

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de fin d'Études
Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'État en
Métallurgie

**Contribution à l'étude du phénomène de la restauration et
recristallisation dans les aciers inoxydables austénitiques
316L**

Proposé et encadré par :

Mr. CHITROUB

Réalisé par :

TEGGUICHE Bilal

Promotion juin 2010

ملخص

يهدف هذا العمل إلى إجراء سلسلة من المعالجات الحرارية لعدد مختلف من عينات, التي خضعت إلى عملية جرد, وهذا خلال أزمنة مختلفة, لفولاذ عديم الأكسدة من فئة الأوستينيت, ثم التمييز المجهرى الذي يسمح لنا بشرح اختلاف الصلابة من عينة إلى أخرى.

الكلمات المفتاحية: المعالجات الحرارية, الأوستينيت, الفولاذ عديم الأكسدة.

Résumé :

Notre travail consiste à réaliser une série de traitement de vieillissement pour des échantillons qui ont subi une traction à différentes taux de traction en variant le temps de maintien sur l'acier inoxydable 316L austénitique , puis une caractérisation microscopique, cette dernière nous conduit à expliquer la variation de la dureté d'un échantillon à un autre.

Mots clés : acier inoxydable, austénite, traitement de vieillissement.

Abstract:

Our work consists to realize a series of heat treatment of ageing for samples that they undergo a tensile in various rate of tensile with changing the time of maintaining for the austenitic stainless steel 316L, then a microscopic characterization, this last lead us to explain the variation of hardness from a sample to another.

Keys words: stainless steel, austenite, ageing treatment.

Dédicace

Je dédie ce travail :

- *A mes très chers parents.*
- *A mes frères et mes soeurs.*
- *A toute ma famille.*
- *A tous ceux qui ont de près ou de loin contribué à ma formation.*
- *A tous mes camarades et collègues.*
- *A tous ceux qui aiment l'ALGÉRIE, et qui se sacrifient pour qu'elle reste toujours forte et solide.*

BILAL

Remerciement

- *Je remercie DIEU pour m'avoir aidé à achever ce travail.*
- *Je remercie mon promoteur Mr CHITROUB pour m'avoir dirigé et encouragé durant toute la période de mon travail.*
- *Je tiens à remercier Mr HELLAÏ pour m'avoir aidé pendant mon travail, pour son laboratoire qui était à notre disposition.*
- *Je tiens à remercier tous mes enseignants du département de métallurgie qui m'ont formé durant mes trois années de spécialité.*
- *Je tiens à remercier aussi tous mes enseignants du département de science fondamentale qui m'ont formé durant mes deux années de tronc commun.*
- *Que Mr BOUABDELLAH le président de jury, trouve ici mes remerciements pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury, les membres de jury ; Mr HELLAÏ et Mr KASSER trouvent aussi l'expression de ma profonde gratitude.*
- *Je tiens à remercier Mr BENBRAÏKA enseignant à ENP en génie mécanique pour m'avoir beaucoup aidé.*
- *Enfin je n'oublierai pas tous ceux qui m'ont aidé dans la réalisation de ce PFE.*

Bilal

« Fuis les honneurs et l'honneur te suivra ; convoite la mort et la vie te sera donnée. » ABOU BAKR ASSIDIK

Sommaires :

Introduction générale.....	1
-----------------------------------	----------

Chapitre I : étude bibliographique

I.1. aciers inoxydables.....	4
I.2. les différentes familles des aciers inoxydables.....	5
I.2.1. Les aciers inoxydables martensitiques.....	5
I.2.2. Les aciers inoxydables ferritiques.....	6
I.2.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).....	6
I.2.4. Les aciers inoxydables austénitiques.....	7
I.3. Acier inoxydable austénitique 316L.....	9
I.4. Microstructure et propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austénitique 316L.....	11
I.4.1. Durcissement par écrouissage.....	13
I.4.2. Transformation martensitique par écrouissage.....	16
I.5. Restauration et recristallisation.....	17
I.5.1. Restauration.....	18
I.5.2. Recristallisation.....	19
I.6. Traitements thermiques.....	21

Chapitre II : techniques expérimentales

II. 1. Identification du métal de base.....	25
II.2. Prélèvement des échantillons.....	25
II.3. Déformation par traction.....	25
II.3.1. Dimensions et formes des éprouvettes.....	25
II.3.2. Mode opératoire.....	26

II.4. Traitement thermique.....	27
II.5. Méthodes de caractérisation.....	27
II.5.1. Observation métallographique.....	27
II.6. Mesure des duretés.....	31

Chapitre 3 : résultats et interprétation

III.1. Résultats expérimentaux.....	34
III.1.1. Observation métallographique.....	34
III.1.2. Observation par microscopie électronique à balayage.....	40
III.1.3. Evolution de la dureté superficielle.....	43
III.1.4. Evolution de la microdureté des microstructures.....	45
III.2. Interpretation.....	47
III.2.1. Observation métallographique.....	47
III.2.2. Observation par la microscopie électronique à balayage.....	48
III.2.3. Restauration des propriétés mécaniques.....	49
Conclusion générale.....	51
Références bibliographiques.....	53

Listes des figures

Les figures de chapitre 1

Figure I.1 : diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr	4
Figure I.2 : Diagramme de Schaeffer des aciers inoxydables	5
Figure I.3 : Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr pour a) coupe à 0.05% C et b) coupe à 0.2%C.....	8
Figure I.4 : coupe du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ	8
Figure I.5 : Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de chrome et à bas carbone (≤ 0.01 % C). Influence de la teneur en nickel	9
Figure I.6 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe – Cr – Ni.....	11
Figure I.7 : Microstructure typique 316L travaillé à froid.....	12
Figure I.8 : <i>Variation de la résistance d'un acier à la traction en fonction de réduction de section obtenue par laminage a) Acier inoxydable austénitique (AISI 304) b) Acier inoxydable ferritique (AISI 430) c) Acier ordinaire au carbone (xc10).....</i>	13
Figure I.9 : Courbes d'écroutissage de l'acier inoxydable austénitique 18Cr-10Ni-0,1C..	14
Figure I.10 : Microstructure lamellaire de déformation du nickel fortement laminé (MET sur coupe longitudinale)	15
Figure I.11 : formation à différentes température de martensite dans un acier austénitique du type 18-8 en fonction de la déformation rationnelle $\epsilon = \ln (l/l_0)$	16
Figure I-12 : Recristallisation dynamique : (a) structure déformée restaurée et non recristallisée	20
Figure 1-13 : Recristallisation dynamique : (b) germination de nouveaux grains et croissance.....	20
Figure I-14 : Recristallisation statique : (a) grain, (b) courbe contrainte-déformation...	21

Fig.1-15 : solubilité du carbone à l'état de carbures.....	22
Figure 1.16 : Coupe pseudo binaire du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni à 70% de Fer..	22
Figure I.17 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni.....	23

Les figures de chapitre 2

Figure II.1 : <i>Forme de l'éprouvette de traction</i>	26
Figure II.2 : <i>four de traitement thermique</i>	27
Figure II.3 : <i>Microstructure du 316L</i>	29
Figure II.4: <i>Montage utilisé pour l'attaque électrolytique</i>	30
Figure II.5 : <i>Microstructure du 316L avec l'attaque électrolytique.</i>	30
Figure II.6 : <i>Microscope optique utilisé</i>	31
Figure II.7 : <i>Micro-duromètre SHIMATZU HMV6M3</i>	32

Les figures de chapitre 3

Figure III.1 : Microstructure de l'échantillon a) brut de laminage puis traité (recuit à 920°C pendant 24 h puis refroidissement dans le four), b) déformé par traction à 10%, c) 22% et d) 30%, GX200.....	34
Figure III.2 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 2h puis hypertrempe) a) 10%, b) 22% et C) 30%, GX200.....	35
Figure III.3 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 4h puis hypertrempe) a)10%, b) 22% et c) 30%, GX200.....	36
Figure III.4 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 8h puis hypertrempe) a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.....	37
Figure III.5 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 16h puis hypertrempe) a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.....	38
Figure III.6 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 32h puis hypertrempe), a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.....	39

Figure III.7 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 64h puis hypertrempe), a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.....	40
Figure III.8 : Image obtenue par le microscope électronique à balayage de l'échantillon déformé par laminage, a) 40% et b) 60%.....	41
Figure III.9 : Microstructure de l'échantillon déformé par traction, a) 10%, b) 22% et c) 30%.....	42
Figure III.10 : Variation de la dureté HV en fonction du temps de maintien	44
Figure III.11 : Variation de la dureté HB en fonction du temps de maintien.....	45
Figure III.12 : Variation de la micro dureté en fonction du temps de maintien.....	47

Listes des tableaux

Tableau I.1 : La composition chimique de 316L d'après ASTM.....	10
Tableau I.2 : Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables.....	13
Tableau II.1 : composition chimique en masses du 316L.....	25
Tableau II.2 : Les valeurs de déformations obtenues par traction.....	26
Tableau III.1 : La dureté en Vickers (HV) de nos échantillons.....	43
Tableau III.2 : La dureté en Brinell de nos échantillons.....	43
Tableau III.3 : Les valeurs de la micro dureté de la phase observée de nos échantillons.....	46

Introduction générale

Introduction

Mon sujet de fin d'étude concerne l'étude de l'évolution par vieillissement de la microstructure de l'austénite déformée par traction d'un acier inoxydable 316L.

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

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

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

La première méthode a été étudiée l'année passée par M. Fillali dans le cadre de son projet de fin d'études [1]. Cette étude a montré que la dureté de l'austénite déformée atteint celle de la martensite sans toutefois réussir à observer les aiguilles et/ou les lattes de la martensite par la microscopie optique. La deuxième méthode sera indirectement l'objet de cette étude. En d'autres termes, nous allons traiter thermiquement cette austénite déformée à froid et voir comment les carbures (si la précipitation aura lieu) vont réagir avec le phénomène de restauration et recristallisation qui sera déclenché pendant les traitements thermiques.

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

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1. Aciers inoxydables

L'histoire des aciers inoxydables est la suivante :

- En 1821 le Français Berthier a fait des expériences avec une addition du chrome au fer.
- En 1897 l'Allemand Goldschmidt a développé des techniques de production à bas teneur en carbone avec le chrome dans un alliage de fer.
- De 1904 à 1909 les alliages de fer à 13% et 17% de chrome sont produits en France et en Allemagne.
- En 1913 l'Anglais Brearly a lancé le premier lingot commercial avec la composition suivante : 0,24% C, 0,2% Si, 0,44% Mn et 12,86% Cr.
- En 1916 les Etats Unis a breveté un alliage de fer avec 16% de chrome et moins de 0,7% de carbone [2].

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer ou plus exactement à base d'acier (alliage : fer-carbone) qui doivent contenir au moins 11% de chrome (figure I.1) et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène [3]. Cette quantité de chrome confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Cette résistance est due à la formation spontanée d'une couche superficielle d'un oxyde métallique, qui protège le métal et le rend passif [4]. Cependant l'ajout du chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de chrome et des phases intermétalliques [5].

L'acier inoxydable trouve ses applications dans des domaines où la corrosion n'est pas admissible pour des raisons techniques, esthétiques ou médicales comme par exemple l'industrie alimentaire, les brasseries, les installations de cuisine, l'appareillage médical, etc.

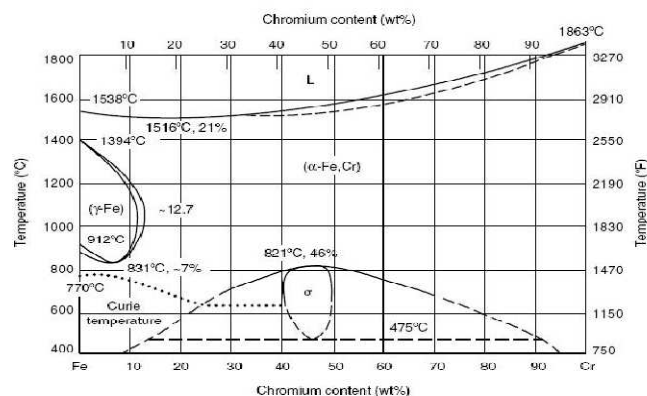


Figure I.1 : *diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [6].*

I.2. Les différentes familles des aciers inoxydables

Il existe quatre familles principales d'aciers inoxydables, ce sont [7] :

- Aciers inoxydables martensitiques.
- Aciers inoxydables ferritiques.
- Aciers inoxydables austénitiques.
- Aciers inoxydables austéno-ferritiques(duplex).

Le diagramme de Schaeffer (figure I.2) délimite les zones de chaque famille en fonction du pourcentage du chrome équivalent et du pourcentage du nickel équivalent.

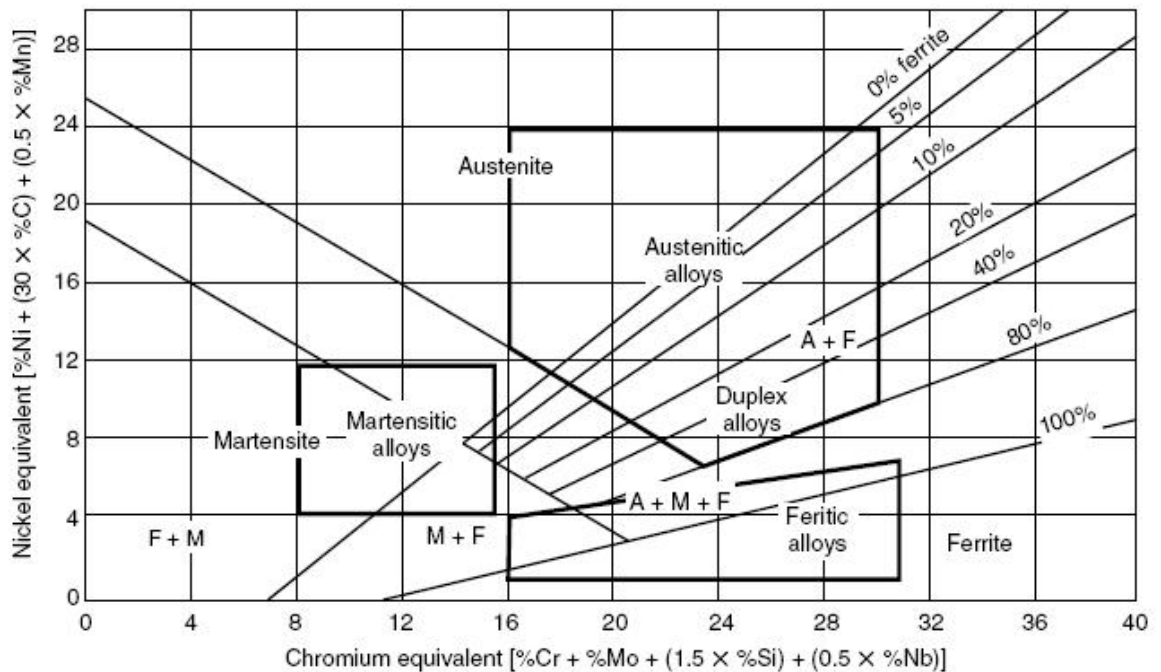


Figure I.2 : *Diagramme de Schaeffer des aciers inoxydables [8].*

I.2.1. Les aciers inoxydables martensitiques

Les aciers martensitiques contiennent en moyenne 12 à 17% de chrome, 0.10% de carbone et parfois des additions de nickel, de molybdène et éventuellement de soufre, en vue d'améliorer l'usinabilité. Ils sont, en règle générale, utilisés à l'état trempé et revenu, état dans lequel ils présentent des caractéristiques mécaniques et une résistance à la corrosion optimale. La trempe de ces aciers est caractérisée par un mécanisme de transformation relativement simple. Un chauffage d'austénitisation suivi d'un refroidissement à vitesse appropriée, dans le but de réaliser une transformation

martensitique. L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées [7].

