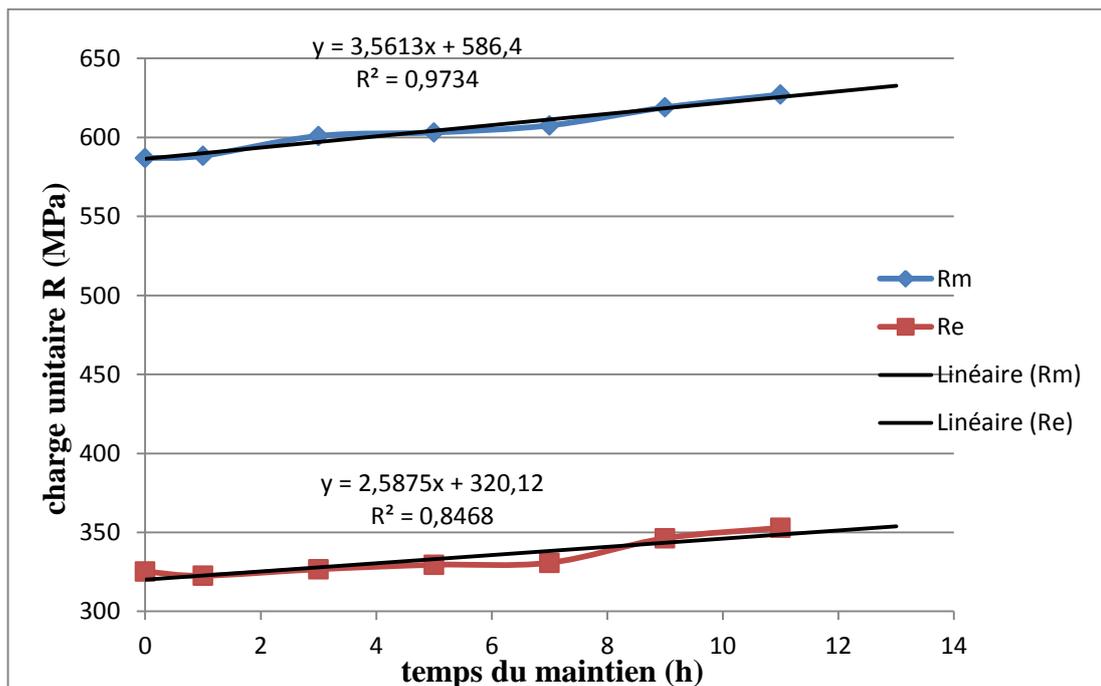


Figure III.10 : variation de la résistance à la traction R_m et de la limite élastique $R_{p0,2}$ en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié avec les approches linéaires.

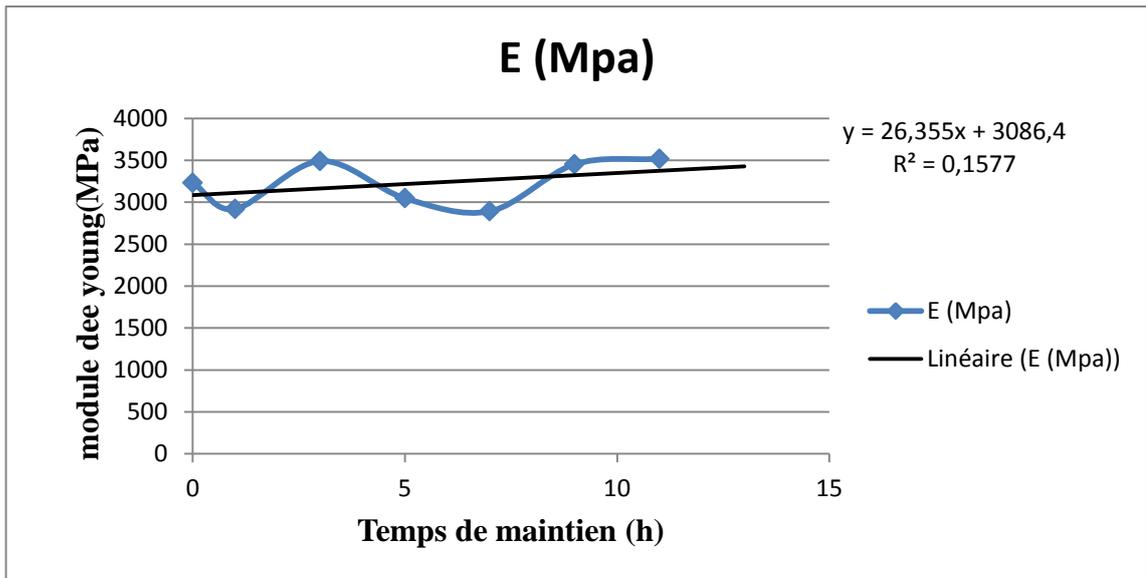


Figure III.11 : variation de module de Young E en fonction du temps de maintien à l'état revenu de l'acier étudié.