La résistance à la corrosion de ces aciers, bien qu'inférieure à celle des aciers ferritiques et austénitiques, est bonne à l'air, aux solutions salines à caractères oxydant et aux produits alimentaires. Ils sont surtout utilisés en coutellerie et pour les pièces mécaniques fortement sollicitées, soumises à des actions corrosives [9].

I.2.2. Les aciers inoxydables ferritiques

Ce sont des alliages fer-chrome-molybdène dont la teneur en chrome varie de 11 à 30% [10]. Ces aciers ne contiennent en général pas de nickel. Ils sont ferromagnétiques et sont caractérisés par le fait que leur structure reste entièrement ferritique dans tout l'intervalle de température. Avec ces aciers, plus la teneur en chrome est élevée, plus le risque de fragilisation à 475 °C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté par suite d'un maintien durant plusieurs centaines d'heures à des températures comprises entre 400 et 500°C.

On les utilise sous forme d'enjoliveurs sur les automobiles et comme matériau de construction pour les usines d'acide nitrique synthétique [11].

I.2.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Les propriétés des aciers inoxydables duplex sont encore mal connues. Ils sont constitués de deux phases : L'austénite et la ferrite (voir figure I.3). Pour les aciers duplex forgés, la phase austénitique forme de longues aiguilles dans la matrice ferritique.

Grâce à leur haute teneur en chrome, les aciers duplex ont une très bonne résistance à la corrosion. La nature biphasée leur donne une haute limite d'élasticité associée à un allongement de rupture important.

Leurs teneurs en éléments alphagènes et gammagènes sont en équilibre de sorte que la structure à haute température de 1050°C à 1150°C est mixte ($\alpha+\gamma$). Par hypertrempe, cette structure est maintenue métastable à la température ambiante.

Ils contiennent en générale entre 30 et 60% de la phase α ; ces aciers sont caractérisés par des caractéristiques mécaniques supérieures que celles des aciers

austénitiques, une résistance à la corrosion meilleure que les austénitiques ; un très bon comportement au soudage. Ces aciers contiennent un pourcentage de chrome variant de 22 à 27% et environ 4 à 8 % de nickel ; outre le chrome et le Nickel, les aciers austéno-ferritiques peuvent comporter des additions de molybdène, de cuivre et /ou de l'azote [12].

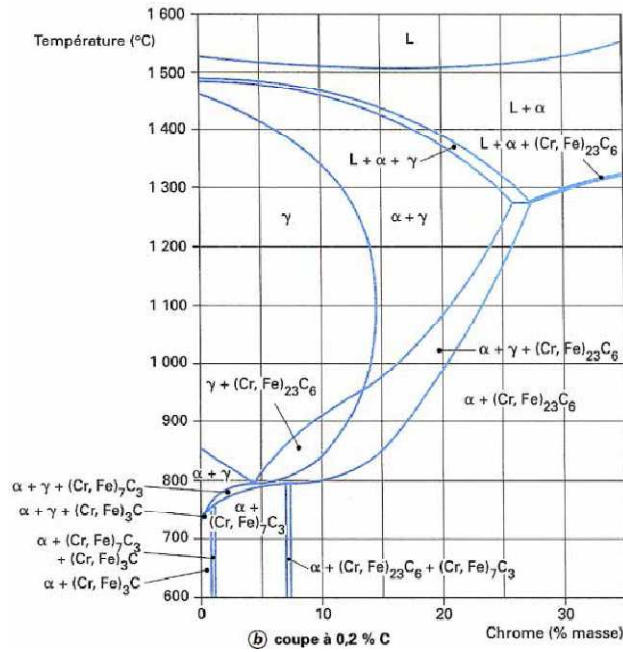


Figure I.3 : Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr pour a) coupe à 0.05% C et b) coupe à 0.2% C [5].

I.2.4. Les aciers inoxydables austénitiques

Ce sont des alliages fer-chrome-nickel et molybdène de structure cristallographique de type cubique à faces centrées. Ils sont amagnétiques et présentent, après hypertrempe, à la température ambiante une structure austénitique métastable. Ils contiennent au moins 16% de chrome et 6% de nickel. La nuance de base (18-8) contient 18% de chrome et 8% de nickel ; elle est désignée par AISI 304 dans la norme américaine.

Des éléments d'addition peuvent être ajoutés tels que le molybdène, le titane ou le cuivre afin de modifier ou d'améliorer leurs propriétés, les rendant adéquats à plusieurs applications critiques à des températures élevées en plus de la résistance à la corrosion. De nombreux alliages répondant à ces utilisations ont été développés à partir

de l'influence isolée ou combinée des éléments d'alliage sur les propriétés de l'acier. Voici succinctement le rôle des principaux éléments d'alliage :

- 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.
- Le nickel, élément gammagène qui stabilise l'austénite à toutes les températures (figure I.4 et I.5), favorisant ainsi leur mise en œuvre par déformation plastique. Il assure aux aciers inoxydables leur caractère amagnétique indispensable à un élément prothétique. Cet élément permet de réduire l'aptitude de l'austénite à la transformation martensitique lors de l'écrouissage, par exemple.
- Le manganèse, bien qu'il soit gammagène tient un rôle alphagène au-delà de 7% renforçant ainsi leur résistance à la fissuration à chaud lors des solidifications rapides.
- Le carbone, fortement gammagène favorisant la stabilisation de l'austénite lors de la déformation à froid. En présence d'un élément carburigène comme le chrome, il peut former des carbures. Le cas typique est la précipitation des carbures $Cr_{23}C_6$ dans les austénites 18-8 qui diminuent la résistance à la corrosion intergranulaire.

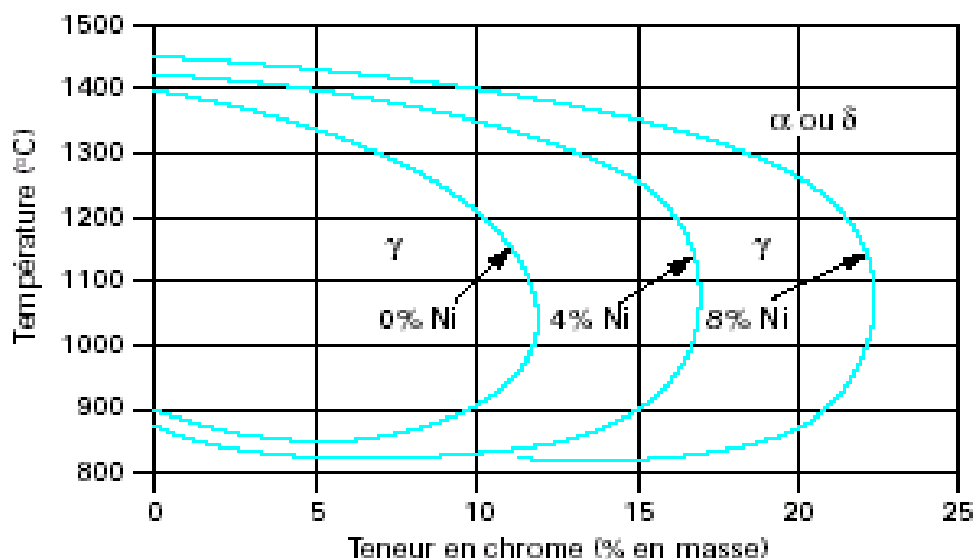


Figure I.4 : coupe du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ [5].

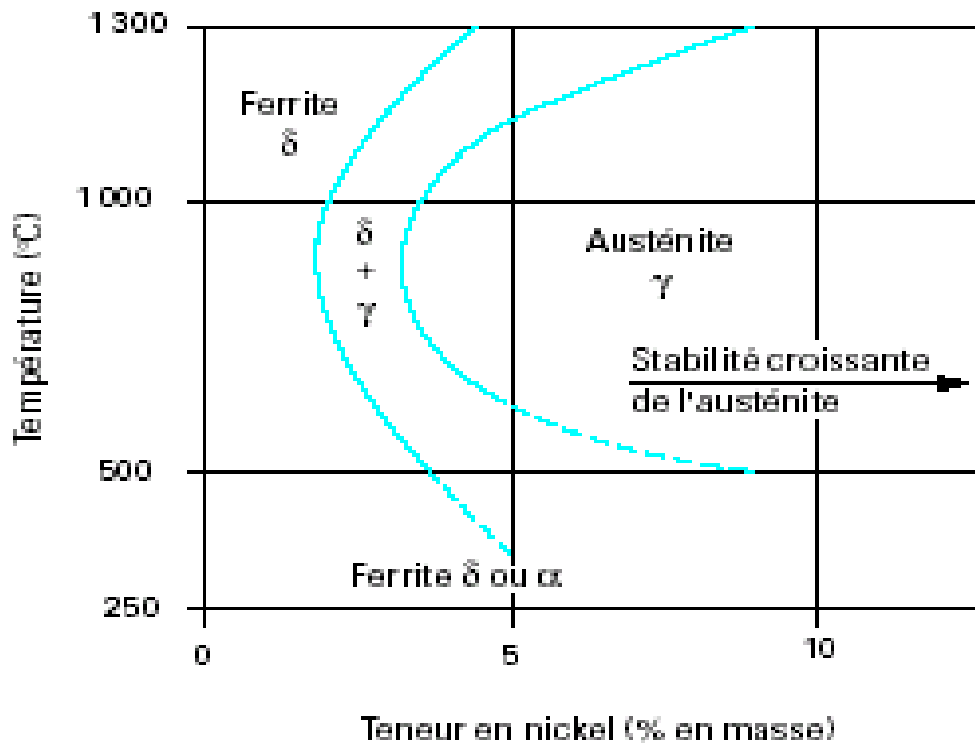


Figure I.5 : Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de chrome et à bas carbone ($\leq 0.01\%$ C). Influence de la teneur en nickel [5].

- L'azote, élément gammagène aussi qui, en présence de faibles teneurs en carbone, augmente la limite d'élasticité sans diminuer la résistance à la corrosion.
- Le silicium, élément alphagène qui diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.
- Le soufre, à des teneurs avoisinant 0,2% améliore considérablement l'usinabilité au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres.
- Le molybdène, souvent ajouté à des teneurs entre 2 et 5%, améliore la résistance à la corrosion dans différents milieux corrosifs sauf dans les milieux nitriques bouillants [13].

I.3. Acier inoxydable austénitique 316L

316L ou ASTM F139 est la norme américaine. Cet acier contient moins de 0,03% de carbone. Sa teneur en fer varie entre 60 et 65%. Ses principaux éléments d'alliage sont le chrome, le nickel (voir figure I.6), le molybdène et le manganèse. La composition chimique exacte est donnée dans le tableau I.1.

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

Tableau I.1 : La composition chimique de 316L d'après ASTM [14].

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

Le motif le plus important de l'acier à bas carbone se relie à la corrosion. Si la teneur en carbone de l'acier excède de manière significative 0,03%, il y a un danger élevé de la formation de carbures comme Cr_{23}C_6 . Ceux-ci tendent à précipiter aux joints de grains quand la concentration en carbone et l'histoire thermique ont été favorables à la cinétique de la croissance de carbures. Alternativement, cette précipitation de carbure

épouse les régions limitrophes de joints de grains du chrome, qui a l'effet de diminuer la formation de la base de l'oxyde de chrome protecteur Cr_2O_3 . Les aciers dans lesquels de tels carbures ont été formés s'appellent "sensibilisés" et sont enclins pour échouer par les ruptures aidées par la corrosion qui commencent aux joints de grains (affaiblies) sensibilisées [14].

Les applications de l'acier 316L sont très nombreuses. Sa biocompatibilité permet une utilisation soit comme implant (prothèse de hanche), soit en contact direct avec le corps humain (montre, piercing, etc.). Son excellente tenue au froid permet une utilisation à des très basses températures (conduits pour hélium liquide), sa résistance à l'oxydation lui autorise des applications dans les domaines mécaniques (pompes, ...). Une nouvelle norme européenne parue sur le Journal Officiel Français N° 165 du 19 Juillet 2000 limite l'utilisation de produits contenant plus de 0,05% en masse de nickel. Il devient par conséquent nécessaire de revêtir les aciers 316L pour limiter l'échange de nickel avec le corps humain [15].

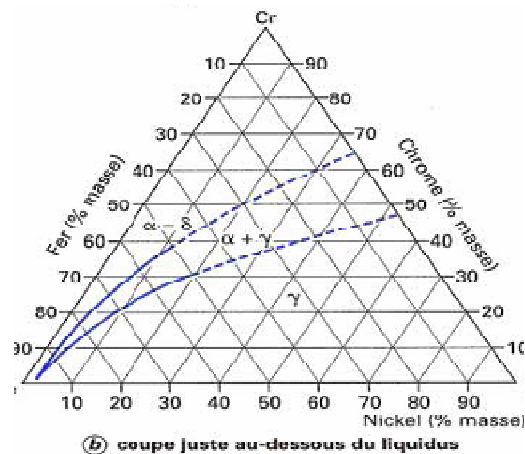


Figure I.6 : *Diagramme d'équilibre ternaire Fe – Cr – Ni [4].*

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

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

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

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

N est le nombre de grains dans 1 inch^2 ($1 \text{ mm}^2 = 0,0645 \text{ inch}^2$) avec un grossissement de 100. A titre indicatif pour $N = 6$ la taille moyenne des grains est d'environ $100 \mu\text{m}$. En outre, la taille des grains devrait être relativement uniforme. Une microstructure typique de 316L travaillé à froid est montrée sur la figure I.7.

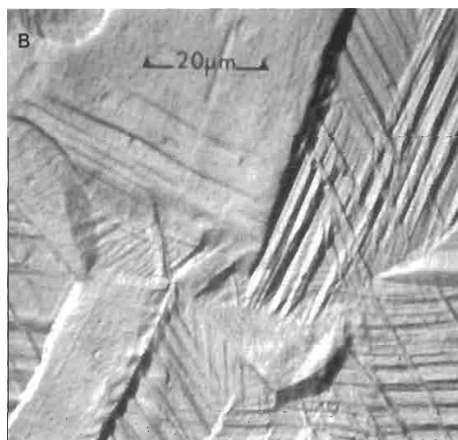


Figure I.7 : Microstructure typique 316L travaillé à froid [16].

Puisqu'ils ne présentent pas de points de transformation, les aciers inoxydables austénitiques ne peuvent subir aucun durcissement par traitement thermique, on peut toutefois les durcir assez considérablement par écrouissage (figure I.8). Comme les aciers ferritiques, ils sont sensibles au grossissement des grains au chauffage, toutefois, grâce à leur structure CFC, ils restent ductiles. La croissance des grains n'entraîne donc aucune fragilisation [16].

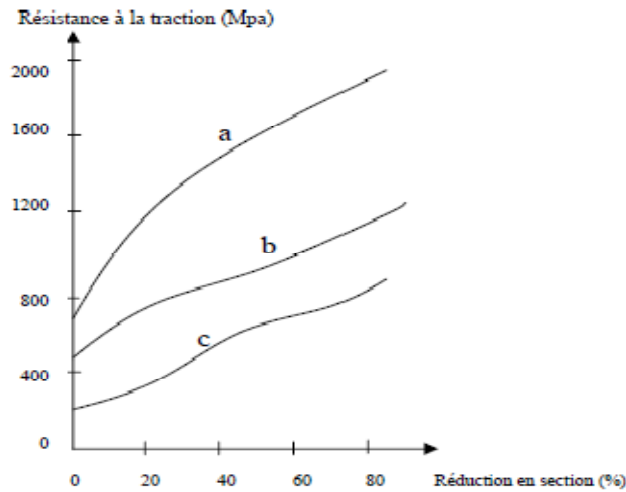


Figure I.8 : Variation de la résistance d'un acier à la traction en fonction de réduction de section obtenue par laminage a) Acier inoxydable austénitique (AISI 304) b) Acier inoxydable ferritique (AISI 430) c) Acier ordinaire au carbone (xc10) [17].

Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables sont résumées dans le tableau I.2.

La famille des aciers	Résistance à la traction (MPa)	La limite élastique (MPa)	Allongement %	Dureté (HRB)
Austénitique	550-655	214-552	30-70	70-90
Ferritique	448-655	241-586	10-30	75-92
Martensitique	483-1000	276-862	14-30	80-97
Duplex	440-550	620-760	15-30	/

Tableau I.2 : Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables [16].

I 4.1. Durcissement par écrouissage :

Sous l'action d'une déformation à froid, les aciers subissent un durcissement (la limite élastique (R_e) et la résistance à la traction (R_m) augmentent et leur ductilité baisse

(l'allongement à la rupture A% diminue). Plus la déformation plastique est grande, plus l'effort pour produire une nouvelle déformation est élevé : ce phénomène est désigné sous le nom d'écrouissage ou de durcissement par écrouissage. L'origine de ce durcissement est liée au mouvement de plus en plus difficile des dislocations dont la densité croît avec la déformation [11].

Les aciers inoxydables austénitiques sont fortement durcissables. La figure I.9 montre les variations de R_m , R_e et A% en fonction de la réduction en section en % pour un acier austénitique 18Cr-10Ni-0.1C. La réduction de section en %, appelée taux d'écrouissage, est obtenue par un laminage à froid (tôle) ou par tréfilage (fil). Le carbone, élément fortement gammagène, stabilise l'austénite. De ce fait, les austénites à bas carbone (0,02%) s'écrouissent plus vite que les austénites à carbone élevé (>0,06%) [11].

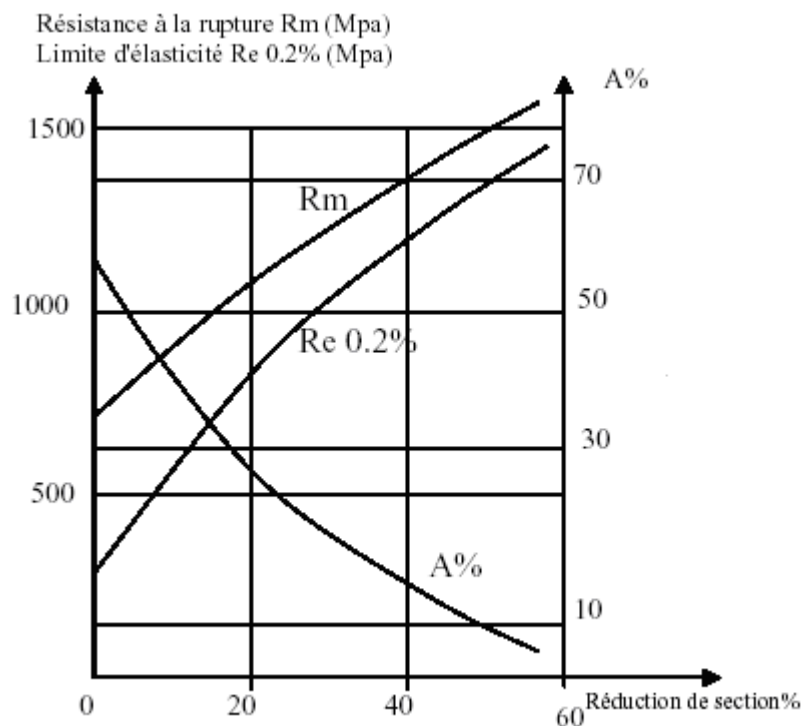


Figure I.9 : Courbes d'écrouissage de l'acier inoxydable austénitique 18Cr-10Ni-0,1C[17].

Le laminage à froid modifie la texture du métal de deux façons (figure I.10) :

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

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

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

Le laminage à froid n'allonge pas que le grain du métal, il allonge également les porosités et les phases déformables qui se trouvent, après déformation, alignées avec les inclusions du laminage [18].

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

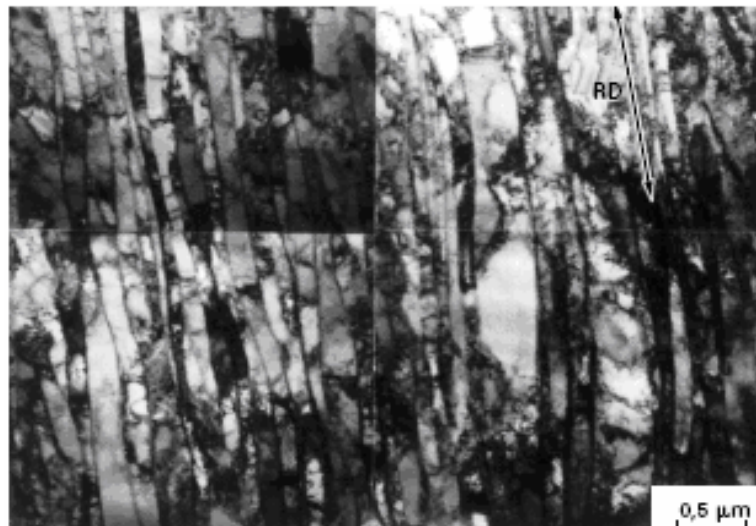


Figure I.10 : Microstructure lamellaire de déformation du nickel fortement laminé (MET sur coupe longitudinale) [18].

I.4.2. Transformation martensitique par écrouissage

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

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

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

La quantité de martensite formée est en fonction à la fois de la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, du mode, du taux et de la vitesse de déformation et naturellement, de la température. La figure I.11 indique le taux de transformation martensitique en fonction de la déformation varie dans l'acier austénitique du type 18-8 [11].

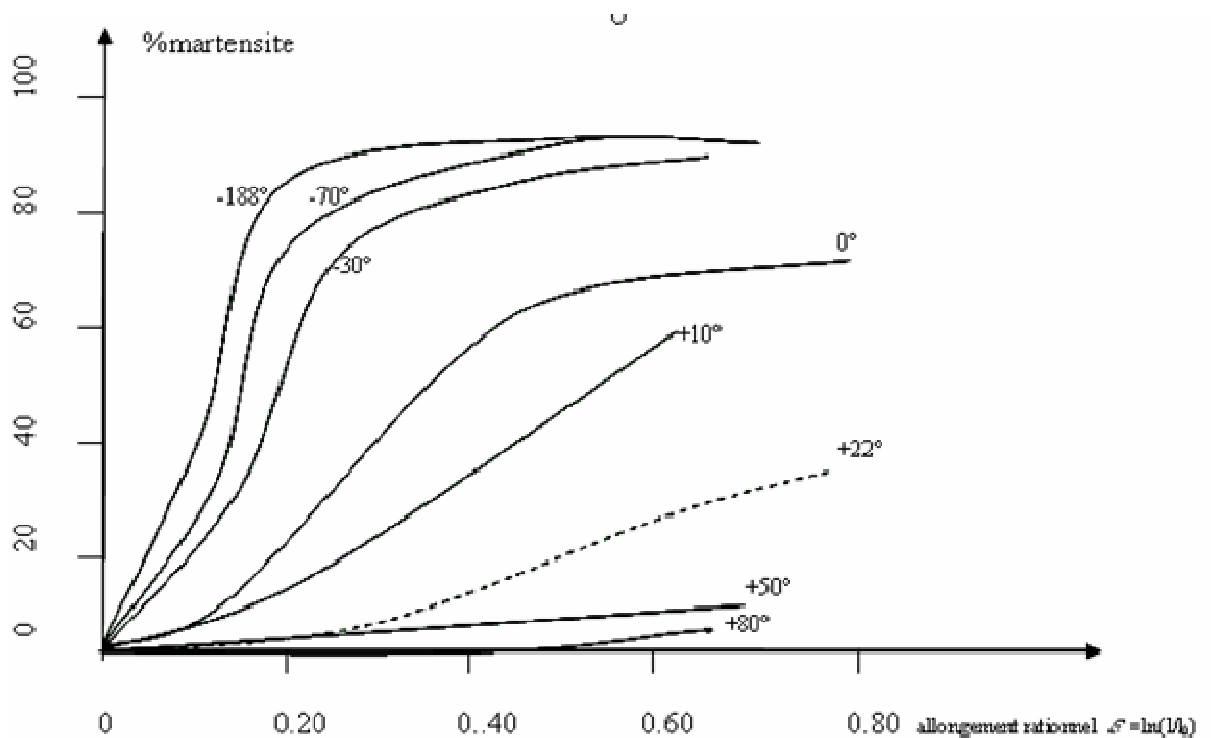


Figure I.11 : formation à différentes température de martensite dans un acier austénitique du type 18-8 en fonction de la déformation rationnelle $\epsilon = \ln(l/l_0)$ [11].

L'effet des éléments d'alliage (%massique) est mis en évidence par la formule suivante :
 $M_{d30}(^{\circ}\text{C}) = 497 - 462(\% \text{C} + \% \text{N}) - 9,2(\% \text{Si}) - 8,1(\% \text{Mn}) - 13,7(\% \text{Cr}) - 20(\% \text{Ni}) - 18,55(\% \text{Mo})$ [10].

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

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

L'augmentation de la teneur en nickel inhibe la formation de martensite d'écroissage α' . La stabilisation par le titane exerce un effet contraire par réduction du carbone et de l'azote en solution solide [11].

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

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

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

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

I.5. Restauration et recristallisation

Lorsqu'un matériau a été écroui par déformation plastique, sa microstructure est perturbée, et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écroissage consomme de l'énergie élastique que l'on retrouve dans les champs de contraintes résiduelles et dans les contraintes propres des dislocations. Elle est la force motrice pour les phénomènes qui se déroulent lors de la restauration et de la recristallisation. Dans la plupart des métaux cette énergie n'a aucun moyen de se manifester à température ambiante, parce que la mobilité des atomes est trop faible ; Il

suffit d'augmenter la température pour que l'énergie emmagasinée remplisse son rôle de la force motrice pour la restauration et la recristallisation [19].

I.5.1. Restauration

On entend par restauration, l'ensemble des phénomènes (surtout annihilation des défauts cristallins), qui contribuent à remettre la microstructure en équilibre, sans germination de nouveaux grains (les joints de grain restent inchangés). Pour l'observation macroscopique de la restauration on mesure le plus souvent la résistivité électrique ou la chaleur dégagée. Ces mesures sont non-destructives et surtout sensibles à tous les défauts cristallins. L'expérience classique consiste à augmenter la température de recuit avec une vitesse constante et d'observer la variation de la résistance électrique relative $\Delta\rho/\rho$ où ρ est la résistivité de l'échantillon restauré à une température de référence donnée. Les courbes de résistance ou d'énergie dégagée en fonction de la température montrent que la restauration procède par deux étapes. La première étape est liée aux défauts ponctuels et s'étalent jusqu'au dessus de la température ambiante. Ensuite, la mobilité des atomes atteint un niveau permettant le désancrage et le déplacement des dislocations sous l'effet des contraintes résiduelles. On constate dans cette phase de la restauration une diminution de la densité des dislocations par annihilation mutuelle de dislocations de signe opposé ainsi qu'un réarrangement des dislocations dans des configurations réduisant les contraintes résiduelles (et donc l'énergie emmagasinée). L'arrangement préféré des dislocations est le sous-joint. Les dislocations de même signe s'empilent, l'une au dessus de l'autre et finalement divisent le grain en deux sous grains. Les deux parties se distinguent par une légère rotation de l'orientation cristallographique.

La microstructure du matériau déformé à froid présente une forte densité de dislocations préférentiellement localisées dans les joints de grains. La restauration de ces échantillons écrouis à température ambiante, correspond essentiellement au deuxième stade de restauration et conduit à une restauration partielle des propriétés mécaniques. La dureté et la limite élastique diminue et la ductilité augmente. Les contraintes résiduelles de longue portée disparaissent [18].

I.5.2. Recristallisation

La température de restauration dépend du matériau et des défauts que l'on aimerait faire disparaître. La température de recristallisation va de paire avec la température de fusion, T_f . Elle se trouve généralement entre un tiers et la moitié de T_f . En s'approchant de la température $T=T_f/2$, la progression de la restauration change de mode. Les joints de grain, jusqu'ici immobiles, entrent en jeu. Ce mode appelé recristallisation primaire, modifie l'arrangement des grains et conduit à une microstructure entièrement nouvelle. La recristallisation des pièces, suffisamment écrouies, procède par germination et croissance des grains (voir figures I.12 et I.13). Les germes naissent dans les endroits à forte densité d'énergie (empilement des dislocations sur les joints) et s'étendent sur les grains voisins jusqu'à ce qu'ils en rencontrent d'autres, déjà recristallisés. Lors de la croissance les joints des nouveaux grains séparent donc le volume déjà recristallisé du volume déformé. L'orientation des axes cristallographiques du nouveau grain n'est en aucune relation avec les grains du métal déformé. Une éventuelle texture qui se serait établie lors de la déformation plastique disparaîtrait donc entièrement.

Lorsque l'écrouissage est faible ou que la pièce a déjà subi une restauration importante avant que la température n'ait atteint la température de recristallisation, la microstructure est déjà proche d'équilibre. L'énergie excédante ne suffit plus pour la germination de nouveaux grains. Dans ce cas, la recristallisation procède par un grossissement des sous-grains déjà restaurés (voir figure I.14). L'énergie emmagasinée entraîne alors le transport d'atomes à travers le sous-joint en direction du grain croissant qui doit être plus proche de l'équilibre (mieux restauré) que ses voisins. Il s'agit donc dans ce processus, dénommé comme croissance des grains, essentiellement d'une continuation de la restauration à des températures plus élevées. Comme les sous-grains ne subissent qu'une faible rotation lors de leur formation, la texture de déformation reste largement conservée.

La force motrice pour la recristallisation primaire avec germination est, comme pour la restauration, l'énergie emmagasinée dans les dislocations, comme toute la microstructure est modifiée, l'énergie des sous-joints s'y ajoute. La taille des grains qui s'établit après la recristallisation primaire, est fonction du taux de germination et de la vitesse de croissance. Celle-ci dépend à son tour du taux d'écrouissage, de la température et de la durée du recuit.

Après recristallisation primaire, la microstructure ne se trouve pas encore complètement dans son équilibre. Les joints de grains sont des discontinuités du réseau cristallin. Les atomes qui s'y trouvent, ne se laissent pas arranger de façon à ce qu'ils aient les distances habituelles par rapport à leurs voisins (comme sur les sites du réseau). Leur énergie de liaison est donc réduite. Cette énergie prise par de surface du joint, n'est rien que l'énergie du joint de grain. L'agrandissement exagéré de quelques grains, au détriment des plus petits, comme on l'observe lors de la recristallisation secondaire, entraîne une diminution de la surface totale des joints et permet donc d'approcher davantage l'équilibre [18].