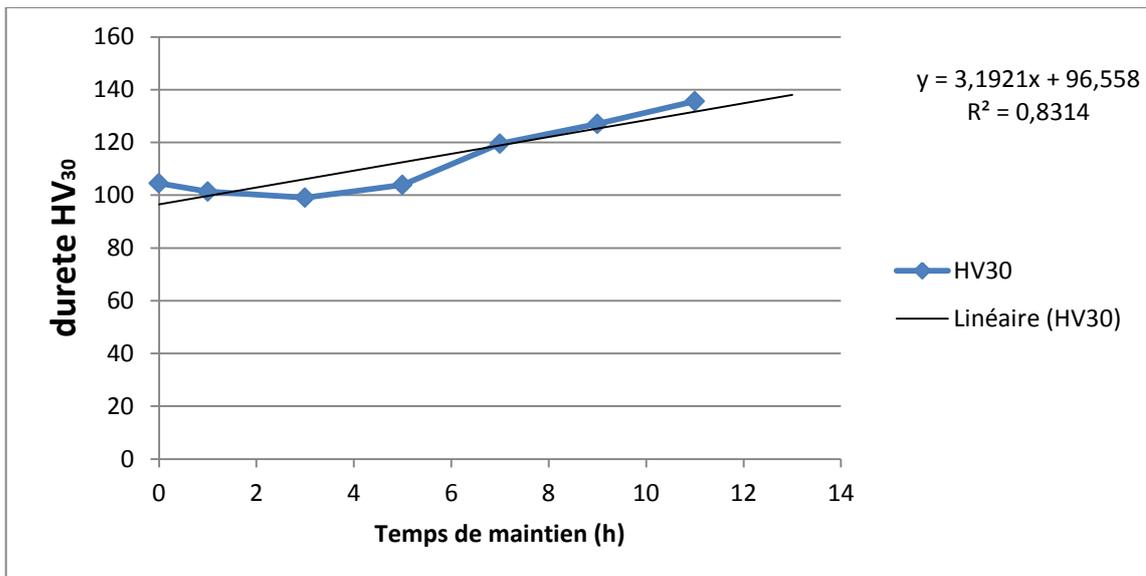


Figure III.12 : Evolution de la dureté de 304 en fonction de temps de maintien avec l'approche linéaire.

CONCLUSION GÉNÉRAL

CONCLUSION GENERALE

Le but de ce travail est de contribuer à étudier la précipitation dans l'acier inoxydable austénitique 304. L'évolution croissante des principales caractéristiques mécaniques (module d'Young E , la limite élastique $R_{p0.2}$, la résistance à la traction R_m) et de la dureté HV_{30} , en fonction du temps de maintien à 700°C a permis de prouver que la précipitation des carbures a eu bien lieu dans notre acier. Par contre, les valeurs irrégulières de l'allongement $A\%$ et de la résilience K en fonction du temps de maintien à 700°C attestent que la taille des précipités n'est pas suffisamment grande pour fragiliser et diminuer la ténacité de l'acier étudié.

Enfin, on va rappeler les principaux résultats obtenus sur l'acier inoxydable austénitique 304 :

- Le traitement d'hypertrempe à 1020°C de l'acier inoxydable austénitique 304 permet de donner une structure austénitique homogène sans précipités.
- Les micrographies obtenues montrent une microstructure monophasée blanche, cette phase est l'austénite.
- Les joints de grains de cette phase deviennent irréguliers au fur et mesure que le temps de maintien augmente.
- La valeur du module d'Young E oscille entre 2892 et 3518 MPa.
- La valeur de la limite élastique $R_{p0.2}$ de nos échantillons varie entre 322,6 et 352,9 MPa, elle augmente linéairement avec le temps de maintien.
- La résistance à la traction R_m augmente avec le temps de maintien à 700°C , elle varie entre 586,9 et 627,1 MPa.
- L'allongement $A\%$ de nos échantillons oscille entre 55,22 et 61,32. Sa variation en fonction du temps de maintien à 700°C est irrégulière.
- La variation de la résilience K en fonction du temps de maintien à 700°C est aléatoire, la valeur minimale est de l'ordre de 131,5 et la valeur maximale de $192,5 \text{ J/mm}^2$.
- La dureté de nos échantillons augmente avec le temps de maintien à 700°C .