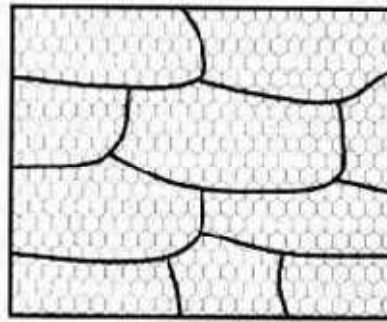


Figure I.12 : *Recristallisation dynamique : (a) structure déformée restaurée et non recristallisée [87].*

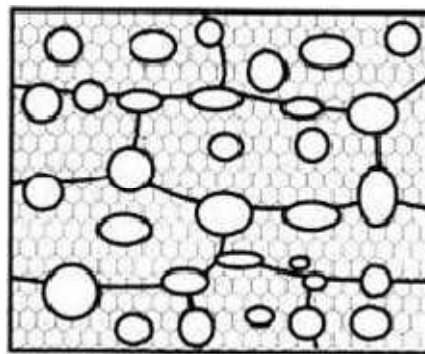


Figure 1.13 : *Recristallisation dynamique : (b) germination de nouveaux grains et croissance [18].*

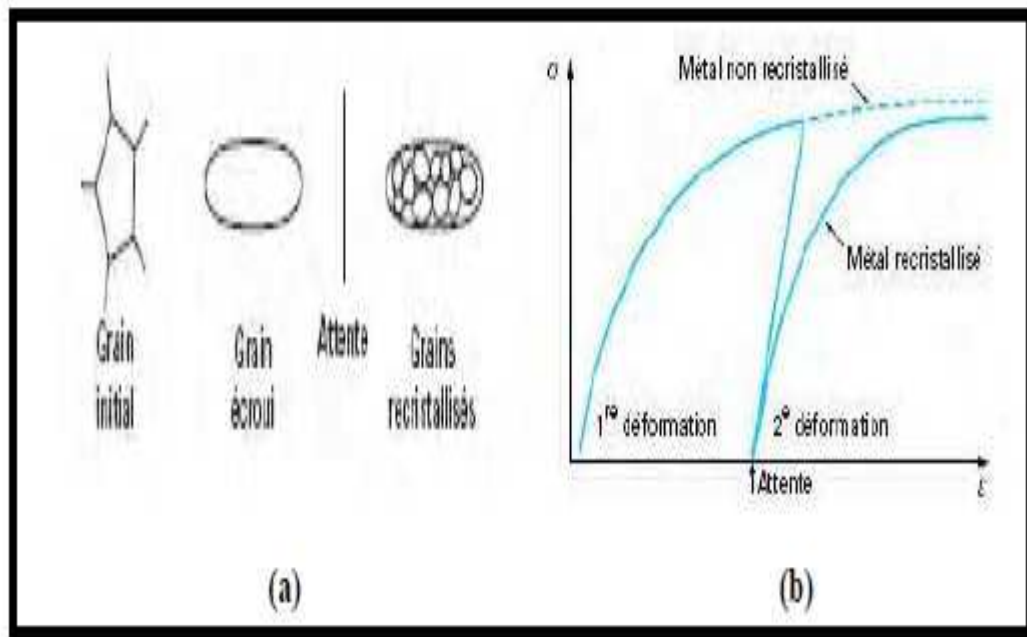


Figure I.14 : Recrystallisation statique : (a) grain, (b) courbe contrainte-déformation[18].

I.6. Traitements thermiques :

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

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

Divers traitements thermiques sont possibles :

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

Ces traitements thermiques nécessitent la connaissance des diagrammes d'équilibre binaires, ternaires et même quaternaires. Pour notre cas, les figures I.15 et I.16 montrent les diagrammes d'équilibre utilisés pour définir notre traitement thermique [20].

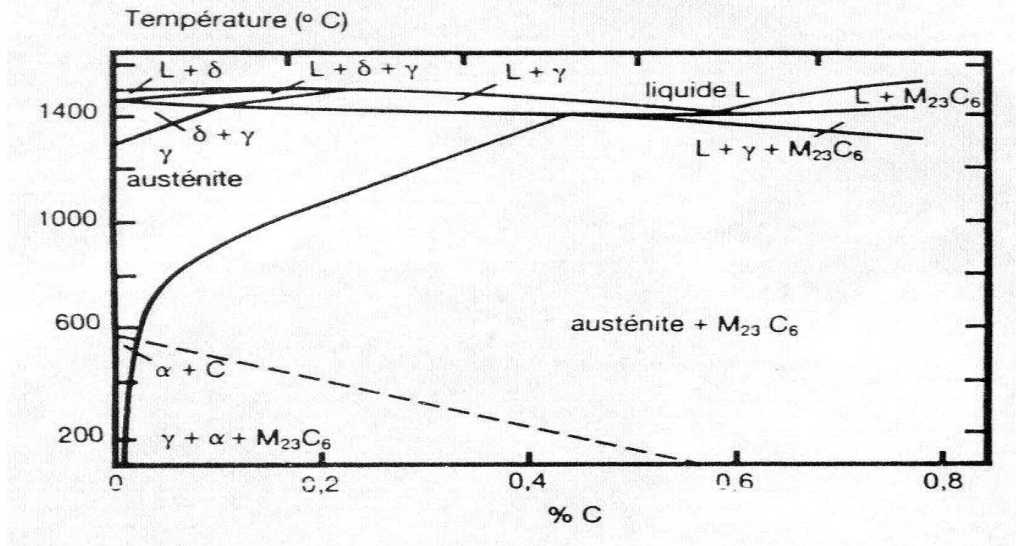


Fig.1.15 : solubilité du carbone à l'état de carbures $M_{23}C_6$ [20]

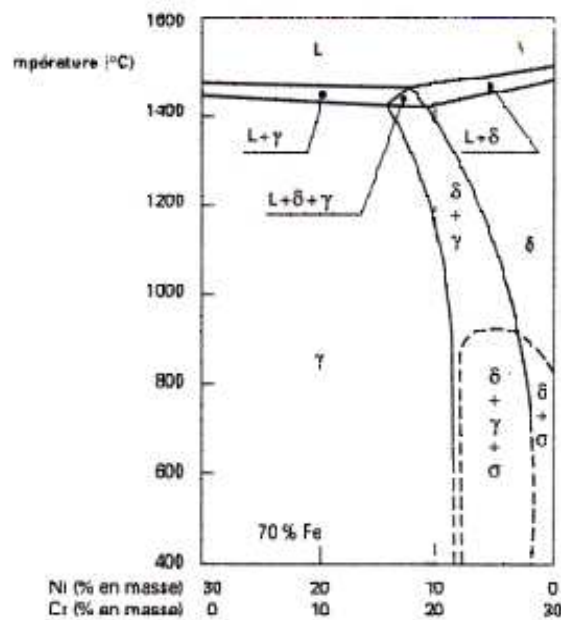


Figure 1.16 : Coupe pseudo binaire du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni à 70% de Fer [20].

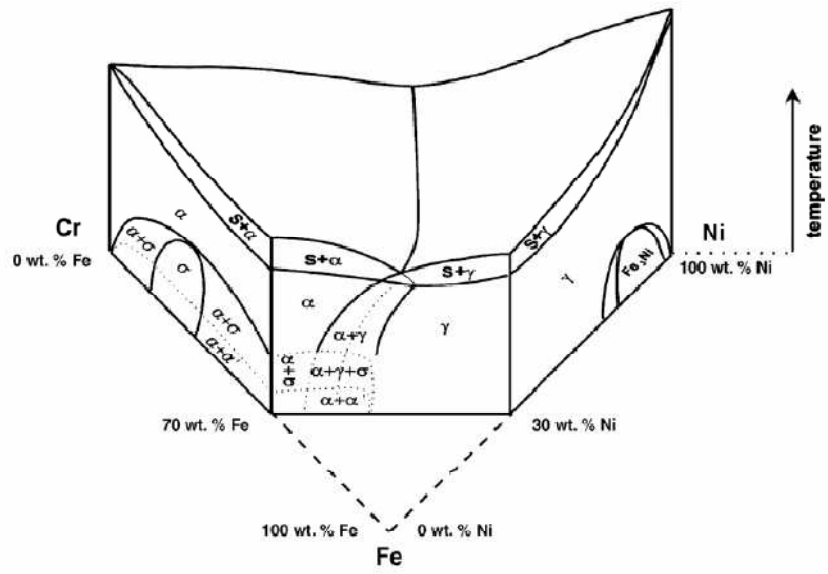


Figure I.17 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni [18]

Chapitre II

Techniques expérimentales

II. 1. Identification du métal de base

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

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

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

II.2. Prélèvement des échantillons

Des éprouvettes plates, de dimension 160 x 10 x 1mm², ont été découpées à partir d'une tôle brute laminée à chaud d'1 mm d'épaisseur. Le prélèvement a été fait dans la direction de laminage.

II.3. Déformation par traction

Les éprouvettes sont allongées manuellement par la machine de traction mécanique. Nous avons choisi des allongements de 10%, 22% et 30%.

II.3.1. Dimensions et formes des éprouvettes

Les essais de traction sont exécutés sur des éprouvettes (figure II.1), dont la largeur initiale entre repère L_0 est donnée par la relation suivante :

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

S_0 : section initiale; $K = 8,16$.

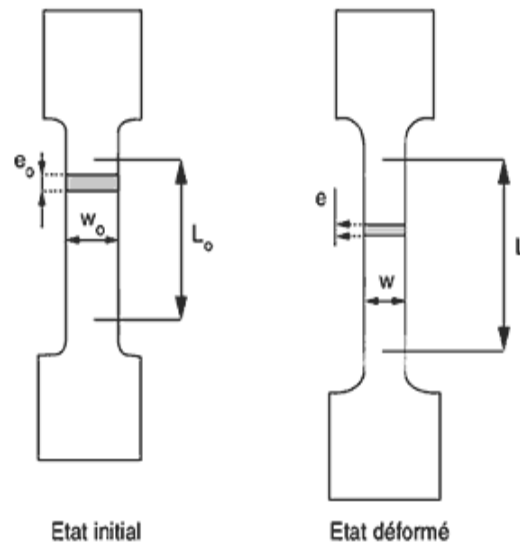


Figure II.1 : Forme de l'éprouvette de traction.

II.3.2. Mode opératoire

La vitesse de traction doit être aussi constante et aussi uniforme que possible, pour que les résultats soient comparables au cours d'essais sur un même lot d'éprouvettes. Elle doit être de l'ordre de 20mm par minute. Le tableau II.2 donne les valeurs de déformations obtenues par traction.

Eprouvette	L_0 (mm)	L_f (mm)
0%	7	7
10%	7	7,7
22%	7	8,54
30%	7	9,1

Tableau II.2 : Les valeurs de déformations obtenues par traction.

Chaque éprouvette déformée est découpée en sept petits échantillons de 1cm^2 . Ces échantillons vont subir le traitement thermique de restauration et recristallisation.

II.4. Traitement thermique

Le traitement thermique utilisé est le suivant :

- La température de recuit est égale à 920°C
- Les temps de maintien réalisés à cette température sont : 2h, 4h, 8h, 16h, 32h et 64h.
- Hypertrempe.

Pour effectuer ce traitement, les dix neuf échantillons ont été déposés dans un four électrique dont la température a augmenté jusqu'à 920°C après une durée de deux heures. Après chaque temps de maintien, on fait sortir un échantillon pour le tremper rapidement dans un seau d'eau froide. Le dernier échantillon a été laissé dans le four qui est hors tension jusqu'à la température ambiante dans le but d'effectuer un refroidissement suffisamment lent.



Figure II.2 : *four de traitement thermique.*

II.5. Méthodes de caractérisation

La caractérisation microstructurale des échantillons a été faite à l'aide d'un microscope optique équipé d'une caméra et lié au microordinateur pour le traitement des photos. Des images en électrons secondaires et rétrodiffusées sur des échantillons fortement déformés ont été réalisées par la microscopie à balayage. Des mesures de dureté et de la microdureté ont été effectuées sur les microstructures obtenues. Ces mesures ont été réalisées respectivement, par un duromètre universel à affichage digital et un microduromètre.

II.5.1. Observation métallographique

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

1. Enrobage à froid : qui consiste à mettre l'échantillon dans un moule et ajouter le mélange résine-durcisseur, et ensuite laisser la résine se solidifier pendant quelques minutes. Cette étape permet d'avoir une surface plane et une meilleure manipulation des échantillons pendant le polissage.
2. Polissage : il permet d'obtenir une surface plane, non rugueuse et d'éliminer la couche d'oxyde superficielle. Le polissage a été effectué en deux étapes :
 - Polissage grossier (abrasion) : on a fait passer les échantillons enrobés sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante de 80, 120, 320, 400, 600, 800, 1000 et 1200. En passant d'un papier à un autre l'échantillon est rincé soigneusement en ultrasons pour assurer un nettoyage en profondeur.
 - Polissage de finition : il a été réalisé sur du papier feutre à l'aide d'une suspension d'alumine de 0,3 à 0,05 μ m. Après ces deux opérations de polissage, les échantillons doivent présenter une surface ayant l'aspect d'un miroir prêt à l'attaque chimique.
3. 1 - Attaque chimique : elle a été faite à l'aide d'une solution de composition suivante : 30% de HNO₃, 40% de HCl et 30% de H₂O. La durée de l'attaque a été de l'ordre de 1 à 2 minutes.

La figure II.2 montre la microstructure observée au microscope optique après ces étapes de préparation d'un échantillon de l'acier 316L.

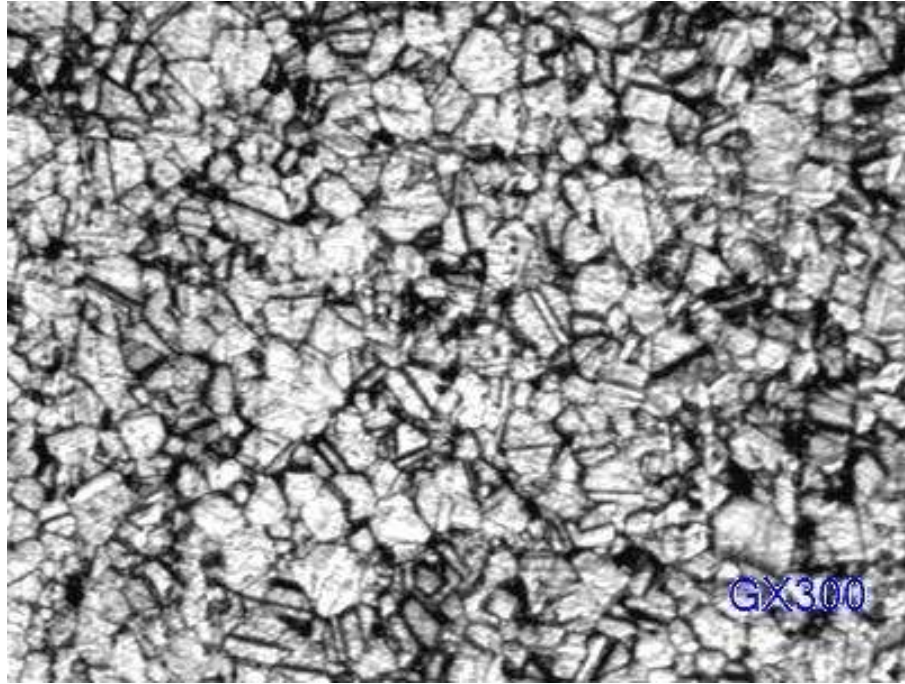


Figure II.3 : Microstructure du 316L.

La présence des maclages sur la microstructure de la figure II.2, nous a obligé de faire l'attaque électrolytique à nos échantillons pour les éliminer afin de bien révéler les joints de grains.

2 - Attaque électrolytique : La solution utilisée est l'acide nitrique (HNO_3). L'échantillon à polir joue le rôle de l'anode. Pour la cathode nous avons placé une plaque du 316L (figure II.3). L'ensemble est parcouru par un courant continu dont la source est une batterie de 1,5V. L'attaque électrolytique a été effectuée à la température ambiante pendant 3 à 5 minutes.

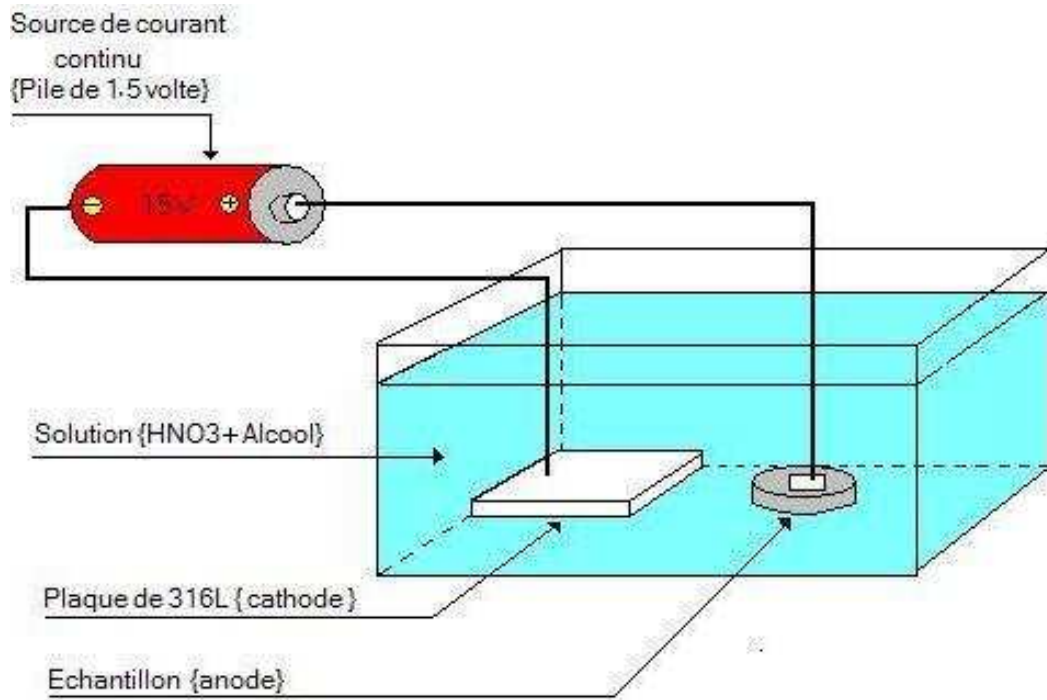


Figure II.4: Montage utilisé pour l'attaque électrolytique.

La figure II.4 montre la microstructure du même échantillon obtenue avec l'attaque électrolytique.

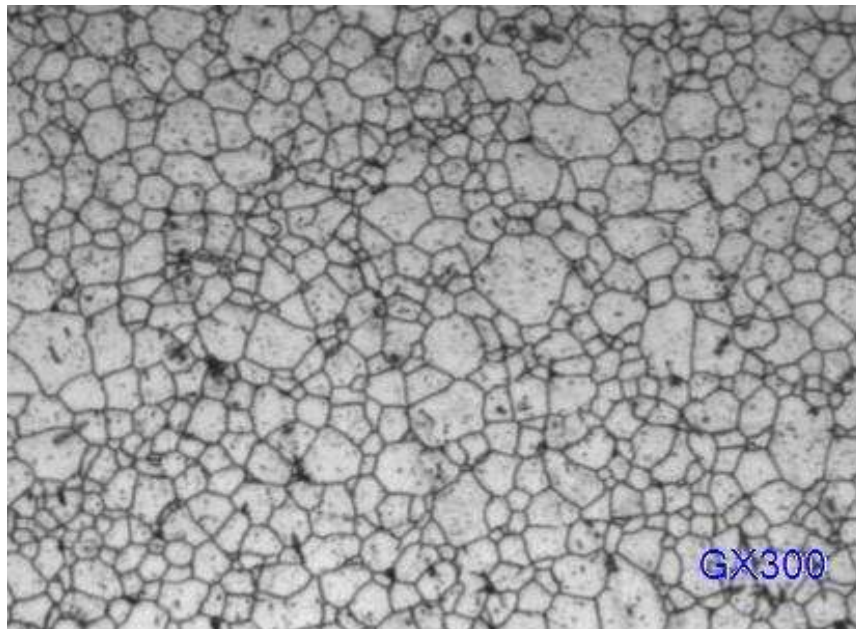


Figure II.5 : Microstructure du 316L avec l'attaque électrolytique.

La figure II.5 montre le microscope optique utilisé pour nos observations microscopiques, de type OLYMPUS à différents grossissements, allant de 50 à 1000, équipé d'une caméra numérique qui sert à prendre des photos vues au microscope optique. L'ensemble est connecté à un micro-ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition des données (Archimed version 5.5.0) avec lequel nous pouvons transformer ces données numériques en images sur écran du micro-ordinateur.



Figure II.6 : *Microscope optique utilisé.*

On a réalisé des images par les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés sur les échantillons fortement déformés par la microscopie électronique à balayage (MEB) au centre de développement des technologies avancées CDTA de Baba Hacène.

II.6. Mesure des duretés

Les duretés superficielles de nos échantillons ont été mesurées à l'aide d'un duromètre universel à affichage digital du centre de recherche et de développement d'électricité et du gaz (CREDEG) d'Ouled Fayet. Alors que les duretés des phases ont été mesurées à l'aide d'un microduromètre de marque SHIMATZU HMV6M3 (figure II.6) disponible au niveau de notre département.



Figure II.7 : *Micro-duromètre SHIMATZU HMV6M3*

Chapitre III

Résultats et interprétation

III.1. Résultats expérimentaux

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

III.1.1. Observation métallographique

Nous allons présenter les microstructures du grossissement 200. Les figures III.1a, III.1b, III.1c, III.1d, représentent respectivement les microstructures de l'échantillon brut de laminage puis traité (recuit à 900°C pendant 24 heures puis refroidissement dans le four), déformé par traction à 10%, 22% et 30%.

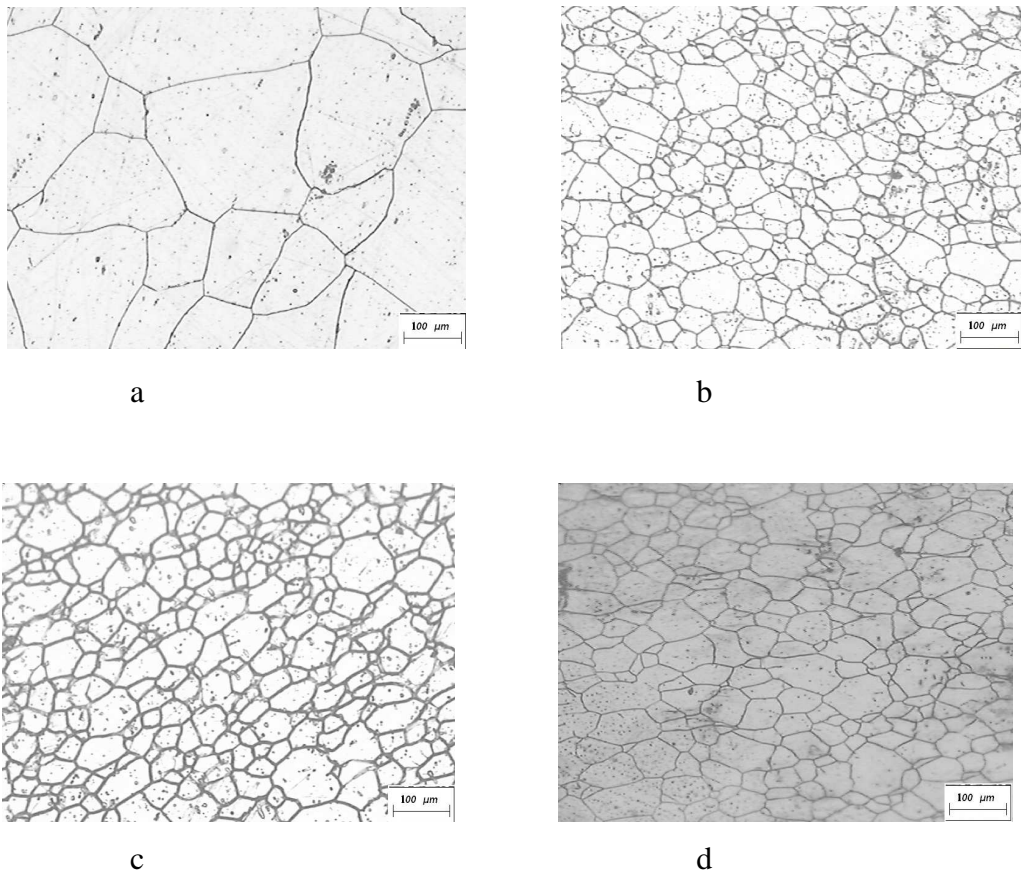
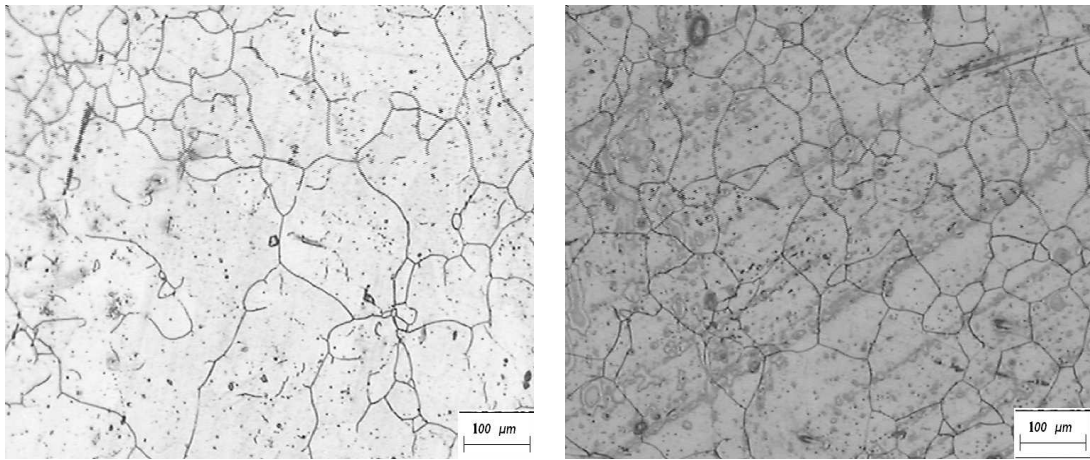


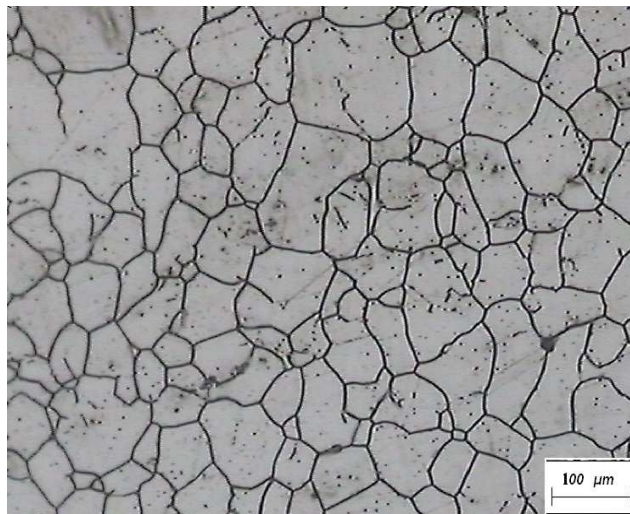
Figure III.1 : Microstructure de l'échantillon a) brut de laminage puis traité (recuit à 920°C pendant 24 h puis refroidissement dans le four), b) déformé par traction à 10%, c) 22% et d) 30%, GX200.

La figure III.2 représente les microstructures des échantillons déformés puis traités (recuit à 920°C pendant 2h puis hypertrempe).



a

b



c

Figure III.2 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 2h puis hypertrempe) a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.

La figure III.3 représente les microstructures des échantillons déformés puis traités (recuit 920°C pendant 4h puis hypertrempe).

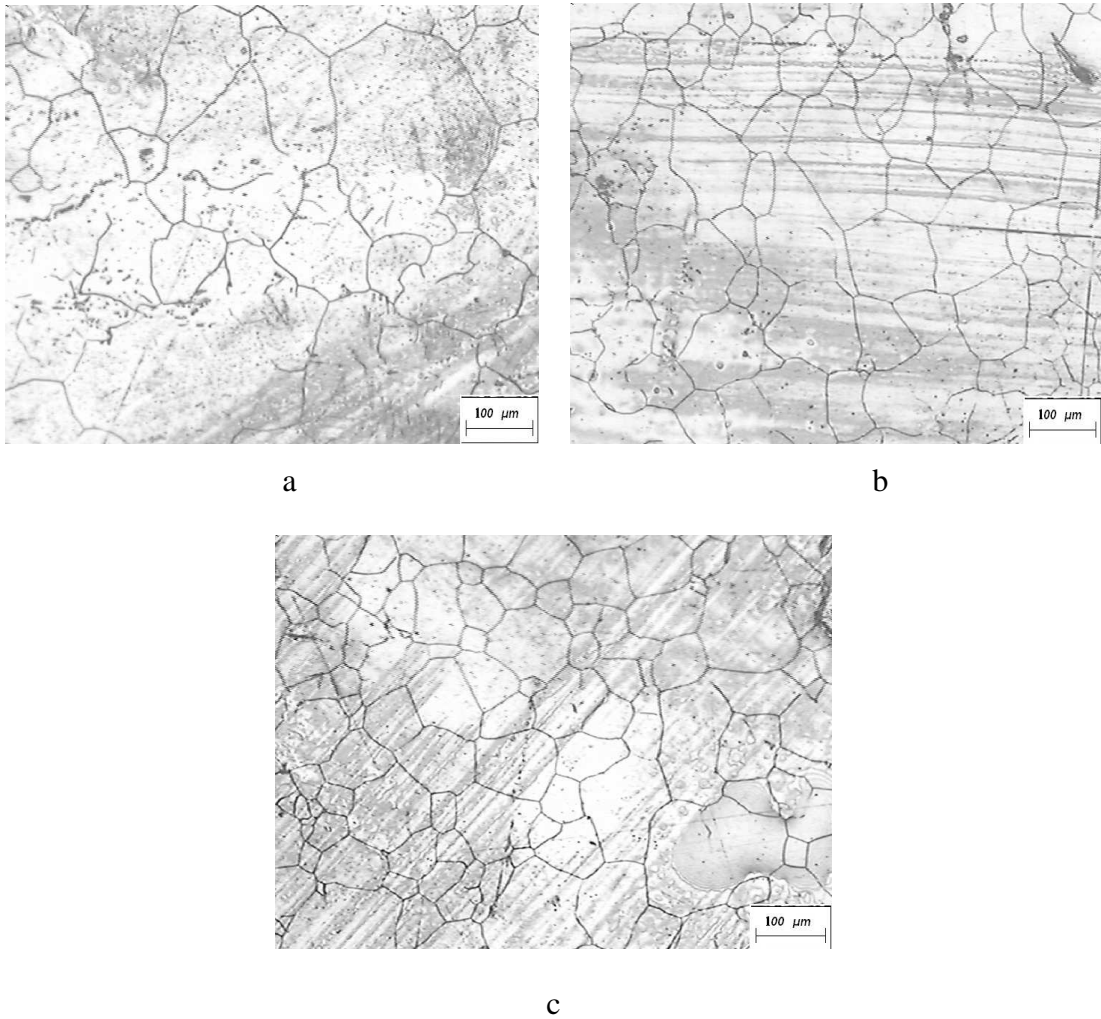


Figure III.3 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 4h puis hypertrempe) a)10%, b) 22% et c) 30%, GX200.

La figure III.4 représente les microstructures des échantillons déformés puis traités (recuit à 920°C pendant 8h puis hypertrempe).