Perspectives

Mon travail a abouti à certains nombre de résultats, mais il est certain qu'il est nécessaire de les affiner par d'autres investigations notamment l'utilisation de la microscopie électronique à balayage pour confirmer ou infirmer la précipitation ou non des carbures et déterminer leur nature.

Bibliographie

- [1] M.OUCHEN "Effet du PH du milieu sur la corrosion de l'acier inoxydable 304 L", mémoire du magister, université hadj Lakhdar Batna, faculté de technologie, département de mécanique, octobre 2013.
- [2] P.J.CUNAT. "Aciers inoxydables, critères de choix et structure". Techniques de l'ingénieur. M4540. Pdf 2001.
- [3] COLOMBIEÉ. M et col, Matériaux Industriels–Matériaux Métalliques, Collection Industrie et Technologie, Dunod 2000.
- [4] H.SERRAR "essai de traction assisté par corrélation d'images sur joints soudés en aciers inoxydables austénitiques (AISI 316L) ", mémoire du magister, Enp, 2009.
- [5] L.COLOMBIER, J.HOCHMAN "les aciers inoxydables" les éditions physiques, 1990.
- [6] T. BERGUIGA "Caractérisation microstructurale d'une soudure en acier inoxydable austénitique (304L) effet d'une deuxième passe laminage", mémoire de fin d'étude, Enp, Alger. Juin 2004.
- [7] G. DAVID. "Les aciers inoxydables", Techniques et Documentations Lavoisier, les éditions de physique, 1990.
- [8] A. BENKAIDALI, "cinétique de précipitation de la phase sigma dans l'acier inoxydable Duplex 2205", Pfe, Enp 2007.
- [9] J.BARRALIS, G.MADER. "Précis de Métallurgie, élaboration, structures-propriétés et normalisation".
- [10] M. DUPEUX "Aide-mémoire sciences des matériaux", édition Dunod, 2005.
- [11] A. BOUABDALLAH "Etude de la restauration et de la recristallisation d'un acier inoxydable austénitique (316L) déformé par laminage", Pfe, Enp, Juin 2011.
- [12] M. COLOMBIE et Coll., "Matériaux métallique", 2eme édition, 2008.
- [13] P.LACOMBE, B.BAROUX, G.BERANGER. "Les aciers inoxydables, les éditions de Physique", 1990.
- [14] Rhône-Alpes, "la lettre de l'agence pour la maîtrise des matériaux", numéro 4, octobre /décembre 2002.
- [15] M. GRINE, "Etude des propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques en fonction du taux de déformation", Pfe, Enp juin 2012.
- [16] site internet "www.pxgroup.com"

- [17] I. KHALFOUN, "Contribution à l'étude de la précipitation dans les aciers inoxydables austénitiques", Enp, Pfe Juin 2014.
- [18] Site internet "Grade 304 vs 304L Austral Wright Metals Australia.Htm" 2014.
- [19] B. WEISS and R. STICKLER, "Phase Instabilities During High Temperature Exposure of 316Austenitic Stainless Steel", Metallurgical Transactions, 1972.
- [20] T. SOURMAIL, "Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels", Materials Science and Technology, 2001.
- [21] J.K.L. LAI, "A review of Precipitation Behaviour in AISI Type 316 Stainless Steel", Materials Science and Engineering, 1983.
- [22] S.K. RAY, S.L. MANNAN and G. SASIKALA, "Kinetics of transformation of delta ferrite during creep in a type 316(N) stainless steel weld metal", Materials Science and Engineering, A359, 2003.
- [23] Marc BLETRY, "Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux". 2006-2007.
- [24] Technique de l'Ingénieur "essais de rupture-essais par choc", M4165.
- [25] www.D.résilience.com site web.
- [26] G. MURRY, aide-mémoire en métallurgie, Métaux • Alliages • Propriétés, 2eme édition Dunod, paris, 2004.