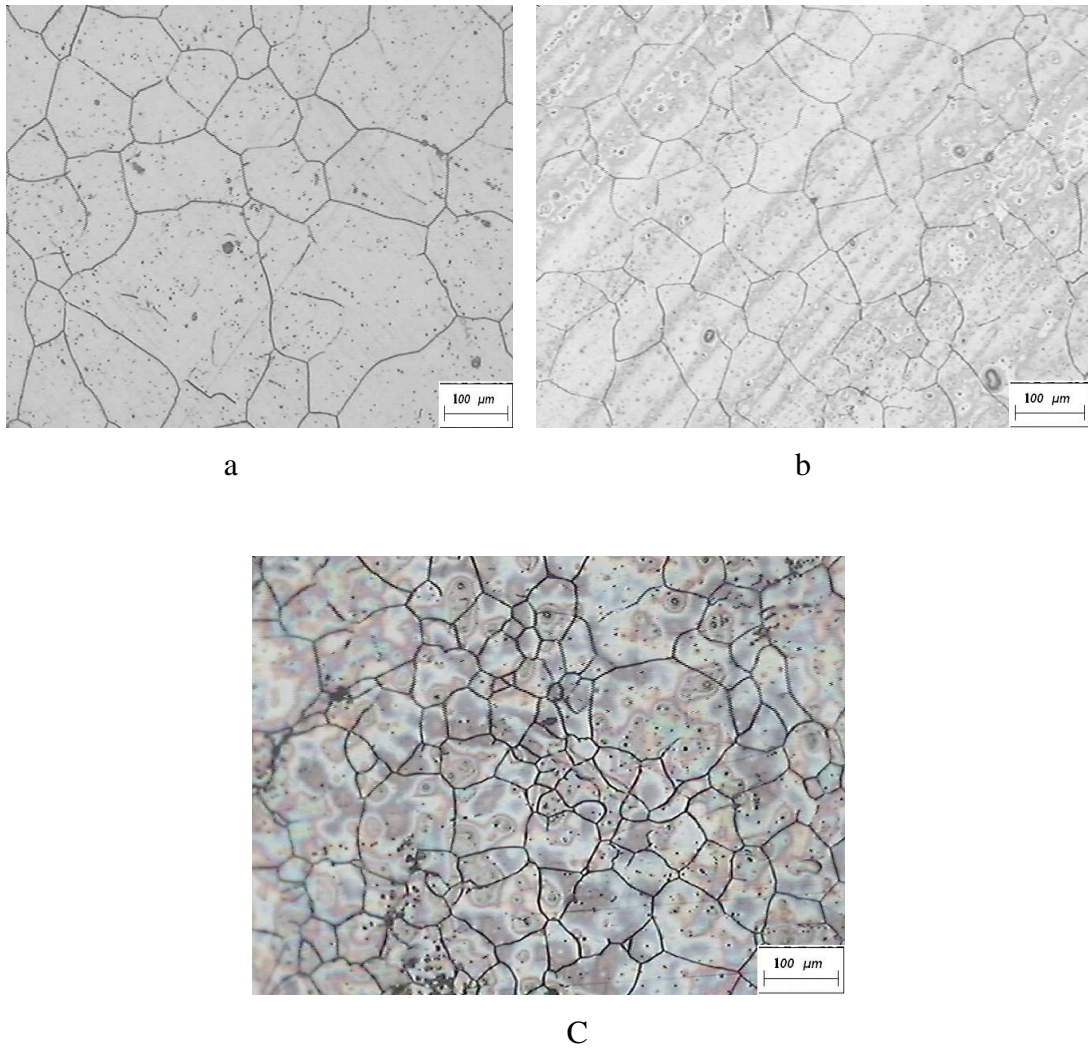


Figure III.4 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 8h puis hypertrempe) a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.

La figure III.5 représente les microstructures des échantillons déformés puis traités (recuit à 920°C pendant 16h puis hypertrempe).

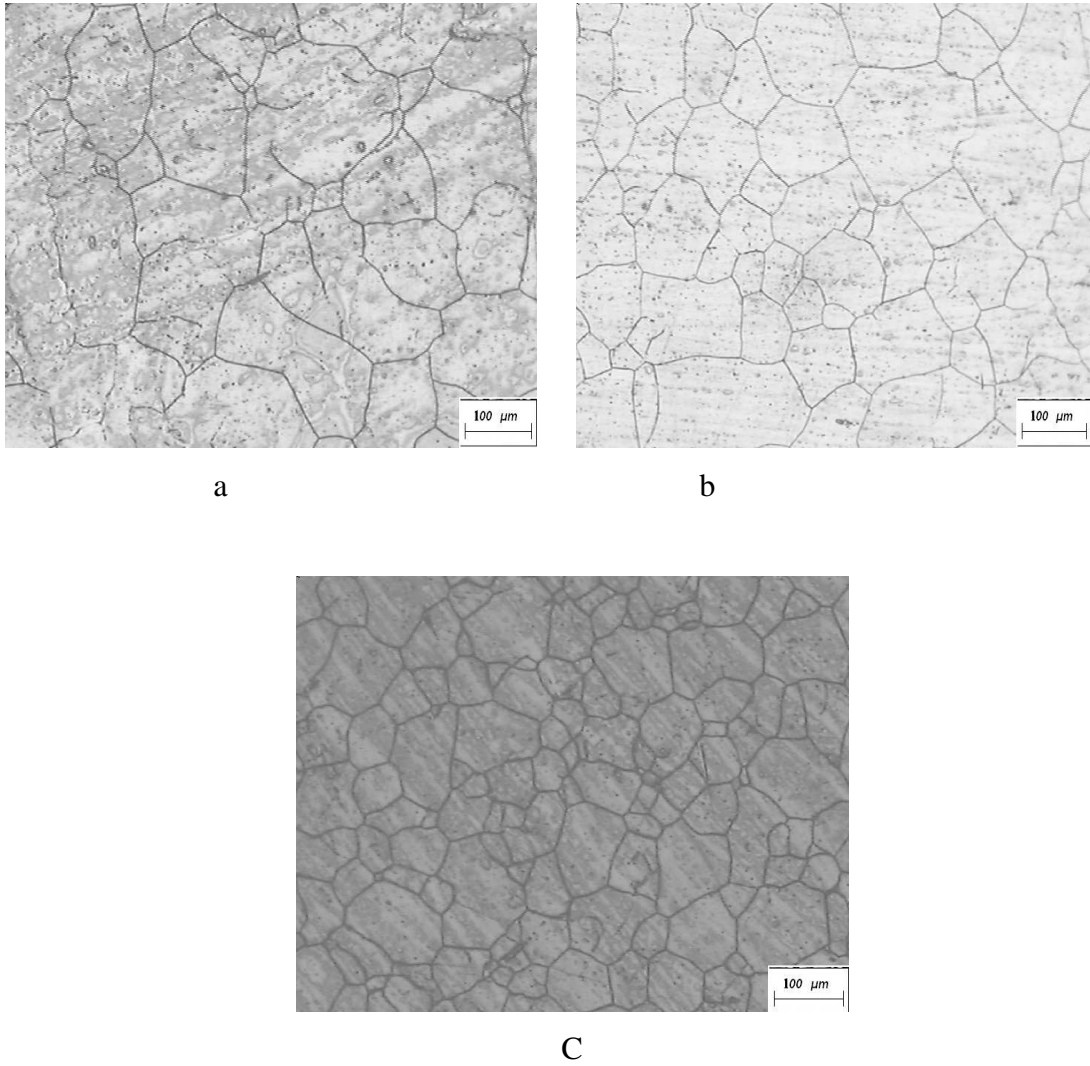


Figure III.5 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 16h puis hypertrempe) a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.

La figure III.6 représente les microstructures des échantillons déformés puis traités (recuit à 920°C pendant 32h puis hypertrempe).

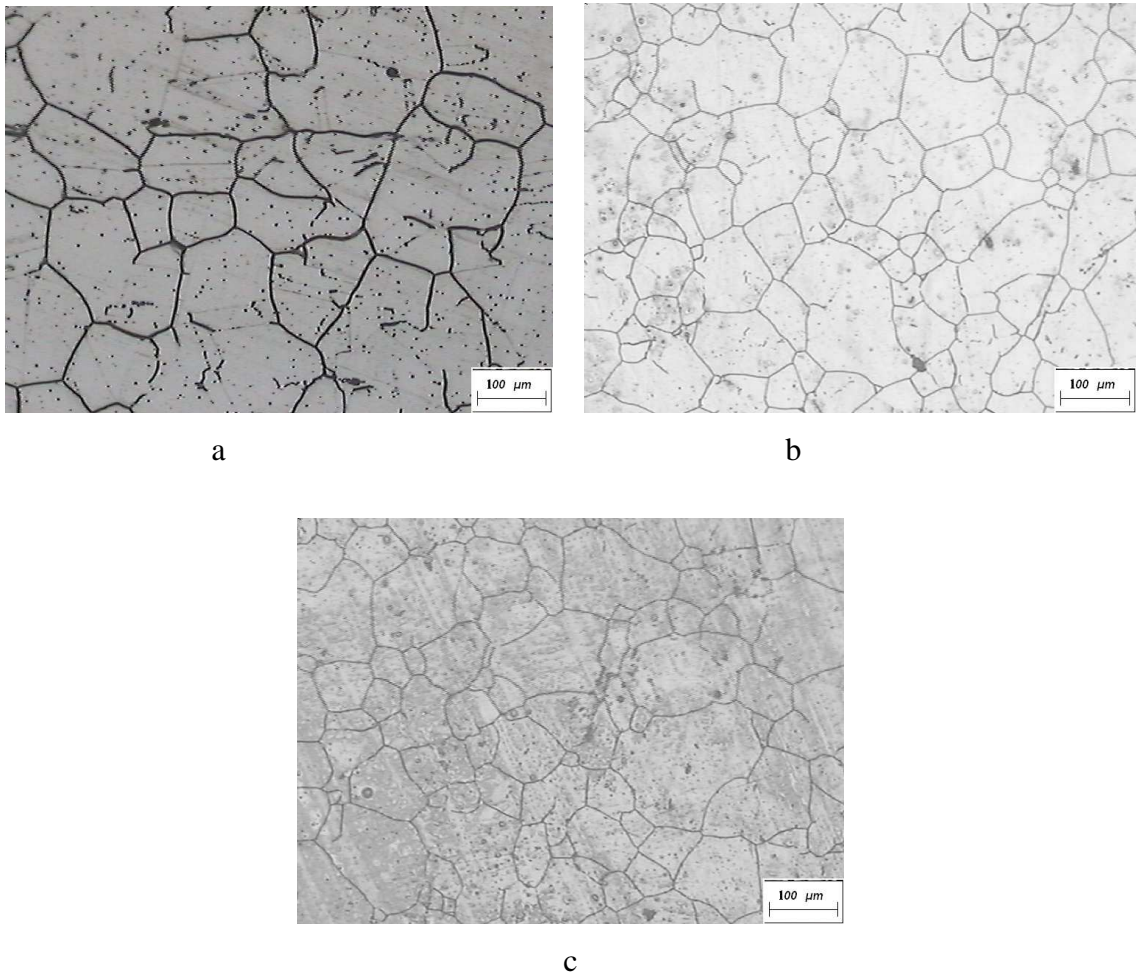
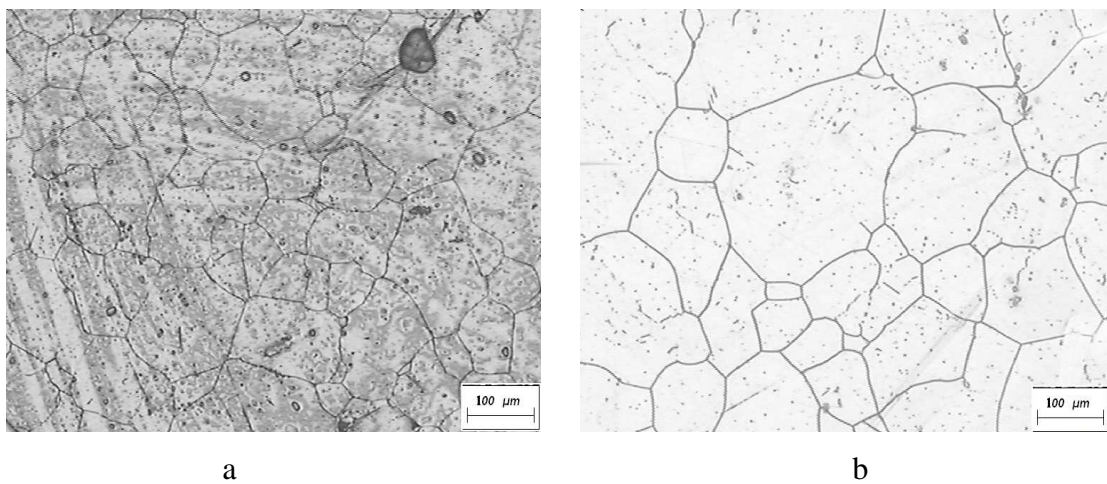
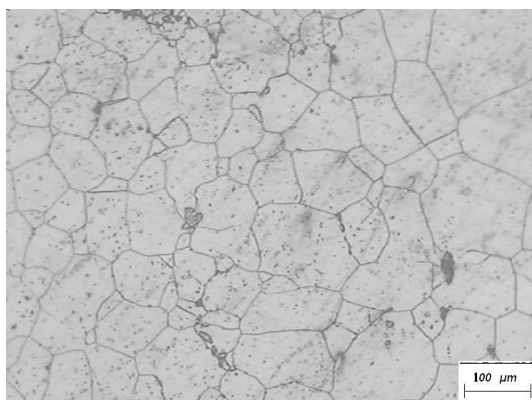


Figure III.6 : Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 32h puis hypertrempe), a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.

La figure III.7 représente les microstructures des échantillons déformés puis traités (recuit à 920°C pendant 64h puis hypertrempe).



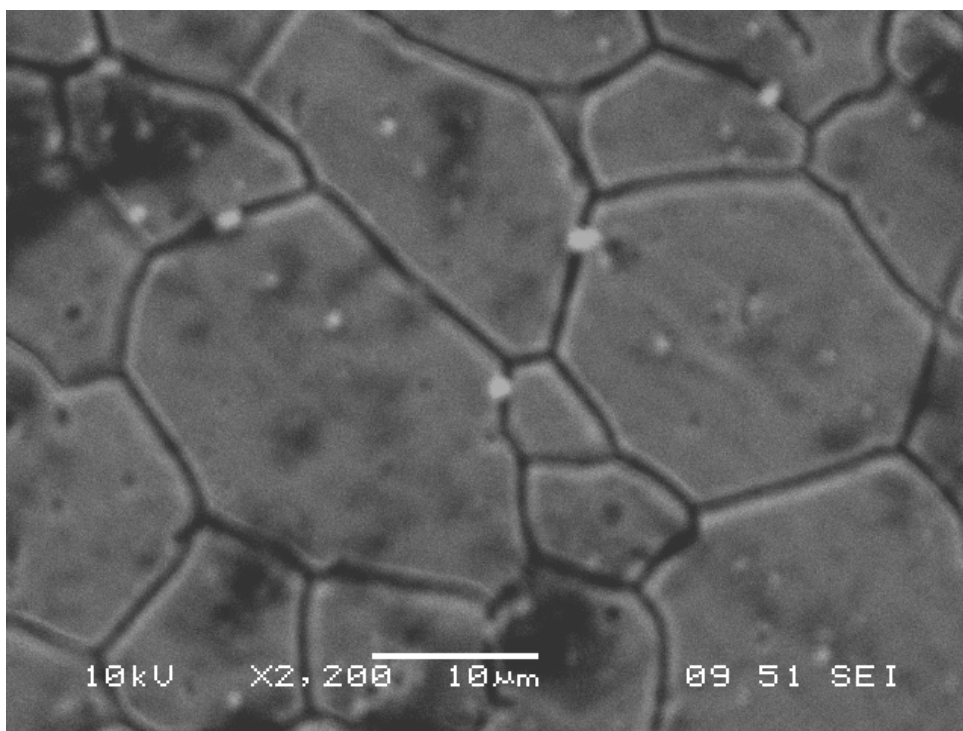


c

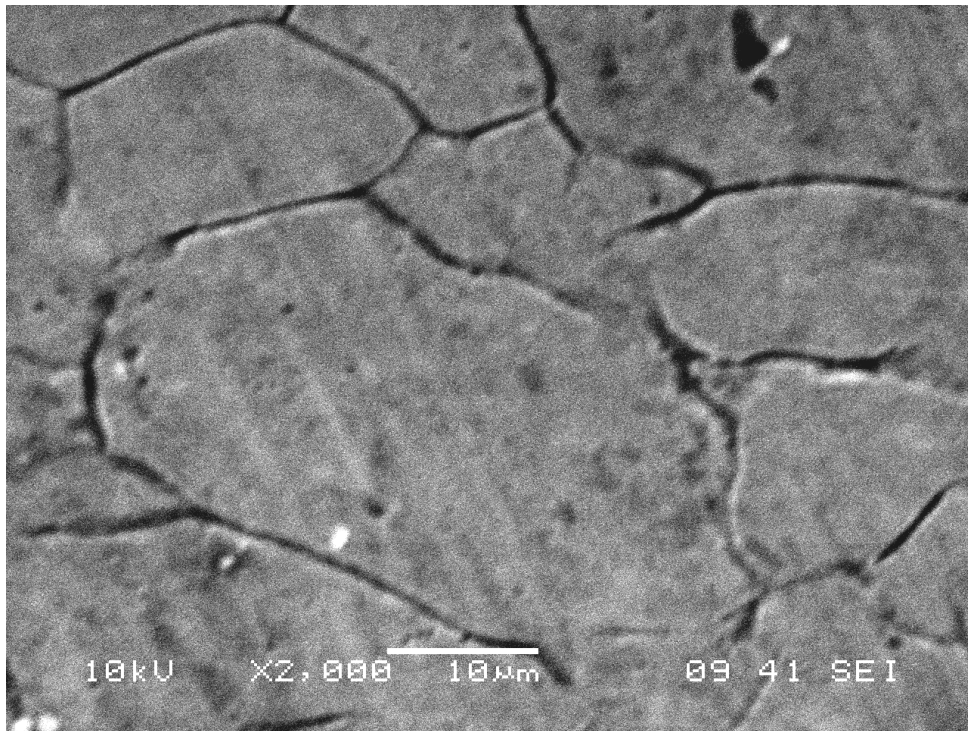
Figure III.7 : *Microstructure de l'échantillon déformé puis traité (recuit à 920°C pendant 64h puis hypertrempe), a) 10%, b) 22% et c) 30%, GX200.*

III.1.2. Observation par microscopie électronique à balayage

La figure III.8 représente les images obtenues par le microscope électronique à balayage sur des échantillons déformés par laminage [1].



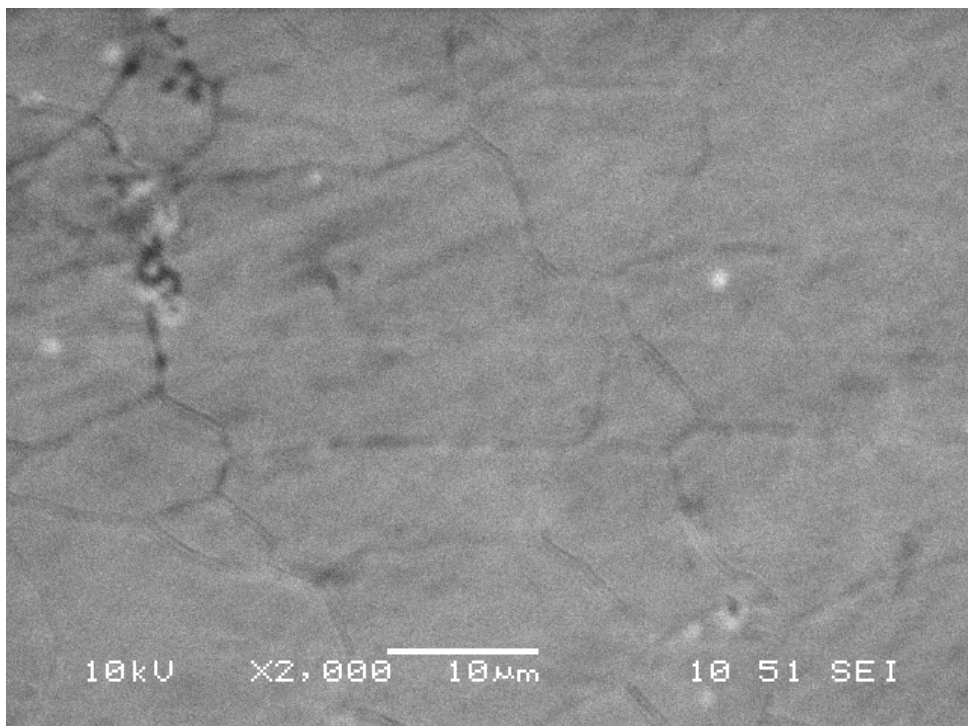
a



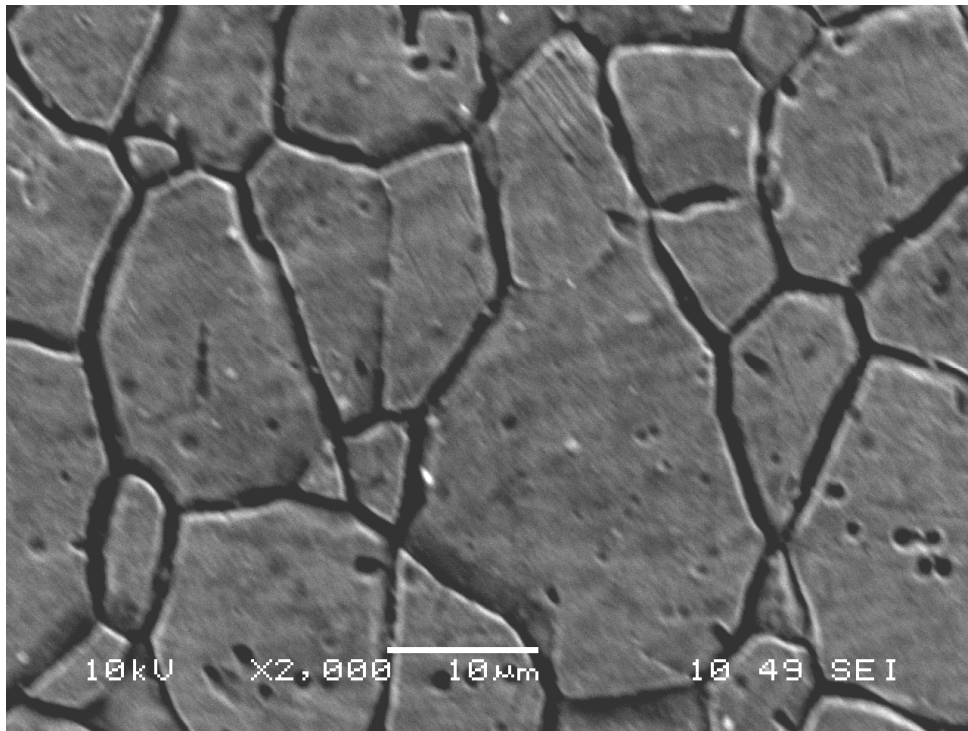
b

Figure III.8 : Image obtenue par le microscope électronique à balayage de l'échantillon déformé par laminage, a) 40% et b) 60%.

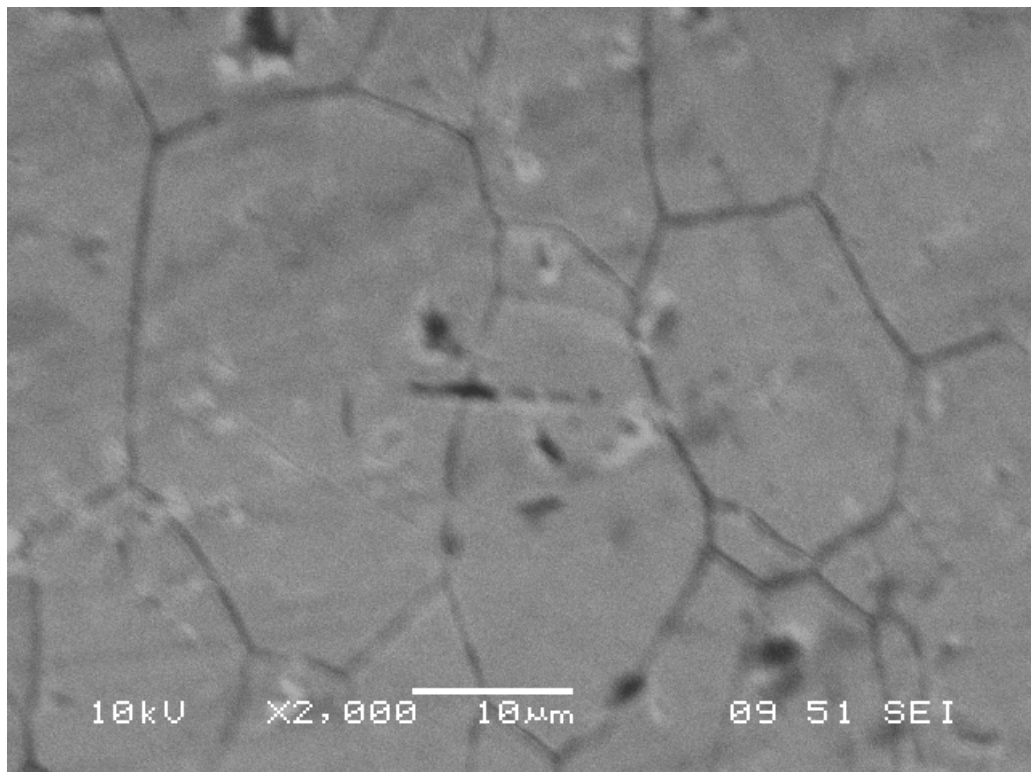
La figure III.9 représente les images obtenues par le microscope électronique à balayage sur des échantillons déformés par traction a) 10%, b) 22% et c) 30%.



a



b



c

Figure III.9 : Microstructure de l'échantillon déformé par traction, a) 10%, b) 22% et c) 30%.

III.1.3. Evolution de la dureté superficielle

Les tableaux III.1 et III.2 donne les valeurs de dureté de nos échantillons. Chaque valeur représente la valeur moyenne de trois mesures effectuées sur trois endroits différents de la surface de l'échantillon.

Temps du maintien en heures	Dureté en Vickers (HV)		
	10%	22%	30%
0	315	627	664
2	247	282	140
4	134	184	184
8	122	137	159
16	140	284	248
32	159	239	208
64	173	184	138

Tableau III.1 : La dureté en Vickers (HV) de nos échantillons.

Temps du maintien en heures	dureté en Brinell (HB)		
	10%	22%	30%
0	306	597	247
2	263	238	138
4	132	182	123
8	121	135	157
16	137	302	243
32	154	234	204
64	168	172	137

Tableau III.2 : La dureté en Brinell de nos échantillons.

La figure III.10 représente la variation de la dureté HV en fonction du temps du maintien de nos échantillons.

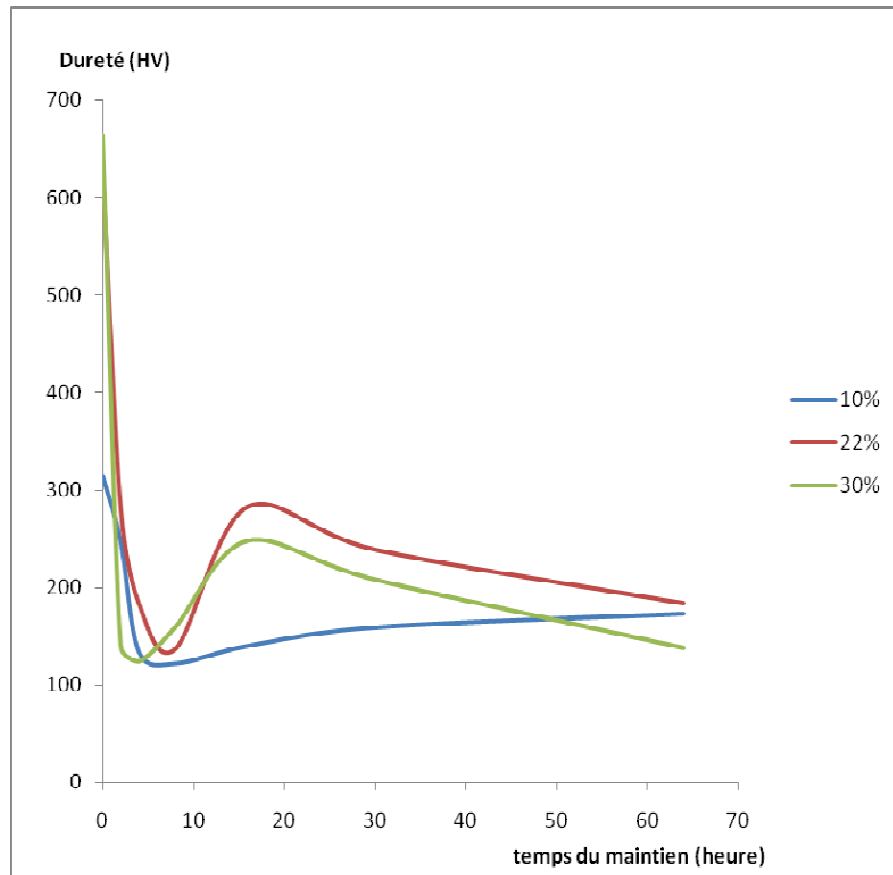


Figure III.10 : Variation de la dureté HV en fonction du temps de maintien.

La figure III.11 représente la variation de la dureté HB en fonction du temps de maintien de nos échantillons.

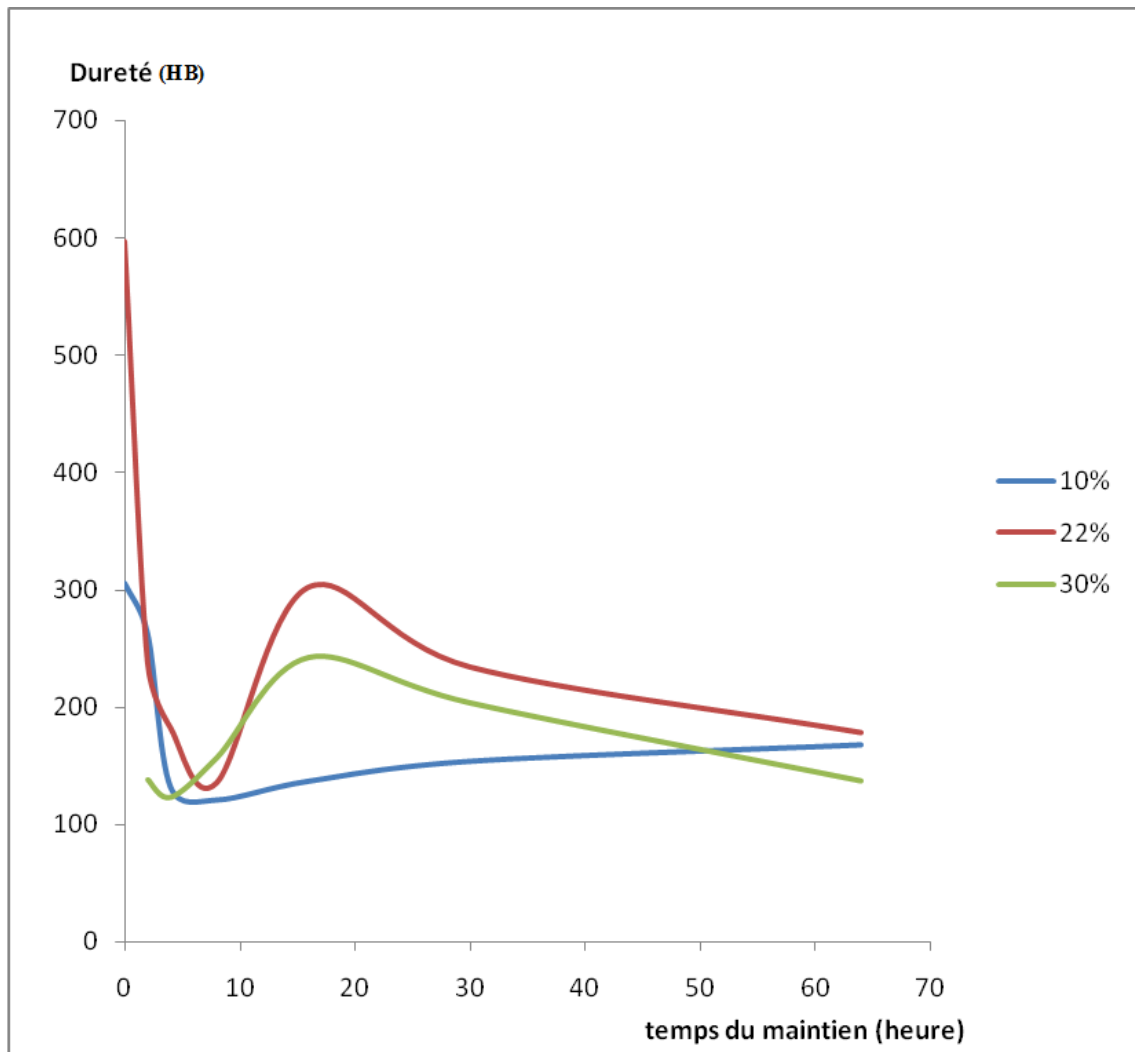


Figure III.11 : Variation de la dureté HB en fonction du temps de maintien.

III.1.4. Evolution de la micro dureté des microstructures

Le tableau III.3 donne les valeurs de la microdureté de la phase de nos échantillons. Chaque valeur représente la valeur moyenne de trois mesures effectuées sur trois endroits différents de la phase observée.

Temps du maintien en heures	Micro dureté (HV)		
	10%	22%	30%
0	194,2	254,4	310,6
2	157,3	175,6	125,8
4	118,5	167,7	143,1
8	160,4	181,1	160,4
16	131,8	165,2	128
32	151,4	155,8	134,3
64	170,9	160,4	165,2

Tableau III.3 : Les valeurs de la microdureté de la phase observée de nos échantillons.

La figure III.12 représente la variation de la microdureté de la phase en fonction du temps de maintien de nos échantillons.

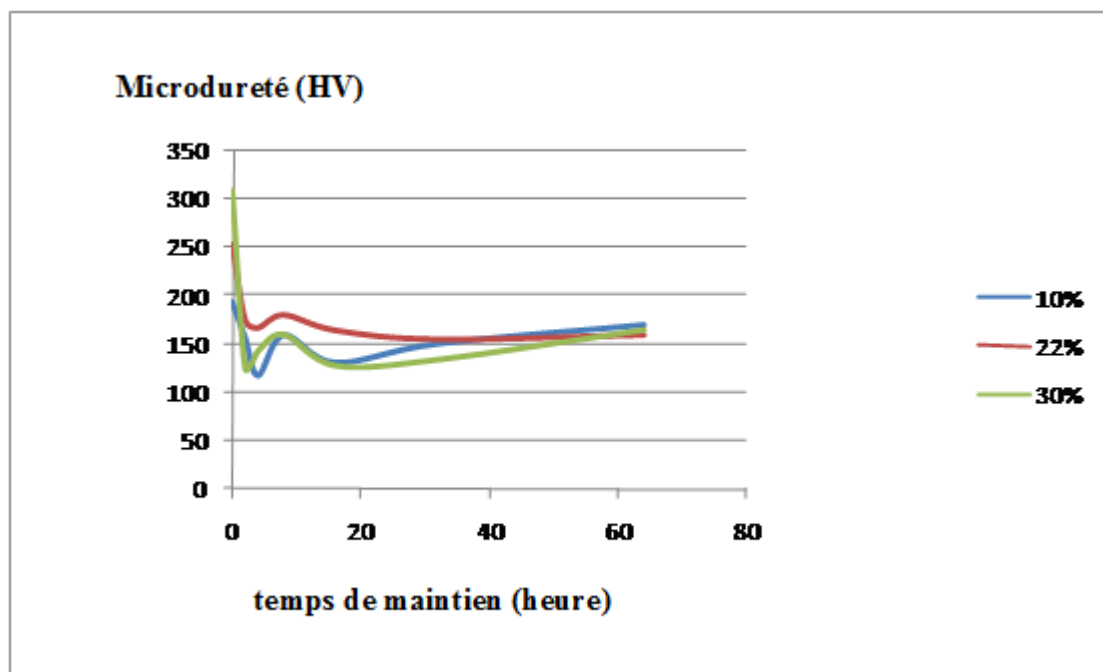


Figure III.12 : Variation de la microdureté en fonction du temps de maintien.

III.2. Interpretation

Nous commencerons à interpréter les microstructures obtenues par la microscopie optique, puis les images obtenues par la microscopie électronique à balayage, et on terminera par l'interprétation des courbes de la dureté superficielle et de la microdureté de la phase de nos échantillons.

III.2.1. Observation métallographique

La comparaison entre la figure III.1a qui représente la microstructure normalisée de référence, sans déformation, et celle de la figure III.1b qui représente la microstructure déformée à 10% par traction, montre que la taille du grain a largement changé ce qui prouve que l'écroutissage critique ϵ_c de notre acier est inférieure à 0,095. Donc la recristallisation se produit dans tous nos échantillons déformés après chauffage.

De tous les microstructures déformés par traction obtenues après le traitement thermique, il apparaît que seulement les figures III.2a et III.3a représentent le stade de restauration (diminution de la densité des dislocations qui se manifeste par la discontinuité du joint de grain et par la réduction de son nombre, absence de petits cristaux qui caractérisent la recristallisation primaire). Une polygonisation apparaît sur deux figures, l'origine de cette polygonisation peut être expliquée de la façon suivante : La répartition des dislocations après déformation est très hétérogène; elles ont tendance à s'assembler en échevaux délimitant des cellules dans lesquelles la densité des dislocations est relativement faible. Au cours du recuit il y a annihilation des dislocations de signe contraire et montée. Par suite, les parois s'affinent, les cellules se perfectionnent. On continue à parler de polygonisation pour signifier que les cristaux d'origine se sont finalement fragmentés en sous joint légèrement désorientés.

La recristallisation primaire dans les échantillons déformés à 10% par traction apparaît à partir d'un temps de maintien égale à 4 heures (apparition des petits cristaux qui ont des orientations différentes des cristaux mères sur la figure III.4a) ; Les figures III.5a, III.6a et III.7a montrent que la recristallisation primaire continue (apparition de nouveaux grains par le mécanisme de germination et croissance au détriment de la matrice) avec l'augmentation du temps de maintien. Sur la figure III.7a la recristallisation secondaire est apparente, en effet après la recristallisation primaire, le métal est constitué de grains de taille et de forme très diverses. Aux points triples, les

joints ont tendance à former la configuration la plus stable avec des angles à 120° , 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 ce qu'il mènera à la disparition des grains ayant moins de 6 côtés et à la croissance des grains ayant plus de 6 côtés.

La recristallisation primaire pour les échantillons déformés à un taux supérieure à 10% par traction apparaît à partir d'un temps de maintien égale à 2 heures (figure III.2b et III.3c). Et on constate, à l'inverse des microstructures des échantillons déformés à 10%, l'absence de grossissement exagéré de certains grains c'est-à-dire la recristallisation secondaire. Au contraire, on a l'impression que la fraction recristallisée a tendance d'envahir tous l'échantillon (figure III.4c et III.5c), au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. Néanmoins, cette recristallisation secondaire apparaît timidement pour les temps de maintien supérieures à 16 heures (figure III.6b et III.6c) et s'installe pour le temps de maintien égale à 64 heures (figure III.7b et III.7c).

L'explication la plus probable de l'absence de cette recristallisation secondaire dans les échantillons dont le taux de déformation est supérieure à 10% est la suivante : Le fait d'augmenter le taux de déformation, la probabilité que la déformation de tous les grains de l'échantillon atteint ou dépasse la déformation ϵ_c augmente. Et par conséquent, les sites privilégiés de la recristallisation primaire augmente aussi. Par contre, dans les échantillons déformés à 10% et du fait que la déformation par traction est hétérogène, il se peut que certains grains n'atteignent pas ϵ_c . Ce qu'il laisse la compétition entre la recristallisation primaire et la recristallisation secondaire ouverte.

III.2.2. Observation par la microscopie électronique à balayage

Les figures III.8 et III.9 représentent respectivement, les images obtenues par les électrons secondaires au microscope électronique à balayage sur les microstructures déformées par laminage et par traction.

Les images de la figure III.8 montrent que les grains ont une texture de laminage (orientés dans la direction de laminage), les pores (les points noirs), les joints de grains (sont discontinus dans quelques endroits) et que la déformation plastique des grains est homogène.

Les images de la figure III.9 montrent qu'il n'y a pas une orientation privilégiée des grains, donc pas de texture, sauf pour l'image de la figure III.9c où les grains sont

parallèles à la direction de traction pour s'accommoder à la valeur importante de la déformation (30%) imposée, les pores (les points noirs), les joints de grains sont bien révélés et ils sont denses et plus clairement une déformation plastique hétérogène des grains (image de la figure III.9b).

L'image de la figure III.9b donne le détail des grains mettant en évidence la déformation plastique. On voit une bande des lignes parallèles sur un grain (ce sont les bandes de Piobert Luders c'est-à-dire les familles des plans de glissements), une fragmentation du grain, des petits grains et des gros grains qui reflète bien l'hétérogénéité de la déformation plastique dans un essai de traction.

Ces images n'ont pas révélé les aiguilles ou les lattes de la martensite obtenue par déformation à froid de l'austénite. Parce que, tout simplement, nos échantillons ont été polis électrolytiquement. Ce polissage électrolytique permet certes, de bien révéler les joints de grains, mais il élimine le maclage, donc il était impossible d'observer les aiguilles ou les lattes de la martensite sur les microstructures polis électrolytiquement.

III.2.3. Restauration des propriétés mécaniques

La restauration des propriétés mécaniques est très souvent suivie par mesure de la dureté.

Les figures III.10, III.11 et III.12 montrent une restauration rapide des propriétés mécaniques et elle se produit avant la recristallisation (le temps de maintien ne dépasse pas 2 heures). Cela est dû au fait que la température de recuit est largement supérieure à la température de recristallisation de nos échantillons et qu'ils se caractérisent par une forte énergie de défaut γ_s .

A partir des courbes de ces figures, on peut déduire la dureté de la phase austénite de l'acier inoxydable 316L complètement restauré c'est-à-dire à l'équilibre, elle est de l'ordre de 130 HV.

La dureté de la martensite de l'acier inoxydable austénitique 316L obtenue par la déformation à froid de l'austénite est de l'ordre de 650 HV.

La présence des pics sur les courbes 22% et 30% des figures III.10 et III.11 conforte notre analyse qui a été faite précédemment sur les observations métallographiques. En effet, après la restauration, de nouveaux grains commencent à apparaître et à croître par le mécanisme de germination et croissance. La microstructure devient plus fine, la densité des joints de grains augmente et en plus, l'orientation cristallographique de ces

nouveaux grains diffère de celle de la structure mère. Ce qui va augmenter la dureté jusqu'à la fin de la recristallisation primaire.

La recristallisation secondaire commence à partir du pic pour ces deux taux de déformation qui correspond à un temps de maintien de l'ordre de 16 heures. Au delà de 16 heures, la dureté va diminuer avec le temps de maintien, pour atteindre la valeur de l'austénite normalisée.

L'absence du pic sur la courbe de 10% est du en fait, comme on l'a vu précédemment, à la hétérogénéité de la déformation plastique et la faible valeur du taux de déformation qui ne permet pas à tous les grains d'atteindre ϵ_c , ce qui permet à la recristallisation secondaire d'entrer en compétition avec la recristallisation primaire dès la fin du stade de restauration.

Le fait que la courbe de la figure III.12 reste presque constante après le stade de restauration avec le temps de maintien prouve qu'il n'y a eu pas de formation des carbures pendant nos recuits.

Conclusion générale

Conclusion générale

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

Le traitement thermique de vieillissement utilisé est le suivant :

- La température de recuit égale à 920°C
- Le temps de maintien à cette température est égal à 2, 4, 8, 16, 32 et 64 heures.
- Hypertrempe.

Voici les principaux résultats obtenus :

- La déformation critique de l'acier inoxydable austénitique 316L ϵ_c est inférieure à 10%.
- La déformation plastique par traction est hétérogène.
- La température de recuit choisie est largement supérieure à la température de recristallisation de cet acier.
- Avec cette température, les propriétés mécaniques se restaurent rapidement (après un temps de maintien de deux heures seulement).
- Avec un taux de déformation supérieure ou égale à 22%, la recristallisation primaire est complète pour un temps de maintien à 16 heures.
- La dureté de la martensite obtenue à partir de l'austénite déformée à froid de l'acier inoxydable austénitique 316L est de l'ordre de 650 HV.
- La dureté de l'austénite de l'acier inoxydable austénitique 316L non écrouie est de l'ordre de 130 HV.
- Apparemment, il n'ya pas eu de formation ou de précipitation des carbures durant ces traitements thermiques.
- Le détail des grains mettant en évidence la déformation plastique a été obtenu par le MEB.

Il est intéressant de continuer les investigations pour d'autres températures de recuit afin de déterminer les paramètres optimales du phénomène restauration et recristallisation dans l'acier inoxydable austénitique 316L, notamment la température de recristallisation et l'énergie d'activation.

Références bibliographiques

- [1]. M.Fillali. "Etude de l'évolution microstructurale de l'acier inoxydable 316L traité thermiquement puis déformé par traction". Projet de fin d'études, Département de Métallurgie, ENP, Juin 2008.
- [2]. John, C.Lippord, Damien J.Kotecki. welding metallurgy and weld ability of stainless steels. Wiley-interscience. 2005.
- [3]. J. Sedricks. Corrosion of Stainless Steels. John Wiley and sons, Inc. 1979.
- [4]. Guy. David. Les aciers inoxydables. Techniques et documentations Lavoisier, Les éditions de physique, 1990.
- [5]. P. J. Cunat. Aciers inoxydables : Critères de choix et structure. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. 2003.
- [6]. ASM metals Handbook, 8th edition, vol. 8, ASM international, Materials Park, OH, P. 291.
- [7]. J. Dorlot, J. Baïlon, J. Masounave, "Des matériaux", Edition de l'Ecole Polytechnique de Montréal, 1986.
- [8]. Pierre R. Roberge. handbook of corrosion engineering. Mc Graw-Hill edition. 1999.
- [9]. P. J. Cunat Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, Mars 2000.
- [10]. A. Rabey, Les aciers spéciaux, SEMAS Paris-ed, 1978.
- [11]. P. Lacombe, B. Baroux. Conséquence sur les traitements thermiques dans les aciers inoxydables, 1990.
- [12]. Z. Sellidj. "Influence de la vitesse de refroidissement sur les transformations structurales d'un aciers inoxydable austénitique (304L) traité à haute température". Mémoires de fin d'études, ENP, 2004. [
- [13]. L. Rouibah. "Etude électrochimique et morphologique de la piqûration de l'acier inoxydable austénitique 316 L". Mémoires de fin d'études, ENP, 2006.
- [14]. Biomaterial Science, Frederick J. Schoen, Jack E. Lemons; 1996.
- [15]. T. Haure. "Couches multifonctionnelles par procédé multi technique", Thèse Docteur de l'Université de Limoges, 2003.
- [16]. P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger. "Les aciers inoxydables", les éditions de physique, 1990.

- [17].ATMANI Fouad. Comportement électrochimique d'un dépôt PVD du titane sur l'acier inoxydable austénitique AISI 316L laminé à froid, en milieu physiologique simulé. Magister, ENP, 2005.
- [18]. K. Bouchenab. "Effet d'un écrouissage par traction sur la corrosion par piqûres d'aciers inoxydables en milieu chlorure", Master MGP électrochimie, INP, Grenoble, Septembre 2004.
- [19]. A. Kahlouche. "Influence des variables thermomécaniques sur la structure et les Propriétés mécaniques d'acier doux ". Projet de Fin d'Etude, ENP, 2006.
- [20]. Ludovic. "Elaboration de revêtement sur acier inoxydable simulation de la fusion par irradiation laser (caractérisation structurale, mécanique et tribologique)", Avril, 2003.